

FID と LUMA 検出器による Agilent 8890 GC での 37 成分の 脂肪酸メチルエステルの分析

著者

Saurabh U. Patel
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

脂肪酸メチルエステル (FAME) の分析は、油、肉、種子などの食品やその他の製品に含まれる脂質の特性解析に使用されています。脂質の脂肪酸組成物は、飽和、一価不飽和、多価不飽和化合物の複雑な混合物であり、さまざまな炭素鎖長から構成されています。¹ 体内の脂肪酸の役割はその構造に応じて異なるため、食品に含まれる脂肪酸について詳細な組成分析を実施する必要があります。食品中の脂肪酸組成の分析は、世界中の多くの政府機関、品質管理 (QC)、受託研究機関のラボにおいて一般的なものとなっています。

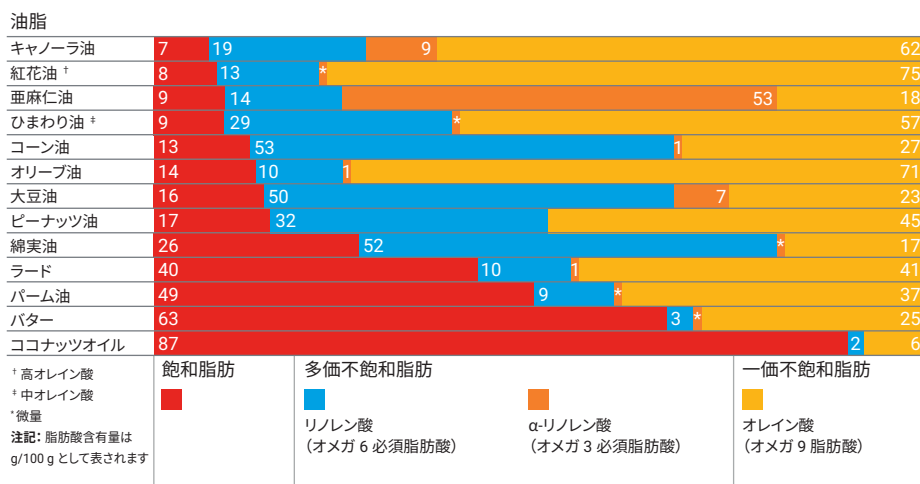


図 1. 市販の各種家庭用油脂の脂肪酸 (飽和および不飽和) の比較。²

食品の栄養表示には、食品成分の詳細を示す多くの情報が含まれているため、消費者はそれらの情報に基づいて食品を選択できます。³ ガスクロマトグラフィー水素炎イオン化検出器 (GC-FID) は、食品中の脂肪酸組成の分析に一般的に使用されています。このアプリケーションノートでは、Agilent 8890 GC システムと FID および LUMA 真空紫外 (VUV) 検出器を用いて、37 成分の FAME 標準混合物の分析を実施しました。比較のため、いくつかのブランドの油も購入して分析しました。

実験方法

37 成分の FAME 標準混合物は Sigma-Aldrich から購入しました (部品番号 CRM47885)。また、3 種類の食用油は地元の食料品店で購入しました。分析には、8890 GC システムと Agilent DB-FastFAME (30 m × 250 μm、0.25 μm) カラム (部品番号 G3903-63011) を、FID および LUMA 検出器と組み合わせて構成したものを使用しました。サンプルは自動液体サンプリング (ALS) で導入し、Agilent パージ付き 2 ウェイスプリッタ (部品番号 G3180B) で FID と LUMA に 1:1 の割合でスプリット検出しました (図 2)。表 1 に、この分析パラメータの詳細を示します。

表 1. FAME 分析の機器パラメータ

パラメータ	設定値
注入量	1 μL
注入口 (スプリット/スプリットレス)	275 °C (50:1 スプリット)
オープンプログラム	70 °C (0.5 分間保持)、 60 °C /min で 165 °C まで昇温 (0.5 分間保持)、 10 °C /min で 200 °C まで昇温 (0.5 分間保持)、 5 °C /min で 230 °C まで昇温
カラム流量	3.0 mL/min (水素)
メークアップ流量	3.3 mL/min (水素)
制限 1 および 2	0.55 m × 100 μm
LUMA 温度設定値	275 °C
FID 温度設定値	300 °C

結果と考察

FID と LUMA 検出器で、37 成分の FAME 標準混合物の同時分析を行いました (図 3)。バンド 2 (130 ~ 143 nm) でのサンプル吸光度は、他の分析対象バンドと比べて普遍的なものです。一方で、バンド 7 では、不飽和脂肪酸 (cXX:n) の吸光度が飽和脂肪酸 (cXX:0) より高くなっています。ピークのレスポンス、形状、分解能について FID とバンド 2 で比較すると、そのクロマトグラム性能は同等です。

表 2 に、オリーブ油とキャノーラ油について典型的な組成割合と食料品店で購入した食用油の FID および LUMA での計算結果の比較を示します。

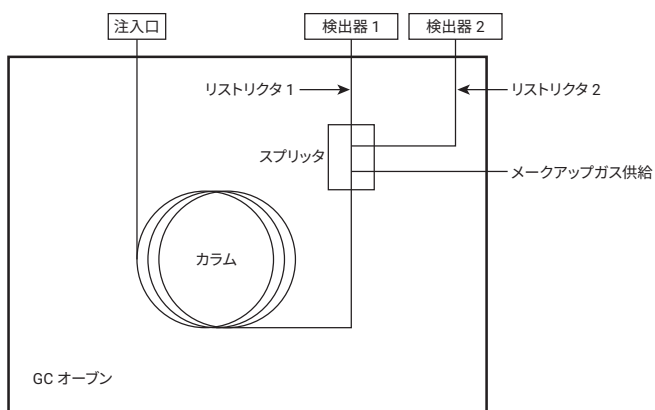


図 2. FAME 分析用の GC 構成

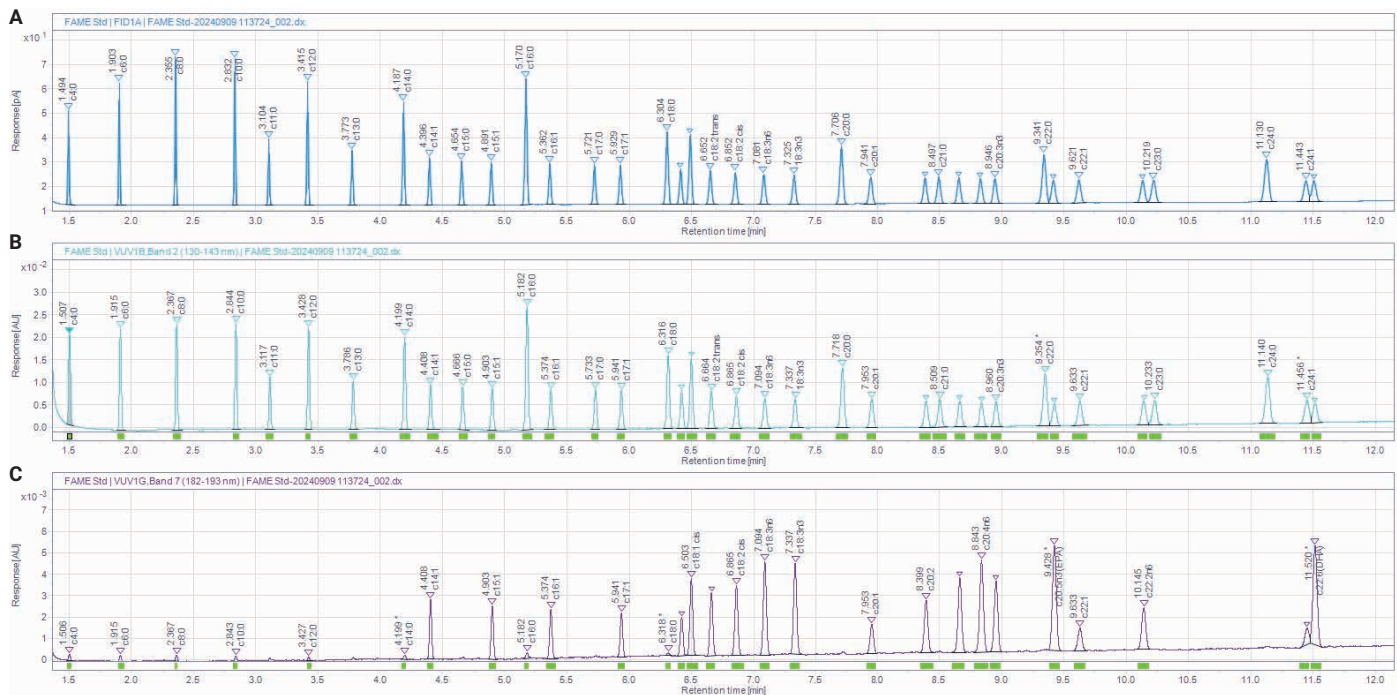


図 3. 37 成分の FAME 混合物標準を FID (A) と LUMA 検出器のバンド 2 (B) およびバンド 7 (C) で同時に分析した結果。各ピークの UV 純度基準の結果は、パネル B および C で緑色または紫色で強調表示されています。

表 2. 食料品店で購入した食用油ごとの、FID と LUMA (バンド 2) での面積パーセントの計算結果の比較

	オリーブ油 (標準) *	キャノーラ油 (標準) *	オリーブ油		キャノーラ油:オリーブ油 (90:10)		エクストラバージンオリーブ油 (EVOO)	
			FID 面積%	バンド 2 面積%	FID 面積%	バンド 2 面積%	FID 面積%	バンド 2 面積%
飽和脂肪合計 (%)	約 14	約 7	15.6	16.1	8.0	8.5	3.8	3.9
不飽和脂肪 (%)								
オレイン酸 (c18:1 cis)	約 71	約 62	72.8	72.4	63.5	63.5	72.7	72.3
パルミトレイン酸 (c16:1)	約 0.3 ~ 3.5	-	0.8	0.8	0.4	0.4	0.1	0.1
リノレン酸 (c18:2 cis)	約 10	約 19	9.3	9.2	17.6	17.6	8.1	8.1
α-リノレン酸 (c18:3n6)	約 1	約 9	0.7	0.6	8.0	7.7	0.8	0.7
その他	約 4	約 3	0.5	0.5	1.7	1.7	0.4	0.4
合計 (%)	約 86	約 93	84.0	83.6	91.2	91.0	82.1	81.7

* オリーブ油とキャノーラ油の典型的な面積パーセントが参照値として使用されています。

ピークのリテンションタイム情報に加えて、Agilent OpenLab CDS v2.7でUVスペクトルデータを使用し、UV純度の設定およびUV一致スペクトル機能を用いることで、化合物を正しく同定できます。この分析のため、化合物に依存するUV純度基準を設定し、37成分のFAME標準混合物から対応するUVスペクトルを抽出しました。

図4と図5に、c17:1~c18:3n6のFAMEのより詳細なクロマトグラムを示します。標準液のクロマトグラムでは、c18:0、c18:1 *trans*、c18:1 *cis*のピークが明確に分離されています(図4)。ただし、実際のエクストラバージンオリーブ油(EVOO)サンプルの分析では、このようにはなりません(図5)。



図4. FID (A) と LUMA のバンド 2 (B) および 7 (C) で分析した、FAME 混合標準液中の c17:1 ~ c18:3n6 のクロマトグラム拡大図

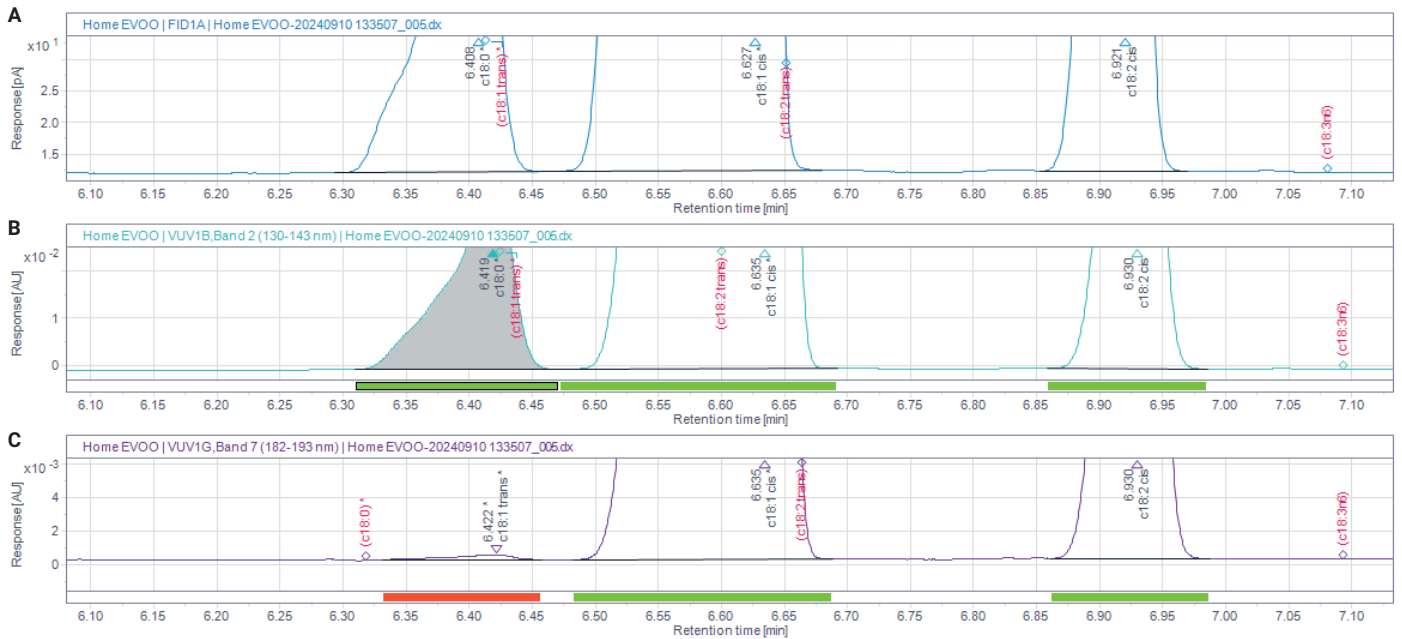


図 5. FID (A) と LUMA のバンド 2 (B) およびバンド 7 (C) で分析した、エクストラバージンオリーブ油(EVOO) サンプルのクロマトグラム

図 5 のクロマトグラムでは 6.422 分に共溶出が発生していることがわかりますが、この共溶出についてバンド 2 での c18:0 および c18:1 trans の UV 純度基準からは明確に判断できません (図 5B)。さらに詳しく分析するため、6.422 分での UV スペクトルを抽出して参照スペクトルと比較しました (図 6)。この結果では、抽出したスペクトルは c18:0 化合物のスペクトルと一致していることが示されました。

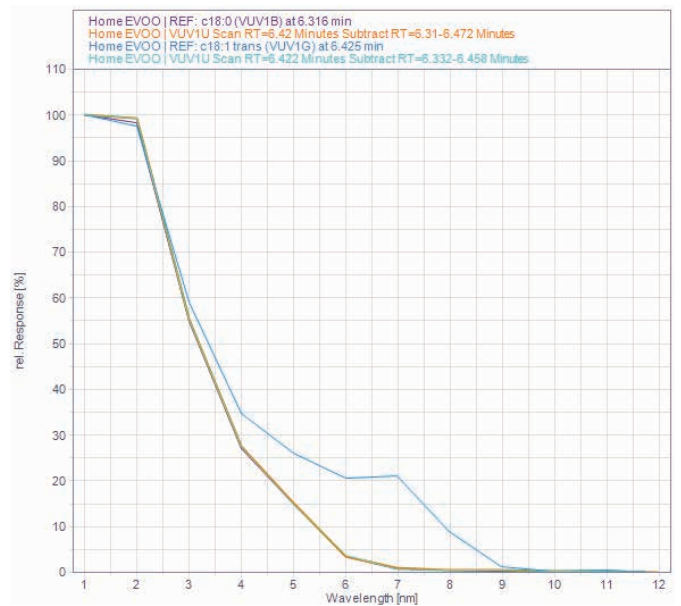


図 6. 6.422 分で抽出したピークの UV スペクトルと、C18:0 (紫色) と C18:1 trans (青色) の参照スペクトルとの比較

結論

これらの結果は、FAME 試験に LUMA 検出器と Agilent 8890 GC システムおよび FID を組み合わせて使用することのメリットを示しています。FID の堅牢性と LUMA の UV スペクトル機能を組み合わせることで、信頼性の高い分析結果を得られます。

参考文献

1. Zou, Y. H. Improving the Analysis of 37 Fatty Acid Methyl Esters. *Agilent Technologies application note*, publication number 5991-8706EN, **2023**.
2. *CanolaInfo*. Fat Chart & Nutritional Analysis. <https://www.canolainfo.org>
3. Godina, L. Analysis of Oil and Fat Containing Foods by Fully Automated Sample Preparation Using a PAL3 Coupled with a 7890 GC and a 5977 MSD System According to AOAC 996.01. *Agilent Technologies application note*, publication number 5991-9107EN, **2018**.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE-001486

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2024
Printed in Japan, October 8, 2024
5994-7849JAJP