

ICS 71.040

X 14

备案号:

DB33

浙 江 省 地 方 标 准

DB33/T 735—2009

掺假山茶油定性鉴别 气相色谱法

Qualitative identification of adulteration of camellia seed oil
gas chromatography

2009-03-23 发布

2009-04-01 实施

浙江省质量技术监督局 发布

前 言

本标准附录A为资料性附录。

本标准由浙江省质量技术监督局提出。

本标准由浙江省食品工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：浙江省果品质量检验中心（常山）。

本标准主要起草人：徐昕、严晓丽。

掺假山茶油定性鉴别 气相色谱法

1 范围

本标准规定了以气相色谱法对掺假山茶油进行定性鉴别的方法。

本标准适用于掺入了一种或几种其它植物油（菜籽油、大豆油、棕榈油）后的山茶油定性鉴别。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

3.1 测定原理

样品中的各脂肪酸甘油酯经氢氧化钾-甲醇溶液进行酯交换反应生成脂肪酸甲酯后，气相色谱法对各脂肪酸甲酯进行分离测定，利用各脂肪酸甲酯的标准品进行定性，直接面积归一化法确定各脂肪酸的百分含量。

3.2 鉴别原理

不同的植物油具有各自特殊的脂肪酸组成和含量，根据脂肪酸组成及含量的差异进行掺假山茶油的定性鉴别。

4 试剂与材料

4.1 实验用水应符合GB/T 6682三级水标准。除另有规定外，所有试剂均为分析纯。

4.2 甲醇：含水量不超过 0.5%（m/m）。

4.3 正庚烷或正己烷。

4.4 氢氧化钾-甲醇溶液：约 2mol/L，称取氢氧化钾 11.2 g，用甲醇（4.1）溶解定容至 100 ml。

4.5 脂肪酸甲酯标准混合溶液：脂肪酸甲酯-包括软脂酸（即棕榈酸 C16:0）、硬脂酸（C18:0）、油酸（C18:1）、亚油酸（C18:2）、亚麻酸（C18:3）、花生酸（C20:0）、花生一烯酸（C20:1）、山嵛酸（C22:0）、芥酸（C22:1）的甲酯标准品，纯度≥99.0%，分别称取以上各脂肪酸甲酯标准品 0.1g（精确到 0.0001g）于同一容量瓶中，以正庚烷或正己烷（4.2）定容至 10mL。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱仪：配有氢火焰检测器。

5.2 天平：感量 0.1mg 和 0.01 g。

6 色谱条件

6.1 色谱柱：毛细管柱，30m×0.25mm×0.25 μm，柱内膜涂布 50%苯基 50%二甲基聚硅氧烷；或等效色谱柱。

6.2 检测器：氢火焰检测器，检测器温度 250℃。

6.3 载气流速（氮气）：1.0mL/min，空气：300mL/min，氢气：30mL/min。

- 6.4 柱温：240℃。
- 6.5 气化室温度：250℃。
- 6.6 分流比：1：30。

7 分析步骤

7.1 脂肪酸甲酯标准混合溶液的测定

以微量进样器直接取脂肪酸甲酯标准混合溶液（4.4）1μL进气相色谱仪分析。

7.2 样品预处理-脂肪酸甲酯的制备

称取0.5-1.0g（精确到0.01g）样品置于20mL具塞试管中，加入10mL 正庚烷或正己烷（4.2）溶解油脂，再加入0.5mL氢氧化钾-甲醇溶液（4.3），摇匀，静置30分钟澄清后，上层溶液用于气相色谱仪测定。

7.3 样品的测定

微量进样器直接取0.5 μ L样液进气相色谱仪分析，以脂肪酸甲酯标准混合溶液各组分保留时间定性，直接面积归一化法计算样品中各脂肪酸组成的百分含量。

7.4 计算

脂肪酸含量 $X_i\%$ 按公式（1）进行计算，用脂肪酸甲酯的质量百分比表示。

$$X_i\% = \frac{A_i \times 100}{\sum A} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_i\%$ ——脂肪酸的百分含量；

A_i ——脂肪酸甲酯的响应峰面积；

$\sum A$ ——各脂肪酸甲酯响应峰面积的总和。

计算结果保留两位有效数字。

7.5 精密度

在重复性条件下对同一试样连续进行两次测定的误差，含量大于5%的组分，两次测定结果的绝对差值不得超过1%；含量小于5%的组分，两次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

7.6 掺假山茶油的定性判定

根据待测样品的脂肪酸组成与含量，按照表1进行掺假山茶油的定性判定：

表 1 掺假山茶油定性鉴别的脂肪酸指标

脂肪酸组成	棕榈酸 (C16:0)	油酸 (C18:1)	亚麻酸 (C18:3)	芥酸 (C22:1)
脂肪酸含量要求(%)	> 10	< 74	>0.60	>0.50

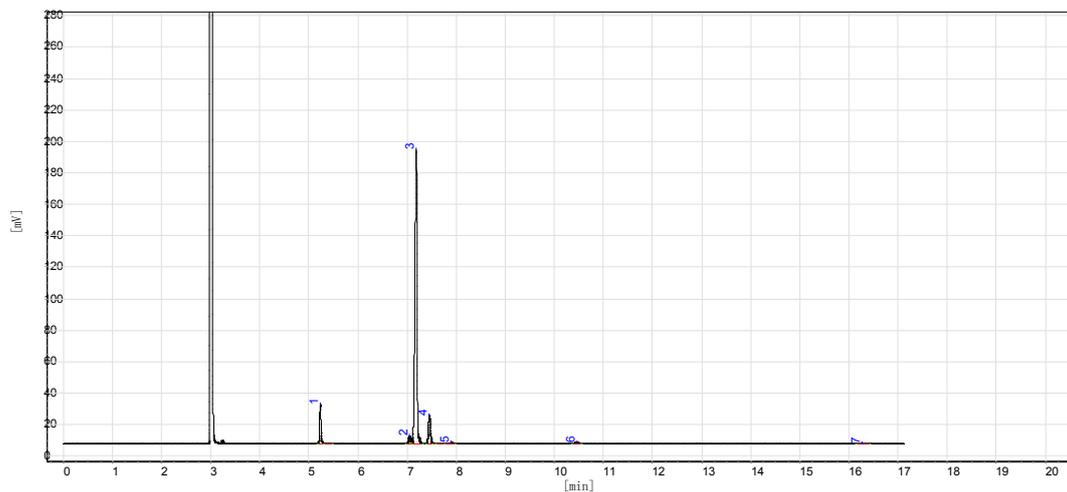
待测样品的脂肪酸组成中如果有一项或一项以上的脂肪酸含量符合表1要求，则该样品判定为掺假山茶油定性鉴别结果为阳性；如待测样品的脂肪酸含量均不符合表1要求，则该样品判定为掺假山茶油定性鉴别结果为阴性，同时注明掺假判定限。

山茶油、菜籽油、大豆油、棕榈油和脂肪酸标准混合溶液的色谱图参见附录A。

8 判定限

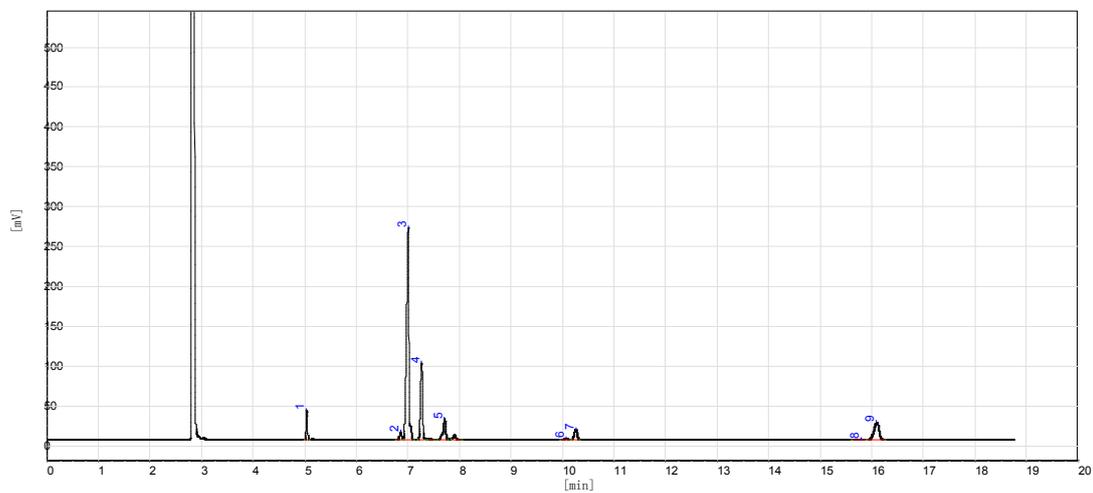
本标准的掺假判定限为10%。

附录 A
(资料性附录)
色谱图



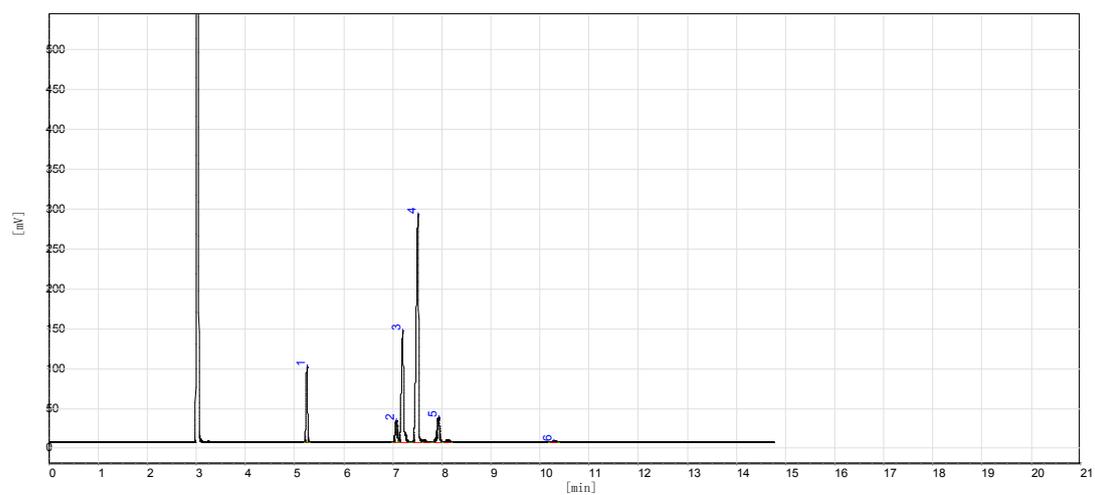
1-棕榈酸(C16:0); 2-硬脂酸(C18:0); 3-油酸(C18:1); 4-亚油酸(C18:2); 5-亚麻酸(C18:3); 6 花生一烯酸(C20:1); 7-芥酸(C22:1).

图 A.1 山茶油色谱图



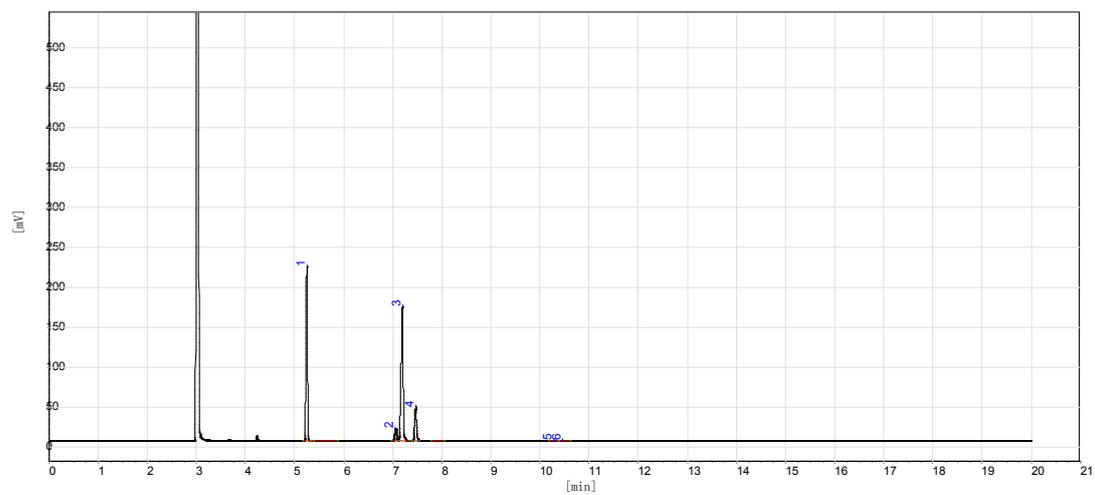
1-棕榈酸(C16:0); 2-硬脂酸(C18:0); 3-油酸(C18:1); 4-亚油酸(C18:2); 5-亚麻酸(C18:3); 6-花生酸(C20:0); 7-花生一烯酸(C20:1); 8-山嵛酸(C22:0); 9-芥酸(C22:1).

图 A.2 菜籽油色谱图



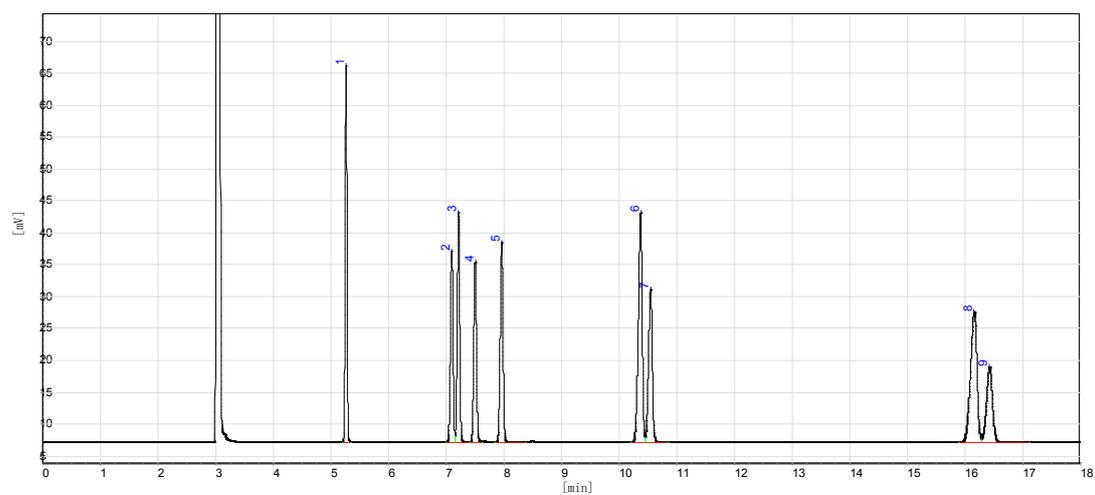
1-棕榈酸(C16:0); 2-硬脂酸(C18:0); 3-油酸(C18:1); 4-亚油酸(C18:2); 5-亚麻酸(C18:3); 6-花生酸(C20:0).

图 A.3 大豆油色谱图



1-棕榈酸(C16:0); 2-硬脂酸(C18:0); 3-油酸(C18:1); 4-亚油酸(C18:2); 5-花生酸(C20:0); 6-花生一烯酸(C20:1).

图 A.4 棕榈油色谱图



1-棕榈酸(C16:0); 2-硬脂酸(C18:0); 3-油酸(C18:1); 4-亚油酸(C18:2); 5-亚麻酸(C18:3); 6-花生酸(C20:0); 7-花生一烯酸(C20:1); 8-山嵛酸(C22:0); 9-芥酸(C22:1).

图 A. 5 脂肪酸标准混合溶液色谱图