

通常,校正因子是以对棕榈酸的校正因子 K_{c16} 的相对值来表示的,故此相对校正因子 K_i' 可换算为式(5):

$$K_i' = \frac{K_i}{K_{c16}} \quad \dots\dots\dots(5)$$

因此,试样中每种组分 i 的含量表示为甲酯的质量分数,见式(6):

$$X_i = \frac{K_i' \cdot A_i}{\sum(K_i' \cdot A_i)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X_i ——甲酯的质量分数, %。

计算结果保留至小数点后一位。

9 精密度

同一分析者用同一仪器对同一试样连续进行两次测定的误差,对于含量大于 5%(质量分数)的组分,相对偏差应不大于 3%,绝对误差应不超过 1%(质量分数);对于含量小于 5%的组分,绝对误差应不大于 0.2%(质量分数)。

10 试验报告

试验报告应说明:

- 与识别样品有关的必需信息;
- 取样方法;
- 依据本部分所使用的方法;
- 未在本部分规定或被视为可选的所有操作,以及可能影响测试结果的其他事件;
- 获得的结果;
- 如果检验了重复性,列出最终结果。



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.2—2008
代替 GB/T 9695.2—1988

肉与肉制品 脂肪酸测定

Meat and meat products—Determination of fatty acids

(ISO 5508:1990, Animal and vegetable fats and oils—
Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids,
ISO 5509:2000, Animal and vegetable fats and oils—
Preparation of methyl esters of fatty acids, MOD)



GB/T 9695.2—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-34615

定价: 10.00 元

2008-08-28 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

- 7.2.3 柱温:程序升温,应将所有组分洗脱。
- 7.2.4 进样口温度:200 ℃。
- 7.2.5 检测器温度:等于或高于柱温。
- 7.2.6 进样量:0.1 μL~1 μL,如果检测痕量组分试样量可以增大(至 10 倍)。
- 7.2.7 空气流速(4.9):350 mL/min。
- 7.2.8 氢气流速(4.7):30 mL/min。

7.3 定性分析

相同的操作条件下,以保留时间定性。

7.4 定量分析

面积归一化法。

8 分析结果的计算

8.1 计算

通过测定相应峰面积对所有成分峰面积总和的百分数来计算给定组分 *i* 的含量,用甲酯的质量分数表示,公式见式(1):

$$X_1 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_1 ——甲酯的质量分数, %;

A_i ——成分 *i* 的峰面积;

$\sum A_i$ ——全部成分峰面积之和。

注:一般情况下,由峰面积比计算的结果可以被认为代表质量分数。当该假设不成立时,参阅 8.2。

8.2 校正因子计算

在某些情况下,特别是存在碳原子数少于 8 的脂肪酸或有二级基团的脂肪酸,或者需要高精度度时,应使用校正因子将峰面积的百分数转换成组分的质量分数。

校正因子是在与试样相同的操作条件下,通过分析已知组成的参照标准物来测定。

对于此种参照标准物,成分 *i* 的质量分数可由式(2)求出:

$$X_2 = \frac{m_i}{\sum m_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_2 ——参照标准物成分 *i* 的质量分数, %;

m_i ——参照标准物中组分 *i* 的质量;

$\sum m_i$ ——参照标准物中各组分的总质量。

按式(3)由参照标准物的色谱图计算组分 *i* 的百分比(面积/面积):

$$X_3 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X_3 ——参照标准物成分 *i* 的面积分数, %;

A_i ——成分 *i* 的峰面积;

$\sum A_i$ ——全部成分峰面积之和。

则校正因子 K_i 可按(4)进行计算:

$$K_i = \frac{m_i \cdot \sum A_i}{A_i \cdot \sum m_i} \quad \dots\dots\dots(4)$$

中华人民共和国
国家标准
肉与肉制品 脂肪酸测定
GB/T 9695.2—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 12 千字

2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34615 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

5 仪器和设备

- 5.1 实验室常用设备。
5.2 气相色谱仪,配备 FID 检测器。

6 试样

按 GB/T 9695.1 的规定,制备试样。

7 分析步骤

7.1 脂肪酸甲酯的制备

三氟化硼有毒,下列操作应在通风橱里进行,玻璃仪器用后,应立即用水冲洗。

7.1.1 试样称取

称取脂肪适量。根据称取脂肪量的多少按表 1 选择烧瓶及试剂。

表 1

脂肪量/mg	烧瓶/mL	氢氧化钠甲醇溶液/mL	三氟化硼甲醇溶液/mL	异辛烷/mL
100~250	50	4	5	1~3
250~500	50	6	7	2~5
500~750	100	8	9	4~8
750~1 000	100	10	12	7~10

7.1.2 皂化

将样品置于烧瓶中,加入适量氢氧化钠甲醇溶液(4.2)及脱脂沸石。将冷凝管固定于烧瓶上,水浴回流,至油滴消失。回流速度控制在每 30 s~60 s 一滴,通常需 5 min~10 min。采用移液管或自动加液器从冷凝管上部加入适量的三氟化硼甲醇溶液(4.3)于沸腾的溶液中。

注 1: 在含有两个以上双键的脂肪酸存在时,建议在回流前导入氮气数分钟,排掉烧瓶中的空气。

注 2: 当油类(如蓖麻油)可溶解于甲醇中,将观察不到油滴。因此溶液透明并不表示反应已完成。

注 3: 如果不皂化物数量较大,可能会影响以后的分析。此时,可用蒸馏水稀释皂化液,并用乙醚、己烷或石油醚萃取除去不皂化物,然后将溶液酸化并分离脂肪酸。

7.1.3 甲酯异辛烷溶液的制备

接 7.1.2 继续煮沸 3 min。含有长链脂肪酸的油脂(例如鱼油),继续煮沸 30 min。经冷凝管上部加入适量的异辛烷(4.4)停止加热,移去冷凝管。不等烧瓶冷却,立即加入 20 mL 饱和氯化钠溶液(4.6)。盖上瓶盖,用力振摇至少 15 s 继续加入饱和氯化钠溶液(4.6)至烧瓶颈部。吸取上层异辛烷溶液 1 mL~2 mL 于试管中,加适量无水硫酸钠(4.5)脱水,可直接取一定量注入气相色谱仪中。

7.1.4 脂肪酸甲酯的贮存

制备样品应尽快分析。不能尽快分析时,可将脂肪酯的异辛烷溶液在惰性气体保护下短期冷藏贮存于冰箱中。

较长时间贮存时,可加入一定浓度而不影响分析的抗氧化剂防止甲酯的自动氧化。例如:0.05 g/L 的 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)溶液。

含丁酸的甲酯只能贮存于密封的安瓿瓶里,应采取特殊的保护措施,以避免灌装和密封安瓿瓶期间的蒸发损耗。

7.2 色谱条件

7.2.1 色谱柱: innowax 弹性石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),或相当者。

7.2.2 载气(4.8):恒流 1.0 mL/min。

前 言

GB/T 9695 由以下部分组成:

- GB/T 9695.1《肉与肉制品 游离脂肪含量测定》;
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》;
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》;
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》;
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》;
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》;
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 总脂肪含量测定》;
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》;
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》;
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》;
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》;
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》;
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》;
- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》;
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡萄糖酸-δ-内酯含量的测定》;
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》;
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》;
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》;
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》;
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》;
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定》;
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》;
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》;
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》;
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定》;
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定》;
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》;
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》;
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 2 部分。

本部分修改采用 ISO 5508:1990《动植物油脂——脂肪酸甲酯的气相色谱分析法》(英文版)和 ISO 5509:2000《动植物油脂——脂肪酸甲酯的制备》(英文版)。

本部分与 ISO 5508:1990 和 ISO 5509:2000 相比主要技术性修改如下:

- 将 ISO 5509:2000 作为本部分脂肪酸甲酯的制备方法,ISO 5508:1990 作为本部分的脂肪酸甲酯的气相色谱分析方法;
- 增加规范性引用文件 GB/T 6682—2008;
- 试剂中对水的要求修改为“应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求”;