

## オンラインTHM-GCを用いた薄層クロマトグラフィーによる バイオディーゼル中のグリセリドおよび残留遊離脂肪酸の定量

**【背景】** バイオディーゼルは、主に植物油や動物性油脂を原料として、アルコール（通常はメタノール）とのエステル交換反応により脂肪酸メチルエステル（FAME）として生成したもので、再生可能、生分解性、非毒性のディーゼル燃料や石油の代替燃料となる。一方、モノグリセリド（MG）、ジグリセリド（DG）、トリグリセリド（TG）、遊離脂肪酸（FFA）など製造時に生じる副産物が残留していると、フィルターの目詰まり、燃料劣化、エンジン故障など、燃料供給系やエンジン本体にとって重大な不具合発生の問題につながる危険性がある。本報では、薄層クロマトグラフィーとオンライン熱分解メチル化GC（TLC-OPM-GCまたはTLC-THM-GC）を用いて、バイオディーゼル試料中の残留グリセリドと遊離脂肪酸の両方を分析した結果を報告する。

**【方法】** 測定には、マルチショット・パイロライザー（EGA/PY-3030D）をGC注入口に直結したGC/MSシステムを使用した（Fig. 1）。TLCによる分離：1 μLのバイオディーゼル試料をTLCプレートにスポットし、*n*-ヘキサン/酢酸エチル/ギ酸（90：10：2）中で展開した。FAME、MG、DG、TG、FFAのスポットは、発色試薬としてヨウ素蒸気を用いて褐色に呈色させた。最後に、着色したスポットを0.5 cm x 1.0 cmに切り取り、OPM-GC分析を行った。

OPM-GC（/MS）分析：TLCプレートから得た着色スポットと3 μLの水酸化トリメチルスルホニウム（TMSH）を試料カップに採取し、N<sub>2</sub>キャリアーガス気流下（30 mL/min）、350 °Cに保たれたパイロライザーの加熱炉に落下させた。カラム流量は1.0 mL/minとし、カラム温度は初期温度50から230 °Cまで10 °C/min（10 min hold）で昇温した。インジェクターおよび検出器の温度は250 °Cに保った。分離には、50 %シアノプロピル-50 %ジメチルポリシロキサンでコートされたDB-23カラムを使用した。

**【結果】** OPM-GCで得られた廃油試料中のグリセリドと遊離脂肪酸の代表的なクロマトグラムをFig. 2に示す。本試料のグリセリドおよび遊離脂肪酸スポットからは、C16:0、C18:0、C18:1、C18:2の4種類の脂肪酸がすべて検出された。また、外部標準法および面積規格化法を用いて定量分析した結果、グリセリド成分、遊離脂肪酸成分の濃度、および脂肪酸組成の分布が明らかになった。検出されたグリセリドまたは遊離脂肪酸の含有量は、欧州連合（EU）で許容される最大濃度（EN 14214:2008（E））を上回っていた。以上の結果から、TLC-OPM-GCは、バイオディーゼル中の残留グリセリドと遊離脂肪酸の両方を定量的に分析できるだけでなく、これらの化合物中の脂肪酸組成の分布も分析できることが示された。

10 cm幅のTLC用シリカゲル アルミシート

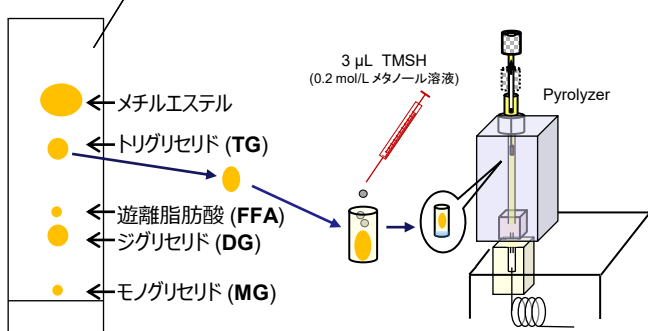


Fig. 1 新規TLC-OPM-GCシステムの模式図

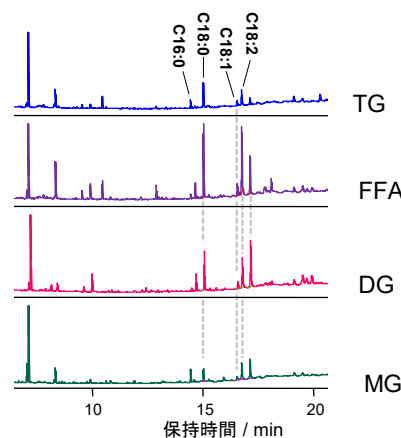


Fig. 2 TLC-OPM-GCで得られた廃油由来のグリセリドと遊離脂肪酸の典型的なクロマトグラム

\* 引用文献：Z. Huang, P. Zhang, Y. Sun, Y. Huang, Z. Pan, L. Wang, *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 113 (2015) 288-295.

**Keywords** : TLC-THM-GC, 薄層クロマトグラフィー, バイオディーゼル, グリセリド, 遊離脂肪酸

**使用製品** : マルチショット・パイロライザー

**応用分野** : バイオディーゼル中の残留グリセリドおよび遊離脂肪酸の同時定量

**関連テクニカルノート** : PYA2-023

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**  
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102  
www.frontier-lab.com/jp