

植物油脂肪酸检测案例分析

于永庆, 金 迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 脂肪酸组成是油脂的特征指标之一, 是植物油常见的检测项目。本文参考国标《GB 5009.168-2016 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》, 应用气相色谱仪进行植物油中脂肪酸检测, 对比了 HP-88、DB-23 和 FFAP 毛细柱三种色谱柱对 37 种脂肪酸标准品进行分离分析情况, 并且列举了气相色谱仪在植物油脂检测中部分案例, 为今后植物油中脂肪酸检测提供技术支持。

关键词: 植物油; 脂肪酸; 气相色谱

1 仪器设备

表 1 仪器设备

编号	仪器设备	规格型号
1	气相色谱仪	福立 GC9720-FID
2	自动进样器	FL1090
3	色谱柱	HP-88 (100m*0.25mm*0.2um)、 RB-FFAP (30m*0.32mm*0.5um)、 DB-23 (60m*0.25mm*0.25um)
4	分析天平	感量 0.1mg
5	恒温水浴锅	温控范围 40~100°C, 温控±1°C
6	螺口玻璃管	带有聚四氟乙烯做内垫的螺口盖

2 前处理方法

2.1 按国标要求处理方法

准确称取样品约 0.1g (精确至 0.0002g) 至 250mL 平底烧瓶中, 加入 2%氢氧化钠甲醇溶液 8mL, 连接回流冷凝器, 80°C±1°C 水浴上回流, 直至油滴消失。从回流冷凝器上端加入 7mL 15%三氟化硼甲醇溶液, 在 80°C±1°C 水浴中继续回流 2min。用少量水冲洗回流冷凝器。

停止加热，从水浴上取下烧瓶，迅速冷却至室温。准确加入 10mL 正庚烷，振摇 2min，再加入饱和氯化钠水溶液，静置分层。吸取上层正庚烷提取溶液约 5mL，至 25mL 试管中，加入大约 3~5g 无水硫酸钠，振摇 1min，静置 5min，待测定。

2.2 简易快速处理方法

准确称取样品约 0.1g（精确至 0.0002g）至 20mL 顶空瓶中，加入 1mol/L 氢氧化钾甲醇溶液 0.5mL，加盖密封，80°C±1°C 水浴上加热，直至油滴消失，放冷，开盖，加入 0.5mL 52% 三氟化硼甲醇溶液，加盖密封，80°C±1°C 水浴上加热 5-10min，放冷，准确加入 5mL 正庚烷，振摇 2min，再加入饱和氯化钠水溶液，振摇 2min，静置分层，取上层液至顶空瓶中，加入饱和氯化钠水溶液，振摇、静置，待测定。

3 色谱条件

表 2 仪器检测色谱条件

色谱柱	HP-88		RB-FFAP
柱长/m	100		30
内径/mm	0.25		0.32
固定液膜厚/ um	0.20		0.5
N ₂ /(mL/min)	0.8	1.0	1.0
柱温/°C	100°C(13min)，以 10°C/min 升至 180°C(6min);以 1°C/min 升至 200°C(20min);以 4°C/min 升至 230°C(15min) ^① ;	140(5min)，以 4°C/min 升至 240°C(15min) ^② ;	100°C(4min) , 以 4°C/min 升至 230°C(25min);
进样口温度 /°C	270	270	270
检测器温度 /°C	250	250	250
进样量/uL	1	1	1
分流比	20:1	20:1	20:1

4 测试结果

我们分别采用 100m 的 HP-88 脂肪酸专用柱、60m 的 DB-23 和 30m 的 FFAP 毛细柱对 37 种脂肪酸进行了分离分析，实验表明，如图 1 和图 2，HP-88（分析周期：80min）和 DB-23（分析周期：38min）都能分离 37 种组分，图 3 显示 FFAP（分析周期：54min）能分离 37 种中的 34 种组分（其中 9-十八碳一烯酸甲酯的顺式和反式和 9,12-十八碳二烯酸甲酯中的反反和顺顺分不开，以及顺-5,8,11,14,17-二十碳五烯酸甲酯和二十二碳酸甲酯分不开）。

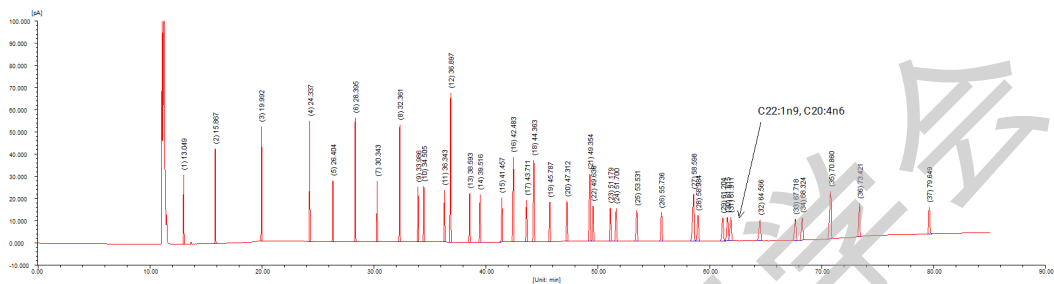


图 1 37 种脂肪酸在 HP-88 上的分离图

- 1、C4:0 2、C6:0 3、C8:0 4、C10:0 5、C11:0 6、C12:0 7、C13:0 8、C14:0 9、
C14:1 10、C15:0 11、C15:1 12、C16:0 13、C16:1 14、C17:0 15、C17:1 16、
C18:0 17、C18:1n9t 18、C18:1n9c 19、C18:2n6t 20、C18:2n6c 21、C20:0 22、
C18:3n6 23、C20:1 24、C18:3n3 25、C21:0 26、C20:2 27、C22:0 28、C20:3n6
29、C22:1n9 30、C20:3n3 31、C20:4n6 32、C23:0 33、C22:2 34、C24:0 35、
C20:5n3 36、C24:1 37、C22:6n3

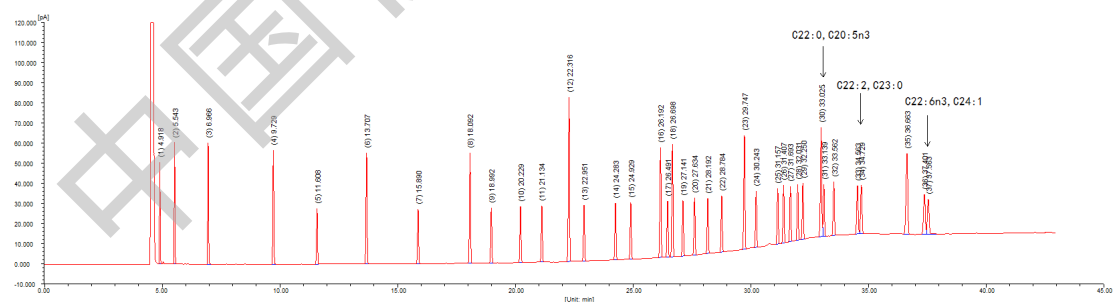


图 2 37 种脂肪酸在 DB-23 上的分离图

- C14:1 10、C15:0 11、C15:1 12、C16:0 13、C16:1 14、C17:0 15、C17:1 16、C18:0
17、C18:1n9t 18、C18:1n9c 19、C18:2n6t 20、C18:2n6c 21、C18:3n6 22、C18:3n3 23、
C20:0 24、C20:1 25、C20:2 26、C20:3n6 27、C21:0 28、C20:3n3 29、C20:4n6 30、
C22:0 31、C20:5n3 32、C22:1n9 33、C22:2 34、C23:0 35、C24:0 36、C22:6n3 37、

C24:1

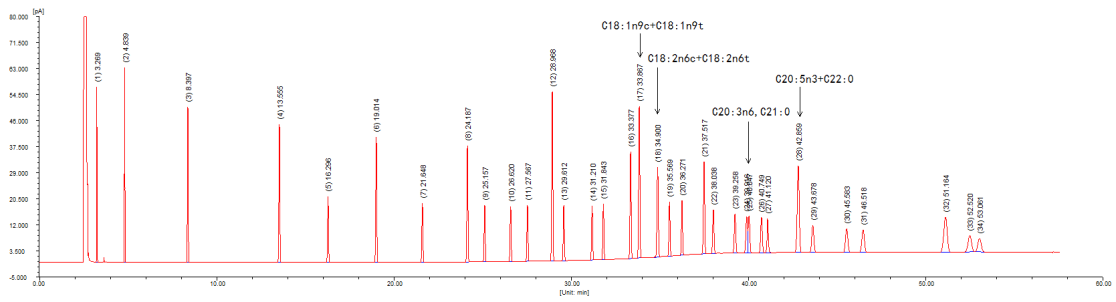
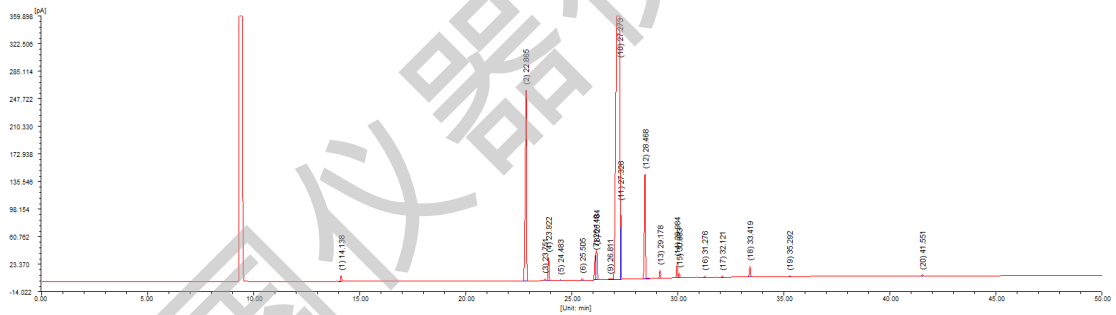


图 3 37 种脂肪酸在 RB-FFAP 上的分离图

1、C4:0 2、C6:0 3、C8:0 4、C10:0 5、C11:0 6、C12:0 7、C13:0 8、C14:0 9、
 C14:1 10、C15:0 11、C15:1 12、C16:0 13、C16:1 14、C17:0 15、C17:1 16、C18:0
 17、C18:1n9c+C18:1n9t 18、C18:2n6c+C18:2n6t 19、C18:3n6 20、C18:3n3 21、C20:0
 22、C20:1 23、C20:2 24、C20:3n6 25、C21:0 26、C20:3n3 27、C20:4n6 28、
 C20:5n3+C22:0 29、C22:1n9 30、C22:2 31、C23:0 32、C24:0 33、C22:6n3 34、C24:1

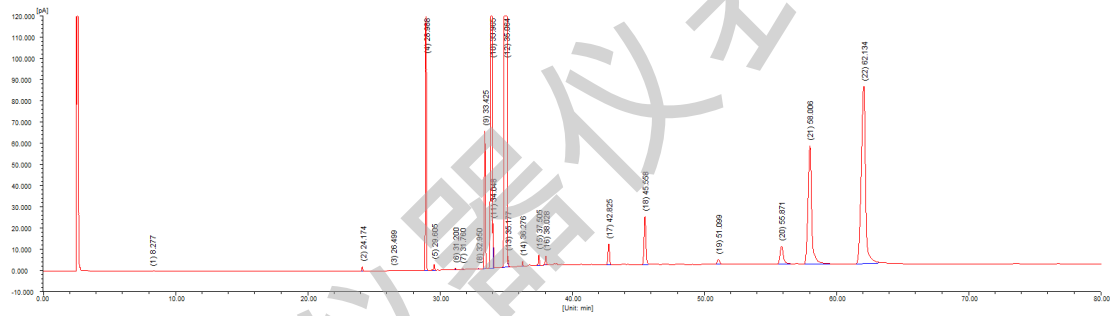
5 植物油脂测试案例分析

5.1 初榨橄榄油在 HP-88 上分离谱图及检测结果



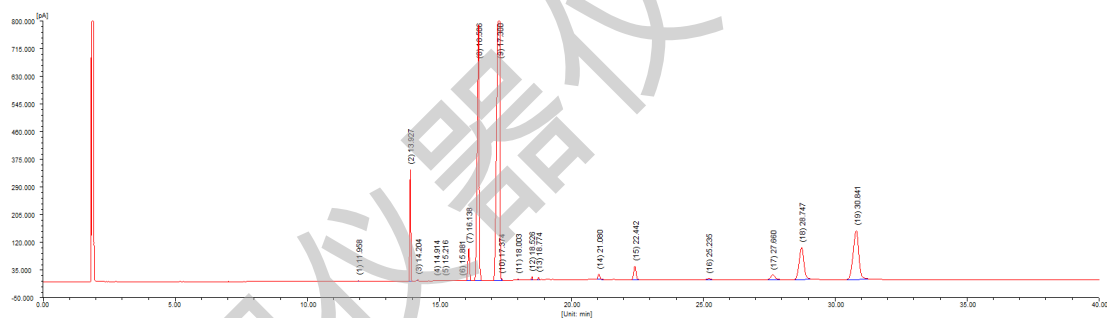
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	
1		14.138	0.054	8369.2	29913.5	0.3088	0.3236	
2	C16:0 (棕榈酸)	22.865	0.069	259476.0	1137231.6	11.7381	11.6622	
3		23.751	0.054	3161.2	10951.4	0.1130	0.1185	
4	C16:1 (棕榈油酸)	23.922	0.052	31915.7	106622.2	1.1005	1.0929	
5	C17:0	24.483	0.061	1420.1	5501.2	0.0568	0.0566	
6	C17:1	25.505	0.059	2820.0	11193.2	0.1155	0.1151	
7	C18:0 (硬脂酸)	26.140	0.055	33850.2	113195.0	1.1684	1.1668	
8		26.184	0.079	40854.0	185517.3	1.9148	2.0066	
9	C18:1n9t (反式油酸)	26.811	0.215	1314.4	15085.0	0.1557	0.1554	
10	C18:1n9c (油酸)	27.273	0.145	802190.9	7154812.3	73.8495	73.7281	
11		27.326	0.034	99987.3	194395.9	2.0065	2.1026	
12	C18:2n6c (亚油酸)	28.468	0.054	142105.2	492452.9	5.0829	5.0730	
13	C20:0	29.178	0.051	11232.9	37096.4	0.3829	0.3840	
14	C20:1	29.984	0.051	22267.6	72564.1	0.7490	0.7510	
15	C18:3n3 (亚麻酸)	30.083	0.049	6914.6	21517.4	0.2221	0.2216	
16	C20:2	31.276	0.062	2245.7	9229.6	0.0953	0.0955	
17	C22:0	32.121	0.058	2693.3	10431.4	0.1077	0.1084	
18	C20:4n6	33.419	0.063	15106.9	60912.8	0.6287	0.6299	
19	C20:5n3	35.292	0.068	1286.7	10617.6	0.1096	0.1098	
20		41.551	0.100	1440.6	9123.6	0.0942	0.0987	
				总计:	1490652.3	9688364.0	100.0000	100.0000

5.2 葵花籽油在 RB-FFAP 上分离谱图及检测结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	
1	C8:0	8.277	0.046	5.5	13.4	0.0001	0.0001	
2	C14:0(肉豆蔻酸)	24.174	0.067	2156.3	9159.9	0.0595	0.0582	
3	C15:0	26.499	0.054	126.1	418.2	0.0027	0.0027	
4	C16:0 (棕榈酸)	28.988	0.072	159298.9	734731.8	4.7694	4.6981	
5	C16:1 (棕榈油酸)	29.605	0.068	2766.9	14621.6	0.0949	0.0935	
6	C17:0	31.200	0.070	947.4	4249.2	0.0276	0.0272	
7	C17:1	31.760	0.072	676.2	3182.0	0.0207	0.0215	
8		32.950	0.069	342.0	1497.7	0.0097	0.0101	
9	C18:0 (硬脂酸)	33.425	0.092	65098.1	379174.0	2.4613	2.4371	
10	C18:1n9c (油酸)	33.965	0.096	52024.2	3161738.2	20.5238	20.3151	
11		34.048	0.054	21300.6	68986.4	0.4478	0.4653	
12	C18:2n6c (亚油酸)	35.064	0.124	960238.5	7443058.3	48.3151	47.8088	
13		35.177	0.051	4194.3	13324.0	0.0865	0.0899	
14	C18:3n3 (亚麻酸)	36.276	0.070	2578.8	11339.6	0.0736	0.0729	
15	C20:0	37.505	0.081	5281.2	28388.1	0.1843	0.1832	
16	C20:1	38.028	0.090	4424.0	26689.3	0.1732	0.1722	
17	C20:5n3+C22:0	42.825	0.128	9838.8	81290.2	0.5277	0.5265	
18	C22:2	45.558	0.150	22918.5	225739.5	1.4653	1.4616	
19	C24:0	51.099	0.224	2570.7	38310.6	0.2487	0.2489	
20		55.871	0.261	8766.1	159576.1	1.0359	1.0762	
21		58.006	0.275	56210.8	1103921.0	7.1659	7.4452	
22		62.134	0.327	83788.0	1895825.7	12.3064	12.7860	
				总计:	1933769.9	15405234.4	100.0000	100.0000

5.3 葵花籽油 RB-FFAP 色谱柱上快速分离的谱图及检测结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0(肉豆蔻酸)	11.958	0.037	4538.0	10859.6	0.0587	0.0607
2	C16:0 (棕榈酸)	13.927	0.040	342691.5	881519.6	4.7650	4.6951
3	C16:1 (棕榈油酸)	14.204	0.038	5136.9	12089.5	0.0653	0.0644
4	C17:0	14.914	0.045	1540.7	4293.1	0.0232	0.0229
5	C17:1	15.216	0.049	1212.9	3937.9	0.0213	0.0210
6		15.881	0.054	529.3	1827.4	0.0099	0.0103
7	C18:0 (硬脂酸)	16.138	0.071	100315.9	457448.2	2.4727	2.4490
8	C18:1n9c (油酸)	16.506	0.076	786711.8	3907803.5	21.1234	20.9146
9	C18:2n6c (亚油酸)	17.300	0.107	1328933.0	8948971.3	48.3732	47.8798
10		17.374	0.045	7253.3	19837.0	0.1072	0.1114
11	C18:3n3 (亚麻酸)	18.003	0.041	5031.8	13037.2	0.0705	0.0697
12	C20:0	18.526	0.049	10697.4	33663.5	0.1820	0.1810
13	C20:1	18.774	0.054	8862.4	31051.8	0.1678	0.1669
14	C20:5n3+C22:0	21.080	0.088	16993.2	96221.0	0.5201	0.5191
15	C22:2	22.442	0.101	42315.2	274359.4	1.4830	1.4796
16	C24:0	25.235	0.159	4184.3	45674.9	0.2469	0.2472
17		27.660	0.186	15298.0	186257.6	1.0068	1.0463
18		28.747	0.196	98877.2	1298722.9	7.0202	7.2959
19		30.841	0.227	151407.4	2272284.4	12.2827	12.7651
			总计:	2932530.0	18499859.6	100.0000	100.0000

中国仪器仪器网