

前 言

本标准等同采用 ISO 5508:1990《动植物油脂 脂肪酸甲酯的气相色谱分析》(英文版)。

为便于使用,本标准对 ISO 5508:1990 进行了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 删除国际标准的前言;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。

本标准是对 GB/T 17377—1998《动植物油脂 脂肪酸甲酯的气相色谱分析》的修订。

本标准与 GB/T 17377—1998 的主要差异如下:

- 删除了原标准的“ISO 前言”;
- 将原标准的“附录 A”改为本标准的“5.1.2”。

本标准自实施之日起代替 GB/T 17377—1998。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家粮食储备局西安油脂科学研究设计院、陕西省产品质量监督检验所、中粮黄海粮油工业(山东)有限公司。

本标准主要起草人:孟橘、夏天文、王慧芳、唐欣、徐光洪、倪芳妍、刘配莲。

本标准所代替标准历次版本发布情况为:

- GB/T 17377—1998。

动植物油脂 脂肪酸甲酯的气相色谱分析

1 范围

本标准给出了采用填充柱或毛细管柱气相色谱法,对按 GB/T 17376 规定方法获得的脂肪酸甲酯混合物组成进行定性、定量测定的一般性指南。

本标准不适用于聚合的脂肪酸。

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 17376 动植物油脂 脂肪酸甲酯制备(ISO 5509:2000, IDT)

3 试剂

3.1 载气

惰性气体(氮、氩、氦、氢等),完全干燥且氧气含量低于 10 mg/kg。

注 1: 氢气只有在采用毛细管柱进行分析时作载气使用,能使分析速度加快一倍,但氢气危险,应配用安全装置。

3.2 助燃气

3.2.1 氢气(纯度 99.9%),不含有机杂质。

3.2.2 空气或氧气,不含有机杂质。

3.3 参比标准物

纯脂肪酸甲酯的混合物或已知组成的油脂甲酯,其组成最好与欲分析的脂肪物质相似。

应注意防止多不饱和脂肪酸氧化。

4 仪器

本标准涉及到气相色谱法常用的设备,使用填充柱或毛细管柱及火焰离子化检测器。任何符合 5.1.2 中规定的效率和分离度的设备均适用。

4.1 气相色谱仪

气相色谱仪由以下单元组成。

4.1.1 进样装置

可任选一种进样装置:

a) 配用填充柱,死体积尽可能最小(在这种情况下进样口应可被加热至比柱温高 20 °C~50 °C 的温度);

b) 配用毛细管柱,在此种情况下,进样装置应特殊设计以便适用于此种柱管。可使用分流式进样装置,也可使用非分流式进样装置。

注 2: 在不含有少于 16 碳的脂肪酸时,可以使用针式进样器。

4.1.2 柱箱

柱箱应能将色谱柱的温度加热至 260 °C 以上,并能维持所需温度(填充柱为 ± 1 °C,毛细管柱为 ± 0.1 °C)。当使用熔融石英管时,后一条件是特别重要的。

表 3 热导检测器条件

项 目	条 件
柱管	柱长:2 m~4 m,内径:4 mm
载体/ μm	粒度:160~200
固定相质量分数/%	15~25
载气	氮气,若无氮气可用含氧量尽可能低的氢气
助燃气	无
进样口温度/ $^{\circ}\text{C}$	比柱温度高 40~60
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	180~200
载气流速/(mL/min)	60~80
进样量/ μL	0.5~2

8 测试报告

测试报告应详细说明:

- 完成样品测定所需的全部信息;
- 甲酯化制备方法;
- 气相色谱分析所采用的方法;
- 测定结果;
- 所有在本标准中未规定或视为任选的操作细节,以及其他可能已经影响了实验结果的事件。