

深海鱼油、海豹油脂肪酸组份的分析研究

曹淑兰 关紫烽 蔡云萍 马明阳 程光荣
(辽宁省分析测试研究中心 沈阳 110015)

摘要 首先把深海鱼油、海豹油甲酯化,用石英毛细管色谱/质谱法测定两种油的脂肪酸组份。深海鱼油分离出二十七种脂肪酸,其不饱和脂肪酸含量为 70.15%;海豹油分离出二十六种脂肪酸,其不饱和脂肪酸的含量为 85.24%。两种油的主要不饱和脂肪酸均为:十六碳烯酸、亚麻酸、亚油酸、油酸、二十碳五烯酸(EPA)、二十碳烯酸、二十二碳六烯酸(DHA)、二十二碳五烯酸(DPA)、二十二碳烯酸。

关键词: 深海鱼油 海豹油 脂肪酸 GC/MS。

1 引言

目前深海鱼油、海豹油在中国医药市场很畅销,因它不仅已用于临床防治高血脂、高血压、血栓性疫病、心脏病等,而且还有助于人脑的发育和提高免疫功能。因此做为药品和保健品已得到广泛的应用。尽管国内对鱼油脂肪酸的分析报导很多^[1,2],但关于深海鱼油、海豹油脂肪酸组份的详细分析研究国内未见报导。本文主要阐述采用 GC/MS 法对美国进口的深海鱼油、海豹油的脂肪酸组份进行研究。

2 实验部分

2.1 样品来源:深海鱼油来源国内市场出售的有着美国现代食品公司生产标记的胶囊。海豹油来源国内市场出售的有着美国国际贸易集团公司生产标记的胶囊。

2.2 样品处理

称取 0.4g 深海鱼油和海豹油,分别加入 2mL 苯-石油醚(1:1)溶液,再加入 1mL 0.4N KOH-CH₃OH 溶液,振摇 2~3 分钟,静置 10 分钟,加入一滴甲基橙溶液,再滴加 2M HCL 使之达到等当点(粉色)为止^[3],取上清液做 GC/MS 分析。

2.3 测试条件

仪器: JM S- D 300 色谱- 质谱计算机联用仪, JMA - 2000 数据系统, HP5890 色谱仪。

条件: 质谱条件: EI 离子源, 分辨率 R = 1000, 扫描速度 2 秒/1- 800(m/z), 离化电压 70V, 离化电流 300μA, 离化室温度 200℃。气相色谱条件: U^[tra] 25M × 0.32mm × 0.52μm

石英毛细管柱, 流速 80mL /分, 隔膜吹扫 5mL /分, 尾吹 30mL /分, 柱温 160℃恒温 25 分, 以后以 5℃/分程序升温至 210℃恒温 30 分。进样口温度 280℃, 检测器 FID, 检测器温度 300℃,

3 结果与讨论

图 1 为深海鱼油的气相色谱图, 图 2 为海豹油的气相色谱图。表 1 为深海鱼油脂肪酸

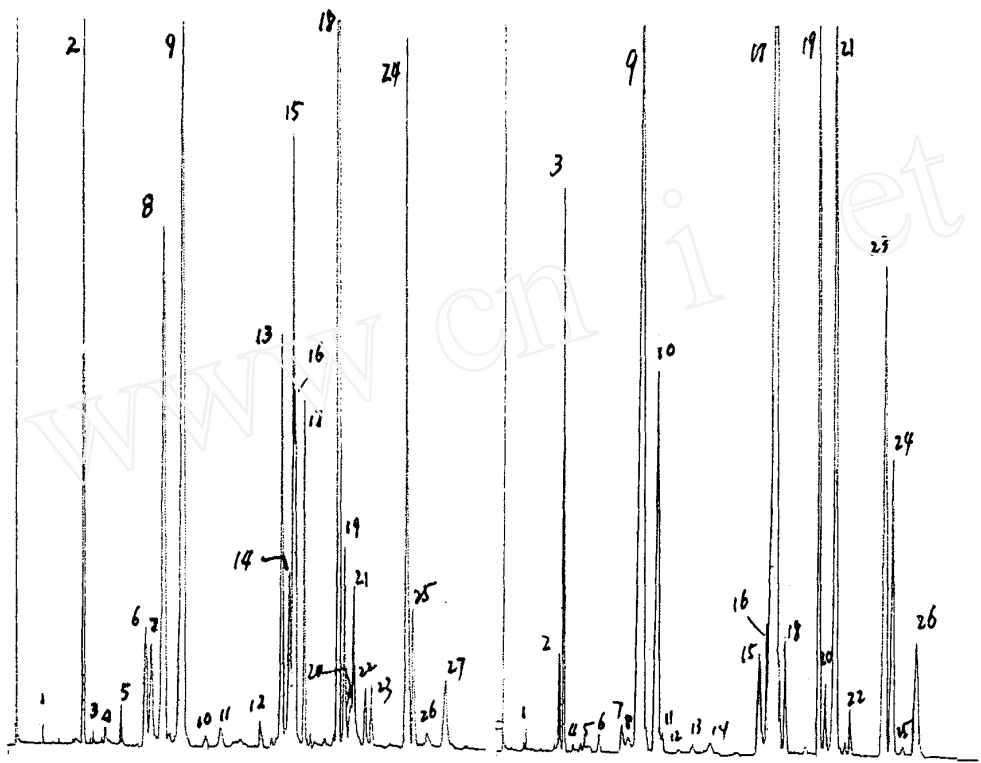


图 1 深海鱼油气相色谱图 图 2 海豹油气相色谱图

的组成, 表 2 为海豹油脂肪酸组成。两表中各组份的定性是由人工解析及人工检索质谱标准图^[4]所确定, 各组份的含量由面积归一化处理。由表中可看出深海鱼油和海豹油都由 C₁₂~₂₂ 脂肪酸组成, 深海鱼油分离出二十七七个组份, 其不饱和脂肪酸含量为 70. 15%, 饱和脂肪酸含量为 26. 02%。海豹油分离出二十六六个组份, 其中不饱和脂肪酸含量为 85. 24%, 饱和脂肪酸含量为 13. 17%。两种油从组份上看其主要不饱和脂肪酸均为: 十六碳烯酸、亚麻酸、亚油酸、油酸、二十碳五烯酸(EPA)、二十碳烯酸、二十二碳六烯酸(DHA)、二十二碳五烯酸(DPA)、二十二碳烯酸。从EPA、DHA、DPA 的总含量看深海鱼油为 33. 46%, 海豹油为 20. 31%。图 3、图 4、图 5 分别为 EPA、DHA、DPA 甲酯化的质谱图。

通过对以上两种油的分析比较,不仅可以为进一步探讨它们的防病、治病机理提供参考数据,更重要的是可为检验这类产品的真、伪、优、劣提供了切实可行的分析方法。

表 1 深海鱼油脂肪酸组成

峰号	脂肪酸名称	分子量(甲酯)	分子式(甲酯)	相对含量(%)
1	十二碳酸 (C ₁₂ : 0)	214	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	0.06
2	十四碳酸 (C ₁₄ : 0)	242	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	6.09
3	十五碳酸 (C ₁₅ : 0)	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0.09
4	十五碳酸 (C ₁₅ : 0)	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0.15
5	十五碳酸 (C ₁₅ : 0)	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0.23
6	十六碳三烯酸 (C ₁₆ : 3)	264	C ₁₇ H ₂₈ O ₂	1.55
7	十六碳二烯酸 (C ₁₆ : 2)	266	C ₁₇ H ₃₀ O ₂	1.49
8	十二碳烯酸 (C ₁₆ : 1)	268	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	9.45
9	十六碳酸 (C ₁₆ : 0)	270	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	15.21
10	十七碳烯酸 (C ₁₇ : 1)	282	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	0.23
11	十七碳酸 (C ₁₇ : 0)	284	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0.48
12	十八碳四烯酸 (C ₁₈ : 4)	290	C ₁₉ H ₃₀ O ₂	0.20
13	亚麻酸 (C ₁₈ : 3)	292	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	5.19
14	亚麻酸 (C ₁₈ : 3)	292	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	2.13
15	亚油酸 (C ₁₈ : 2)	294	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	7.12
16	油 酸 (C ₁₈ : 1)	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	2.64
17	十八碳酸 (C ₁₈ : 0)	298	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	3.00
18	二十碳五烯酸(EPA) (C ₂₀ : 5)	316	C ₂₁ H ₃₂ O ₂	19.36
19	二十碳四烯酸 (C ₂₀ : 4)	318	C ₂₁ H ₃₄ O ₂	2.11
20	二十碳三烯酸 (C ₂₀ : 3)	320	C ₂₁ H ₃₆ O ₂	0.42
21	二十碳烯酸 (C ₂₀ : 1)	324	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	2.18
22	二十碳酸 (C ₂₀ : 0)	326	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	0.71
23	未定出			
24	二十二碳六烯酸(DHA) (C ₂₂ : 6)	344	C ₂₃ H ₃₄ O ₂	12.01
25	二十二碳五烯酸(DPA) (C ₂₂ : 5)	344	C ₂₃ H ₃₆ O ₂	2.09
26	二十二碳二烯酸 (DPA) (C ₂₂ : 2)	350	C ₂₃ H ₄₂ O ₂	0.38
27	二十二碳烯酸 (C ₂₂ : 1)	351	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	1.60
未定出组分(其中包括太小的峰)				3.83

表 2 海豹油脂肪酸组成

峰号	脂肪酸名称	分子量(甲酯)	分子式(甲酯)	相对含量(%)
1	十二碳酸 (C ₁₂ : 0)	214	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	0. 07
2	十四碳烯酸 (C ₁₄ : 1)	240	C ₁₅ H ₂₈ O ₂	0. 66
3	十四碳酸 (C ₁₄ : 0)	242	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	3. 84
4	十五碳酸 (C ₁₅ : 0)	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0. 09
5	十五碳酸 (C ₁₅ : 0)	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0. 14
6	十五碳酸 (C ₁₅ : 0)	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0. 21
7	十六碳三烯酸 (C ₁₆ : 3)	264	C ₁₇ H ₂₈ O ₂	0. 48
8	十六碳二烯酸 (C ₁₆ : 2)	266	C ₁₇ H ₃₀ O ₂	0. 34
9	十六碳烯酸 (C ₁₆ : 1)	268	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	18. 51
10	十六碳酸 (C ₁₆ : 0)	270	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	6. 81
11	十七碳烯酸 (C ₁₇ : 1)	282	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	0. 30
12	十七碳酸 (C ₁₇ : 0)	284	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0. 10
13	十七碳酸 (C ₁₇ : 0)	284	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0. 18
14	十七碳酸 (C ₁₇ : 0)	284	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0. 42
15	亚麻酸 (C ₁₈ : 3)	292	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	1. 90
16	亚油酸 (C ₁₈ : 2)	294	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	1. 28
17	油 酸 (C ₁₈ : 1)	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	25. 91
18	十八碳酸 (C ₁₈ : 0)	298	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	1. 31
19	二十碳五烯酸(EPA) (C ₂₀ : 5)	316	C ₂₁ H ₃₂ O ₂	8. 24
20	二十碳四烯酸 (C ₂₀ : 4)	318	C ₂₁ H ₃₄ O ₂	0. 88
21	二十碳烯酸 (C ₂₀ : 1)	324	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	12. 05
22	未定出			
23	二十二碳六烯酸(DHA) (C ₂₂ : 6)	342	C ₂₃ H ₃₄ O ₂	7. 98
24	二十二碳五烯酸(DPA) (C ₂₂ : 5)	344	C ₂₃ H ₃₆ O ₂	4. 09
25	二十二碳三烯酸 (C ₂₂ : 3)	348	C ₂₃ H ₄₀ O ₂	0. 07
26	二十二碳烯酸 (C ₂₂ : 1)	352	C ₂₃ H ₄₄ O ₂	2. 33
未定出组分(其中包括太小的峰)				1. 59

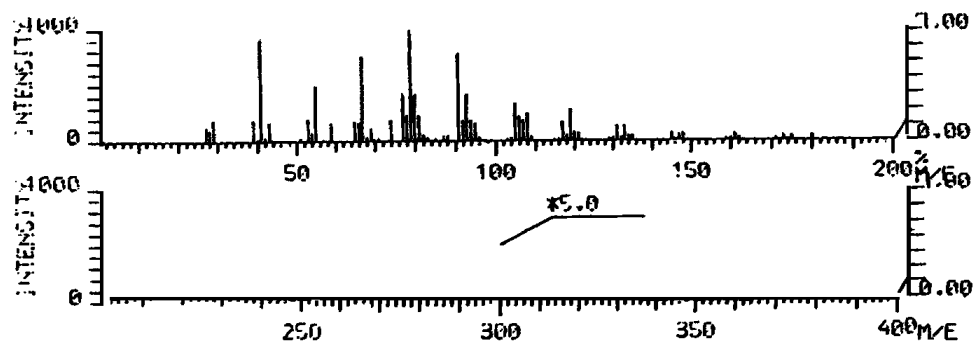


图3 EPA 质谱图(甲酯)

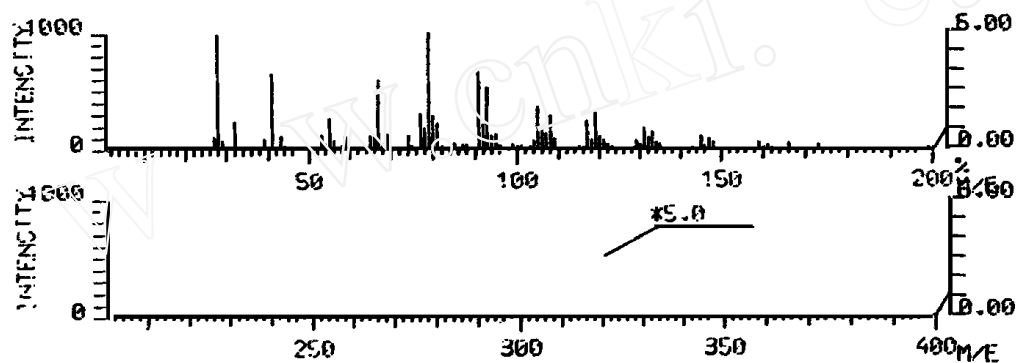


图4 DHA 质谱图(甲酯)

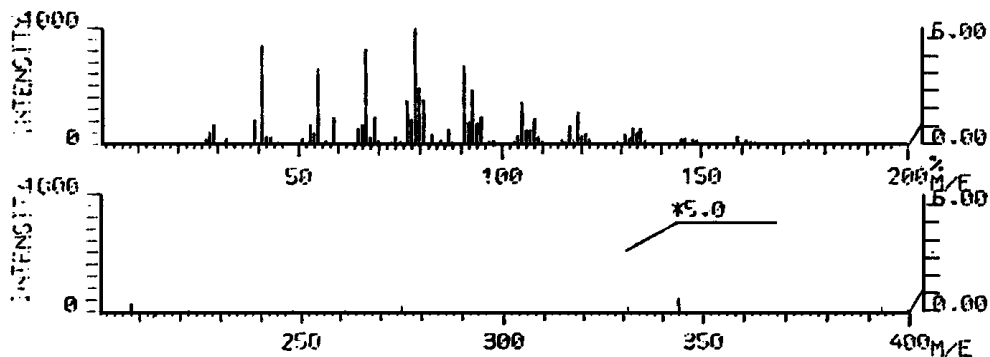


图5 DPA 质谱图(甲酯)

参 考 文 献

- 1 吴惠勤, 程 青, 张桂英 分析测试学报, 1995, (5) 14
- 2 吴惠勤, 张桂英, 程 青 分析测试学报, 1997, (2) 16
- 3 程光荣, 曹淑兰, 刘丽等 分析测试通报, 1991, (2) 10
- 4 The Wiley/NBS Registry of Mass Spectral Data Volume 2~4

The Analysis and Research of Components of Fatty Acid in Deep- Sea Fish Oil and Seal Oil

Cao Shulan, Guan Zifeng, Cai Yunping, Ma Mingyang, Cheng Guangrong
(Liaoning Provincial Centre of Analysis Test and Research, Shenyang 110015, China)

Received 1998-12-23

Abstract

Firstly deep- sea fish oil and seal oil were converted to methyl ester, then the components of fatty acid in them were determined by quartz capillary GC/MS. 27 kinds of fatty acids were separated from the deep- sea fish oil and 70.15% of them are unsaturated fatty acids. 26 kinds of fatty acids were separated from the seal oil and 85.24% of them are unsaturated fatty acids. The main components of the unsaturated fatty acid of two kinds of oil are hexadecenoic acid, linolenic acid, linoleic acid, oleic acid, eicosapentaenoic acid (EPA), eicosenoic acid, docosahexaenoic acid (DHA), docosapentaenoic acid (DPA) and docosenoic acid.

Key Words: deep- sea fish oil, seal oil, fatty acid, GC/MS