

在三甲基硫氢氧化(TMSH)存在下通过 一步热辅助水解/甲基化法组分分析多不饱和脂肪酸油

[背景] 氢氧化四甲铵(TMAH)等有机碱的存在下的热辅助水解以及甲基化(THM)是, 对于包含脂质的聚合物和酯的组分分析是非常有效的分析方法。然而, 由强碱的TMAH甲基化反应中被指出多不饱和脂肪酸(PUFA)成分异构化和热分解。在这儿介绍在TMSH存在下通过一步THM-GC脂质样品中的多不饱和脂肪酸的分析。

[方法] 花生四烯酸, 大豆油以及沙丁鱼油是未提炼状态使用。下一步, 调整浓度变化的TMSH以及氢氧化四甲铵(TMAH)的酒精溶液。分析使用FID和MS为检测器和毛细管柱Py-GC, 热分解是在甲酯脂肪酸最高收率的350 °C进行。

[结果] 如Fig. 1是(a)TMSH以及(b)TMAH分别存在时, 由一步THM-GC法得到的大豆油的色谱图。TMAH存在时发生热异构化, 观测到C18:2以及C18:3衍生物的很多的异构体峰。而另外,(b)TMSH中完全没有观测到这些。Table 1是TMSH以及TMAH存在时的一步THM-GC法得到的由大豆油的脂肪酸化学成分和离线甲基化参考值与回收率的总结。使用0.2 M TMSH得到的脂肪酸成分是离线GC法所得到的结果一致, 另外, 关于各脂肪酸成分得到80 %的高回收率。沙丁鱼油为样品时用THM-GC法得到的多不饱和脂肪酸成分是离线GC法所得值相一致, 并且有良好的重现性。

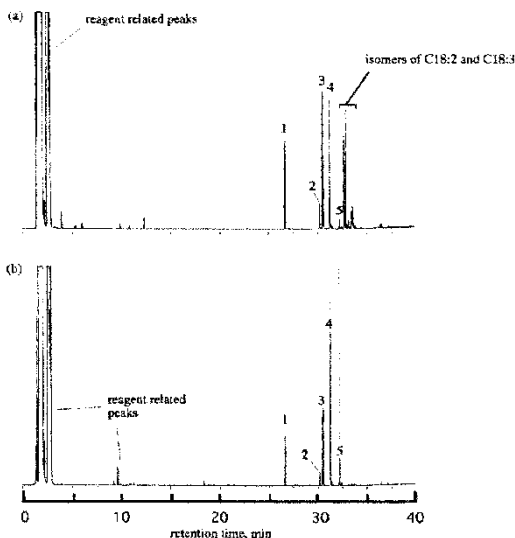


Fig. 1 350 °C一步THM-GC法得到大豆油的色谱图
(a) 0.15M TMAH存在时 (b) 0.2M TMSH存在时。脂肪酸和甲酯的峰: 1, C16:0; 2, C18:0; 3, C18:1; 4, C18:2; 5, C18:3

Table 1 一步THM-GC法得到大豆油中脂肪酸的化学成分和回收率

	脂肪酸						合计
	16:0	18:0	18:1	18:2	18:3 异构体	18:2&18:3	
离线法*	13.2	4.0	22.6	54.6	5.7	nd	100
One step THM-GC							
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

*由TMSH离线甲基转移后的GC分析结果

括号内的数据: 由样品量标准化的模型峰强度得到的回收率

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

Keywords : 热辅助水解, 甲基化, 三甲基硫氢氧化, 多不饱和脂肪酸油, 热裂解

使用产品 : 多功能热裂解器

应用领域 : 脂质分析

关联的技术笔记 :

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn