

饱和脂肪酸含量和脂肪酸组成及比例一致性检验

陈青青

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 试样在碱性条件下皂化和甲酯化, 生成脂肪酸甲酯, 经毛细管柱气相色谱分析, 修正归一法定量测定脂肪酸百分含量。

关键词: 饱和脂肪酸;气相色谱;检测方法

1 检测方法

依据国家标准: 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定 (GB 5009.168-2016) 食用调和油 (GB/T 40851-2021)

2 试剂和材料

2.1 试剂

- 1) 正己烷: 色谱纯
- 2) 三氟化硼甲醇溶液, 浓度为 15%。
- 3) 氢氧化钠甲醇溶液 (2%): 取 2g 氢氧化钠溶解在 100mL 甲醇中, 混匀。

2.2 仪器设备

- 1) GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器 (FID)
- 2) HS 930 全自动顶空进样器
- 3) RBX-FAME/100m*0.25mm*0.25um

3 样品配制

3.1 试样的配制

- 1) 配制食用调和油实验样品: 称取大豆油约 47.5g、花生油约 2.25g、芝麻油约 0.15g 和葵花籽油约 0.1g (精确至 0.0001g) 于 100mL 具塞试管中, 旋转混匀 30min, 待混合均匀后, 备用 (得到食用调和油比例为 95%大豆油、4.5%花生油、0.3%芝麻油和 0.2%葵花籽油)。
- 2) 试样前处理: 分别称取均匀试样各约 0.1g (精确至 0.0001g) 于 20mL 样品瓶中, 加入 4mL 2%氢氧化钠甲醇, 热水浴超声, 直至油滴消失。再加入 3mL 15%三氟化硼甲醇溶液, 热水浴 2min。待冷却, 加入 3mL 正己烷, 振摇 2min, 静置分层, 取上层溶液到样品瓶中,

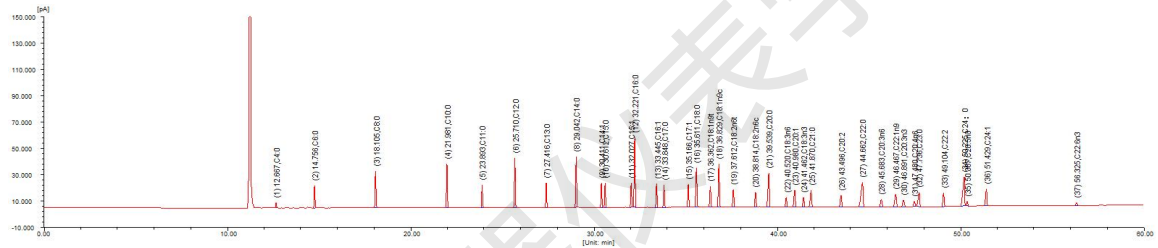
待测。

4 测定

4.1 色谱条件

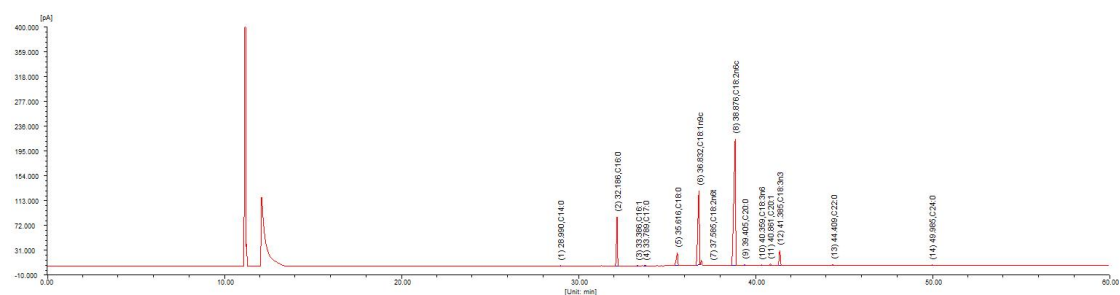
- (1) 进样口：270°C；
- (2) 柱温：100°C(13min)-10°C/min-180°C(6min)-2°C/min-200°C(10min)-10°C/min-230°C(10min)；
- (3) 检测器：250°C；
- (4) 恒流：0.8 mL/min；
- (5) 分流比：20:1；
- (6) 进样量：0.2 uL。

4.2 37 种脂肪酸标样典型谱图及分析结果



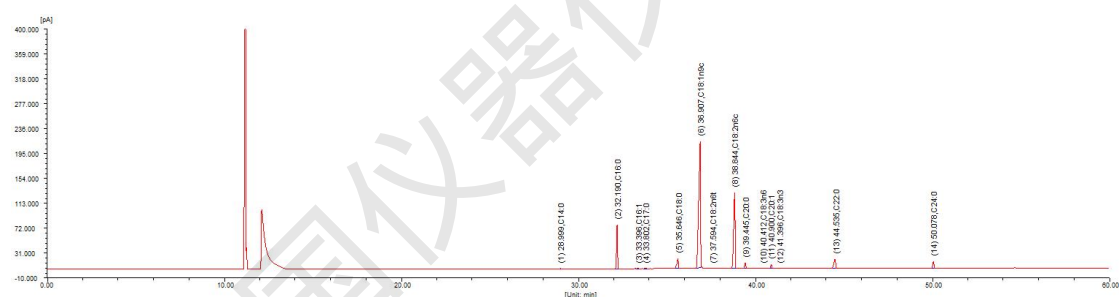
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[AU]	峰面积[AU*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C4:0	12.667	0.048	4050.4	12580.6	0.4491	0.4491
2	C6:0	14.756	0.051	17214.7	56685.0	2.0235	2.0235
3	C8:0	18.105	0.054	28125.8	98422.0	3.5135	3.5135
4	C10:0	21.981	0.053	33670.5	115706.9	4.1305	4.1305
5	C11:0	23.893	0.052	17450.4	58778.6	2.0983	2.0983
6	C12:0	25.710	0.052	37736.8	125477.7	4.4793	4.4793
7	C13:0	27.416	0.051	18755.2	61643.6	2.2005	2.2005
8	C14:0	29.042	0.052	38701.1	129226.6	4.6131	4.6131
9	C14:1	30.411	0.053	18939.3	64767.7	2.3121	2.3121
10	C15:0	30.612	0.052	18932.8	63391.3	2.2629	2.2629
11	C15:1	32.027	0.055	18539.4	64887.0	2.3163	2.3163
12	C16:0	32.221	0.059	53330.6	200642.3	7.1625	7.1625
13	C16:1	33.445	0.057	18153.9	66579.5	2.3767	2.3767
14	C17:0	33.848	0.058	17427.0	64522.4	2.3033	2.3033
15	C17:1	35.166	0.060	17525.5	67760.5	2.4189	2.4189
16	C18:0	35.611	0.070	29980.0	132938.9	4.7456	4.7456
17	C18:1n9t	36.362	0.066	15995.1	67949.5	2.4257	2.4257
18	C18:1n9c	36.829	0.065	33127.7	139111.7	4.9660	4.9660
19	C18:2n6t	37.612	0.066	13788.5	58299.0	2.0812	2.0812
20	C18:2n6c	38.814	0.070	11420.1	51538.3	1.8398	1.8398
21	C20:0	39.539	0.085	25922.5	141077.1	5.0362	5.0362
22	C18:3n6	40.520	0.077	7404.1	36555.7	1.3050	1.3050
23	C20:1	40.980	0.081	13123.5	68489.5	2.4449	2.4449
24	C18:3n3	41.462	0.080	7505.3	38551.8	1.3762	1.3762
25	C21:0	41.870	0.086	12948.1	71821.1	2.5639	2.5639
26	C20:2	43.496	0.090	8999.5	52225.5	1.8643	1.8643
27	C22:0	44.662	0.125	19032.8	149560.4	5.3390	5.3390
28	C20:3n6	45.683	0.099	5928.6	37516.7	1.3393	1.3393
29	C22:1n9	46.467	0.106	10073.4	68603.6	2.4490	2.4490
30	C20:3n3	46.891	0.104	5761.5	38472.9	1.3734	1.3734
31	C20:4n6	47.480	0.090	4180.6	24228.9	0.8649	0.8649
32	C23:0	47.736	0.099	11241.7	70347.9	2.5113	2.5113
33	C22:2	49.104	0.077	10550.6	52201.5	1.8635	1.8635
34	C24:0	50.225	0.108	22427.8	151589.4	5.4114	5.4114
35	C20:5n3	50.387	0.073	3902.4	17822.2	0.6362	0.6362
36	C24:1	51.429	0.083	12956.0	68958.5	2.4617	2.4617
37	C22:6n3	56.325	0.091	2136.9	12354.4	0.4410	0.4410
	总计:			646960.4	2801285.9	100.0000	100.0000

4.3 大豆油样品典型谱图及分析结果



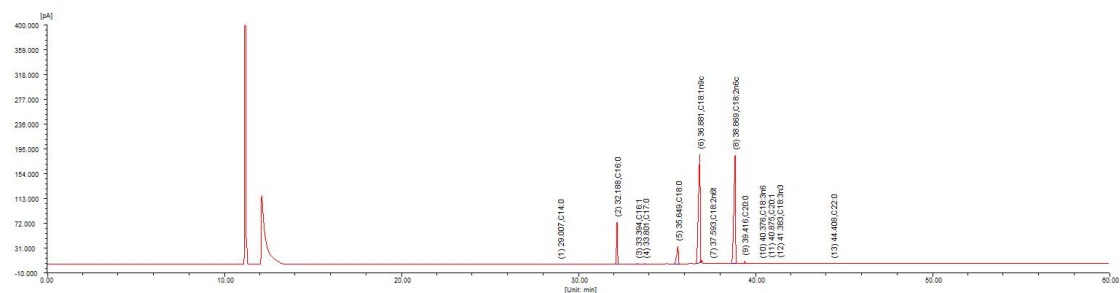
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0	28.990	0.053	545.1	1858.3	0.0634	0.0627
2	C16:0	32.186	0.065	81790.0	336617.8	11.4781	11.4298
3	C16:1	33.386	0.058	574.3	2159.5	0.0736	0.0733
4	C17:0	33.789	0.067	662.4	2861.9	0.0976	0.0974
5	C18:0	35.616	0.098	22031.4	142639.8	4.8638	4.8683
6	C18:1n9c	36.832	0.098	123444.0	750394.0	25.5872	25.6031
7	C18:2n6t	37.585	0.082	33.6	160.7	0.0055	0.0055
8	C18:2n6c	38.876	0.115	210355.6	1497487.8	51.0620	51.0775
9	C20:0	39.405	0.072	3256.6	15011.6	0.5119	0.5145
10	C18:3n6	40.359	0.076	2130.0	10253.3	0.3496	0.3496
11	C20:1	40.861	0.077	2957.9	14214.5	0.4847	0.4871
12	C18:3n3	41.385	0.081	25249.4	131134.1	4.4715	4.4709
13	C22:0	44.409	0.094	3356.5	20213.5	0.6892	0.6952
14	C24:0	49.985	0.070	1722.6	7681.4	0.2619	0.2650
总计:				478109.5	2932688.1	100.0000	100.0000

4.4 花生油样品典型谱图及分析结果



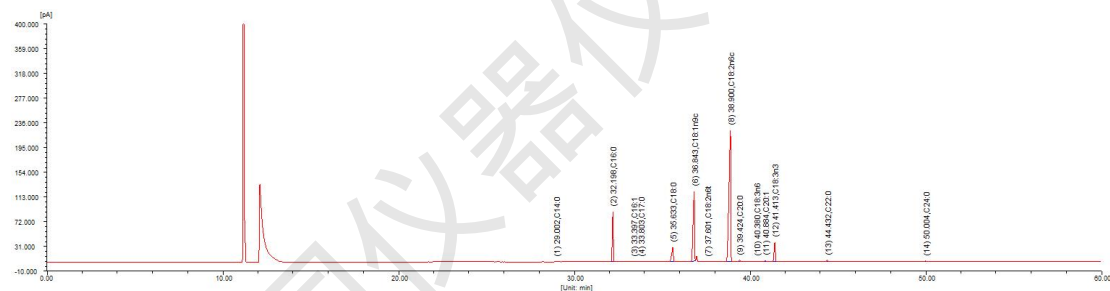
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0	28.999	0.053	208.7	707.1	0.0242	0.0239
2	C16:0	32.190	0.063	72878.5	292630.8	10.0047	9.9551
3	C16:1	33.396	0.059	450.2	1703.6	0.0582	0.0579
4	C17:0	33.802	0.067	471.4	2035.4	0.0696	0.0694
5	C18:0	35.646	0.089	17364.2	110493.0	3.7776	3.7783
6	C18:1n9c	36.907	0.119	209467.3	1532916.3	52.4088	52.4020
7	C18:2n6t	37.594	0.037	6.8	15.3	0.0005	0.0005
8	C18:2n6c	38.844	0.089	126195.6	717353.2	24.5255	24.5146
9	C20:0	39.445	0.076	10728.6	52019.1	1.7785	1.7863
10	C18:3n6	40.412	0.085	33.6	188.8	0.0065	0.0064
11	C20:1	40.900	0.079	7123.7	35677.5	1.2198	1.2249
12	C18:3n3	41.396	0.082	366.2	1918.4	0.0656	0.0655
13	C22:0	44.535	0.114	16103.3	116587.2	3.9860	4.0177
14	C24:0	50.078	0.081	11652.8	60677.3	2.0745	2.0973
总计:				473051.0	2924923.3	100.0000	100.0000

4.5 芝麻油样品典型谱图及分析结果



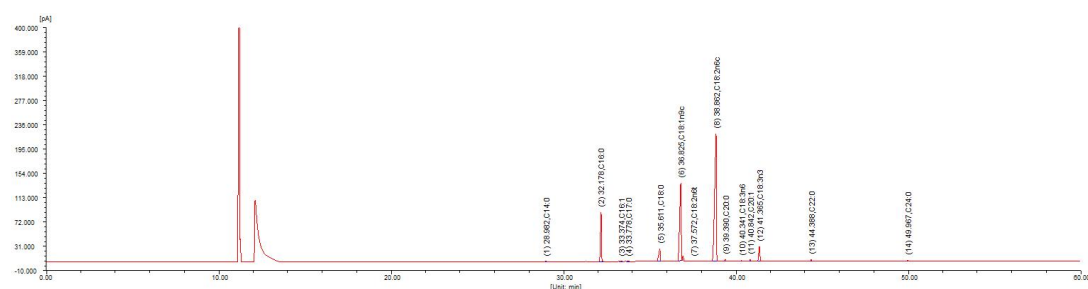
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0	29.007	0.054	110.0	389.9	0.0133	0.0131
2	C16:0	32.188	0.062	69676.5	275892.8	9.3881	9.3476
3	C16:1	33.394	0.059	804.0	3013.9	0.1026	0.1021
4	C17:0	33.801	0.068	324.2	1430.7	0.0487	0.0486
5	C18:0	35.649	0.101	29102.8	199756.7	6.7974	6.8030
6	C18:1n9c	36.881	0.110	179745.7	1222763.3	41.6085	41.6297
7	C18:2n6t	37.593	0.076	92.3	427.2	0.0145	0.0145
8	C18:2n6c	38.869	0.104	179817.2	1192781.0	40.5883	40.5961
9	C20:0	39.416	0.073	5092.7	23803.3	0.8100	0.8141
10	C18:3n6	40.376	0.077	60.2	289.6	0.0099	0.0099
11	C20:1	40.875	0.078	1176.6	5755.8	0.1959	0.1968
12	C18:3n3	41.383	0.081	1317.5	6738.4	0.2293	0.2292
13	C22:0	44.408	0.094	943.5	5692.0	0.1937	0.1954
总计:				468263.3	2938734.5	100.0000	100.0000

4.6 葵花籽油样品典型谱图及分析结果

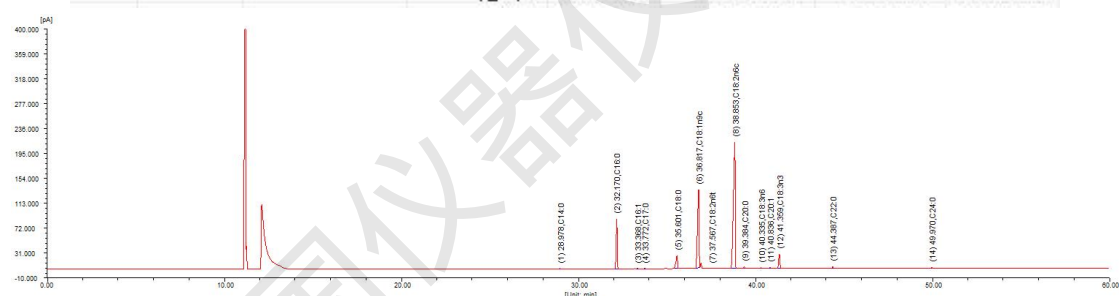


峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0	29.002	0.053	562.7	1928.0	0.0630	0.0624
2	C16:0	32.198	0.065	84350.6	350194.4	11.4515	11.4035
3	C16:1	33.397	0.058	603.6	2256.1	0.0738	0.0734
4	C17:0	33.803	0.068	734.3	3229.6	0.1056	0.1055
5	C18:0	35.633	0.103	24611.9	162729.5	5.3213	5.3264
6	C18:1n9c	36.843	0.098	116543.8	710505.9	23.2338	23.2488
7	C18:2n6t	37.601	0.068	20.7	88.8	0.0029	0.0029
8	C18:2n6c	38.900	0.117	218927.7	1598618.7	52.2754	52.2927
9	C20:0	39.424	0.072	3299.4	15187.4	0.4966	0.4992
10	C18:3n6	40.380	0.077	1731.2	8551.5	0.2796	0.2796
11	C20:1	40.884	0.077	2518.5	12078.7	0.3950	0.3969
12	C18:3n3	41.413	0.081	32395.5	168323.7	5.5042	5.5037
13	C22:0	44.432	0.094	2950.9	17758.4	0.5807	0.5858
14	C24:0	50.004	0.070	1480.6	6622.8	0.2166	0.2191
总计:				490731.7	3058073.3	100.0000	100.0000

4.7 食用调和油典型谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0	28.982	0.053	558.1	1908.5	0.0619	0.0613
2	C16:0	32.178	0.066	83823.8	350264.9	11.3680	11.3198
3	C16:1	33.374	0.058	603.7	2288.5	0.0743	0.0739
4	C17:0	33.778	0.067	675.7	2937.0	0.0953	0.0952
5	C18:0	35.611	0.099	22249.0	146742.8	4.7626	4.7669
6	C18:1n9c	36.825	0.101	131825.5	826249.2	26.8164	26.8321
7	C18:2n6t	37.572	0.081	35.0	167.7	0.0054	0.0054
8	C18:2n6c	38.862	0.115	215756.9	1538616.4	49.9366	49.9502
9	C20:0	39.390	0.072	3752.4	17319.0	0.5621	0.5650
10	C18:3n6	40.341	0.077	2163.6	10685.1	0.3468	0.3467
11	C20:1	40.842	0.077	3301.0	15918.4	0.5166	0.5192
12	C18:3n3	41.365	0.080	25626.5	132214.6	4.2911	4.2905
13	C22:0	44.388	0.094	4201.0	25428.1	0.8253	0.8324
14	C24:0	49.967	0.070	2321.9	10399.1	0.3375	0.3415
总计:				496894.2	3081139.1	100.0000	100.0000



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	C14:0	28.978	0.053	540.6	1841.0	0.0619	0.0612
2	C16:0	32.170	0.064	82065.8	338511.1	11.3803	11.3320
3	C16:1	33.368	0.059	580.6	2217.3	0.0745	0.0742
4	C17:0	33.772	0.067	657.6	2834.1	0.0953	0.0951
5	C18:0	35.601	0.099	21908.5	142385.5	4.7868	4.7911
6	C18:1n9c	36.817	0.099	129900.4	799757.9	26.8869	26.9026
7	C18:2n6t	37.567	0.078	36.2	165.0	0.0055	0.0055
8	C18:2n6c	38.853	0.113	208878.9	1482468.5	49.8388	49.8523
9	C20:0	39.384	0.072	3650.0	16923.2	0.5689	0.5718
10	C18:3n6	40.335	0.077	2072.4	10234.3	0.3441	0.3440
11	C20:1	40.836	0.077	3186.9	15395.3	0.5176	0.5201
12	C18:3n3	41.359	0.081	24429.9	126784.0	4.2623	4.2617
13	C22:0	44.387	0.094	4120.7	24827.4	0.8347	0.8419
14	C24:0	49.970	0.070	2281.1	10179.5	0.3422	0.3462
总计:				484309.4	2974523.8	100.0000	100.0000

5 实验结果

表 1 溯源单品种食用植物油的脂肪酸组成

峰序	脂肪酸	脂肪酸组成/%			
		大豆油	花生油	芝麻油	葵花籽油
1	C14:0	0.1	-	-	0.1
2	C16:0	11.4	10.0	9.3	11.4
3	C16:1	0.1	0.1	0.1	0.1
4	C17:0	0.1	0.1	-	0.1
5	C18:0	4.9	3.8	6.8	5.3
6	C18:1n9c	25.6	52.4	41.6	23.2
7	C18:2n6t	-	-	-	-
8	C18:2n6c	51.1	24.5	40.6	52.3
9	C20:0	0.5	1.8	0.8	0.5
10	C18:3n6	0.3	-	-	0.3
11	C20:1	0.5	1.2	0.2	0.4
12	C18:3n3	4.5	0.1	0.2	5.5
13	C22:0	0.7	4.0	0.2	0.6
14	C24:0	0.3	2.1	-	0.2

表 2 食用调和油比例一致性

脂肪酸	脂肪酸组成/%		绝对差值/%	一致性要求
	食用调和油产品	配方理论值		
C14:0	0.1	0.1	-	-
C16:0	11.3	11.4	0.1	≤3%
C16:1	0.1	0.1	-	-
C17:0	0.1	0.1	-	-
C18:0	4.8	4.9	0.1	≤0.6%
C18:1n9c	26.8	25.6	1.2	≤3%
C18:2n6t	-	-	-	-
C18:2n6c	50.0	51.1	1.1	≤3%
C20:0	0.6	0.5	0.1	≤0.6%
C18:3n6	0.3	0.3	-	-
C20:1	0.5	0.5	-	≤0.6%
C18:3n3	4.3	4.5	0.2	≤0.6%
C22:0	0.8	0.7	0.1	≤0.6%
C24:0	0.3	0.3	-	-

表 3 实验食用调和脂肪酸组成和配方理论值

脂肪酸	脂肪酸组成/%		绝对差值/%	一致性要求
	食用调和油产品	配方理论值		
C14:0	0.1	0.1	-	-
C16:0	11.3	11.4	0.1	≤3%
C16:1	0.1	0.1	-	-
C17:0	0.1	0.1	-	-
C18:0	4.8	4.9	0.1	≤0.6%
C18:1n9c	26.9	25.6	1.3	≤3%
C18:2n6t	-	-	-	-
C18:2n6c	49.9	51.1	1.2	≤3%
C20:0	0.6	0.5	0.1	≤0.6%
C18:3n6	0.3	0.3	-	-
C20:1	0.5	0.5	-	≤0.6%
C18:3n3	4.3	4.5	0.2	≤0.6%
C22:0	0.8	0.7	0.1	≤0.6%
C24:0	0.3	0.3	-	-