

平成 11 年 2 月 23 日

機能材料工学専攻	学籍番号	923528
申請者氏名	舟田 康裕	

指導教官氏名	平田 幸夫 神野 清勝
--------	----------------

論文要旨 (博士)

論文題目	Development of chromatogram simulation method for the analysis of oils and fats by subcritical fluid chromatography (亜臨界流体クロマトグラフィーによる油脂の分析のためのクロマトグラムシミュレーション法の開発)
------	--

油脂の性質は主成分であるトリグリセリド(TG)の組成に依存するため、TG の分析は食品等の分野において重要な位置を占めており、その分析は主にガスクロマトグラフィー(GC)または高速液体クロマトグラフィー(HPLC)を用いて行われている。しかし、GC では高度不飽和 TG が熱分解する恐れがあり、HPLC では汎用性のある万能検出器がないため TG を高感度で検出することが困難であるという欠点をそれぞれ有している。一方、超臨界流体クロマトグラフィー(SFC)は、HPLC と比較した場合分離の迅速性とカラム効率の点で優れていること、GC では分離不可能な不揮発性成分や熱的不安定成分を取り扱うことができること、HPLC 及び GC で使用されている大部分の検出器が使用できること等の利点を有している。しかしながら、油脂は非常に性質の類似した TG の混合物であるため、これらいずれの方法を用いても全成分を完全に分離することは非常に困難である。そこで、本研究では亜臨界流体クロマトグラフィー(SubFC)による油脂の分析において、TG の完全分離がなされない場合でも油脂の TG 及び脂肪酸(FA)組成を SubFC クロマトグラムから直接決定する方法を開発した。

まず始めに、移動相として CO₂を用いた SFC 及び SubFC におけるオクタデシルシリカ(ODS)カラムでの TG の保持に対する温度の影響を検討した。植物油の分離を様々な温度で検討した結果、超臨界条件と比べて亜臨界条件(31.3℃以下)ではより良い分離が得られ、さらに温度変化とともに選択性も著しく変化することが分かった。そこで、亜臨界条件下で TG の保持挙動について検討を行ったところ、TG の二重結合数及び炭素数の保持に対する寄与は逆相 HPLC でのものと類似していることが明らかとなり、TG のみかけの炭素数である Equivalent Carbon Number (ECN)を用いて全ての TG の保持を温度の関数として予測することが可能となった。

次に、FA がグリセロール基にランダムに結合していると仮定して FA 組成と予測した保持値からクロマトグラムをシミュレートした。このようにして得られたシミュレーションクロマトグラムと実験により得られたクロマトグラムとの重なりが最大となるように FA 組成を決定することにより、完全分離がなされなくても油脂の TG 及び FA 組成を同時に決定することが可能となった。また、二種類の油が混合されているブレンド油の分析が可能となる方法も開発した。この場合、混合されているそれぞれの油脂の組成及びその混合比を決定することができた。

次に、TG 組成を直接決定する新たな方法を開発した。この方法により、非常に選択的に TG が形成されている油脂の分析も可能となった。また、これらの計算を実行するためのソフトウェアをビジュアルベーシックを用いて作成した。このプログラムを用いることにより、より簡単且つ迅速に油脂の分析を行うことが可能となった。