

使用配备 FID 和 LUMA 检测器的 Agilent 8890 气相色谱分析 37 种 脂肪酸甲酯

作者

Saurabh U. Patel
安捷伦科技有限公司

前言

脂肪酸甲酯 (FAMES) 分析常用于表征食品（包括油类、肉类、种子和其他产品）中的脂质。脂肪由复杂的脂肪酸混合物组成，其中包括各种碳链长度的饱和脂肪酸、单不饱和脂肪酸以及多不饱和脂肪酸^[1]。由于脂肪酸在体内的作用因其结构而异，因此有必要对食品中所含的脂肪酸进行详细的成分分析。食品中脂肪酸组成的分析已成为世界各地许多政府实验室、质量控制 (QC) 实验室和合同研究实验室的标准操作。

膳食脂肪

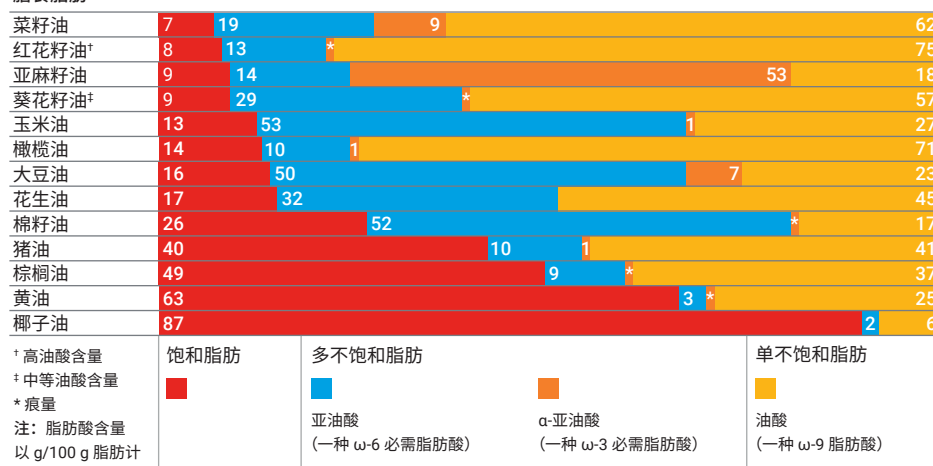


图 1. 不同市售食用油中脂肪酸（饱和脂肪酸和不饱和脂肪酸）的比较^[2]

食品的营养标签上提供了大量此类信息，旨在详细说明食品成分，帮助消费者做出明智的选择^[3]。气相色谱-火焰离子化检测器 (GC-FID) 是分析食品中脂肪酸组成的一种常用方法。在本应用简讯中，我们使用配备 FID 和 LUMA 真空紫外 (VUV) 检测器的 Agilent 8890 气相色谱系统对含有 37 种组分的脂肪酸甲酯纯混标进行了分析。为了进行比较，我们还购买并分析了几种品牌的食用油。

实验部分

37 种成分的脂肪酸甲酯混标购自 Sigma-Aldrich (部件号 CRM47885)，三种市售食用油购自当地超市。使用配备 Agilent DB-FastFAME (30 m × 250 μm, 0.25 μm) 色谱柱 (部件号 G3903-63011) 以及 FID 和 LUMA 检测器的 8890 气相色谱系统进行分析。样品通过自动液体进样器 (ALS) 进样，并使用安捷伦两路吹扫流出物分流器 (部件号 G3180B) 以 1:1 的分流比将流出物分流至 FID 和 LUMA (图 2)。实验的详细分析参数见表 1。

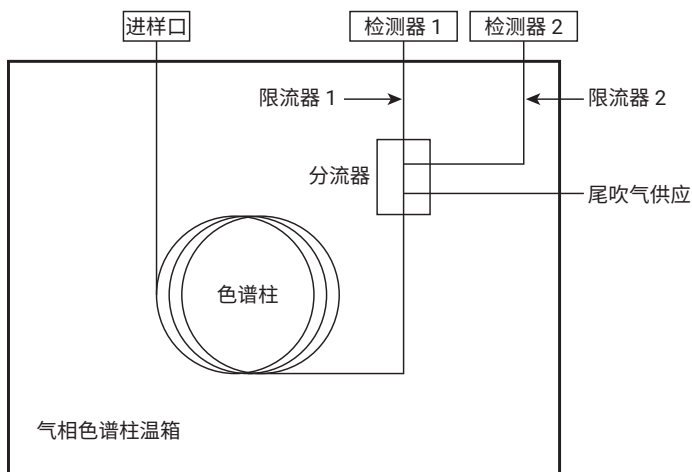


图 2. 用于脂肪酸甲酯分析的 GC 配置

表 1. 用于脂肪酸甲酯分析的参数

参数	设定值
进样量	1 μL
进样口 (分流/不分流)	275 °C (分流比 50:1)
柱温箱升温程序	70 °C (保持 0.5 min)， 以 60 °C/min 升至 165 °C (保持 0.5 min)， 以 10 °C/min 升至 200 °C (保持 0.5 min)， 以 5 °C/min 升至 230 °C
色谱柱流速	3.0 mL/min (氢气)
尾吹气流量	3.3 mL/min (氢气)
限流毛细管 1 和 2	0.55 m × 100 μm
LUMA 温度设定值	275 °C
FID 温度设定值	300 °C

结果与讨论

在 FID 和 LUMA 检测器上同时分析含有 37 种组分的脂肪酸甲酯混标 (图 3)。相比于其他波段，所有样品在波段 2 (130–143 nm) 都表现出明显的吸收。在波段 7 中，不饱和脂肪 (cXX:n) 与饱和脂肪 (cXX:0) 相比具有更强的吸光度。通过分析峰响应、峰形和分离度这三个色谱指标，发现 FID 和 LUMA 检测器波段 2 的检测性能相当。

表 2 给出了橄榄油和菜籽油的典型预期结果以及所购买的食用油通过 FID 和 LUMA 获得的实测结果。

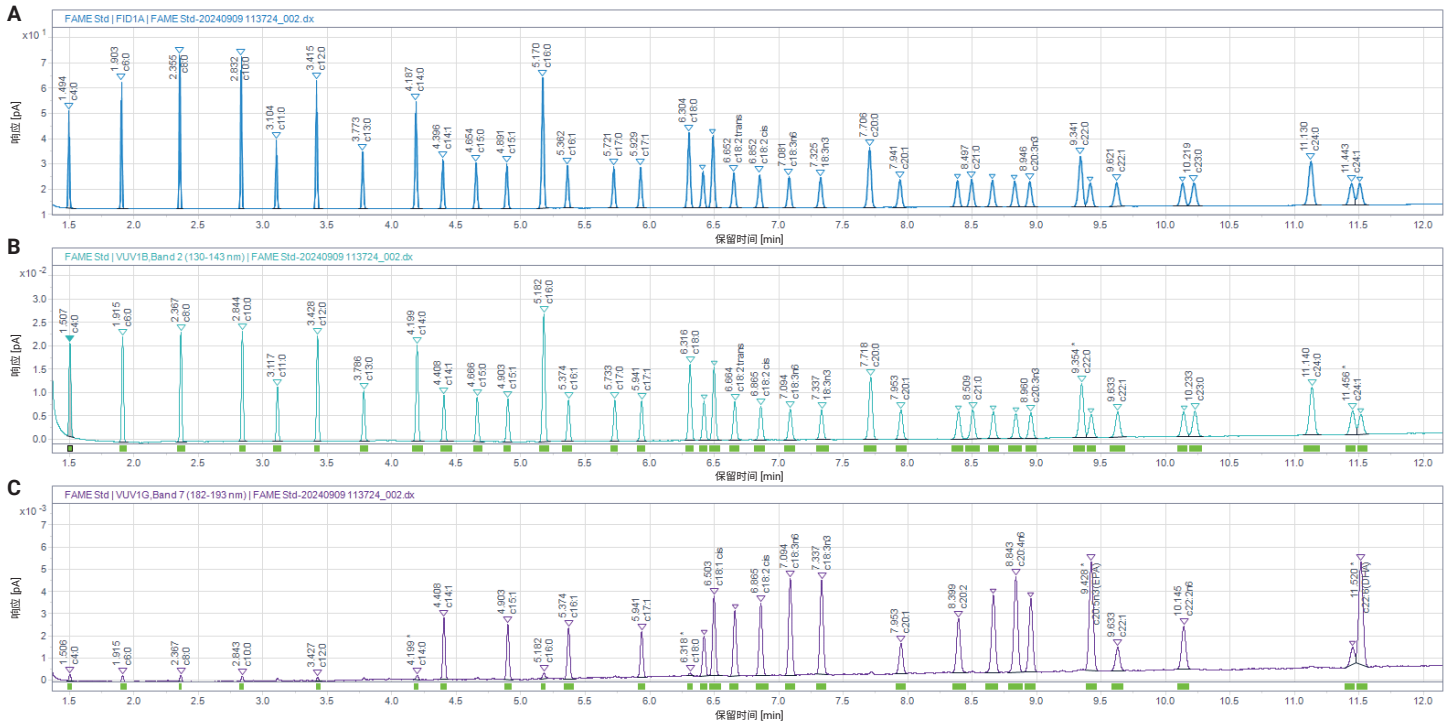


图 3. 在 FID (A) 和 LUMA 检测器波段 2 (B) 和 7 (C) 上同时分析 37 种组分的脂肪酸甲酯混标获得的结果。图 B 和 C 中每个峰的紫外纯度标准以绿色或紫色突出显示

表 2. 比较所购买的每种市售食用油通过 FID 与 LUMA (波段 2) 测得的峰面积百分比

	橄榄油 (标准品) *	菜籽油 (标准品) *	橄榄油		菜籽油:橄榄油 (90:10)		特级初榨橄榄油 (EVOO)	
			FID 峰面积 (%)	波段 2 峰面积 (%)	FID 峰面积 (%)	波段 2 峰面积 (%)	FID 峰面积 (%)	波段 2 峰面积 (%)
饱和脂肪总计 (%)	~14	~7	15.6	16.1	8.0	8.5	3.8	3.9
不饱和脂肪 (%)								
油酸 (顺式 c18:1)	~71	~62	72.8	72.4	63.5	63.5	72.7	72.3
棕榈油酸 (c16:1)	~0.3 至 3.5	-	0.8	0.8	0.4	0.4	0.1	0.1
亚油酸 (顺式 c18:2)	~10	~19	9.3	9.2	17.6	17.6	8.1	8.1
α-亚麻酸 (c18:3n6)	~1	~9	0.7	0.6	8.0	7.7	0.8	0.7
其他	~4	~3	0.5	0.5	1.7	1.7	0.4	0.4
总计 (%)	~86	~93	84.0	83.6	91.2	91.0	82.1	81.7

* 橄榄油和菜籽油样品的典型预期峰面积百分比可作为参考值

除了峰保留时间信息外，还可以利用紫外光谱数据，通过 Agilent OpenLab CDS v2.7 中的紫外纯度分析和紫外光谱匹配功能来帮助正确鉴别化合物。在此次分析中，我们根据不同的化合物设定了相应的紫外纯度标准，并从包含 37 种组分的脂肪酸甲酯纯混标中提取了相应的紫外光谱。

图 4 和图 5 显示了 c17:1 至 c18:3n6 脂肪酸甲酯更详细的色谱图。纯标准品的色谱图表明，c18:0、反式 c18:1 和顺式 c18:1 峰分离良好（图 4）。然而，在分析真实的特级初榨橄榄油 (EVOO) 样品时情况并非如此（图 5）。



图 4. 通过 FID (A) 和 LUMA 波段 2 (B) 和 7 (C) 获得的纯标准品色谱图在 c17:1 至 c18:3n6 脂肪酸甲酯区域的放大图

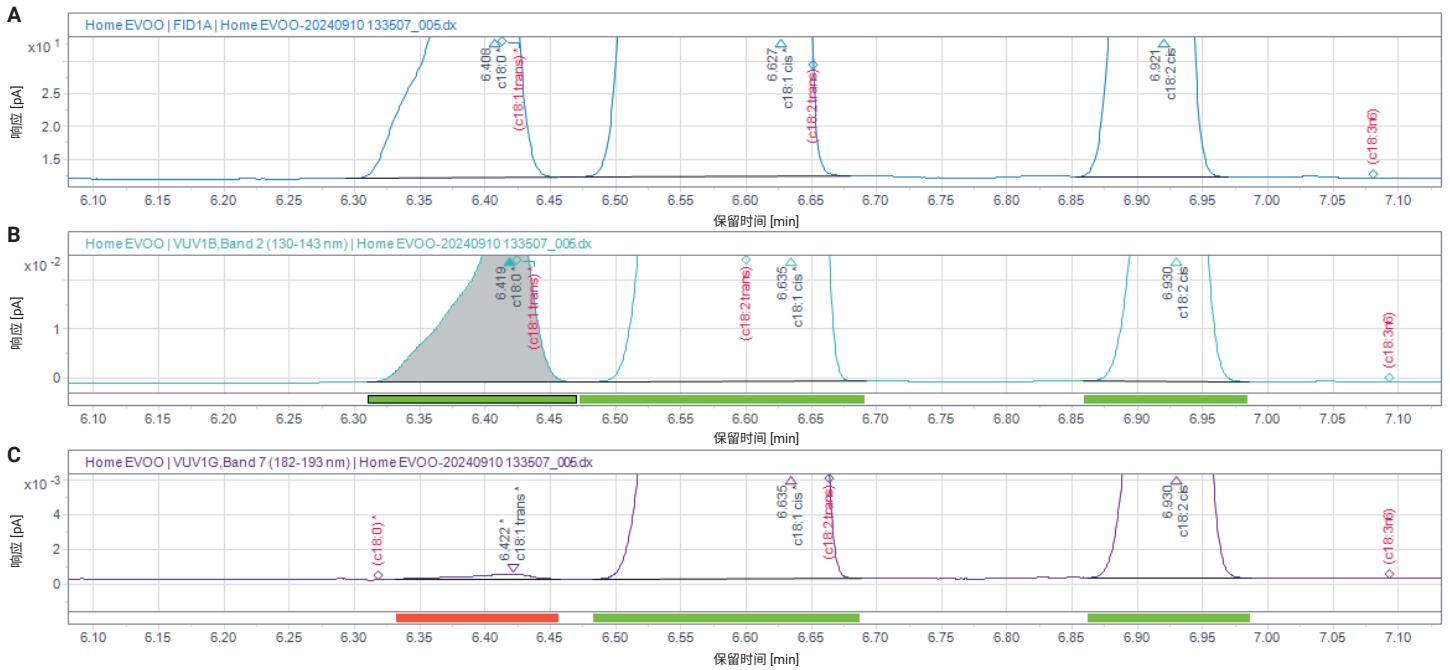


图 5. 在 FID (A) 和 LUMA 波段 2 (B) 和 7 (C) 上分析 EVOO 样品获得的色谱图

图 5 的色谱图表明在 6.422 分钟处似乎发生了共流出，但从波段 2 中 c18:0 和反式 c18:1 的紫外纯度标准来看，这种共流出并不明显（图 5B）。为了进一步分析，我们提取了 6.422 分钟处的紫外光谱，并将其与参考光谱进行比较（图 6）。结果表明，其与 c18:0 化合物的光谱相匹配。

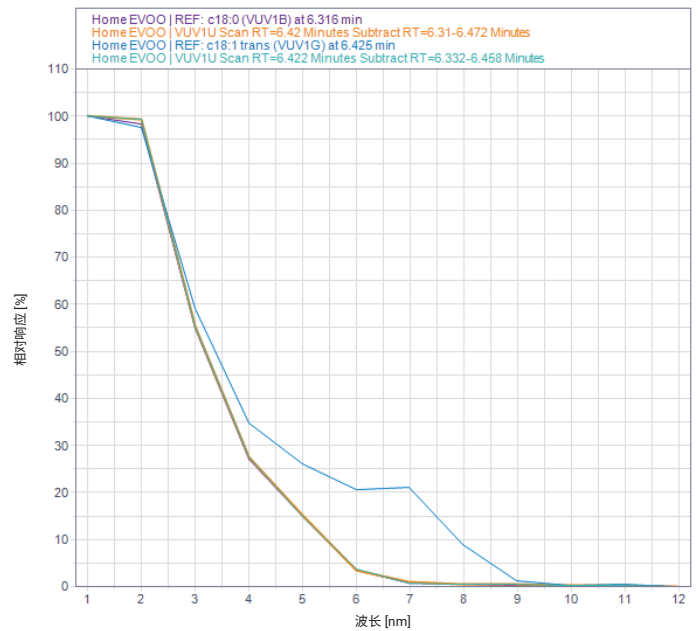


图 6. 提取 6.422 分钟处峰的紫外光谱，并将其与 C18:0（紫色）和反式 C18:1（蓝色）的参比光谱进行比较

结论

本研究的结果证明了使用配备 LUMA 和 FID 检测器的 Agilent 8890 气相色谱进行脂肪酸甲酯检测的优势。通过结合 FID 的可靠性和 LUMA 的紫外光谱信息，用户可以对他们的检测结果充满信心。

参考文献

1. Zou, Y. H. 改善对 37 种脂肪酸甲酯的分析, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5991-8706ZHCN, **2023**
2. *CanolaInfo.Fat Chart & Nutritional Analysis*. <https://www.canolainfo.org>
3. Godina, L. Analysis of Oil and Fat Containing Foods by Fully Automated Sample Preparation Using a PAL3 Coupled with a 7890 GC and a 5977 MSD System According to AOAC 996.01. (使用 PAL3 全自动样品前处理装置结合 7890 GC 和 5977 MSD 系统, 按照 AOAC 996.01 标准方法分析含油脂食品), *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5991-9107EN, **2018**

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

DE-001486

本文中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2024
2024 年 10 月 8 日, 中国出版
5994-7849ZHCN