

# GC 应用文章



## 食品安全

快速脂肪分析：  
运用全自动化流程测定脂肪酸  
甲酯(FAME)



# 全自动化90秒酯交换反应测定脂肪和含脂食品中的脂肪酸甲酯(FAME)

Beat Schilling, BGB Analytik AG, Adliswil, Switzerland  
Reto Bolliger, Günter Böhm, CTC Analytics AG, Zwingen, Switzerland

## 引言

通过脂肪酸甲酯（FAME）分析食品中的油脂、脂肪和含脂量是政府机构、第三方实验机构的常规样品前处理方法。通常，这些样品前处理都是通过手动的方式完成。这不仅需要大量的劳力，同时潜在的有毒有害化学品也对从事的实验室人员产生伤害。

这里展示了建立在甲醇钠为反应液的酯化反应之上，运用PAL Robotic Tool Change（PAL RTC平台），实现对食品中含脂类样品的全自动前处理的流程。这不仅提高了样品前处理流程的安全，把人为的因素降到了最低，同时提高了实验室的效率。PAL RTC样品前处理平台上配置了Dilutor（稀释模块），Vortex Mixer（涡漩混合模块）和一个10 $\mu$ L的进样针。通过Dilutor（稀释模块）可以添加反应、萃取、净化时所需要的各种溶剂；Vortex Mixer（涡漩混合模块）提供溶剂的快速混合和萃取；而10 $\mu$ L的进样针可以将最终的样品进样到GC进行色谱分析。

样品前处理平台的软件控制实现了样品前处理过程中对样品重叠处理的功能，从而提高了样品前处理的通量。

运用这个方法，总脂肪含量包括饱和和不饱和，顺式和反式脂肪酸都可以达到定量分析。三种内标化合物被用于控制萃取、酯交换和皂化反应。这个方法目前已应用于植物油和含有水溶性动物

油脂的食品，例如牛油、奶酪和香肠的脂肪含量测定。

## 运用三种内标法的概念

在室温下，甲醇钠只需极短的时间就可完成甘油三酯的酯交换反应。当实验中出现水份，甲醇盐却可能形成氢氧化物。而这氢氧化物将导致甘油三酯或脂肪酸甲酯产生皂化反应。虽然皂化反应相对于酯交换反应慢一千倍，但皂化反应的产生还是不理想的。通过FAME-9内标法，可以检定皂化的产生及把其定量。

三种内标化合物如下：

1. 烷烃C14:1, 无反应化合物, 检查周转完整性
2. C11 甘油三酸酯, 检查酯交换反应完整性
3. FAME-9, 检查皂化反应是否产生

在每个分析中，这三种内标化合物的面积都必须测量。如果C-11FAME/烷烃的峰面积比率少于0.75，说明酯交换反应并没完成。导致这现象出现的可能性例如：缺乏反应物或FAME（脂肪酸甲酯）已经被皂化。如果FAME-9/烷烃峰面积比率少于0.67，说明皂化反应已经发生。



图1: Robotic Tool Change, Park Station

## 备样流程

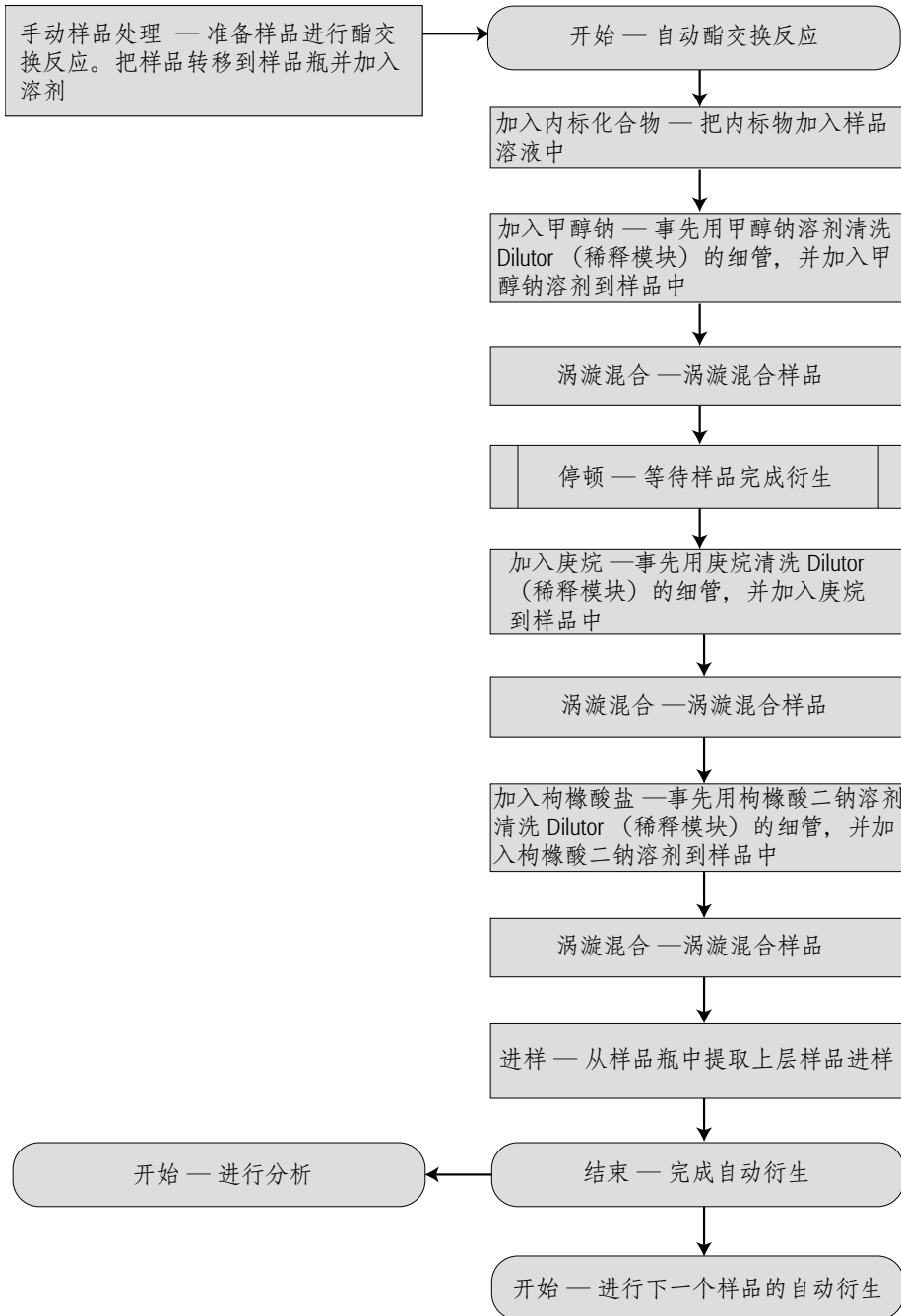


图2：自动化衍生及分析流程表

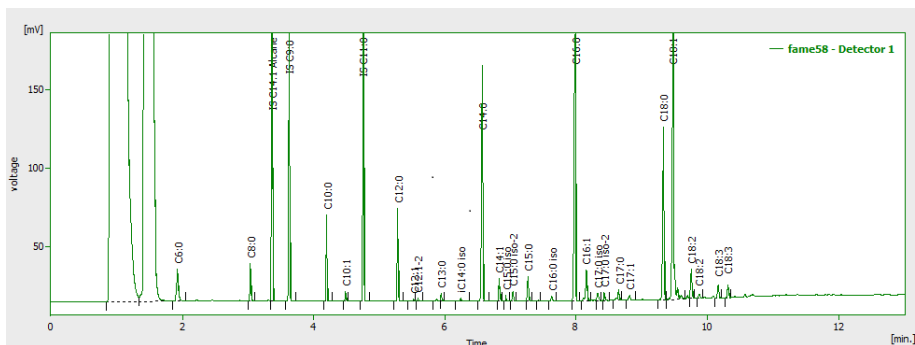


图3：FAME 色谱分析图

## 结果

运用甲醇钠从食品中进行脂肪酸酯交换反应是一项快速、有效及可靠的分析脂肪方法。透过运用三种内标法，酯交换反应的完整性及皂化反应都可以被检定。

由于PAL Sample Control 软件拥有“Prep Ahead”的特质，当一个样品正在进行测试时，另一个样品将同时进行样品处理。利用这里所描述的PAL RTC，在短短18小时30分钟内就可完成高达50个样品的处理和分析。

在色谱分析中，所有的FAME都达到良好的分离(图3)，使得定量的可信度更高。即便已经完成75个样品测试，GC的峰形仍然保持完美。而进样区的衬管或柱子入口都没有发现污染的痕迹。

桌1显示不同植物油的脂肪酸分析结果。

## 总结

PAL-RTC 以全自动方式完成 FAME 前处理与进样。在这过程中运用稀释器 (Dilutor) 添加实验中所需的甲醇钠，庚烷和枸橼酸盐钠及负责期间的净化步骤。而Vortex Mixer的运用让溶剂更快速混合。为了达到高效率清洗Dilutor和进样针，务必配置Fast Wash Module。运用PAL RTC，在分析过程中并没有残留物被检测出 (图6)。

PAL System 提供各种规格的针适配器及样品针用于样品前处理和GC进样。请点击[这里](#)了解更多产品信息。

## 参考文献

- [1] Arens M, Schulte E, Weber K (1994), Fat Sci Technol 96; 67-68.
- [2] House SD, Larson PA, Johnson RR, De Vries JW, Martin DL (1994), J Assoc Off Anal Chem Intern 77; 960-965.
- [3] Suter B, Grob K, Pacciarelli (1997), Z Lebensm Unters Forsch A 204; 252-258.
- [4] de Koning S, van de Meer B, Alkema G, Janssen HG, Brinkmann UT (2001), J Chromatography A, 922; 391-397.

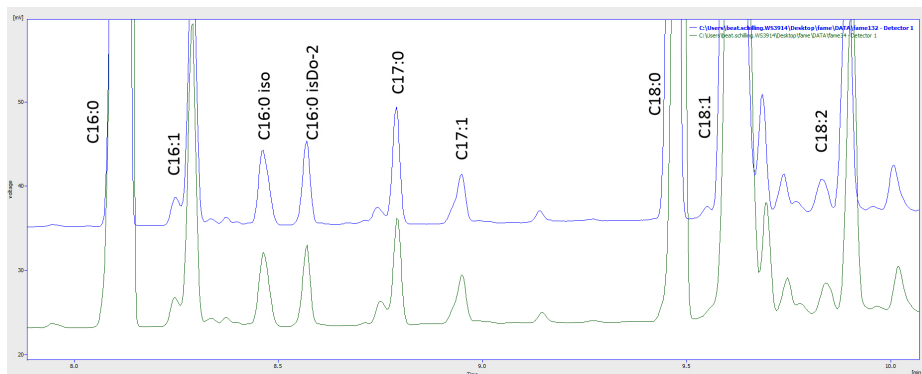


图4: 良好色谱稳定性: 详细分析牛油里FAME (进样 # 1 蓝, 进样 # 75 青) 的含量

Coconut Oil	%	Peanut Oil	%	Safflower Oil	%	Olive Oil	%	Sunflower Oil	%
C8:0	7.5	C16:0	8.9	C16:0	6	C16:0	12.3	C16:0	4.7
C10:0	5.8	C18:0	3.2	C16:1	0.1	C16:1	0.7	C16:1	0.1
C12:0	45.8	C18:1	68.8	C18:0	2.5	C17:0	0.1	C18:0	1.9
C14:0	18.5	C18:2	16.3	C18:1	17.1	C17:1	0.2	C18:1	13.3
C16:0	9.3	C18:3	0.1	C18:2	73.2	C18:0	2.4	C18:2	57.1
C18:0	2.9	C20:0	1.3	C18:3	0.3	C18:1	74.5	C18:3	0.2
C18:1	8.2	C20:1	1.4	C20:0	0.4	C18:2	8.2	C20:0	0.3
C18:2	21			C20:1	0.2	C18:3	0.8	C20:1	0.2
						C20:0	0.5		
						C20:1	0.4		

表1: 不同油脂脂肪酸的测试结果

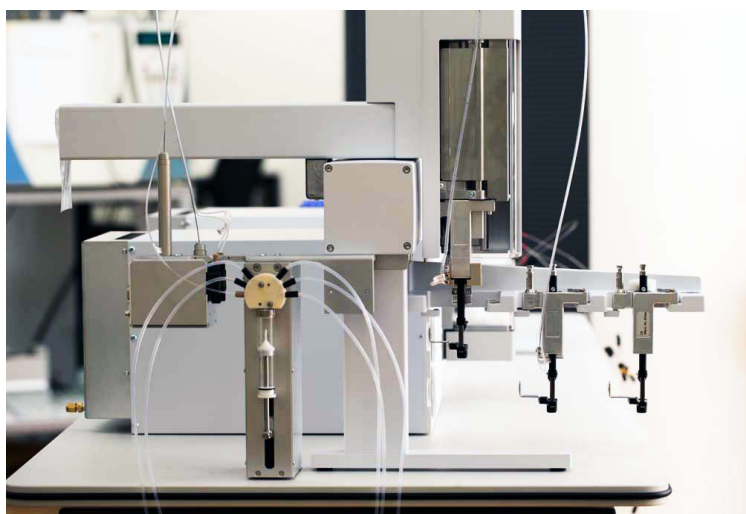


图5: 稀释器 (Dilutor) 构件可添加5种不同的溶液

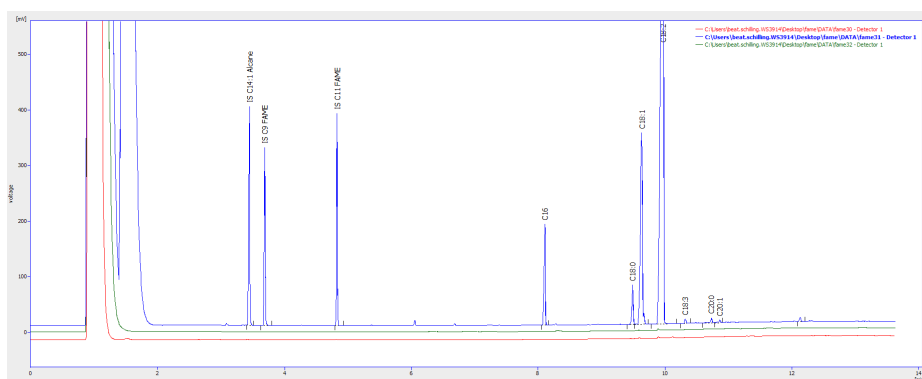


图6: 葵花籽油分析 (蓝) 及其前 (红) 后 (青) 的空白分析

---

## Legal Statements

CTC Analytics AG reserves the right to make improvements and/or changes to the product(s) described in this document at any time without prior notice.

CTC Analytics AG makes no warranty of any kind pertaining to this product, including but not limited to implied warranties of merchantability and suitability for a particular purpose.

Under no circumstances shall CTC Analytics AG be held liable for any coincidental damage or damages arising as a consequence of or from the use of this document.

© 2014 CTC Analytics AG. All rights reserved. Neither this publication nor any part hereof may be copied, photocopied, reproduced, translated, distributed or reduced to electronic medium or machine readable form without the prior written permission from CTC Analytics AG, except as permitted under copyright laws.

CTC Analytics AG acknowledges all trade names and trademarks used as the property of their respective owners.

PAL is a registered trademark of CTC Analytics AG | Switzerland

## Imprint

Date of print: 08.2014

CTC Analytics AG  
Industriestrasse 20  
CH-4222 Zwingen  
Switzerland  
T +41 61 765 81 00  
Contact: [info@ctc.ch](mailto:info@ctc.ch)