

# Nexis GC-2030 测定婴儿奶粉中 DHA、EPA 和 AA 含量

GC-135

**摘要：**本文使用 Nexis GC-2030 气相色谱仪建立了测定婴儿奶粉中二十二碳六烯酸 (DHA)、二十碳五烯酸 (EPA) 和花生四烯酸 (AA) 营养元素的方法。参考 GB 5413.27-2010 《食品安全国家标准婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定》中的前处理方法，采用乙酰氯 - 甲醇法对奶粉进行了甲酯化处理，在 Nexis GC-2030 仪器上检测，采用外标法定量，脂肪酸甲酯化标样在 0.01-1.6 mg/mL 的浓度范围内标准曲线线性关系良好 (回归系数不低于 0.999)，奶粉样品加标回收率范围在 73.3%~106.7%，最低浓度点连续六针重现性良好 (RSD< 3%)。实际分析了三种奶粉样品，三种营养元素均被检测出。

**关键词：**气相色谱仪 婴儿奶粉 脂肪酸

不饱和脂肪酸又称维他命 F, 是人体重要的必须的脂肪酸，二十二碳六烯酸 (DHA)、二十碳五烯酸 (EPA) 和花生四烯酸 (AA) 是几种最常见的多不饱和脂肪酸，它们是大脑和脑神经的重要营养成分，能提升婴儿智力，发育指数、提升视力敏锐度。有些不饱和脂肪酸是人体不能合成的，必须通过食物添加。奶粉是婴幼儿摄取营养成分 (如 DHA, EP, AA) 的重要途径，奶粉中各种营养

物质的含量成为人们选择奶粉的重要指标，因此测定婴幼儿奶粉中多不饱和脂肪酸的含量显得尤为重要。

本文参考 GB 5413.27-2010 《食品安全国家标准 -- 婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定》，采用乙酰氯 - 甲醇甲酯化前处理方法，使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 建立了检测婴儿奶粉中 DHA, EPA 和 AA 含量的分析方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030

### 1.2 分析条件

色谱柱: Stabil-Wax, 30 m×0.25 mm  
×0.25 μm

柱温程序: 150°C (2 min)\_10°C /min\_200°C  
(2 min)\_5°C /min \_ 240°C (18 min)

进样口温度: 240°C

进样方式: 分流

分流比: 30: 1

进样量: 1 μL

载气: 氮气

载气控制方式: 恒线速度 (28.9 cm/s)

检测器: FID

检测器温度: 260°C

空气流量: 200 mL/min

氢气流量: 32 mL/min

尾吹气流量: 24 mL/min

### 1.3 样品制备

婴儿奶粉样品处理过程如下图 1 所示：

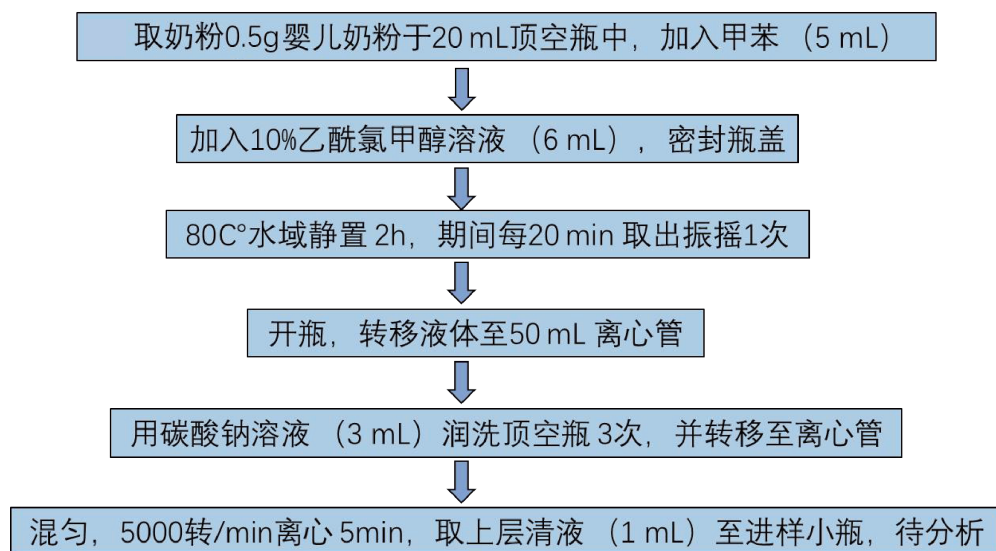


图1 婴儿奶粉样品处理流程图

## 结果与讨论

### 2.1 标准品谱图

脂肪酸甲酯化标准品色谱图如下图 2 所示：

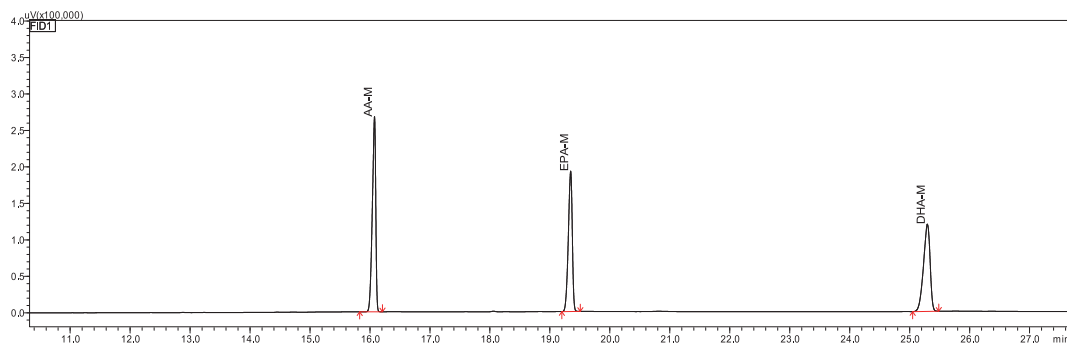


图2 饱和脂肪酸甲酯化标准品谱图（1.6 mg/mL）

从左至右依次为花生四烯酸甲酯 (AA-M)，二十碳五烯酸甲酯 (EPA-M)和二十二碳六烯酸甲酯 (DHA-M)

### 2.2 标准曲线

使用正己烷分别配制浓度为 0.01、0.04、0.1、0.4、0.8 和 1.6 mg/mL 的花生四烯酸甲酯 (AA-M)、二十碳五烯酸甲酯 (EPA-M) 和二十二碳六烯酸甲酯 (DHA-M) 3 种脂肪酸甲酯化标准溶液，供 GC-FID 分析。以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制外标法标准曲线并按 3 倍信噪比计算最低检测限 (LOD)。标准曲线如图 3 所示，各甲酯化物质的标准曲线回归系数、最低检出限见表 1。

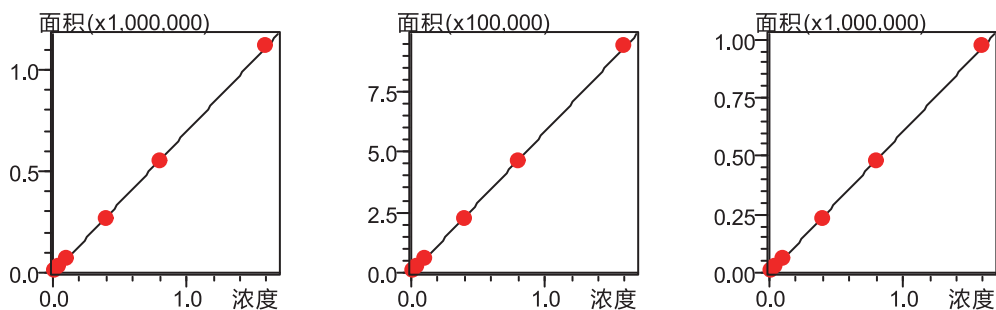


图3 AA-M (左), EPA-M (中), DHA-M (右) 标准曲线

表1 AA-M, EPA-M, DHA-M 标准曲线回归系数和检测限 ( $\mu\text{g/mL}$ )

组份	回归系数	检测限
AA-M	0.9999	0.32
EPA-M	0.9998	0.47
DHA-M	0.9999	0.75

### 2.3 重复性

取标线中最低浓度点 (0.01 mg/mL) 的标样, 连续进样 6 次, 进样量 1  $\mu\text{L}$ , 以峰面积 RSD 考察重复性, 结果如表 2, 各组分连续 6 针峰面积 RSD 在 3% 以下。

表2 标样重复性结果 (RSD%, n=6)

组份	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均面积	RSD (%)
AA-M	6302	6295	6236	6186	5972	6291	6214	2.04
EPA-M	5285	5185	5229	5249	5040	5340	5221	1.71
DHA-M	5547	5496	5398	5525	5159	5434	5426	2.63

### 2.4 样品测试结果

取三种婴儿奶粉, 做两份平行样, 按照实验前处理方法进行处理后, 进气相色谱仪分析, 结果如下表 3 所示:

表3 样品测试结果(mg/100g)

组份	奶粉 1 (n=2)	奶粉 2 (n=2)	奶粉 3 (n=2)
	平均值	平均值	平均值
AA-M	77.8	84.4	83.2
EPA-M	84.4	68.0	80.5
DHA-M	83.2	62.3	74.0

## 2.5 基质加标回收率

取其中一种奶粉 0.5 g，加入 3 种脂肪酸混标 (0.1 mg/mL) 100  $\mu$ L，按照样品前处理方法平行处理 3 份（进样小瓶最终体积 1 mL），另取空白做对照，计算回收率如表 4 所示：

表4 奶粉中脂肪酸回收率分析结果

	样品 1 回收率 (%)	样品 2 回收率 (%)	样品 3 回收率 (%)	平均回收率 (%)
AA	73.3	73.3	83.3	76.7
EPA	106.7	106.7	106.7	106.7
DHA	70.0	70.0	80.0	73.3

## 结论

本文使用 Nexis GC-2030 气相色谱仪建立了测定婴儿奶粉中二十二碳六烯酸 (DHA)、二十碳五烯酸 (EPA) 和花生四烯酸 (AA) 营养元素的方法。采用乙酰氯 - 甲醇法对奶粉进行了甲酯化处理，采用外标法定量，脂肪酸甲酯化标样在 0.01-1.6 mg/mL 的浓度范围内标准曲线线性关系良好 (回归系数不低于 0.999)，奶粉样品加标回收率范围在 73.3%~106.7%，最低浓度点连续六针重现性良好 (RSD < 3%)。样品中三种营养元素均被检测出。该方法可有效测定奶粉中 AA，EPA 和 DHA 的含量。