

LS

中华人民共和国粮食行业标准

XX/T XXXXX—XXXX  
代替 XX/T

粮油检验 植物油挥发性风味成分的测定  
气相色谱-离子迁移谱法

Inspection of grain and oils--Determination of volatile flavor components in  
vegetable oil Gas chromatography-ion mobility spectrometry method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAT/TC 270）归口。

本文件起草单位：山东省粮油检测中心、海能未来技术集团股份有限公司、南京财经大学、浙江省粮油产品质量检验中心、黑龙江省粮食质量安全监测和技术中心、北京市食品检验研究院、广西壮族自治区粮油质量检验中心、中粮营养健康研究院有限公司、中粮福临门食品营销有限公司。

本文件主要起草人：任凌云、董斌、王志刚、邢常瑞、任芳、赵立强、江媛媛、杨琳琳、季澜洋、邵亮亮、王翔宇、胡蓉、徐春峰、杨宏伟、刘文哲、农子明、许诺、李晓龙、李海梅。

# 粮油检验 植物油挥发性风味成分的测定 气相色谱-离子迁移谱法

## 1 范围

本文件描述了适用于气相色谱-离子迁移谱法测定植物油中挥发性风味成分的原理、试剂、仪器、试样制备、操作步骤、结果表示和精密度等。

本文件适用于植物油中挥发性风味成分的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5490 粮油检验 一般规则
- 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
- GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

## 3 原理

样品中存在的挥发性有机物在密闭容器中会扩散到气相中，经过一定时间孵化后，达到气相/液相间浓度的动态平衡，用气相色谱-离子迁移谱（GC-IMS）检测上层气相中挥发性有机物的含量，即可计算出待测植物油脂中挥发性有机物的实际含量。

## 4 试剂

本方法所用正己烷（ $C_6H_{14}$ ）为色谱纯，其他试剂均为有证标准物质，水为GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 2-丁酮（ $C_4H_8O$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.2 2-戊酮（ $C_5H_{10}O$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.3 2-己酮（ $C_6H_{12}O$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.4 2-庚酮（ $C_7H_{14}O$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.5 2-辛酮（ $C_8H_{16}O$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.6 2-壬酮（ $C_9H_{18}O$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.7 己酸乙酯（ $C_8H_{16}O_2$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.8 乙酸异丁酯（ $C_6H_{12}O_2$ ）：纯度 $\geq 99\%$ ；
- 4.9 正己烷（ $C_6H_{14}$ ）：色谱纯 纯度 $\geq 99\%$ 。

## 5 试剂配制

### 5.1 气相色谱保留指数校准液

分别吸取0.1 mL 2-丁酮、2-戊酮、2-己酮、2-庚酮、2-辛酮、2-壬酮至10 mL容量瓶中，加水定容至刻度，配制成浓度为10  $\mu$ L/mL的混合标准溶液，避光0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C保存，有效期7天。

### 5.2 己酸乙酯、乙酸异丁酯内标标准溶液配制

5.2.1 标准储备液(10 $\mu$ L/mL)：分别吸取 0.1 mL 己酸乙酯和 0.1 mL 乙酸异丁酯至 10 mL 容量瓶中，再迅速加入正己烷，并定容至刻度。避光-18 $^{\circ}$ C 保存，有效期 7 天。

5.2.2 标准工作液(100  $\mu$ L/L)：吸取 0.1 mL 标准储备液至 10 mL 容量瓶，加入正己烷定容至刻度，现用现配。

## 6 仪器设备及材料

### 6.1 仪器设备

6.1.1 气相色谱-离子迁移谱(GC-IMS)联用仪：配有顶空进样器。

6.1.2 分析天平：感量为 0.001 g。

6.1.3 微量注射器：容积为 10  $\mu$ L。

### 6.2 材料

6.2.1 顶空进样瓶：20 mL，配备磁性顶空盖和 PTFE/硅胶隔垫；

6.2.2 一次性塑料吸管：5 mL

6.2.3 容量瓶：10 mL

## 7 试样制备

试样制备按 GB/T 15687 进行。

## 8 分析步骤

### 8.1 样品处理

准确称取植物油样品 1 g(精确至 0.001 g)于 20 mL 顶空进样瓶中，向植物油样品中分别迅速加入 10  $\mu$ L 己酸乙酯、乙酸异丁酯标准工作液作为内标(两种内标含量均为 0.87 mg/kg)，用手轻微摇匀后密封。保持顶空进样瓶直立，待分析。处理过程中植物油样品不能接触到密封垫，如果有接触，需重新处理。

### 8.2 仪器参考条件

#### 8.2.1 顶空进样参考条件：

- a) 平衡时间：10 min；
- b) 平衡温度：80  $^{\circ}$ C；
- c) 平衡时振荡器转速：500 r/min；
- d) 进样体积：500  $\mu$ L。

#### 8.2.2 气相色谱参考条件：

a) 色谱柱：含 5% 苯基的二甲基聚硅氧烷的毛细管柱，柱长 15 m，内径 0.53 mm，膜厚 1.0  $\mu$ m，或相当者；

b) 进样口温度：80  $^{\circ}$ C；

c) 进样模式：不分流模式；

d) 柱温：60  $^{\circ}$ C；

e) 载气：氮气( $N_2$ )；

f) 载气流量：2.0 mL/min，保持 2 min；2.0 mL/min 线性上升至 100 mL/min。

### 8.2.3 离子迁移谱参考条件:

- a) 迁移管: 长 98 mm, 温度 45 °C;
- b) 迁移电压: 500 V/cm;
- c) 漂移气: 高纯氮气 (N<sub>2</sub>);
- d) 漂移气流量: 150 mL/min。

### 8.3 样品测定

待气相色谱-离子迁移谱 (GC-IMS) 准备就绪后, 将制备好的植物油试样上机分析, 测得挥发性有机物成分的谱图。通过保留指数和相对迁移时间对挥发性化学成分进行定性, 根据保留指数选择对应的内标物质, 通过目标物质与内标物质峰体积的比值进行定量。

## 9 结果计算

### 9.1 试样挥发性成分含量

试样中挥发性风味化学成分的含量按公式 (1) 计算:

$$X_i = \frac{A_{si}}{A_s} \times p \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  —— 试样中某个挥发性风味成分的含量, mg/kg;

$A_{si}$  —— 试样中某个挥发性风味成分的峰体积;

$A_s$  —— 试样中内标物质的峰体积;

$p$  —— 试样中内标物质的含量, 0.87mg/kg。

注: 保留指数900以内的成分含量采用乙酸异丁酯内标计算, 保留指数在900以上的成分含量采用己酸乙酯内标计算。

### 9.2 试样挥发性成分相似度

相似度按公式 (2) 计算:

$$M_{(i,j)} = 100 - \frac{\sum_{a=1}^n |X_{(a)i} - X_{(a)j}|}{n} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$M_{(i,j)}$  —— 两个样品的相似度, %;

$X_{(a)i}$  —— i样品的a成分的峰体积标准化值;

$X_{(a)j}$  —— j样品的a成分的峰体积标准化值;

$n$  —— 统计的风味成分数量。

检测结果以两次测定值的算术平均值表示。计算结果表示到小数点后2位。

## 10 精密度

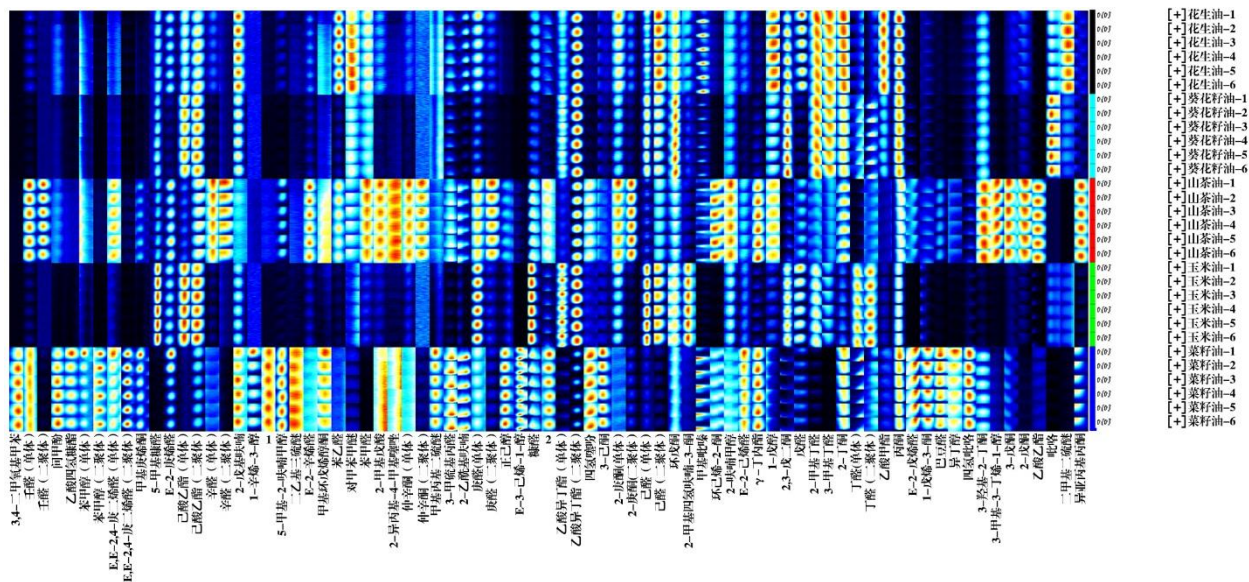
当挥发性风味成分含量 < 1.00mg/kg 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%;

当挥发性风味成分含量 ≥ 1.00mg/kg 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 11 其他

本方法检出限为：己酸乙酯0.025mg/kg；乙酸异丁酯0.01mg/kg。

附录 A  
(资料性)  
不同油脂挥发性有机物 Gallery Plot 指纹图谱



注：一个点代表一种风味物质，颜色的深浅表示物质含量的多少；一行代表一个样品中检测出的风味物质种类；一列代表一种风味物质在不同样品中的含量。

附录 B  
(资料性)  
不同油脂挥发性成分相似度数据表

挥发性成分相似度 (%)																															
100	100	99	99	99	99	86	85	85	85	85	85	44	47	46	47	45	46	79	78	78	77	77	77	14	18	21	22	22	22	22	葵花籽油-1
100	100	100	100	100	100	87	87	87	87	87	86	45	48	48	48	47	48	78	77	77	77	76	76	17	22	25	25	25	25	25	葵花籽油-2
99	100	100	100	100	100	87	87	87	87	87	87	45	48	48	48	47	48	78	78	77	77	77	77	17	22	25	25	25	25	25	葵花籽油-3
99	100	100	100	100	100	87	87	87	87	87	87	46	49	49	50	48	49	78	78	77	77	77	77	19	23	26	27	26	27	27	葵花籽油-4
99	100	100	100	100	100	87	87	87	87	87	87	46	49	49	49	48	48	78	77	77	77	76	76	18	23	26	26	26	26	26	葵花籽油-5
99	100	100	100	100	100	87	87	87	87	87	87	47	49	49	50	48	49	78	77	77	77	76	76	18	23	26	26	26	26	26	葵花籽油-6
86	87	87	87	87	87	100	100	100	100	100	100	34	38	38	38	36	37	83	84	83	83	83	83	9	15	19	19	19	19	19	玉米油-1
85	87	87	87	87	87	100	100	100	100	100	100	34	39	38	39	37	38	82	83	83	82	82	82	10	16	20	20	20	20	20	玉米油-2
85	87	87	87	87	87	100	100	100	100	100	100	34	39	38	39	37	38	82	82	82	82	82	82	10	15	20	20	20	20	20	玉米油-3
85	87	87	87	87	87	100	100	100	100	100	100	34	39	38	39	37	38	81	82	82	82	82	81	9	15	20	20	20	20	20	玉米油-4
85	87	87	87	87	87	100	100	100	100	100	100	34	39	38	39	37	38	82	82	82	82	82	81	9	15	19	20	20	20	20	玉米油-5
85	86	87	87	87	87	100	100	100	100	100	100	35	39	39	39	37	38	81	82	82	82	81	81	10	16	20	20	20	20	20	玉米油-6
44	45	45	46	46	47	34	34	34	34	34	35	100	100	100	99	99	99	34	32	32	31	31	30	36	41	43	44	43	44	山茶油-1	
47	48	48	49	49	49	38	39	39	39	39	39	100	100	100	100	100	100	36	35	34	34	33	33	38	44	46	46	46	47	山茶油-2	
46	48	48	49	49	49	38	38	38	38	38	39	100	100	100	100	100	100	36	35	34	34	33	33	39	44	46	47	47	47	山茶油-3	
47	48	48	50	49	50	38	39	39	39	39	39	99	100	100	100	100	100	36	35	34	34	33	33	39	44	46	47	47	47	山茶油-4	

45	47	47	48	48	48	36	37	37	37	37	37	99	100	100	100	100	100	35	34	33	32	32	31	40	45	47	47	47	48	山茶油-5
46	48	48	49	48	49	37	38	38	38	38	38	99	100	100	100	100	100	35	34	34	33	32	32	39	45	47	47	47	47	山茶油-6
79	78	78	78	78	78	83	82	82	81	82	81	34	36	36	36	35	35	100	100	100	100	100	99	3	9	12	12	12	12	花生油-1
78	77	78	78	77	77	84	83	82	82	82	82	32	35	35	35	34	34	100	100	100	100	100	100	3	8	11	11	12	11	花生油-2
78	77	77	77	77	77	83	83	82	82	82	82	32	34	34	34	33	34	100	100	100	100	100	100	2	7	10	11	11	11	花生油-3
77	77	77	77	77	77	83	82	82	82	82	82	31	34	34	34	32	33	100	100	100	100	100	100	1	6	10	10	10	10	花生油-4
77	76	77	77	76	76	83	82	82	81	82	81	31	33	33	33	32	32	100	100	100	100	100	100	0	5	9	9	9	9	花生油-5
77	76	77	77	76	76	83	82	81	81	81	81	30	33	33	33	31	32	99	100	100	100	100	100	0	5	8	9	9	9	花生油-6
14	17	17	19	18	18	9	10	10	9	9	10	36	38	39	39	40	39	3	3	2	1	0	0	100	99	97	97	97	97	菜籽油-1
18	22	22	23	23	23	15	16	15	15	15	16	41	44	44	44	45	45	9	8	7	6	5	5	99	100	99	99	99	99	菜籽油-2
21	25	25	26	26	26	19	20	20	20	19	20	43	46	46	46	47	47	12	11	10	10	9	8	97	99	100	100	100	100	菜籽油-3
22	25	25	27	26	26	19	20	20	20	20	20	44	46	47	47	47	47	12	11	11	10	9	9	97	99	100	100	100	100	菜籽油-4
22	25	25	26	26	26	19	20	20	20	20	20	43	46	47	47	47	47	12	12	11	10	9	9	97	99	100	100	100	100	菜籽油-5
22	25	25	27	26	26	19	20	20	20	20	20	44	47	47	47	48	47	12	11	11	10	9	9	97	99	100	100	100	100	菜籽油-6
葵花籽油-1	葵花籽油-2	葵花籽油-3	葵花籽油-4	葵花籽油-5	葵花籽油-6	玉米油-1	玉米油-2	玉米油-3	玉米油-4	玉米油-5	玉米油-6	山茶油-1	山茶油-2	山茶油-3	山茶油-4	山茶油-5	山茶油-6	花生油-1	花生油-2	花生油-3	花生油-4	花生油-5	花生油-6	菜籽油-1	菜籽油-2	菜籽油-3	菜籽油-4	菜籽油-5	菜籽油-6	试样名称