

乙酰氯-甲醇甲酯化法测定婴幼儿配方乳粉中 脂肪酸含量方法的优化

吴可佳, 席文娟, 周兴旺, 谢胜荣, 陈 云, 徐小露, 章肇敏*

(江西金薄金生态科技有限公司, 高安 330812)

摘要: **目的** 改进乙酰氯-甲醇甲酯化气相色谱(gas chromatography, GC)法测定婴幼儿配方乳粉中脂肪酸含量的方法。**方法** 改进了乙酰氯-甲醇配制的体积浓度, 考察了不同甲酯化反应温度和时间对月桂酸、肉豆蔻酸、亚油酸(linoleic acid, LA)、 α -亚麻酸(α -linolenic acid, α -LA)、二十二碳六烯酸(docosahexaenoic acid, DHA)和花生四烯酸(arachidonic acid, AA)含量测定的影响, 并验证了改进方法的检出限、重现性和回收率等。**结果** 采用改进的乙酰氯-甲醇配制液可将甲酯化反应时间缩短至 60 min, 在 4 °C下保存该配制液有效期达 10 d。各组分在一定质量浓度范围内线性关系良好($r>0.999$)。改进方法中月桂酸、肉豆蔻酸、亚油酸、 α -亚麻酸、二十二碳六烯酸和花生四烯酸的检出限为 0.11~0.68 mg/100 g, 定量限为 3.3~20.4 mg/kg, 与国标方法相比定量限提升了 38.2%~95.0%, 回收率均在 95%~105%之间, 稳定性相对标准偏差为 0.79%~2.59%。**结论** 改进方法能满足婴幼儿配方乳粉中脂肪酸含量的检测。

关键词: 婴幼儿配方乳粉; 乙酰氯-甲醇甲酯化; 脂肪酸; 气相色谱

Optimization of fatty acid content determination in infant formula milk powder by acetyl chloride-methyl alcohol esterification

WU Ke-Jia, XI Wen-Juan, ZHOU Xing-Wang, XIE Sheng-Rong, CHEN Yun,
XU Xiao-Lu, ZHANG Zhao-Min*

(Jiangxi Jinbojin Eco-technology Co., Ltd., Gaoan 330812, China)

ABSTRACT: Objective To improve the method for the determination of fatty acids in infant formula milk powder by acetyl chloride-methyl alcohol esterification gas chromatography (GC). **Methods** The volume concentration of acetyl chloride-methyl alcohol was improved. The effects of different reaction temperature and time on the determination of lauric acid, myristic acid, linoleic acid (LA), α -linolenic acid (α -LA), docosahexaenoic acid (DHA) and arachidonic acid (ARA) were investigated, the detection limit, reproducibility and recovery of the improved method were verified. **Results** The reaction time of Methyl esterification was shortened to 60 minutes by using the modified acyl chloride-methanol mixture, and the shelf life of the mixture was up to 10 days at 4 °C. The linear relationship of each component was good within a certain range of mass concentration($r>0.999$). The limits of detection of lauric acid, myristic acid, linoleic acid, α -linolenic acid, docosahexaenoic acid and arachidonic acid were

*通信作者: 章肇敏, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为特殊人群膳食营养及其理论和相关应用。E-mail: fooder2004@aliyun.com

*Corresponding author: ZHANG Zhao-Min, Master, Senior Engineer, No.2111, Fenghenan Road, Honggutan District, Nanchang 330038, China. E-mail: fooder2004@aliyun.com.

0.11–0.68 mg/100 g, the limits of quantification were 3.3–20.4 mg/kg. Compared with the national standard method, the limit of quantification had increased by 38.2%–95.0%, the recovery rate is between 95%–105%, and the relative standard deviations of stability were 0.79%–2.59%. **Conclusion** The improved method can be used for the determination of fatty acids in infant formula milk powder.

KEY WORDS: infant and follow-up formula milk powder; acetyl chloride–methanol esterification; fatty acid; gas chromatography

0 引言

母乳是婴幼儿最理想的食物, 对于不能正常食用到母乳的婴幼儿来说, 婴幼儿配方乳粉是比较好的选择。通常, 婴幼儿配方乳粉需要对脂肪酸的构成进行调整, 比如 6 个月龄内的产品中月桂酸和肉豆蔻酸总量需要小于总脂肪酸含量的 20%, 而像亚油酸和亚麻酸作为必需脂肪酸也有相应的要求^[1–2], 以便更接近于母乳^[3]。此外像花生四烯酸和二十二碳六烯酸在体内转化合成的量比较低, 也需要额外摄入以补充满足机体的需要^[4–5], 由此可见脂肪酸是婴幼儿配方乳粉的重要组成部分。乙酰氯-甲醇甲酯化气相色谱法是测定婴幼儿配方乳粉中脂肪酸的常用方法^[6–10], 该方法具有操作简单、灵敏度高等优点, 但在实际检测过程中还是存在色谱分离效果不佳、水浴提取时间较长等问题。本实验在 GB 5009.168—2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》^[7]的基础上通过改进乙酰氯-甲醇配制的体积浓度, 考察了不同甲酯化反应温度、反应时间和乙酰氯-甲醇储存时间, 对月桂酸、肉豆蔻酸、亚油酸(linoleic acid, LA)、 α -亚麻酸(α -linolenic acid, α -LA)、二十二碳六烯酸(docosahexaenoic acid, DHA)和花生四烯酸(arachidonic acid, AA)6 种脂肪酸含量测定的影响, 以提高检测方法的灵敏度、分离度、检测速度、产品脂肪酸含量检测的准确度, 为实验室具体的检测工作提供方法参考。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

7820A 气相色谱仪(美国安捷伦公司); HP-88 色谱柱(美国安捷伦公司); TG16-WS 离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司); ME104E 分析天平(瑞士梅特勒托利多公司); HH-4 数显恒温水浴锅(常州荣华仪器制造有限公司)。

甲苯(色谱纯, 西陇科学股份有限公司); 乙酰氯(含量 99%, 阿拉丁集团); 甲醇(色谱纯, 国药集团化学试剂有限公司); 无水碳酸钠(分析纯, 天津市密欧化学试剂有限公司); 亚油酸甘油三酯标准品、 α -亚麻酸甘油三酯标准品、花生四烯酸甘油三酯标准品、二十二碳六烯酸甘油三酯标准品、月桂酸甘油三酯标准品、肉豆蔻酸甘油三酯标准品(以上含量均 > 99%)、37 种混合脂肪酸甲酯标准品(含量为

99.94%, 其中, 棕榈酸含量 5.26%, 其余 36 种脂肪酸甲酯含量分别为 2.63%)(上海安谱实验科技股份有限公司)。

婴幼儿配方乳粉(江西金薄金生态科技有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 脂肪酸标准品配置

根据需要分别称取适量的月桂酸甘油三酯、肉豆蔻酸甘油三酯、亚油酸甘油三酯、 α -亚麻酸甘油三酯、花生四烯酸甘油三酯、二十二碳六烯酸甘油三酯于 50 mL 烧杯中, 加 20 mL 甲苯溶解并定容至 50 mL, 配置成不同浓度的混合标样, 储存于-20 °C 冰箱中备用。

根据需要称取适量的 37 种脂肪酸混合的标品于 25 mL 容量瓶中, 甲苯溶解并定容, 配置成 37 种混合脂肪酸甲酯标准品溶液, 储存于-20 °C 冰箱中备用。

1.2.2 乙酰氯-甲醇的制备

量取 50 mL 甲醇于 100 mL 烧杯, 并置于冷水浴中。缓慢加入 10 mL 乙酰氯, 并不断搅拌, 待冷却至室温后定容至 100 mL。

1.2.3 碳酸钠溶液的制备

称取 60 g 无水碳酸钠固体于 200 mL 烧杯中, 加水溶解定容至 1000 mL, 配置成浓度为 6% 的碳酸钠溶液。

1.2.4 提取影响因素实验

取 13 支 25 mL 螺口试管, 分别量取 0.5 mL 脂肪酸甘油三酯混合标样, 加 4.5 mL 甲苯, 向标样中加入 10% 乙酰氯-甲醇溶液 6 mL, 充氮气并去除试管内的空气后迅速旋紧螺口试管盖, 振荡混匀后置于水浴中加热, 期间每隔 20 min 取出振摇 1 次, 水浴后取出冷却至室温。倒出样品溶液于 50 mL 离心管中, 加入 3 mL 6% 碳酸钠溶液于试管中清洗试管并倒入离心管中, 清洗 3 次, 合并样品溶液和清洗液于离心管中, 混匀后置于高速离心机中 8000 r/min 离心 3 min, 取上清液有机溶液并使用 0.25 μ m 有机滤膜过滤作为试样溶液, 气相色谱测定。

(1) 提取时间

考察的水浴提取时间分别为 20、40、60、80、100、120、150 min。

(2) 提取温度

考察的水浴提取温度分别为 60、70、75、80、85、90 °C。

1.2.5 乙酰氯-甲醇储存时间

取 10 支 25 mL 螺口试管, 称取等质量乳粉样品 0.5 g,

加 5 mL 甲苯, 并分别加入储存在 4 °C 冰箱中储存时间分别为 0、1、2、4、7、10、12、14、17、21 d 的 10% 乙酰氯-甲醇溶液 6 mL, 充氮气并去除试管内的空气后迅速旋紧螺口试管盖, 振荡混匀后置于 80 °C 水浴中加热 60 min, 期间每隔 20 min 取出振摇 1 次, 水浴后取出冷却至室温。倒出样品溶液于 50 mL 离心管中, 加入 3 mL 6% 碳酸钠溶液于试管中清洗试管并倒入离心管中, 清洗 3 次, 合并样品溶液和清洗液于离心管中, 混匀后置于高速离心机中 8000 r/min 离心 3 min, 取上清液有机溶液并使用 0.25 μm 有机滤膜过滤作为试样溶液, 气相色谱仪测定。

1.2.6 色谱条件

色谱柱安捷伦 PH-88(100 m×250 μm, 0.20 μm), 进样器 270 °C, 检测器 280 °C, 进样量 1 μL, 分流比 50: 1, 恒流进样 0.8 mL/min。初始温度 100 °C 保持 15 min, 后以 3 °C/min 升温至 160 °C, 保持 15 min, 再以 3 °C/min 升温至 190 °C, 保持 55 min, 最后以 5 °C/min 升温至 220 °C, 保持 19 min。

2 结果与分析

2.1 提取时间的影响

不同水浴提取时间^[11-13]对样品中 6 种脂肪酸甲酯化衍生的影响, 结果见图 1。随着水浴提取时间的延长, 样品中各脂肪酸峰面积迅速增大, 60 min 时峰面积基本达到最大, 此后继续加热峰面积大小保持相对恒定, 因此, 改进方法下的提取时间可缩短至 60 min。

2.2 提取温度的影响

不同水浴提取温度对样品中 6 种脂肪酸甲酯化衍生的影响, 结果见图 2。随着水浴提取温度的升高, 样品中各

脂肪酸峰面积迅速增大, 80 °C 时峰面积基本达到最大, 此后继续升温峰面积大小保持相对恒定, 因此, 改进方法下的提取时间在 80 °C 时即可满足要求。

2.3 乙酰氯-甲醇储存时间的影响

在实际检测过程中乙酰氯-甲醇溶液需临时配制, 为避免试剂的浪费, 通常将未使用完的乙酰氯-甲醇溶液贮存于 4 °C 冰箱中备用。不同乙酰氯-甲醇储存时间对样品中 6 种脂肪酸甲酯化衍生的影响, 结果见图 3。随着乙酰氯-甲醇溶液储藏时间的延长, 储藏时间在 10 d 以内, 用改进方法检测的总脂肪酸和 6 种脂肪酸含量相对保持恒定, 储藏时间超过 10 d, 检测的结果会降低。因此, 在改进方法条件下, 乙酰氯-甲醇配置液贮存在 4 °C 的冰箱中可以保存 10 d, 不影响实验检测的使用。

2.4 改进方法的线性方程、检出限和定量限

根据需要分别吸取月桂酸甘油三酯、肉豆蔻酸甘油三酯、亚油酸甘油三酯、α-亚麻酸甘油三酯、花生四烯酸甘油三酯、二十二碳六烯酸甘油三酯标准品溶液配置成浓度分别为(2.0、1.5、18.0、1.0、0.5、0.5 mg/mL)的混合标准品工作液, 吸取混合标准品工作液(0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL)于 5 支 25 mL 螺口试管中, 并以此加入(4.5、4.0、3.5、3.0、2.5 mL)甲苯, 按 2.4 所述方法, 以色谱峰面积为纵坐标, 标样浓度为横坐标作标准曲线, 得 6 种脂肪酸的线性回归方程及相关系数, 并以 3 倍噪音计算方法的检出限^[14-17], 再以三倍检出限表示定量限^[18], 结果见表 1。改进方法的线性关系良好、检出限低, 定量限也都优于国标方法的定量限, 检出限和定量限的降低率在 38.2%~95.0%。

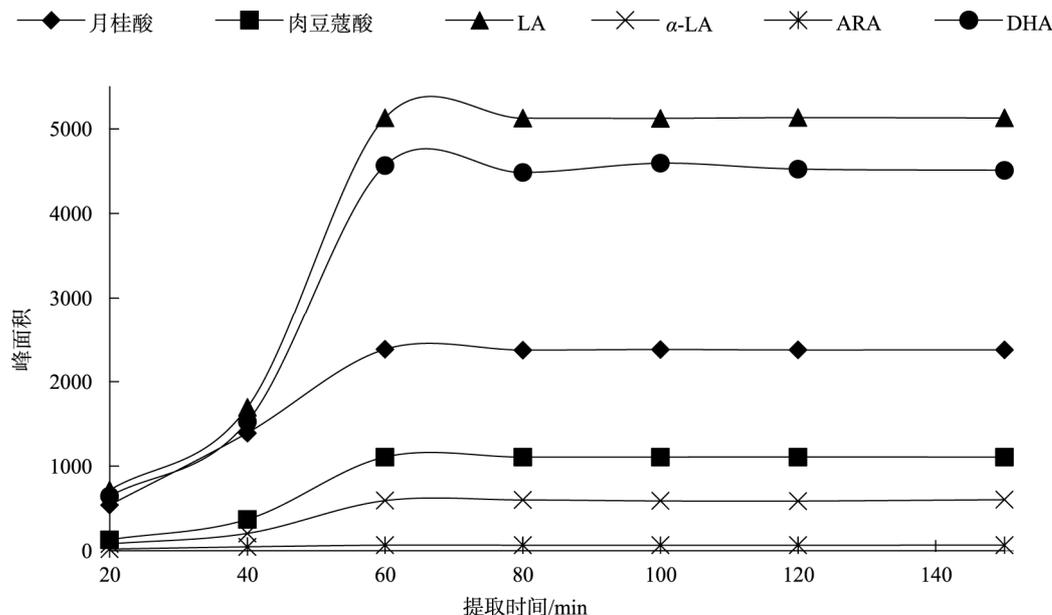


图1 提取时间影响

Fig.1 Effect of extraction times

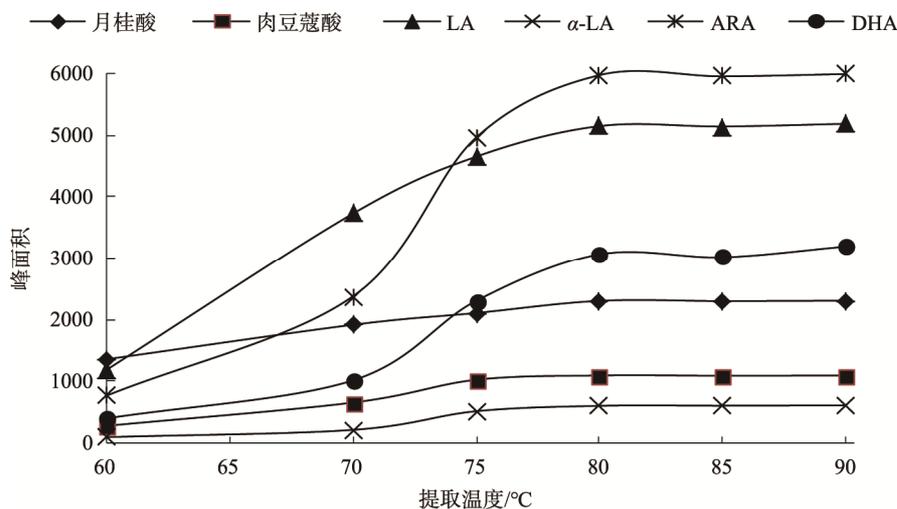


图 2 提取温度影响

Fig.2 Effect of extraction temperatures

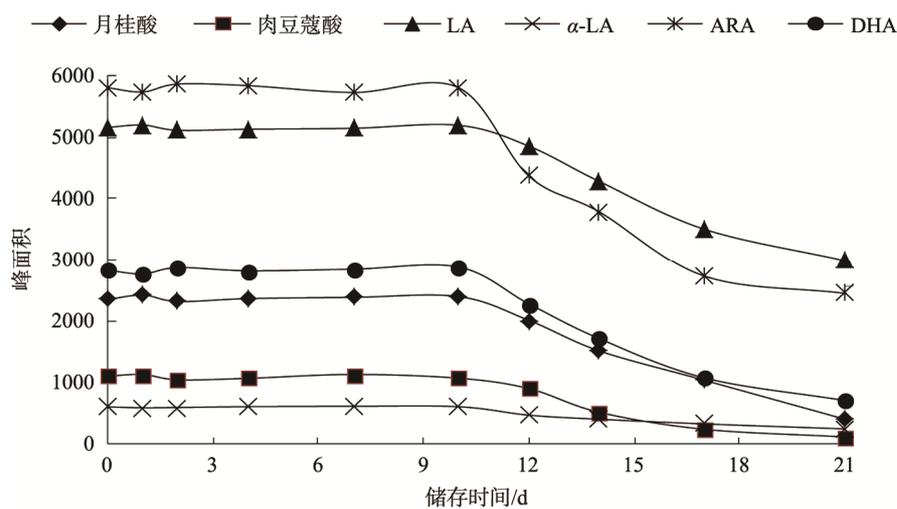


图 3 乙酰氯-甲醇储存时间影响

Fig.3 Effect of storage time for acetyl chloride - methanol

表 1 6 种脂肪酸的线性回归方程和相关系数
Table 1 Linear regression equations and correlation coefficients of six fatty acids

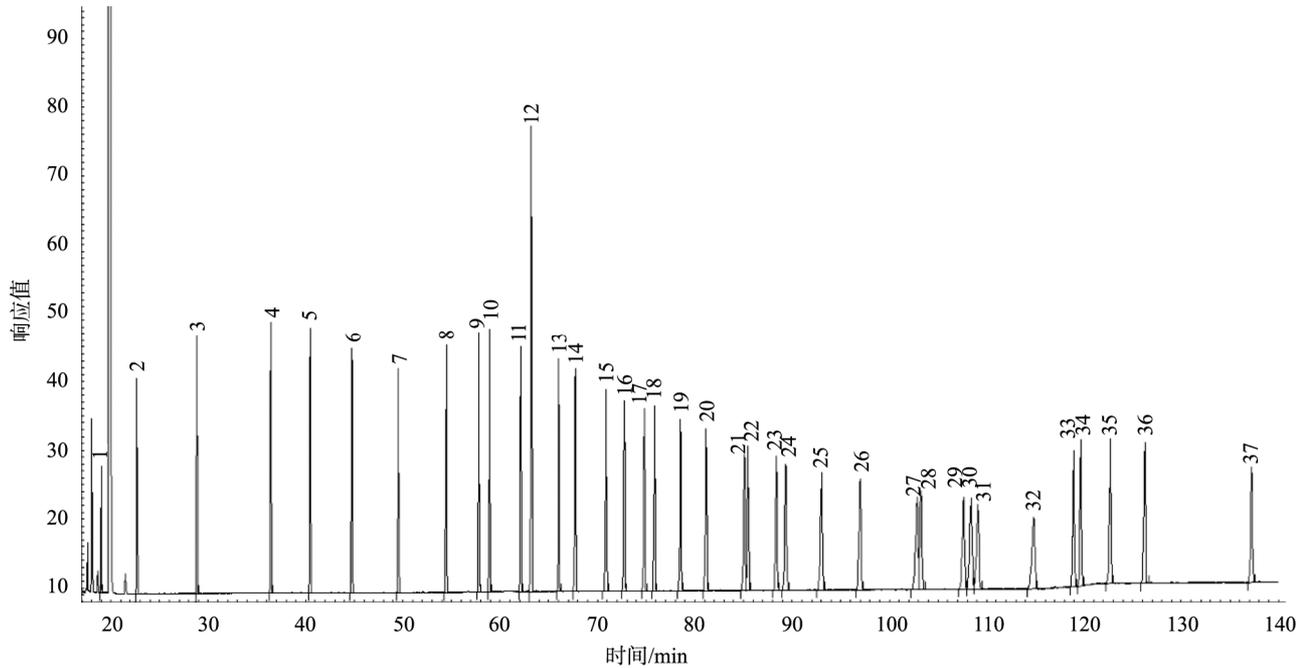
脂肪酸	线性回归方程	相关系数	改进方法检出限 (mg/100 g)	改进方法定量限 (mg/100 g)	国标方法定量限 (mg/100 g)	降低百分率/%
月桂酸	$Y=2233326X+4354.4$	0.9999	0.11	0.33	6.6	95.0
肉豆蔻酸	$Y=2309535X+5069.5$	0.9998	0.14	0.42	3.3	87.3
亚油酸	$Y=2376081X+12541$	0.9999	0.68	2.04	3.3	38.2
α -亚麻酸	$Y=2354588X+3430.3$	0.9999	0.21	0.63	3.3	80.9
花生四烯酸	$Y=2442871X+6656.5$	0.9996	0.40	1.20	3.3	63.6
二十二碳六烯酸	$Y=2238515X+2520.3$	0.9997	0.30	0.90	3.3	72.7

在实验条件下 37 种脂肪酸混合标样浓度为 0.5~1.0 mg/mL, 能有效分离, 而且检测婴儿配方乳粉过程中能有效避免杂峰的干扰^[10], 色谱图见图 4。

2.5 改进方法的回收率

精确称取 7 份样品 0.5000 g 并标记为①到⑦号, 其中①号作为空白样, ②到④号添加不同浓度的 6 种脂肪酸混合标样(即 3 份平行), 测定样品中 6 种脂肪酸的含

量及其回收率, 结果见表 2; ⑤到⑦号分别添加样品本底含量约 0.5、1 和 2 倍浓度的 6 种脂肪酸混合标样, 结果见表 3。由表 2 可以看出, 改进后的方法对 6 种脂肪酸检测的回收率都比较好, 其相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)分别只有 0.58%、2.61%、1.76%、2.23%、2.29%和 2.18%, 说明改进方法能很好适应该脂肪酸的测定。此外, 不同加标量下的回收率结果也可以看出, 改进方法良好的适应性。



注: 1-丁酸(C4:0)、2-己酸(C6:0)、3-辛酸(C8:0)、4-癸酸(C10:0)、5-十一碳酸(C11:0)、6-月桂酸(C12:0)、7-十三碳酸(C13:0)、8-肉豆蔻酸(C14:0)、9-肉豆蔻油酸(C14:1n5)、10-十五碳酸(C15:0)、11-十五碳一烯酸(C15:1n5)、12-棕榈酸(C16:0)、13-棕榈油酸(C16:1n7)、14-十七碳酸(C17:0)、15-十七碳一烯酸(C17:1n7)、16-硬脂酸(C18:0)、17-反式油酸(C18:1n9t)、18-油酸(C18:1n9c)、19-反式亚油酸(C18:2n6t)、20-亚油酸(C18:2n6c)、21-花生酸(C20:0)、22-γ-亚麻酸(C18:3n6)、23-二十碳一烯酸(C20:1)、24-α-亚麻酸(C18:3n3)、25-二十一碳酸(C21:0)、26-二十碳二烯酸(C20:2)、27-二十碳三烯酸(C20:3n6)、28-二十碳三烯酸(C20:3n3)、29-二十二碳酸(C22:0)、30-花生四烯酸 ARA(C20:4n6)、31-芥酸(C22:1n9)、32-二十三碳酸(C23:0)、33-二十二碳二烯酸(C22:2n6)、34-二十碳五烯酸 EPA(C20:5n3)、35-二十四碳酸(C24:0)、36-二十四碳一烯酸(C24:1n9)、37-二十二碳六烯酸 DHA(C22:6n3)。

图 4 37 种脂肪酸甲酯标准溶液色谱图

Fig.4 Chromatogram of standard solution of 37 fatty acid methyl esters

表 2 回收率结果
Table 2 Results of recovery

脂肪酸	样品含量/mg	加标量/mg	总含量/mg	回收率/%	相对标准偏差/%
	16.559	16.618	32.502	95.94	
月桂酸	16.559	16.618	32.689	97.06	0.58
	16.559	16.618	32.586	96.44	
	6.689	6.706	13.622	103.39	
肉豆蔻酸	6.689	6.706	13.288	98.40	2.61
	6.689	6.706	13.361	99.49	

表 2(续)

脂肪酸	样品含量/mg	加标量/mg	总含量/mg	回收率/%	相对标准偏差/%
	30.311	30.432	61.017	100.90	
亚油酸	30.311	30.432	60.853	100.36	1.76
	30.311	30.432	60.022	97.63	
	3.392	3.343	6.585	95.51	
α -亚麻酸	3.392	3.343	6.633	96.95	2.23
	3.392	3.343	6.728	99.79	
	0.353	0.349	0.711	102.58	
花生四烯酸	0.353	0.349	0.703	100.29	2.29
	0.353	0.349	0.695	97.99	
	0.185	0.19	0.374	99.47	
二十二碳六烯酸	0.185	0.19	0.366	95.26	2.18
	0.185	0.19	0.371	97.89	

表 3 不同加标量的回收率结果

Table 3 Recovery results of different scalar addition

脂肪酸	样品含量/mg	加标量/mg	总含量/mg	回收率/%
	12.144	6.302	18.502	100.9
月桂酸	12.144	12.604	24.689	99.5
	12.144	18.906	30.586	97.5
	6.047	3.006	9.012	98.6
肉豆蔻酸	6.047	6.012	12.188	102.1
	6.047	9.018	14.727	96.3
	26.739	13.276	39.875	98.9
亚油酸	26.739	26.552	54.231	103.5
	26.739	39.828	66.022	98.6
	2.893	1.458	4.382	102.2
α -亚麻酸	2.893	2.916	5.772	98.7
	2.893	4.374	7.228	99.1
	0.403	0.205	0.611	101.5
花生四烯酸	0.403	0.41	0.809	99.0
	0.403	0.615	1.008	98.4
	0.252	0.124	0.374	98.8
二十二碳六烯酸	0.252	0.248	0.501	100.6
	0.252	0.372	0.618	98.5

2.6 改进方法的精密度

精确称取 8 份婴幼儿配方乳粉样品 0.5000 g, 测定样品中 6 种脂肪酸和总脂肪酸的含量, 结果见表 4。改进后的方法对月桂酸、肉豆蔻酸、亚油酸、 α -亚麻酸、花生四烯酸、二十二碳六烯酸和总脂肪酸进行检测, 方法的重现性好, 其相对标准偏差分别只有 2.16%、2.59%、0.79%、2.03%、1.18%、1.62%、和 1.68%, 说

明改进方法能稳定的测定该脂肪酸。

2.7 改进方法的实际检测应用

分别按照改进方法和国标方法对婴幼儿配方乳粉进行检测, 比较方法对 6 种脂肪酸和总脂肪酸的含量的检测差异, 结果见表 5, 改进方法和国标检测方法的检测结果非常接近, 偏离度在-3.45%到 3.41%, 考虑到检测本身存在一定偏差, 因此, 改进方法能满足日常检测的适用性。

表 4 精密度实验结果
Table 4 Results of precision

脂肪酸*	样品								RSD/%
	1	2	3	4	5	6	7	8	
月桂酸/(mg/100 g)	2388.2	2319.5	2289.5	2386.7	2400.1	2397.6	2273.4	2355.7	2.16
肉豆蔻酸/(mg/100 g)	1056.6	1105.8	1058.4	1121.5	1043.9	1088.6	1102.9	1067.2	2.59
亚油酸/(mg/100 g)	4824.8	4796.5	4885.7	4855.1	4805.6	4788.2	4835.9	4886.4	0.79
α -亚麻酸/(mg/100 g)	519.2	510.5	526.4	522.4	517.8	498.7	520.8	533.9	2.03
花生四烯酸/(mg/100 g)	82.7	81.0	80.9	83.2	82.4	82.2	82.4	83.7	1.18
二十二碳六烯酸/(mg/100 g)	50.1	48.7	49.8	51.2	50.5	51.0	50.8	49.8	1.62
总脂肪酸/(g/100 g)	20.1	19.8	19.9	20.3	20.0	19.6	20.7	20.2	1.68

表 5 对比检测结果
Table 5 Comparison results of method

脂肪酸	检测值	改进方法	国标方法	偏离度*
月桂酸/(mg/100 g)	测 1	2059.6	2108.7	
	测 2	2037.2	2102.1	
	均值	2048.4	2105.4	-2.71%
肉豆蔻酸/(mg/100 g)	测 1	740.2	769.8	
	测 2	732.2	755.1	
	均值	736.2	762.5	-3.45%
亚油酸/(mg/100 g)	测 1	6099	6159.7	
	测 2	6059.9	6139.4	
	均值	6079.5	6149.6	-1.14%
α -亚麻酸/(mg/100 g)	测 1	694.3	714.4	
	测 2	691.1	710.4	
	均值	692.7	712.4	2.77%
花生四烯酸/(mg/100 g)	测 1	33.9	31.6	
	测 2	32.8	32.9	
	均值	33.4	32.3	3.41%
二十二碳六烯酸/(mg/100 g)	测 1	15.1	15.1	
	测 2	15.3	14.5	
	均值	15.2	14.8	2.70%
总脂肪酸/(g/100 g)	测 1	23.2	23.2	
	测 2	23.3	23.5	
	均值	23.3	23.4	-0.43%

注: *以国标方法作为基准, 高的为正偏离, 低的为负偏离。

3 结 论

对婴幼儿配方乳粉中测定脂肪酸含量的乙酰氯-甲醇甲酯化法进行改进优化, 考察了前处理的提前时间、提取温度和乙酰氯-甲醇储存时间等因素对婴幼儿配方乳粉中脂肪酸测定的影响, 提取时间 60 min、提取温度 80 °C 条件下可满足检测需要, 同时, 改进方法条件下 4 °C 储存的乙酰氯-甲醇储液有效期可延长至 10 d。通过对改进方法的回收率、线性、稳定性和检出限的考察, 改进方法具有线性好、检出限低、回收率和稳定性较高等特点, 因此, 该改进方法能够满足对婴幼儿配方乳粉中相关脂肪酸的检测, 具有参考应用价值。

参考文献

- [1] GB 10765—2010 食品安全国家标准 婴儿配方食品[S].
GB 10765—2010 National food safety standard-Infant formula [S].
- [2] GB 10767—2010 食品安全国家标准 较大婴儿和幼儿配方食品[S].
GB 10767—2010 National food safety standard-Older infants and young children formula [S].
- [3] 任国谱, 张青燕, 刘静萍. 婴幼儿配方奶粉的配料进展及原料质量控制探讨[J]. 中国乳业, 2005, (6): 47-49.
REN GP, ZHANG QY, LIU JP. Discussion on the progress and the quality control of ingredients in infant formula milk powder [J]. China Dairy, 2005, (6): 47-49.
- [4] 于长青, 徐红华. 现代食品营养学[M]. 哈尔滨: 东北林业大学出版社, 2002.
YU CQ, XU HH. Modern food nutrition [M]. Harbin: Northeast Forestry University Press, 2002.
- [5] 洪雪娥, 高荫榆, 郑渊月. ω -3 多不饱和脂肪酸营养研究进展[J]. 江西食品工业, 2006, (1): 35-37.
HONG XE, GAO YY, ZHENG YY. Nutritional advances in ω -3 polyunsaturated fatty acids [J]. Jiangxi Food Ind, 2006, (1): 35-37.
- [6] 黄峥, 盛灵慧, 马康, 等. 5 种脂肪酸甲酯化方法的酯化效率研究[J]. 中国油脂, 2013, (9): 86-89.
HUANG Z, SHENG LH, MA K, *et al.* Study on esterification efficiency of five Fatty acid methyl ester methods [J]. China Oils Fats, 2013, (9): 86-89.
- [7] GB 5009.168—2016 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定[S].
GB 5009.168—2016 National food safety standard-Determination of fatty acids in foods [S].
- [8] 胡凤杨. 气相色谱法测定乳粉中的总脂肪、饱和脂肪酸、不饱和脂肪酸[J]. 现代食品, 2017, (12): 90-94.
HU FY. Determination of total fat, saturated fatty acid and unsaturated fatty acid in milk powder by gas chromatography [J]. Mod Food, 2017, (12): 90-94.
- [9] 陈炜萍. 浅析气相色谱法测定乳粉中的总脂肪、饱和脂肪酸、不饱和脂肪酸[J]. 食品安全导刊, 2019, (6): 85, 87.
CHEN WP. Determination of total fat, saturated fatty acid and unsaturated fatty acid in milk powder by gas chromatography [J]. Chin Food Saf Magaz, 2019, (6): 85, 87.
- [10] 余清. 乙酰氯-甲醇测定乳粉中 37 种脂肪酸含量的分析与研究[J]. 现代食品, 2017, (13): 108-110.
YU Q. Determination of 37 fatty acids in milk powder by Acetyl chloride-methanol [J]. Mod Food, 2017, (13): 108-110.
- [11] 李玉兰, 刘忠思. 丁香叶油脂提取工艺优化及脂肪酸成分分析[J]. 食品工业, 2020, (6): 80-83.
LI YL, LIU ZS. Optimal extraction and fatty acid analysis of oil from clove leaves [J]. Food Ind, 2020, (6): 80-83.
- [12] 马文宏, 张燕, 薛刚, 等. 二十二碳六烯酸(DHA)、二十碳五烯酸(EPA)、亚油酸、亚麻酸和花生四烯酸(AA)在婴幼儿配方奶粉中的测定[J]. 食品研究与开发, 2007, (8): 142-144.
MA WH, ZHANG Y, XUE G, *et al.* Determination of DHA, EPA, linoleic acid, linolenic acid and AA contents in milk powder [J]. Food Res Dev, 2007, (8): 142-144.
- [13] 田芳. 婴幼儿配方粉及成人营养品中脂肪酸含量检测方法的性能研究[J]. 中国食品与营养, 2017, (5): 29-33.
TIAN F. Study on the performance of determination method of fatty acid content in infant formula powder and adult nutrition product [J]. Food Nutr China, 2017, (5): 29-33.
- [14] 李雯. 食品检验检测机构的检测方法管理[J]. 食品安全导刊, 2019, (27): 16.
LI W. Management of inspection methods in food inspection and testing institutions [J]. Chin Food Saf Magaz, 2019, (27): 16.
- [15] GB/T 5009.1—2003 食品卫生检验方法 理化部分 总则[S].
GB/T 5009.1—2003 Food hygiene inspection method-Physical and chemical part-General rules [S].
- [16] GB/T 27417—2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南[S].
GB/T 5009.1—2003 Conformity assessment-Guidelines for validation and verification of chemical analysis methods [S].
- [17] 付伟超, 郝凤霞. 检测实验室方法验证和方法确认探讨[J]. 轻工标准与质量, 2018, (4): 59-61.
FU WC, HE FX. Discussion on method verification and method confirmation in testing laboratory [J]. Stand Qual Light Ind, 2018, (4): 59-61.
- [18] 代江华, 管乐, 周兴旺, 等. 婴幼儿配方乳粉中三聚氰胺检测中前处理方法的优化[J]. 食品质量安全检测学报, 2018, 9(4): 837-842.
DAI JX, GUAN Y, ZHOU XW, *et al.* Optimization of pretreatment methods for determination of melamine in infant formula milk powder [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(4): 837-842.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



吴可佳, 助理工程师, 主要研究方向为脂肪酸检测及其方法学研究。
E-mail: 895900964@qq.com



章肇敏, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为特殊人群膳食营养及其理论和相关应用。
E-mail: fooder2004@aliyun.com