

傅里叶变换红外光谱仪测试食用油中的反式脂肪酸含量

FTIR-023

摘要：以反式脂肪酸和卡诺拉油为标准，配制各种不同含量反式脂肪酸（Trielaidin，CAS: 122-32-7）的标准溶液进行分析。通过傅里叶变换红外光谱仪和水平衰减全反射附件技术（ATR-FTIR）进行红外定量分析，利用反式脂肪酸在 966 cm^{-1} 的吸收作为定量依据，得到曲线相关系数为 0.998，回收率在 75~117% 之间，RSD 为 1.1%。结果表明，用 ATR-FTIR 技术测试食用油中反式脂肪酸含量，该方法曲线线性较好，重现性良好，回收率令人满意，是一种快速简单的测试方法。

关键词：傅里叶变换红外 水平衰减全反射 反式脂肪酸 食用油

前言 油脂是人们摄取能量和必须脂肪的主要来源，在人体内经过分解生成甘油和脂肪酸，对人体的健康起着至关重要的作用。脂肪酸经过一个复杂的代谢过程，生成饱和脂肪酸和不饱和脂肪酸。最近有研究表明不饱和脂肪酸中的反式脂肪酸（TFA）能引起血清总胆固醇和低密度脂蛋白的升高，同时降低高密度脂蛋白胆固醇含量，增加患心血管疾病的危害等。

由于 TFA 对人类健康的威胁，联合国农粮组织和世界卫生组织于 1994 年提出食品中的 TFA 含量应低于 4%，由于很多食品中含有油脂，因此 TFA 含量的检测显得格外重要。美国官方农业化学家协会（AOAC）于 1999 年首先建立了食品中 TFA 的分析方法，丹麦政府依据该国营养委员会对 TFA 潜在危害性的研究结论，

于 2003 年 6 月，制定了严格的规定，成为世界上第一个对食品中 TFA 设立法规进行限制的国家。美国食品和药品监督管理局在 2003 年 7 月作出了规定：自 2006 年 1 月 1 日起，食品营养标签上必须标注产品的饱和脂肪酸含量及 TFA 的含量。我国在 2009 年也颁布了中华人民共和国出入境检验检疫行业标准，其中规定了《傅里叶变换红外光谱仪检测食品及油脂中反式脂肪酸含量的方法》和《毛细管气相色谱法测试食品中反式脂肪酸含量的方法》。

本文参考 SN/T 2326-2009《傅里叶变换红外光谱仪检测食品及油脂中反式脂肪酸含量的方法》，采用傅里叶变换红外光谱和水平衰减全反射附件测试了不同食用油中反式脂肪酸的含量。

实验原理

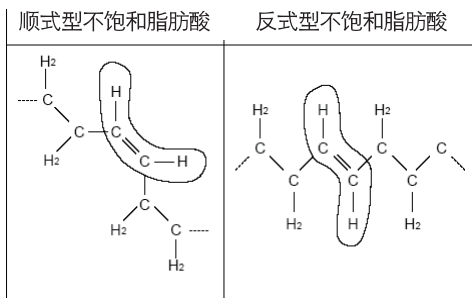


图1 顺式型和反式型不饱和脂肪酸的结构

不饱和脂肪酸中的反式脂肪酸（TFA）结构中的双键由于其 C-H 的平面外振动，使得 TFA 在 966 cm^{-1} 处存在最大吸收，而顺式构型的双键和饱和脂肪酸在此处却没有吸收。因此，利用这一原理可以确定油脂中是否存在 TFA，并根据朗伯-比尔定律进行定量分析。

试剂

反式脂肪酸（纯度 > 99%，trielaidin；CAS: 122-32-7），Nuchekprep 公司
卡诺拉油（Canola）
食用油（市购）

仪器测试条件

仪器装置：IRAffinity-1
附件：水平衰减全反射附件（HATR，ZnSe 晶体）
波长范围：4000~700 cm^{-1}
分辨率：4 cm^{-1}
扫描次数：64 次
检测器：DLATGS

实验方法

称量反式脂肪酸和卡拉诺油（精确到 0.0001 g），配制浓度分别为 0%，0.05%，0.09%，0.5%，1.0%，4.5%，9.0% 的反式脂肪酸标样，进行红外测试。

采用 ATR 空槽的光谱为背景光谱，分辨率为 4 cm^{-1} ，扫描 64 次，在相同的条件下，采集加热到 65 $^{\circ}\text{C}$ 的标样和样品，得到相应的红外光谱图。

采用 966 cm^{-1} 处吸光度值进行定量分析。

结果

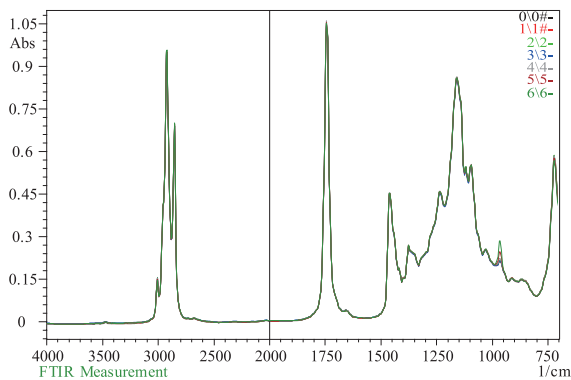


图2 标样红外光谱图重叠图

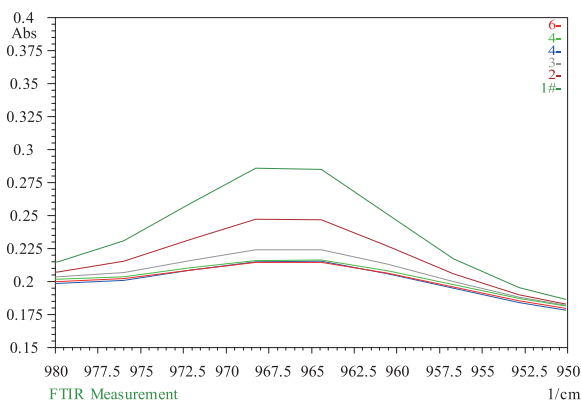


图3 标样在950~980 cm^{-1} 放大图重叠图

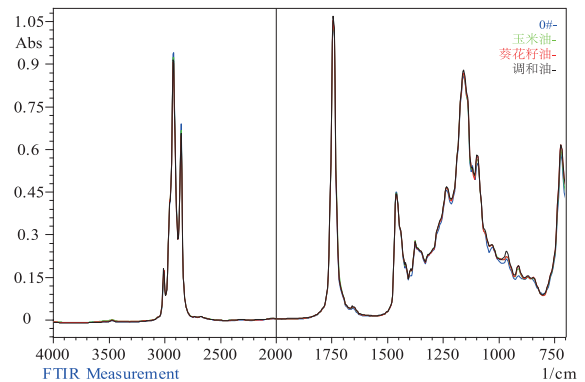


图4 4种市售食用油红外光谱图重叠图

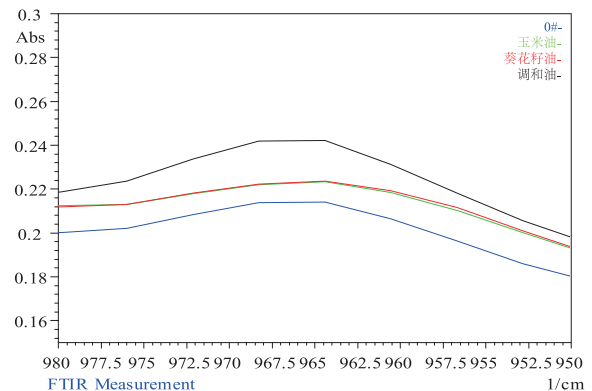
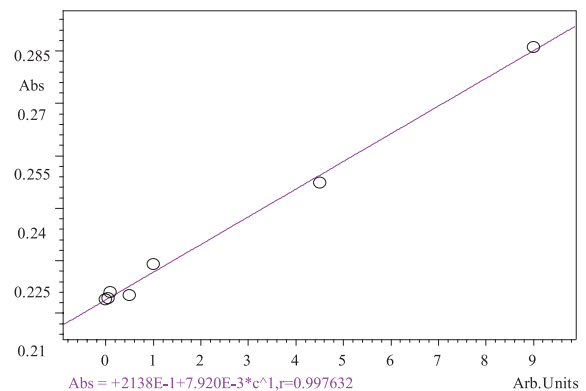


图5 4种市售食用油在950~980 cm^{-1} 放大图重叠图

由图 2 和图 4 可以看出，油脂在 700~4000 cm^{-1} 之间具有红外吸收图谱，在 966 cm^{-1} 处有一个较强的特征吸收峰，为反式脂肪酸吸收峰。根据朗伯 - 比尔定律，利用岛津 IRSolution 软件，得出标准曲线和方程式。



$$\text{方程式: } \text{Abs} = 0.2138 + 0.007868 * c$$

$$r = 0.998$$

图6 标准曲线和方程式

测试出市售 4 中食用油中反式脂肪酸含量见下表：

样品	含量(%)
某食用油 1	0.00
某食用油 2	1.03
某食用油 3	1.07
某食用油 4	3.55

加标回收实验，回收率在 75~117% 之间，同时，对 3# 样品进行 6 次测试，RSD 为 1.1%。

■ 结论

本文参照 SN/T 2326-2009《傅里叶变换红外光谱仪检测食品及油脂中反式脂肪酸含量的方法》，采用傅里叶变换红外光谱和水平衰减全反射附件测试了不同食用油中反式脂肪酸的含量，该方法曲线线性好，重现性良好，回收率令人满意，是一种快速简单的测试方法。