

气相色谱-质谱法测定食品中反式脂肪酸

吴惠勤, 黄晓兰, 林晓珊, 黄芳, 朱志鑫, 马叶芬

(中国广州分析测试中心, 广州 510070)

Analysis of *trans*-Fatty Acid in Food by GC/MS

WU Hui-qin, HUANG Xiao-lan, LIN Xiao-shan, HUANG Fang, ZHU Zhi-xin, MA Ye-fen
(Chinese National Analytical Centre Guangzhou, Guangzhou 510070, China)

Abstract: The *trans*-fatty acid in foods was determined by GC/MS. The *cis*-fatty and *trans*-fatty acids were derivatised as methyl esters using KOH-CH₃OH. The mass fragmentation rule and chromatographic retention time rule of the methyl esters were studied. They were identified with retention time and mass characteristic ions. The method has been applied to determine *trans*-fatty acid in foods.

Key words: *trans*-fatty acid; food; GC/MS; mass fragmentation rule; retention time rule

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-71-02

美国食品和药品管理局(FDA)及丹麦等国已明令所有食品必须标明反式脂肪酸的含量。我国目前尚未出台反式脂肪酸的检测标准,国内外已有用气相色谱法检测反式脂肪酸的报道^[1-3],但对复杂的样品可能因杂质干扰而影响定性结果的准确性,且需要标准品。我们采用气相色谱-质谱技术研究其质谱碎裂规律及保留时间规律,利用保留时间和质谱规律同时定性,无需标准品即可快速定性定量,大大提高分析结果的可靠性。本文首次建立了食品中反式脂肪酸的测定方法,已应用于检测各类食品样品。

1 实验部分

1.1 样品提取及甲酯化

准确称取样品 5 g,加石油醚,用索氏提取法

提取出脂肪,计算脂肪的含量。

取约 0.1 g 脂肪,按文献[4]方法将脂肪甘油酯转化为脂肪酸甲酯,进行 GC/MS 测定。

1.2 GC/MS 分析

1.2.1 GC 条件 色谱柱: HP-88 (100 m × 0.25 mm × 0.2 μm) 弹性石英毛细管柱,柱温 170 °C,恒温 2 min,以 10 °C/min 程序升温至 200 °C,保持 32 min。进样口温度 250 °C,载气 He,柱前压 265 kPa,分流比 10 : 1,进样量 0.5 μL。

1.2.2 MS 条件 EI 离子源,电子能量 70 eV,扫描范围 29~450 u,四极杆温度 150 °C,离子源温度 230 °C,电子倍增器电压 2 300 V,GC/MS 接口温度 280 °C,标准质谱图库 Wiley275. L。

2 结果与讨论

2.1 色谱分离

顺、反式脂肪酸的物理、化学性质非常相似,常用的 FFAP 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或 PEG-20M 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),无法将顺/反式油酸和顺/反式亚油酸完全分开。选用特殊的 HP-88(100 m×0.25 mm×0.2 μm)弹性石英毛细管柱,获得较满意的分离结果。典型的样品色谱图见图 1。

2.2 不同脂肪酸质谱图特征

饱和脂肪酸质谱图中基峰离子为麦氏重排产生的 m/z 74,系列碎片离子为 m/z 41,55,74,87,101,143,199。不饱和脂肪酸质谱图中基峰离子因双键数目不同而异,双键数目相同,位置不同,其质谱图基本相同,质谱特征见表 1。

2.3 脂肪酸的保留时间规律

脂肪酸在 HP-88(100 m×0.25 mm×0.2 μm)柱出峰顺序的规律如下:1. 不同碳数:按碳数由小到大顺序出峰;2. 相同碳数:按双键数由小到大顺序出峰;3. 顺反异构:反式(*trans*)先出,顺式(*cis*)后出;4. 双键位置不同:数字小先出,数字大后出。

2.4 定量分析

用面积归一化法测定出各反式脂肪酸的相对含量,再乘以样品脂肪的含量,得到样品各反式脂肪酸含量。反式脂肪酸含量较高的部分食品见表 2。

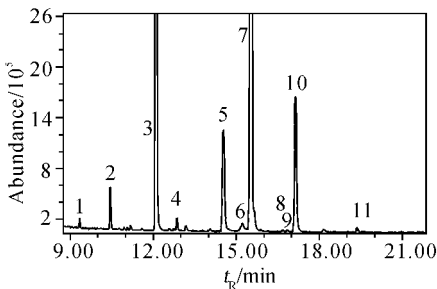


图 1 曲奇饼中脂肪酸甲酯的总离子流色谱图
Fig. 1 GC/MS TIC of fatty acid methylesters in cooky

1. $C_{12} : 0$; 2. $C_{14} : 0$; 3. $C_{16} : 0$; 4. $C_{16} : 1$; 5. $C_{18} : 1$; 6. $C_{18} : 1(\textit{trans})$; 7. $C_{18} : 1(\textit{cis})$; 8. $C_{18} : 2(\textit{trans})$; 9. $C_{18} : 2(\textit{trans})$; 10. $C_{18} : 2(\textit{cis})$; 11. $C_{20} : 0$

表 1 脂肪酸甲酯质谱特征

Table 1 MS characteristic of fatty acid methyl esters

| 双键数目 | 不饱和度 | 基峰离子 (m/z) | | | 系列离子 (m/z) | | | | |
|------|------|----------------|----|----|----------------|----|-----|-----|-----|
| | | 74 | 41 | 55 | 74 | 87 | 101 | 113 | 199 |
| 0 | 1 | 74 | 41 | 55 | 74 | 87 | 101 | 113 | 199 |
| 1 | 2 | 55 | 41 | 55 | 69 | 83 | 97 | 111 | 125 |
| 2 | 3 | 67 | 41 | 55 | 67 | 81 | 95 | 109 | 123 |
| 3 | 4 | 79 | 41 | 55 | 67 | 79 | 91 | 105 | 119 |
| 4 | 5 | 79 | 41 | 55 | 67 | 79 | 91 | 105 | 119 |
| 5 | 6 | 79 | 41 | 55 | 67 | 79 | 91 | 105 | 119 |
| 6 | 7 | 79 | 41 | 55 | 67 | 79 | 91 | 105 | 119 |

表 2 几种食品中反式脂肪酸的含量

Table 2 Content of *trans*-fatty acid in different food

| 序号 | 食品名称 | 反式脂肪酸 w/% | | 合计 w/% |
|----|-------|-----------------|--------------------|--------|
| | | $C_{18} : 1n-9$ | $C_{18} : 2n-9,12$ | |
| 1 | 人造奶油 | 2.66 | - | 2.66 |
| 2 | 梳打饼干 | 17.6 | - | 17.6 |
| 3 | 氢化油 | - | 37.1 | 37.1 |
| 4 | 起酥油 | - | 1.08 | 1.08 |
| 5 | 氢化棕榈油 | 1.15 | 0.99 | 2.14 |
| 6 | 月饼 | 0.16 | 0.23 | 0.39 |
| 7 | 曲奇饼 | 1.10 | 0.27 | 1.37 |
| 8 | 鲜炸鲛鱼 | - | 2.02 | 2.02 |
| 9 | 薯条 | - | 0.37 | 0.37 |
| 10 | 红油辣椒酱 | 0.27 | 0.21 | 0.48 |

参考文献:

- [1] 张绍良,刘 军,刘文剑,等. 油脂中反式脂肪酸的危害及检测方法[J]. 食品科技,2005.
[2] 黄 杰. 甲酯化-气相色谱法检测食品中反式脂肪酸[J]. 中国卫生检验杂志,2005,15(9):1 054-1 056.
[3] 鲍忠定,秦志荣,顾秀英,等. 食品工业科技[J]. 2005(3):176-177.
[4] 程志青,吴惠勤,张桂英. GC/MS 法快速测定食用植物油中脂肪酸含量[J]. 分析测试学报,1989,8(6):11-14.