

水酸化トリメチルスルホニウム(TMSH)存在下におけるワンステップ熱支援加水分解/メチル化法による多不飽和脂肪酸油の組成分析

【背景】 水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)などの有機アルカリの存在下での熱支援加水分解およびメチル化(THM)は、脂質を含むポリマーやエステル組成分析に非常に有効な手段として用いられてきた。しかし、強アルカリのTMAHによってメチル化反応中にポリ不飽和脂肪酸(PUFA)成分が異性化や熱分解することが指摘されてきた。ここでは、TMSH存在下でのワンステップTHM-GCによる脂質サンプル中の多不飽和脂肪酸の分析について述べる。

【方法】 トリアラキドニン、大豆油、および鰯油は精製せずにそのまま使用した。次に、濃度を変化させたTMSHおよび水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)のアルコール溶液を調整した。分析には、FIDとMSを検出器とするキャピラリーカラムPy-GCを使用し、熱分解は、脂肪酸メチルエステルがもっとも高い収率で得られた350°Cで行った。

【結果】 図1に(a)TMSHおよび(b)TMAHそれぞれの存在下、ワンステップTHM-GCによって得られた大豆油のクロマトグラムを示す。TMAH存在下で熱異性化によって生じる、C18:2およびC18:3誘導体の多くの異性体ピークが観測された。一方、(b)TMSHにおいてはこれらはほとんど観測されなかった。表1にはTMSHおよびTMAH存在下でのワンステップTHM-GCで得られた大豆油の脂肪酸の化学組成とオフラインメチル化による参照値を回収率と共にまとめている。0.2M TMSHを使用して得られた脂肪酸成分はオフラインGC法で得たものと、良い一致が観られ、また、各脂肪酸成分について一定で約80%の高回収率が得られた。サンプルが鰯油の場合はTHM-GCで得られた多不飽和脂肪酸成分はオフラインGCで得られた値と良く一致し再現性も良かった。

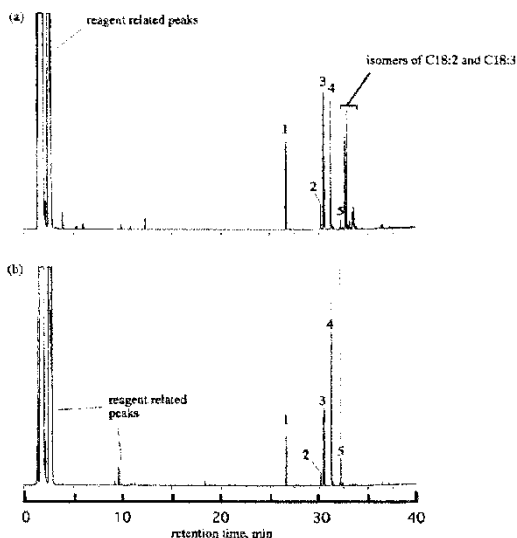


図1. 350°CワンステップTHM-GCで得られた大豆油のクロマトグラム (a) 0.15M TMAHの存在下 (b) 0.2M TMSHの存在下。脂肪酸とメチルエステルのピーク: 1, C16:0; 2, C18:0; 3, C18:1; 4, C18:2; 5, C18:3

表1. ワンステップTHM-GCで得られた大豆油中の脂肪酸の化学成分と回収率

	脂肪酸						合計
	16:0 成分 (mol%)	18:0	18:1	18:2	18:3 異性体 18:2&18:3		
オフライン法* One step THM-GC	13.2	4.0	22.6	54.6	5.7	nd	100
TMSH 0.2M	13.4(74.6)	3.7(76.5)	22.8(81.5)	54.8(80.6)	5.4(75.5)	nd	100
TMAH 0.05M	13.4(18.2)	3.6(17.3)	22.1(21.0)	55.2(19.2)	5.7(18.2)	nd	100
0.1M	13.2(43.6)	3.7(42.2)	22.4(51.5)	48.2(37.7)	5.1(36.5)	7.4	100
0.15M	13.3(83.5)	3.9(82.5)	23.2(99.6)	22.5(40.5)	1.1(22.1)	34.8	100

*TMSHによるオフライントランスメチル化とその後のGC分析結果による括弧中のデータ: サンプル量で標準化したモルピーク強度から得た回収率

*Contents excerpted from Y. Ishida, S. Wakamatsu, H. Yokoi, H. Ohtani, S. Tsuge, *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 49 (1999) 267-276

Keywords : 熱支援加水分解、メチル化、水酸化トリメチルスルホニウム、多不飽和脂肪酸油、熱分解

使用製品 : 多機能パイロライザー

応用分野 : 脂質分析

関連テクニカルノート :

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
<http://www.frontier-lab.com/>