

AED付GCによるHEMFのメチル化誘導体の解析

漆原 栄治*

1. 緒言

著者¹⁾は、既に

4-Hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone

(以下、HEMF)試薬及び醤油HEMF画分をジアゾメタンガスでメチル化し、キャピラリーカラムを装着したガスクロマトグラフ質量分析計で分析した。この結果、従来ガスクロマトグラフィーで分離が困難であったHEMF異性体をそのメチル化誘導体である

4-Methoxy-2-ethyl-5-methyl-3(2H)-furanone

(以下、MEMF2・5)と

4-Methoxy-5-ethyl-2-methyl-3(2H)-furanone

(以下、MEMF5・2)のピーク2つに分離できることを報告した。

今回、近年開発され普及しつつある原子発光検出器付ガスクロマトグラフ(以下、AED付GC)を用いてMEMFの元素分析を試み、若干の知見を得たので報告する。

2. 試験方法

2.1 試薬

HEMF：東京化成工業(株)製、純度:95%

その他の試薬：いずれも市販の試薬特級を用いた。

2.2 分析試料の調製

MEMF 溶液：常法に従って、ジアゾメタンを発生させる。このガスをHEMF、2,000ppmアセトン溶液10ml に濃黄色を呈するまで導入、溶液は密封し一昼夜、暗所室温にて反応を完結させ、アセトンで10ml定容とした。

内部標準溶液：n-ペンタノール1,000ppmのアセトン溶液を調製した。分析試料の調製：MEMF及び内部標準溶液の同容量を混合し分析に供した。

2.3 装置及び分析条件

装置：AED付 GC(Hewlett Packard社製), G2350A

キャピラリーカラム；DB-WAX(J&W Scientific社製)，内径；0.25mm，長さ；30m，膜厚；0.5 μ m，キャリアガス流量；He 1.5ml/min，定流量モード，注入方法；スプリット法，スプリット比；1:10，注入量；1 μ l，注入温度；200 $^{\circ}$ C，オープン温度；40 $^{\circ}$ C(1.5min保持)，昇温速度；4 $^{\circ}$ C/min，終期温度；175 $^{\circ}$ C，プラズマヘリウム流量；70ml/min

3. 結果及び考察

図1にH元素クロマトグラムを示した。C,O元素についても面積値は異なるが同様なクロマトグラムであった。内部標準物質のピーク1を基に各ピークの元素量を算出したのが表1である。表1のピーク3及び4は既往のデータ¹⁾から、各々MEMF5・2，MEMF2・5と同定することが出来た。

MEMFの反応収率を表1のピーク3及び4の総元素量747.74ng/ μ lより求めると理論値の71.6%となった。この収率低下の要因は今後検討する必要がある。

また、同表からMEMF5・2とMEMF2・5の生成比はほぼ1:3であることが示唆されたが、HEMF異性体の存在比との関連性についても更に検討を要する。

元素組成比を表2に示した。ピーク3と4の分子量は既に142と判明しているため、各ピークの分子式はC₈H₁₂O₃となり、元素分析上からも当該ピークはMEMFであることが実証された。

Pk#	Time [min]	C_496 [ng]	H_486 [ng]	O_171 [ng]
1	14.120	340.642	68.6065	90.7513
2	17.827	46.8027	8.0235	
3	25.970	106.978	13.2718	55.2644
4	26.879	353.614	44.1078	174.505

表1 各ピークの元素量

Pk#	Time [min]	Total Wgt [ng]	C_496 [ratio]	H_486 [ratio]	O_171 [ratio]
1	14.120	500.00	1.000	2.400	0.200
2	17.827	54.826	1.000	2.043	
3	25.970	175.51	1.000	1.478	0.388
4	26.879	572.23	1.000	1.486	0.370

表2 各ピークの元素組成比

4. 要約

HEMFをジアゾメタンでメチル化し生成するMEMFをAED付GCで分析し、つぎの結果を得た。MEMFへの収率は71.6%であった。MEMF5・2とMEMF2・5の生成比は1:3を示した。元素分析上からもHEMFのメチル化誘導体は分子式がC₈H₁₂O₃であると実証された。

参考文献

- 1) 漆原栄治：茨城県工業技術センター研究報告，25,41(1997)
- 2) N.NUNOMURA, M.SASAKI and Y.ASAO：Agr. Biol. Chem., 40,491(1976)

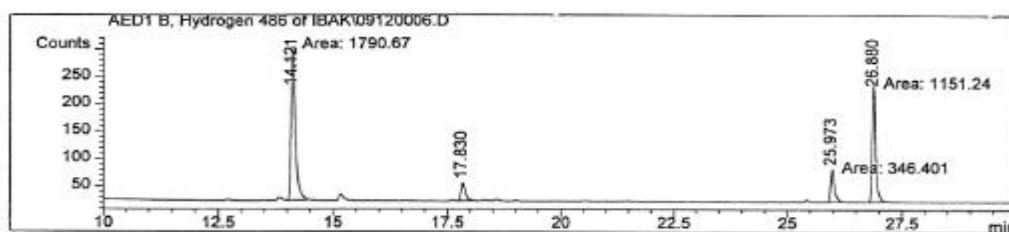


図1 ガスクロマトグラム