

大泽山葡萄籽油中脂肪酸成分的 GC/MS 分析

刘建华 程传格 董福英 王晓江 婷 郭锐

(山东省分析测试中心,济南 250014)

摘要 介绍了用正己烷抽提葡萄籽,然后将油进行皂化、甲酯化,用气相色谱-质谱法测定油中脂肪酸,共检测出14种脂肪酸,其中亚油酸含量最高,占86.48%。

关键词 葡萄籽 脂肪酸 气相色谱-质谱法

葡萄在我国种植面积大、产量高,在其加工过程中产生大量的皮渣,葡萄籽在葡萄皮渣中占很大的比率,约占干皮渣的65%,对于葡萄籽目前还未充分利用。平度大泽山葡萄属优质品种,其葡萄籽油的成分分析尚未见报道,笔者采用正己烷抽提葡萄籽,然后将油进行皂化、甲酯化,用气相色谱-质谱法(GC/MS)分析其脂肪酸的成分及含量,为葡萄籽的开发利用提供依据。

1 实验部分

1.1 材料、试剂与仪器

葡萄籽:购于平度大泽山;

石油醚、甲醇、正己烷、三氟化硼、氢氧化钾、盐酸、氯化钠、硫酸钠等试剂:均为分析纯;

硅胶G:250 μm,青岛海洋化工厂产;

BUCHI B-I69 真空旋转蒸发仪:瑞士产;

索氏提取器:国产;

GC/MS 联用仪:Finnigan MAT-212型,德国产。

1.2 葡萄籽油的提取

取粉碎的葡萄籽80 g,于索氏提取器中,用石油醚回流提取6 h,旋转蒸馏回收溶剂,得到葡萄籽油。

1.3 样品的甲酯化

称取油样0.4 g,加入0.5 mol/L KOH-MeOH溶液3 mL,60℃水浴皂化15~30 min(油珠完全消失)。冷却后加入14% BF₃-MeOH溶液于60℃水浴中甲酯化5 min,冷却。加正己烷、饱和氯化钠溶液各2 mL,离心分层,取上清液得葡萄籽油混合脂肪酸甲酯样品。

1.4 非酯化样品的制备

称取油样0.4 g,加入0.5 mol/L KOH-MeOH溶液3 mL,在60℃水浴中皂化15~30 min(油珠完全消失)。冷却后加入蒸馏水2 mL溶解脂肪酸盐,用石油醚洗涤3次,用水洗至中性,然后加无水硫酸钠干燥,蒸去石油醚得混合脂肪酸。

1.5 甲酯化程度的鉴定

分别移取甲酯化与非甲酯化的葡萄籽油脂肪酸样品10 μL在自制薄层板(硅胶G-60型,20 cm×10 cm,用前110℃活化30 min)上点样,用石油醚-乙醚-乙酸(70:30:2)进行薄层层析,碘蒸气显色。

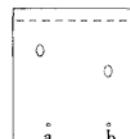
1.6 GC/MS 分析条件

HP-5石英毛细管柱(25 m×0.25 mm i.d.),柱温为100℃→260℃,柱前压50 kPa,汽化室温度270℃,E1离子源,电子能量70 eV,分辨率500,离子源温度240℃。

2 结果与讨论

用索氏萃取法获葡萄籽油,得油率10.2%。

甲酯化与非甲酯化的葡萄籽油脂肪酸样品薄层层析结果见图1。由图1可以看出,甲酯化与非甲酯化的葡萄籽油脂肪酸样品a和b只出现一个斑点,其R_f值不同,可见样品甲酯化比较完全。



a—甲酯化葡萄籽油脂肪酸 $R_f = 0.77$;

b—非酯化葡萄籽油脂肪酸 $R_f = 0.50$

图1 样品的 TLC 图谱

葡萄籽油脂肪酸GC/MS总离子流色谱图见图2,试验数据见表1。

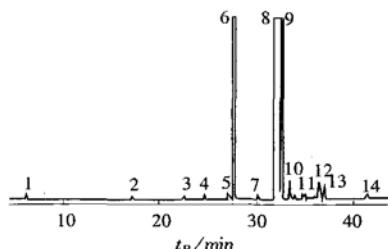


图2 葡萄籽油甲酯化的总离子流色谱图

表 1 葡萄籽油 GC/MS 分析结果

序号	分子量	化合物名称	分子式	含量
1	144	辛酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	0.03
2	172	9- 氧代 -壬酸	C ₉ H ₁₆ O ₃	0.02
3	152	2- 羟基 -6- 甲基苯甲酸	C ₈ H ₈ O ₃	0.02
4	228	十四酸	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	0.02
5	254	棕榈油酸	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	0.13
6	256	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	6.29
7	270	十七酸	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	0.06
8	280	亚油酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	86.48
9	282	油酸	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	0.36
10	284	硬脂酸	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	4.24
11	278	十八碳三烯酸	C ₁₈ H ₃₀ O ₂	0.07
12	310	二十碳一烯酸	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	0.37
13	312	二十碳酸	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	0.15
14	340	二十二碳酸	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	0.19

实验结果表明,葡萄籽油具有很高的营养价值,其主要成分是亚油酸(86.48%),棕榈酸(6.29%),和硬脂酸(4.24%),并富含多种不饱和脂肪酸,特别

是亚油酸,是人体必需的脂肪酸,它具有防止血栓形成、软化血管、调节脂肪代谢、降低血中胆固醇的作用。亚油酸是人体合成花生四烯酸的前体,花生四烯酸能促进脑细胞代谢,对老年人和婴儿特别有利。所以,葡萄籽油可制成预防心脑血管疾病的药物,也可作为飞行员、高空作业人员、老人、婴儿的高级保健食用油。葡萄籽是葡萄酿酒或榨汁后的副产物,一般占葡萄总重的1%~5%。我国年产葡萄100多万t,葡萄籽的产量可达1万t以上,而葡萄籽的深加工几乎是空白,因此,开发葡萄籽油具有广阔的发展前景。

参 考 文 献

- 王映强,等.亚麻籽油中脂肪酸组成分析.药物分析杂志,1998,18(3):178
- John Wiley, et al. The Wiley/NBS Registry of Mass Spectral Data. New York: Chichester Brisbane Toronto, 1989.

ANALYSIS OF FATTY ACID CONTENT IN THE GRAPE SEED OIL BY GC/MS

Liu Jianhua, Cheng Chuange, Dong Fuying, Wang Xiao, Jiang Ting, Guo Rui
(Shandong Analysis and Test Center, Jinan 250014)

ABSTRACT In this paper, Grape seed oil was extracted with n-hexane and then the oil was determined by capillary GC/MS. 14 fatty acids have been detected with main acid being linolenic acid (86.48%).

KEYWORDS grape seed, fatty acid, GC/MS

我国实验室认可原则和认可体系

实验室认可原则有以下四条:

- (1)自愿原则,即实验室根据自身提高管理水平和竞争能力的愿望,自己决定是否申请实验室认可;
- (2)非歧视原则,即实验室不论其规模大小、级别高低、隶属关系、所有制性质等,只要满足认可准则的要求,均能一视同仁地获得认可;
- (3)专家评审原则,即指注册评审员和训练有素的技术专家承担评审并对评审结果负责,而不是行政干预,以确保认可结果的科学性、客观性和公正性;
- (4)国家认可原则,即认可是不分级别的,实验室只要满足要求即获认可(所谓“一站认可”)以利于校准或检测结果的国际互认。

就一个完整的实验室认可体系而言,至少包含以下五个要素:

- (1)权威的认可机构;
- (2)明确的认可准则;
- (3)完善的认可程序;
- (4)训练有素的实验室评审员;
- (5)满足要求的实验室。

关于实验室认可机构,有的国家是一个独立的实体,有的由政府机构承担,更多的是由政府授权一个专门机构负责。尽管目前尚无统一模式,但具有一个重要的共同点,即

这些机构是政府所支持的权威机构。在我国,这个权威的认可机构就是CNACL。
(中计)

美国标准技术研究院(NIST)和 加拿大国家研究院(NRC)概况

NIST隶属于美国商务部,是美国的现代工程科学和计量技术的综合研究机构,为工业企业提供先进技术和服务。拥有3300余名员工,其中专业技术人员占21%,后勤服务人员占24%,另有1250名访问学者在NIST工作。主要机构有电子工程、制造工艺、化学科学和技术、材料科学和工程、物理学、信息技术等。

NRC约有3000名职工,下设20个研究所,分三大部分:一是管理,二是基础和理论研究,三是应用研究。其中化学测量室是基础和应用研究方面的一个研究所(国家测量标准研究所)下设的一个研究室,该室分为四个组,分别为标准物质制备组、新方法研究组、标准测量比对组和仪器研究组。该室有18位职工,仅博士就有6人,此外,还有10名访问学者。其拥有的仪器设备均为世界一流,仅质谱仪就有近10台,还建立了两个超净室,以便测定微量、痕量成分时进行样品处理。该室主要任务是研制标准物质,用于量值传递。

NIST、NRC均拥有很强的技术力量,仪器设备齐全,指标先进。标准物质的研制按用户需要进行,然后再利用生产后获得的收益继续研制,形成良性循环。

(周庆福)