

气相色谱法测定食用油中的脂肪酸

摘要： 本文使用岛津气相色谱仪建立了测定食用油中脂肪酸含量的方法。食用植物油溶解在异辛烷中，加入 KOH-甲醇溶液进行酯交换甲酯化，反应完全后，用 NaHSO₄ 中和剩余的 KOH。待盐沉淀后，将上层溶液稀释 5 倍，用气相色谱仪检测。结果表明：脂肪酸的线性关系良好，相关系数 r^2 在 0.995~0.999 之间，方法重现性好，RSD%<6.3%。该方法适用于食用油样品中的脂肪酸含量测定。

关键词： 食用油 脂肪酸 气相色谱

油脂广泛存在于动植物中，其主要成分是高级脂肪酸（12个碳原子上）的甘油酯。油脂是食物中3大产能营养素之一，是人类从饮食中摄取能量的主要来源，具有重要的生理作用，如构成机体组织，提供机体所需要的脂肪酸，促进脂溶性维生素的吸收等。油脂中所含的亚油酸、亚麻酸为必需脂肪酸，人体自身不能合成，只能由食物供给。但油脂中还有一类反式脂肪酸(TFAs)。近年来科学研究表明，TFAs能诱发心脑血管疾病，动脉阻塞硬化以及糖尿病，乳腺癌，还可能影响儿童生长发育和神经系统健康。粮农组织和世界卫生组织已提出食品中反式脂肪酸的含量应低于4%。由此可见，对油脂中脂肪酸成分和含量进行分析，对于科学评价油脂的营养价值，指导人们合理安排膳食具有重要意义。

测定油脂中脂肪酸含量的常用方法是气相色谱法。因脂肪酸极性较强，一般先将其甲酯化，再进行色谱测定，本文采用氢氧化钾-甲醇化进行甲酯化，RT-2560色谱柱进行分离，分析了葵花籽油和椰子油中脂肪酸的组成及含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津GC-2010 Plus 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱：Rt-2560, 100 m × 0.25 mm × 0.2 μm

进样口温度：240℃

进样方式：分流进样

分流比：10:1

载气控制模式：恒线速度

线速度：19 cm/sec

柱温程序：110℃（3 min）_4℃/min_240℃（25 min）

FID温度：250℃

N₂流量: 30 mL/min

H₂流量: 40 mL/min

AIR流量: 400 mL/min

1.3 样品制备

准确称取试样60 mg于5 mL具塞试管中,加入4 mL 异辛烷溶解试样,加入200 μ L KOH-甲醇溶液,猛烈振荡30 s后静置至澄清。加入1 g NaHSO₄后旋涡。待盐沉淀后,将上层溶液稀释5倍后注入气相色谱仪。

2 结果与讨论

2.1 标准品色谱图

37种脂肪酸甲酯(FAME)标准品及四种反式脂肪酸(C16:1n9t, C18:1n6t, C20:1n11t, C22:1n13t)的色谱图如下图1所示。除C22:0和C20:3n6外,其它脂肪酸甲酯均能分离。其中反式脂肪酸甲酯的分离情况见放大图2。

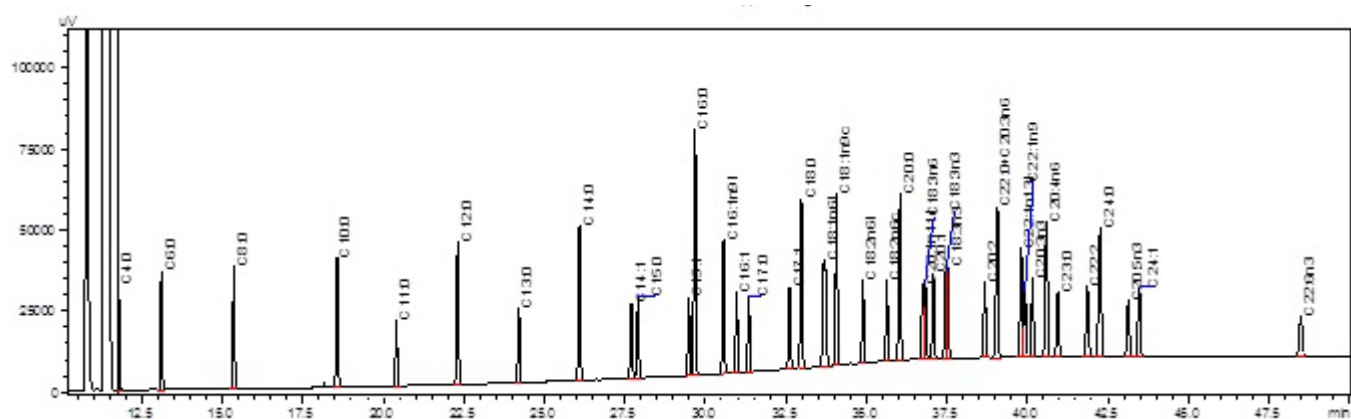


图1 脂肪酸甲酯色谱图

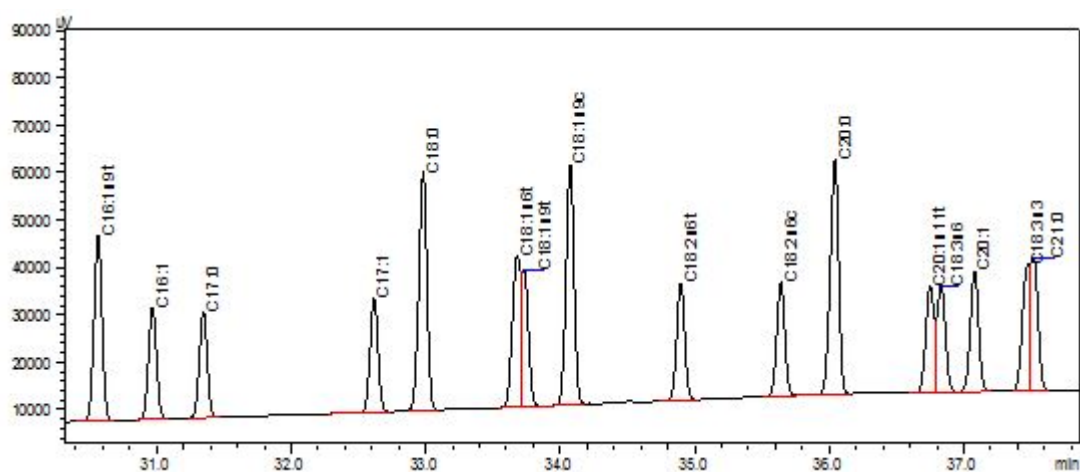


图2 反式脂肪酸的分离情况

2.2 标准曲线

配制不同浓度的脂肪酸甲酯标准溶液。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标进行线性拟合，具体见下表1。部分FAME的标准曲线见图3。

表 1 FAME 的标准曲线及检测限

No.	化合物	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	相关系数 r^2	No.	化合物	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	相关系数 r^2
1	C4:0	10~400	0.999	21	C18:2n6t	5~200	0.998
2	C6:0	10~400	0.999	22	C18:2n6c	10~400	0.998
3	C8:0	10~400	0.999	23	C20:0	10~400	0.995
4	C10:0	10~400	0.999	24	C20:1n11t	10~250	0.996
5	C11:0	5~200	0.999	25	C18:3n6	5~200	0.997
6	C12:0	10~400	0.999	26	C20:1	5~200	0.998
7	C13:0	5~200	0.999	27	C18:3n3	5~200	0.996
8	C14:0	10~400	0.998	28	C21:0	5~200	0.996
9	C14:1	5~200	0.999	29	C20:2	5~200	0.999
10	C15:0	5~200	0.999	30	C22:0+C20:3n6	15~600	0.998
11	C15:1	5~200	0.999	31	C22:1n13t	10~500	0.996
12	C16:0	15~600	0.997	32	C22:1n9	5~200	0.996
13	C16:1n9t	10~500	0.998	33	C20:3n3	5~200	0.995
14	C16:1	5~200	0.999	34	C20:4n6	5~100	0.997
15	C17:0	5~200	0.998	35	C23:0	5~200	0.999
16	C17:1	5~200	0.999	36	C22:2	5~200	0.998
17	C18:0	10~200	0.996	37	C24:0	10~200	0.996
18	C18:1n6t	10~500	0.999	38	C20:5n3	5~200	0.997
19	C18:1n9t	2~200	0.997	39	C24:1	5~200	0.996
20	C18:1n9c	10~400	0.998	40	C22:6n3	5~200	0.997

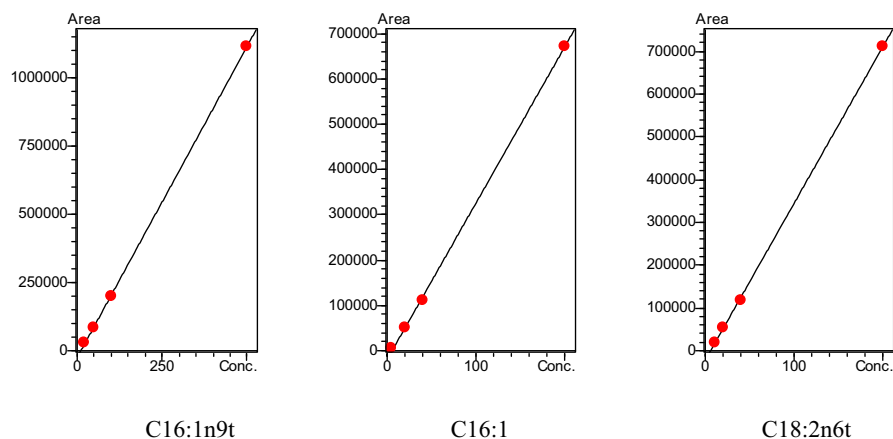


图3 部分 FAME 标准曲线

2.3 重复性试验

脂肪酸甲酯标准溶液重复进样 6 针，其峰面积重复性结果见表 2。

表 2 重复性结果

No.	化合物	峰面积 RSD (%)	No.	化合物	峰面积 RSD (%)
1	C4:0	1.26	21	C18:2n6t	4.87
2	C6:0	1.98	22	C18:2n6c	4.44
3	C8:0	2.98	23	C20:0	2.93
4	C10:0	4.07	24	C20:1n11t	4.02
5	C11:0	4.31	25	C18:3n6	3.98
6	C12:0	4.94	26	C20:1	2.00
7	C13:0	3.91	27	C18:3n3	5.15
8	C14:0	4.52	28	C21:0	2.80
9	C14:1	4.39	29	C20:2	3.05
10	C15:0	5.51	30	C22:0+C20:3n6	5.87
11	C15:1	3.28	31	C22:1n13t	5.99
12	C16:0	3.83	32	C22:1n9	4.76
13	C16:1n9t	2.75	33	C20:3n3	3.04
14	C16:1	2.91	34	C20:4n6	5.11
15	C17:0	3.32	35	C23:0	4.31
16	C17:1	4.28	36	C22:2	3.67

17	C18:0	2.69	37	C24:0	6.27
18	C18:1n6t	3.44	38	C20:5n3	3.38
19	C18:1n9t	4.87	39	C24:1	2.48
20	C18:1n9c	3.53	40	C22:6n3	2.19

2.4 样品测定结果

选取超市某品牌葵花籽油和椰子油，依照前处理方法分析，其色谱图见图 4 及图 5。其中椰子油定量结果如下表 3 所示，无反式脂肪酸检出。

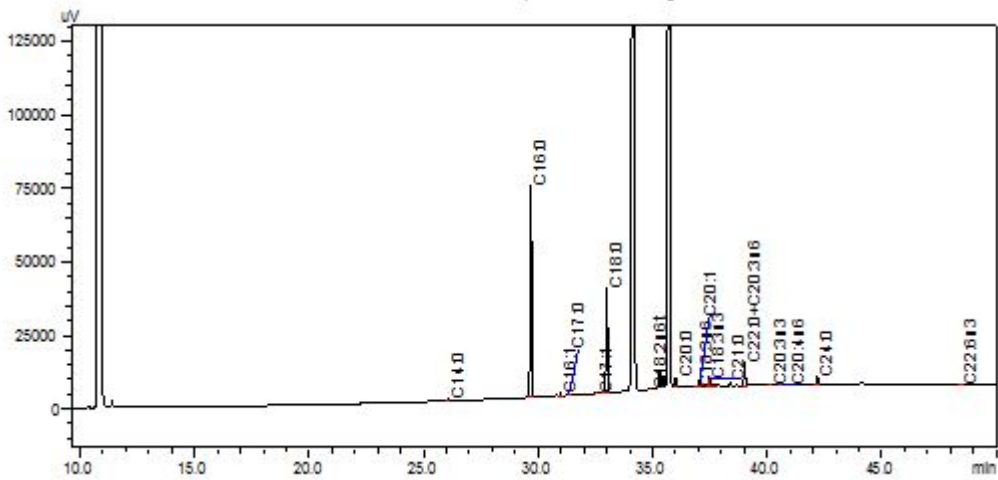


图 4 某品牌葵花籽油色谱图

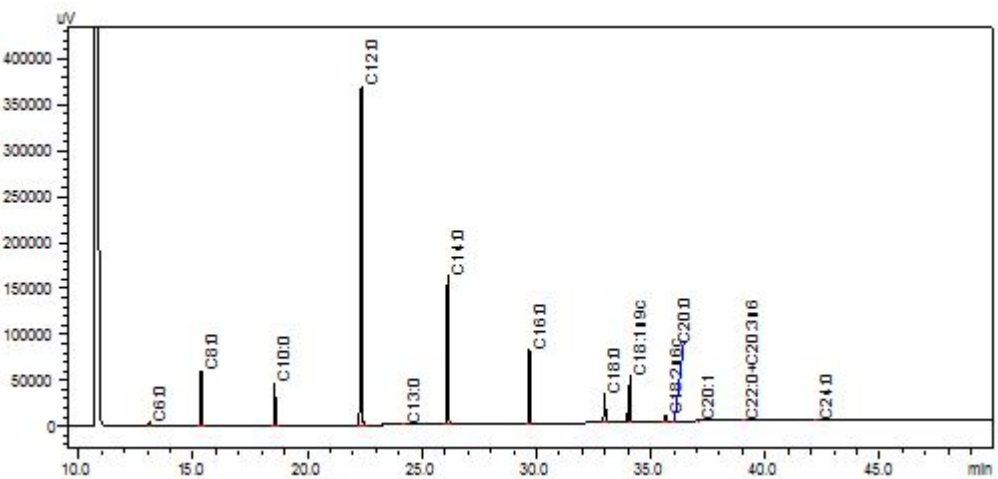


图 5 市售品牌椰子油色谱图

表 3 某品牌椰子油样品定量结果

No.	化合物	含量 (mg/g)	RSD% (n=3)
1	C6:0	7.0	5.4
2	C8:0	40.8	4.8
3	C10:0	29.5	7.9

4	C12:0	195.7	8.7
5	C13:0	7.04	6.2
6	C14:0	76.6	4.9
7	C16:0	44.2	8.5
8	C18:0	17.0	6.6
9	C18:1n9c	26.1	10.6
10	C18:2n6c	10.6	11.4
11	C20:0	2.7	8.0
12	C20:1	1.3	7.9
13	C22:0+C20:3n6	3.3	8.9
14	C24:0	2.2	12.6

3 结论

采用气相色谱仪（GC-2010 Plus）测定食用油中的脂肪酸，方法操作简单，线性关系良好，方法重现性好，RSD%<6.3%。本方法可用于食用油中的脂肪酸分析。