

气相色谱法快速测定油脂中脂肪酸的方法研究*

梁 岐

(吉林省农业科学院大豆研究所)

对我国丰富的大豆品种资源进行脂肪酸组成的分析,筛选亚麻酸含量低的品种,可为大豆品质育种提供珍贵材料。目前,每年要测定几千份样品的脂肪酸含量,在用气相色谱法测定油脂中脂肪酸的方法中,除选用的气相色谱仪型号、柱子种类、柱子材料和操作条件不同外,样品的前处理制备方法均不理想,普遍的问题是效率低。如果采用常用的油重法制样,需要索氏抽提法提取油样,操作繁索,耗费时间长,工作效率低。若按AOAC58—17的乙醚淋洗法,虽然增加了抽提样品的数目,但仍需很长时间,用掉大量乙醚。用浸泡法^(9,1)虽然将油样抽提、转移等步骤省略了,但仍需浸提油份18小时,制样时间仍很长。我们目前直接用粉碎后的样品加新鲜甲醇钠甲酯化样品中的脂肪酸1小时,再加醋酸中和过量的甲醇钠,后用石油醚或正庚烷萃取脂肪酸甲酯的方法制样,吸取石油醚层或正庚烷层的脂肪酸甲酯溶液上机测试,完全省略了抽提油份的繁索步骤。通过比较试验,此方法的测定结果和AOAC58—17,58—18的油重法测定结果相一致。是一种可行的快速测定油脂中脂肪酸的方法。

一、药品、仪器和操作条件

药 品:

1. 1%新鲜甲醇钠溶液的配制:在通风橱内的实验台上,称取100克甲醇溶液于棕色具塞磨口样品瓶中,小心称取1克金属钠(应贮存在煤油瓶中),将金属钠切成薄片,小心放入甲醇溶液中,立即把盛有甲醇和金属钠的棕色瓶放入冷水浴中冷却降温,同时,让氢气随通风橱内排风排走。至反应完毕,无气体放出为止,备用。

2. 10%乙酸溶液的配制:量取90毫升蒸馏水于具塞磨口样品瓶中,再量取10毫克乙酸溶液倒入此样品瓶中,振荡均匀备用。

3. 乙醚或正庚烷溶液(分析纯)

仪 器:

日本产岛津GC—R1A型气相色谱分析仪 氢火焰离子化检测器 量程2 衰减4 担体GAS CHROMSORB Q 100—120目 固定液DEGS 担体与固定液配比:100:4
色谱柱:玻璃柱1.6米×3.2毫米(内径)

操作条件:

温度:柱温180℃ 气化室240℃ 检测室240℃

气体:载气N₂ 60毫升/分 燃气H₂ 60毫升/分 助燃气空气 500毫升/分

二、样品制备

1. 将大豆样品粉碎,过60目筛,置于冰箱中冷藏备用。

2. 称取0.2克新粉碎或冷藏备用的大豆粉于10毫升具塞磨口试管中,加入2毫升新

* 本文经徐豹付研究员审阅,在此谨表谢意。

配制的甲醇钠溶液，稍加振摇，使样品被液体全部浸湿，后静止1小时。再滴加2—3滴10%乙酸溶液，后再加入2毫升乙醚或正庚烷溶液于试管中，轻轻振摇后静止片刻，待溶液分层后，吸取上层脂肪酸甲酯溶液2微升上机测试。图谱见附图1。每测定一个大豆样品大约需要7分钟时间。

3. 色谱图结果计算是按峰面积归一化法由仪器微处理机完成的，即不考虑校正因子(F)。组份含量% = $\frac{A_i}{\sum A} \times 100\%$

三、结果比较

1. 快速甲酯化法(本文方法)所测得结果与AOAC_{58—17}, _{58—18}的油重法制样进行数据比较, 所得数据结果相一致。表1所列结果数据符合AOAC标准方法⁽¹⁾要求, 表1为两次不同时间用快速甲酯化法与AOAC油重法对同一样品测定的结果比较。

2. 通过对大豆样品的不同甲酯化时间试验表明, 浸泡1小时后, 样品中的脂肪酸甲酯化程度已经能完全代表样品中脂

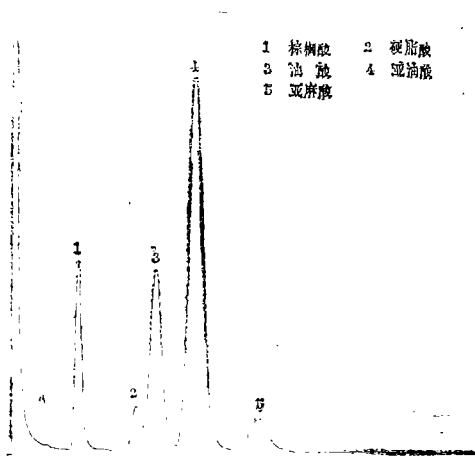


表1 快速甲酯化法与油重法制样的测定结果比较

样品名称	制样方法	C _{16:0}	C _{18:0}	C _{18:1}	C _{18:2}	C _{18:3}
大豆吉林13号	快速甲酯化法 1	11.96	2.94	18.68	58.48	7.92
	2	11.95	2.95	18.48	58.61	7.97
	油重法 1	10.98	2.54	18.94	58.85	8.62
	2	10.94	2.56	18.54	59.05	8.55

注: 每一结果均为五次重复测定平均值。

表2 不同酯化时间样品测定结果比较

样品名称	酯化时间	C _{16:0}	C _{18:0}	C _{18:1}	C _{18:2}	C _{18:3}
大豆吉林13号	1小时	11.61	3.02	19.20	58.05	8.02
	3小时	11.57	3.21	19.66	57.56	7.93
	6小时	11.46	3.14	19.44	58.05	7.87
大豆九农奇号	1小时	10.75	2.41	26.91	49.94	9.89
	3小时	10.65	2.52	27.44	49.44	9.84
	6小时	10.77	2.61	27.53	49.34	9.71

注: 每一结果均为五次重复测定平均值。

肪酸组成状况。延长甲酯化时间所测得结果与甲酯化1小时所测得结果相同。表2为实验

中二份样品测定结果示例。

四、结 论

在已经发表的用气相色谱测定动物植物油脂中脂肪酸的方法中，用新鲜甲醇钠溶液浸泡样品粉末，先使样品中的脂肪酸快速甲酯化，再用乙醚或正庚烷萃取脂肪酸甲酯的样品前处理方法是一种简便易行的方法。这个快速甲酯化法与 AOAC 58—17、58—18 方法相比较，省略了繁索的抽提油份过程，节省了大量有机溶剂，缩短了制样时间，提高了工作效率，没有样品的转移损失，尤其适宜微量样品的分析测定工作；与先浸泡提取油份，后甲酯化的浸泡法相比较，由18小时缩短到1小时的制样时间，提高了工效18倍。与前两种方法相比，取消了样品烘干步骤，直接由原始样品磨样，所以减少了样品烘干所造成的样品组份变化，所测得的结果更加准确而接近样品中的脂肪酸组成的实际含量，所以精度高。除此之外，解决了仪器分析速度快与制样工效低的矛盾。更能充分发挥仪器分析高效率、快速度的长处。我们也用快速甲酯化法做了向日葵、玉米花粉、夜来香花籽样品、鹿茸粉、接骨木油、鸡油和猪油等大量不同种类样品的前处理，测试结果均很好，所得数据的精度均符合 AOAC 的标准方法要求，与其他方法相比较均取得了一致结果。

参 考 文 献

(1) Approved Methods of the American Association of Cereal Chemists, Published by Approved methods Committee, 58—17, 58—18

(2) 叶长令等：气相色谱法测定油脂中脂肪酸的研究 I. 油菜籽分析试样的制备，《江苏农业科学》，1982，(3)：28。

(3) 叶长令等：气相色谱法测定油脂中脂肪酸的研究 II. 测定油菜籽脂肪酸的半粒法及快速分析，《江苏农业科学》，1982，(7)：28。

(4) 中国医学科学院卫生研究所食品卫生研究室营养组：食物中脂肪酸成份的气相色谱分析《卫生研究》，1977第六卷第四期。

(5) Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives 1979 Part 1 Section I; Iupac Method 2, 301, 5; 2, 302。

· 新品种介绍 ·

水稻新品种“长白7号”

吉林省农科院水稻所

该品种是我所于1977年夏，以6914—11—1为母本，“合交742”为父本，通过品种间杂交其后代采用系谱法育成。1986年经省品种审定委员会审定命名为“长白7号”（吉82—67）。其生育期为130天左右，需活动积温2,500—2,600℃。为中早熟品种。株高85—90厘米，属中矮秆多穗型品种，株型较紧凑。茎秆细，叶片宽度适中，叶鞘、叶缘、叶枕均为绿色。穴有效穗数17.6个，亩成穗率可达30万穗。灌浆快、子粒饱满，千粒重25.1克，腹白小，无心白，无青米，糙米率81%，米质优良、适口性好，抗稻瘟病性强，亩施纯氮15—18斤，能充分发挥品种增产潜力。产量可达1100斤。