



婴幼儿乳品中脂肪酸的测定

AF10006

应用及技术服务部

摘要：本实验以 GB 5009.168-2016 第二法为依据，用 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱对婴幼儿乳品中的脂肪酸进行了测试。乙酰氯与甲醇反应得到的盐酸-甲醇，使样品中的脂肪和游离脂肪酸甲酯化，用甲苯提取后，经 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱分离，气相色谱-氢火焰离子化检测器（GC-FID）检测，外标法进行定量。结果表明，100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱分离脂肪酸分离度和峰形良好，能够满足检测要求。

关键词：100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱；婴幼儿乳品；脂肪酸；GC-FID

前言

脂肪酸（fatty acid），是指一端含有一个羧基的长的脂肪族碳氢链，是最简单的一种脂，它是许多更复杂的脂的组成成分。脂肪酸在有充足氧供给的情况下，可氧化分解为 CO_2 和 H_2O ，释放大量能量，因此脂肪酸是机体主要能量来源之一。必需脂肪酸不仅为营养所必需，而且与儿童生长发育和成长健康有关，更有降血脂、防治冠心病等治疗作用，且与智力发育、记忆等生理功能有一定关系。一项新研究显示，在婴儿喝的婴儿奶粉中添加两种脂肪酸可能增加婴儿智慧，欧洲有些婴儿食品公司已把这两种脂肪酸掺在婴儿奶粉里。所以，检测婴幼儿乳品中的脂肪酸含量至关重要。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

气相色谱-氢火焰离子化检测器（GC-FID）

试剂材料

甲醇为色谱纯；

无水碳酸钠、甲苯、乙酰氯均为分析纯；

脂肪酸缓和标准溶液（纯度 99%）；



10% 乙酰氯甲醇溶液：量取 40 mL 甲醇于 100 mL 干燥的烧杯中，准确吸取 5 mL 乙酰氯逐滴缓慢加入，不断搅拌，冷却至室温后转移并定容至 50 mL 干燥的容量瓶中；

6% 碳酸钠溶液：称取 6 g 无水碳酸钠于 100 mL 烧杯中，加水溶解，转移并用水定容至 100 mL 容量瓶中。

样品制备

样品提取

称取样品 0.5 g 于 15 mL 干燥螺口玻璃管中，加入 5 mL 甲苯，作为待制备样液。

样液制备

向上述待制备样液中加入 10% 乙酰氯甲醇溶液 6 mL，充氮气后，旋紧螺旋盖，振荡混合后于 $80^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 水浴中放置 2 h，期间每隔 20 min 取出振摇 1 次，水溶后取出冷却至室温。将反应后的样液转移至 50 mL 离心管中，分别用 3 mL 碳酸钠溶液清洗玻璃管 3 次，合并碳酸钠溶液于 50 mL 离心管中，混匀。5000 r/min 离心 5 min，取上清液作为试液，气相色谱仪测定。

实验条件

色谱条件

色谱柱：100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱， $100\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.20\text{ }\mu\text{m}$

载气：氮气；载气流量：1.0 mL/min；进样口温度： 260°C

分流比：30 : 1；检测器温度： 280°C ；进样量：1.0 μL

程序升温：初始温度 100°C ，持续 13 min，以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 180°C ，保持 6 min，再以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 200°C ，保持 20 min，再以 $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 230°C ，保持 10.5 min。

结果与讨论

实验结果

经图 1、图 2 可知，采用 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿配方乳品中的脂肪酸，峰形和分离度良好，保留时间稳定，且与杂质的分离度良好，能够满足检测要求。

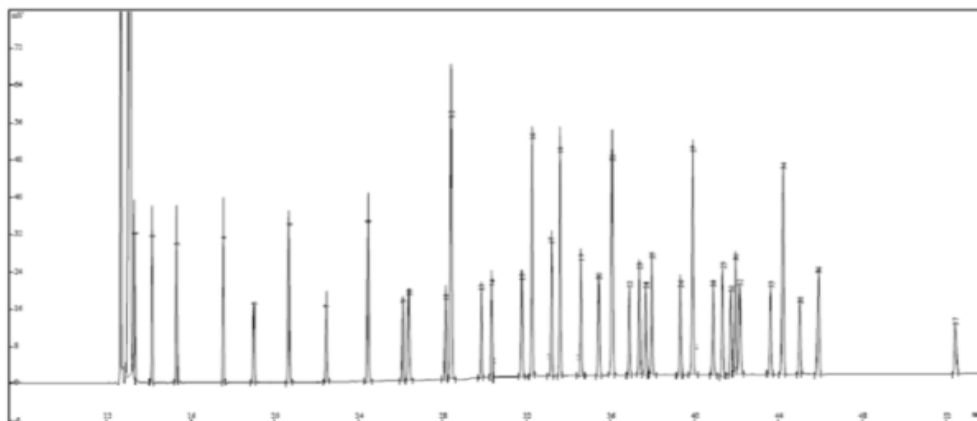


图 1 脂肪酸甲酯标准溶液色谱图

(1.丁酸甲酯 2.己酸甲酯 3.辛酸甲酯 4. 癸酸甲酯 5.十一碳酸甲酯 6.月桂酸甲酯 7. 十三碳酸甲酯 8.肉豆蔻酸甲酯 9.肉豆蔻油酸甲酯 10.十五碳酸甲酯 11.十五碳一烯酸甲酯 12.棕榈酸甲酯 13.棕榈油酸甲酯 14.十七碳酸甲酯 15.十七碳一烯酸甲酯 16. 硬脂酸甲酯 17.反式油酸甲酯 18.油酸甲酯 19.反式亚油酸甲酯 20.亚油酸甲酯 21.花生酸甲酯 22.亚麻酸甲酯 23.二十碳一烯酸甲酯 24.α-亚麻酸甲酯 25.二十一碳酸甲酯 26.二十碳二烯酸甲酯 27.二十二碳酸甲酯 28.二十碳三烯酸甲酯 29.芥酸甲酯 30.二十碳三烯酸甲酯 31.花生四烯酸 ARA甲酯 32.二十三碳酸甲酯 33.二十二碳二烯酸甲酯 34. 二十四碳酸甲酯 35. 二十碳五烯酸EPA甲酯 36.二十四碳一烯酸甲酯 37.二十二碳六烯酸甲酯DHA)

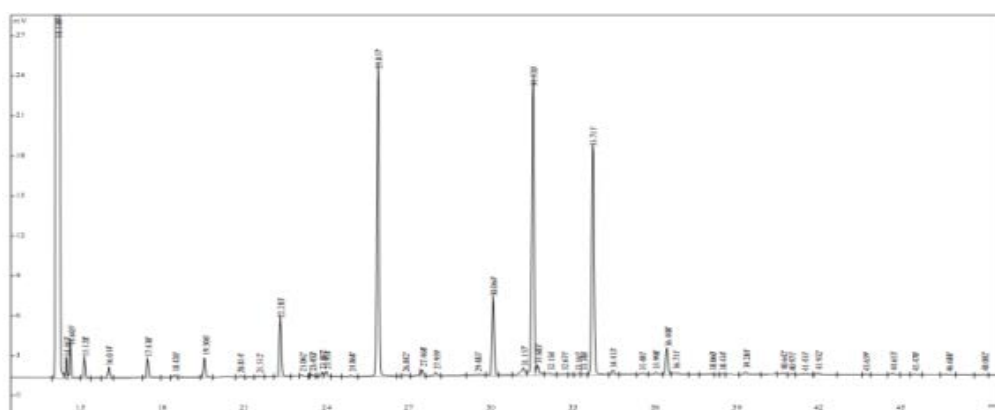


图 2 牛奶中的脂肪酸色谱图

结论

本实验依据 GB 5009.168-2016 第二法，用 100%二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱检测婴



幼儿乳品中的脂肪酸，并结合气相色谱-氢火焰离子化检测器对样品进行了检测，结果脂肪酸保留时间稳定，峰形和分离度良好，且与样品中杂质分离效果较好，说明 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱能够用于婴幼儿配方乳品中脂肪酸的检测。

附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
100%二氰丙基聚硅氧烷气 相色谱柱	100 m × 0.25 mm × 0.20 μm	1 支	7125-A002
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色橡胶 /米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819
微孔滤膜	尼龙，50 mm，0.45 μm	100 片	AM025045