

## 毛细管气相色谱法测定

## 食品中反式脂肪酸

鲍忠定<sup>1</sup>, 秦志荣<sup>1</sup>, 顾秀英<sup>1</sup>, 许荣年<sup>1</sup>, 黄建颖<sup>2</sup>

(1.浙江公正检验中心有限公司, 杭州 310009; 2.宁波大学理学院, 宁波 315211)

**摘要:**用改良的罗紫-哥特里法提取食品中的脂肪, 选用氢氧化钾-甲醇法甲酯化, 以 DB-23 毛细管色谱柱用气相色谱法测定反式脂肪酸。结果表明, 反式油酸和反式亚油酸的平均回收率分别为 93.02%、94.54%, 相对标准偏差分别为 2.03%、1.31%。采用该方法具有操作快速、简便、准确等优点。

**关键词:**毛细管气相色谱法, 食品, 反式脂肪酸

中图分类号: TS207.3 文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2005)03-0176-02

反式脂肪酸是一类不饱和脂肪酸, 其空间构象与饱和脂肪酸相似。近年来国外的大量研究表明, 膳食中反式脂肪酸摄入成为心血管疾病和抑制生长发育的危险因素。反式脂肪酸普遍存在于食用油脂的氢化加工产品(如人造黄油、豆油、色拉油、起酥油等烹调油脂)、反刍动物(如牛、羊)的脂肪组织、乳及乳制品、水果和蔬菜中。通常情况下液体植物性脂肪含反式脂肪酸较少, 固化油脂含反式脂肪酸较多。我国对食物中反式脂肪酸的含量及居民的反式脂肪酸摄入量以及不同食物经不同氢化加工工艺后反式脂肪酸的含量变化等尚不清楚, 仍有大量工作要做。目前, 有关脂肪酸的分析报道较多, 而国内还未有有关反式脂肪酸测定方法的分析报道。本文用脂肪酸原位脂肪酸甲酯合成技术结合毛细管气相色谱法分离顺/反式油酸、亚油酸等四种脂肪酸, 从而建立一套

快速有效的分析方法, 获取食品中反式脂肪酸的数据, 不仅对预防心血管疾病, 改善居民的膳食结构, 而且对婴幼儿生长发育均具有积极的意义。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

顺/反式油酸甲酯标准品、顺/反式亚油酸甲酯标准品 均为 Sigma 公司产品。

Agilent 6890 Plus 气相色谱仪, 7683 自动进样器, HP ChemStation 化学工作站(美国安捷伦公司)。

### 1.2 色谱条件

色谱柱: DB-23 毛细管柱 (30m×0.25mm.i.d.); 柱温: 180℃; 进样口和 FID 检测器温度均为 250℃; 载气: 高纯氮; 柱流速: 1.0mL/min(恒流); 尾吹流速: 25mL/min; 氢气流速: 30mL/min; 空气流速: 350mL/min; 分流比 25:1; 进样量 1μL。

### 1.3 标准储备液的配制

分别准确称取反式油酸甲酯 100mg、反式亚油酸甲酯 100mg 于 2 个 50mL 容量瓶中, 用正己烷稀释至刻度, 配制成单组分标准溶液, 用于 GC 定性分析, 作为反式油酸甲酯、反式亚油酸甲酯的标准储备溶液。

### 1.4 样品处理

精确称取充分混匀样品 1.0000g 于具塞烧瓶中, 加入 10mL 65℃ 蒸馏水溶解, 摇匀, 冷却至室温。加入 2.5mL 体积分数为 25% 的氨水, 置于 65℃ 水浴中 15min, 取出, 冷却至室温。加 10mL 95% 乙醇, 混匀。加

收稿日期: 2004-08-09

作者简介: 鲍忠定(1972-), 男, 工程师, 研究方向: 食品分析与检测。

[3] 梅方权. 中国的牛奶与营养改善的发展分析[J]. 中国乳业, 2000(3): 12-15.

[4] 叶世柏, 强卫国, 李明元, 等主编. 卫生检验方法新编[M]. 北京: 北京大学出版社, 1993. 7-8.

[5] 夏玉宇著. 食品卫生质量检验与监查[M]. 北京: 北京大学出版社, 1993. 42-43.

[6] 谢平会, 杨征武, 祝丽玲. 电流法快速测定鲜奶中蛋白质含量[J]. 中国乳品工业, 2000, 28(4): 33-35.

[7] 刘玉兰, 李珊, 刘坤. 食品中蛋白质含量测定方法的改进和应用[J]. 青岛医学院学报, 1999, 35(2): 123-124.

[8] 武汉大学主编. 分析化学(第四版)[M]. 北京: 高等教育出版社, 2000. 76, 250, 253.

入 25mL 乙醚,塞上塞子振摇 1min,加入 25mL 石油醚,塞上塞子振摇 1min,静止,使液层分离,有机层转入烧瓶中。第二次提取加入的试剂为 5mL 乙醇、15mL 乙醚、15mL 石油醚,操作同前。第三次提取不加乙醇,只用 15mL 乙醚、15mL 石油醚,如上操作。把提取的醚液合并,用无水硫酸钠脱水后过滤,在旋转蒸发器中通氮气浓缩至近干。用正己烷转移至 10mL 容量瓶中,定容。准确吸取 2mL 此液于 10mL 带盖离心管中,加入 0.5mL 4mol/L 氢氧化钾的甲醇溶液,振荡 2min,静止 10min,根据样品中的反式脂肪酸含量用正己烷进行适当稀释,待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱分离

本工作采用弱极性的 SE-30 毛细管柱 (50m×0.25mmi.d.) 和强极性的 FFAP 毛细管柱 (30m×0.25mmi.d.) 对顺/反式脂肪酸进行分析,结果发现顺/反式油酸和顺/反式亚油酸不能完全分开。改用 DB-23 毛细管柱后,分析时间少于 15min,获得较满意的结果。图 1 为我们在选定的色谱条件下得到的色谱分离图。

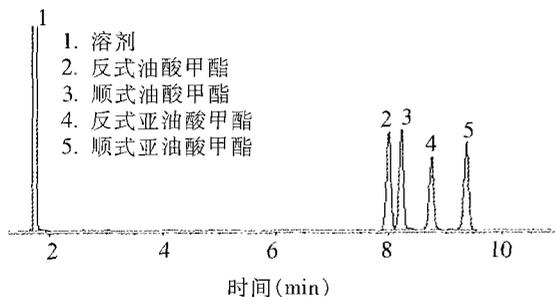


图 1 标准品色谱图

### 2.2 不同甲酯化处理方法的比较

甲酯化完全与否直接影响衍生的结果。我们选择四种方法:方法 1:加入 0.5mL 4mol/L 氢氧化钾甲醇溶液室温下衍生 10min;方法 2:加入 2mL 10%硫酸甲醇(v/v)溶液 62℃下衍生 2h;方法 3:加入 1mL 10%硫酸甲醇(v/v)溶液 70℃下衍生 45min;方法 4:加入 2mL 15%三氟化硼甲醇(m/m)溶液 50℃下衍生 10min;其他步骤同 1.4。以脂肪酸甲酯的色谱峰面积作为衡量指标来反映衍生化的程度,峰面积越大说明衍生得越完全。实验结果表明,方法 1 为最佳。

### 2.3 标准曲线与检测限

表 1 标准曲线及检出限

组分	回归方程/线性范围(mg/mL)	相关系数(r)	检出限(mg/L)
反式油酸甲酯	$Y=936.13X-9.06, 0.1-1.0$	0.9997	1.9
反式亚油酸甲酯	$Y=700.92X-6.77, 0.1-1.0$	0.9997	2.7

表 2 2 种组分的相对标准偏差和回收率(n=6)

组分	本底值(mg/g)	标准偏差(mg/g)	相对标准偏差(%)	加入量(mg/g)	平均检出量(mg/g)	平均回收率(%)
反式油酸	3.453	0.070	2.03	4.0	7.174	93.02
反式亚油酸	8.599	0.113	1.31	10.0	18.053	94.54

分别准确吸取 1.3 标准贮备液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL 于 6 个 10mL 容量瓶中,用正己烷定容,制成标准系列进样测定;然后以标准物的浓度为横坐标,对应峰面积为纵坐标进行线性回归分析,得线性回归方程及相关系数,并根据信噪比 S/N=3,计算得二组分最低检测浓度,结果见表 1。

### 2.4 方法的精密度和回收率

精确称取含盐黄油十二份(六份×2),其中的六份每份分别精确加入反式油酸甲酯标准贮备溶液 2.0mL、反式亚油酸甲酯标准贮备溶液 5.0mL。然后按样品处理方法 1.4 进行测定,计算二组分的相对标准偏差和加标回收率,结果见表 2。

### 2.5 实际样品测定

采用本法已测定了近 20 份样品,表 3 为 4 种食品中的反式脂肪酸的含量。

表 3 样品的测定结果

样品	反式油酸(mg/g)	反式亚油酸(mg/g)
含盐黄油	3.453	8.599
植物黄油	15.021	1.890
奶粉	4.657	0.825
婴儿奶粉	3.012	1.031

## 3 结论

本文建立的用于食品中反式脂肪酸测定的气相色谱法,具有操作快速、简便、准确及分离效果好等优点,本文为反式脂肪酸的研究提供了一种切实可行的分析方法。

### 参考文献:

- [1] 颜红.反式脂肪酸与心血管疾病[J].中国国境卫生检疫杂志,2000,23(3):175~178.
- [2] 朱宁,Garry Y Ott,Don S Lin,等.冠心病、心肌病及脂肪组织中反式脂肪酸的含量[J].营养学报,1998,20(3):378~381.
- [3] 程涛,吕桂善.乳脂中天然活性物质的存在和生化特性[J].中国乳品工业,2002,30(5):57~60.
- [4] GB/T 5413.27-1997.
- [5] AOAC Official Method 996.06 Fat (Total, Saturated, and Unsaturated) in Foods.
- [6] 谢孟峡,刘媛,康娟,等.衍生化毛细管气相色谱法分析血清中游离脂肪酸[J].分析化学,2001,29(12):1389~1393.