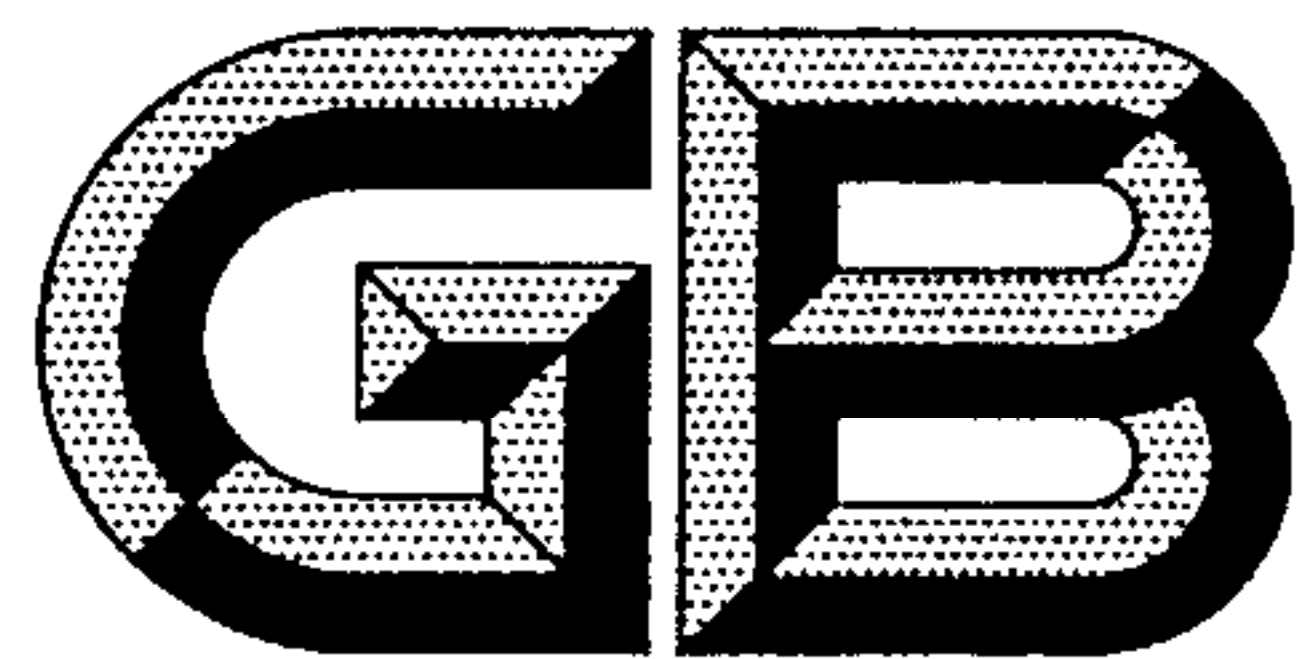




中华人民共和国国家标准

GB/T 22035—2008

乳及乳制品中植物油的检验 气相色谱法

Test of vegetable fat in milk and milk products—
Gas chromatography

(ISO 3594:1976 Milk fat—Detection of vegetable
fat by gas-liquid chromatography of sterols, MOD)

2008-06-17 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 3594:1976《乳脂中植物油的检测 气相色谱甾醇法》(英文版)。

考虑到我国国情,本标准与 ISO 3594:1976 的主要差异如下:

- 增加试样的制备;
- 修改分析步骤,增加试液的制备、皂化、萃取步骤;
- 修改气相色谱参考条件;
- 免去国际标准中试验报告章条;
- 删除国际标准中色谱图,增加资料性附录 A 胆固醇、 β -谷甾醇典型气相色谱图;
- 编写格式、用语遵照我国标准 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国畜牧业标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:农业部食品质量监督检验测试中心(上海)。

本标准主要起草人:韩奕奕、孟瑾、吴榕、何亚斌、黄菲菲、张辉。

乳及乳制品中植物油的检验 气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法检验乳及乳制品中植物油的方法。

本标准适用于乳及乳制品中植物油的定性检验。

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(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

样品经过氢氧化钾乙醇溶液皂化,用乙醚、石油醚萃取脂肪,通过蒸馏或蒸发去除溶剂,用正己烷萃取游离的甾醇,用气相色谱分析。若所测样品中含有 β -谷甾醇,则确定其中含有植物油成分。

4 试剂与材料

所有的试剂如未注明规格,均为分析纯;实验用水如未注明,均应符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 正己烷(C_6H_{14}):色谱纯。

4.2 乙醇(C_2H_5OH):95%。

4.3 乙醚[(C_2H_5)₂O]。

4.4 石油醚:沸程为 30℃~60℃。

4.5 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

4.6 氢氧化钾溶液:500 g/L。

称取 500 g 氢氧化钾(KOH),溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀。

4.7 胆固醇和 β -谷甾醇混和标准溶液:每毫升含各单组分甾醇为 0.4 mg。

分别精确称取胆固醇和 β -谷甾醇标准品 10 mg,用正己烷(4.1)溶解并定容到同一 25 mL 容量瓶中。摇匀后,冷藏于冰箱中,有效期 60 d。

5 仪器和设备

实验室常用仪器及以下各项。

5.1 气相色谱仪:配备氢火焰离子化检测器(FID)。

5.2 分析天平(感量 0.01 g)。

5.3 分析天平(感量 0.1 mg)。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 磨口锥形瓶:250 mL,可以连接空气冷凝管。

6 试样制备

6.1 液态试样

称量 20 g 样品,精确至 0.01 g,置于磨口锥形瓶(5.5)中。

6.2 固态试样

称量 1 g~5 g 样品,精确至 0.01 g,置于磨口锥形瓶(5.5)中,加入 50 ℃温水 10 mL 溶解。

注:根据样品中的脂肪含量调整称取样量,使试样中脂肪含量不低于 1 g。

7 分析步骤

7.1 试液制备

上述盛有试样(第 6 章)的磨口锥形瓶(5.5)中,加入 25 mL 氢氧化钾溶液(4.6)及 25 mL 乙醇(4.2),摇匀,加入 4 粒~5 粒玻璃珠,装上冷凝管,85 ℃水浴回流皂化 45 min。皂化液冷却至室温后,转入 250 mL 分液漏斗中,用少量水洗锥形瓶(5.5),洗液并入皂化液中。

分液漏斗中加入 25 mL 乙醚(4.3)和 25 mL 石油醚(4.4),轻轻振摇约 1 min,静止分层。水相再用 25 mL 乙醚(4.3)分别萃取两次,合并萃取液。多次用 25 mL 水洗萃取液至 pH 为中性,经无水硫酸钠(4.5)脱水,过滤,收集滤液于蒸馏瓶中。40 ℃左右,用旋转蒸发器(5.4)将萃取液蒸至近干,用正己烷(4.1)溶解残渣,转移定容至 10 mL,用于气相色谱仪(5.1)测定。

7.2 气相色谱参考条件

气相色谱柱:DB-5 毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;

检测器温度:325 ℃;

进样口温度:280 ℃;

柱温:程序升温,自 200 ℃起,以 15 ℃/min 升温至 300 ℃,保持 20 min;

氮气流速:1.0 mL/min;

氢气流速:30 mL/min;

空气流速:300 mL/min;

分流比:5:1;

进样量:2 μL。

7.3 测定

准确吸取 2 μL 胆固醇和 β-谷甾醇的混合标准工作液(4.7),注入气相色谱仪(5.1)。在上述色谱条件下,出峰顺序依次为胆固醇和 β-谷甾醇,标准溶液的气相色谱图参见图 A.1。

准确吸取不少于两份的 2 μL 试液(7.1),分别注入气相色谱仪(5.1)。

8 结果表述

胆固醇为动物脂肪的特征组分。若色谱图中出现 β-谷甾醇色谱峰,则表明所测试样中含有植物油成分。

9 灵敏度

样品中脂肪的胆固醇检出限为 0.5 mg/kg,β-谷甾醇的检出限为 1 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
胆固醇、 β -谷甾醇典型气相色谱图

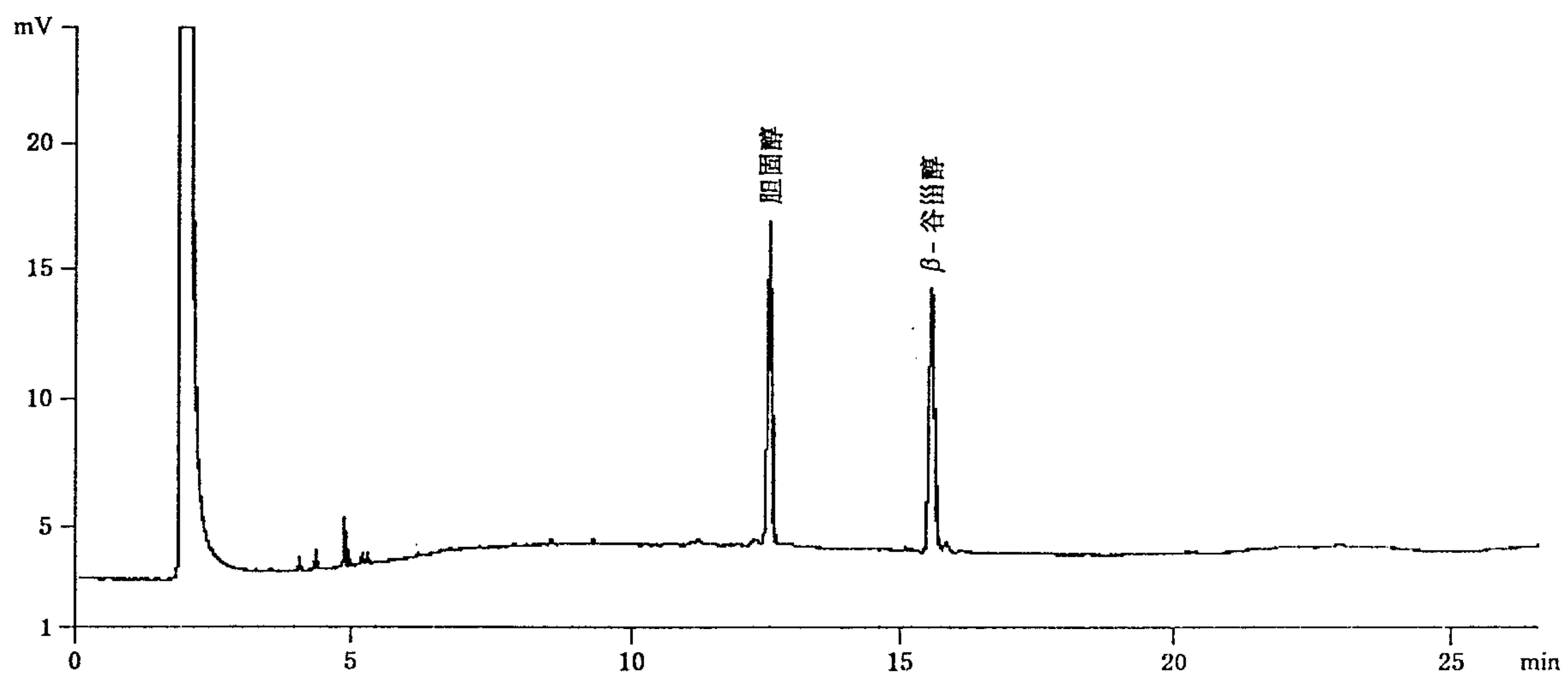


图 A.1 胆固醇、 β -谷甾醇典型气相色谱图