

中華民國國家標準 CNS	油脂衍生物(脂肪酸甲酯)－總脂肪酸甲酯及次亞麻油酸甲酯含量測定法	總號 類號	15051 K61127
------------------------	-----------------------------------------	----------	-------------------------------

Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents

1. 適用範圍：本標準規定測定油脂衍生物中總脂肪酸甲酯及次亞麻油酸甲酯含量測定法，此油脂衍生物可能單獨作為生質能源，或供摻配於柴油或其它加熱用燃料中。本標準適合測定 C₁₄ 到 C₂₄ 之脂肪酸甲酯，其總脂肪酸甲酯含量須高於 90 % (m/m)，及次亞麻油酸甲酯含量介於 (1 到 15) % (m/m) 之間。
2. 方法概要：按照 ISO 5508 [Animal and vegetable fats and oils – Analysis by gas] 氣相層析法，以十七烷酸甲酯為內標物，測定總脂肪酸甲酯及次亞麻油酸甲酯之質量百分比。
3. 玻璃器材
 - 3.1 螺旋蓋玻璃瓶：容量 10 mL，瓶蓋須內襯 PTFE 膜面之墊片。
 - 3.2 量瓶：容量 50 mL。
 - 3.3 定量吸管：容量 5 mL，精確至 0.02 mL。
4. 試劑與材料：除非另有規定，所有試驗中都必须使用分析級化學品，其他等級新鮮蒸餾的試藥，只要確定該試劑有足夠的純度而不至於降低測定準確性者，亦可使用。
 - 4.1 庚烷。
 - 4.2 十七烷酸甲酯：純度 99 % 以上。
 - 4.3 十七烷酸甲酯 (10 mg/mL) 溶液：以 50 mL 量瓶精秤約 500 mg 之十七烷酸甲酯，再添加庚烷至量瓶刻度，混合均勻。依精秤量計算溶液中十七烷酸甲酯之濃度。
 - 4.4 載氣：氫氣、氮氣或氬氣，純度為 99.99 %，不可檢出有機物。
 - 4.5 輔助氣體
 - 4.5.1 燃料氣：氫氣，純度 99.99 % 以上，不可檢出有機物。
 - 4.5.2 補充氣體：氮氣，純度 99.99 % 以上，不可檢出有機物。
 - 4.5.3 氧化劑：空氣或氧氣，純度 99.99 % 以上，不可檢出有機物。

備考：警告－氫氣、氮氣及氬氣皆為高壓壓縮氣體，氫氣且為極易燃氣體，需嚴格遵守安全規定。
5. 儀器：一般實驗室儀器，可參閱 CNS 14759 [食用油脂檢驗法－脂肪酸甲酯之測定] 與 ISO 5508 標準中相關之儀器說明。
 - 5.1 氣相層析儀：配備分流式注入口，管柱溫控功能可達 250 °C (精密度 0.1 °C)，注入埠及火焰游離偵檢器 (FID) 須配備獨立溫控裝置及氣體流量調節配備，其溫度可達 250 °C 以上，而其載氣控制能調節進樣分流比及管柱流速，以適合毛細管柱層析。

(共 8 頁)

公布日期 96 年 1 月 18 日	經濟部標準檢驗局印行	修訂公布日期 年 月 日
-----------------------	-------------------	-----------------

- 5.2 樣品注入系統：可以手動或自動的液體注射器，將樣品注射到分流注入口。依照管柱容量特性及進樣分流比不同，注射之樣品量約介於(0.1~1.0) μL 。
- 5.3 管柱：由惰性材料所製(如玻璃或熔融矽膠)之毛細管柱，內徑(0.2~0.8) mm，長度(25~30)m。其固定相建議使用極性化合物，如聚乙二醇(polyethylene glycol 20000)、聚酯(butanediol polysuccinate)或中等極性之聚矽氧烷(氰丙基聚矽氧烷，cyanosilicones)等，以儘量分離脂肪酸甲酯成分；但如使用高極性之聚矽氧烷管柱可能會有 $\text{C}_{18:3}$ 次亞麻油酸甲酯與 C_{20} 之脂肪酸甲酯不易分離鑑別的情形。
- 5.4 積分器或電子式的資料擷取系統，須可與儀器的其他部分相容，並具積分基線修正之性能。
6. 取樣：本標準未包含取樣方法。相關取樣步驟應依循 ISO 5555〔Animal and vegetable fats and oils – Sampling〕標準取樣，且在運送及儲存過程中未被改變或損壞。
7. 樣品製備：於 10 mL 玻璃瓶中(第 4.1 節)精秤樣品 250 mg，再以定量吸管加入 5 mL 十七烷酸甲酯溶液(第 4.3 節)，蓋上瓶蓋混合均勻。
8. 氣相層析：參考 ISO 5508 及附錄 A 所提之層析操作條件。氣相層析條件(如注入樣品量、管柱溫度、載氣壓力或流量及分流比等)須調整至能清楚區分出 $\text{C}_{24:0}$ 與 $\text{C}_{24:1}$ 之脂肪酸甲酯成分波峰，積分條件必須含括 C_{14} 至 $\text{C}_{24:1}$ 脂肪酸甲酯之間的所有波峰，包括微小的成分波峰都要在考量之內。
- 備考：假如在 $\text{C}_{18:3}$ 次亞麻油酸甲酯與 $\text{C}_{24:1}$ 脂肪酸甲酯成分波峰之間出現未知成分波峰(除飽和及單不飽和 FAME 外)，即可懷疑樣品中有魚油存在。

9. 結果表示

9.1 總脂肪酸甲酯定量法：總脂肪酸甲酯含量 C (m/m)以下式計算：

$$C = \frac{(\sum A) - A_{EI}}{A_{EI}} \times \frac{C_{EI} \times V_{EI}}{m} \times 100\%$$

式中， $\sum A$ ： C_{14} 至 $\text{C}_{24:1}$ 脂肪酸甲酯成分峰之間的所有成分波峰之積分總面積

A_{EI} ：內標物十七烷酸甲酯之波峰面積

C_{EI} ：所用十七烷酸甲酯溶液(參閱第 4.3 節)之濃度，mg/mL

V_{EI} ：所用十七烷酸甲酯溶液(參閱第 4.3 節)之體積，mL

m ：樣品製備中精秤之樣品量，mg

備考 1. 上式相對波峰面積之計算結果，應用在植物油脂衍生物之分析時，被用以代表總脂肪酸甲酯之質量百分比。

2. 假如兩次測定結果的平均值大於 100.8%，即須捨棄分析結果，並藉由分析市售或自行摻配的標準品混合物之總脂肪酸甲酯含量，重新檢討確認分析操作條件及所使用內標物的純度。

結果：表示至小數點以下一位。

9.2 次亞麻油酸甲酯定量方法：表示之次亞麻油酸甲酯含量 L (m/m)以下式計算：

$$L = \frac{A_L}{(\sum A) - A_{EI}} \times 100\%$$

式中， $\sum A$ ： C_{14} 至 $\text{C}_{24:1}$ 脂肪酸甲酯成分波峰之間的所有成分波峰之積分總面積

A_{EI} ：內標物十七烷酸甲酯之波峰面積

A_L ：次亞麻油酸甲酯之波峰面積

結果：表示至小數點以下一位。

10. 精密度：在 2000 年間在歐洲由 11 個實驗室參加分析比對，對每支樣品各執行 2 次重複測定之數據的統計結果如附錄 B 所示。

10.1 重複性(repeatability)：由同一操作員使用相同儀器且在固定的操作狀況下，對同一試驗材料，在正常而正確的同一起試驗方法操作下，在短時間內進行二次獨立試驗結果之差異的絕對值，每 20 次中最多僅能有 1 次超出以下所列之重複性數值。

成分含量	重複性數值
總脂肪酸甲酯含量	1.6 % (m/m)
次亞麻油酸甲酯含量	0.1 % (m/m)

10.2 再現性(reproducibility)：由不同操作員在不同的實驗室，對同一種試驗材料，在正常而正確的同一起試驗方法操作下，二個單獨且獨立的試驗結果之差異的絕對值，在 20 次中最多僅能有 1 次超出以下所列之再現性數值。

成分含量	再現性數值
總脂肪酸甲酯含量	3.1 % (m/m)
次亞麻油酸甲酯含量	$0.311 \times L + 0.02$ % (m/m)

11. 測定報告：須包括下列事項：

- 取樣方法(如包含取樣時須載明所用之取樣方法)
- 試驗方法
- 試驗結果
- 完全鑑定試樣所需之必要資訊
- 如經比對重複性得報告其最後結果
- 可能會影響試驗結果之本標準未規定或視為選擇性之所有操作條件及任何情況