

毛细管气相色谱法分析虾蛄肉中的脂肪酸

张 强

(烟台大学分析中心 烟台 264005)

摘要 以快速脂肪提取器分别提取雄、雌虾蛄肉中脂肪,利用 50m×0.35mm i. d. PEG-20M 玻璃毛细管柱分离测定了雄、雌虾蛄肉中的脂肪酸,结合气相色谱/质谱法,鉴定出 45 个峰,分别占脂肪酸总量的 99.2%和 98.0%,其中不饱和脂肪酸分别为 74.7%和 71.5%。

关键词 毛细管气相色谱法,气相色谱/质谱法,脂肪酸,虾蛄肉

1 前言

虾蛄,俗称琵琶虾,主要分布于黄海及渤海,以烟台沿海的产量为最大^[1],其肉营养丰富,含有大量不饱和脂肪酸。临床研究表明,它们具有降低血清甘油三酯和胆固醇、抑制血小板聚集的作用,对人体抗血栓、抗动脉硬化有显著疗效,尤其对减少心血管系统疾病的发生有着重要作用^[2]。关于虾蛄肉中脂肪酸成分的研究至今未见报道。为了对雄、雌虾蛄肉中的脂肪酸水平有详细的了解,本文以快速脂肪提取器提取脂肪^[3],利用 50m×0.35mm i. d. PEG-20M 毛细管玻璃柱分离测定了雄、雌虾蛄肉中的脂肪酸,为充分利用和开发虾蛄的使用价值提供了科学依据。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

GC-9A 气相色谱仪,配 FID, C-R6A 数据处理机; QP1000A 色-质联用仪; 50m×0.35mm i. d. PEG-20M 玻璃毛细管柱; 快速脂肪提取器(江苏海门天补水菊玻璃仪器厂); 部分标准对照物为色谱纯,其它试剂为分析纯。

2.2 色谱条件

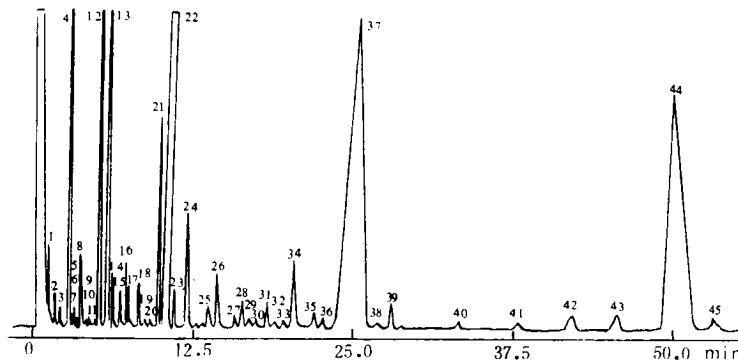


图 1 虾蛄肉中脂肪酸甲酯色谱图

Fig. 1 Gas chromatogram of methyl esters of fatty acids in squillid meat

峰序所示见表 1。
Peak: No. 1 to 45 as in Table 1.

进样口和检测器温度为 250℃;柱温用程序升温:170℃下以 5℃/min 的速率升至 192℃,恒温;载气为高纯氮气,流速 1.5mL/min,尾吹 40mL/min。

2.3 实验方法

(1) 脂肪的提取 虾蛄经真空干燥、去皮、粉碎后,准确称样 3~4g,置快速脂肪提取器中。用无水乙醚作溶剂,在 45℃ 恒温水浴中提取 45min,收集乙醚,最后以 N₂ 吹干,称重。经计算,雄、雌虾蛄肉中脂肪分别为 5.14% 和 6.02% (干重计)。

(2) 水解和甲酯化 瓶内脂肪以 1.5mL 苯-乙醚(1:1)溶解,振摇 2min,转移至 10mL 具塞试管中,加 1.5mL KOH-CH₃OH 溶液,于 45℃ 恒温水浴中放置 20min,加蒸馏水稀释至 10mL 刻度处,离心,取上清液苯-乙醚层作气相色谱(GC)分析,色谱图见图 1。

3 结果与讨论

在上述实验条件下,对雄、雌虾蛄肉中的脂肪酸进行了分析。本文采用色-质联用仪定性,同时利用已知组成的样品和部分标样进行对照,定量采用面积归一化法。定性及定量结果见表 1。

表 1 虾蛄肉中脂肪酸组成及含量

Table 1 The compositions and contents of fatty acids in squillid meat

峰号 Peak No.	保留时间 Retention time(min)	定性方法* Qualitative method	碳数及不饱和度 Carbon number and unsaturation	雄虾蛄肉中 脂肪酸含量(%) Contents of fatty acids in male squillid meat	雌虾蛄肉中 脂肪酸含量(%) Contents of fatty acids in female squillid meat
1	2.65	S,M	C _{8:0}	0.16	0.72
2	3.15	S,M	C _{10:0}	0.09	0.33
3	3.47	S,M	C _{11:0}	0.04	0.18
4	3.81	S,M	C _{12:0}	4.02	4.84
5	3.00	M	C _{12:1}	0.02	0.13
6	4.20	S,M	C _{13:0}	0.14	0.13
7	4.32	M	C _{13:1}	0.10	0.07
8	4.61	S,M	C _{14:0}	0.72	0.77
9	4.81	M	C _{14:1}	0.12	0.06
10	5.10	S,M	C _{15:0}	0.13	0.12
11	5.41	M	C _{15:1}	0.09	0.02
12	5.72	S,M	C _{16:0}	12.26	12.50
13	6.02	M	C _{16:1}	7.52	9.37
14	6.29	M	C _{16:2}	0.50	0.56
15	6.51	M	C _{16:2}	0.38	0.40
16	6.84	M	C _{17:0} **	1.21	1.09
17	6.99	M	C _{16:3}	0.91	0.91
18	7.36	M	C _{17:1}	1.01	1.06
19	7.85	S,M	C _{17:0}	0.35	0.30
20	8.23	M	C _{17:1}	0.21	0.14
21	8.96	S,M	C _{18:0}	4.16	3.97
22	9.45	S,M	C _{18:1}	14.27	15.41
23	9.80	M	C _{18:2}	0.13	0.25
24	10.42	S,M	C _{18:2}	1.79	1.72
25	12.22	M	C _{18:3}	0.94	1.05
26	13.19	S,M	C _{18:3}	2.15	1.25
27	14.98	M	C _{18:3}	0.19	0.34
28	15.72	M	C _{18:4}	2.59	2.61
29	16.10	M	C _{18:4}	0.75	0.93
30	16.74	S,M	C _{20:0}	0.15	0.21
31	17.84	M	C _{20:1}	0.75	0.69
32	18.64	M	C _{20:2}	0.10	0.04
33	19.12	M	C _{20:3}	0.21	0.19
34	20.49	M	C _{20:4}	5.36	4.55
35	21.38	M	C _{20:3}	0.22	0.24
36	23.02	M	C _{20:4}	0.34	0.45
37	24.95	S,M	C _{20:5}	13.75	12.59
38	26.50	S	C _{22:0}	0.35	0.68
39	27.58	M	C _{22:1}	1.35	1.09
40	33.46	M	C _{21:5}	0.31	0.32
41	36.86	M	C _{22:3}	0.39	0.67
42	40.04	M	C _{22:4}	0.75	0.99
43	44.98	M	C _{22:5}	1.12	1.15
44	40.12	S,M	C _{22:6}	16.41	12.29
45	51.53	S,M	C _{24:0}	0.71	0.59

* S, 标样定性, M, 色-质联用仪定性, ** 支链脂肪酸。

* S, by standard sample, M, by GC/MS; ** branched fatty acid.

由表 1 可见, 雄、雌虾蛄肉中都含有 45 种脂肪酸, 其中饱和脂肪酸 31 种, 分别占脂肪酸总量的 74.7% 和 71.5%, 特别是二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的总含量高达 30%, 这说明雄、雌虾蛄肉具有很高的营养价值。确定这些饱和和脂肪酸双键位

置比较困难, 需经特殊化学修饰后才能完成⁽⁴⁾。

通常动物及植物体所产生的脂肪酸均含偶数碳原子⁽⁵⁾。但在本实验中, 却发现虾蛄肉中含有部分奇数碳原子脂肪酸, 在小红虾仁中也发现有奇数碳原子脂肪酸存在。我们推测这些脂肪酸来源于所摄取

的食物。另外,经质谱图检索和谱图解析可知,虾蛄肉中含有 2 个 $C_{16,2}$ 、2 个 $C_{17,1}$ 、2 个 $C_{18,2}$ 、3 个 $C_{18,3}$ 、2 个 $C_{18,4}$ 和 2 个 $C_{20,4}$, 分别是同分异构体。

参 考 文 献

1 姜在阶,刘凌云. 烟台海滨无脊椎动物实习手册. 北

京:北京师范大学出版社,1986:395

2 李全阳,岳永生,张庆朝. 营养学报,1994;16(2):223

3 张 强. 色谱,1996;14(1):30

4 虞启涛,杨一鸣,徐宏发等. 色谱,1992;10(3):151

5 季诺维耶夫 A A. 油脂化学. 北京:轻工业出版社,1958:188

Analysis of Fatty Acids in Squillid Meat by Capillary Gas Chromatography

Zhang Qiang

(Centre of Analysis, Yantai University, Yantai, 264005)

Abstract In this paper, fat in squillid meat was extracted by means of rapid fat extractor instead of Soxhlet extractor. It took only forty- five minutes, and extraction rate was over 98. 0%. Fat was dissolved with 1mL of benzene and diethyl ether (V/V, 1 : 1), hydrolyzed and esterified with 1mL of potassium hydroxide and methanol. Fatty acid methyl esters in fat were separated and determined by a 50m × 0. 35mm i. d. PEG-20M glass capillary column and hydrogen flame ionization detector(FID). The injector and detector temperature was 250°C. The column temperature was programmed from 170°C to 192°C at 5°C/min. Forty-five peaks of methylesters of fatty acids in male and female squillid meat were identified with gas chromatography/mass spectrometry and quantitated with area normalization method. They account for 99. 2% and 98. 0% of the total amount of fatty acids in male and female squillid meat respectively. The contents of unsaturated fatty acids were 74. 7% and 71. 5%, respectively. Especially, the sum of eicosapentanoic acid(EPA) and docosahexaenoic acid (DHA) were up to 30%. Thus both male and female squillid meat provides high nutritious value. In the meantime, there also exist fatty acids of odd carbon number, for instance, $C_{13,0}$, $C_{15,0}$, $C_{17,0}$ and so on. These fatty acids were thought to come from the foods they had eaten. This paper has provided scientific proofs for full use of squillid.

Key words capillary column gas chromatography, gas chromatography/mass spectrometry, fatty acid, squillid meat

