食用油中多不饱和脂肪酸的含量及其 不确定度的评定

张 涛,胡 旭,程江南,赵婷婷,马 媛,张 娟,安熙强* (新疆维吾尔自治区药物研究所,乌鲁木齐 830004)

摘 要:目的 建立紫外分光光度法测定食用油中多不饱和脂肪酸含量和不确定度的数学模型。方法 根据 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》,分析测量不确定度分量的主要来源,对各不确定度分量进行评 定和计算。结果 食用油中多不饱和脂肪酸含量在 $1 \sim 10~\mu \text{g/mL}$ 范围内与吸光度呈良好的线性关系,线性方程 为 Y=73.966X+0.006,相关系数为 0.9998。当食用油中多不饱和脂肪酸为 56.12%时,其测量结果的扩展不确定 度 U=1.84%,(k=2)。根据测量结果分析,不确定度的主要来源为重复性测量、标准溶液配制过程和标准曲线拟 合等过程。结论 该研究可为实验室评定食用油中多不饱和脂肪酸的测定结果质量提供参考。

关键词: 食用油; 多不饱和脂肪酸; 紫外分光光度法; 不确定度

Determination of the content of polyunsaturated fatty acid in edible oil and evaluation of its uncertainty

ZHANG Tao, HU Xu, CHENG Jiang-Nan, ZHAO Ting-Ting, MA Yuan, ZHANG Juan, AN Xi-Qiang*

(The Xinjiang Institute of Meteria Medica, Urumqi 830004, China)

ABSTRACT: Objective To established an ultraviolet-spectrophotometry method for determination of the content of polyunsaturated fatty acid in edible oil, and a mathematical model of the uncertainty. **Method** Based on JJF1059.1-2012 "Evaluation and expression of uncertainty in measurement", the main source of uncertainty were analyzed, and the uncertainty components were evaluated and calculated. **Result** The results showed that the linear range of polyunsaturated fatty acid in edible oil was $1\sim10$ mg/mL, the linear equation was Y=73.966X+0.006 (r=0.9998), and the expanded uncertainty was 1.84% (k=2) when the content of polyunsaturated fatty acid was 56.12% in edible oil. According to analysis of measurement, the main sources of uncertainty were repetitive measurement, dispensing process of standard solution and the fitting of the standard curve. **Conclusion** This method can provide reference to evaluate quality of polyunsaturated fatty acid in edible oil.

KEY WORDS: edible oil; polyunsaturated fatty acid; ultraviolet-spectrophotometry; uncertainty

基金项目:新疆维吾尔自治区高技术研究发展项目(201110109)

Fund: Supported by the Xinjiang Uygur Autonomous Region High Technology Research and Development Project (201110109)

*通讯作者: 安熙强, 研究员, 主要研究方向为食品和药品的新工艺和新剂型研究。E-mail: 1550129484@qq.com

*Corresponding author: AN Xi-Qiang, Researcher, Xinjiang Institute of Meteria Medica, No 140, Xinhua South Road, Urumqi 830004, China. E-mail: 1550129484@qq.com

1 引言

研究表明,多不饱和脂肪酸(PUFA)是所有细胞膜的重要成分,对机体的激素代谢和许多酶的活性起调控作用,PUFA 能降低血栓形成、抑制动脉粥样硬化、降血压、调节血脂水平、抵抗癌症、降低脂肪、增强免疫调节、延缓免疫功能的衰退以及对新生儿脑和视力的发育等有重要作用[1-4]。但是,PUFA 摄取过量会影响脂肪代谢平衡,引起消化不良、高血压、糖尿病等,同时作为脂肪成分,则会引起能量过剩,导致负面作用[5]。

食用油是获取PUFA的主要来源之一,随着人们生活水平的提高,食用油安全问题一直倍受关注,我国是食用油的消费大国,因此,其质量将直接影响人们的健康和生活质量,加强多不饱和脂肪酸的检测对控制食用油的质量至关重要^[6-8]。测量不确定度是反映检测结果可信度和准确性的重要参数,一份完整的检测报告应包含对其测量不确定度的分析^[9-11]。本研究根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的要求^[12],以紫外分光光度法测定食用油中多不饱和脂肪酸的含量^[13],并对其测定结果的不确定度进行评定。以期找出影响检测结果不确定度的各种因素,为评定检测结果的可靠程度提供参考。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

大豆油 (市售);多不饱和脂肪酸标准品 (国家粮食局科学研究院);乙醇 (分析纯,天津市百世化工有限公司);氢氧化钾 (分析纯,北京化工厂);盐酸 (分析纯,北京化工厂);硼酸 (分析纯,天津光复精细化工厂);脂肪氧化酶(美国 Sigma 公司);实验用水为超纯水。

2.2 仪器与设备

ML204 型电子分析天平(感量 0.1 mg, 瑞士梅特勒-托利多公司); UV765 型紫外分光光度计(上海精科有限公司)。

2.3 方 法

2.3.1 样品处理

精密称取食用油 100 mg(精确至 0.1 mg), 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 氢氧化钾-乙醇溶液,

置暗处, 皂化 4 h。皂化后, 加入 20 mL 1.0 mol/L 硼酸钾缓冲溶液和 10 mL 盐酸溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。

吸取上述溶液 1 mL 至另一个 100 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 1.0 mol/L 硼酸钾缓冲溶液, 加水稀释至 刻度, 摇匀。

取 0.1 mL 脂肪酸氧化酶稀释液至试管中, 再从上述定容后的样品溶液中吸取 2 mL 加至试管中, 轻摇混匀。

2.3.2 多不饱和脂肪酸标准溶液的配制

精密称取多不饱和脂肪酸标准品 160 mg, 置于 100 mL 容量瓶中, 精确至 0.1 mg。按 2.3.1 的方法进行皂化并稀释至刻度。

吸取上述溶液 10 mL至另一个 100 mL容量瓶中,加入 18 mL 1.0 mol/L 硼酸钾缓冲溶液,加水稀释至刻度,摇匀,配成 0.1 mg/mL 的标准工作液。

2.3.3 补偿溶液的配制

采用同样的样品处理方法,但以 0.1 mL 脂肪氧化酶灭活液代替脂肪氧化酶稀释液来制备样品补偿溶液,用于补偿样品中原有的共轭二烯酸产生的吸光度。

2.3.4 测 定

以样品补偿溶液调节仪器零点,对多不饱和脂肪酸标准溶液进行扫描,测得最大吸收波长为235 nm。

3 结果与分析

3.1 绘制标准曲线

准确吸取多不饱和脂肪酸标准溶液 0、1、2、4、6、8 和 10 mL,分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中,均用 0.2 mol/L 硼酸钾缓冲溶液稀释至刻度。取 0.1 mL 脂肪酸氧化酶稀释液置于 7 只试管中,在每只试管中分别添加 3 mL 相应的标准溶液(每支试管一个稀释度),轻摇混匀。以样品补偿溶液调节仪器零点,在 235 nm 处测定吸光度 Y。用最小二乘法对吸光度 Y 与多不饱和脂肪酸浓度 X(mg/mL)进行线性拟合,得到回归方程 Y=73.966X+0.006,相关系数 r=0.9998,见图 1。

3.2 样品测定

吸取待测样品溶液 2 mL, 于最大吸收波长 235 nm 处测定吸光度, 用样品补偿溶液调节仪器零点,

从标准曲线上求出对应的溶液浓度,从而计算出样品中多不饱和脂肪酸含量,结果见表 1。

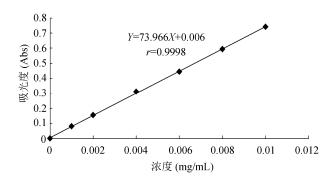


图 1 多不饱和脂肪酸浓度与吸光度标准曲线

Fig. 1 Polyunsaturated fatty acid concentration and absorbance standard curve

3.3 数学模型的建立

多不饱和脂肪酸含量计算公式为:

$$X = \frac{cVf}{m} \times 100$$

式中: X 为样品中多不饱和脂肪酸的含量(%); c 为样品待测液中多不饱和脂肪酸的浓度(mg/mL); V 为样品定容体积(mL); f 为稀释倍数; m 为样品质量(mg)。

3.4 测量不确定度的主要来源

依据《动植物油脂具有顺,顺 1,4-二烯结构的多不饱和脂肪酸的测定》(GB/T 21495-2008)的方法测定食用油中多不饱和脂肪酸含量^[13],其不确定度来源主要有以下几个方面: (1)标准溶液配制引入的不确定度; (2)样品称量引入的不确定度; (3)样品定容引入的不确定度; (4)重复测量引入的不确定度; (5)标准曲线拟合引入的不确定度。

3.5 测量不确定度的评定

3.5.1 标准溶液配制引入的不确定度

标准溶液配制引入的不确定度主要包括:标准 品纯度、标准品称量、容量瓶、移液管等方面引入的 不确定度。

(1)标准品纯度引入的不确定度

标准物质证书给出的不确定度为 1.6%, 包含因子 k=2, 则标准品纯度引入的不确定度为:

$$u_{\rm rel}(P) = \frac{1.6\%}{2} = 8.00 \times 10^{-3}$$

(2)标准品称量引入的不确定度

①天平校准引入的不确定度

天平检定给出分析天平的不确定度为 0.1 mg, 按均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,则由天平校准引入的不确定度为:

$$u_1(m) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-2} \text{ mg}$$

②天平重复性引入的不确定度

按《化学分析中不确定度的评估指南》得到分析 天平的重复性约为 0.5 乘以最后一位有效数字^[14]。该 实验室分析天平的最后一位有效数字为 0.1 mg, 所 以称量重复性引入的不确定度分量为:

$$u_2(m)=0.1\times0.5=5.00\times10^{-2}$$
 mg

称量采用差量法,应计 2 次不确定度,所以重复性引入的不确定度为:

$$u(m) = \sqrt{2 \times \left[u_1^2(m) + u_2^2(m)\right]} = 1.08 \times 10^{-1} \text{ mg}$$

标准品称量值 m=160 mg,则由标准品称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{u(m)}{m} = \frac{1.08 \times 10^{-1}}{160} = 6.75 \times 10^{-4}$$

表 1 食用油中多不饱和脂肪酸含量的测定结果(n=6)
Table 1 Results of the content of edible oil polyunsaturated fatty acid (n=6)

取样量(mg)	吸光度	多不饱和脂肪酸浓度(mg/mL)	多不饱和脂肪酸含量(%)	平均值(%)	RSD(%)
100.6	0.4256	0.00567	56.36		0.03
100.5	0.4324	0.00583	58.01		
99.7	0.4147	0.00575	57.67	56.12	
100.2	0.4161	0.00555	55.39		
99.8	0.4104	0.00547	54.81		
100.4	0.4104	0.00547	54.48		

(3)容量瓶引入的不确定度

①容量瓶校准引入的不确定

根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》 [15] 给出的 100 mL A 级容量瓶的允许误差为 \pm 0.10 mL(包括体积校准、重复性和人员读数 3 个方面),按照均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,则 100 mL 容量瓶校准引入的不确定度为:

$$u_1(V_{\Re 100}) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

②温度引入的不确定度

水在 20 \mathbb{C} 时的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/\mathbb{C}^{[14]}$, 假设温度变化范围为 ± 3 \mathbb{C} , 则 100 mL 容量瓶中定容的溶液体积变化为:

$$\triangle V_{\approx 100} = 100 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3 = 6.30 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

在置信水平为 95%时,包含因子 k=1.96,则温度变化引入的不确定度为:

 $u_2(V_{\Re 100})$ = $\triangle V_{\Re 100}/k$ = $6.30\times 10^{-2}/1.96$ = 3.21×10^{-2} mL 容量瓶引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\Re 100}) = \sqrt{u_1^2(V_{\Re 100}) + u_2^2(V_{\Re 100})} /100 = 6.60 \times 10^{-4}$$

(4)移液管引入的不确定度

①移液管校准误差引入的不确定度

根据 JJG 646-2006《移液器检定规程》^[16]给出的 10 mL A 级移液管的允许误差为 \pm 0.05 mL(包括体积校准、重复性和人员读数 3 个方面),按照均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,则 10 mL 移液管校准引入的不确定度为:

$$u_1(V_{810}) = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 2.89 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

②温度引入的不确定度

水在 20 °C 时的膨胀系数为 2.1×10^{-4} °C [14],假设温度变化范围为 ± 3 °C,则量程为 10 mL 的移液管吸取 10 mL 的溶液体积变化为:

$$\triangle V_{10} = 10 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3 = 6.30 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

在置信水平为 0.95 时,包含因子 k=1.96,则温度变化引入的不确定度为:

$$u_2(V_{810}) = \triangle V_{810}/k = 6.30 \times 10^{-3}/1.96 = 3.21 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

10 mL 移液管引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{1810}) = \sqrt{u_1^2(V_{1810}) + u_2^2(V_{1810})} / 10 = 2.91 \times 10^{-3}$$

使用100 mL容量瓶定容2次,应计2次不确定度, 因此,标准溶液配制引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(f) = \sqrt{u_{\text{rel}}^{2}(P) + u_{\text{rel}}^{2}(m) + u_{\text{rel}}^{2}(V_{\text{25100}}) + u_{\text{rel}}^{2}(V_{\text{25100}}) + u_{\text{rel}}^{2}(V_{\text{25100}})} = 8.59 \times 10^{-3}$$

3.5.2 样品称量引入的不确定度

样品称量引入的不确定度包括天平校准引入的 不确定度和称量重复性引入的不确定度。

(1)天平校准引入的不确定度

天平检定给出分析天平的不确定度为 0.1 mg, 按均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,则由天平校准引入的不确定度为:

$$u_1(M) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-2} \text{ mg}$$

(2)天平重复性引入的不确定度

按《化学分析中不确定度的评估指南》得到分析 天平的重复性约为 0.5 乘以最后一位有效数字^[14]。该 实验室分析天平的最后一位有效数字为 0.1 mg, 所 以称量重复性引入的不确定度分量为:

$$u_2(M)=0.1\times0.5=5.00\times10^{-2} \text{ mg}$$

称量采用差量法,应计2次不确定度,所以重复性引入的不确定度为:

$$u(M) = \sqrt{2 \times \left[u_1^2(M) + u_2^2(M)\right]} = 1.08 \times 10^{-1} \text{ mg}$$

样品称量值 $M=100 \, \mathrm{mg}$,则由标准品称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(M) = \frac{u(M)}{M} = \frac{1.08 \times 10^{-1}}{100} = 1.08 \times 10^{-3}$$

3.5.3 样品定容引入的不确定度

(1)容量瓶引入的不确定度

①校准误差引入的不确定度

根据 JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》^[15] 给出的 100 mL A 级容量瓶的允许误差为 \pm 0.10 mL(包括体积校准、重复性和人员读数 3 个方面),按照均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,则 100 mL 容量瓶校准引入的不确定度为:

$$u_1(V_{\approx 100}) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

②温度引入的不确定度

水在 20 \mathbb{C} 时的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/\mathbb{C}^{[14]}$,假设温度变化范围为 ± 3 \mathbb{C} ,则 100 mL 溶液的体积变化为:

$$\triangle V \approx 100 = 100 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 3 = 6.30 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

在置信水平为 95%时,包含因子 k=1.96,则温度变化引入的不确定度为:

 $u_2(V_{\approx 100}) = \triangle V_{\approx 100}/k = 6.30 \times 10^{-2}/1.96 = 3.21 \times 10^{-2} \text{ mL}$ 容量瓶引入的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(V_{\approx 100}) = \sqrt{u_1^2(V_{\approx 100}) + u_2^2(V_{\approx 100})} /100 = 6.60 \times 10^{-4}$$

- (2)移液管引入的不确定度
- ①校准误差引入的不确定度

1 mL A 级移液管的允许误差为±0.008 mL; 2 mL A 级移液管的允许误差为±0.012 mL^[16](包括体积校准、重复性和人员读数 3 个方面),按照均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,则 1、2 mL 移液管校准引入的不确定度为:

$$u_1(V \bowtie 1) = 0.008 / \sqrt{3} = 4.62 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

 $u_1(V \bowtie 2) = 0.012 / \sqrt{3} = 6.93 \times 10^{-3} \text{ mL}$

②温度引入的不确定度

水在 20 \mathbb{C} 时的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/\mathbb{C}^{[14]}$,假设温度变化范围为 ± 3 \mathbb{C} ,则 1、2 mL 溶液的体积变化分别为:

$$\triangle V_{81}=1\times2.1\times10^{-4}\times3=6.30\times10^{-4} \text{ mL}$$

 $\triangle V_{82}=2\times2.1\times10^{-4}\times3=1.26\times10^{-3} \text{ mL}$

在置信水平为 95%时,包含因子 k=1.96,则温度变化引入的不确定度为:

$$u_2(V_{81}) = \triangle V_{81}/k = 6.30 \times 10^{-4}/1.96 = 3.21 \times 10^{-4} \text{ mL}$$
 $u_2(V_{82}) = \triangle V_{82}/k = 1.26 \times 10^{-3}/1.96 = 6.43 \times 10^{-4} \text{ mL}$ 移液管引入的相对标准不确定度:

 $u_{\text{rel}}(V_{18}) = \sqrt{u_1^2(V_{181}) + u_2^2(V_{181})} / 1 = 4.63 \times 10^{-3}$ $u_{\text{rel}}(V_{182}) = \sqrt{u_1^2(V_{182}) + u_2^2(V_{182})} / 2 = 3.48 \times 10^{-3}$

使用 100 mL容量瓶定容 2次, 应计 2次不确定度, 因此, 样品定容体积引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{\text{$\frac{2}{2}}100}) + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{$\frac{2}{2}}100}) + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{$\frac{1}{8}}1}) + u_{\text{rel}}^2(V_{\text{$\frac{1}{8}}2})}} = 5.87 \times 10^{-3}$$

3.5.4 重复性测量引入的不确定度

食用油中多不饱和脂肪酸的重复性测量结果见表 1, 由贝塞尔公式求得标准偏差(*n*=6):

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{6} (x_i - \overline{x})^2}{6 - 1}} = 1.4813\%$$

重复性测量引入的不确定度为:

$$u(rep) = \frac{s_x}{\sqrt{n}} = 0.6047\%$$

$$u_{rel}(rep) = \frac{u(rep)}{\overline{x}} = \frac{0.6047\%}{56.12\%} = 1.08 \times 10^{-2}$$

3.5.5 标准曲线拟合引入的不确定度

计算标准曲线方程的标准偏差,即残差的标准偏差。仪器吸光度测量值以及根据线性方程计算的吸光度值见表 2。

表 2 曲线的残差计算结果

Table 2 Calculation results of residual from the standard curve

	Table	2 Calculation	results of residual	from the standard cu	rve
n	浓度 c _{0j} (单位: mg/mL)	响应值 A _{0j}	计算值 ac _{0j} +b	$[A_{0j}$ - $(ac_{0j}+b)]^2$	$(c_{0j}$ - c_0) ² (单位: mg ² /mL ²)
_	0	0.0003	0.0060	3.249×10 ⁻⁵	1.6×10 ⁻⁵
1	0	0.0001		3.481×10 ⁻⁵	1.6×10°
	0.004	0.0808	0.0000	6.400×10 ⁻⁷	0.0.106
2	0.001	0.0803	0.0800	9.000×10 ⁻⁸	9.0×10 ⁻⁶
	0.000	0.1550	0.1539	1.210×10 ⁻⁶	40.40%
3	0.002	0.1548		8.100×10 ⁻⁷	4.0×10^{-6}
	0.004	0.3125	0.3019	1.124×10 ⁻⁴	•
4	0.004	0.3123		1.082×10 ⁻⁴	0
_	0.004	0.4463	0.4498	1.225×10 ⁻⁵	10.106
5	0.006	0.4461		1.369×10 ⁻⁵	4.0×10^{-6}
6		0.5965	0.5977	1.440×10 ⁻⁶	5
	0.008	0.5961		2.560×10 ⁻⁶	1.6×10 ⁻⁵
_		0.7448	0.5455	8.100×10 ⁻⁷	5
7	0.010	0.7444	0.7457	1.690×10 ⁻⁶	3.6×10 ⁻⁵
	$c_0^- = 0.004$			3.230×10 ⁻⁴	8.5×10 ⁻⁵

标准曲线的剩余标准差为:

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} \left[A_{0j} - \left(ac_{0j} + b \right) \right]^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{3.230 \times 10^{-4}}{14-2}} = 5.19 \times 10^{-3}$$

则由标准曲线拟合引入的不确定度为:

$$u(line) = \frac{s_r}{b} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c - c_0)^2}{\sum_{j=1}^{n} (c_{0j} - c_0)^2}} = \frac{1}{s_0}$$

$$\frac{5.19 \times 10^{-3}}{73.966} \times \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{14} + \frac{(0.00562 - 0.004)^2}{8.5 \times 10^{-5}}} = 3.64 \times 10^{-5}$$

式中: s_r 为标准曲线的剩余标准差(残差标准差); b 为标准曲线斜率; p 为待测样品的重复测定次数; n 为标准曲线的点数; \overline{c} 为待测样品浓度的平均值/(mg/mL); c_{0j} 为各标准液浓度值/(mg/mL); \overline{c}_0 为各点浓度的平均值/(mg/mL)。

由标准曲线引入的相对不确定度:

$$u_{\rm rel}(line) = \frac{u(line)}{c} = \frac{3.64 \times 10^{-5}}{0.00562} = 6.47 \times 10^{-3}$$

3.6 合成标准不确定度、扩展不确定度及结果 表述

以上各不确定度分量互不相关,则合成相对标准不确定度为:

$$u_{\rm rel} = \sqrt{{u_{\rm rel}}^2 \left(f \right) + {u_{\rm rel}}^2 \left(M \right) + {u_{\rm rel}}^2 \left(V \right) + {u_{\rm rel}}^2 \left(rep \right) + {u_{\rm rel}}^2 \left(line \right)}$$

$$= \sqrt{(8.59 \times 10^{-3})^2 + (1.08 \times 10^{-3})^2 + (5.87 \times 10^{-3})^2 + (1.08 \times 10^{-2})^2 + (6.47 \times 10^{-3})^2}$$

$$= 1.64 \times 10^{-2}$$

合成标准不确定度为:

 $u=u_{\rm rel} \times \overline{X} = 1.64 \times 10^{-2} \times 56.12\% = 0.9204\%$ 取包含因子 k=2,则扩展不确定度为:

 $U=k\cdot u=2\times 0.9204\%=1.84\%$

食用油中多不饱和脂肪酸含量的结果表述为:

 $(56.12\pm1.84)\%$, k=2

4 讨论

从不确定度评定过程中可以看出, 紫外分光光度法测定食用油中多不饱和脂肪酸含量的不确定度主要来源于重复性测量、标准溶液配制过程和标准曲线拟合等。文献报道大豆油中多不饱和脂肪酸的含量为55~58%^[17-19], 与本研究的测定结果基本一致, 说明 GB/T 21495-2008 的测定方法是准确的, 同时与文

献中使用的气质联用法比较^[18-19],本方法具有设备简单、操作方便等优点,只要检测人员在使用本方法时,注意增加平行测定、选用高纯度的标准品、选用精度较高的玻璃量器和控制多不饱和脂肪酸标准曲线的绘制方法及曲线拟合度,便可减小引入的不确定度,从而提高检测质量。

参考文献

- [1] 姚世勇, 刘通, 刘荣, 等. 多不饱和脂肪酸及其抗癌作用研究进展[J]. 重庆工商大学学报(自然科学版), 2014, 31(12): 86–91. Yao SY, Liu T, Li R, *et al.* Research progress in polyunsaturated fatty acids and their anti-cancer role [J]. J Chongqing Technol Business Univ (Nat Sci), 2014, 31(12): 86–91.
- [2] 郎丽巍, 王洪允, 胡蓓, 等. 多不饱和脂肪酸在癌症及炎症疾病方面的研究进展[J]. 中国生化药物杂志, 2014, 1: 153-155, 158.
 - Lang LW, Wang HY, Hu B, *et al.* Research advances of polyunsaturated fatty acids in cancer and inflammation disease [J]. Chin J Biochem Pharm, 2014, 1: 153–155, 158.
- [3] 张嘉怡, 杜冰, 谢蓝华, 等. 微胶囊技术在多不饱和脂肪酸中的应用进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(5): 1342-1346.
 - Zhang JY, Du B, Xie LH, *et al.* Progress of application of microencapsulation technology in polyunsaturated fatty acids [J]. J Food Saf Qual, 2013, 4(5): 1342–1346.
- [4] 孙翔宇, 高贵田, 段爱莉, 等. 多不饱和脂肪酸的研究进展[J]. 食品工业科技, 2012, 33(7): 418-423.

 Sun XY, Gao GT, Duan AL, *et al.* Research progress in polyunsaturated fatty acids [J]. Sci Technol Food Ind, 2012, 33(7): 418-423.
- [5] 陈震南, 陈震东, 魏正惠. 浅析多不饱和脂肪酸植物油的负面作用与品种改良[J]. 福建农业学报, 1998, 13(3): 14-20.

 Chen ZN, Chen ZD, Wei ZH. Negative effect of vegetable Oil rich in PUFA and cultivar improvement of oil plant [J]. Fujian J Agric Sci, 1998, 13(3): 14-20.
- [6] 李书国, 李雪梅, 陈辉. 我国食用油质量安全现状、存在问题及对策研究[J]. 粮食与油脂, 2005, 12: 3-6.

 Li SG, Li XM, Chen H. Study on the status, the problem and the countermeasures of edible oil quality and safety in china [J]. Cereals Oils, 2005, 12: 3-6.
- [7] 齐婕, 尹桂香, 罗红. 植物油多不饱和脂肪酸对机体健脑作用的研究[J]. 北华大学学报(自然科学版), 2007, 8(4): 328-331.

 Qi J, Yin GX, Luo H. Effect of vegetable oil polyunsaturated fatty acid (PUFA) on human's brain [J]. J Beihua Univ (Nat Sci),

2007, 8(4): 328-331.

[8] 刘超然. 多价不饱和脂肪酸研究的新动向[J]. 中国油脂, 1987, 6: 2-15

Liu CR. Polyunsaturated fatty acids in the new trend of research [J]. China Oil Fat, 1987, 6: 2–15.

[9] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.

Laboratory accreditation council for national in China. Guide for evaluation of uncertainty in chemical analysis [M]. Beijing: China Metrology Press, 2002.

- [10] International organization for standardization. Guide to the expression of uncertainty in measurement [S].
- [11] 粱开伦, 焦天恕, 李树斌, 等. 分析实验数据处理中的测量不确定度[J]. 分析测试技术与仪器, 2005, 11(2): 149-152.

 Liang KL, Jiao TS, Li SB, *et al.* Measurement uncertaing in

analytical data processing [J]. Anal Test Technol Instrum, 2005, 11(2): 149–152.

- [12] JJF 1059-2012 测量不确定度评定与表示[S].

 JJF 1059-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [13] GB/T 21495-2008 动植物油脂具有顺, 顺 1, 4-二烯结构的多 不饱和脂肪酸的测定[S].

GB/T 21495-2008 Animal and vegetable fats and oils-Determination of polyunsaturated fatty acids with a *cis*, *cis* 1,4-diene structure [S].

- [14] CNAS-GL06: 2006 化学分析中不确定度的评估指南[S]. CNAS-GL06: 2006 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [15] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].

 JJG 196-2006 Verification regulation of the commonly used glass container [S].

- [16] JJG646-2006 移液器检定规程[S].
 JJG 646-2006 Verification regulation of pipette [S].
- [17] 杨帆. 常用食用油的营养特点和作用研究进展[J]. 中国食物与营养, 2013, 19(3): 63-66.

Yang F. Research advancement of nutritional characteristics and functions of common edible oils [J]. Food Nutr China, 2013, 19(3): 63–66.

- [18] 吕微, 蒋剑春, 徐俊明, 等. 植物油脂水解工艺及不饱和脂肪酸组成研究[J]. 食品工业科技, 2011, 32(9): 76–79.
 - Lv W, Jiang JC, Xu JM, *et al.* Study on the hydrolysis processing of different vegetable oil and compositions of unsaturated fatty acid [J]. Sci Technol Food Ind, 2011, 32(9): 76–79.
- [19] 房嬛, 杜丽, 孟仟祥, 等. 食用油中多不饱和脂肪酸的 GC/MS 分析[C]. 2010 年全国质谱大会暨第三届世界华人质谱研讨会论文集, 2010: 289–290.

Fang X, Du L, Meng QX, *et al.* Analysis of polyunsaturated fatty acids in kinds of edible oil by GC/MS [C]. The national congress and the 3th session of the seminar on mass spectrometry of world Chinese symposium in 2010, 2010: 289–290.

(责任编辑: 李振飞)

作者简介



张 涛,助理研究员,主要研究方向 为食品和药品的新工艺和新剂型研究。

E-mail: zt_521@hotmail.com



安熙强, 研究员, 主任, 主要研究方向 为食品和药品的新工艺和新剂型研究。

E-mail: 1550129484@qq.com