

ICS 01.040.65
CCS B 04

TB

团体标准

T/ NAIA 066—2021

亚麻籽油中脂肪酸的测定 气相色谱法

Determination of Fatty Acids by gas chromatography
in Flaxseed Oil

2021-08-20 发布

2021-08-30 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏农林科学院农业资源与环境研究所、宁夏回族自治区食品质量监督检验二站、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：牛艳、吴燕、陈翔、王彩艳、赵子丹、杨静、刘霞、开建荣、李彩虹、杨春霞、单巧玲、张静、闫玥、王晓静、姜瑞、邬佳豪、王剑、张小飞。

本文件为首次发布。

亚麻籽油中脂肪酸的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了亚麻籽油中脂肪酸含量的气相色谱测定方法。

本文件适用于冷榨、热榨亚麻籽油中棕榈酸、硬脂酸、油酸、亚油酸、 α -亚麻酸含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 5009.168 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定

GB/T 8235 亚麻籽油

3 术语和定义

本文件没有界定的术语和定义。

4 原理

试样在碱性条件下皂化和甲酯化，生成脂肪酸甲酯，经毛细管柱气相色谱分析，外标法定量测定脂肪酸的含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用GB/T 6682规定的一级水。

5.1 正庚烷[CH₃(CH₂)₅CH₃]：色谱纯。

5.2 三氟化硼甲醇溶液：浓度为15%。

5.3 氢氧化钠(NaOH)：分析纯。

5.4 甲醇(CH₃OH)：色谱纯。

5.5 氯化钠(NaCl)：分析纯。

5.6 棕榈酸甲酯(CAS号112-39-0, 99.5%)、硬脂酸甲酯(CAS号112-61-8, 99.5%)、油酸甲酯(CAS号112-62-9, 98%)、亚油酸甲酯(CAS号112-63-0, 98%)、 α -亚麻酸甲酯(CAS号301-00-8, 98%)。

5.7 氢氧化钠甲醇溶液(2%)：取2g氢氧化钠溶解在100mL甲醇中，混匀。

5.8 饱和氯化钠溶液：称取360g氯化钠溶解于1.0L水中，搅拌溶解，澄清备用。

5.9 脂肪酸甲酯标准储备液：分别精密称取 10.0 mg（精确到 0.1 mg）棕榈酸甲酯、硬脂酸甲酯、油酸甲酯、亚油酸甲酯、亚麻酸甲酯标准品，用正庚烷溶解到 10 mL 棕色容量瓶中，配制成浓度为 1.0 mg/mL，于-20 °C 冰箱中贮存。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子检测器(FID)。
- 6.2 分析天平：感量 0.0001 g。
- 6.3 电热鼓风干燥箱。
- 6.4 超纯水机。
- 6.5 厚壁耐压瓶。

7 试样的提取

精确称取0.1 g 亚麻籽油样品于厚壁耐压瓶中，加入8 mL 2%氢氧化钠甲醇溶液放到 80 °C 电热鼓风干燥箱内直到油滴消失，加入7 mL 三氟化硼甲醇溶液，再放入80 °C 电热鼓风干燥箱保持5 min，取出冷却后加入10 mL 正庚烷振摇1 min，加入饱和氯化钠水溶液10 mL，振摇1 min，静置分层，吸取上清液上机。

8 仪器参考条件

- 8.1 毛细管色谱柱：(60 m×0.25 mm, 0.25 μm)；
- 8.2 进样器温度：250 °C；
- 8.3 检测器温度：280 °C；
- 8.4 程序升温：初始温度 60 °C，持续 0.5min；60 °C~180 °C，升温速率 20 °C/min，保持 4.5min；180 °C~220 °C，升温速率 5 °C/min，保持 2min；220 °C~240 °C，升温速率 20 °C/min，保持 13min；
- 8.5 燃气（氢气）；助燃气（空气）；载气（氮气）；
- 8.6 分流比：10：1；
- 8.7 进样体积：1.0 μL。

9 标准曲线的绘制

分别吸取0.02、0.04、0.1、0.2、0.4mL脂肪酸甲酯标准储备液，用正庚烷定容至1mL，配制成标准系列20、40、100、200、400 mg/L的标准工作液，在色谱条件下测定。以质量浓度x（mg/L）为横坐标，以相应的响应峰面积y为纵坐标绘制标准曲线（标准色谱图见附录A）。

10 测定

在上述色谱条件下将脂肪酸标准测定液及试样测定液分别注入气相色谱仪，以保留时间定性，以色谱峰峰面积定量。

11 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行操作。

12 结果计算

样品中脂肪酸的含量按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{A_i \times C_{si} \times V \times M_{FAi} \times 10^{-6}}{A_{si} \times m \times M_{FAMEi}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i —试样中各脂肪酸的含量，单位为g/100g；

A_i —试样测定液中各脂肪酸甲酯的峰面积；

C_{si} —标准液中脂肪酸甲酯的质量浓度，单位为mg/L；

V —样品最终定容体积，单位为 mL；

M_{FAi} —脂肪酸 i 的分子质量；

A_{si} —标准测定液中各脂肪酸的峰面积；

M_{FAMEi} —脂肪酸甲酯 i 的分子质量；

m —称取样品的质量，单位为 g。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

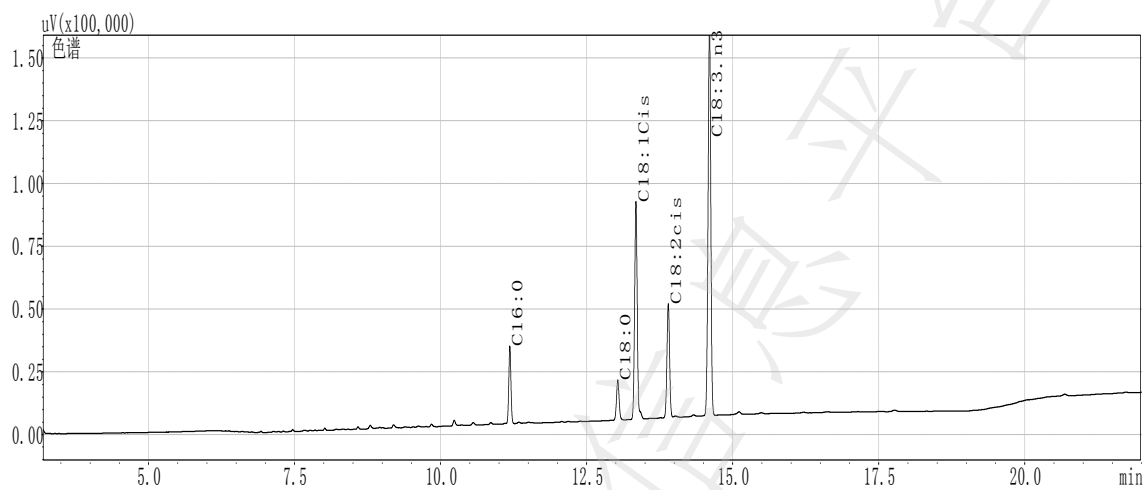
13 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

14 定量限

当亚麻籽油样品为0.1 g 时，棕榈酸甲酯、硬脂酸甲酯、亚油酸甲酯定量限为0.0026 g/100g；油酸甲酯、α-亚麻酸甲酯定量限为0.0013 g/100g。

附录 A
(资料性)
脂肪酸甲酯标准溶液色谱图



- 1、棕榈酸甲酯 (C16:0) ; 2、硬脂酸甲酯 (C18:0) ; 3、油酸甲酯 (C18:1) ; 4、亚油酸甲酯 (C18:2) ; 5、 α -亚麻酸甲酯 (C18:3)