

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 IR/Raman 営業部
編集発行：マーケティング部

M07004

Key Words

- FT-IR
- ATR
- GC
- 赤外
- 油分析
- トランス脂肪酸
- 公定法

はじめに

近年、トランス脂肪酸の摂取が及ぼす人体への悪影響について多く報告されている。アメリカ食品医薬品局 (FDA) より、トランス脂肪酸の消費量の増加がLDL (悪玉) コレステロールの増加につながると報告されており、このLDLの増加は冠状動脈性心疾患のリスクを高めることが知られている。さらにFDAでは、加工食品中のトランス脂肪酸含有量を表示することで、毎年1200件の心臓病と500件の心臓病死の予防になると予測している。トランス脂肪酸は一般に食品中の硬化油に多く含まれており、硬化油は加工食品、特に焼菓子製品の品質を保持する時間が改善できることから、広く用いられている。

Nutrition Facts	
Serving Size 1 cup (228g)	
Servings Per Container 2	
Amount Per Serving	
Calories 260	Calories from Fat 120
%Daily Value*	
Total Fat 13g	20%
Saturated Fat 5g	25%
Trans Fat 2g	
Cholesterol 30mg	10%
Sodium 660mg	28%
Total Carbohydrate 31	10%
Dietary Fiber 0g	0%
Sugars 5g	
Protein 5g	
Vitamin A 4%	Vitamin C 2%
Calcium 15%	Iron 4%
*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your Daily Values may be higher or lower depending on your calorie needs:	
	Calories: 2,000 2,500
Total Fat	Less than 65g 80g
Sat Fat	Less than 20g 25g
Cholesterol	Less than 300g 300g
Sodium	Less than 2,400mg 2,400 mg
Total Carbohydrate	300g 375g
Dietary Fiber	25g 30g
Calories per gram:	
Fat 9	Carbohydrate 4 Protein 4

図1 FDAにより改訂され、トランス脂肪酸含有量が記された成分表

現行のほとんどの分析方法において、脂肪の分離抽出が必要である。簡便さと感度の良さから、この分析ではGCが一般的に用いられている。GC分析 (AOCS Ce 1f-96, AOAC 996.06) では0.5%の高感度測定が可能であるが、脂肪酸を脂肪酸メチルエステル (FAME) に変換する必要があるため、トリグリセリドを分解し脂肪酸にする処理も必要となる。それに加え、シス体とトランス体のピークの重なりに起因した脂肪酸量の過小評価を防ぐため、TLCまたはHPLCによる異性体の分離が必要であり、多くの時間とコストを費やすこととなる。

デンマーク、アメリカ、カナダをはじめ、世界各国において、食品の包装上にトランス脂肪酸の含有量を表示することを食品メーカーに義務付ける法律が制定され始めている (図1)。この成分表示には、速さ、信頼性、さらに耐久性に優れた分析装置が要求される。アメリカ油化学会 (AOCS) や公的分析化学者協会 (AOAC) は、赤外分光法とガスクロマトグラフィー (GC) 分析法をトランス脂肪酸の公定法としている。



焼菓子などに使われる硬化油はトランス脂肪酸を多く含む

シスおよびトランス構造の分子が有する赤外吸収スペクトルの特徴ピークはそれぞれ異なる領域にある。図2に示すように、トリエライジン (100%トランス体) とトリオレイン (100%シス体) の吸収スペクトルから、トランス体の特徴ピークが確認できる。赤外分光法による従来の分析方法 (Cd 14-95) では、FAME誘導体を用い、希釈溶媒として二硫化炭素 (CS₂) が必要であった。そのため感度が制限される上、悪臭を持つCS₂を使用するため、最適な測定法とは言えない。また、0.5%の測定が可能とあるが、脂肪の大きなピークのショルダーにトランス体の特徴ピークが重なっているため正確な測定は困難であり、5%レベルが妥当と考えられる。

サンプリングの欠点を解消するため、AOCSでは水平型全反射 (ATR) アクセサリーによる新しい赤外測定法の開発を行い、Cd 14d-99, AOAC 2000.10として新しい公定法を定めた。ATR法は簡便で迅速、再現性の高い測定法である。さらにATR法は、FAME誘導体の重量測定や前処理がなく、悪臭を有した溶媒を使わず、脂肪に含まれるトランス異性体を直接分析することが可能である。少量の検体を考慮した最新の1回反射型ATRアクセサリーでは、サンプリングエリアが小さく、50 μL以下の量で分析が可能となる。

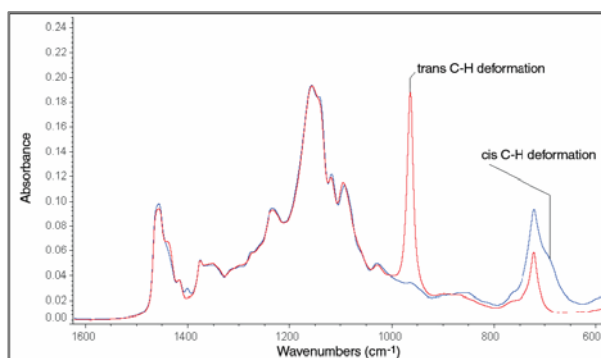


図2 シスおよびトランス脂肪酸の赤外スペクトル

ATR法において、ベースラインの影響やショルダーのピークを取り除くために、トランス脂肪酸を含まない脂肪をリファレンスに用いてスペクトルを処理することも有効である。これはCd 14-95でも利用されている。この処理により、トランス体の濃度が1%まで測定可能になる。注意すべき点は、測定の精度、特に定量限界付近で悪影響を及ぼす可能性を最小におさえるため、リファレンスとサンプルのスペクトルがトランス体の特徴ピーク以外の部分ではほぼ同じものを用いる点である。トランス体を含まず、かつサンプルとよく似た物質をリファレンスとして選択することがのぞましい。

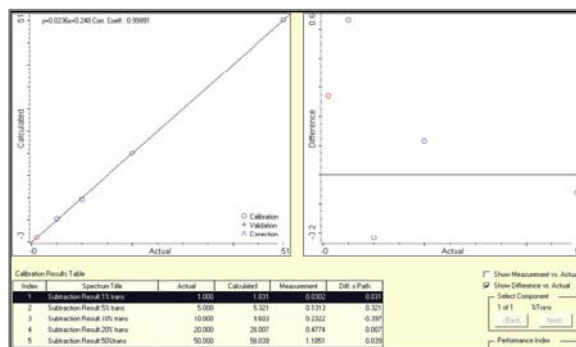


図5 TQ Analystで作成したトリエライジンの検量線

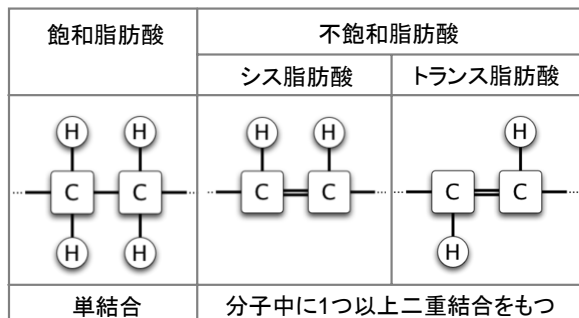


図3 脂肪酸の分子構造

測定

測定にはNicolet™ FT-IRに温度調整機構を取り付けたダイヤモンドATRアクセサリを用いた。測定条件はスペクトル分解能4cm⁻¹、積算回数100回で、試料温度を65℃で測定するため、ATRクリスタル部分を加熱した。サンプルは、AOCS Cd 14d-99公定法の校正標準の調製に使用された、Nu-Chek Prep社製のトリエライジン(100%トランス体)及びトリオレイン(0%トランス体)標準試薬を用いた。966cm⁻¹のピークはトランス体-C=C-Hの面外変角振動に由来する。TQ Analyst™ソフトウェア用い、ピーク面積と濃度による検量線を求めた。1%から100%トリエライジンの標準試薬により得られた966cm⁻¹のピークを図4に、またこの結果から得られた検量線を図5にそれぞれ示す。

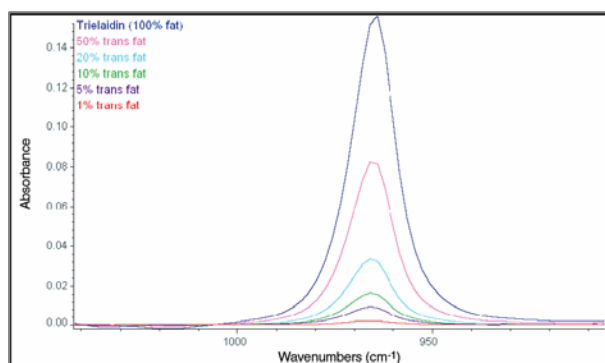


図4 1~100%のトリエライジンから得たピーク

まとめ

ATR法を用いることで、食品の製造に使用する脂肪と油に含まれるトランス脂肪酸の迅速な定量が可能である。この分析手法は、健康的な食生活を促進するために世界各国で義務付けているトランス脂肪酸含有量の表示に有用である。食品メーカーがこの表示義務に容易に対処できるために、我々は、FT-IR分光計を用いた食品用の脂肪や油に含まれるトランス脂肪酸を定量可能なシステムの開発を行った。

精度の高いデータと検量線により、この手法の高い信頼性が証明された。最新のFT-IRによる迅速で高感度な測定、水平ATRアクセサリの容易なサンプリングにより、総トランス脂肪酸の迅速分析の主流となり得ると考えられる。さらに脂質の分析にFT-IRを用いることにより、他の測定技術では得ることが困難なサンプルでも特有の情報を得ることができる。ATRクリスタルにダイヤモンドを用いることで、丈夫なサンプリングインターフェースとなることも、FT-IRの測定分野を拓けることとなる。

参考文献

1. FDA Web site: <http://www.fda.gov/oc/initiatives/transfat/>
2. Copenhagen Post On-Line, Denmark adopts limits for trans-fatty acid, 11-03-2003, <http://www.cphpost.dk/get/65922.html>
3. Rapid Determination of Isolated *trans* fat Geometric Isomers in Fats and Oils by Attenuated Total Reflectance, AOCS Official Method Cd 14d-99, 1999
4. Simultaneous Determination of Iodine Value and *trans* Content of Fats and Oils by Single-Bounce Horizontal Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy, Jacqueline Sedman, F.R. van de Voort, and Ashraf A. Ismail, JAOCS, Vol. 77 no. 4, 2000
5. Official Methods for the Determination of *Trans* Fat, Magdi Mossoba, John K.G. Kramer, Pierluigi Delmonte, Martin P. Yurawecz, Jeanne I. Rader, AOCS Press, 2003

MO7004

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

IR/Raman営業部

横浜本社
045-453-9210

大阪支店
06-6863-1552

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermofisher.co.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2007 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.