

基于 DB - FastFAME 色谱柱的气相色谱法 测定食用植物油脂肪酸组成

孟庆宇, 蒋甜燕, 孙日飞, 马 莉, 夏旭明

(中储粮镇江粮油有限公司, 江苏 镇江 212006)

摘要:为满足食用植物油生产企业脂肪酸组成测定及时性、准确性的要求,采用气相色谱法,选用强极性 DB - FastFAME 色谱柱对食用植物油的脂肪酸组成进行测定,并对方法的分离度、精密度、准确度及柱效能进行分析。结果表明:采用 DB - FastFAME 色谱柱可在 25 min 内分离 37 种脂肪酸甲酯混标,分离度均不小于 1.5,脂肪酸的定性和定量相对标准偏差(RSD)分别小于 0.03% 和 2.3%,分离效果良好且稳定性较好;采用该色谱柱测定菜籽油质控样品的脂肪酸组成,相对误差为 -2.50% ~ 9.01%,无法分离反式 C18:3,除 C18:3 n -3 和 C20:1 测定值偏大外,其余脂肪酸准确度良好;DB - FastFAME 色谱柱使用 1 年后,柱效能降低,保留时间后移了 0.9 min。综上,DB - FastFAME 色谱柱可满足企业低成本、高效率的脂肪酸组成分析要求,但长期使用需关注柱效能变化。

关键词:脂肪酸组成;DB - FastFAME 色谱柱;分离度;精密度;准确度

中图分类号:TS225.1;TS227

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2025)05-0150-03

Determination of fatty acid composition of edible vegetable oil by gas chromatography based on DB - FastFAME column

MENG Qingyu, JIANG Tianyan, SUN Rifei, MA Li, XIA Xuming

(Sinograin Zhenjiang Oils & Grains Co., Ltd., Zhenjiang 212006, Jiangsu, China)

Abstract: In order to meet the requirements of timeliness and accuracy in the detection of fatty acid composition in edible vegetable oil production enterprises, the fatty acid composition of edible vegetable oil was determined by gas chromatography method with highly polar DB - FastFAME column. The method resolution, precision, accuracy and column efficiency were analyzed. The results showed that the DB - FastFAME column could separate 37 fatty acid methyl esters mixed standard within 25 min, and the resolutions were all no less than 1.5, the relative standard deviation (RSD) was less than 0.03% for qualification and less than 2.3% for quantitation, which indicated that the column had good separation effect and good stability. The fatty acid composition of rapeseed oil quality control sample was determined by this method, and the relative error ranged from -2.50% to 9.01%, which was unable to separate *trans* C18:3, and the accuracy of the fatty acids was good, except for the measured value of C18:3 n -3 and C20:1 being high. After using for 1 year, the column efficiency of DB - FastFAME column decreased and the retention time shifted by 0.9 min. In conclusion, DB - FastFAME column can meet the enterprises requirements of low - cost and high - efficiency fatty acid composition analysis, but the long - term use should be concerned about the column efficiency.

Key words: fatty acid composition; DB - FastFAME column; resolution; precision; accuracy

收稿日期:2024-01-10;修回日期:2024-12-02

作者简介:孟庆宇(1990),男,工程师,主要从事食品检测等工作(E-mail)970262942@qq.com。

通信作者:蒋甜燕,工程师,硕士(E-mail)279611976@qq.com。

脂肪酸组成是食用植物油重要检测指标之一,不同种类植物油的脂肪酸组成差异较大^[1]。脂肪酸组成结合相对密度、碘值等主要物理参数及质量指标可作为植物油生产加工企业油品生产、验收,不

同种类植物油生产切换的验证手段,也可作为判断油品是否掺伪^[2],新型功能性油品开发^[3],食用植物油脂肪酸组成改良^[4]筛选的指标。GB 5009.168—2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》中采用气相色谱法测定脂肪酸组成时,推荐使用聚二氰丙基硅氧烷强极性固定相的毛细管色谱柱,通过程序升温完成各组分有效分离,检测时间较长,约 85 min。周洲等^[5]按照 GB 5009.168—2016 的基础条件,采用 3 种不同品牌的强极性固定相色谱柱(HP-88、CP-SIL 88、EGA-10)分离 37 种脂肪酸甲酯混标,对色谱条件进行了优化,检测时间为 50~61 min,检测时间较长且需较长的色谱柱(100 m),不能满足食用植物油生产企业检测的时效性和低成本的要求。前期对多种色谱柱进行对比发现,采用 HP-88 色谱柱检测时,随着柱效能的降低,C18:3 n -6 与 C20:0 不能被完全分离;SP-2560 色谱柱专用于反式脂肪酸的分析,但 C18:3 n -6、C20:0 与反式 C18:3 的峰有重合;而 DB-FastFAME 色谱柱对脂肪酸的分离效果较好,且分析时间较短。因此,本文选用 DB-FastFAME 色谱柱进行食用植物油中脂肪酸组成的检测,考察了方法的分离度、精密度、准确度及柱效能,以期提高食用植物油脂肪酸组成的检测效率与准确性。

1 材料与方法

1.1 实验材料

异辛烷(色谱纯)、甲醇(色谱纯)、硫酸氢钠(分析纯)、氢氧化钾(分析纯)、无水硫酸钠(分析纯);37 种脂肪酸甲酯混标,迪马科技有限公司;菜籽油脂肪酸成分分析质控样品(菜籽油质控样品),国家粮食和物资储备局科学研究院。

GC7820A 气相色谱仪〔配备火焰离子化检测器(FID)〕、DB-FastFAME 色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm),安捷伦科技(中国)有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

参照 GB 5009.168—2016 采用酯交换法对油脂样品进行甲酯化,待气相色谱检测。

1.2.2 样品测定

气相色谱分析条件:DB-FastFAME 色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm);进样口温度 250℃;分流比 50:1;进样量 1 μL;载气为氮气;升温程序为初始温度 80℃,保持 0.5 min,然后以 40℃/min 升至 165℃,保持 1 min,再以 4℃/min 升至 230℃,保持 6 min;检测器温度 260℃;氢气流速 40 mL/min;空气

流速 400 mL/min;尾吹气(N₂)流速 25 mL/min。

在上述色谱条件下,将脂肪酸甲酯混标测定液及试样测定液注入气相色谱仪中,根据保留时间对脂肪酸进行定性,峰面积归一化法进行定量。

2 结果与分析

2.1 分离度、精密度

采用 DB-FastFAME 色谱柱对 37 种脂肪酸甲酯混标进行分析,结果发现,37 种脂肪酸甲酯的峰形尖锐且在 25 min 内完成分析。

37 种脂肪酸甲酯混标分离度(R)及定性、定量相对标准偏差(RSD)如表 1 所示。

表 1 37 种脂肪酸甲酯混标分离度及定性、定量 RSD($n=7$)
Table 1 Separation and qualitative and quantitative RSD of 37 fatty acid methyl ester mixed standards ($n=7$)

脂肪酸	分离度	平均保留 时间/min	RSD _{定性} /%	平均含量/ %	RSD _{定量} /%
C4:0		2.527	0.001	1.005	2.221
C6:0	18.4	3.115	0.002	1.687	2.134
C8:0	26.3	3.931	0.002	2.101	2.084
C10:0	31.0	4.899	0.004	2.353	1.686
C11:0	17.2	5.480	0.005	2.415	1.133
C12:0	18.0	6.161	0.006	2.495	0.881
C13:0	18.7	6.977	0.008	2.543	0.811
C14:0	19.3	7.948	0.010	2.603	0.717
C14:1	8.0	8.395	0.010	2.579	0.800
C15:0	11.4	9.081	0.011	2.659	0.635
C15:1	8.1	9.601	0.012	2.605	0.742
C16:0	11.1	10.376	0.013	5.340	0.522
C16:1	5.6	10.782	0.022	2.667	0.605
C17:0	12.5	11.781	0.013	2.705	0.323
C17:1	5.4	12.240	0.015	2.717	0.373
C18:0	11.3	13.300	0.016	2.792	0.283
C18:1 t	2.1	13.519	0.016	2.774	0.312
C18:1 c	1.6	13.672	0.015	2.786	0.595
C18:2 t	3.9	14.033	0.015	2.751	0.343
C18:2 c	4.4	14.425	0.016	2.831	0.586
C18:3 n -6	5.0	14.868	0.016	2.764	0.510
C18:3 n -3	5.7	15.388	0.014	2.748	0.481
C20:0	9.4	16.488	0.018	2.832	0.824
C20:1	2.9	16.883	0.018	2.754	1.567
C20:2	6.6	17.687	0.015	2.801	0.469
C21:0	1.7	17.820	0.014	2.810	0.874
C20:3 n -6	1.9	18.126	0.015	2.820	0.967
C20:4 n -6	2.3	18.416	0.016	2.786	0.794
C20:3 n -3	2.5	18.683	0.013	2.794	0.473
C22:0	7.0	19.424	0.015	2.763	0.578
C22:5 n -3	2.4	19.712	0.014	2.874	0.962
C22:1	3.1	20.132	0.016	2.806	1.058
C22:2	6.5	21.001	0.015	2.808	0.856
C23:0	2.7	21.382	0.015	2.939	1.776
C24:0	11.3	23.312	0.019	2.768	2.297
C24:1	1.5	23.552	0.017	2.648	0.597
C22:6 n -3	2.3	23.923	0.016	2.854	1.615

由表1可知,所有脂肪酸的分离度不小于1.5,满足GB 5009.168—2016规定的分离度不小于1.25的要求,表明各脂肪酸组分分离效果良好^[6]。所有脂肪酸的 $RSD_{定性}$ 小于0.03%, $RSD_{定量}$ 小于2.3%,符合GB/T 30431—2020《实验室气相色谱仪》中定性重复性不大于1%,定量重复性不大于3%的要求,表明实验方法稳定,重复性良好。

2.2 准确度

为验证DB-FastFAME色谱柱分析的准确性,对菜籽油质控样品的脂肪酸组成进行检测,结果如表2所示。

表2 菜籽油质控样品的脂肪酸组成
Table 2 Fatty acid composition of rapeseed oil quality control sample %

脂肪酸	标准值	测定值	相对误差
C16:0	4.6	4.76	3.48
C18:0	2.0	1.95	-2.50
C18:1c	42.9	44.83	4.50
C18:2c	21.1	21.97	4.12
C18:3n-3	7.1	7.74	9.01
C20:1	3.4	3.61	6.18
C22:1	11.6	11.48	-1.03

由表2可知,采用DB-FastFAME色谱柱测定菜籽油质控样品的脂肪酸组成,相对误差为-2.50%~9.01%,除C18:3n-3和C20:1测定值偏大,相对误差高于5%,其余脂肪酸的相对误差绝对值均低于5%,准确度良好。结合表1可知,DB-FastFAME色谱柱可以分离反式C18:1与反式C18:2,但不能分离反式C18:3,这是造成C18:3n-3测定值偏大、相对误差高的原因。在加工工艺中,反式脂肪酸含量的高低可以指示植物油是否过度精炼加工^[7]。

综上,采用DB-FastFAME色谱柱能满足生产检测时间短、准确性高的要求,可减少生产等待时间,提高企业生产运营效率。

2.3 柱效能

为持续跟踪DB-FastFAME色谱柱的柱效能,对大豆油、菜籽油、玉米油、葵花籽油、花生油、芝麻油等油品采用DB-FastFAME色谱柱进行脂肪酸组成检测,在使用的1年期间共检测食用植物油样品量1500余个,色谱柱受氧损坏、热损坏、化学损坏

的影响柱效能降低,保留时间后移了0.9 min,可通过色谱柱老化、溶剂冲洗色谱柱、切割前头色谱柱等方法延长其使用寿命。另外,可通过调节柱升温程序、分流比等参数,尝试优化色谱条件。同时,每隔一段时间采用37种脂肪酸甲酯混标进行保留时间校正和分离度验证,在满足预期分离的条件下继续使用。

3 结论

气相色谱法测定食用植物油组成时,采用DB-FastFAME色谱柱可在25 min内完全分离37种脂肪酸甲酯混标中所有组分,分离度均不小于1.5,且所有脂肪酸 $RSD_{定性}$ 小于0.03%, $RSD_{定量}$ 小于2.3%,分离效果良好且稳定性较好。采用DB-FastFAME色谱柱检测菜籽油质控样品脂肪酸组成,相对误差为-2.50%~9.01%;DB-FastFAME色谱柱可以分离反式C18:1与反式C18:2,但不能分离反式C18:3。综上,配备DB-FastFAME色谱柱可满足企业低成本、高效率、结果准确的脂肪酸分析要求,但长期使用需关注柱效能变化。

参考文献:

- [1] 彭雅丽,彭思敏,申超群.我国24种植物油脂脂肪酸组成比较分析与评价[J].农产品加工,2023(9):56-59,63.
- [2] 彭斌,卓成飞,李静,等.混合油脂脂肪酸组成数学方程式在食用油模拟掺混检测中的验证[J].中国油脂,2017,42(5):60-64.
- [3] 汪雪芳,杨瑞楠,薛莉,等.28种功能性食用油脂脂肪酸组成研究[J].食品安全质量检测学报,2017,8(11):4336-4343.
- [4] 吴晶晶,郎春秀,王伏林,等.我国食用植物油的生产开发现状及其脂肪酸组成改良进展[J].中国油脂,2020,45(5):4-10.
- [5] 周洲,张颖霞,杜娟,等.不同色谱柱检测植物油中脂肪酸组成条件优化[J].粮食储藏,2021,50(6):42-46.
- [6] 国家粮食和物资储备局职业技能鉴定指导中心组织.农产品食品检验员:粮油质量检验员:初级 中级 高级[M].2版.北京:中国出版,2020.
- [7] 王兴国,金青哲,白长军,等.大豆油精准适度加工关键新技术开发与示范[J].中国油脂,2015,40(9):7-12.