

6種キャピラリカラムによる 37種FAME(脂肪酸メチルエステル)標準試料の分析

—Analysis of 37 FAMEs by 6 kind of capillary columns—

脂肪酸は食品に含まれている脂質の主な成分であり、化学構造中の不飽和結合（二重結合・三重結合）の数によって下記のように分類されます。

・飽和脂肪酸

炭素鎖に不飽和結合を有しない脂肪酸:saturated fatty acid, SFA

・一価不飽和脂肪酸

不飽和結合の数が1つ:monounsaturated fatty acid, MUFA

・多価不飽和脂肪酸

不飽和結合の数が2つ以上:polyunsaturated fatty acid, PUFA

さらに多価不飽和脂肪酸（PUFA）には主に2系統存在し、

・n-3（または -3と表記）系統

・n-6（ -6）系統

に大別されます。これらの分類は炭素間二重結合の位

置によるものであり、n-3は最初の二重結合炭素が脂肪酸のメチル末端（カルボン酸と逆）から数えて3つ目のもの、n-6はメチル末端から6つ目のものを表しています。

それぞれ脂肪酸の構造によって体内での役割が異なるため、食品に含まれる脂肪酸の組成を細かく分析する必要があります。

炭素数が多い高級脂肪酸は、一般に、メチルエステル化したもの（fatty acid methyl ester, FAME）をGCで分析します。

ここではFAME分析用キャピラリカラム6種による37種の脂肪酸メチルエステル（FAME）の分析をご紹介します。

FAMEの名前は“C（炭素数）:(二重結合の数)n（最もメチル基に近い二重結合の位置）”で表します。

Y.Nagai

検討カラムと分析条件

Capillary columns and Analytical conditions

検討に用いたカラムは以下の通りです。（極性の低い順）

- ・ FAMEWAX（ポリエチレングリコール：化学結合型）
- ・ BPX70（70%ビスシアノプロピル ポリシルフェニレンシロキサン：化学結合型）
- ・ HR-SS-10（ニトリルシリコン：非結合型）
- ・ Rtx-2330（90%ビスシアノプロピル/10%フェニルシアノプロピルポリシロキサン：非結合型）
- ・ BPX90（90%ビスシアノプロピル ポリシルフェニレンシロキサン：化学結合型）
- ・ RT-2560（ビスシアノプロピルポリシロキサン：非結合型）

Fig.2～7に、昇温分析のクロマトグラムを示します。

カラムの昇温条件は各カラムで異なるため、各Figの下にそれぞれ記載しています。カラムの昇温条件以外の共通分析条件をTable 1に示します。

Table 1 GC分析条件（共通条件）
GC Analytical Conditions (General)

Model	: GC-2010
Inj.Temp.	: 250 °C
Carrier Gas	: He 25 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)
Split Ratio	: 1:25

炭素数20のFAME各種の相対炭素鎖長(ECLs) 180 恒温分析時

ECLs of C20 FAMEs at 180°C isothermal

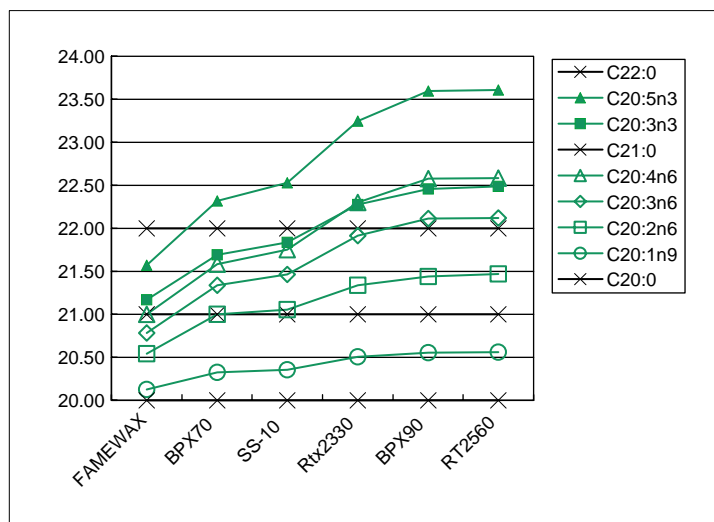


Fig.1 炭素数20のFAME各種の相対炭素鎖長(ECLs) 180 恒温分析時)
ECLs of C20 FAMEs at 180 °C isothermal

相対炭素鎖長（Equivalent chain length relative to saturated, straight chain fatty acid methyl esters, ECLs）は、飽和脂肪酸を基準とした相対保持時間を表したものです。炭素数Nの飽和脂肪酸のリテンションタイムをN（例えばC20:0の溶出時間を20.0）として、各種FAMEの相対的な溶出位置を表します。

Fig.1は、各カラムの180 恒温分析における炭素数20の脂肪酸メチルエステル各種のECLsをグラフ化したものです。

液相の極性が上がるほど、不飽和度の高い脂肪酸の溶出が相対的に遅くなります。

Table 2に180 恒温分析におけるC14～C24のFAMEのECLsを表示します。

FAMEWAX (ポリエチレングリコール：化学結合型)

Polyethylene glycol

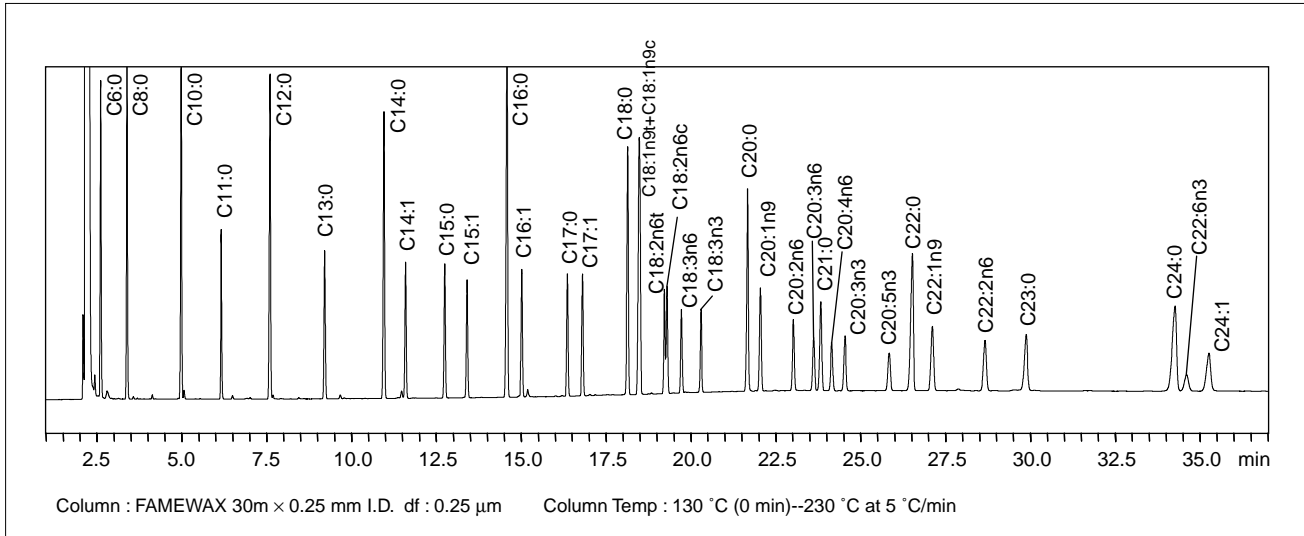


Fig.2

BPX70 (70%シアノプロピルポリシルフェニレンシロキサン：化学結合型)

70% Cyanopropyl polysilphenylene-siloxane

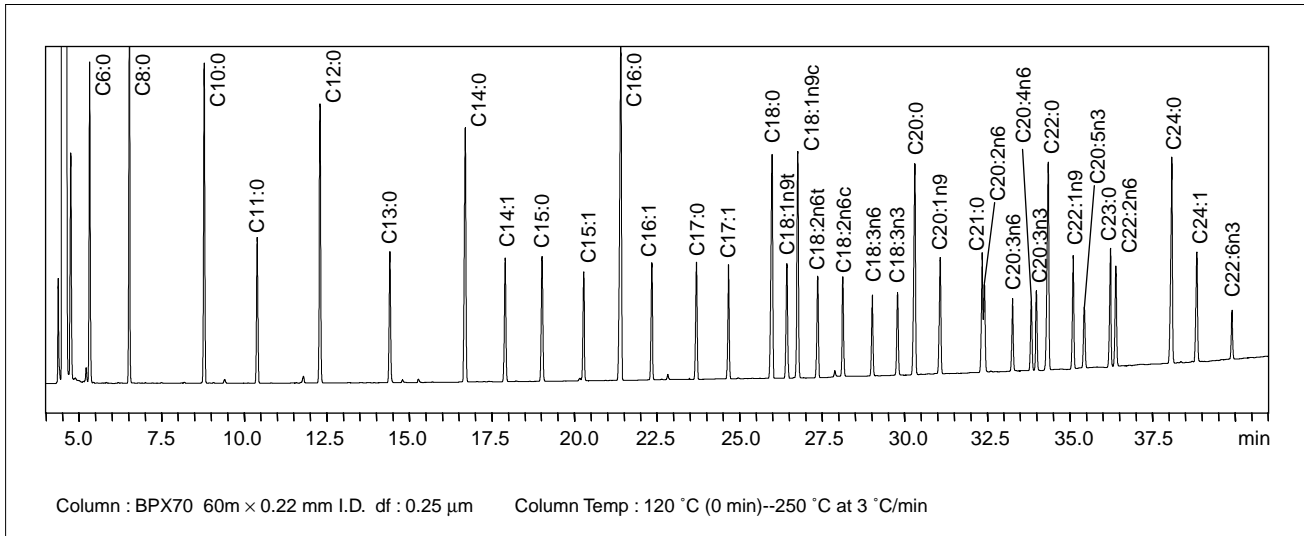


Fig.3

HR-SS-10 (ニトリルシリコン：非結合型)

Nitril silicone

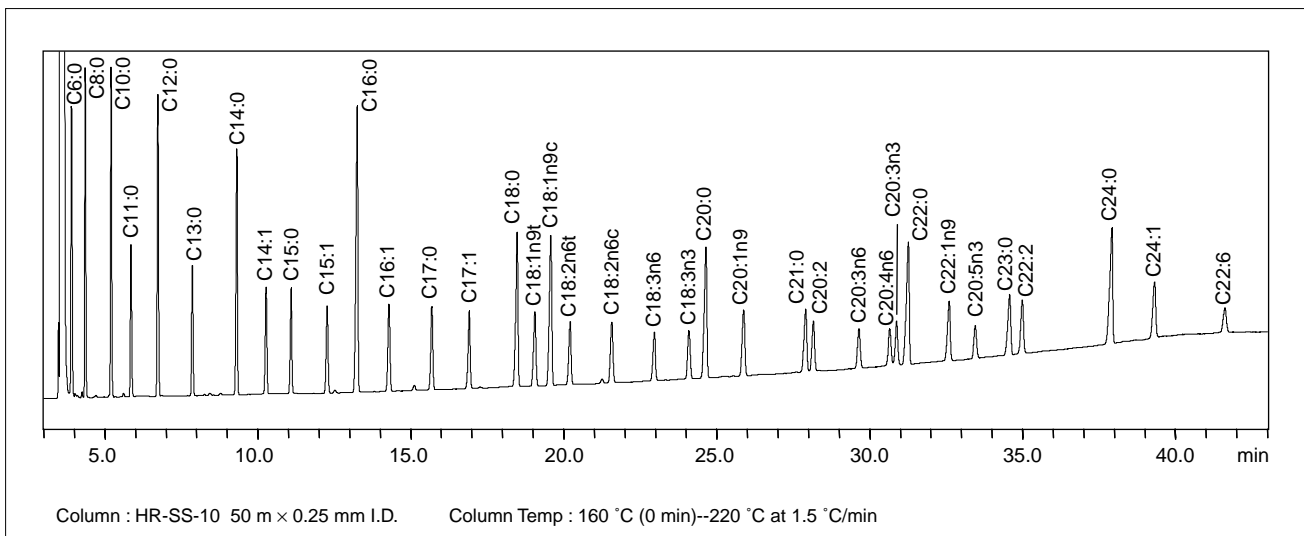


Fig.4

Rtx-2330(90 %ビスシアノプロピル/10 %フェニルシアノプロピルポリシロキサン:非結合型)
90% Biscyanopropyl 10% cyanopropylphenyl polysiloxane

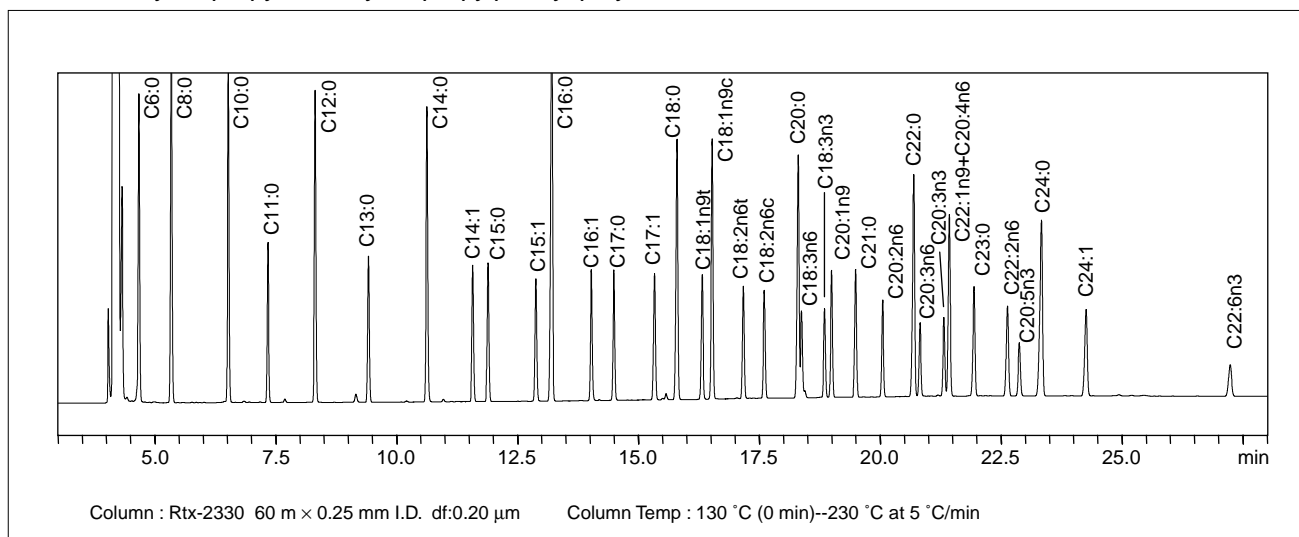


Fig.5

BPX90 (90 %シアノプロピルポリシルフェニレンシロキサン:化学結合型)
90% Cyanopropyl polysilphenylene-siloxane

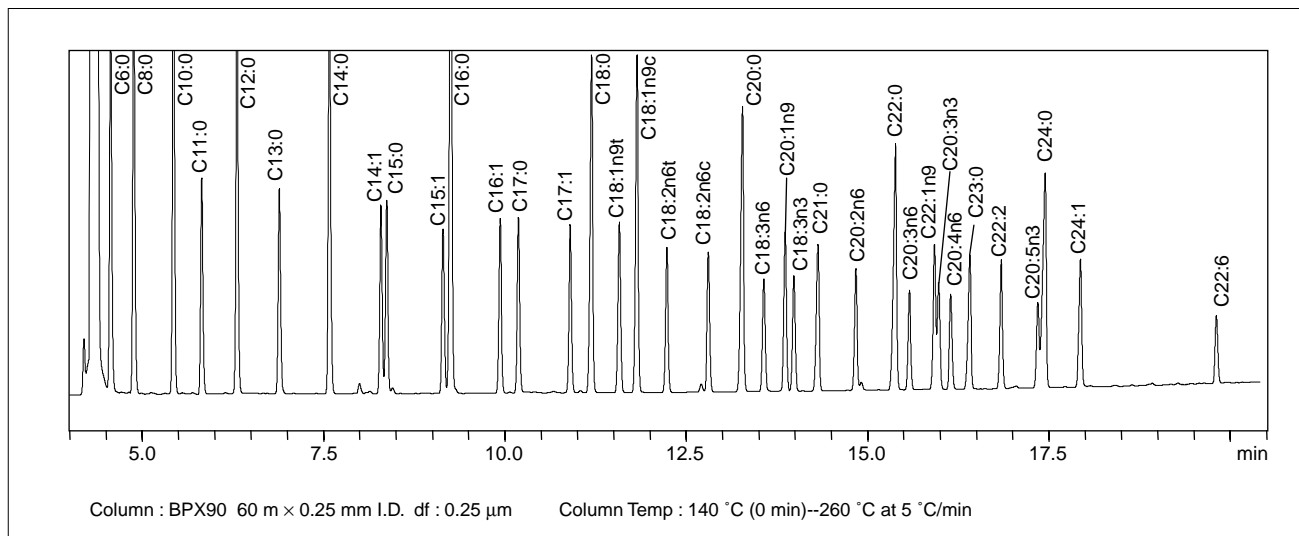


Fig.6

RT-2560 (ビスシアノプロピルポリシロキサン:非結合型)
100% Biscyanopropyl polysiloxane

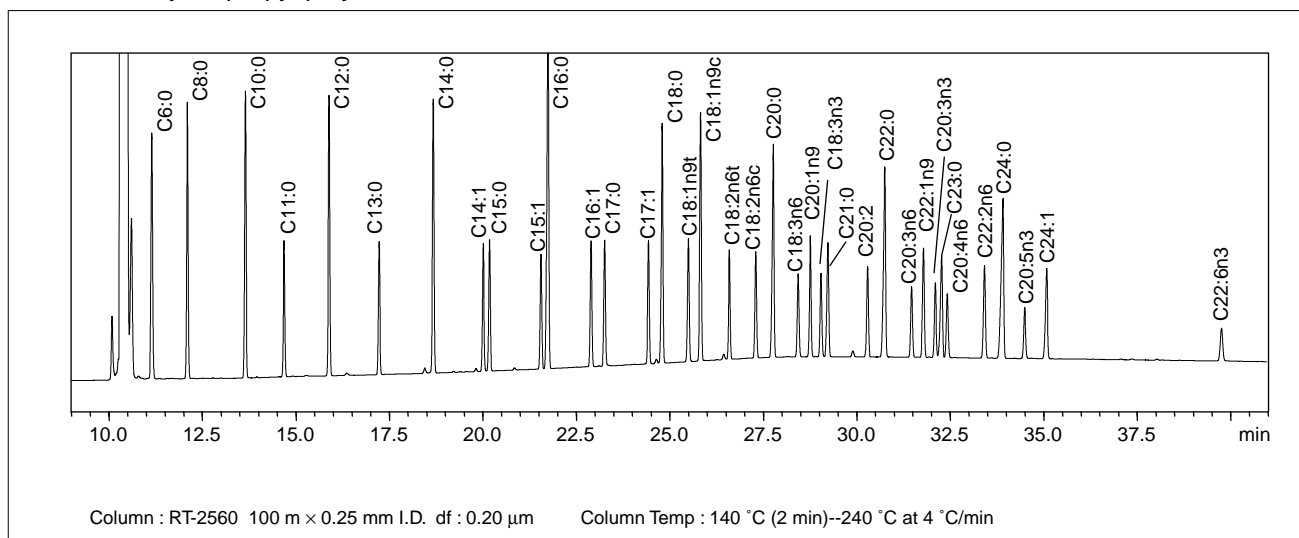


Fig.7

FAME各種 (C14 ~ C24) の相対炭素鎖長 (ECLs) (180 恒温分析時)

ECLs of C14-C24 FAMES at 180 °C isothermal

Table 2 FAME各種 (C14 ~ C24) の相対炭素鎖長 (ECLs) (180 恒温分析時)
ECLs of C14-C24 FAMES at 180 °C isothermal

	FAMEWAX	BPX70	SS-10	Rtx2330	BPX90	RT2560
C14:1	14.34	14.57	14.57	14.81	15.00	14.94
C15:0	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00
C15:1	15.33	15.57	15.58	15.80	16.00	15.92
C16:0	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00
C16:1	16.22	16.44	16.45	16.66	16.81	16.76
C17:0	17.00	17.00	17.00	17.00	17.00	17.00
C17:1	17.21	17.43	17.45	17.64	17.78	17.74
C18:0	18.00	18.00	18.00	18.00	18.00	18.00
C18:1n9t	18.12	18.17	18.17	18.33	18.34	18.37
C18:1n9c	18.14	18.30	18.31	18.47	18.56	18.54
C18:2n6t	18.46	18.52	18.49	18.95	18.93	19.04
C18:2n6c	18.51	18.86	18.93	19.30	19.55	19.50
C18:3n6	18.71	19.29	19.40	20.00	20.31	20.25
C18:3n3	19.04	19.69	19.81	20.34	20.69	20.62
C20:0	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00
C20:1n9	20.12	20.33	20.36	20.50	20.55	20.56
C20:2n6	20.54	21.00	21.06	21.34	21.44	21.47
C20:3n6	20.78	21.34	21.46	21.92	22.11	22.12
C20:3n3	21.17	21.69	21.84	22.28	22.46	22.49
C20:4n6	21.00	21.59	21.75	22.30	22.58	22.58
C20:5n3 (EPA)	21.58	22.32	22.53	23.25	23.59	23.61
C21:0	21.00	21.00	21.00	21.00	21.00	21.00
C22:0	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00
C22:1n9	22.12	22.31	22.35	22.47	22.46	22.50
C22:2n6	22.54	22.96	23.06	23.28	23.27	23.37
C22:6n3 (DHA)	23.85	24.72	25.12	26.34	26.64	26.99
C23:0	23.00	23.00	23.00	23.00	23.00	23.00
C24:0	24.00	24.00	24.00	24.00	24.00	24.00
C24:1n9	24.16	24.39	24.45	24.56	24.46	24.59

いずれのカラムにおいても

- 炭素数が同じならば、二重結合の数が多いほど溶出は遅くなります。
- 炭素数が同じで二重結合の数も同じならば、n-3の方がn-6よりも溶出は遅くなります。
(C18:3n3とC18:3n6, C20:3n3とC20:3n6の比較)

各カラム間の違いはFig.1でC20のFAMEについて示したのと同様に、C14 ~ C24の上記FAME成分においても、液相の極性が上がるほど不飽和度の高い脂肪酸の溶出が相対的に遅くなります。

Fig.1およびTable 2は180 恒温分析におけるECLsを示しています。

ECLsはカラムの温度条件によっても異なります。

一般にカラム温度を上げると、不飽和脂肪酸のECLsは大きく(溶出が相対的に遅く)なります。

脂肪酸の不飽和度が高いほど、またカラムの液相の極性が高いほど、その傾向は大きくなります。