



中华人民共和国国家标准

GB 5413.27—2010

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

National food safety standard

Determination of fatty acids in foods for infants and young children,
milk and milk products

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定

GB 5413.27—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2010年6月第一版 2010年6月第一次印刷

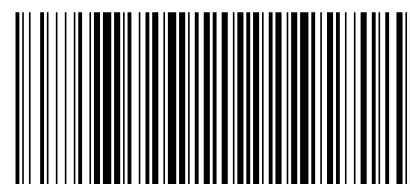
*

书号: 155066·1-40121 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 5413.27-2010

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

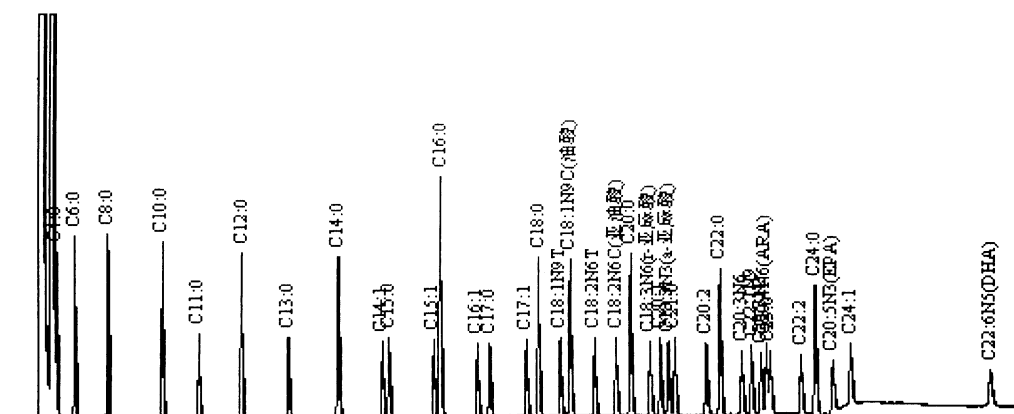
中华人民共和国卫生部 发布

附录 A
(资料性附录)

脂肪酸的典型气相色谱图及换算系数

A.1 37种脂肪酸标准溶液典型图谱

37种脂肪酸标准溶液典型图谱见图 A.1。



注：不同的色谱柱可能导致各种脂肪酸出峰时间不同，应以实验室单标校正的出峰顺序为准。

图 A.1 37种脂肪酸标准溶液典型气相色谱图

A.2 各脂肪酸种类、检出限及脂肪酸甲酯或脂肪酸甘油三酯转化为脂肪酸的换算系数一览表

各脂肪酸种类、检出限及脂肪酸甲酯或脂肪酸甘油三酯转化为脂肪酸的换算系数一览表见表 A.1。

表 A.1 各脂肪酸种类、检出限及脂肪酸甲酯或脂肪酸甘油三酯转化为脂肪酸的换算系数一览表

序号	脂肪酸名称	检出限(mg/100 g)	F_i 转换系数	F_j 转换系数
1	丁酸(C4:0)	0.5	0.862 7	0.874 2
2	己酸(C6:0)	0.5	0.892 3	0.901 6
3	辛酸(C8:0)	0.5	0.911 4	0.919 2
4	癸酸(C10:0)	0.5	0.924 7	0.931 4
5	十一碳酸(C11:0)	0.5	0.930 0	0.936 3
6	月桂酸(C12:0)	0.5	0.934 6	0.940 5
7	十三碳酸(C13:0)	0.5	0.938 6	0.944 2
8	肉豆蔻酸(C14:0)	0.5	0.942 1	0.947 3
9	肉豆蔻油酸(C14:1n5)	0.5	0.941 7	0.947 0
10	十五碳酸(C15:0)	0.5	0.945 3	0.950 2
11	十五碳一烯酸(C15:1n5)	0.5	0.944 9	0.949 9
12	棕榈酸(C16:0)	0.5	0.948 1	0.952 9
13	棕榈油酸(C16:1n7)	0.5	0.947 7	0.952 5

前 言

本标准代替 GB/T 21676—2008《乳与乳制品 脂肪酸的测定 气相色谱法》、GB/T 5413.27—1997《婴幼儿配方食品和乳粉 DHA、EPA 的测定》、GB/T 5413.4—1997《婴幼儿配方食品和乳粉 亚油酸的测定》。

本标准与原标准相比，主要变化如下：

——第一法为乙酰氯-甲醇甲酯化法；

——将 GB/T 21676—2008、GB/T 5413.27—1997、GB/T 5413.4—1997 合并为本标准第二法氨水-乙醇提取法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5413.4—1997；

——GB/T 5413.27—1997；

——GB/T 21676—2008。

11.13 脂肪酸甲酯标准工作溶液:按试样中各脂肪酸含量及所要分析脂肪酸的种类适当配制其浓度,正己烷定容并贮存于-10℃以下的冰箱中,有效期三个月。

12 仪器和设备

- 12.1 天平:感量为0.1 mg。
 12.2 抽脂管:100 mL磨口具塞试管,抽脂管干燥、恒重。
 12.3 旋转蒸发仪。
 12.4 离心机:转速 \geq 5 000 转/分钟。
 12.5 恒温水浴锅。
 12.6 气相色谱仪,带 FID 检测器。

13 分析步骤

13.1 试样制备

预先将需冷藏的试样从冰箱中取出,放至室温。

13.1.1 液态试样

称取 10 g(精确到 0.1 mg)试样于抽脂管中,待测。

13.1.2 固态试样

13.1.2.1 含淀粉试样

称取试样 1.0 g(精确到 0.1 mg)至抽脂管中(12.2),加入 0.1 g 高峰氏淀粉酶(11.7),加入 10 mL 45℃~50℃的水,混合均匀后,用氮气排除瓶中空气,盖上瓶塞,置 45℃ \pm 1℃烘箱内 30 min,取出。

13.1.2.2 不含淀粉试样

称取试样 1.0 g(精确到 0.1 mg)至抽脂管(12.2)中,加入 65℃ \pm 1℃的水 10 mL 溶解试样,振摇,使样品完全分散。

于上述试样(13.1.1 和 13.1.2)中加入 2 mL 氨水(11.5),于 65℃ \pm 1℃水浴锅中放置 15 min,取出轻摇,冷至室温。

13.1.3 无水奶油

称取试样 0.2 g(精确到 0.1 mg)于磨口烧瓶中,按 13.3 所述进行皂化酯化。

13.2 脂肪提取

在制备好的样品中加入 10 mL 乙醇(11.4),混匀。加入 25 mL 乙醚(11.2),加塞振摇 1 min。加入 25 mL 石油醚(11.3),加塞振摇 1 min,静置、分层,有机层转入磨口烧瓶中。再加入 25 mL 乙醚(11.2)及 25 mL 石油醚(11.3),加塞振摇 1 min,静置、分层,有机层转入磨口烧瓶中,再重复操作一次。合并抽提液于磨口烧瓶中,用旋转蒸发仪浓缩至干。

13.3 皂化酯化

在浓缩物(13.2)或无水奶油(13.1.3)中加入 1.0 mL 焦性没食子酸甲醇溶液(11.11)。浓缩干燥之后再加入 10 mL 氢氧化钾甲醇溶液(11.10),置于 80℃ \pm 1℃水浴上回流 5 min~10 min。再加入 5 mL 三氟化硼甲醇溶液(11.8),继续回流 15 min,冷却至室温,将烧瓶中的液体移入 50 mL 离心管中,分别用 3 mL 饱和氯化钠溶液(11.9)清洗烧瓶三次,合并饱和氯化钠溶液于 50 mL 离心管,加入 10 mL 正己烷(11.6),振摇后,以 5 000 转/分钟离心 5 min,取上清液作为试液,供气相色谱仪(12.6)测定。

注:三氟化硼甲醇溶液为强腐蚀性试剂,使用时应注意防护。

13.4 色谱参考条件

色谱柱:固定液 100%二氰丙基聚硅氧烷,100 m \times 0.25 mm,0.20 μ m,或性能相当的色谱柱。

载气:氮气。

载气流速:1.0 mL/min。

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定

1 范围

本标准规定了婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定方法。

本标准适用于婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定,第二法不适用于含有被包埋脂肪酸的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

第一法 乙酰氯-甲醇甲酯化法

3 原理

乙酰氯与甲醇反应得到的盐酸-甲醇使试样中的脂肪和游离脂肪酸甲酯化,用甲苯提取后,经气相色谱仪分离检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯或以上规格,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 无水碳酸钠。

4.2 甲苯:色谱纯。

4.3 乙酰氯。

4.4 乙酰氯甲醇溶液(体积分数为 10%):量取 40 mL 甲醇于 100 mL 干燥的烧杯中,准确吸取 5.0 mL 乙酰氯(4.3)逐滴缓慢加入,不断搅拌,冷却后转移并定容至 50 mL 干燥的容量瓶中。临用前配制。

注:乙酰氯为刺激性试剂,配制乙酰氯甲醇溶液时应不断搅拌防止喷溅,注意防护。

4.5 碳酸钠溶液:准确称取 6 g 无水碳酸钠(4.1)于 100 mL 烧杯中,加水溶解,转移并用水定容至 100 mL 容量瓶中。

4.6 脂肪酸甘油三酯标准品:纯度 \geq 99%,脂肪酸种类参见附录 A 中的表 A.1。

4.7 脂肪酸甘油三酯标准工作液:按试样中各脂肪酸含量及所要分析脂肪酸的种类配制适当浓度的标准工作液,用甲苯定容并分别保存于-10℃以下的冰箱中,有效期三个月。

5 仪器和设备

5.1 天平:感量为 0.01 g 和 0.1 mg。

5.2 恒温热水浴槽。

5.3 离心机:转速 \geq 5 000 转/分钟。

5.4 气相色谱仪,带 FID 检测器。

5.5 冷冻干燥仪。

5.6 氮吹仪。

5.7 螺口玻璃管(带有聚四氟乙烯做内垫的螺口盖):15 mL。