

### 本方法优势

- ◆ 10 分钟内即可分析 37 种脂肪酸
- ◆ 智能 EI/CI 离子源同时分析，不降低真空度，提高谱峰的识别度
- ◆ 利用恒线速度模式可轻松转化为 GC-FID 方法

### 前言

国家农业和食品研究所与岛津株式会社对食物来源及营养组成进行了共同研究，



开发针对农产品或食品中所含功能性组分的简便、迅速且正确的分析方法。脂肪酸是一种营养成分，高度不饱和脂肪酸和中链脂肪酸是众所周知的功能性组分，在同时分析谷类、豆类等农产品的功能性组分时，需要格外关注脂肪酸。

本文中以 FAME 37 (Merk Millipore、P/N: CRM48775) 中所含 37 种脂肪酸为测定对象，研讨快速分析大麦中存在的中性脂肪（甘油三酯、二酸甘油酯、甘油单酯、卵磷脂等）、游离脂肪酸、甾烷醇酯等脂肪酸，并报导其结果。



### 样品前处理

大麦中脂肪酸的提取和衍生化使用了 Nacalai Tesque 株式会社的脂肪酸甲基化试剂盒 (P/N: 06482-04) (图 1)。

最终提取试剂采用了 2 mL，而不是使用方法中要求的 1 mL。



图 1 脂肪酸甲基化试剂盒

### 仪器设备及分析条件

如表 1 所示，本实验采用了 GCMS-QP2020 NX。该系统通过 ASSPTM 专利技术，使用 100 V 电压时，GC-MS 色谱柱柱温箱可在一定范围内设定快速升温速率，在高速扫描速度下保证高灵敏度，以此实现脂肪酸的快速分析。

在 GC-MS 的分析条件 (表 2) 下，使用恒线速度分析模式作为控制模式即可将本方法迅速转移至 GC-FID。

通过采用 20000 amu/s 的高速扫描模式，进行 Scan/SIM 同时分析，约 10 分钟内即可完成以往需要约 70 分钟的分析。

表 1 仪器配置

GC-MS	: GCMS-QP 2020 NX
自动进样器	: AOC 20i Plus + AOC 20s
分析柱	: DB-FastFAME (20 m × 0.18 mm I.D., df = 0.20 μm) P/N: G3903-63010
玻璃衬管	: 经过惰性化处理的分流用衬管 附带石英棉

表 2 GC-MS 的分析条件

<b>GC</b>	
气化室温度	: 250 °C
进样方式	: 分流
分流比	: 10
载气	: 氦气
控制模式	: 线速度恒定 (53.4 cm/s)
柱温箱温度	: 60 °C (1 min) → (40 °C/min) → 200 °C (3 min) → (25 °C/min) → 250 °C (1 min) 合计 10.50 min
吹扫气流量	: 5 mL/min
进样量	: 1 μL
<b>MS</b>	
离子源	: Smart EI/CI
离子源温度	: 230 °C
接口温度	: 250 °C
电离法	: EI、CI (异丁烷)
测定模式	: Scan/SIM 同时测定 (FAAST)
Scan 质量范围 (m/z)	: 35-600 (ASSPTM 高速 Scan 20000 amu/s)

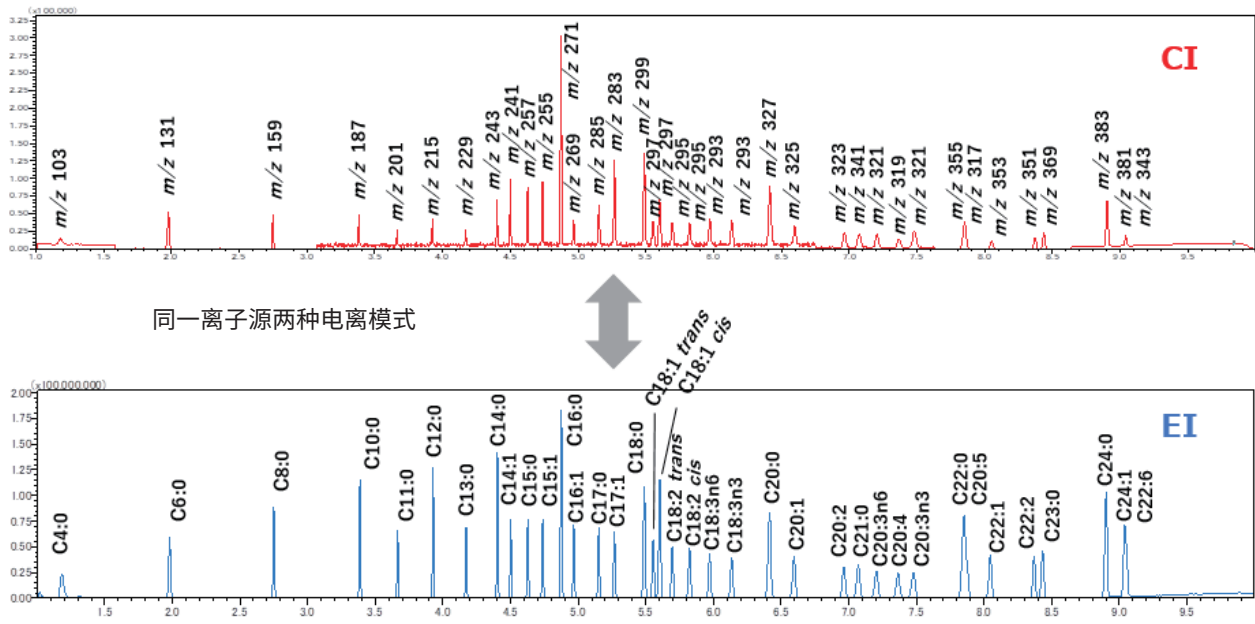


图3 使用同一 Smart EI/CI 离子源测定稀释后的 Fame 37 标样 (20 µg/mL) 色谱图

### Smart EI/CI 离子源

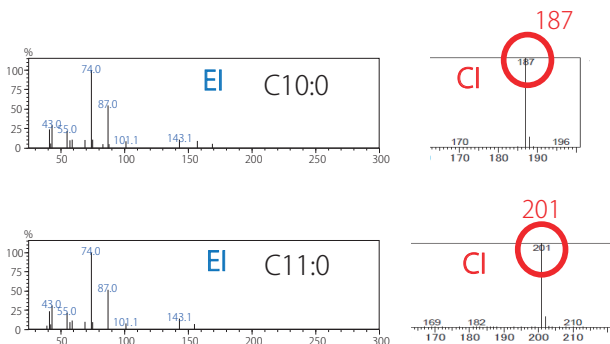
使用 EI 模式测定时, 脂肪酸的质谱很相似, 故有时难以鉴定。通过使用 CI 模式确认分子量  $m/z$ , 可以提高化合物的鉴定精度。

Smart EI/CI 离子源无需卸真空, 即可在同一批处理内使用 EI 模式和 CI 模式进行测定。使用 Smart EI/CI 离子源的 CI 模式获得的色谱图如图 3 (上) 所示。



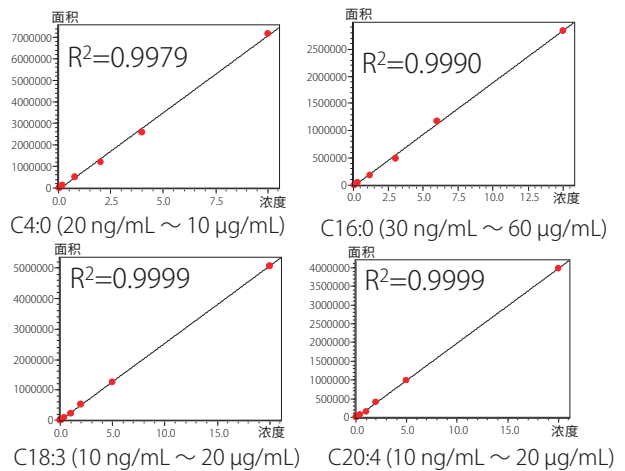
### CI 电离法的重要性

如下所示, 相邻脂肪酸化合物的 EI 质谱很相似, 但使用 CI 模式可以确认分子量  $m/z$ , 从而对化合物进行鉴定。



### 标准曲线

使用 EI 电离模式绘制 Fame37 所有化合物的标准曲线。由于 Fame37 标准溶液中的各组分浓度不同, 因此经稀释后的标曲浓度范围也不同, 如下图所示。



### 结论

使用 GCMS-QP2020 NX 建立了 Smart EI/CI 脂肪酸分析方法。

并对 48 个大麦样品进行了定量分析, 发现不同品种大麦中脂肪酸含量差异。

在开展本试验时, 获得了国立研究开发法人农业、食品产业技术综合研究机构的山本万里老师、十一浩典研究员、市来弥生研究员的大力帮助。在此深表感谢。

岛津应用云



GCMS、GCMS-TQ 及 GCMS-QP 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020 年 12 月