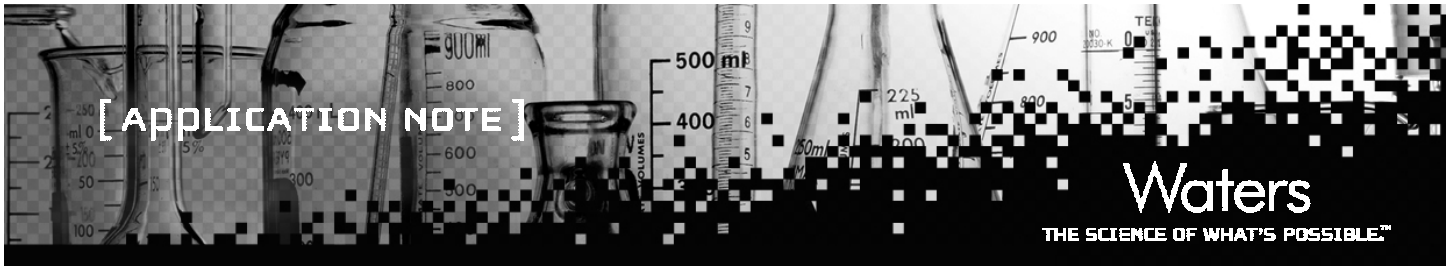


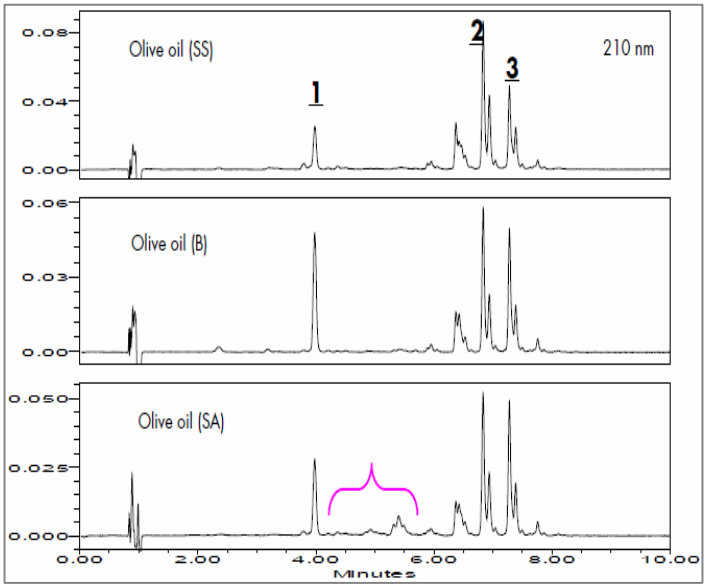
ACQUITY UPLC®/PDAによる種油の高速分析(Ⅱ)
ーオリーブオイルの品質管理への応用ー

No. 720002026J

概要

オリーブオイルはその栄養価と健康への利益のために、世界中で需要が伸びています[1)-3)]。主に地中海沿岸地方やオーストラリア、米国で年間約280万トンが生産されています。遺伝、気候、農耕法などがその果実に特徴を与えます。抽出法と工程技術はオリーブオイルの品質と純度に影響し、エクストラバージン(食用に最適)からランパンテ(食用には不適)までのグレードが生産されます[1)-5)]。EUの規制ではProtected Designation of Origin(原産地呼称保護制度; PDO)のためのガイドラインが与えられています。バージンオイルは価格が高く、他の低グレードのオイルや他種のオイルとの混合による分解が問題となります。これは商業的な問題だけではなく、健康への影響といった意味からも問題です。それゆえ、製品の純度を分析し産地を評価することは、規制遵守や健康問題への懸念からも重要となってきています[1),5)-7)]。種油類は、トリグリセリド(TAG)を固有の組成で含み、純度と分解物はHPLCによって直接分析、[9)-13)]あるいはGCによって間接的に分析されます[5)]。これらのメソッドは手間と時間を要し、1分析あたり30分から80分かかります。更に、HPLC分析では発ガン性が疑われるハロゲン化溶媒を使用するケースがあります。
このアプリケーションノートでは、毒性の低いアセトニトリルとイソプロパノールを移動相として用いた、ACQUITY UPLC®/PDAシステムによる10分間のオリーブオイルの高速分析について説明します。

図1. オリーブオイル3種のUPLC®クロマトグラム(210nm)



分析条件

装置	: ACQUITY UPLC®/PDAシステム
カラム	: ACQUITY BEH C18 1.7μm 2.1x 100 mm
カラム温度	: 30 ℃
流速	: 0.28 mL/min
測定波長	: 195-300 nm
移動相A	: アセトニトリル
移動相B	:イソプロパノール
グラジエント	:10%B→90%B(10分)

ACQUITY UPLC® システム

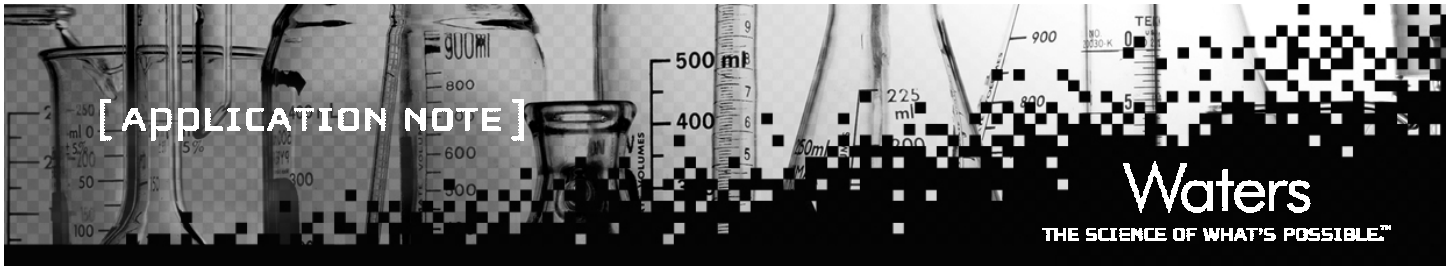
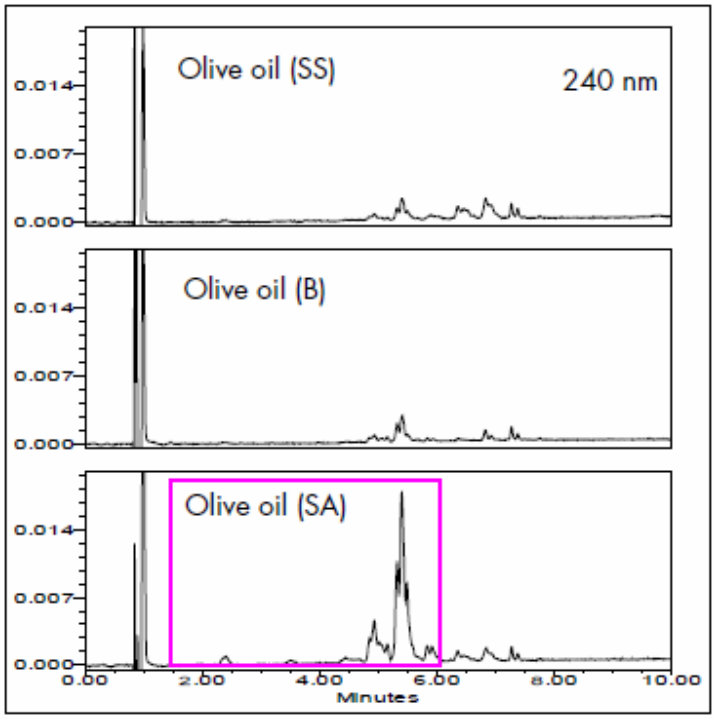


図2. オリーブオイル3種のUPLC®クロマトグラム(240nm)



前ページの図1は、3種類のオリーブオイルのUPLC®クロマトグラム(210nm)を示しています。SS,B,SAは製造元を表しています。ブランドSSはスーパーマーケットで購入したエクストラバージンオイルです。ブランドBはスーパーマーケットで購入したイタリア産のエクストラバージンオイルで、より高い価格で販売されています。SAは標準試薬です。
前報で、TAGの分離は脂肪酸の鎖長と飽和結合の数に基づくということを報告しました。[8)-10)]オリーブオイルの違いは**1**,**2**,**3**のピークの強度比によって容易に認識できます。特にオリーブオイルSAは保持時間4-6分により多くのピークが検出されています。

食用油は酸化・分解・腐敗します。分解TAG(3つの二重結合がある脂肪酸)は240nmと280nmに吸収を持ちます。

図2に3種類のオリーブオイルのUPLC®クロマトグラム(240nm)を示します。いずれのクロマトグラムも保持時間4-6分にピークが検出されていますが、SAに比べ、SSとBでは少ないことがわかります。

図3. オリーブオイル3種のUPLC®クロマトグラム(280nm)

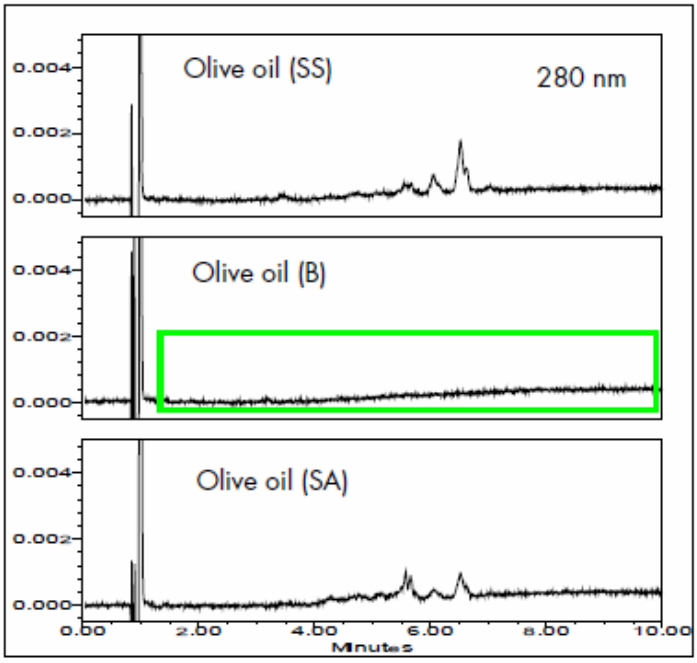


図3には280nmでのUPLC®クロマトグラムを示します。SSとSAではいくつかのピークが検出されていますが、ブランドB(高級オリーブオイル)ではピークが現れていません。

このように、UPLC®を用いた分析によって、高速にオリーブオイルの純度や品質を見極めることが可能です。

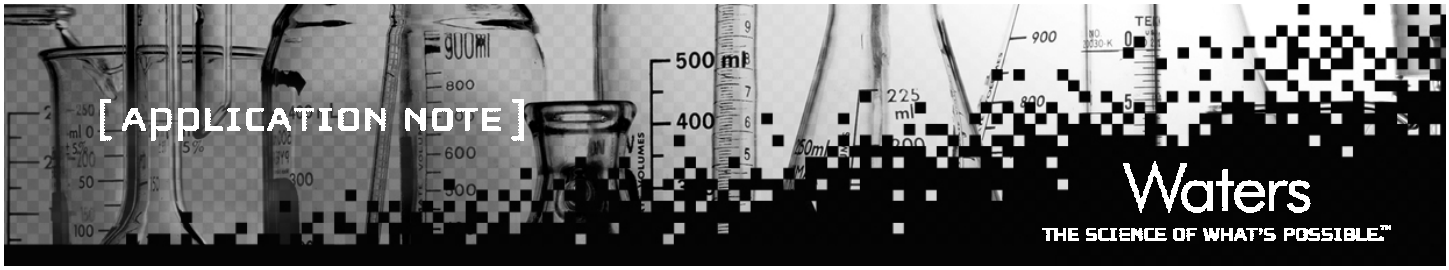


図4. 大豆油を添加したオリーブオイルのUPLCクロマトグラム (210nm)

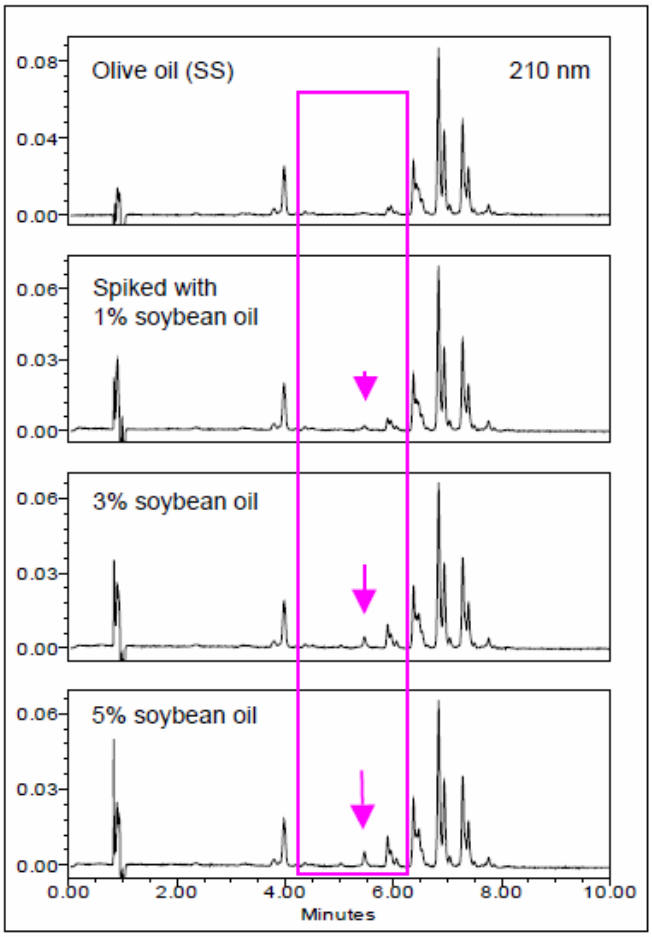


図4には大豆油を1%～5%添加したオリーブオイル(ブランドSS)のクロマトグラムを示します。保持時間4-6分にピークが検出され、1%混合したサンプルからも不純物の存在が示唆されます。

図5. コーン油を添加したオリーブオイルのUPLC®クロマトグラム (210nm)

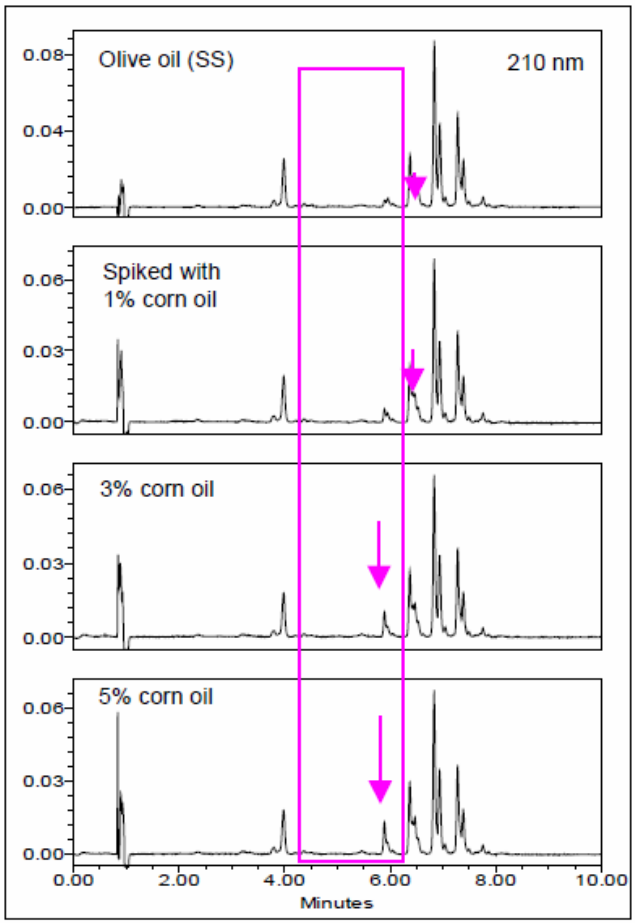
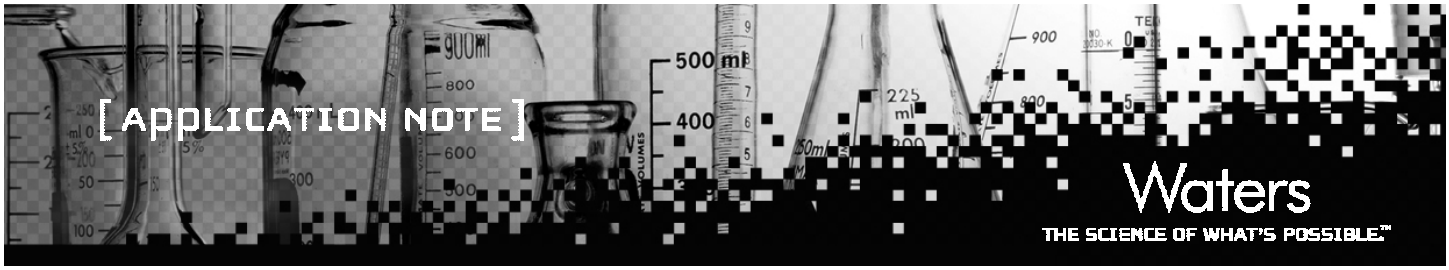


図5にはコーン油を1%～5%添加したオリーブオイル(ブランドSS)のクロマトグラムを示します。図4同様に保持時間4-6分にピークが検出され、1%混合したサンプルからも不純物の存在が示唆されます。

この結果は、誘導体化を経て間接的にTAGをGC分析するメソッドに比べて、約5倍高感度なものでした。[5)]



参考文献

1. http://www.unctad.org/infocomm/anglais/olive/sitemap.htm
2. J.R. Morello et al. *JAOCA, vol. 83*, no.8, 683-690, **2006**.
3. M.A. Brescia et al. *JAOCA, vol. 80*, no.10, 945-950, **2003**.
4. M.Paz Romero et al. *JAOCA, vol. 80*, no.5, 423-430, **2003**.
5. V.G. Dourtoglou et al. *JAOCS, Vol.80*, no.3, 203-208, **2003**.
6. http://www.thehindubusinessline.com/2003/06/10/stories/2003061000361100.htm
7. http://www.dpi.nsw.gov.au/aboutus/news/recent-news/agriculture-news-releases/aussie-oil-true-blue
8. P. J. Lee, C. H. Phoebe, A.J. Di Gioia, *ACQUITY UPLC Analysis of Edible Oil (Part 1)*, Waters Corporation, Application Note, 2007.
9. P. Sandra et al. *J. Chromatogr. A 974*, 231-241, **2002**.
10. V. M. Kapoulas et al. *J. Chromatogr. 366*, 311-320, **1986**.
11. C.A. Dorschel, *JAOCS, Vol.79*, no.8, 749-753, **2002**.
12. M. Romeu-Nadal et al. Analytica Chimica Acta *513*, 457-461, **2004**.
13. LCGC, The Application Notebook, Sept 1, p51, **2006**.
14. P. J. Lee, A.J. Di Gioia, *ACQUITY UPLC/ELSD/UV One Methodology for FFA, FAME & TAG Analysis: Bio-diesel Fuels*, Waters Corporation, Application Note, 2007.

まとめ

ACQUITY UPLC®/PDAシステムを用いて、種油の分析時間10分の高速分離ができました。この分析法は純度測定だけでなく品質管理にも適しています。今後は化粧品・食品・バイオディーゼル燃料など環境分野などへの応用が期待されます。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™
日本ウォーターズ株式会社 www.waters.co.jp
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12第5小池ビル TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10カトキチ新大阪ビル11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 静岡