

~ Application Note for DART ~

前処理無しでの食用油中脂質および低純度オリーブ油の分析

食物脂肪は不飽和度レベルによって分類される。油はトリグリセリドと遊離脂肪酸の混合物である。オリーブ油は高濃度の一価不飽和脂肪酸を含んでおり、一方、キャノーラ油やベニバナ油のような他の油はより多くの多価不飽和脂肪酸を含んでいる。存在する脂質のタイプを特徴付けることは、品質管理やオリーブ油のような高価な油の純度検査のために重要である。液体クロマトグラフによる分析は時間がかかり、溶媒などの消耗品を必要であるのに対し、DARTによる分析は溶媒を必要とせず、数秒で分析を終了させることができる。そこで、DARTによる食用油中の脂質分析を試みたので、その結果を報告する。

< 実験 >

分析にはDARTを装着したAccuTOFを用いた。分解能は6000以上(FWHM)で正イオンモードでの検出を行った。DARTイオン化にはHeガスを用い、ガスヒーター温度は375に設定した。融点測定用ガラス管を試料である油に少し浸し、数秒間DARTのガス放出口の前にかざした。このとき、トリグリセリドの $[M+NH_4]^+$ の生成を促進させるために水酸化アンモニウム水溶液を浸した綿棒も近くに設置した。さらに、精密質量測定のために試料測定の際にPEG600を測定した。

< 結果 >

図1に食料品店で販売しているオリーブ油のDARTマススペクトルを示す。また、図2ではその他の食用油のDARTマススペクトルを比較した。遊離脂肪酸(図3)、スクアレン、ジグリセリドとトリグリセリド(図4)は $[M+NH_4]^+$ として検出された。図1下に示すように相対的に多く存在する遊離脂肪酸は熱分解の結果であり、希釈していない多量の油に対して高いガス温度で分析を行なったときのみ観測される。この条件で観測される十分な強度の遊離脂肪酸のイオンピークは油に含まれる全体的な脂肪酸存在量の違いを容易に判別させる。オリーブ油ではC18脂肪酸であるオレイン酸(O)が55-85%を占め、リノール酸(L)は約9%、リノレン酸(Ln)は1.5%以下である。¹⁾ また、C16であるパルミチン酸(P)を含む他の脂肪酸も検出される。図4に示すようにトリグリセリドも容易に検出され、その元素組成は精密質量(表1)とその同位体パターン照合によって確認された。トリオレイン(OOO)はオリーブ油の主要な成分であるが、キャノーラ油とベニバナ油のブレンド油とごま油では不飽和度が増加していることが観測される。

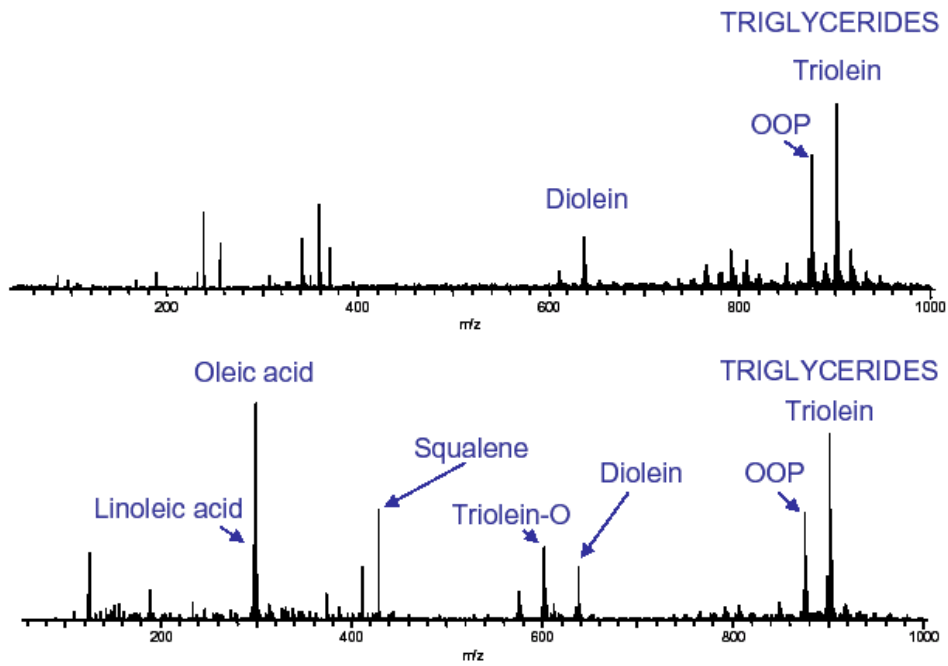


図1 中級食用オリーブ油のDARTマススペクトル(ガスヒーター温度:375)
 上:ヘキサン希釈 下:未希釈

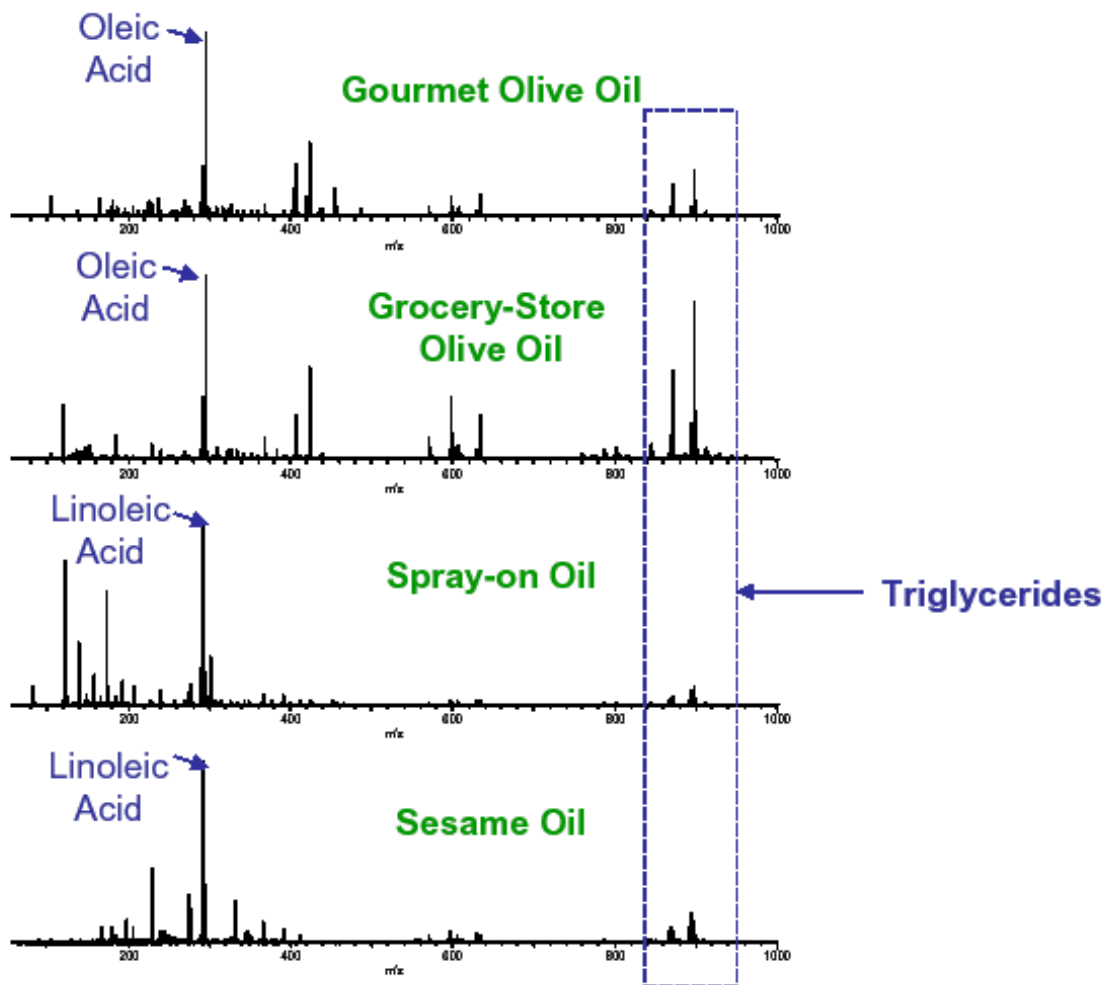


図2 各種の食用油の比較

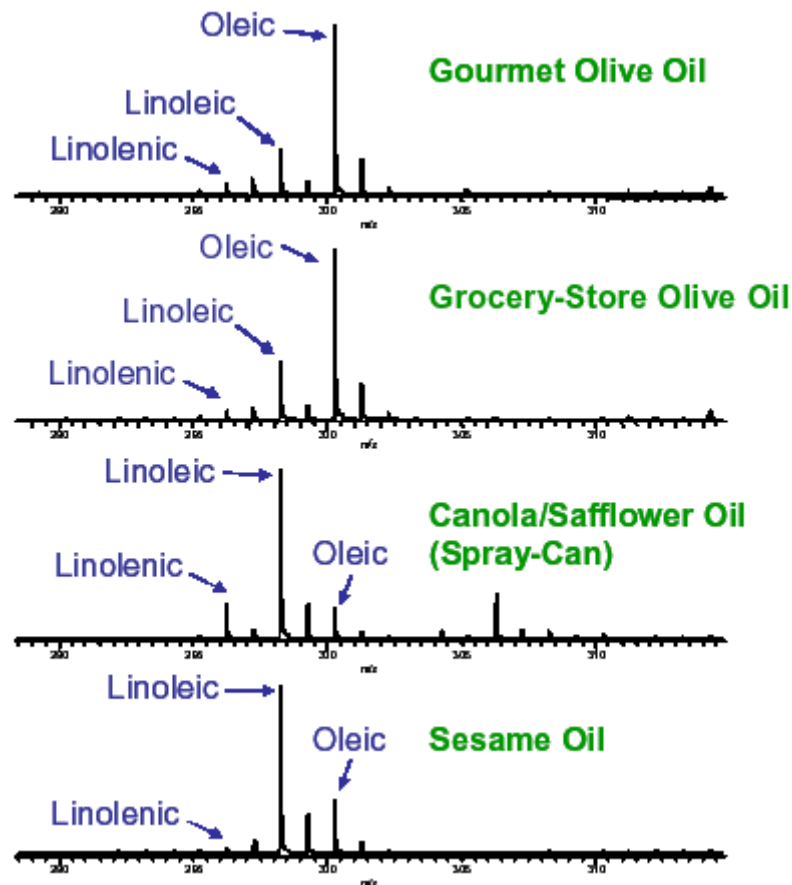


図3 食用油における脂肪酸の検出領域の拡大スペクトル

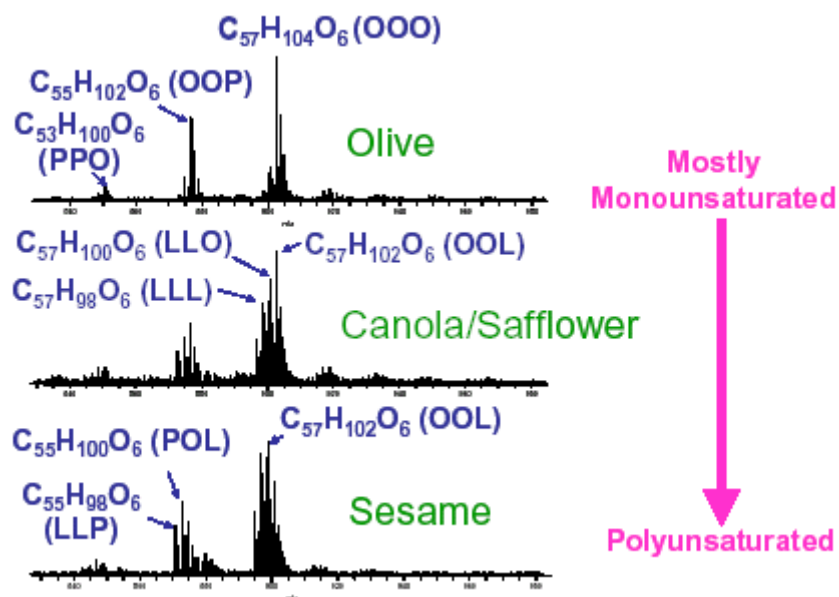


図4 食用油におけるトリグリセリドの検出領域の拡大スペクトル

表1 精密質量による元素組成

Meas. mass (um)	Abund. (%)	Difference (mmu)	Unsaturation	Compositions
876.801270	25.14	-0.75	3.5	C55 H106 O6 N1 (OOP)
902.816040	35.62	-1.61	4.5	C57 H108 O6 N1 (OOO)

図5は、キャノーラ油とベニバナ油のブレンド油をオリーブ油と1:1に混合した油に対する DART マススペクトルである。高純度オリーブ油と比較(図3、4を参照)して、不飽和度数とリノール酸とリノレン酸の相対的割合がより高いことから、容易に低純度油であることが判別される。

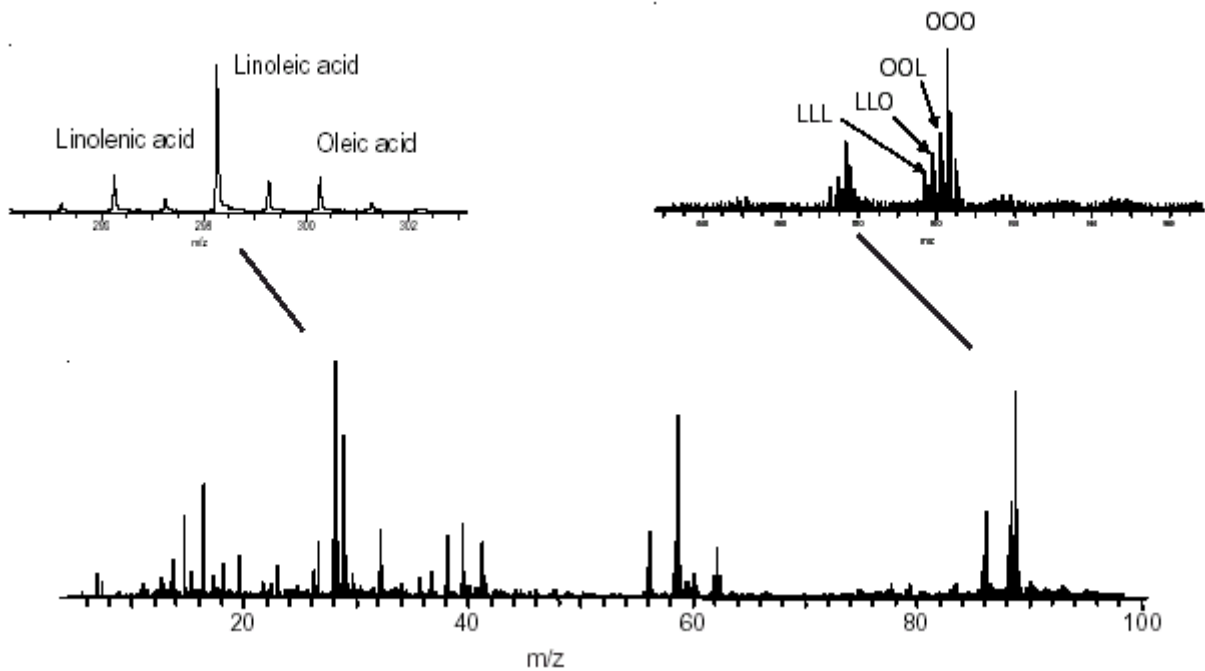


図5 低純度オリーブ油の DART マススペクトル

<まとめ>

DART を用いることにより、食用油に含まれる脂肪酸やモノグリセリド、ジグリセリド、トリグリセリドのような脂質を特徴付けが行なえる。さらに、前処理なしで、オリーブ油の純度を数秒以内で検出できる。

<参考>

1) <http://www.oliveoilsource.com/olivechemistry.htm>