

**中华人民共和国农业行业标准**

NY/T 2005—2011

---

**动植物油脂中反式脂肪酸含量的测定  
气相色谱法**

**Determination of trans fatty acids in animal and vegetable  
fats and oils—GC**

2011-09-01 发布

2011-12-01 实施

---

**中华人民共和国农业部 发布**

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院油料作物研究所、农业部油料及制品质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人：李培武、谢立华、李英、丁小霞、张文、周海燕。

## 动植物油脂中反式脂肪酸含量的测定 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了气相色谱法测定动植物油脂中反式脂肪酸含量的方法。

本标准适用于动植物油脂中反式脂肪酸含量的测定。

本方法检出限:C18:1-9t 为 2.0 mg/kg, C18:1-11t 为 0.8 mg/kg, C18:2-9t, 12t 为 3.6 mg/kg, C22:1-13t 为 4.1 mg/kg。

### 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 5524 动植物油脂 扦样

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 原理

动植物油脂试样经氢氧化钾—甲醇和三氟化硼—甲醇在加热条件下甲酯化后,以气相色谱分离,火焰离子化检测器(FID)检测,内标法定量。

### 4 试剂

除非另有说明,均使用分析纯试剂。水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 异辛烷( $C_8H_{18}$ ):色谱纯。

4.2 无水甲醇( $CH_4O$ )。

4.3 氢氧化钾(KOH)。

4.4 氯化钠(NaCl)。

4.5 三氟化硼甲醇溶液(质量分数):50%~52%。

4.6 二十一烷酸标准品:纯度不低于 99%。

4.7 脂肪酸甲酯标准品:C4:0、C6:0、C8:0、C10:0、C11:0、C12:0、C13:0、C14:0、C14:1、C15:0、C15:1、C16:0、C16:1、C17:0、C17:1、C18:0、C18:1、C18:1、C18:1、C18:2、C18:2、C18:3、C18:3、C20:0、C20:1、C20:2、C20:3、C20:3、C20:4、C20:5、C21:0、C22:0、C22:1、C22:2、C22:6、C23:0、C24:0、C24:1,纯度不低于 99%。

4.8 氢氧化钾甲醇溶液[ $c(KOH)=0.5\text{ mol/L}$ ]:称取 2.8 g 氢氧化钾(4.3),加入 100 mL 无水甲醇(4.2)。

4.9 三氟化硼甲醇溶液(质量分数 10%):取 10 mL 三氟化硼甲醇(4.5),加入 40 mL 无水甲醇(4.2)。

4.10 饱和氯化钠溶液。

4.11 二十一烷酸内标储备溶液(10 mg/mL):准确称取 100 mg 二十一烷酸标准品(4.6),用异辛烷(4.1)溶解定容至 10 mL。该标准储备溶液在 $-18^\circ\text{C}$ 下,可以稳定储藏 1 年。

4.12 二十一烷酸内标工作溶液(400  $\mu\text{g/mL}$ ):取 400  $\mu\text{L}$  内标储备溶液(4.11),用异辛烷(4.1)稀释定容至 10 mL。该标准工作溶液在 $-18^\circ\text{C}$ 下,可以稳定储藏 1 个月。

4.13 脂肪酸甲酯标准工作溶液:脂肪酸甲酯标准品(4.7),用异辛烷(4.1)稀释,配置成各单个脂肪酸

甲酯标准工作溶液和混合脂肪酸甲酯标准工作溶液,其浓度为 100 μg/mL~200 μg/mL。该标准工作溶液在-18℃下,可储藏 1 个月。

5 仪器设备

- 5.1 气相色谱仪:带有 FID 检测器。
- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.3 具盖螺口试管:25 mL。

6 试样制备

按 GB/T 5524 的规定进行。

7 分析步骤

7.1 油脂试样甲酯化

称取混合均匀油脂样品 25 mg(精确到 0.1 mg)置于 25 mL 具盖螺口试管(5.2)中,加入 100 μL 内标工作溶液(4.12),1 mL 氢氧化钾甲醇溶液(4.8),100℃反应 10 min;取出冷却至室温后,加入 2 mL 三氟化硼甲醇溶液(4.9),100℃反应 15 min;冷却至室温,再加入 2 mL 异辛烷(4.1)和 2 mL 饱和氯化钠溶液(4.10),混和,静置澄清后,取上清液待测。

7.2 色谱条件

7.2.1 色谱参考条件

- 7.2.1.1 色谱柱:RT-2560,100 m×250 μm×0.2 μm 或相当者;
- 7.2.1.2 载气:氦气,流速:1.0 mL/min,分流比:30:1;
- 7.2.1.3 进样口温度:250℃;
- 7.2.1.4 检测器温度:280℃;
- 7.2.1.5 柱温箱温度:初始温度 100℃,以 5℃/min 升温至 180℃保持 30 min,再以 3℃/min 升温至 240℃保持 8 min;
- 7.2.1.6 进样量:1 μL。

7.2.2 脂肪酸甲酯的换算因子

分别取 1 mL 单个脂肪酸甲酯标准工作溶液和混合脂肪酸甲酯标准工作溶液(4.13)于进样瓶,用以下色谱条件进行气相色谱检测,得到每个脂肪酸甲酯的峰面积和保留时间,按式(1)计算出每个脂肪酸甲酯的响应因子。

$$F_i = \frac{C_s \times A_{c21}}{A_s \times C_{c21}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $F_i$ ——脂肪酸甲酯  $i$  的响应因子;
- $C_s$ ——混合标准工作溶液中脂肪酸甲酯  $i$  的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- $A_s$ ——混合标准工作溶液中脂肪酸甲酯  $i$  的峰面积;
- $C_{c21}$ ——混合标准工作溶液中二十一烷酸甲酯的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- $A_{c21}$ ——混合标准工作溶液中二十一烷酸甲酯的峰面积。

7.3 样品测定

取 1 mL 样液(7.1)于进样瓶,用气相色谱检测,得到样液每个脂肪酸甲酯的峰面积和保留时间。通过与混合标准溶液图谱比对定性,与内标( $c_{21}$ )峰面积比对定量,计算出样液中反式脂肪酸甲酯的含量。

## 8 结果计算

### 8.1 试料中某一种反式脂肪酸含量的计算

试料中反式脂肪酸  $i$  的含量( $w_i$ )以质量百分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_i = F_i \times \frac{A_i}{A_{c21}} \times \frac{C_{c21} \times V_{c21}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w_i$ ——试料中反式脂肪酸  $i$  的含量,单位为百分率(%);

$F_i$ ——脂肪酸甲酯  $i$  的响应因子;

$A_i$ ——样液中脂肪酸甲酯  $i$  的峰面积;

$A_{c21}$ ——样液中二十一烷酸甲酯的峰面积;

$C_{c21}$ ——二十一烷酸的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_{c21}$ ——试样中加入二十一烷酸工作溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样质量,单位为毫克(mg)。

### 8.2 反式脂肪酸总含量的计算

试料中反式脂肪酸总量( $w$ )以质量百分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w = \sum w_i \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w$ ——试料中反式脂肪酸总含量,单位为百分率(%);

$w_i$ ——试料中反式脂肪酸  $i$  的含量,单位为百分率(%)。

测定结果取其两次测定的算术平均值,计算结果保留至小数后两位。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%,以大于 10%的情况不超过 5%为前提。

### 9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 20%,以大于 20%的情况不超过 5%为前提。

附录 A  
(资料性附录)  
38 种脂肪酸甲酯的混合标准溶液色谱图

