

气相色谱-内标法测定4种预制菜中脂肪酸的含量

杨欣, 王嘉欣, 王绳芸, 徐美娟, 马晶晶, 苗佳莉, 朱一鸣, 费少姝,

杨智华, 彭军, 殷耀, 丁涛*, 张晓燕, 刘芸

(南京海关动植物与食品检测中心, 江苏南京 210001)

摘要: 为了测定4种荤菜类预制菜中脂肪酸的含量, 建立了气相色谱-内标法的方法。预制菜样品经盐酸水解、乙醚-石油醚提取、质量分数为2%的氢氧化钠甲醇溶液皂化、质量分数为15%的三氟化硼甲醇溶液甲酯化, 后用异辛烷定容, 并加入饱和氯化钠水溶液分层, 最后用无水硫酸钠除水, 上层液过0.45 μm 滤膜。采用DB-FastFAME (90 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μm) 色谱柱进行分离, 梯度升温程序, 内标法定量。结果显示: 在所建立的条件下, 36种脂肪酸能得到较好的分离, 在一定范围内线性关系良好, 相关系数大于0.99, 检出限为3~6 mg/100 g, 定量限为10~20 mg/100 g。通过加标验证, 在三个水平下的平均回收率为72.43%~94.54%, 相对标准偏差(Relative Standard Deviation, RSD)为2.84%~8.71%。该方法准确性高、重现性好、检测成本低, 可以用于预制菜中脂肪酸含量的测定。本研究对鱼香肉丝、红烧狮子头、黑椒牛柳和黄焖鸡共四种预制菜中脂肪酸含量进行分析。该方法的建立, 可以满足荤菜类预制菜中脂肪酸的准确测定, 也可以为市场中预制菜的监管提供一定的技术支持。

关键词: 脂肪酸; 预制菜; 气相色谱-内标法

文章编号: 1673-9078(2026)4-327-336

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2026.4.0123

Determination of Fatty Acid Content in Four Types of Pre-prepared Dishes by Using Gas Chromatography-internal Standard Method

YANG Xin, WANG Jiixin, WANG Shengyun, XU Meijuan, MA Jingjing, MIAO Jiali, ZHU Yiming, FEI Shaoshu,

YANG Zhihua, PENG Jun, YIN Yao, DING Tao*, ZHANG Xiaoyan, LIU Yun

(Nanjing Customs Animal, Plant and Food Testing Center, Nanjing 210001, China)

Abstract: A gas chromatography-internal standard method was developed to measure the contents of fatty acids in four types of pre-prepared foods. The food samples were hydrolyzed with hydrochloric acid, extracted with ether-petroleum ether, saponified with 2% sodium hydroxide methanolic solution, and methylated with 15% boron trifluoride methanolic solution. Then, they were diluted with isooctane and layered with saturated sodium chloride aqueous solution. Finally, water was removed with anhydrous sodium sulfate, and the upper layer was filtered through a 0.45 μm membrane. Separation was performed using a DB FastFAME (90 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μm) chromatographic column with a gradient temperature program, and an internal standard method was used for quantification. Under the established conditions, 36 fatty acids were effectively separated. Good linearities were observed in a certain range, and the correlation coefficients were higher than 0.99. The detection limits and quantification limits were

引文格式:

杨欣,王嘉欣,王绳芸,等.气相色谱-内标法测定4种预制菜中脂肪酸的含量[J].现代食品科技,2026,42(4):327-336.

YANG Xin, WANG Jiixin, WANG Shengyun, et al. Determination of fatty acid content in four types of pre-prepared dishes by using gas chromatography-internal standard method [J]. Modern Food Science and Technology, 2026, 42(4): 327-336.

收稿日期: 2025-01-26; 修回日期: 2025-04-04; 接受日期: 2025-04-09

基金项目: 南京海关科研项目 (2024KJ25)

作者简介: 杨欣 (1989-), 女, 本科, 工程师, 研究方向: 食品检测及食品工程, E-mail: 494219267@qq.com; 共同第一作者: 王嘉欣 (1996-), 女, 本科, 助理工程师, 研究方向: 食品添加剂检测, E-mail: 2509124430@qq.com

通讯作者: 丁涛 (1975-), 男, 博士, 研究员, 研究方向: 为食品营养成分研究及掺假鉴别, E-mail: nanoding@sina.com

3~6 mg/100 g and 10~20 mg/100 g, respectively. Validation by spiking showed that the average recoveries at three levels ranged from 72.43% to 94.54% and relative standard deviations ranged from 2.84% to 8.71%. The proposed method demonstrated high accuracy, good reproducibility, and a low cost for detection, thus proving effective for measuring fatty acid content in pre-prepared food. Fatty acid content was measured in four pre-prepared foods: Yu Xiang shredded pork, braised lion's head meatballs, black pepper beef strips, and braised chicken with yellow sauce. This method can be used to accurately determine fatty acid content in various pre-prepared foods. It provides technical support for the market supervision of pre-prepared dishes.

Key words: fatty acids; pre-prepared dish; gas chromatography-internal standard method

预制菜又称预制调理食品,是运用规模化供应、工厂化加工、标准化生产,对食品原料进行前期加工、预包装的成品或半成品菜肴^[1,2],可为消费者提供从原料到成品的一站式服务,近年来成为现代家庭和个人日常饮食中重要选择之一,并在全球范围内得到了广泛的关注和迅速发展^[3,4]。2024年3月,国家市场监督管理总局等六部门联合发布了《关于加强预制菜食品安全监管 促进产业高质量发展的通知》,首次在国家层面上,对预制菜进行了明确的定义和和规范了范围,预示着预制菜产业正在加速发展,因此,保障预制菜的质量安全显得十分有必要。

目前市场上大部分预制菜以荤菜为主,蔬菜类预制菜通常只会选择储藏过程中不易变色的蔬菜,比如胡萝卜、青椒等^[5]。荤菜类预制菜中的脂肪主要来自于植物油、动物油、肉类本身等,脂肪具有为人体提供能量、维持细胞基本活动、促进维生素吸收等功能^[6],脂肪酸是脂肪的前体物质,脂肪酸的含量会直接影响预制菜的风味及品质,且不同来源的油脂特征脂肪酸含量及组成有较大差异^[7-9]。食用前,荤菜类预制菜通常需要加热或解冻,处理过程中也可能会发生预制菜风味劣化、肉制品口感不佳等问题。因此,脂肪酸含量是评价预制菜品质的极其重要的指标之一。

目前,食品中脂肪酸的检测方法有气相色谱法^[10-15]、气相色谱-质谱法^[16-22]、液相色谱法^[23-25]、液相色谱-质谱联用法^[26-30]等检测方法。在众多的检测方法中,气相色谱法是测定食品中脂肪酸普适性最强的分析方法。虽然气相色谱-质谱法分析检测灵敏度高,但质谱仪器具有设备投入高、对仪器操作人员要求高的缺陷,较难满足企业实际检测需求。食品中脂肪酸测定的检测标准 GB 5009.168-2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》和 AOAC 996.06《食品中总脂肪、饱和脂肪、不饱和脂肪的测定气相色谱内标法》中脂肪酸含量的分析均采用气相色谱法。随着预制菜种类的增多,以往的标准方法比如运行时间,前处理方法等条件是否适用均需要进一步验证。

本文采用气相色谱配备有氢火焰离子(Gas

Chromatography-Hydrogen Flame Detection, GC-FID)检测器,采用内标法定量,对4种荤菜类预制菜中脂肪酸的提取处理及分析方法进行了优化,建立了准确、有效、普适性强的检测方法,用于测定4种荤菜类预制菜中36种脂肪酸的含量。并对市售畅销的预制菜包括红烧狮子头、鱼香肉丝、黑椒牛柳、黄焖鸡中的脂肪酸含量进行检测,以论证方法的可行性。该方法的建立,可为预制菜的质量监控提供技术保障,对促进预制菜产业高质量发展提供技术支撑,对保护消费者合法权益和保障人体健康具有重要意义。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

十一碳酸甘油三酯(CAS:13552-80-2):纯度 $\geq 99\%$,BePure公司;十一酸甲酯(CAS:1731-86-8):纯度 $\geq 99\%$,上海安谱瑾世标准技术有限服务公司;36种脂肪酸对应的脂肪酸甲酯混标:纯度 $\geq 99\%$,上海安谱瑾世标准技术有限服务公司;每种标准物质的CAS号见表1;乙醚:分析纯,购自国药集团化学试剂有限公司;15%(质量分数)三氟化硼甲醇:上海安谱实验科技有限公司;异辛烷:色谱纯,上海安谱实验科技有限公司;试验用水:超纯水(自制);微孔滤膜:尼龙,0.45 μm ,浙江哈迈科技有限公司。

预制菜样品包括10个鱼香肉丝、8个红烧狮子头、10个黑椒牛柳、10个黄焖鸡,分别来自南京各大超市和集贸市场。

1.2 仪器与设备

7890A GC System 气相色谱仪(配备氢火焰离子检测器),美国 Agilent Technologies 公司;GC-2030 气相色谱仪(配备氢火焰离子检测器),日本岛津公司;HERAEUS Multifuge X1R 离心机,美国 ThermoFisher Scientific 公司;SMATR 高纯水发生器,上海和泰仪器有限公司;LPD2500 型多管涡旋混合仪,莱普特科学仪器有限公司;R300 旋转蒸发仪,勒普拓仪器技术有限公司;AF-4 列阵水浴工作站,澳维仪器有限公司。

1.3 标准溶液的配制

十一酸甲酯溶液 ($5.00 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$): 准确称取 0.25 g (精确至 0.1 mg) 十一酸甲酯至烧杯中, 加入异辛烷溶解, 移入 50 mL 容量瓶后用异辛烷定容, 于冰箱中 4°C 冷藏保存, 有效期 1 个月。

十一碳酸甘油三酯溶液 ($5.00 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$): 准确称取 0.25 g (精确至 0.1 mg) 十一碳酸甘油三酯至烧杯中, 加入异辛烷溶解, 移入 50 mL 容量瓶后用异辛烷定容, 于冰箱中 4°C 冷藏保存, 有效期 1 个月。

混合脂肪酸甲酯中间液 ($1 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$): 取出 36 种混合脂肪酸甲酯标准溶液 11 mL (质量浓度为 $10 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$) 于 10 mL 容量瓶中, 用异辛烷稀释定容至 10 mL, 配制成浓度为 $1 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合标准中间溶液, 于 -10°C 以下冰箱中保存, 有效期 3 个月。

标准工作溶液: 吸取上述混合标准中间溶液 100、200、500、1 000、2 000、4 000 μL , 加入十一酸甲酯内标溶液 ($5.00 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$) 1 000 μL , 用异辛烷稀释并定容至 10 mL 容量瓶中, 配制成质量浓度为 10、20、50、100、200、400 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的系列标准工作溶液, 内标的质量为 5 mg。

1.4 样品前处理

1.4.1 样品提取

称取均匀试样 2 g (精确至 0.1 mg) 移入到 250 mL 平底烧瓶中, 准确加入 1.0 mL 十一碳酸甘油三酯溶液。加入 100 mg 焦性没食子酸, 加入几粒沸石, 再加入 2 mL 95% 乙醇 (体积分数) 和 4 mL 水, 混匀。

1.4.2 样品水解

酸水解法: 加入 $8.3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸溶液 10 mL 混匀。将烧瓶放入 70°C 水浴中水解 40 min。每隔 10 min 振荡一下烧瓶, 使黏附在烧瓶壁上的颗粒物混入溶液中。水解完成后, 取出烧瓶冷却至室温。

1.4.3 脂肪的提取

水解后的试样, 加入 10 mL 体积分数 95% 的乙醇, 混匀。将烧瓶中的水解液转移到分液漏斗中, 用 50 mL 乙醚-石油醚混合液 (体积比 1:1) 冲洗烧瓶和塞子, 冲洗液并入分液漏斗中, 加盖。振摇 5 min, 静置 10 min。将醚层提取液收集到 250 mL 烧瓶中。按照以上步骤重复提取水解液 3 次, 最后用乙醚-石油醚混合液 (体积比 1:1) 冲洗分液漏斗, 并收集到 250 mL 烧瓶中。旋转蒸发仪 40°C 浓缩至干, 残留物为脂肪提取物。

1.4.4 脂肪的皂化和甲酯化

在上述脂肪提取物中加入 2% 氢氧化钠甲醇 (质

量分数) 溶液 16 mL, 连接回流冷凝器, (80 ± 1) $^\circ\text{C}$ 水浴上回流, 直至油滴消失。从回流冷凝器上端加入 7 mL 质量分数 15% 的三氟化硼甲醇溶液, 在 (80 ± 1) $^\circ\text{C}$ 水浴中继续回流 8 min。用少量水冲洗回流冷凝器。停止加热, 从水浴上取下烧瓶, 迅速冷却至室温。

准确加入 10 mL 异辛烷, 振摇 2 min, 再加入饱和氯化钠水溶液, 静置分层。吸取上层异辛烷提取溶液大约 5 mL, 至 25 mL 试管中, 加入约 5 g 无水硫酸钠, 振摇 1 min, 静置 5 min, 吸取上层溶液到进样瓶中待测定。

1.5 色谱条件

DB-FastFAME ($90 \text{ m}\times 0.25 \text{ mm}$, $0.25 \mu\text{m}$) 毛细管色谱柱; 进样器温度: 260°C ; 检测器温度: 260°C ; 载气为氦气, 纯度为 99.99%; 恒压进样: 2.03 bar; 分流进样, 分流比为 20:1; 进样体积为 1.0 μL 。程序升温: 初始温度 80°C , 持续 1 min; $100\sim 200^\circ\text{C}$, 升温速率 $40^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, 保持 18 min; $200\sim 238^\circ\text{C}$, 升温速率 $8^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, 保持 26 min。色谱分析总时间 45 min。

1.6 数据分析

仪器分析数据由安捷伦 GC 系统配套的 ChemStation 工作站采集并完成初步解析。在此基础上, 进一步的数据计算与整理在 Excel 和 Python 环境中完成, 最终的分析图谱则通过 Origin 软件绘制, 并借助 Illustrator 进行排版优化。

2 结果与讨论

2.1 仪器条件的优化

2.1.1 色谱柱的优化

在使用 GC-FID 分析食品中脂肪酸甲酯 (Fatty Acid Methyl Esters, FAME) 时, 常选用强极性的氰丙基聚硅氧烷型色谱柱 HP-88 FAME ($100 \text{ m}\times 0.25 \text{ mm}$, $0.25 \mu\text{m}$) 作为分析柱。由于 37 种脂肪酸 (包含 1 种内标) 中包含多对顺反脂肪酸异构体, 比如 $\text{C}_{20:3\text{n}3}$ 和 $\text{C}_{20:3\text{n}6}$ 、 $\text{C}_{18:1\text{n}9\text{t}}$ 和 $\text{C}_{18:1\text{n}9\text{c}}$ 、 $\text{C}_{18:2\text{n}6\text{t}}$ 和 $\text{C}_{18:2\text{n}6\text{c}}$ 等, 氰丙基聚硅氧烷型色谱柱在分离时出现显著的化合物重叠, 如图 1a 所示。本实验又比较了中等含量的氰丙基聚硅氧烷固定相的 DB-FastFAME ($90 \text{ m}\times 0.25 \text{ mm}$, $0.25 \mu\text{m}$) 对 37 种目标物的分离, 结果表明所有同分异构体都得到了较好的分离效果, 确保了结果的准确性。因此, 本实验最终选用 DB-FastFAME 色谱柱用于 37 种脂肪酸的分离分析。在优化的色谱条件下, 37 种脂肪酸甲酯类的混合标准溶液的气相色谱图如图 1b 所示。

表 1 37种脂肪酸甲酯的简称、CAS号、保留时间和相对保留时间参考等参数

Table 1 Abbreviations, CAS numbers, retention times, and relative retention time for 37 fatty acid methyl esters

序号	脂肪酸甲酯	脂肪酸简称	保留时间/min	相对保留时间（以 C11:0 为内标）	CAS 号
1	丁酸甲酯	C4:0	10.73	0.77	623-42-7
2	己酸甲酯	C6:0	11.40	0.82	106-70-7
3	辛酸甲酯	C8:0	12.30	0.88	111-11-5
4	癸酸甲酯	C10:0	13.35	0.96	110-42-9
5	十一碳酸甲酯（内标）	C11:0	13.97	1.00	1731-86-8
6	十二碳酸甲酯	C12:0	14.68	1.05	111-82-0
7	十三碳酸甲酯	C13:0	15.56	1.11	1731-88-0
8	十四碳酸甲酯	C14:0	16.68	1.19	124-10-7
9	顺-9-十四碳一烯酸甲酯	C14:1	17.33	1.24	56219-06-8
10	十五碳酸甲酯	C15:0	18.11	1.30	7132-64-1
11	顺-10-十五碳一烯酸甲酯	C15:1	18.97	1.36	90176-52-6
12	十六碳酸甲酯	C16:0	19.98	1.43	112-39-0
13	顺-9-十六碳一烯酸甲酯	C16:1	20.83	1.49	1120-25-8
14	十七碳酸甲酯	C17:0	22.41	1.60	1731-92-6
15	顺-10-十七碳一烯酸甲酯	C17:1	23.38	1.67	75190-82-8
16	十八碳酸甲酯	C18:0	24.93	1.79	112-61-8
17	反-9-十八碳一烯酸甲酯	C18:1n9t	25.40	1.82	1937-62-8
18	顺-9-十八碳一烯酸甲酯	C18:1n9C	25.71	1.84	112-62-9
19	反,反-9,12-十八碳二烯酸甲酯	C18:2n6t	26.28	1.88	2566-97-4
20	顺,顺-9,12-十八碳二烯酸甲酯	C18:2n6C	27.07	1.94	112-63-0
21	顺,顺,顺-6,9,12-十八碳三烯酸甲酯	C18:3n6	27.95	2.00	1120-28-1
22	顺,顺,顺-9,12,15-十八碳三烯酸甲酯	C18:3n3	28.86	2.07	16326-32-2
23	二十碳酸甲酯	C20:0	30.29	2.17	2390-09-2
24	顺-11-二十碳一烯酸甲酯	C20:1	31.21	2.23	301-00-8
25	顺,顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯	C20:2	32.83	2.35	6064-90-0
26	二十一碳酸甲酯	C21:0	33.21	2.38	61012-46-2
27	顺,顺,顺-8,11,14-二十碳三烯酸甲酯	C20:3n6	33.84	2.42	929-77-1
28	顺-5,8,11,14-二十碳四烯酸甲酯	C20:4n6	34.50	2.47	21061-10-9
29	顺-11,14,17-二十碳三烯酸甲酯	C20:3n3	34.88	2.50	1120-34-9
30	二十二碳酸甲酯	C22:0	36.36	2.60	55682-88-7
31	顺-5,8,11,14,17-二十碳五烯酸甲酯	C20:5n3	36.69	2.63	2566-89-4
32	顺-13-二十二碳一烯酸甲酯	C22:1n9	37.50	2.69	2433-97-8
33	顺-13,16-二十二碳二烯酸甲酯	C22:2n6	39.54	2.83	61012-47-3
34	二十三碳酸甲酯	C23:0	39.88	2.86	2442-49-1
35	二十四碳酸甲酯	C24:0	43.94	3.15	2734-47-6
36	顺-15-二十四碳一烯酸甲酯	C24:1n9	45.55	3.26	2733-88-2
37	顺-4,7,10,13,16,19-二十二碳六烯酸甲酯	C22:6n3	45.79	3.28	2566-90-7

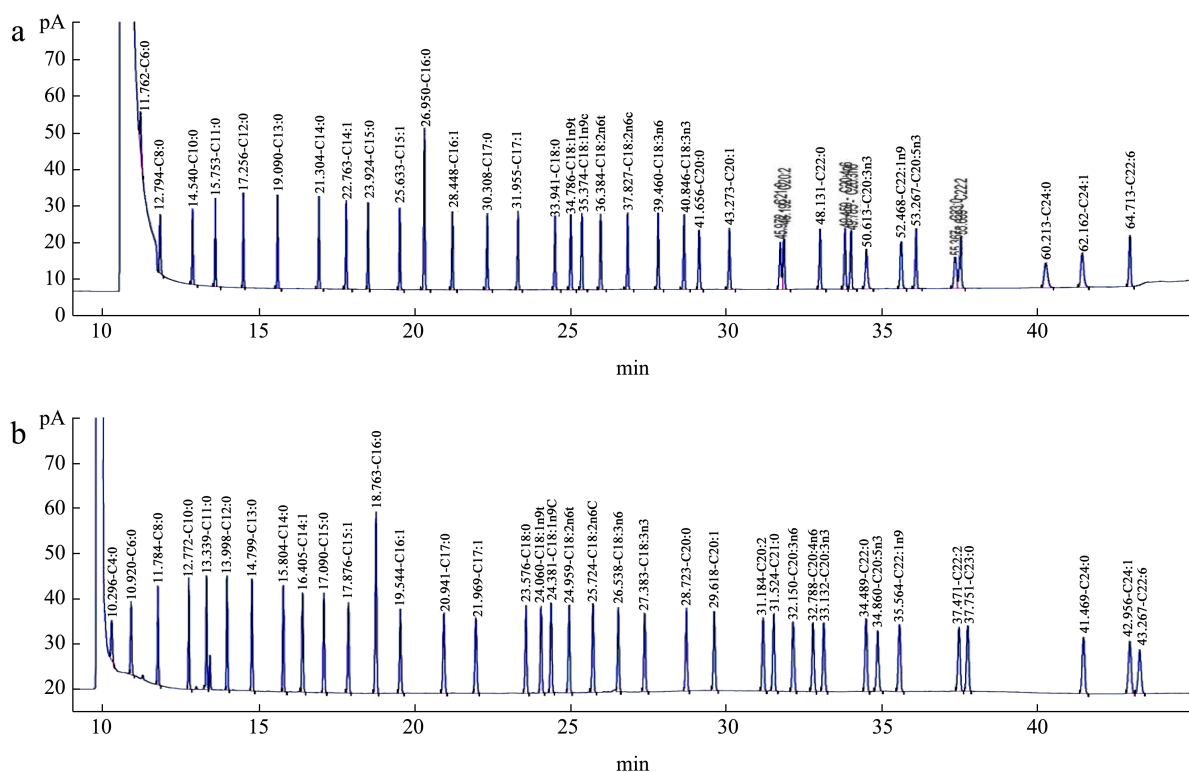


图 1 37 种脂肪酸甲酯标准溶液气相色谱图

Fig.1 Gas chromatogram of standard solutions of 37 fatty acid methyl esters

注: (a) HP-88 色谱柱; (b) DB-Fast 色谱柱。

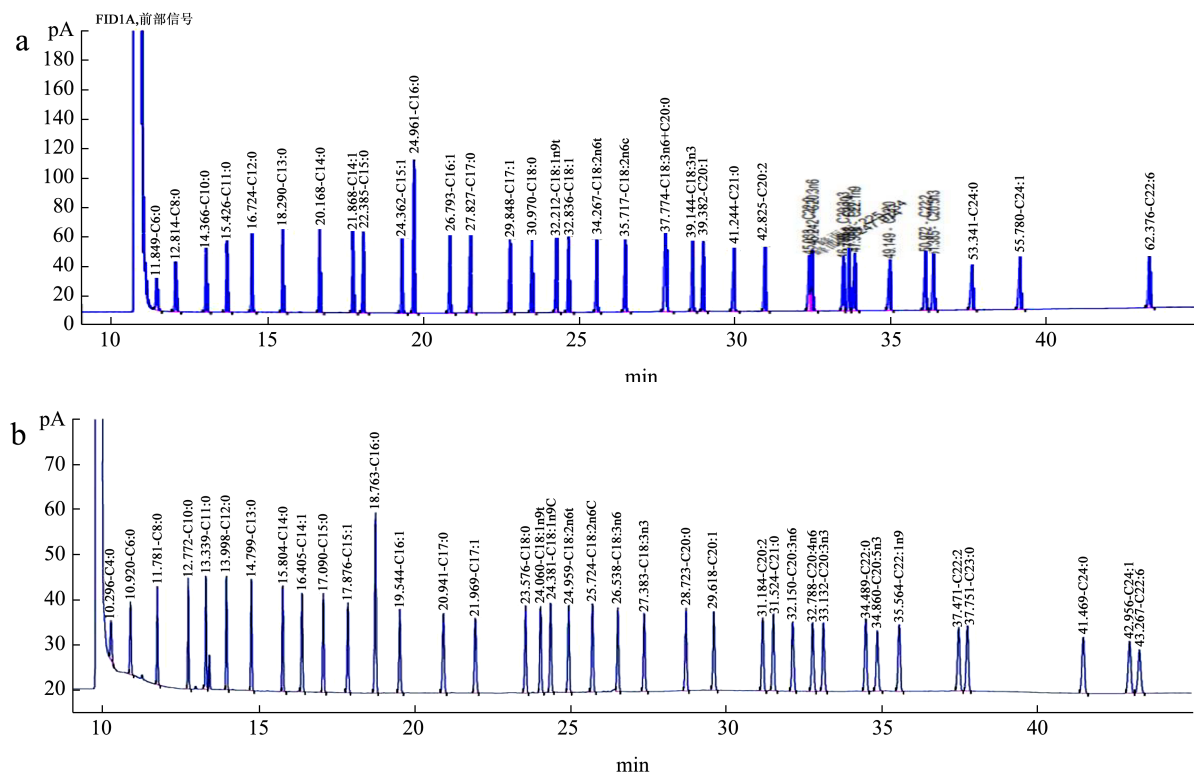


图 2 37 种脂肪酸甲酯标准溶液气相色谱图

Fig.2 Gas chromatogram of standard solutions of 37 fatty acid methyl esters

注: (a) 程序升温优化前; (b) 程序升温优化后。

2.1.2 梯度条件的优化

为了确保分析的准确性和方法的可重现性,本实验也对升温程序进行了优化。初始温度设置较低的 80 ℃,持续 1 min 后,然后以一定速率,逐渐升至 238 ℃,如果升温速度太快,会导致 C20:0 和 C18:3n6、C22:0 和 C20:3n6、C20:3n3 和 C22:1n9 等化合物分离效果不好(如图 2a),通过优化升温速度,最终在 45 min 内 37 种脂肪酸均得到了有效分离,如图 2b 所示。

2.2 前处理方法优化

2.2.1 称样质量的优化

鱼香肉丝、黄焖鸡、红烧狮子头等预制菜样品基质复杂,脂肪含量差异较大,本研究比较了样品称样质量对皂化甲酯化的影响。选取 0.5、1、2、5 g 共四个称样质量进行分析,实验中发现当样品量为 5 g 时,结果如图 3a 所示,样品存在不能完全皂化的情况,圆底烧瓶的壁上有明显的红棕色沉淀状物质;当样品称样量为 2 g 时,结果如图 3b 所示,圆底烧瓶壁上没有沉淀状物质,溶液全部为白色乳浊液,表明样品已皂化完全。虽然样品称样量越少,皂化越完全,但样品称样量为 0.5 g 时,所建立方法的定量限会较低。因此,最终将称样量确定为 2 g。

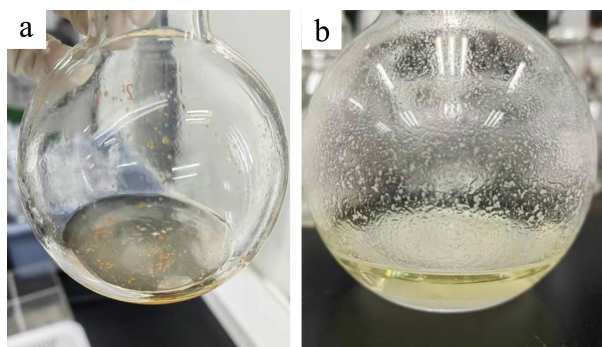


图 3 比较称样质量对皂化的影响

Fig.3 The influence of comparative sample quality on saponification

注:(a) 5 g 样品;(b) 2 g 样品。

2.2.2 皂化和甲酯化的优化

本实验优化了皂化所需 2% 氢氧化钠甲醇溶液的用量和甲酯化回流所需的时间。选取 2% 氢氧化钠甲醇溶液(质量分数)用量分别为 10、12、14、16、20 mL 时,对预制菜脂肪酸皂化的影响,结果发现,当 2% 氢氧化钠甲醇溶液(质量分数)的用量越大,皂化越完全,当用量达到 16 mL 时,所有样品均

完全皂化,因此,优化的皂化所需 2% 氢氧化钠甲醇溶液(质量分数)的量为 16 mL。实验又比较了加入三氟化硼甲醇溶液后回流时间的影响,考察了 2、4、6、8、10 min 等时间段。结果发现,加入三氟化硼甲醇溶液后回流时间增加到 8 min 时,脂肪酸甲酯得到了最高的提取效率,当时间再延长时,脂肪酸甲酯的提取效率不再增加,因此,最终确定甲酯化回流时间为 8 min。

2.3 方法学评价

2.3.1 线性范围及检出限

在上述优化的仪器条件下,对 36 种脂肪酸甲酯类的标准溶液进行了分析,以十一碳酸甘油三酯为内标,采用内标法定量。以各脂肪酸甲酯类色谱峰面积与内标峰面积的比值为纵坐标(y)、对应的质量浓度比值为横坐标(x),绘制标准曲线,如表 2 所示,相关系数 R^2 值均超过 0.99,36 种脂肪酸甲酯类在各自范围内,线性关系良好。若样品中某种脂肪酸甲酯含量较高时,可通过稀释的方法将其浓度降低在可检测范围内。

以检出限信噪比 $S/N \geq 3$ 对应标准溶液的浓度为检出限,以信噪比 $S/N \geq 10$ 对应标准溶液的浓度为定量限。最终确定此方法的检出限(Limit of Detection, LOD)和定量限(Limit of Quantification, LQD)分别为检出限为 3~6 mg/100 g,定量限为 10~20 mg/100 g,能够满足 GB 5009.168-2016 中规定的固体类基质中脂肪酸的测定下限,说明该方法能满足标准需要。

2.3.2 回收率和精密度

以预制菜鱼香肉丝 1 号样品进行加标回收试验和精密度考察,由于鱼香肉丝中部分脂肪酸本底值较高,选择没有本底值的 8 种脂肪酸甲酯类(C6:0、C11:0、C14:1n5、C17:1、C18:1n9t、C21:0、C20:3n3、C20:5n3、C22:6)作为加标对象,这几种脂肪酸覆盖了短链、中链、长链的脂肪酸。在预制菜鱼香肉丝 1 号样品中加入 10、50、100 mg/100 g 等 3 个质量浓度的混合标准溶液,然后依据 2.2 节开展样品前处理,每个水平的样品重复测定 6 次,计算相对标准偏差(Relative Standard Deviation, RSD)和加标回收率,具体数值见表 3。

结果表明:3 个质量添加水平的平均回收率范围为 72.43%~94.54%,相对标准偏差为 2.84%~8.71%。表明所建立的前处理方法和色谱条件稳定性好、准确度高,可以用于荤菜类预制菜中脂肪酸的准确定量测定。

表 2 36种脂肪酸甲酯类的线性方程、相关系数 (R^2)、检出限 (LODs, $n=7$) 和定量限 (LOQs, $n=6$)

Table 2 Correlation equations, coefficients, limits of quantification (LOQs, $n=6$) and limits of detection (LODs, $n=7$)

of 36 fatty acid methyl esters					
分析物	回归方程式	相关系数 R^2	线性范围/ (mg·mL ⁻¹)	检测限/ (mg/100 g)	定量限/ (mg/100 g)
C4:0	$y=3.091\ 5+0.019\ 6x$	0.996 4	0.01~0.4	3	10
C6:0	$y=3.901\ 1+0.040\ 3x$	0.999 3	0.01~0.4	3	10
C8:0	$y=4.328\ 8+0.027\ 6x$	0.998 4	0.01~0.4	3	10
C10:0	$y=4.745\ 5+0.033\ 2x$	0.997 7	0.02~0.4	6	10
C12:0	$y=4.966\ 6+0.031\ 8x$	0.996 6	0.02~0.4	6	10
C13:0	$y=5.041\ 1+0.034\ 6x$	0.998 9	0.01~0.4	3	10
C14:0	$y=5.014\ 2+0.033\ 9x$	0.999 4	0.01~0.4	3	10
C14:1	$y=5.218\ 5+0.035\ 7x$	0.995 7	0.01~0.4	3	10
C15:0	$y=5.074\ 5+0.034\ 2x$	0.997 4	0.01~0.4	3	10
C15:1	$y=4.745\ 5+0.033\ 2x$	0.997 3	0.01~0.4	3	10
C16:0	$y=10.607\ 6+0.074\ 0x$	0.997 7	0.02~0.4	6	10
C16:1	$y=5.219\ 4+0.035\ 0x$	0.999 5	0.01~0.4	3	10
C17:0	$y=5.283\ 8+0.035\ 3x$	0.999 3	0.02~0.4	6	10
C17:1	$y=5.238\ 0+0.034\ 6x$	0.997 6	0.01~0.4	3	10
C18:0	$y=5.428\ 7+0.037\ 3x$	0.998 3	0.02~0.4	6	10
C18:1n9t	$y=5.415\ 4+0.036\ 2x$	0.997 8	0.01~0.4	3	10
C18:1n9C	$y=5.419\ 8+0.039\ 1x$	0.995 4	0.02~0.4	6	10
C18:2n6t	$y=5.314\ 2+0.036\ 1x$	0.996 7	0.01~0.4	3	10
C18:3n6	$y=5.198\ 1+0.034\ 9x$	0.997 9	0.02~0.4	6	10
C18:3n3	$y=5.209\ 6+0.035\ 1x$	0.994 1	0.01~0.4	3	10
C20:0	$y=5.567\ 9+0.037\ 8x$	0.995 9	0.02~0.4	6	10
C20:1	$y=5.443\ 3+0.036\ 6x$	0.993 5	0.01~0.4	3	10
C20:2	$y=5.312\ 7+0.035\ 9x$	0.999 1	0.01~0.4	3	10
C21:0	$y=5.434\ 3+0.035\ 8x$	0.999 3	0.01~0.4	3	10
C20:3n6	$y=5.195\ 5+0.034\ 4x$	0.999 5	0.01~0.4	3	10
C20:4n6	$y=5.291\ 8+0.034\ 9x$	0.998 9	0.01~0.4	3	10
C20:3n3	$y=5.262\ 7+0.035\ 3x$	0.999 0	0.01~0.4	3	10
C22:0	$y=5.614\ 3+0.036\ 9x$	0.999 2	0.01~0.4	3	10
C20:5n3	$y=5.120\ 8+0.033\ 5x$	0.999 3	0.01~0.4	3	10
C22:1n9	$y=5.500\ 0+0.036\ 3x$	0.999 4	0.01~0.4	3	10
C22:2n6	$y=5.539\ 5+0.035\ 4x$	0.999 1	0.01~0.4	3	10
C23:0	$y=5.541\ 2+0.036\ 9x$	0.998 2	0.01~0.4	3	10
C24:0	$y=5.542\ 5+0.033\ 9x$	0.999 3	0.02~0.4	6	20
C24:1n9	$y=5.448\ 2+0.032\ 4x$	0.998 3	0.01~0.4	3	10
C22:6n3	$y=4.757\ 0+0.025\ 3x$	0.998 8	0.01~0.4	3	10

表 3 鱼香肉丝1号样品中8种脂肪酸甲酯类的加标回收率和精密度
Table 3 RSD and Recovery of 8 fatty acid methyl esters in yuxiangrousi-1 (n=6)

分析物	添加水平/(10 mg/100 g)		添加水平/(50 mg/100 g)		添加水平/(100 mg/100 g)	
	回收率/%	相对偏差/%	回收率/%	相对偏差/%	回收率/%	相对偏差/%
C6:0	77.81	8.71	88.52	5.34	92.45	5.19
C14:1n5	75.22	8.24	79.34	7.45	88.46	4.55
C17:1	79.81	7.75	81.33	6.19	84.94	4.98
C18:1n9t	72.43	7.46	78.91	5.66	83.53	3.54
C21:0	73.65	8.17	80.40	6.81	90.42	3.71
C20:3n3	74.90	7.62	83.54	4.63	89.51	2.84
C20:5n3	73.52	7.91	79.43	4.45	93.63	4.63
C22:6	74.23	6.92	82.82	5.21	94.54	4.42

表 4 实际荤菜类预制菜中脂肪酸含量检测数据对比
Table 4 Comparison of fatty acid detection data in actual pre-cooked dishes of meat category

分析物	饱和脂肪酸/(mg/100 g)	单不饱和脂肪酸/(mg/100 g)	多不饱和脂肪酸/(mg/100 g)
鱼香肉丝	2.22~10.8	1.64~3.54	3.22~5.59
红烧狮子头	1.75~6.09	1.80~6.7	0.82~2.95
黑椒牛柳	1.43~3.23	1.31~3.20	1.31~4.93
黄焖鸡	1.80~2.14	1.55~2.81	2.18~3.86

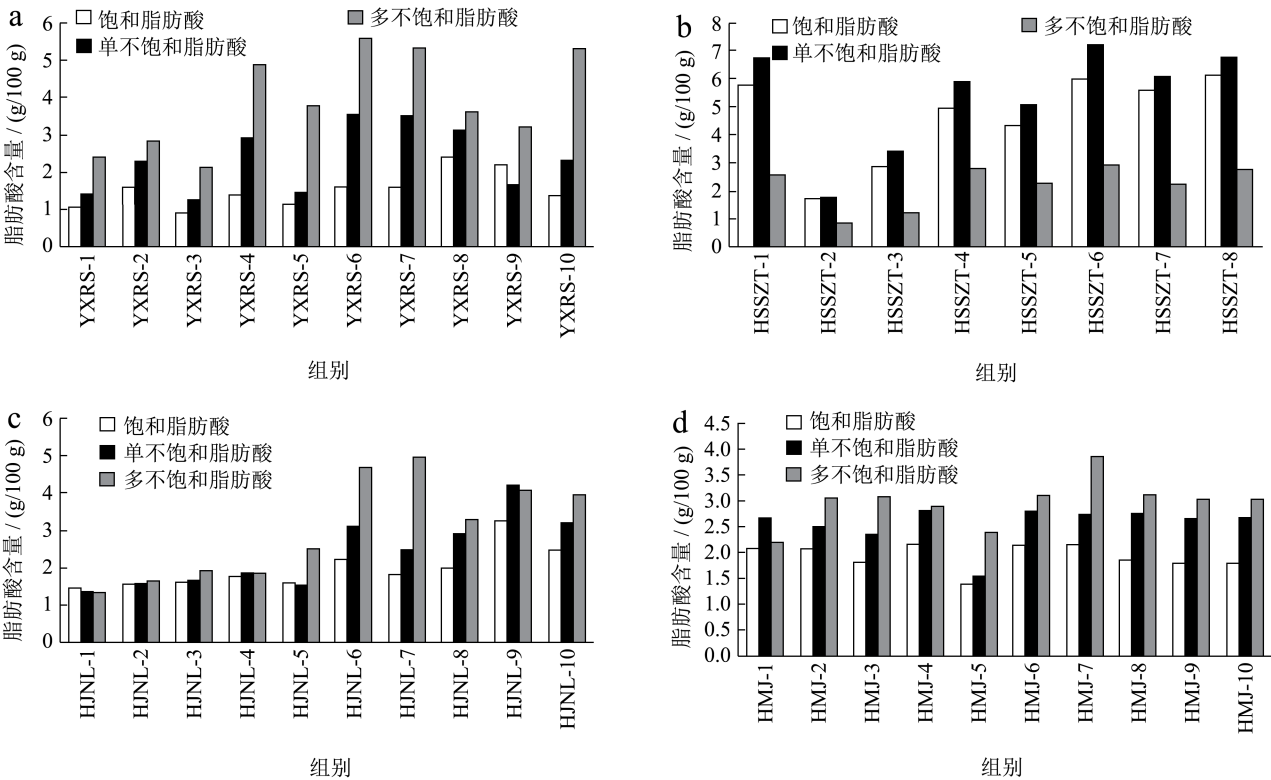


图 4 预制菜中脂肪酸含量

Fig.4 Fatty acid content in different types of pre made dishes

注: (a) 鱼香肉丝 (YXRS); (b) 红烧狮子头 (HSSZT); (c) 黑椒牛柳 (HJNL); (d) 黄焖鸡 (HMJ)。

2.4 实际荤菜类预制菜中脂肪酸含量的检测

本方法收集了江苏省南京各大超市和集贸市场的预制菜样品,其中包括20个鱼香肉丝、8个红烧狮子头、17个黑椒牛柳和10个黄焖鸡,我们对其中所含的脂肪酸含量分别进行了准确测定。鱼香肉丝(图4a)、红烧狮子头(图4b)、黑椒牛柳(图4c)、黄焖鸡(图4d)样品中的饱和脂肪酸、单不饱和脂肪酸和多不饱和脂肪酸含量对比如图3和表4所示。

通过表4和图4所示的数据对比分析,我们可以看出不同类别荤菜类预制菜样品中脂肪酸含量均差异较大,其中鱼香肉丝、黑椒牛柳、黄焖鸡三种样品中的多不饱和脂肪酸在总脂肪酸的占比最高,而红烧狮子头样品中单不饱和脂肪酸在总脂肪酸的占比最高。

2.5 不同荤菜类预制菜中脂肪酸含量的比较

四类荤菜类预制菜中总脂肪酸、饱和脂肪酸、单不饱和脂肪酸、多不饱和脂肪酸、不饱和脂肪酸的含量进行分析比较,结果如图5所示。

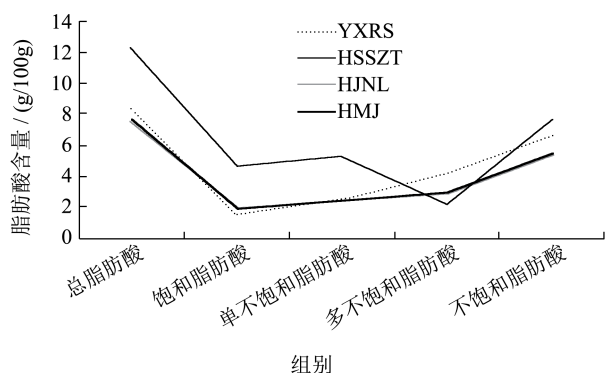


图5 不同种类预制菜中脂肪酸含量比较

Fig.5 Comparison of fatty acid content in different types of prepared food

由此可见,红烧狮子头样品中的总脂肪酸、单不饱和脂肪酸、不饱和脂肪酸和饱和脂肪酸含量均比其它三种要高。这可能与原料种类有关,红烧狮子头制作中使用的肉类原料较多,其他三种预制菜鱼香肉丝、黑椒牛柳和黄焖鸡中脂肪酸含量比较类似。不饱和脂肪酸含量最高的为红烧狮子头(7.57 mg/100 g),其次为鱼香肉丝(6.69 mg/100 g)、黄焖鸡(5.51 mg/100 g)、黑椒牛柳(5.36 mg/100 g);饱和脂肪酸含量最高的为红烧狮子头(4.66 mg/100 g),其次为黑椒牛柳(1.95 mg/100 g)、黄焖鸡(1.92 mg/100 g)、鱼香肉丝(1.56 mg/100 g)。

3 结论

采用气相色谱-内标法建立了4种荤菜类预制菜中36种脂肪酸的检测方法。样品经酸浸泡水解后,加

入乙醚-石油醚提取脂肪,在氢氧化钠甲醇溶液条件下脂肪皂化,加入三氟化硼甲醇溶液甲酯化。由于荤菜类预制菜中脂肪含量较高,本研究创新性的优化了色谱柱、梯度升温程序、样品质量、氢氧化钠甲醇溶液用量、甲酯化回流时间等参数,建立了4种荤菜类预制菜中36种脂肪酸含量的测定方法。该方法具有准确性高、重现性好、检测成本低等特点。本方法的建立,可以满足荤菜类预制菜中脂肪酸的准确测定,也可以为市场中预制菜的监督管理提供一定的技术支撑。

参考文献

- [1] 李军.中餐预制菜的营养价值与食品安全问题探讨[J].食品安全导刊,2024,23:16-18.
- [2] 王娟,高群玉,姜文勇.我国预制菜行业的发展现状及趋势[J].现代食品科技,2023,39(2):99-103.
- [3] 李岩,李华,宓现娜,等.我国预制菜产业现状及发展对策[J].中国果菜,2024,44(2):71-76.
- [4] ZHANG W H, ZHENG J Q, LI Y F. Explaining Chinese consumers continuous consumption intention toward prepared dishes: the role of perceived risk and trust [J]. Foods, 2023, 13(1): 88-95.
- [5] LAN H J, CHEN L. Salt reduction strategies and enhanced saltiness perception mechanisms for prepared dishes: A review [J]. Food Safety and Health, 2024, 2(3): 362-379.
- [6] LIU Y, PHAM H, MAI Y. Green investment policy and maturity mismatch of investment and financing in China heavily polluting enterprises [J]. International Review of Economics and Finance, 2024, 93: 1145-1158.
- [7] 黄立兰.不同来源饲用油脂的脂肪酸组成分析[J].饲料与畜牧,2016,8:43-45.
- [8] 苏馨,李金泉,赵存,等.内蒙古地区杜泊羊、萨福克羊和乌珠穆沁羊脂肪酸含量分析[J].今日畜牧兽医,2021,37(10):4-7.
- [9] JI C D, HUANG J B, YAN Y. A stable and visualized fatty acid-based phase transition material constructed by solid-phase molecular self-assembly for thermal management [J]. RSC Advances, 2024, 14(30): 22028-22034.
- [10] CHEN Q N, MA Y, LIAO R, et al. Determination of fatty acids in codonopsis radix based on dispersive liquid-liquid microextraction with solidification of floating organic drop coupled with GC [J]. Microchemical Journal, 2024, 207: 1-8.
- [11] FATEMECH K, REYHANEH A, PARISA K, et al. Fatty acids analysis in dairy products via GC-FID methodology: Leveraging PS/SNW-1 nanofibers for enhanced PT-μSPE [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2025, 137: 1-8.
- [12] HU B, ZHANG D Y, GENG Y Y, et al. Chemometrics analysis of camellia oil authenticity using LF NMR and fatty acid GC fingerprints [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2024, 133: 223-247.
- [13] MIROSLAV L, RUMEN D, MICHAL H. Retention behavior of isomeric triacylglycerols in silver-ion HPLC: effects of mobile phase composition and temperature [J]. Journal of Separation Science, 2013, 17(36): 287-290.
- [14] 乔海霞,蔡可文,刘庆,等.气相色谱-三重四极杆质谱法测定特医

- 食品中中链甘油三酯[J].中国食品添加剂,2023,34(8):287-293.
- [15] 郭荣烁.气相色谱法测定奶粉中脂肪酸和反式脂肪酸的含量[J].中国奶牛,2025,2:46-51.
- [16] 张星河,齐策,陶冠军,等.超高效合相色谱串联四级杆飞行时间质谱快速分析植物油的甘油三酯组成[J].中国油脂,2018,43(11):127-132.
- [17] 赵新楠,王秀斌,李培武,等.液相色谱-串联质谱法准确定量植物油中主要甘油三酯[J].中国油料作物学报,2020,42(3):356-363.
- [18] YI L, HE J, LIANG YZ, et al. Simultaneously quantitative measurement of comprehensive profiles of esterified and non-esterified fatty acid in plasma of type 2 diabetic patients [J]. Chemistry and Physics of Lipids, 2007, 150(2): 204-216.
- [19] GINA R D N, SABINE M, KAYLA L, et al. Cultivated Winter-Type *Lunaria annua* L. Seed: Deciphering the glucosinolate profile integrating HPLC, LC-MS and GC-MS analyses, and determination of fatty acid composition [J]. Molecules, 2024, 29(16): 286-293
- [20] XING L H, ZHANG Q, LIU J, et al. Determination of six short-chain fatty acids in rat feces using headspace solid-phase dynamic extraction coupled with GC-MS [J]. Journal of Separation Science, 2024, 47 (12): 1-9.
- [21] 王希越,明明,连丽丽,等.基丁气相色谱-质谱的拟靶向代谢组学方法分析大米中脂肪酸[J].色谱,2020,38(2):250-254.
- [22] 张春萍,郭舒岗,张蕤,等.三重四级杆气质联用仪多反应监测模式测定苡面中脂肪酸含量[J].粮油食品科技,2024,32(3):170-178.
- [23] 邹林有,胡娜,王煜伟,等.HPLC-FLD法测定青藏高原4种茶蓼子叶片中游离脂肪酸[J].分析试验室,2020,39(10):1183-1187.
- [24] GUEVARA-ZAMBRANO J M, MICHELS D, VERKEMPINCK S H E, et al. HPLC-CAD method to quantify lipolysis products from plant-based oils rich in unsaturated fatty acids [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2023, 121: 1-13.
- [25] 伍洋科,李莎,蒋菲娅,等.代谢组学方法研究橙黄决明素对高脂血症大鼠血浆游离脂肪酸的影响[J].分析科学学报,2020,36(2):205-211.
- [26] LI Q, ZENG Y F, AI L F, et al. Determination of six volatile fatty acids in human serum, urine and faeces by low temperature derivatisation combined with HPLC-MS/MS [J]. Journal of Chromatography B, 2024, 1241: 1-12.
- [27] 杨雅萱,卞苗苗,刘艳庆,等.基于超高效液相色谱-质谱法脂质组学分析油莎草3个生长时期及组织脂类物质组成[J].食品科学,2025,46(3):146-161.
- [28] 李红洲,国果,李博岩,等.超高效液相色谱-四极杆-飞行时间-高分辨质谱法分析6种李果实中的代谢物差异性[J].食品安全质量检测学报,2024,15(11):63-73.
- [29] ZEB A, MURKOVIC M. Analysis of triacylglycerols in refined edible oils by isocratic HPLC-ESI-MS [J]. European Journal of Lipid Science and Technology, 2010, 112(8): 844-851.
- [30] KALO P, KEMPPINEN A, OLLILAINEN V, et al. Regiospecific determination of short-chain triacylglycerols in butterfat by normal-phase HPLC with on-line electrospray-tandem mass spectrometry [J]. Lipids, 2004, 39(9): 915-928.