

淡水鱼油中脂肪酸的气相色谱-质谱分析

张立坚, 杨会邦, 张俊杰, 蔡 春

(广东医学院分析中心, 广东 湛江 524023)

Analysis of Fatty Acids in the Fish Oil of Freshwater by GC/MS

ZHANG Li-jian, YANG Hui-bang, ZHANG Jun-jie, CAI Chun

(Analysis center of Guandong Medical College, Zhanjiang 524023, China)

Abstract: The Fatty acids in the oil of three freshwater fishes, namely tilapia, grass carp and silver carp were exacted by $V(\text{chloroform}):V(\text{methanol}) = 2:1$, derivatived by BF_3 -methanol and evaluated by gas chromatography-mass spectrometry. The results show that saturated, monounsaturated and polyunsaturated fatty acids are present at 4.98-12.63, 7.50-11.22 and 8.0-12.02 $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, respectively. The $n-6/n-3$ of polyunsaturated fatty acids are 1.16-2.46. It indicates that the oil of freshwater fishes is benefic to health and should be exploited.

Key words: fatty acids; freshwater; fish oil; GC/MS

中图分类号: O 657.63

文献标识码: A

文章编号: 1004-2997 (2009) 增刊-0181-02

脂肪是人体主要营养成分之一, 脂肪中含有人体必需的脂肪酸(如亚油酸和 α -亚麻酸), 是生长发育和维持生命活动不可或缺的物质。随着人们生活水平的提高, 我国居民目前的脂肪供能已达到甚至超过了 30%, 各种脂肪酸的平衡摄入, 对身体健康的影响至关重要。本工作对淡水鱼油中脂肪酸的含量和组成进行分析, 为人们平衡摄入脂肪酸和开发利用淡水鱼资源提供科学依据。

1 材料和方法

1.1 实验仪器及试剂

QP-5000 型气相色谱-质谱联用仪: 日本岛津公司产品; DB-WAX 色谱柱 ($30.0\text{ m}\times 0.25\text{ mm}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$): J&W 公司产品; IKA-T25 组织匀浆机: 德国 IKA 公司产品。

淡水鱼(鲢鱼、草鱼、罗非鱼): 购于湛江农贸市场; 16 种脂肪酸甲酯标准品, C17:0, BF_3 -甲醇: 购自美国 Sigma 公司; 其他试剂为分析纯。

1.2 鱼油的提取

称取 1.00 g 鱼脂肪, 加入 $50\text{ }\mu\text{L}$ $0.2\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的内标 (C17:0) 和 15 mL $V(\text{氯仿}):V(\text{甲醇}) = 2:1$ 提取液, 用组织匀浆机匀浆、离心、抽滤, 滤液用 20 mL $0.9\%\text{NaCl}$ 溶液洗涤, 分取下层溶液。提取液经浓缩得到的总脂质移至具塞定量管, 用正己烷定容。

1.3 脂肪酸的衍生

准确移取 $50\text{ }\mu\text{L}$ 样品置于衍生管, 加入 1 mL 正己烷和 1 mL BF_3 -甲醇, 混匀, $90\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴甲酯化 1 h, 吸取上层清液移至定量管, 下层溶液重复提取 1 次, 合并所得上清液。分别加入适量无水 Na_2SO_4 颗粒, 混匀、静置。吸取上清液置于样品瓶 N_2 吹干, 用 0.2 mL 正己烷溶解, 待 GC/MS 分析。

1.4 气相色谱-质谱分析条件

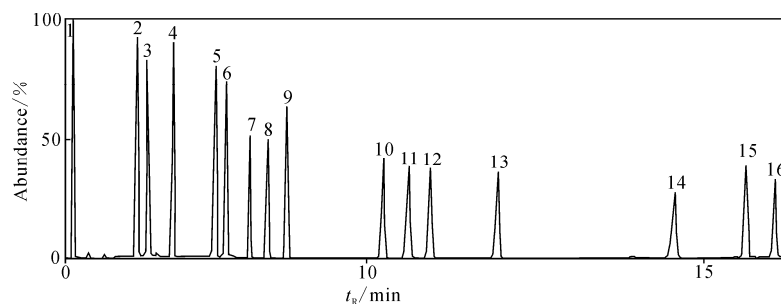
载气 (He) 流速: $0.8\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$; 柱前压: 59.0 kPa ; 分流比: 20:1; 进样口温度: $260\text{ }^\circ\text{C}$; 离子源温度: $230\text{ }^\circ\text{C}$; 程序升温: $120\text{ }^\circ\text{C}$ 保持 1 min, 以 $20.0\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 $230\text{ }^\circ\text{C}$, 维持 3 min, 然后

以 $20.0\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 $240\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min; 选择离子 (SIM) 方式定量。

2 结果

16 种脂肪酸甲酯标准品 SIM 色谱图示于图 1。从图中可见, 定量检测的 16 种脂肪酸在 18 min 内全部流出, 组分达到基线分离, 本工作建立的方法适用于油脂中脂肪酸的含量分析。

3 种淡水鱼油脂脂肪酸的分析结果列于表 1。由表 1 可见, 3 种淡水鱼油含有丰富的多不饱和脂肪酸 (PUFA), 高达 $8.0\sim 12.02\text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$, 这些 PUFA 对人体具有重要的生理作用^[1-2]。此外, 3 种淡水鱼油脂脂肪酸的 $n-6$ 与 $n-3$ 比值较低, 有利人体健康。该结果为淡水鱼油资源的开发和利用提供依据。



注: 1. C14:0; 2. C16:0; 3. C16:1; 4. C17:0; 5. C18:0; 6. C18:1; 7. C18:2; 8. C18:3 (γ -LA);
9. C18:3 (α -LA); 10. C20:2; 11. C20:3; 12. C20:4; 13. C20:5; 14. C22:4; 15. C22:5; 16. C22:6

图 1 16 种脂肪酸甲酯标准品谱图

Fig.1 Chromatogram of 16 standard fatty acids methyl ester

表 1 3 种淡水鱼油脂脂肪酸的分析结果 ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)

Table 1 The results of the fatty acids in 3 kinds of freshwater fishes fatty

脂肪酸	鲢鱼	罗非鱼	草鱼
肉豆蔻酸 C14:0	0.65	1.73	1.99
棕榈酸 C16:0	3.80	5.94	8.76
硬脂酸 C18:0	0.52	1.19	1.88
Σ SFA	4.98	8.87	12.63
棕榈油酸 C16:1	2.10	3.27	4.08
油酸(ALA) C18:1	5.41	7.94	5.10
Σ MUFA	7.50	11.22	9.02
亚油酸 (LA) C18:2 ($n-6$)	3.78	3.80	6.06
γ -亚麻酸 C18:3 ($n-6$)	0.18	0.69	0.53
α -亚麻酸 C18:3 ($n-3$)	3.02	1.13	2.68
二十碳二烯酸 C20:2 ($n-6$)	0.23	0.29	0.42
二十碳三烯酸 C20:3 ($n-6$)	0.29	0.39	0.49
二十碳四烯酸 C20:4 ($n-6$)	0.34	0.44	0.54
二十碳五烯酸 (EPA) C20:5 ($n-3$)	0.27	0.14	0.26
二十二碳四烯酸 C22:4 ($n-6$)	0.025	0.28	0.22
二十二碳五烯酸 C22:5 ($n-3$)	0.22	0.49	0.48
二十二碳六烯酸 C22:6 ($n-3$)	0.49	0.63	0.75
Σ PUFA	8.64	8.00	12.02
$\Sigma n-3$ PUFA	4.0	2.39	4.17
$\Sigma n-6$ PUFA	4.84	5.89	8.26
$n-6/n-3$	1.16	2.46	1.98