

② バイアル容量と放出量の関係

ア. 目的

測定バイアル容量がホイップクリーム中からの亜酸化窒素放出量を定量するのに充分かどうかを検討する。

イ. 方法

ホイップクリーム缶が室温になるまで放置し、十分に内容物を混和した後、密封容器中のホイップクリーム約 1 g を容量 12.6 ml のバイアルに吐出し、直ちにラバーセプタムで密封する。1 分後、ガスタイトシリンジでヘッドスペースを 30 μ l 採取し、ガスクロマトグラフに注入し、ヘッドスペース中の亜酸化窒素容積パーセント濃度 (v/v%) を絶対検量線法により求める。同様に容量 21.3 ml、155.6 ml のバイアルのヘッドスペース中の亜酸化窒素容積パーセント濃度 (v/v%) を求める。

検量線は、亜酸化窒素標準ガスを用いて、任意の濃度の N₂O/Air 混合ガスを調製して作成する。

検量線より求まるヘッドスペースガス中の亜酸化窒素容積パーセント濃度 (v/v%) から、理想気体の状態方程式 $PV=nRT$ を用いて、亜酸化窒素重量を算出する (実験条件: 常圧、24°C)。結果は、試料 1 g 当たりの亜酸化窒素放出量 (mg) に換算する。

操作条件

検出器: 熱伝導検出器 (200°C)

カラム: Chrompack 社製 PoraPLOT Q

内径 0.53 mm、長さ 25 m、膜厚 20 μ m

キャリアーガス: ヘリウム

カラム温度: 40°C 一定

注入口温度: 250°C

ウ. 結果

試料 1:

(単位: mg/g 試料)

測定回数 バイアル容量(ml)	1	2	3	4	5	平均値	標準偏差
12.6	9.6	11.1	10.5	10.8	9.7	10.34	0.60
21.3	17.7	14.7	17.5	15.5	17.2	16.53	1.21
155.6	18.6	15.9	15.7	22.4	20.1	18.54	2.53
						総平均値*	総標準偏差*
						17.53	2.17

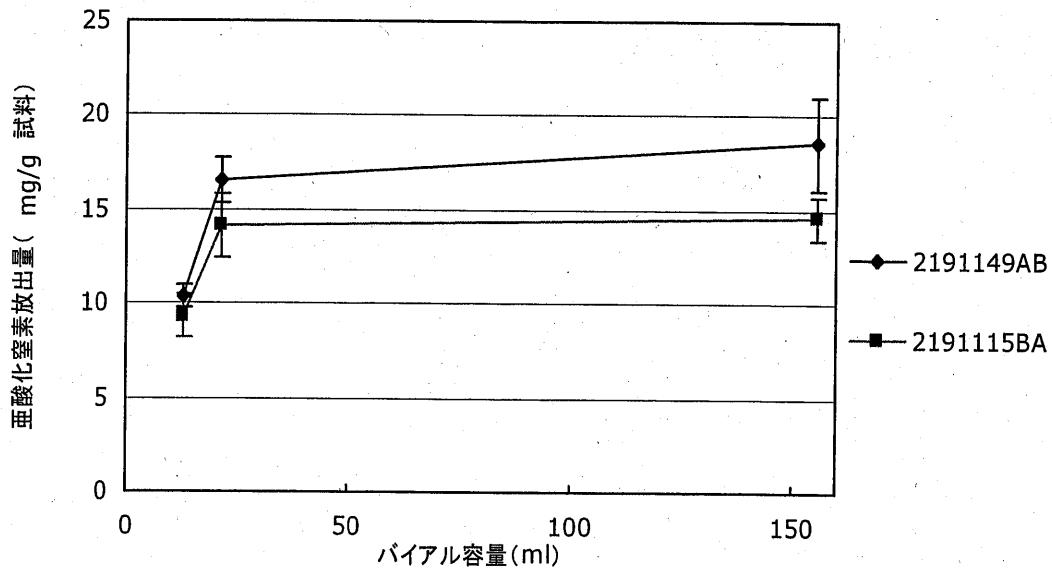
* バイアル容量 12.6 ml を用いた試験の結果は除く。

試料 2 :

(単位 : mg/g 試料)

測定回数 バイアル容量(ml)	1	2	3	4	5	平均値	標準偏差
12.6	8.0	8.9	9.2	11.5	9.1	9.34	1.14
21.3	16.4	11.2	15.1	13.9	14.1	14.15	1.69
155.6	14.0	15.9	14.0	13.1	16.0	14.60	1.15
						総平均値*	総標準偏差*
						14.37	1.56

* バイアル容量 12.6 ml を用いた試験の結果は除く。



バイアル容量(12.6、21.3、155.6 ml)と放出量の関係

試料 1 及び試料 2 の両ロットにおいて、バイアル容量 21.3 ml~155.6 ml の範囲で亜酸化窒素放出量に増加はみられなかった。一方、容量 12.6 ml のバイアルにおける亜酸化窒素放出量は、容量 21.3、155.6 ml のバイアルにおける亜酸化窒素放出量の約 2/3 であり、ホイップクリーム中の亜酸化窒素は完全に放出されていない。

エ. 結論

ホイップクリーム中からの亜酸化窒素放出量（拡散 N_2O と泡中 N_2O の総計）は、密封容器容量 21.3~155.6 ml のバイアルを用いて、吐出後 1 分後の測定により定量できる。

吐出後のホイップクリーム中に含まれる亜酸化窒素量は、ホイップクリーム中からの亜酸化窒素放出量（拡散 N_2O と泡中 N_2O の総計）の平均 14.7 mg/g とクリーム中に溶解している亜酸化窒素量 1.06 mg/g を総計した 15.8 mg/g と推定される*。

③ ホイップクリーム中の亜酸化窒素放出量分析条件

①及び②の結果より、一定条件下（試料約 1 g、バイアル容量 21.3~155.6 ml、吐出 1~20 分、密封容器中）におけるホイップクリームから放出される亜酸化窒素量は定量できると考えられる。方法を以下に示す。

ホイップクリーム缶が室温になるまで放置し、十分に内容物を混和した後、密封容器中のホイップクリーム約 1 g を容量 21.3 ml~155.6 ml のバイアルに吐出し、直ちにラバーセプタムで密封する。1~20 分後以内に、ガスタイトシリンジでヘッドスペースを 30 μ l 採取し、ガスクロマトグラフに注入し、ヘッドスペース中の亜酸化窒素容積パーセント濃度（v/v%）を絶対検量線法により求める。

検量線は、亜酸化窒素標準ガスを用いて、任意の濃度の N_2O /Air 混合ガスを調製して作成する。

検量線より求まるヘッドスペースガス中の亜酸化窒素容積パーセント濃度（v/v%）から、理想気体の状態方程式 $PV=nRT$ を用いて、亜酸化窒素重量を算出する。結果は、試料 1 g 当たりの亜酸化窒素放出量（mg）に換算する。

操作条件

検出器：熱伝導検出器（200℃）

カラム：Chrompack 社製 PoraPLOT Q

内径 0.53 mm、長さ 25 m、膜厚 20 μ m

キャリアーガス：ヘリウム

カラム温度：40℃一定

注入口温度：250℃

* ホイップクリーム中の溶解亜酸化窒素：1 atm、25℃における亜酸化窒素の水への溶解性は 1.06 mg/g であることが報告されている（25）。5 atm におけるクリーム（40%脂肪）への亜酸化窒素の溶解度（7.02g/kg）が水（6.55 g/kg）とほぼ同じであることから（p.40）、1 atm、25℃における溶解度も水と同じ 1.06 mg/g であると仮定し、クリーム中（水分含量約 50%）に溶解している亜酸化窒素量を 1.06 mg/g とした。

2) 密封容器中ホイップクリームの重量法による亜酸化窒素放出量分析

前記測定方法とは別の方法（重量法）により亜酸化窒素放出量を確認した(30)。ホイップクリーム缶に充填された気体が99%以上亜酸化窒素であるので、ホイップクリームを吐出した際に空气中に放出される亜酸化窒素量（拡散 N_2O ）及び吐出されたホイップクリーム中に含有され、徐々に大気中に放出される亜酸化窒素量（泡中 N_2O ）を重量法で実測することにより、缶に充填された亜酸化窒素のうち、ホイップクリームに移行する亜酸化窒素量を推定することができる。

ア. 試料明細

内容物量：198 g（製品ラベルより）

亜酸化窒素重量：8.5 g（ConAgra 社情報）

試料	名称	ロット番号
1	Reddi wip（ConAgra 社製）	047847・0109
2	Reddi wip（ConAgra 社製）	047581・0109
3	Reddi wip（ConAgra 社製）	047846・0109

イ. 方法

- ① 室温に戻したホイップクリーム缶の内容物を充分混和した後、スパウトをつけたまま、ホイップクリーム缶の重量を測定する（A）。
- ② 重量既知の500 mL 受け容器（B）に、缶よりホイップクリームが周囲に飛び散らないように注意しながら約100gを吐出する。
- ③ 直ちに吐出したホイップクリームの入った受け容器重量（C）とホイップクリーム缶重量（D）を測定する（②～③の操作は1分以内に行なう）。
- ④ 吐出したホイップクリームの入った受け容器重量を10分後に測定する（E）。
- ⑤ 缶から吐出された実吐出量（A-D）と受け容器のホイップクリーム重量（C-B）より、缶からホイップクリームを吐出した際に大気中へ放出された N_2O （拡散 N_2O ）を算出する。
- ⑥ 吐出直後の受け容器重量と吐出10分後の受け容器重量（E）より、缶から吐出されたホイップクリーム中から放出される N_2O （泡中 N_2O ）を算出する。

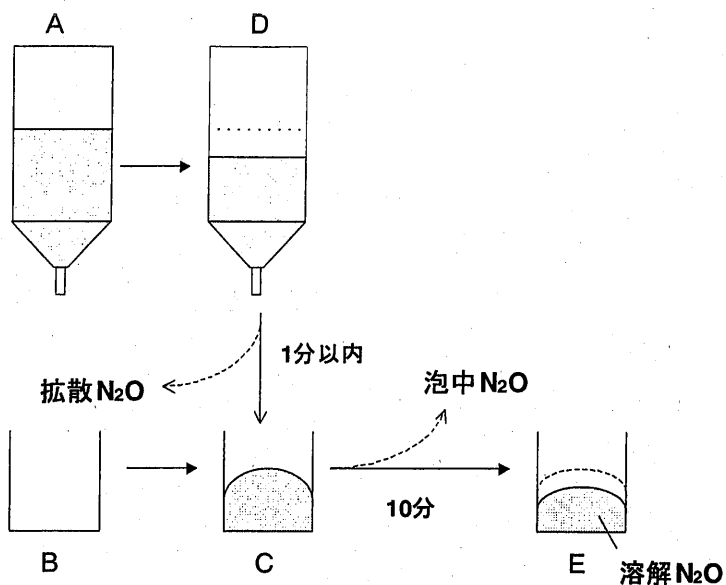


図1. 測定方法概略

ウ. 結果

1) 吐出後クリーム重量の経時変化

クリーム重量は経時的に減少したが、減少パターンは0~10分と10~60分の2相性を示した(図2)。第2相の減少は水分蒸発に起因すると考えられることから、泡中 N_2O 量は0~10分にみられる減少量とし、10分時の重量をクリーム重量とした。

表1. 吐出後のクリーム重量の経時変化

経過時間/クリーム重量 (g)								
吐出直後	10秒	20秒	1分	3分	5分	10分	30分	60分
105.407	105.399	105.391	105.373	105.321	105.278	105.183	105.032	104.779

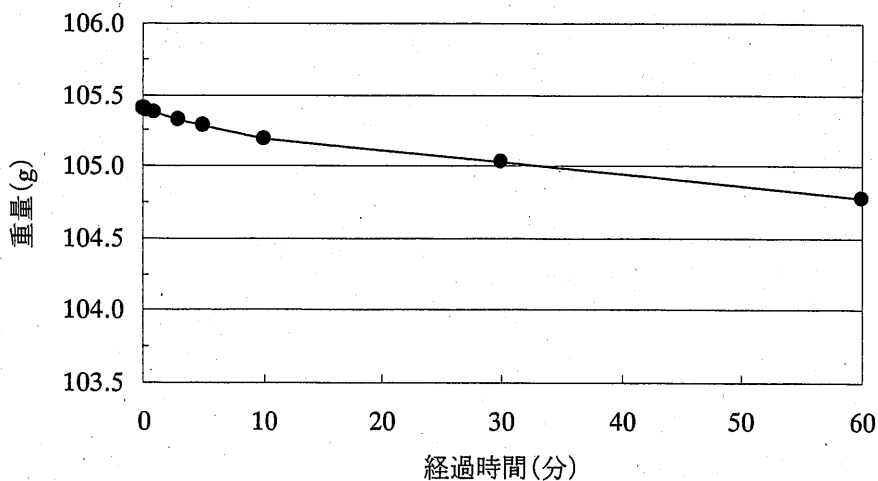


図2. 射出後クリーム重量の経時変化