

刘 兵.GC-MS 法测定不同地区生鲜牛乳中的脂肪酸组成及含量[J].畜牧与饲料科学,2023,44(5):93-99.

DOI:10.12160/j.issn.1672-5190.2023.05.013

GC-MS 法测定不同地区生鲜牛乳中的脂肪酸组成及含量

刘 兵

(商丘职业技术学院,河南 商丘 476000)

摘要:[目的]比较分析不同地区生鲜牛乳中的脂肪酸种类和含量。[方法]于2019年5月—2020年3月,从河南省、河北省、山西省各选取1个规模化奶牛养殖场,按照四个季节分别采集健康奶牛生鲜乳样,每个地区采集12份,3个地区共36份。使用GC-MS法进行脂肪酸的提取和甲酯化,利用CP-WAX 52 CB毛细管色谱柱和质谱联用分析仪进行脂肪酸种类和含量分析。通过与37种脂肪酸甲酯混合标准品的保留时间比对和NIST05谱库检索对脂肪酸进行定性分析,脂肪酸含量通过面积归一化法进行计算。[结果]从河南省采集的生鲜牛乳中共检出28种脂肪酸,其中,饱和脂肪酸15种,癸酸甲酯、月桂酸甲酯、肉豆蔻酸甲酯、硬脂酸甲酯、棕榈酸甲酯5种饱和脂肪酸的含量较高,占检出脂肪酸总含量的57.03%;检测到不饱和脂肪酸13种,多数含量较低,只有油酸/反油酸甲酯含量较高,占检出脂肪酸总含量的32.26%。从河北省以及山西省采集的生鲜牛乳中均检出30种脂肪酸,但其组成略有不同;2个省份生鲜牛乳的脂肪酸含量检测结果与河南省生鲜牛乳的检测结果相似,饱和脂肪酸含量占检出脂肪酸总含量的比例均在60%左右。河北省生鲜牛乳中的油酸/反油酸含量为39.80%,在3个地区中最高。3个地区的生鲜牛乳中均未检测到反亚油酸甲酯、 γ -亚麻酸甲酯、顺-15-碳烯酸甲酯、芥酸甲酯、顺-4,7,10,13,16,19-二十二碳六烯酸甲酯。[结论]3个地区生鲜牛乳中的脂肪酸含量都比较丰富,以饱和脂肪酸为主,所有脂肪酸中以油酸/反油酸含量最高,但脂肪酸组成及含量也存在一定的地区差异。

关键词:GC-MS;生鲜牛乳;脂肪酸含量

中图分类号:TS252.7;S879.1

文献标志码:A

文章顺序编号:1672-5190(2023)05-0093-07

Determination of Fatty Acid Composition and Content in Fresh Dairy Milk from Different Regions by GC-MS

LIU Bing

(Shangqiu Polytechnic, Shangqiu 476000, China)

Abstract:[Objective] This study was conducted to compare and analyze the fatty acid composition and content in fresh dairy milk from different regions. [Method] From May 2019 to March 2020, one large-scale dairy farm each from Henan Province, Hebei Province, and Shanxi Province was selected. A total of 36 fresh milk samples from healthy dairy cows were collected over the four seasons, with 12 samples coming from each of the three regions. Fatty acids were extracted and methylated using GC-MS method. The fatty acid composition and content were analyzed using CP-WAX 52 CB capillary chromatography column and gas chromatography-mass spectrometry analyzer. By comparing the retention time of 37 mixed standard substances of fatty acid methyl esters and searching in the NIST05 spectrum library, the fatty acid composition was qualitatively analyzed. The fatty acid content was calculated using area normalization method. [Result] A total of 28 fatty acids were detected in the fresh milk collected from Henan Province, among which 15 were saturated fatty acids. The contents of 5 saturated fatty acid methyl ester, including methyl decanoate, methyl laurate, methyl myristate, methyl stearate, and methyl palmitate, were relatively high, accounting for 57.03% of the total detected fatty acid content. Thirteen unsaturated fatty acid were detected, among which most had low levels, with only oleic acid/elaidic acid methyl ester having higher levels, accounting for 32.26% of the total detected fatty acid content. Thirty fatty acids were detected in the fresh milk collected from both Hebei Province and Shanxi Province, while the compositions were slightly different. The characterization of fatty acid content in the fresh milk collected from the two provinces were similar to that collected from Henan Province, with saturated fatty acid content accounting for around 60% of the total detected fatty acid content. The content of oleic acid/elaidic acid in the fresh milk collected from Hebei Province was 39.80%, which was the highest among the three regions. No linolelaidic acid methyl ester, γ -linolenic acid methyl ester, cis-15-carboenoic acid methyl ester, erucic acid methyl ester, and cis-4,7,10,13,16,19-docosahexaenoic acid methyl ester were detected in the fresh milk from all

three regions. [Conclusion] The fatty acid content in the fresh dairy milk collected from the three regions were relatively rich, with saturated fatty acid as the main component. Oleic acid/elaidic acid had the highest contents

收稿日期:2023-02-13

作者简介:刘兵(1986—),女,讲师,硕士,主要从事免疫学及食品科学检测技术研究工作。

among all the detected fatty acids, while there were also some regional variations in fatty acid composition and content.

Keywords: GC-MS; fresh dairy milk; fatty acid content

生鲜牛乳中的主要固体成分为脂肪、蛋白质、乳糖,其中,脂肪含量最高,一般在 3%~5%(W/V),包括甘油三酯、甘油二酯、磷脂、鞘脂、非酯化脂肪酸以及胆固醇等^[1]。牛乳中的脂肪酸可以分为三大类,即饱和脂肪酸(saturated fatty acid, SFA)、单不饱和脂肪酸(monounsaturated fatty acid, MUFA)和多不饱和脂肪酸(polyunsaturated fatty acid, PUFA),其中,长链饱和脂肪酸的含量普遍较高^[2]。脂肪酸的组成以及比例是牛乳质量与营养价值的重要衡量指标,而脂肪酸分子的高度结构多样性增加了鉴定和定量的复杂性。近年来有许多研究注重于测定生鲜牛乳中的脂肪酸的组成及含量,常见的方法有气相色谱-氢火焰离子检测(gas chromatography-flame ionization detection, GC-FID)、气相色谱与质谱连用(gas chromatography-mass spectrum, GC-MS)、直接进样质谱、液相色谱与质谱连用(liquid chromatography-mass spectrometry, LC-MS)等。GC-MS 法借助气相色谱法的高效分析能力和质谱的准确鉴定能力,在脂肪酸的检测乳品上具有一定优势,且定量限较低,可以达到 0.001 g/100 g^[3]。GC-MS 法是一种简单易行、准确可靠的方法,适用于牛乳脂肪酸的检测。有研究结果显示,生鲜牛乳中脂肪酸主要以饱和脂肪酸为主,其含量达到了 62.43%^[4]。

脂肪酸的组成和比例对牛乳质量与营养价值具有重要指示和评价作用。本研究采用 GC-MS 方法对 3 个地区规模化奶牛养殖场的生鲜牛乳样品进行检测,重点分析河南省牧场生鲜牛乳的脂肪酸组成特征,并与相邻省份河北省和山西省采集的乳样进行比较,以期对河南省乳业资源的合理开发和利用,以及解析不同地区生鲜牛乳质量差异提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 样品来源

于 2019 年 5 月至 2020 年 3 月,从河南省、河北省、山西省各选取 1 个规模化奶牛养殖场,按照四个季节采集健康奶牛乳样,每个季节采集 1 次,每次采样设 3 个平行,每次采集的乳样由 10 头奶牛的乳样混合,即每个地区采集乳样 12 份,3 个地区共 36 份乳样。采集牛乳后及时进行样品处理

和分析测定。

1.1.2 主要试剂

盐酸、二氯甲烷、无水碳酸钠均为分析纯,购自天津科密欧化学试剂有限公司;乙酰氯、无水甲醇均为色谱纯,美国默克公司产品;37 种脂肪酸甲酯混标品,美国 Sigma 公司产品。

1.1.3 仪器与设备

6890-5975 型气相色谱-质谱联用分析仪,美国 Agilent Technologies 公司产品;7683B 型自动进样器,美国 Agilent Technologies 公司产品;XW-80A 型涡旋混合器,宁波新芝生物科技股份有限公司产品;BSA124S-CW 型电子分析天平,德国 Sartorius 公司产品;Sorvall ST 8 低速离心机,美国 Thermo Fisher Scientific 公司产品;DC-0515 恒温水浴锅,上海衡平仪器仪表有限公司产品。

1.2 试验方法

1.2.1 脂肪酸的提取及甲酯化

准确量取 30 mL 牛乳置于 50 mL 离心管,加入 5 mL 的二氯甲烷/甲醇溶液(2:1, V/V),并加入 3 mL 的盐酸溶液(0.1 mol/L),剧烈振摇 60 min 使离心管内液体明显分层;收集下层有机相,旋转蒸发浓缩后将有机相倒入离心管,4 000 r/min 离心 10 min;吸取 1 mL 上层有机油相进行甲酯化操作。

将以上 1 mL 脂肪提取液置于 10 mL 离心管,加入 10%的乙酰氯甲醇溶液 5 mL,氮气保护及 70 °C 水浴条件下振荡 60 min;随后取出冷却至室温,加入 6%的碳酸钠溶液 3 mL 混匀,4 000 r/min 离心 10 min,取甲酯上清液进行气相色谱分析。

1.2.2 分析条件

气相色谱条件:使用 CP-WAX 52 CB 毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm×0.5 μm),载气:高纯氮气,压力设置为 95 kPa,流量为 1 mL/min,以不分流模式进行注射。程序升温:GC 柱温箱以 10 °C/min 的速率从 50 °C 程序升温至 175 °C,保持 15 min,然后以 5 °C/min 的速率升温至 240 °C,在 240 °C 下保持 10 min,最后以 90 °C/min 的速率升温至 250 °C 并保持 5 min。总运行时间为 60 min,进样温度为 250 °C,进样量为 1 μL,吹扫流速为 10 mL/min,吹扫时间为 2 min^[5]。

质谱条件:70 eV 的电子轰击离子源,质量

扫描范围为 45~700 m/z。扫描时间为 1.00 s,扫描间延迟时间为 0.50 s。质谱仪的分辨率调整为 2 000。离子源温度设置为 250 ℃,传输线保持在 250 ℃。

1.2.3 定性与定量方法

定性分析方法为将生鲜牛乳样品待测组分的出峰保留时间与 37 种脂肪酸甲酯混合标准品的保留时间进行比对,同时使用 NIST05 谱库进行脂肪酸的定性结构分析,确定其脂肪酸组成成分。采用面积归一化法计算各脂肪酸含量。

1.3 数据处理与分析

所有样品按照上述处理方法进行脂肪酸分析,结果以每个地区乳样脂肪酸含量的“平均值±标准偏差”表示。

2 结果与分析

2.1 脂肪酸甲酯混合标准品定性

通过比较生鲜牛乳中脂肪酸甲酯的化学结构 GC 保留时间与 37 种脂肪酸甲酯混合标准品的保留时间,以及通过比较质谱与 NIST05 数据库中可用的图谱进行定性分析。37 种混合标准品的色谱图如图 1 所示,相对应的脂肪酸甲酯组成、出峰顺序以及每种成分占比如表 1 所示。生鲜牛乳中脂肪酸甲酯的检测结果如图 2 所示。与标准混标图

谱相比,生鲜牛乳样品的脂肪酸甲酯图谱存在少量的杂质基线干扰,但是各种脂肪酸甲酯的峰形和分离度均良好,证明该分析方法适合牛乳中脂肪酸含量的测定。

2.2 不同地区生鲜牛乳中脂肪酸组成及含量检测结果

根据色谱图中保留时间对比以及 NIST05 数据库检索,可以确定生鲜牛乳样品中含量较高的脂肪酸甲酯有癸酸甲酯、月桂酸甲酯、十三烷酸甲酯、肉豆蔻酸甲酯、棕榈酸甲酯、硬脂酸甲酯、油酸/反油酸甲酯、花生酸甲酯、木蜡酸甲酯等,通过面积归一化法对各脂肪酸含量进行计算,结果如表 2 所示。3 个地区的生鲜牛乳中都未检测到反亚油酸甲酯、 γ -亚麻酸甲酯、顺-15-碳烯酸甲酯、芥酸甲酯、顺-4,7,10,13,16,19-二十二碳六烯酸甲酯,原因可能是牛乳中这些不饱和脂肪酸含量本身就很低,达不到 GC-MS 分析条件的检测限。

从河南省采集的生鲜牛乳中检测出的脂肪酸甲酯结果来看,共检出 28 种脂肪酸;饱和脂肪酸种类有 15 种,其中,癸酸甲酯[(6.66±1.45)%]、月桂酸甲酯[(4.18±0.96)%]、肉豆蔻酸甲酯[(9.01±1.76)%]、硬脂酸甲酯[(17.15±1.98)%]、棕榈酸甲酯[(20.03±2.34)%]5 种饱和脂肪酸含量较高,占

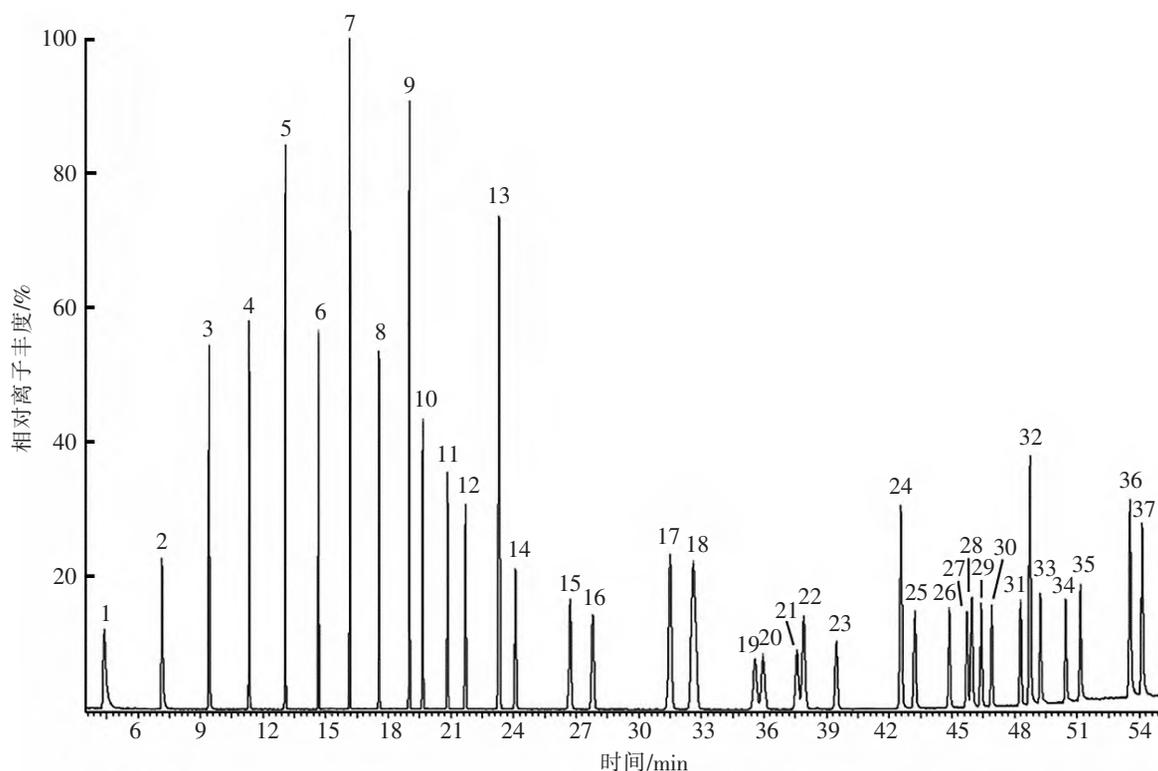


图 1 脂肪酸甲酯混合标准品总离子流图

表 1 脂肪酸甲酯混合标准品的组成及洗脱顺序

单位:%

洗脱顺序	甲酯结构	名称	占比
1	C6:0	己酸甲酯	4
2	C7:0	庚酸甲酯	4
3	C8:0	辛酸甲酯	4
4	C9:0	壬酸甲酯	4
5	C10:0	癸酸甲酯	4
6	C11:0	十一烷酸甲酯	2
7	C12:0	十二烷酸甲酯(月桂酸甲酯)	4
8	C13:0	十三烷酸甲酯	2
9	C14:0	十四烷酸甲酯(肉豆蔻酸甲酯)	4
10	C14:1n-5c	顺-9-十四碳一烯酸甲酯(肉豆蔻烯酸甲酯)	2
11	C15:0	十五烷酸甲酯	2
12	C15:1n-5c	顺-15-碳烯酸甲酯	2
13	C16:0	十六烷酸甲酯(棕榈酸甲酯)	6
14	C16:1n-7c	顺-9-十六碳一烯酸甲酯(棕榈油酸甲酯)	2
15	C17:0	十七烷酸甲酯	2
16	C17:1n-7c	顺-10-十七碳烯酸甲酯	2
17	C18:0	十八烷酸甲酯(硬脂酸甲酯)	4
18	C18:1n-9c/tr	顺/反-9-十八碳烯酸甲酯(油酸/反油酸甲酯)	2
19	C18:2n-6c	顺,顺-9,12-十八碳二烯酸甲酯(亚油酸甲酯)	2
20	C18:2n-6tr	反,反-9,12-十八碳烯酸甲酯(反亚油酸甲酯)	2
21	C18:3n-6c	顺,顺,顺-6,9,12-十八碳三烯酸甲酯(γ -亚麻酸甲酯)	2
22	C19:0	十九烷酸甲酯	2
23	C18:3n-3c	顺,顺,顺-9,12,15-十八碳三烯酸甲酯(亚麻酸甲酯)	2
24	C20:0	二十烷酸甲酯(花生酸甲酯)	4
25	C20:1n-9c	顺-11-二十碳一烯酸甲酯	2
26	C20:2n-6c	顺,顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯	2
27	C20:3n-6c	顺,顺,顺-8,11,14-二十碳三烯酸甲酯	2
28	C21:0	二十一烷酸甲酯	2
29	C20:4n-6c	顺-5,8,11,14-二十碳四烯酸甲酯(花生四烯酸甲酯)	2
30	C20:3n-3c	顺-11,14,17-二十碳三烯酸甲酯	2
31	C20:5n-3c	顺-5,8,11,14,17-二十碳五烯酸甲酯	2
32	C22:0	二十二烷酸甲酯(山嵛酸甲酯)	4
33	C22:1n-9c	顺-13-二十二碳烯酸甲酯(芥酸甲酯)	2
34	C22:2n-6c	顺-13,16-二十二碳二烯酸甲酯	2
35	C23:0	二十三烷酸甲酯	2
36	C24:0	二十四烷酸甲酯(木蜡酸甲酯)	4
37	C22:6n-3c	顺-4,7,10,13,16,19-二十二碳六烯酸甲酯	2

检出脂肪酸总含量的 57.03%; 不饱和脂肪酸种类有 13 种, 多数含量较低, 只有油酸/反油酸甲酯含量较高, 占检出脂肪酸总含量的 32.26%。从河北省以及山西省采集的生鲜牛乳中均检出 30 种脂肪酸, 但其组成有所不同: 河北省乳样中未检出花生酸甲酯, 山西省乳样中未检出顺-11-二十碳一烯酸甲酯; 2 个省份生鲜牛乳的脂肪酸含量检测

结果与河南省生鲜牛乳的检测结果相似, 饱和脂肪酸含量占检出脂肪酸总含量的比例均在 60% 左右。河北省生鲜牛乳中的油酸/反油酸含量为 39.80%, 在 3 个地区中最高。

3 讨论

3.1 样品中脂肪酸的提取

该研究使用 GC-MS 法进行生鲜牛乳中的脂

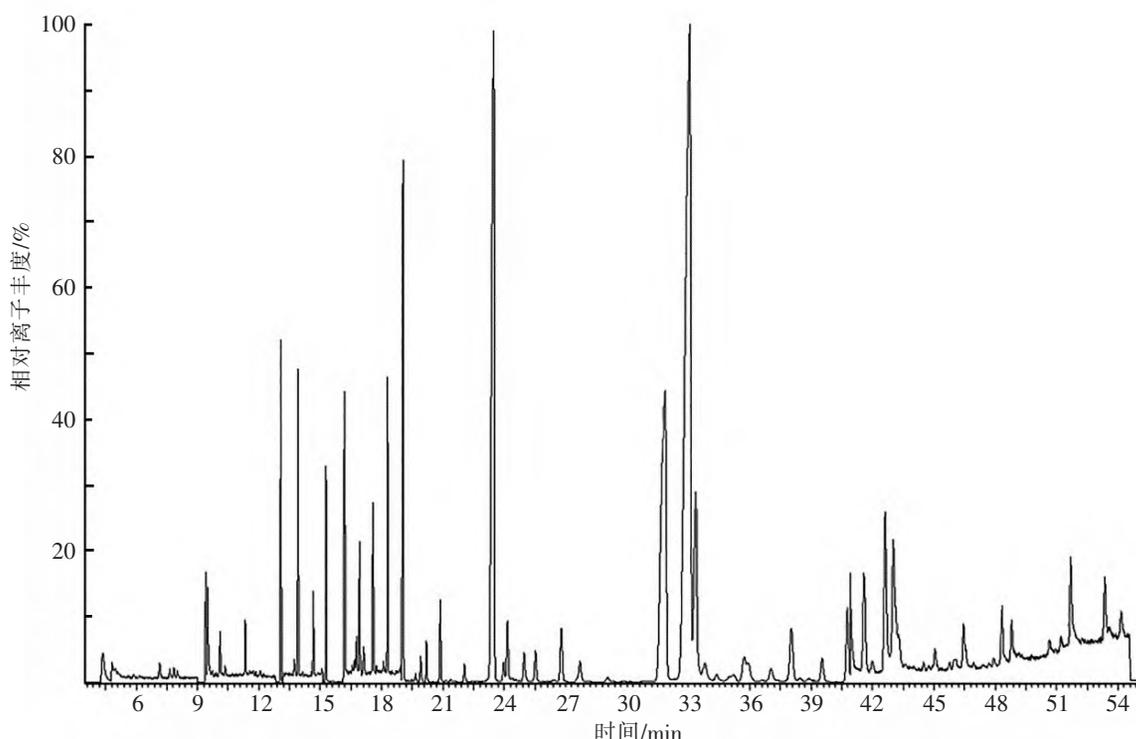


图2 生鲜牛乳中脂肪酸对应的脂肪酸甲酯随时间变化的相对离子丰度

脂肪酸含量测定,该方法要求脂质样品经过水解、脂肪提取、脂肪酸甲酯化等处理步骤之后,才可进样分析。由于牛乳中的许多脂肪是以游离态而非结合态的形式存在,所以一般不需要经过水解过程,直接从牛乳中提取脂质即可^[6]。脂肪酸的提取方法常参考 Folch 等^[7]和 Bligh 等^[8]报道的通用方法,前者使用氯仿/甲醇(2:1,V/V)作为萃取溶剂,后者使用氯仿/甲醇(1:2,V/V)加1体积的氯仿/水(1:1,V/V)作为提取溶剂。近年来有许多基于上述2种方法的脂质提取方法改进,例如,有研究使用甲基叔丁基醚作为提取溶剂,体系分层后有机相位于上层,避免了传统方法中收集提取液时将移液枪头穿过上层溶液进入下层而造成的提取物污染^[9]。有研究发现在使用氯仿甲醇溶剂提取脂质时加入0.1 mol/L的盐酸溶液可以提高样品中的脂质回收率^[10]。在该研究中,考虑到氯仿的毒性较强且具有挥发性,因此,选择使用二氯甲烷代替氯仿进行脂质提取,同时在提取溶剂中加入了0.1 mol/L的盐酸以提高提取效率。

3.2 脂肪酸的甲酯化

脂肪酸含有羧基的极性基团,极性大、沸点高,因此,不能直接进行气相分析,需要进行脂肪酸甲酯化处理,变成极性低且易挥发的甲酯化衍生物。常见的脂肪酸甲酯化方法有酯交换法^[11]、酸

碱酯化法^[12]、乙酰氯-甲醇化法^[13]等。酸酯化法能够甲基化所有脂肪酸,但过程相当耗时并且可能导致共轭亚油酸发生结构的改变^[14]。碱酯化法反应速度快,但存在部分脂肪酸不能被甲基化的问题。乙酰氯-甲醇化法操作简单、结果可靠,特别适合大批量样品的处理,因此,该研究选择乙酰氯-甲醇法进行甲酯化处理。从生鲜牛乳样品中的色谱图结果可以看出,该研究应用的GC-MS法检测灵敏度高,脂肪酸甲酯的峰形对称与混合标准品没有区别,也证明了脂肪酸甲酯化的处理是成功的。

3.3 牛乳样品中的脂肪酸含量

牛乳中存在400余种脂肪酸^[15],然而由于检测技术的限制,截至目前,已有的研究报道中对牛奶中脂肪酸含量的分析测定不超过50种。牛乳中常被检测到的脂肪酸包括丁酸(C4:0)、己酸(C6:0)、辛酸(C8:0)、癸酸(C10:0)、月桂酸(C12:0)、肉豆蔻酸(C14:0)、肉豆蔻油酸(C14:1)、十五烷酸(C15:0)、棕榈酸(C16:0)、棕榈油酸(C16:1)、十七烷酸(C17:0)、硬脂酸(C18:0)、油酸(C18:1)和亚油酸(C18:2),以及大量低丰度脂肪酸,包括花生四烯酸(C20:4)、二十碳五烯酸(C20:5)和二十二碳六烯酸(C22:6,DHA)。文献报道,牛乳中最丰富的脂肪酸有棕榈酸、油酸、肉豆蔻酸和硬脂酸^[16],该研究中3个地

表 2 不同地区采集的生鲜牛乳中脂肪酸甲酯组成及含量($n=12$)

单位: %

脂肪酸甲酯名称	河南省	河北省	山西省
己酸甲酯	2.18±0.22	0.19±0.04	1.73±0.18
庚酸甲酯	0.04±0.02	0.02±0.02	0.02±0.02
辛酸甲酯	2.31±0.27	1.70±0.40	1.60±0.25
壬酸甲酯	0.04±0.02	0.04±0.05	0.04±0.03
癸酸甲酯	6.66±1.45	4.35±1.39	4.59±0.13
十一烷酸甲酯	0.04±0.02	0.04±0.04	0.04±0.04
月桂酸甲酯	4.18±0.96	2.76±0.48	3.10±1.25
十三烷酸甲酯	0.09±0.03	0.06±0.02	0.08±0.05
肉豆蔻酸甲酯	9.01±1.76	7.11±1.72	8.00±1.14
肉豆蔻烯酸甲酯	0.09±0.04	0.08±0.03	0.08±0.02
十五烷酸甲酯	0.87±0.28	0.96±0.27	1.20±0.60
顺-15-碳烯酸甲酯	/	/	/
棕榈酸甲酯	20.03±5.34	19.30±3.01	20.16±4.58
棕榈油酸甲酯	1.04±0.11	1.23±0.22	1.35±0.14
十七烷酸甲酯	1.04±0.20	1.35±0.30	1.10±0.22
顺-10-十七碳烯酸甲酯	0.35±0.06	0.49±0.02	0.42±0.04
硬脂酸甲酯	17.15±1.98	17.50±1.66	16.53±1.15
油酸/反油酸甲酯	32.26±5.65	39.80±6.01	36.84±6.67
亚油酸甲酯	1.09±0.24	1.31±0.11	1.26±0.42
反亚油酸甲酯	/	/	/
γ -亚麻酸甲酯	/	/	/
十九烷酸甲酯	0.74±0.16	0.92±0.44	0.88±0.15
亚麻酸甲酯	0.17±0.05	0.27±0.06	0.32±0.09
花生酸甲酯	0.04±0.02	/	0.06±0.04
顺-11-二十碳一烯酸甲酯	/	0.06±0.01	/
顺,顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯	/	0.02±0.02	0.02±0.01
顺,顺,顺-8,11,14-二十碳三烯酸甲酯	0.04±0.01	0.04±0.02	0.04±0.02
二十一烷酸甲酯	0.26±0.06	0.10±0.02	0.13±0.06
花生四烯酸甲酯	0.04±0.02	/	/
顺-11,14,17-二十碳三烯酸甲酯	0.09±0.03	0.08±0.04	0.13±0.05
顺-5,8,11,14,17-二十碳五烯酸甲酯	0.04±0.04	0.06±0.04	0.11±0.04
山嵛酸甲酯	/	0.02±0.02	0.02±0.02
芥酸甲酯	/	/	/
顺-13,16-二十二碳二烯酸甲酯	/	0.04±0.03	0.04±0.03
二十三碳酸甲酯	0.04±0.04	0.04±0.03	0.04±0.02
木蜡酸甲酯	0.04±0.02	0.06±0.02	0.06±0.04
顺-4,7,10,13,16,19-二十二碳六烯酸甲酯	/	/	/

注:“/”表示未检出。

区的生鲜牛乳脂肪酸含量检测结果与文献报道相似。中国荷斯坦奶牛乳中的部分营养成分和矿物质元素含量接近或优于荷斯坦奶牛和西门塔尔牛。同时,中国荷斯坦奶牛乳的脂肪酸含量和组成与荷斯坦奶牛相近,但脂肪酸组成优于西门塔尔牛^[17]。冷季牛乳粉的 MUFA、PUFA、必需脂肪酸(essential fatty acid,EFA)含量和占比均高于暖季;

而冷季牛乳粉的 USFA 与 SFA 比值为 44.79%,暖季为 38.55%^[18]。值得一提的是,该研究使用的毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm×0.5 μ m)不能使油酸和反油酸的峰分离,据文献报道,长度为 100 m 的色谱柱也无法充分分离这对双键异构体,理想的分离措施是气相进样前先用薄层色谱法进行预分馏^[19]。

该研究选取3个地区的生鲜牛乳进行脂肪酸含量的测定,结果表明,3个地区生鲜牛乳的脂肪酸组成和含量都没有明显区别,唯一有所差异的是它们的油酸/反油酸含量。河北省生鲜牛乳中的油酸/反油酸含量最高,接近检出脂肪酸总含量的40%。3个地区生鲜牛乳的脂肪酸中,肉豆蔻酸甲酯占比为7.11%~9.01%,棕榈酸甲酯占比为19.3%~20.16%,硬脂酸甲酯占比为16.53%~17.50%,油酸/反油酸甲酯含量在脂肪酸中比例最高(32.26%~39.80%)。据郭艳霞等^[20]的研究显示,广西地区水牛乳中的脂肪酸含量具有明显的季节性变化,在夏季的饱和脂肪酸含量要明显下降且长链脂肪酸占比增加,中链脂肪酸占比降低,而多不饱和脂肪酸含量基本不随季节而变化。

4 结论

对从河南省、河北省、山西省规模化奶牛养殖场采集的生鲜牛乳样品进行了脂肪酸组成及含量分析,结果表明,3个地区生鲜牛乳中的脂肪酸含量都比较丰富,以饱和脂肪酸为主,所有脂肪酸中以油酸/反油酸甲酯含量最高,但脂肪酸组成及含量也存在一定差异。研究结果为解析不同地区生鲜牛乳质量差异提供了参考。

参考文献:

[1] 申丽娜,王海童,罗雪路,等.牛奶中脂肪酸与常规营养成分含量的影响因素分析[J].中国奶牛,2021(2):45-51.

[2] 赫格斯特德.现代营养学知识[M].侯祥川,译.北京:人民卫生出版社,1983.

[3] 王会锋,冯书惠,周其芳,等.基于气相色谱-质谱联用技术测定脂肪酸的方法研究进展[J].农产品质量与安全,2022(3):43-49.

[4] 张耀广,王玉英,柴艳兵,等.GC-MS法测定生鲜牛乳脂肪酸组成及含量的研究[J].食品研究与开发,2015,36(13):99-102.

[5] 杨清华,张卫兵,尹丽君,等.GC-MS测定牛乳及含乳饮料中有机锡含量的分析研究[J].食品科技,2021,46(10):306-310.

[6] QUIGLEY A,CONNOLLY D,CUMMINS W. The application of dispersive liquid-liquid microextraction in the analyses of the fatty acid profile in bovine milk in response to changes in body condition score[J].Journal of Chromatography B,2018,1073:130-135.

[7] FOLCH J,LEES M,SLOANE S G H. A simple method for the isolation and purification of total lipides from

animal tissues [J].Journal of Biological Chemistry, 1957,226(1):497-509.

- [8] BLIGH E G, DYER W J. A rapid method of total lipid extraction and purification [J].Canadian Journal of Biochemistry and Physiology, 1959,37(8):911-917.
- [9] MATYASH V, LIEBISCH G, KURZCHALIA T V, et al. Lipid extraction by methyl-tert-butyl ether for high-throughput lipidomics [J].Journal of Lipid Research, 2008,49(5):1137-1146.
- [10] TRIEBL A, TRÖTZMÜLLER M, EBERL A, et al. Quantitation of phosphatidic acid and lysophosphatidic acid molecular species using hydrophilic interaction liquid chromatography coupled to electrospray ionization high resolution mass spectrometry [J].Journal of Chromatography A, 2014, 1347:104-110.
- [11] 梁晓涵,陈瑞霞,王丹.食用油脂中37种脂肪酸和16种反式脂肪酸的气相色谱分离及测定[J].热带农业科学,2018,38(9):82-90.
- [12] 范胜栩,李斌,孙君明,等.气相色谱方法定量检测大豆5种脂肪酸[J].中国油料作物学报,2015,37(4):548-553.
- [13] 吴可佳,席文娟,周兴旺,等.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[J].食品安全质量检测学报,2021,12(1):338-345.
- [14] KRAMER J K G, FELLNER V, DUGAN M E R, et al. Evaluating acid and base catalysts in the methylation of milk and rumen fatty acids with special emphasis on conjugated dienes and total trans fatty acids [J].Lipids, 1997,32(11):1219-1228.
- [15] JENSEN R G. The composition of bovine milk lipids: January 1995 to December 2000 [J].Journal of Dairy Science, 2002, 85(2):295-350.
- [16] LIU Z Q, ROCHFORD S, COCKS B. Milk lipidomics: What we know and what we don't [J].Progress in Lipid Research, 2018, 71:70-85.
- [17] 刘兵.不同品种牛乳营养成分含量及脂肪酸含量和组成测定比较研究[J].畜牧与饲料科学,2022,43(5):93-97.
- [18] 刘莉,詹振宏,翟卫爽,等.不同季节牛乳粉脂肪酸含量和组成分析[J].草食家畜,2019(6):33-39.
- [19] CRUZ-HERNANDEZ C, KRAMER J K G, KENNELLY J J, et al. Evaluating the conjugated linoleic acid and Trans 18: 1 isomers in milk fat of dairy cows fed increasing amounts of sunflower oil and a constant level of fish oil [J].Journal of Dairy Science, 2007, 90(8):3786-3801.
- [20] 郭艳霞,梁贤威,梁辛,等.广西水牛乳脂肪酸四季变化规律的研究[J].中国畜牧兽医,2018,45(6):1556-1563.

(责任编辑:刘向敏)