

自动化样品前处理平台结合 GC-FID 测定植物油中 37 种脂肪酸含量

GC-318

摘要： 本文使用岛津 AOC-6000 自动化样品前处理平台结合气相色谱 Nexis GC-2030 (FID) 建立了植物油中 37 种脂肪酸含量的定量分析方法。利用自动化样品前处理平台，植物油仅需称量后即可自动完成皂化、甲酯化等前处理过程，并直接上 GC-FID 分析，利用面积归一化法进行定量。分析结果表明：37 种脂肪酸有良好的分离 ($R>1.3$)，定性定量准确；选用有证植物油质控标物进行了脂肪酸准确度验证实验，结果满足标准要求；同时对前处理进行了重复性实验 ($n=5$)，测定结果的相对标准偏差 (RSD%) 小于 4%。结果表明该方法操作简单、稳定性好，准确度高，可适用于植物油及食品中脂肪酸含量的自动化分析。

关键词： 自动化样品前处理平台 气相色谱 植物油 脂肪酸

技术特点：

- ❖ 利用 AOC-6000 自动化样品前处理平台，可自动实现：皂化、甲酯化等前处理过程，样品无需处理即可完成分析，节省人力；
- ❖ 避免接触剧毒物质三氟化硼，保护实验人员安全；
- ❖ 自动化程度高，避免人员误差，结果重复性好；

植物油脂具有很高的营养和保健功能，营养学和临床医学研究表明，脂肪酸种类及含量与肿瘤、老年痴呆症和心脑血管病等很多疾病的发病呈相关性。比如，植物油脂中常见的豆蔻酸比棕榈酸有更强的致高胆固醇血症的作用；亚油酸能够降低胆固醇利于心血管疾病的防治等。因此，准确地检测脂肪酸组成有利于评价植物油脂的品质和营养价值。

目前报道的植物油脂中脂肪酸的检测主要有 GC 法、GCMS 法、LC 法及 LCMSMS 法。《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》(GB 5009.168-2026)

第三法归一化法中气相色谱仪器分析时间长达 84 min，而实际检测过程中除了要关注各色谱峰是否有较好的分离，检测时长、检测成本等也是重点考虑因素。因此，需要建立一种快速、自动化检测植物油中脂肪酸含量的分析方法。

本文采用 AOC-6000 自动化样品前处理平台结合气相色谱 Nexis GC-2030 (FID) 建立了植物油中 37 种脂肪酸含量自动化分析方法，该方法简单、自动化程度高，可为植物油及食品中脂肪酸快速监测提供借鉴。

■ 实验部分

1.1 仪器

AOC-6000 自动化样品前处理平台

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 试验条件

色谱柱：SK-FAME, 100 m×0.25 mm×0.20 μm (PN: 380-07220-01)

柱温程序：100°C (4 min)_ 3°C /min_ 240°C (5 min)

进样口温度：230°C

FID 温度：250°C

载气控制模式：恒线速度

氢气流量：32 mL/min

色谱柱流量：1.2 mL/min

空气流量：200 mL/min

进样方式：分流进样 (10:1)

尾吹流量：24 mL/min

1.3 样品前处理

1.3.1 AOC-6000 自动化样品前处理平台结构

AOC-6000 自动样品前处理平台由混匀模块、自动稀释模块、样品托盘支架及样品针工具模块组成。混匀模块设有可调转速 1~2000 rpm/min, 所设的自动振荡装置可对 2 mL、10 mL、20 mL、40 mL 样品瓶进行自动化涡旋混合; 自动稀释模块配置自动加液装置, 设有 5 个 1000 mL 的溶剂瓶位, 可调流速范围为 0.1~500 μ L/s, 可用于添加不同的提取溶剂。样品托盘支架模块, 可提供 162 位 2 毫升样品瓶, 60 位 10/20 毫升顶空样品瓶。样品针工具模块, 可实现在 AOC-6000 上样品针的自动切换: D757 Tool: 支持 1~100 μ L 样品针放置, 可用于内标添加、气相进样等。

1.3.2 AOC-6000 自动化样品处理流程

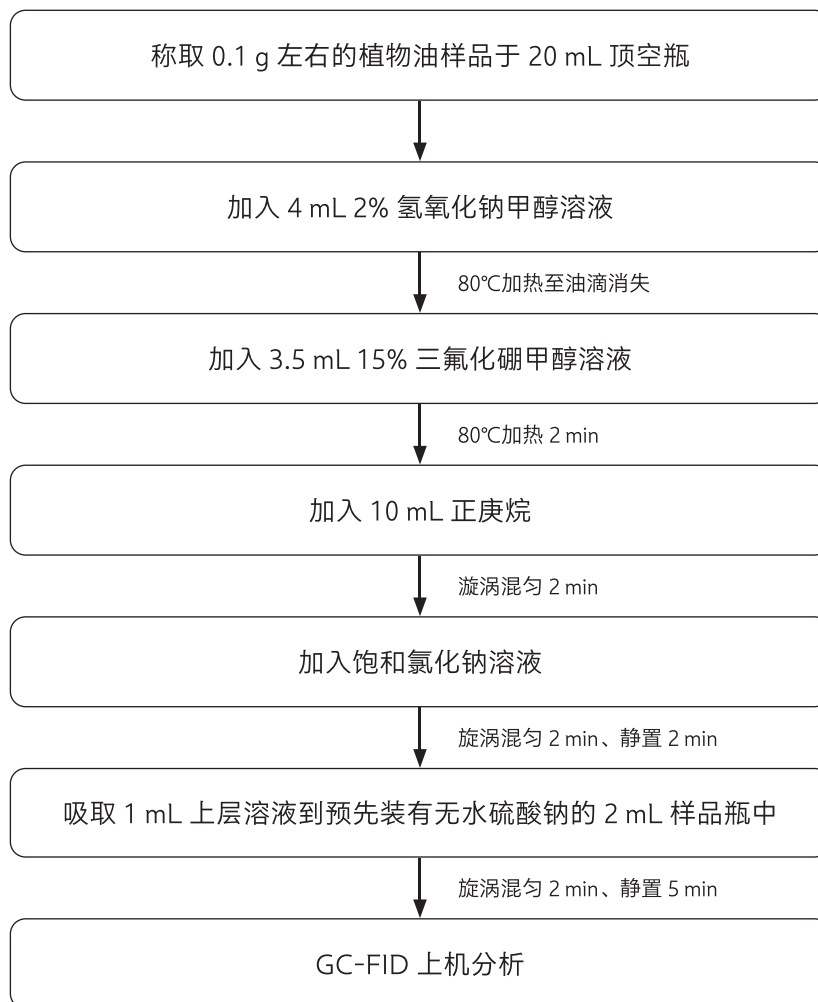


图 1 样品前处理流程

■ 结果与讨论

2.1 标准品溶液色谱图

37 种脂肪酸标样的色谱图见图 2 所示，各化合物的出峰时间及分离度见表 1 所示。

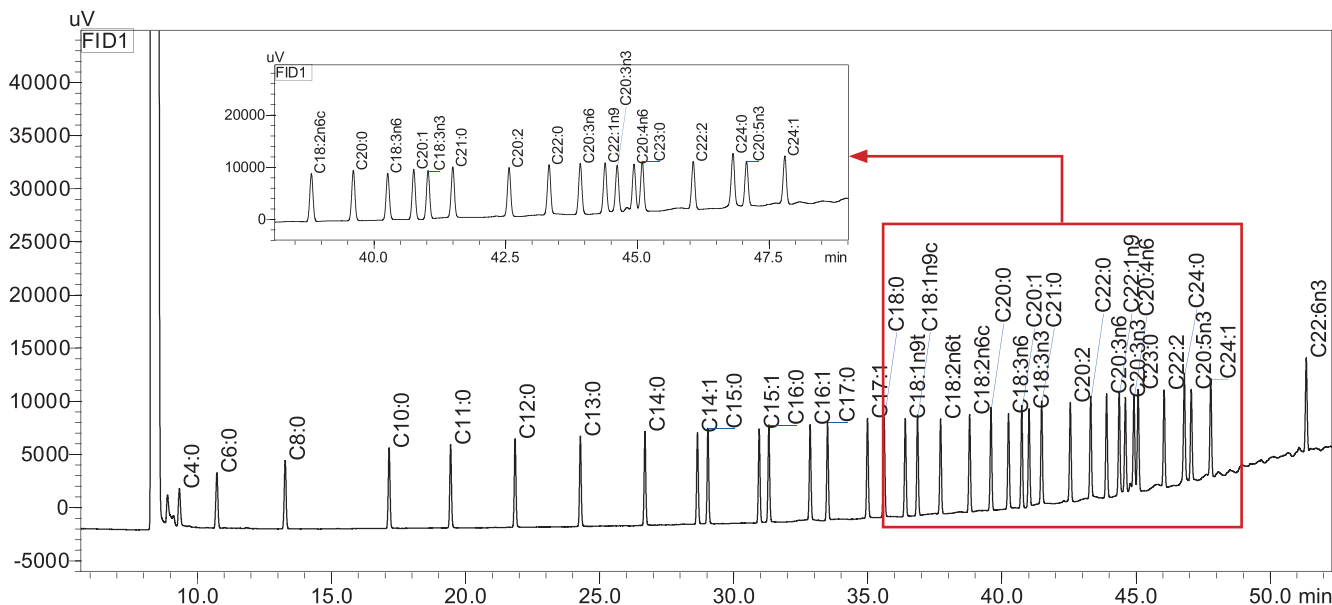


图 2 37 种脂肪酸的色谱图

表 1 37 种脂肪酸甲酯出峰时间及分离度

序号	脂肪酸甲酯	简称	出峰时间 (min)	分离度
1	丁酸甲酯	C4:0	9.353	--
2	己酸甲酯	C6:0	10.752	9.75
3	辛酸甲酯	C8:0	13.298	18.56
4	癸酸甲酯	C10:0	17.173	30.76
5	十一碳酸甲酯	C11:0	19.465	19.30
6	十二碳酸甲酯	C12:0	21.87	20.78
7	十三碳酸甲酯	C13:0	24.303	21.33
8	十四碳酸甲酯	C14:0	26.711	21.29
9	顺-9-十四碳一烯酸甲酯	C14:1	28.669	17.30
10	十五碳酸甲酯	C15:0	29.059	3.46
11	顺-10-十五碳一烯酸甲酯	C15:1	30.971	17.06
12	十六碳酸甲酯	C16:0	31.33	3.19
13	顺-9-十六碳一烯酸甲酯	C16:1	32.87	13.63

14	十七碳酸甲酯	C17:0	33.519	5.76
15	顺 -10- 十七碳一烯酸甲酯	C17:1	35.009	13.21
16	十八碳酸甲酯	C18:0	35.627	5.47
17	反 -9- 十八碳一烯酸甲酯	C18:1n9t	36.417	6.97
18	顺 -9- 十八碳一烯酸甲酯	C18:1n9c	36.874	4.03
19	反,反 -9,12- 十八碳二烯酸甲酯	C18:2n6t	37.734	7.65
20	顺,顺 -9,12- 十八碳二烯酸甲酯	C18:2n6c	38.817	9.56
21	二十碳酸甲酯	C20:0	39.613	7.01
22	顺,顺,顺 -6,9,12- 十八碳三烯酸甲酯	C18:3n6	40.266	5.77
23	顺 -11- 二十碳一烯酸甲酯	C20:1	40.761	4.38
24	顺,顺,顺 -9,12,15- 十八碳三烯酸甲酯	C18:3n3	41.032	2.42
25	二十一碳酸甲酯	C21:0	41.502	4.20
26	顺,顺 -11,14- 二十碳二烯酸甲酯	C20:2	42.571	9.43
27	二十二碳酸甲酯	C22:0	43.33	6.65
28	顺,顺,顺 -8,11,14- 二十碳三烯酸甲酯	C20:3n6	43.923	5.17
29	顺 -13- 二十二碳一烯酸甲酯	C22:1n9	44.395	4.10
30	顺 11,14,17- 二十碳三烯酸甲酯	C20:3n3	44.623	2.00
31	顺 -5,8,11,14- 二十碳四烯酸甲酯	C20:4n6	44.944	2.82
32	二十三碳酸甲酯	C23:0	45.101	1.38
33	顺 13,16- 二十二碳二烯酸甲酯	C22:2	46.068	8.47
34	二十四碳酸甲酯	C24:0	46.823	6.55
35	顺 -5,8,11,14,17- 二十碳五烯酸甲酯	C20:5n3	47.08	2.22
36	顺 -15- 二十四碳一烯酸甲酯	C24:1	47.808	6.36
37	顺 -4,7,10,13,16,19- 二十二碳六烯酸甲酯	C22:6n3	51.368	30.86

2.2 方法准确度

利用有证标准质控油样进行方法准确度验证, 称取 0.1 g 油样按照 1.3.2 前处理流程进行自动化处理, 并按照面积归一化法进行定量分析, 结果与有证标准质控样的特征值进行对比, 其色谱图见图 3 所示, 结果见表 2 所示。从表 2 可以看出, 其结果与质控的特征值完全一致, 表明该方法准确度很好。

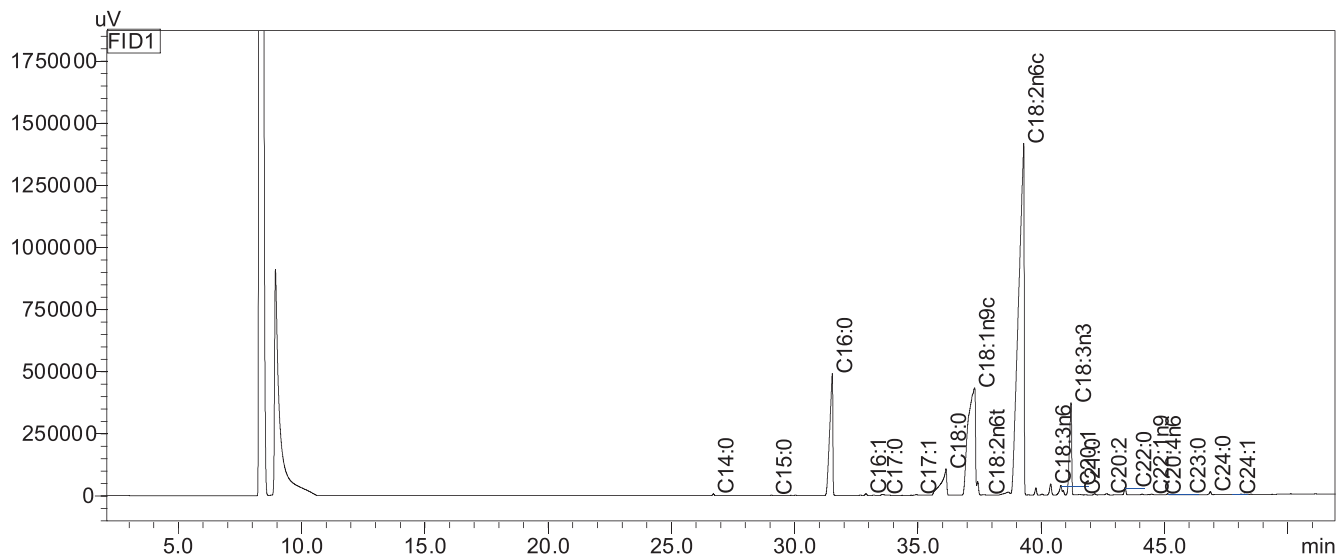


图 3 有证质控样色谱图

表 2 准确度测定结果统计表

No.	化合物名称	百分比含量 %	含量总计 %	特征值 %	特征值区间 %
1	C14:0	0.070			
2	C15:0	0.012			
3	C16:0	10.606			
4	C17:0	0.084			
5	C18:0	4.102	15.473	15.59	14.81~16.37
6	C21:0	0.028			
7	C22:0	0.348			
8	C23:0	0.045			
9	C24:0	0.142			
10	C16:1	0.076			
11	C17:1	0.040			
12	C18:1n9c	22.113	22.881	22.89	21.93~23.85
13	C20:1	0.633			
14	C22:1n9	0.014			
15	C24:1	0.005			

	16	C18:2n6t	0.016			
	17	C18:2n6c	55.252			
多不饱和脂肪酸	18	C18:3n6	0.586	61.682	61.39	59.83~62.95
	19	C18:3n3	5.742			
	20	C20:2	0.078			
	21	C20:4n6	0.007			

2.3 方法重复性结果

利用有证标准质控油样进行方法重复性验证, 称取 0.1g 左右油样各 5 份, 按照 1.3.2 前处理流程进行自动化处理, 并按照面积归一化法进行定量分析, 并计算结果对的 RSD% 值, 结果见表 3 所示。从表 3 可以看出, 其结果的 RSD% 小于 4%, 表明自动化样品前处理受人为因素干扰较小, 其重复性很好。

表 2 重复性测定结果统计表

No.	组分名称	含量 %	含量 %	含量 %	含量 %	含量 %	RSD% (n=5)
1	C14:0	0.070	0.070	0.069	0.069	0.069	0.81
2	C15:0	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	3.50
3	C16:0	10.607	10.594	10.605	10.579	10.542	0.25
4	C17:0	0.084	0.084	0.085	0.081	0.085	1.59
5	C18:0	4.102	4.088	4.097	4.065	4.036	0.67
6	C21:0	0.028	0.029	0.029	0.027	0.029	2.06
7	C22:0	0.348	0.348	0.348	0.344	0.341	0.94
8	C23:0	0.045	0.045	0.046	0.045	0.045	0.98
9	C24:0	0.142	0.142	0.143	0.137	0.134	2.68
10	C16:1	0.076	0.076	0.076	0.076	0.076	0.48
11	C17:1	0.040	0.040	0.040	0.039	0.040	1.24
12	C18:1n9c	22.113	22.091	22.137	22.118	22.169	0.13
13	C20:1	0.633	0.638	0.637	0.636	0.637	0.32
14	C22:1n9	0.014	0.014	0.015	0.015	0.015	3.75
15	C24:1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.14
16	C18:2n6t	0.014	0.015	0.015	0.014	0.014	3.78
17	C18:2n6c	55.253	55.273	55.230	55.264	55.285	0.04
18	C18:3n6	0.586	0.587	0.585	0.586	0.586	0.15
19	C18:3n3	5.742	5.762	5.740	5.803	5.794	0.51

20	C20:2	0.078	0.078	0.078	0.075	0.077	1.87
21	C20:4n6	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.14

2.4 实际样品测试

称取实际油样(葵花籽油)0.1 g 左右,按照 1.3.2 的前处理方式进行处理后,上机分析,其色谱图见图 4 所示,测定结果见表 3 所示,并与 GB/T 10464-2026《葵花籽油》标准中脂肪酸组成进行对比,其结果满足标准要求,表明测试样品合格。

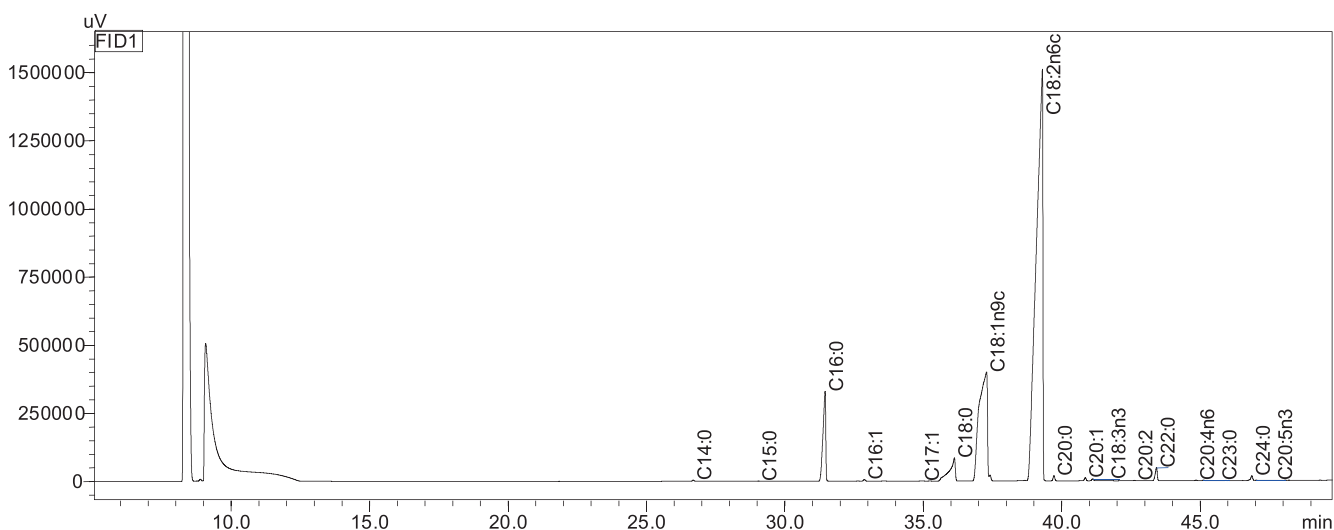


图 4 葵花籽油样色谱图

表 3 实际油样测定过结果

No.	化合物名称	含量 %	标准要求 %
1	C14:0	0.061	≤0.1
2	C15:0	0.012	-
3	C16:0	6.111	4.5~7.6
4	C16:1	0.073	≤0.3
5	C17:0	0	≤0.2
6	C17:1	0.015	≤0.1
7	C18:0	3.337	2.7~6.5
8	C18:1n9c	22.148	13.0~48.0
9	C18:2n6c	66.809	41.0~77.0
10	C20:0	0.220	0.1~0.5
11	C20:1	0.130	≤0.3

12	C18:3n3	0.094	≤0.3
13	C20:2	0.017	-
14	C22:0	0.667	0.3~1.5
15	C22:1	0	≤0.5
16	C20:4n6	0.022	-
17	C22:2	0	≤0.5
18	C23:0	0.025	-
19	C24:0	0.241	≤0.5
20	C20:5n3	0.018	-

注: -表示标准未要求

■ 结论

本文使用岛津 AOC-6000 自动化样品前处理平台结合气相色谱 Nexis GC-2030 (FID) 建立了植物油中 37 种脂肪酸含量的定量分析方法。利用自动化样品前处理平台, 植物油仅需称量后即可自动完成皂化、甲酯化等前处理过程, 并直接上 GC-FID 分析, 利用面积归一化法进行定量。分析结果表明: 37 种脂肪酸有良好的分离 ($R > 1.3$), 定性定量准确; 选用有证植物油质控标物进行了脂肪酸准确度验证实验, 结果满足标准要求; 同时对前处理进行了重复性实验 ($n=5$), 测定结果的相对标准偏差 (RSD%) 小于 4%。结果表明该方法操作简单、稳定性好, 准确度高, 可适用于植物油及食品中脂肪酸含量的自动化分析。

岛津应用云

