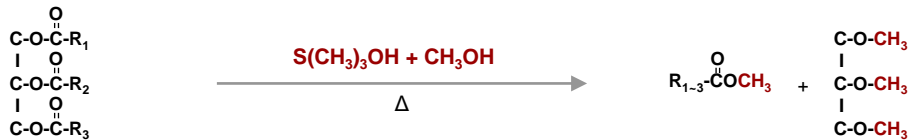


## 用三甲基氢氧化铈的反应热裂解脂肪酸分析中的注意点

**[背景]** 油脂的结构脂肪酸分析的公定法是用三氟化硼(BF<sub>3</sub>)的方法, 由于操作烦杂并BF<sub>3</sub>的毒性高, 因此期待开发简便并安全性高的分析方法。作为候选方法之一的, 用Py-GC/MS的反应热裂解法, 氢氧化四甲铵(TMAH)在此方法中经常使用, 但被指出会与有多个不饱和键的多不饱和脂肪酸异构化的问题。石田等报告, 使用三甲基氢氧化铈(TMSH)能抑制异构化的解决方案<sup>1)</sup>。然而, 确认了因药品的添加量不同, 也引起异构化, 因此在本报告中讨论TMSH的最佳添加量<sup>2)</sup>。

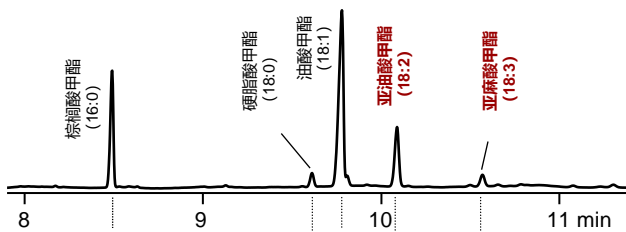
**[方法]** 大豆油作为测定样品, 称取10 μg后, 添加TMSH甲醇溶液(0.01 - 0.2 M) 2-4 μL, 以备测定。350 °C时回收率为80 %, 因此热裂解温度选择为350 °C。样品杯使用生态杯LF。

**[结果]** 大豆油等的油脂是, 甘油三酯的脂肪酸酯为主成分构成的, 通过用TMSH的反应热裂解进行如 Scheme1 所示的酯交换反应, 得到各个脂肪酸的甲基化衍生物。由不同量的TMSH添加量所得到的大豆油热解图如图Fig. 1所示。观测到各种的脂肪酸甲酯, 相比于a.的热解图, b.中18:2以及18:3的峰面积变小, 更进一步, b.中观测到由18:2异构化产生的异构体, 确定了TMSH的添加量的增加导致多不饱和脂肪酸的异构化。因此, 为了找到最佳添加量, 调查了添加量对各脂肪酸峰面积的影响, 结果如图Fig. 2所示。不产生异构化问题的16:0的峰面积是, 随着添加量的增加, 提高反应效率的峰面积也增加了。另外, 根据条件引起异构化的18:2以及18:3是, 当TMSH添加量为0.2x10<sup>-6</sup> mol, 是样品化学当量的10倍时可以得到最大的面积计数。当添加量比这个更大时面积减少, 观测到通过异构化的产物增加。由这个结构可知, 最佳TMSH添加量是油脂成分的十倍化学当量, 对大豆油的构成脂肪酸组分进行分析时, 使用BF<sub>3</sub>离线甲基化衍生物得到的结果, 得到了所有脂肪酸成分的构成比例相一致的良好结果。



Scheme 1 用TMSH的油脂构成的脂肪酸甲基化衍生物

a. TMSH添加量: 0.2 x 10<sup>-6</sup> mol



b. TMSH添加量: 1.0 x 10<sup>-6</sup> mol

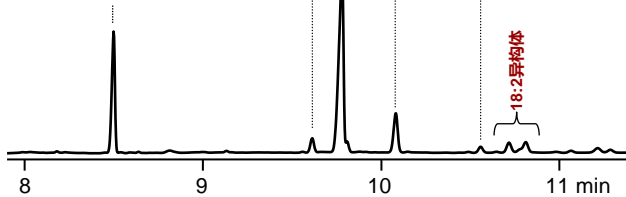


Fig. 1 各TMSH添加量中大豆油的热解图

热裂解温度: 350 °C, GC柱箱温度: 40 - 240 °C (20 °C/min, 3 min)  
 分离色谱柱: Ultra ALLOY-WAX (聚乙二醇) (L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)  
 载气流量: 1 mL/min: He, 分流比: 1/50, 样品量: 10 μg

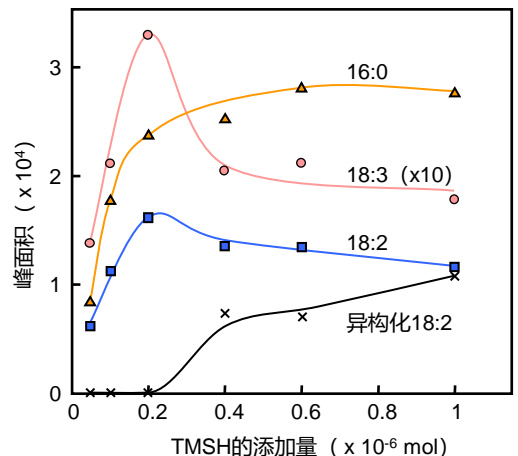


Fig. 2 TMSH添加量和各脂肪酸成分的峰面积值的关系

- 1) Y. Ishida et al. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 49 (1999) 267-276
- 2) 穗坂等, 日本分析化学会第58年会 (2009), F1027

**Keywords :** 油酸, 脂肪酸, 反应热裂解, TMSH

**使用产品 :** 多功能热裂解器, GC/MS 免放空接口, UA-WAX

**应用领域 :** 食品关联

**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](http://www.frontier-lab.com/cn)