



中华人民共和国国家标准

GB/T 17376—2008/ISO 5509:2000
代替 GB/T 17376—1998

动植物油脂 脂肪酸甲酯制备

Animal and vegetable fats and oils—
Preparation of methyl esters of fatty acids

(ISO 5509:2000, IDT)

2008-11-04 发布

2009-01-20 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

前 言

本标准等同采用 ISO 5509:2000《动植物油脂 脂肪酸甲酯制备》(英文版)。

为便于使用,本标准对 ISO 5509:2000 进行了下列编辑性修改:

——删除国际标准的前言;

——“本国际标准”一词改为“本标准”;

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。

本标准是对 GB/T 17376—1998《动植物油脂 脂肪酸甲酯制备》的修订。

本标准与 GB/T 17376—1998 的主要差异如下:

——用异辛烷(色谱纯)代替庚烷试剂;

——用三甲基氢氧化硫(TMSH)法代替原标准中的“不用三氟化硼的替代方法”;

——用酯交换法代替原标准中的“四碳或四碳以上脂肪酸甲酯的特殊制备方法”;

——将各方法中常用到的一些主要分析程序及原标准的第 6 章内容放在附录 A 中;

——增加了资料性附录 B。

本标准自实施之日起代替 GB/T 17376—1998。

本标准中附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

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。

本标准参与起草单位:陕西省产品质量监督检验所、安徽大平工贸(集团)有限公司。

本标准起草人:孟橘、夏天文、陈勇、王慧芳、朱文鑫、任春明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 17376—1998。

动植物油脂 脂肪酸甲酯制备

1 范围

本标准规定了脂肪酸甲酯的制备方法。

本标准包括了从动植物油脂、脂肪酸及脂肪酸盐制备脂肪酸甲酯的方法。规定了以下三种甲酯化方法：

- a) 三氟化硼法(见第 3 章)；
- b) 三甲基氢氧化硼法(见第 4 章)；
- c) 酯交换法(见第 5 章)。

本标准适用于气相色谱、薄层色谱、红外光谱等需要甲酯衍生物的各种分析过程。

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—2008, ISO 3696:2008, MOD)

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备(GB/T 15687—2008, ISO 661:2003, IDT)

3 三氟化硼法(常用方法)

警告：方法中涉及到危险试剂的使用。应采取适当的防护措施以保护眼睛，并避免腐蚀性化学物品灼伤的危险。三氟化硼有毒，建议分析人员尽量不用甲醇和三氟化硼制取三氟化硼甲醇溶液(见附录 A 中第 A.1 章)。

3.1 原理

甘油酯在氢氧化钠甲醇溶液中皂化，生成的脂肪酸盐与三氟化硼甲醇溶液反应生成甲酯。如果要分析纯脂肪酸及其脂肪酸盐，则不需要皂化，直接与三氟化硼反应甲酯化。

3.2 适用范围

本方法适用于大多数油脂及衍生物(脂肪酸、脂肪酸盐)，不适用于乳脂和含有下列基团的化合物：

- 次氧化基化合物(如：酮基、环氧基、羟基、氢过氧基)；
- 环丙烷和环丙烷基化合物；
- 炔类脂肪酸。

如果油脂中仅含有少量的上述化合物(如棉籽油)，仍可按第 3 章的一般方法进行酯化。否则要采用第 4 章或第 5 章所述方法。

气相色谱分析中使用异辛烷做溶剂制得的甲酯溶液回收率最高，但对己酸甲酯的回收率只有 75%。

3.3 试剂

除有特殊说明，仅使用确认为分析纯的试剂。

3.3.1 水：应符合 GB/T 6682 中 3 级水的要求。

3.3.2 氢氧化钠甲醇溶液：约 0.5 mol/L。

将 2 g 氢氧化钠溶于 100 mL 含水不超过 0.5% 的甲醇中。该溶液存放时间较长时，可能会形成少量白色的碳酸钠沉淀，但不会影响甲酯的制备。

3.3.3 三氟化硼甲醇溶液:质量分数 12%~15%¹⁾(见附录 A 的第 A.1 章)。

3.3.4 异辛烷(2,2,4-三甲基戊烷):色谱纯(见附录 A 的第 A.2 章)。

警告:异辛烷易燃易爆,在空气中的爆炸极限为 1.1%~6.0%(体积分数)。异辛烷有毒,不要误食或吸入,操作应当在通风橱中进行。

3.3.5 氯化钠:饱和水溶液。

3.3.6 无水硫酸钠。

3.3.7 氮气:含氧量低于 5 mg/kg。

3.3.8 己烷:色谱纯,仅用于干酯制备。也可用石油醚:沸程 40℃~60℃,溴值低于 1,无残渣(见附录 A 的第 A.2 章)。

3.3.9 甲基红:1 g/L,溶于体积分数为 60%的乙醇中。

3.4 仪器

实验室常用仪器,以及下列仪器:

3.4.1 磨口烧瓶:50 mL 或 100 mL,具塞。

3.4.2 回流冷凝器:有效长度 200 mm~300 mm,具有与磨口烧瓶(3.4.1)配合的磨口接头。

3.4.3 沸石:脱脂。

3.4.4 移液管或自动加液器:至少 10 mL。

3.4.5 玻璃瓶:具螺旋盖,容量至少 4 mL。

3.4.6 分液漏斗:250 mL,用于干脂制备。

3.4.7 旋转蒸发器。

3.4.8 分析天平:分度值为 0.001 g。

3.5 试样制备

试样应为液体且无水、透明,按照 GB/T 15687 制备试样。如需加热样品,则采用刚好高于熔点的温度。

3.6 操作步骤

警告:三氟化硼有毒,以下操作需在通风橱里进行,玻璃器具用后,应立即用水冲洗。

3.6.1 试样

根据所需样品试样量,按表 1 选择合适的烧瓶及适量的试剂和溶液。

表 1 试样称取量

分析方法	试样质量/ mg	烧瓶 (3.4.1)/ mL	氢氧化钠甲醇 溶液 (3.3.2)/ mL	三氟化硼甲醇 溶液 (3.3.3)/ mL	溶剂 (3.3.4)或 (3.3.8)/ mL
GLC (气液色谱)	100~250	50	4	5	1~3
	250~500	50	6	7	2~5
IR/TLC (红外光谱分析/ 薄层色谱)	500~750	100	8	9	4~8
	750~1 000	100	10	12	7~10

3.6.2 皂化

3.6.2.1 油脂从 3.6.2.2 开始进行,脂肪酸及脂肪酸盐从 3.6.2.3 开始进行。

3.6.2.2 将试样置于合适的烧瓶中(见表 1 和附录 A),加入适量(见表 1)氢氧化钠甲醇溶液(3.3.2)

1) 可选购 14%、20%、(Merck NO. 8.01663)和 50%的市售试剂,提供此信息仅是为了方便本标准的使用者,而不是对这些产品的认可。

及沸石(3.4.3),然后接上冷凝器(3.4.2)。

如果存在两个以上双键的脂肪酸,在回流前,迅速向烧瓶中导入几分钟干燥氮气(3.3.7)将空气排掉。

在水浴上回流直至油滴消失,每30 s~60 s缓慢摇动烧瓶,以防止氢氧化钠形成固态附着在瓶壁上。回流过程通常需要5 min~10 min,有些情况可能会更长(见附录A第A.3章和第A.4章)。用移液管从冷凝器顶部加入适量(见表1)的三氟化硼甲醇溶液(3.3.3)于沸腾的溶液里。

接下来按照3.6.3或3.6.4步骤执行。

3.6.2.3 将试样置于合适的烧瓶中(见表1),加入适量(见表1)的三氟化硼甲醇溶液(3.3.3),然后接冷凝器(3.4.2)。

接下来按照3.6.3或3.6.4步骤执行。

3.6.3 甲酯溶液制备(主要用于气相色谱分析)

3.6.3.1 继续煮沸3 min。对于含长链脂肪酸的油脂,如鱼油,继续煮沸30 min。

3.6.3.2 从冷凝器顶部加入适量的异辛烷(3.3.4)于沸腾的混合溶液里。

3.6.3.3 取下冷凝器,拿出烧瓶。立即加入20 mL氯化钠溶液(3.3.5)。塞住烧瓶,猛烈振摇至少15 s。

3.6.3.4 继续加入氯化钠溶液(3.3.5)至烧瓶颈部,静置分层。

3.6.3.5 吸取1 mL~2 mL上层异辛烷溶液于玻璃瓶(3.4.5)中,加入适量无水硫酸钠(3.3.6)去除溶液中痕量的水,并按照以下几种方式注入气相色谱仪:

- a) 直接注入填充柱(见附录A的第A.5章);
- b) 先用异辛烷适度稀释再注入毛细管柱(见附录A的第A.6章);
- c) 对于毛细管柱,特殊情况可使用沸点更低的庚烷稀释。

3.6.4 干甲酯制备(用于薄层色谱或红外光谱分析)

3.6.4.1 继续煮沸3 min。

3.6.4.2 从冷凝器顶部加入适量的己烷(3.3.8)于沸腾的混合溶液里。

3.6.4.3 取下冷凝器,拿出烧瓶。立即加入20 mL氯化钠溶液(3.3.5)。塞住烧瓶,猛烈振摇至少15 s。

3.6.4.4 将混合溶液转移至250 mL分液漏斗中(3.4.6)。加入约30 mL饱和氯化钠溶液,静置分层,保留己烷液。放出的氯化钠溶液再用50 mL己烷(3.3.8)萃取两次。

3.6.4.5 将己烷液和两次萃取物合并,然后用每次20 mL蒸馏水(3.3.1)洗涤,直至用甲基红试剂(3.3.9)检验不显酸性为止。再用无水硫酸钠(3.3.6)干燥、过滤,用水浴通氮气流(3.3.7)或使用旋转蒸发器(3.4.7)蒸发溶剂。

在干酯制备过程中部分短链甲酯($C_6 \sim C_{10}$)会流失,不足500 mg的试样,最好按比例减少氯化钠溶液、溶剂和蒸馏水体积,见附录A的第A.6章。

4 三甲基氢氧化硫(TMSH)法

警告:方法中涉及到危险试剂的使用。应采取适当的防护措施以保护眼睛,并避免腐蚀性化学物品灼伤的危险。三甲基氢氧化硫甲醇溶液有毒。

4.1 原理

试样溶解于甲基叔丁醚中,通过与三甲基氢氧化硫甲醇溶液进行酯交换来实现甲酯化。分析样品时气化室温度高于250 °C。如果样品中含有短链脂肪酸时($C_4 \sim C_8$),推荐使用戊酸甲酯作为内标物(见4.2)。

4.2 适用范围

本快速甲酯化方法仅适用于气相色谱分析用的甲酯制备。本方法适用于所有油脂,包括乳脂和含

有乳脂的混合物,未发现有不饱和脂肪酸的异构化。

本方法也适用于含有 3.2 中所列化学基团的物质,但不能肯定甲酯化是否完全,游离脂肪酸只有 70%~80%被甲酯化。

含有羟基的脂类会部分生成相应的邻甲基醚衍生物,这可能会干扰甲酯的气液色谱分离。因此如样品含有较多羟基,则该方法不适宜,可用气质联用仪分析。

气液色谱分析时,柱温低则该方法不适用。另外,该方法不推荐使用极性固定相。

分析短链脂肪酸($C_4 \sim C_8$)时,若样品中不含戊酸建议使戊酸甲酯作为内标物。

4.3 试剂

所有试剂均为分析纯。

4.3.1 甲基叔丁醚。

4.3.2 三甲基氢氧化硫甲醇溶液²⁾:0.2 mol/L。4℃时,该溶液在密闭试管内可保存 2 个月以上。

注:如自制,制备方法参见参考文献[3]。

4.3.3 内标储备液:仅用于丁酸或己酸测定。称取大约 250 mg(精确至 0.1 mg)戊酸甲酯于 50 mL 容量瓶中,用异辛烷溶解并稀释至刻度。

4.3.4 内标参比液:仅用于丁酸或己酸测定。取 10 mL 储备液(4.3.3)于 100 mL 容量瓶中,用异辛烷稀释至刻度。计算浓度(见附录 A 的第 A.8 章)。

4.3.5 石油醚。

4.3.6 无水硫酸钠。

4.4 仪器

实验室常用仪器,以及下列仪器:

4.4.1 试管:2 mL,具磨口玻璃塞,或螺旋口自动进样瓶。

4.4.2 移液管:1 000 μ L。

4.4.3 容量瓶:50 mL 和 100 mL。

4.4.4 滤纸。

4.4.5 旋转蒸发仪。

4.5 试样制备

试样应为液体且无水、透明,按照 GB/T 15687 制备试样。如需加热样品,则采用刚好高于熔点的温度。

4.6 步骤

4.6.1 试样

称取 $10 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$ 样品于试管(4.4.1)中。如果样品含水量较高,适当增大称样量。对固态样品,在约高于 10℃ 的温度下加热使其融化。避免温度过高加热。用石油醚(4.3.5)溶解样品,加入无水硫酸钠(4.3.6)干燥 30 min,然后用滤纸过滤,再用石油醚洗涤残渣数次,用旋转蒸发仪(4.4.5)回收溶剂。

4.6.2 甲酯制备

4.6.2.1 用移液管(4.4.2)移取 500 μ L 甲基叔丁醚加入到试样中以溶解试样,如有必要可轻微加热,测定丁酸或己酸时,则移取 500 μ L 内标参比液(4.3.4)代替甲基叔丁醚。

4.6.2.2 用移液管(4.4.2)加入 250 μ L 三甲基氢氧化硫(TMSH)溶液(4.3.2),猛烈振摇 30 s(见附录 A 的第 A.7 章)。

4.6.2.3 所得溶液(4.6.2.2)即可用于气相色谱分析,气化室温度至少要 250℃。(见附录 A 的第

2) 三甲基氢氧化硫可由 Macherey-Nagel GmbH 公司购买,提供此信息仅是为了方便本标准的使用者,而不是对这些产品的认可。

A.2 章和附录 A 的第 A.7 章)。如果需要稀释,使用甲基叔丁醚(4.3.1)和甲醇混合液(9+1),以避免三甲基氢氧化硫(TMSH)析出。

5 酯交换法

警示:方法中涉及到危险试剂的使用。应采取适当的防护措施以保护眼睛,并避免腐蚀性化学物品灼伤的危险。氢氧化钾溶液有毒。

5.1 原理

将油脂溶解在异辛烷中,加入氢氧化钾溶液通过酯交换甲酯化,反应完全后,用硫酸氢钠中和剩余氢氧化钾,以避免甲酯皂化。

5.2 范围

本快速方法适用于四碳或四碳以上,游离脂肪酸(FFA)含量不大于2%的食用油脂,也适用于用内标-气相色谱法测定丁酸或己酸。

样品中如游离脂肪酸含量较高,应过量使用氢氧化钾溶液。由于游离脂肪酸及其盐不被氢氧化钾酯化,所以本方法只能使样品中甘油酯部分生成甲酯。

本方法也适用于含有3.2中所列化学基团的物质,但不能肯定甲酯化是否完全。

5.3 试剂

除有特殊说明,均为分析纯试剂。

5.3.1 氢氧化钾甲醇溶液:约2 mol/L。将13.1 g 氢氧化钾溶于100 mL 无水甲醇中,可轻微加热,加入无水硫酸钠干燥,过滤,即得澄清溶液。溶液储存一段时间后,可能会形成少量沉淀,用上清液测定不影响使用。

5.3.2 异辛烷(2,2,4-三甲基戊烷):色谱纯,见附录 A 的第 A.2 章。

5.3.3 硫酸氢钠。

5.3.4 内标储备液:仅用于丁酸或己酸测定。称取大约250 mg(精确至0.1 mg)戊酸甲酯于50 mL 容量瓶中,用异辛烷(5.3.2)溶解并稀释至刻度。

5.3.5 内标参比液:仅用于丁酸或己酸测定。取10 mL 储备液(5.3.4)于100 mL 容量瓶中,用异辛烷(5.3.2)稀释至刻度。计算浓度(见附录 A 的第 A.8 章)。

5.4 仪器

5.4.1 试管:5 mL,具磨口玻璃塞。

5.4.2 移液管或移液器:4 mL。

5.4.3 微量移液管:200 μ L。

5.4.4 玻璃瓶:具螺旋盖,至少4 mL。

5.4.5 容量瓶:50 mL 和 100 mL。

5.5 试样制备

试样应为液体且无水、透明,按照 GB/T 15687 制备试样。如需加热样品,则采用刚好高于熔点的温度。

5.6 步骤

5.6.1 试样

称取试样60 mg 至具塞试管(5.4.1)中,如需测定丁酸或己酸,精确至0.1 mg。

5.6.2 甲酯制备

5.6.2.1 用移液管或移液器(5.4.2)移取4 mL 异辛烷(5.3.2)溶解试样,必要时可以微微加热使试样溶解。测定丁酸或己酸时,用移液管(5.4.2)移取4 mL 内标参比液(5.3.5)代替异辛烷溶解试样。

5.6.2.2 用微量移液管(5.4.3)加入200 μ L 氢氧化钾甲醇溶液(5.3.1),盖上玻璃塞猛烈振摇30 s 后静置至澄清。

5.6.2.3 向溶液中加入约 1 g 硫酸氢钠(5.3.3),猛烈振摇,中和氢氧化钾。

5.6.2.4 待盐沉淀后,将含有甲酯的上层溶液倒入 4 mL 玻璃瓶(5.4.4)中,得到的异辛烷溶液中甲酯含量约为 15 mg/mL,并按照以下几种方式注入气相色谱仪:

- a) 直接取一定量注入填充柱(见附录 A 的第 A.5 章);
- b) 先用异辛烷适度稀释再注入毛细管柱(见附录 A 的第 A.6 章);
- c) 对于毛细管柱,特殊情况可使用沸点更低的庚烷稀释。

6 精密度

附录 B 中给出了国际实验室间对 3 种甲酯化法的比对测试数据,因为甲酯制备过程、色谱柱的选择、气相色谱条件及气相色谱仪器对重复性值和再现性值有影响,所以重复性值和再现性值并未计算出。

附 录 A
(规范性附录)
主要的分析程序

A.1 三氟化硼的制备

如果必须制备三氟化硼甲醇溶液,过程如下:

警告:操作在通风橱中进行。

在 2 L 烧瓶中加入 1 L 甲醇溶液,称取质量后放在冰水浴中冷却。保持烧瓶在冰水浴中,让钢瓶中的三氟化硼通过玻璃管导入甲醇溶液中。为避免液体回流到气体系统,在玻璃管浸入甲醇溶液之前至移去为止,都应通以三氟化硼气体。气体流速不能太大,不能产生白烟。

该试剂可在冰箱内保存 2 年。

A.2 试剂

各种试剂不能对气相色谱分析中的脂肪酸甲酯的出峰有干扰。

在甲酯气相色谱中,某些试剂在图谱中可能会产生一些不可预见的峰。特别是经过长时间储存,三氟化硼甲醇溶液会生成一些组分影响 $C_{20} \sim C_{22}$ 脂肪酸区域的出峰。

因此,每批新试剂或溶剂都应制备纯油酸的甲酯,并进行色谱分析。如有额外峰出现,则这批试剂应当舍弃。

A.3 皂化

以蓖麻籽油为例,该油样溶于甲醇,将不会观测到油滴。

因此溶液澄清与否不能作为反应完全的证明。

A.4 不皂化物

不皂化物没有被去除,如果把它计算到物质总量中,它可能会影响到分析结果。如果是这种情况,有必要按照下面描述的操作对方法进行补充。

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,然后将其酸化并用异辛烷或己烷提取脂肪酸。制备甲酯按 3.6.3 或 4.6.2 执行。

A.5 甲酯溶液的储存

所制备的甲酯应尽快分析。可将甲酯溶液在惰性气体保护下储存在冰箱中。

若储存时间较长,可添加一定浓度而不会干扰分析结果的抗氧化剂来防止甲酯自动氧化,例如:0.05 g/L 的 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)溶液。

如甲酯中含有丁酸盐甲酯,应储存在密封安瓿瓶中,采取一定的防护措施,以避免在填充及密封安瓿瓶过程中的蒸发损失。

A.6 干甲酯的储存

干甲酯应立即分析。若有必要,在惰性气体保护下可在冰箱内保存 24 h,或在真空密封管内于冷藏库中储存更长时间。

A.7 三甲基氢氧化硫(TMSH)法

游离脂肪酸与三甲基氢氧化硫形成相应的盐,在气化室分解转化成甲酯及二甲基硫化物。

为了防止堵塞,毛细管柱的分流口内径应较宽。如堵塞,可加热或用溶剂冲洗清洁。
如果用戊酸甲酯做内标物,可用甲基叔丁醚 (0.5 mg/mL ~1.0 mg/mL)溶解。

A.8 甲酯的量

如果用内标-气液色谱法定量测定脂肪酸,必须精确称量试样的质量(精确到 0.1 mg)。结果将以油脂脂肪酸组分占据油脂的质量分数表示,这与从内标归一化法获得的结果是不一致的。

附 录 B
(资料性附录)
联合实验室的测试结果

1995 年开展了一项国际合作研究。在这次测试中,有 8 个实验室参与测定 8 份不同的游离脂肪酸样品。这个实验的目的是确定制备甲酯的 3 种方法对于品种不同和游离脂肪酸含量不同的油脂的适用性。表 B.1 至 B.8 列出了测试结果,包括各实验室所测主要脂肪酸的最小值、最大值、平均值及标准偏差。

表 B.1 精炼椰子油(游离脂肪酸含量 0.03%)

三氟化硼法(7 个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 6 : 0	0.3	0.6	0.5	0.1
C 8 : 0	5.6	7.8	6.7	0.7
C 10 : 0	5.3	6.0	5.6	0.3
C 12 : 0	46.0	47.6	46.8	0.3
C 14 : 0	17.7	19.1	18.3	0.4
C 16 : 0	9.0	9.7	9.4	0.3
C 18 : 0	2.7	3.0	2.9	0.1
C 18 : 1	7.4	7.9	7.7	0.2
C 18 : 2	1.9	2.2	2.0	0.1
C 20 : 0	0.1	0.1	0.1	0.0
C 20 : 1	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	96.1	104.0	100.0	2.8
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6 个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 6 : 0	0.5	0.7	0.6	0.1
C 8 : 0	7.1	8.5	7.8	0.5
C 10 : 0	5.6	6.3	6.0	0.2
C 12 : 0	45.8	47.6	46.7	0.7
C 14 : 0	16.4	17.9	17.4	0.5
C 16 : 0	8.5	9.4	8.9	0.3
C 18 : 0	2.5	3.2	2.8	0.2
C 18 : 1	6.8	7.9	7.4	0.4
C 18 : 2	1.6	2.6	2.1	0.3
C 20 : 0	0.1	0.3	0.2	0.1
C 20 : 1	0.0	0.5	0.1	0.2
总计	95.0	104.9	100.0	3.7

表 B.1 (续)

酯交换法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 6 : 0	0.5	0.7	0.6	0.1
C 8 : 0	6.5	9.3	7.4	0.6
C 10 : 0	5.4	7.1	5.9	0.3
C 12 : 0	45.8	52.0	46.8	0.7
C 14 : 0	16.7	18.6	18.0	0.4
C 16 : 0	6.6	9.5	9.1	0.3
C 18 : 0	1.7	3.0	2.8	0.2
C 18 : 1	4.7	8.0	7.5	0.3
C 18 : 2	1.1	2.2	1.9	0.1
C 20 : 0	0.0	0.1	0.1	0.0
C 20 : 1	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	89.1	110.7	100.0	3.1

表 B.2 精炼大豆油(游离脂肪酸含量 0.06%)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 14 : 0	0.0	0.1	0.0	0.0
C 16 : 0	10.4	11.0	10.6	0.2
C 16 : 1	0.0	0.1	0.1	0.0
C 17 : 0	0.1	0.2	0.1	0.0
C 18 : 0	3.6	3.9	3.7	0.1
C 18 : 1	20.7	21.0	20.9	0.1
C 18 : 2	54.5	55.7	55.2	0.4
C 18 : 3	7.9	9.0	8.4	0.4
C 20 : 0	0.3	0.5	0.4	0.1
C 20 : 1	0.2	0.3	0.2	0.1
C 22 : 0	0.3	0.4	0.4	0.0
C 24 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
总计	98.0	102.4	100.0	1.6
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 14 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 16 : 0	10.5	11.3	10.7	0.3
C 16 : 1	0.0	0.1	0.1	0.1
C 17 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1

表 B.2 (续)

三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 18:0	3.6	3.8	3.7	0.1
C 18:1	20.6	22.5	21.2	0.7
C 18:2	53.4	55.7	54.8	0.9
C 18:3	7.7	9.0	8.3	0.4
C 20:0	0.3	0.6	0.4	0.1
C 20:1	0.1	0.7	0.3	0.2
C 22:0	0.3	0.5	0.4	0.1
C 24:0	0.0	0.2	0.1	0.1
总计	96.5	104.8	100.0	3.1
酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 14:0	0.0	0.1	0.1	0.0
C 16:0	10.1	12.1	10.7	0.6
C 16:1	0.0	0.1	0.1	0.0
C 17:0	3.4	4.0	3.7	0.2
C 18:0	3.4	4.0	3.7	0.2
C 18:1	20.4	21.4	20.8	0.3
C 18:2	54.7	56.2	55.2	0.5
C 18:3	8.1	9.0	8.5	0.3
C 20:0	0.3	0.5	0.4	0.1
C 20:1	0.1	0.3	0.2	0.1
C 22:0	0.1	0.4	0.3	0.1
C 24:0	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	97.2	104.3	100.0	2.4

表 B.3 精炼植物油(游离脂肪酸含量 0.3%)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 8:0	0.4	0.6	0.5	0.1
C 10:0	0.4	0.5	0.5	0.0
C 12:0	5.2	5.5	5.3	0.1
C 14:0	3.1	3.2	3.2	0.0
C 16:0	49.2	50.6	50.0	0.5
C 17:0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 18:0	0.1	0.8	0.5	0.3

表 B.3 (续)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 18 : 1	0.1	0.8	0.5	0.3
C 18 : 2	0.0	0.2	0.1	0.1
C 20 : 0	0.6	0.7	0.6	0.0
C 22 : 0	0.3	0.4	0.3	0.1
C 24 : 0	0.0	0.1	0.1	0.1
总计	96.9	102.4	100.0	1.9
三甲基氢氧化物(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 8 : 0	0.3	0.9	0.6	0.2
C 10 : 0	0.4	0.6	0.5	0.1
C 12 : 0	5.2	7.0	5.7	0.7
C 14 : 0	3.1	3.3	3.2	0.1
C 16 : 0	47.8	50.1	49.2	0.8
C 17 : 0	0.0	1.0	0.3	0.4
C 18 : 0	37.5	39.2	38.3	0.7
C 18 : 1	0.2	1.0	0.7	0.3
C 18 : 2	0.0	0.9	0.3	0.4
C 20 : 0	0.5	0.7	0.6	0.1
C 22 : 0	0.3	0.7	0.4	0.2
C 24 : 0	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	95.2	105.5	100.0	3.8
酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 8 : 0	0.5	0.8	0.5	0.1
C 10 : 0	0.4	0.6	0.5	0.0
C 12 : 0	5.0	6.6	5.4	0.2
C 14 : 0	3.1	3.6	3.2	0.1
C 16 : 0	49.5	51.0	50.2	0.5
C 17 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 18 : 0	36.7	40.0	38.4	0.6
C 18 : 1	0.1	0.9	0.6	0.3
C 18 : 2	0.0	0.2	0.0	0.1
C 20 : 0	0.5	0.7	0.6	0.0
C 22 : 0	0.0	0.4	0.4	0.1
C 24 : 0	0.0	0.1	0.0	0.1
总计	95.7	105.1	100.0	2.0

表 B.4 植物原油(游离脂肪酸含量 6.4%)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 12:0	0.1	0.2	0.1	0.0
C 14:0	1.0	1.1	1.0	0.0
C 16:0	43.3	45.1	43.8	0.6
C 16:1	0.0	0.2	0.1	0.1
C 17:0	0.1	0.1	0.1	0.0
C 18:0	4.5	4.8	4.7	0.1
C 18:1	38.4	39.3	38.9	0.4
C 18:2	9.9	10.8	10.3	0.3
C 18:3	0.2	0.5	0.3	0.1
C 20:0	0.4	0.5	0.4	0.0
C 20:1	0.1	0.2	0.1	0.1
C 22:0	0.0	0.1	0.1	0.0
总计	97.9	102.9	100.0	1.7
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 12:0	0.1	1.2	0.5	0.4
C 14:0	1.0	1.3	1.1	0.1
C 16:0	42.6	45.4	43.7	1.0
C 16:1	0.0	0.2	0.1	0.1
C 17:0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 18:0	4.4	6.1	4.8	0.6
C 18:1	37.5	38.9	38.4	0.6
C 18:2	9.1	10.9	10.0	0.6
C 18:3	0.2	0.8	0.4	0.2
C 20:0	0.3	0.7	0.5	0.1
C 20:1	0.0	0.3	0.1	0.1
C 22:0	0.0	0.6	0.1	0.2
总计	95.3	108.0	100.0	4.7
酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 12:0	0.0	0.2	0.1	0.0
C 14:0	1.0	1.1	1.0	0.0
C 16:0	43.2	45.9	43.7	0.6
C 16:1	0.0	0.2	0.1	0.1

表 B.4 (续)

酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 17 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 18 : 0	4.4	4.9	4.7	0.2
C 18 : 1	38.3	39.6	39.1	0.5
C 18 : 2	9.9	10.8	10.3	0.3
C 18 : 3	0.0	0.5	0.4	0.0
C 20 : 0	0.3	0.5	0.4	0.0
C 20 : 1	0.0	0.2	0.1	0.0
C 22 : 0	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	97.0	104.2	100.0	1.9

表 B.5 未经加工的鱼油(游离脂肪酸含量 3.8%)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 12 : 0	0.0	1.0	0.2	0.4
C 14 : 0	7.0	8.7	7.9	0.6
C 14 : 1	0.0	0.5	0.4	0.2
C 15 : 0	0.0	0.5	0.4	0.2
C 16 : 0	15.9	20.4	18.2	1.6
C 16 : 1	8.2	9.7	8.9	0.5
C 16 : 2	0.0	2.1	0.8	1.1
C 16 : 3	0.0	1.7	0.7	0.9
C 16 : 4	0.0	2.6	1.0	1.3
C 17 : 0	0.0	1.6	0.8	0.6
C 17 : 1	0.0	1.6	0.3	0.6
C 18 : 0	3.3	6.0	4.1	0.9
C 18 : 1	12.1	13.6	13.0	0.5
C 18 : 2	1.3	2.4	1.7	0.4
C 18 : 3	0.6	2.0	1.1	0.4
C 18 : 4	0.0	2.0	1.1	0.4
C 20 : 0	0.3	0.9	0.4	0.2
C 20 : 1	0.0	2.3	1.8	0.8
C 20 : 2	0.0	0.4	0.2	0.2
C 20 : 3	0.0	1.3	0.4	0.5
C 20 : 4	0.8	1.6	1.2	0.4
C 20 : 5	17.0	18.9	18.2	0.7

表 B.5 (续)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 22 : 0	0.0	0.8	0.2	0.3
C 22 : 1	2.1	2.6	2.4	0.2
C 22 : 2	0.0	0.8	0.2	0.4
C 22 : 4	0.0	0.8	0.2	0.4
C 22 : 5	2.2	2.5	2.3	0.1
C 22 : 6	9.8	10.9	10.4	0.3
C 24 : 0	0.0	0.3	0.1	0.1
C 24 : 1	0.0	0.5	0.3	0.3
总计	80.8	123.0	100.0	16.1
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 12 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 14 : 0	7.4	9.6	8.6	0.9
C 14 : 1	0.0	0.6	0.2	0.2
C 15 : 0	0.0	0.2	0.4	0.2
C 16 : 0	16.2	21.5	18.8	1.9
C 16 : 1	8.5	10.2	9.2	0.6
C 16 : 2	0.0	1.8	0.8	0.9
C 16 : 3	0.0	1.8	0.6	0.9
C 16 : 4	0.0	2.1	0.4	0.9
C 17 : 0	0.4	1.6	0.9	0.5
C 17 : 1	0.0	1.2	0.2	0.5
C 18 : 0	3.6	6.5	4.3	1.1
C 18 : 1	12.9	14.3	13.6	0.5
C 18 : 2	1.3	1.7	1.5	0.2
C 18 : 3	0.6	2.4	1.3	0.8
C 18 : 4	0.0	2.6	2.0	1.0
C 20 : 0	0.2	1.9	0.6	0.6
C 20 : 1	0.0	2.6	1.8	0.9
C 20 : 2	0.0	0.8	0.2	0.3
C 20 : 3	0.0	0.8	0.2	0.3
C 20 : 4	0.8	1.4	0.9	0.2
C 20 : 5	16.7	19.4	17.8	1.3
C 22 : 0	0.0	0.8	0.2	0.3

表 B.5 (续)

三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 22 : 1	0.0	3.0	1.9	1.1
C 22 : 2	0.0	2.3	0.7	0.9
C 22 : 4	0.0	0.3	0.1	0.1
C 22 : 5	1.9	2.6	2.3	0.3
C 22 : 6	8.9	11.1	9.9	0.9
C 24 : 0	0.0	0.3	0.1	0.1
C 24 : 1	0.0	0.9	0.2	0.4
总计	79.4	127.4	100.0	19.1
酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 12 : 0	0.0	0.1	0.1	0.1
C 14 : 0	6.5	10.7	8.5	1.4
C 14 : 1	0.0	0.3	0.2	0.1
C 15 : 0	0.0	0.6	0.4	0.2
C 16 : 0	15.9	20.8	18.5	1.8
C 16 : 1	7.6	10.3	9.0	0.9
C 16 : 2	0.0	2.2	0.6	0.9
C 16 : 3	0.0	1.8	0.7	0.8
C 16 : 4	0.0	2.6	0.6	1.2
C 17 : 0	0.4	1.8	1.1	0.6
C 17 : 1	0.0	2.7	0.7	1.0
C 18 : 0	0.0	4.3	3.3	1.4
C 18 : 1	12.6	13.7	13.2	0.4
C 18 : 2	1.3	2.7	1.7	0.5
C 18 : 3	0.6	1.7	0.9	0.4
C 18 : 4	0.0	3.4	2.3	1.0
C 20 : 0	0.2	0.8	0.4	0.2
C 20 : 1	0.0	2.4	1.7	0.8
C 20 : 2	0.0	0.6	0.2	0.2
C 20 : 3	0.0	0.9	0.2	0.4
C 20 : 4	0.8	1.6	1.1	0.3
C 20 : 5	16.6	20.2	18.8	1.1
C 22 : 0	0.0	0.7	0.1	0.2
C 22 : 1	0.0	2.8	1.8	1.0

表 B.5 (续)

酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 22:2	0.0	2.3	0.5	0.8
C 22:4	0.0	0.8	0.3	0.4
C 22:5	1.9	2.6	2.3	0.2
C 22:6	8.9	15.3	10.7	1.9
C 24:0	0.0	0.3	0.0	0.1
C 24:1	0.0	0.8	0.2	0.3
总计	73.7	132.1	100.0	20.6

表 B.6 油和脂肪酸混合物(游离脂肪酸含量 70%)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 6:0	0.2	0.4	0.3	0.1
C 8:0	3.0	3.8	3.5	0.3
C 10:0	2.9	3.3	3.1	0.1
C 12:0	27.3	30.7	28.3	1.2
C 14:0	10.1	11.1	10.5	0.3
C 16:0	20.2	21.3	20.8	0.4
C 16:1	0.0	0.4	0.3	0.1
C 18:0	4.9	5.6	5.3	0.2
C 18:1	18.6	21.1	20.2	0.9
C 18:2	5.9	7.0	6.4	0.4
C 18:3	0.2	0.3	0.2	0.0
C 20:0	0.3	0.4	0.3	0.1
C 20:1	0.2	0.5	0.3	0.1
C 22:0	0.0	0.4	0.2	0.1
C 22:1	0.0	0.4	0.2	0.1
总计	93.9	106.7	100.0	4.6
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(5个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 6:0	0.0	0.6	0.5	0.1
C 8:0	0.3	4.8	4.4	0.4
C 10:0	2.1	3.7	3.5	0.2
C 12:0	10.0	30.2	29.0	0.9
C 14:0	7.7	10.6	10.1	0.4
C 16:0	19.8	26.4	20.5	0.6

表 B.6 (续)

三甲基氢氧化硫(TMSH)法(5个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 16 : 1	0.0	0.3	0.1	0.2
C 18 : 0	5.0	9.1	5.4	0.5
C 18 : 1	15.3	32.7	18.5	2.0
C 18 : 2	5.5	10.2	6.4	0.6
C 18 : 3	0.2	0.6	0.4	0.2
C 20 : 0	0.3	0.8	0.4	0.1
C 20 : 1	0.2	0.5	0.3	0.1
C 22 : 0	0.0	0.5	0.3	0.1
C 22 : 1	0.0	0.8	0.3	0.3
总计	66.4	131.8	100.0	6.7

表 B.7 猪油(游离脂肪酸含量 70%)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 10 : 0	0.0	0.1	0.1	0.0
C 12 : 0	0.0	0.1	0.1	0.0
C 14 : 0	1.5	1.7	1.6	0.1
C 16 : 0	24.2	25.6	24.8	0.5
C 16 : 1	2.6	3.6	3.0	0.3
C 17 : 0	0.3	0.4	0.3	0.0
C 17 : 1	0.3	0.4	0.3	0.0
C 18 : 0	13.0	13.9	13.4	0.4
C 18 : 1	41.9	44.3	43.2	0.7
C 18 : 2	10.3	11.3	10.6	0.3
C 18 : 3	0.9	1.4	1.0	0.2
C 20 : 0	0.2	0.8	0.3	0.2
C 20 : 1	0.5	1.1	0.9	0.2
C 20 : 2	0.0	0.5	0.4	0.2
C 22 : 0	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	95.7	105.3	100.0	3.3
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 10 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 12 : 0	0.0	1.5	0.3	0.6
C 14 : 0	1.5	1.8	1.6	0.1

表 B.7 (续)

三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 16 : 0	22.1	25.4	24.2	1.2
C 16 : 1	2.6	3.3	3.0	0.2
C 17 : 0	0.3	0.5	0.4	0.1
C 17 : 1	0.2	0.5	0.3	0.1
C 18 : 0	12.6	13.7	13.3	0.4
C 18 : 1	41.7	44.9	43.2	1.1
C 18 : 2	9.8	11.5	10.5	0.6
C 18 : 3	0.8	2.0	1.2	0.5
C 20 : 0	0.2	0.8	0.4	0.2
C 20 : 1	0.2	1.6	1.0	0.5
C 20 : 2	0.2	0.6	0.5	0.2
C 22 : 0	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	92.3	108.4	100.0	6.0
酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 10 : 0	0.0	0.1	0.1	0.1
C 12 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 14 : 0	1.5	1.6	1.6	0.1
C 16 : 0	23.6	25.4	24.6	0.7
C 16 : 1	2.6	3.4	3.0	0.3
C 17 : 0	0.3	0.4	0.3	0.0
C 17 : 1	0.2	0.4	0.3	0.1
C 18 : 0	12.8	13.7	13.2	0.3
C 18 : 1	42.9	44.3	43.5	0.5
C 18 : 2	10.3	11.2	10.7	0.3
C 18 : 3	0.8	1.5	1.1	0.3
C 20 : 0	0.2	0.8	0.4	0.3
C 20 : 1	0.6	1.2	0.9	0.2
C 20 : 2	0.0	0.5	0.3	0.2
C 22 : 0	0.0	0.1	0.0	0.0
总计	95.9	104.7	100.0	3.5

表 B.8 可可黄油和奶油混合物(9:1)

三氟化硼法(7个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 4:0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 6:0	0.1	0.2	0.2	0.1
C 8:0	0.1	0.1	0.1	0.0
C 10:0	0.2	0.3	0.2	0.1
C 12:0	0.3	0.4	0.3	0.0
C 14:0	1.1	1.6	1.2	0.2
C 14:1	0.0	0.1	0.1	0.0
C 15:0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 16:0	25.5	28.3	26.3	0.9
C 16:1	0.3	0.6	0.4	0.1
C 17:0	0.2	0.3	0.3	0.0
C 18:0	31.5	33.9	33.1	0.8
C 18:1	32.6	33.7	33.2	0.4
C 18:2	2.8	3.5	3.0	0.2
C 18:3	0.2	0.3	0.2	0.0
C 20:0	0.8	1.0	0.9	0.1
C 20:1	0.0	0.1	0.9	0.1
C 22:0	0.0	0.2	0.1	0.1
总计	95.7	105.0	100.0	3.3
三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 4:0	0.0	0.4	0.2	0.2
C 6:0	0.2	0.4	0.3	0.1
C 8:0	0.0	0.4	0.2	0.2
C 10:0	0.3	0.4	0.3	0.0
C 12:0	0.3	0.6	0.4	0.1
C 14:0	1.1	1.8	1.3	0.2
C 14:1	0.0	0.2	0.1	0.1
C 15:0	0.0	0.8	0.3	0.3
C 16:0	25.4	27.3	26.2	0.6
C 16:1	0.3	0.7	0.5	0.1
C 17:0	0.3	0.3	0.3	0.3
C 18:0	28.7	33.7	32.3	1.9
C 18:1	31.8	33.1	32.7	0.5

表 B.8 (续)

三甲基氢氧化硫(TMSH)法(6个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 18 : 2	2.8	5.3	3.5	1.0
C 18 : 3	0.2	0.5	0.3	0.1
C 20 : 0	0.9	1.3	1.0	0.2
C 20 : 1	0.0	0.1	0.1	0.1
C 22 : 0	0.0	0.3	0.2	0.1
总计	92.3	107.6	100.0	5.8
酯交换法(8个实验室)				
脂肪酸甲酯	最小值	最大值	平均值	标准偏差
C 4 : 0	0.0	0.4	0.2	0.2
C 6 : 0	0.1	0.3	0.2	0.1
C 8 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 10 : 0	0.2	0.4	0.3	0.1
C 12 : 0	0.3	0.7	0.4	0.1
C 14 : 0	1.1	1.7	1.2	0.2
C 14 : 1	0.0	0.2	0.1	0.1
C 15 : 0	0.0	0.2	0.1	0.1
C 16 : 0	25.5	27.9	26.4	0.8
C 16 : 1	0.3	0.7	0.4	0.1
C 17 : 0	0.0	0.4	0.3	0.1
C 18 : 0	31.4	33.8	32.9	0.8
C 18 : 1	32.4	33.5	33.2	0.4
C 18 : 2	2.7	3.6	2.9	0.3
C 18 : 3	0.0	0.3	0.2	0.1
C 20 : 0	0.0	1.1	0.8	0.3
C 20 : 1	0.0	0.1	0.0	0.0
C 22 : 0	0.0	0.7	0.2	0.2
总计	93.9	106.4	100.0	4.2

参 考 文 献

- [1] Bannon, Craske *et al.* 1985. *J. Am. Oil Chem. Soc.* , 62:150.
 - [2] Bannon, Craske *et al.* 1987. *J. Am. Oil Chem. Soc.* , 64:1413.
 - [3] Schulte and Weber. 1989. *Fat Sci. Technol.* , 91:181.
-