

大豆油中脂肪酸组成的气相色谱-质谱分析

王瑾,李祖光,胡伟,乔剑峰,莫卫民,胡宝祥

(浙江工业大学 化学工程与材料学院,浙江 杭州 310014)

摘要:天然植物油中含有许多对人体有益的脂肪酸。作者将大豆油在水浴 60℃ 下经甲酯化处理,并用总离子流色谱峰的峰面积进行归一化定量分析其脂肪酸成分,鉴定出亚油酸,油酸,棕榈酸,硬脂酸,肉豆蔻酸、亚麻酸、月桂酸等 16 种化合物。归一化结果表明,其中主要存在着四种含量较高的脂肪酸,分别为亚油酸(50.62%),油酸(32.45%),棕榈酸(11.12%)和硬脂酸(4.82%)。

关键词:大豆油;脂肪酸;甲酯化;气相色谱-质谱法

中图分类号: O658 **文献标识码:** A **文章编号:** 1671-8798(2003)S0-0017-02

食用油脂中最主要的成分是脂肪酸,其中以中、长链脂肪酸为主,构成脂肪酸的有饱和、不饱和及特殊脂肪酸,其生理作用按种类不同而异。因此,食用油脂的营养价值较大程度是取决于它的脂肪酸组成及其配比^[1]。随着人们物质生活水平的不断提高,国内外对不同植物种子油中的脂肪酸组成的研究日益重视^[2-8]。大豆油是我国的主要食用油之一,近年来随着餐饮业的发展,其应用也越来越广。大豆油经甲酯化,运用 GC/MS 分析其中的脂肪酸组分,为全面了解大豆油中的脂肪酸组分,对大豆油的进一步研究及开发利用,更好地开发利用我国大豆油资源提供科学依据。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

GC3800 / MS Saturn 2000 气相色谱-质谱联用仪,配有液体化学源(色谱级乙腈为化学电离反应试剂)(美国 Varian 公司)。上海产大豆油购自杭州当地超市。乙醚、氢氧化钾、三氟化硼、正己烷、氯化钠、甲醇等均为分析纯。

1.2 分析条件

色谱条件:CP-SIL 8 毛细管色谱柱 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm,载气为高纯氮气(99.999%),氮气流速为 0.8 mL/min,进样口温度为 250℃,起始柱温为 100℃,保持 1 min,以 30℃/min 升温至 190℃,保持 20 min,以 30℃/min 升温至 280℃保持 3 min,传输线温度为 280℃。

质谱条件:采用电子轰击方式或化学电离方式进行离子化,EI 电离能量为 70 eV,液体乙腈为化学电离反应试剂,离子阱 150℃,歧管温度为 40℃,质量扫描范围为 35~450。

1.3 样品的甲酯化

取一定量的油样,加入 30 mL 乙醚:正己烷(2:1)后摇匀,再加入 20 mL 甲醇和 1.0 mol/L KOH-MeOH 溶液 15 mL,充分摇匀后,60℃ 水浴下皂化 30 min。冷却后,加入 16.0% BF₃-MeOH 溶液于 60℃ 水浴下甲酯

收稿日期: 2003-09-10

作者简介:王瑾,女,在读硕士研究生。李祖光(1971-),男,江西上饶人,副教授,博士,主要从事分析化学的教学和科研工作,已发表学术论文 40 余篇(其中 SCI 或 EI 收录 10 篇)。

化 30 min, 冷却后加正己烷和饱和氯化钠溶液, 离心分层, 取上清液进行 GC/MS 分析。

1.4 定性和定量分析

首先以 EI 为电离源, 进行色谱-质谱联用分析, 采集所得到的质谱图利用 NIST 及 WILEY 两个谱库串联检索, 同时根据参考文献进行定性; 然后用液体乙腈为化学电离反应试剂进行色谱-质谱联用分析, 根据产生的准分子离子峰($M+1$)进一步确定待测化合物的分子量。定量分析结果是依据总离子流色谱峰的峰面积归一化法来计算各组分的相对含量。

2 结果与讨论

按上述实验条件对大豆油甲酯化样品进行测定, 其在 EI 模式下的总离子流色谱图如图 1 所示。

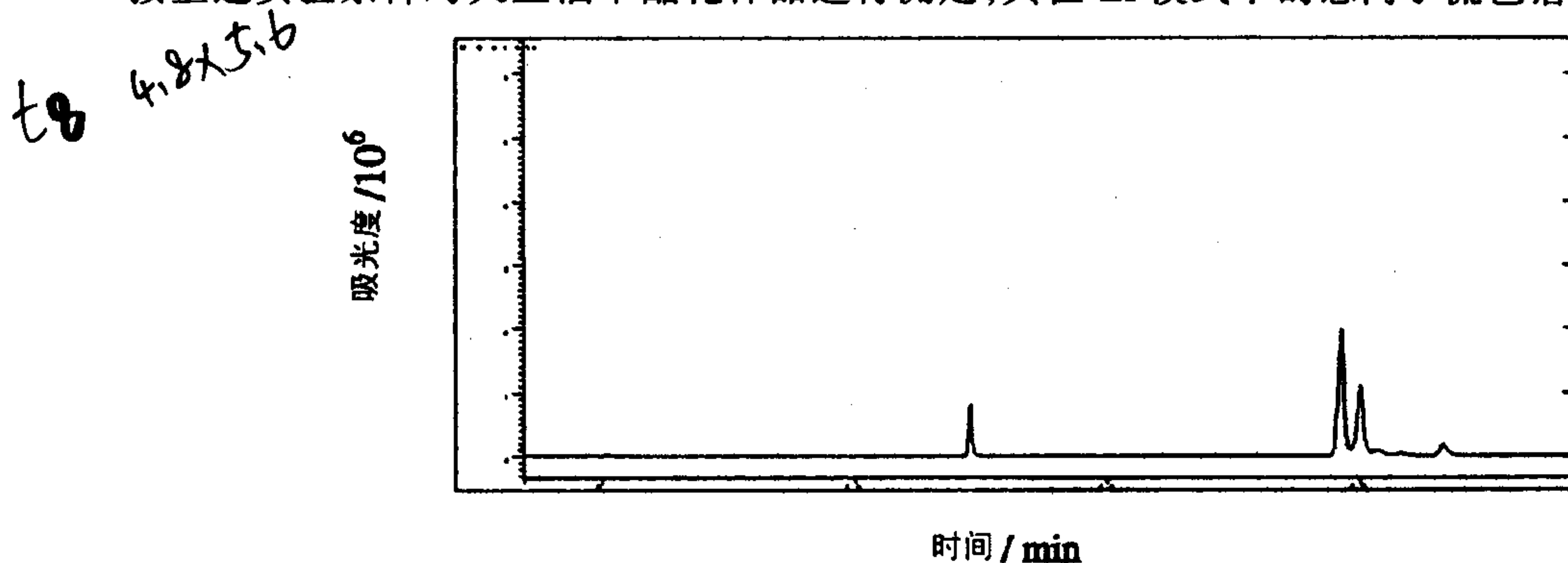


图 1 大豆油中脂肪酸甲酯的总离子流色谱图

采用计算机检索和人工解析各峰相应的质谱图, 共鉴定出 16 种化合物, 用峰面积归一化法测定了其相对含量, 结果见表 1。

表 1 大豆油中已被鉴定的脂肪酸及其质量分数(以其甲酯计)

No	保留时间/min	化合物名称	相对分子量(甲酯)	分子式(甲酯)	相对含量/%
1	5.69	月桂酸	214	$C_{12}H_{26}O_2$	< 0.01
2	7.87	肉豆蔻酸	242	$C_{15}H_{30}O_2$	0.05
3	9.68	十五烷酸	256	$C_{16}H_{32}O_2$	< 0.01
4	11.37	7,10-十六碳二烯酸	266	$C_{17}H_{30}O_2$	< 0.01
5	11.54	9-十六碳烯酸	268	$C_{17}H_{32}O_2$	< 0.01
6	11.72	11-十六碳烯酸	268	$C_{17}H_{32}O_2$	0.04
7	11.97	7-十六碳烯酸	268	$C_{17}H_{32}O_2$	< 0.01
8	12.28	棕榈酸	270	$C_{17}H_{34}O_2$	11.12
9	15.08	15-甲基-11-十六碳烯酸	282	$C_{18}H_{34}O_2$	< 0.01
10	16.19	十七烷酸	284	$C_{18}H_{36}O_2$	< 0.01
11	17.33	9,12,15-亚麻酸	292	$C_{19}H_{32}O_2$	< 0.01
12	19.63	9,12-亚油酸	294	$C_{19}H_{34}O_2$	50.63
13	20.02	9-油酸	296	$C_{19}H_{36}O_2$	31.36
14	20.33	7-油酸	296	$C_{19}H_{36}O_2$	1.09
15	20.83	6,9,12-亚麻酸	292	$C_{19}H_{32}O_2$	0.49
16	21.68	硬脂酸	298	$C_{19}H_{38}O_2$	4.82

由表 1 可知, 棕榈酸($C_{16}:0$)、亚油酸($C_{18}:2$)、油酸($C_{18}:1$) 和硬脂酸($C_{18}:0$) 是大豆油中的最主要的脂肪酸成分, 其中含量最高的是亚油酸, 高达 50.62%, 依次是油酸(32.45%), 棕榈酸(11.12%)和硬脂酸(4.82%)。亚油酸和油酸的总含量高达 83%, 说明大豆油中脂肪酸的不饱和程度较高。亚油酸是作为保持人体健康, 可治疗某些疾病的“必要脂肪酸”, 它具有降低人体血清胆固醇含量, 降血压作用, 同时还可以防止动脉硬化症, 显示了大豆油具有良好的营养和医疗价值。

(下转第 11 页)