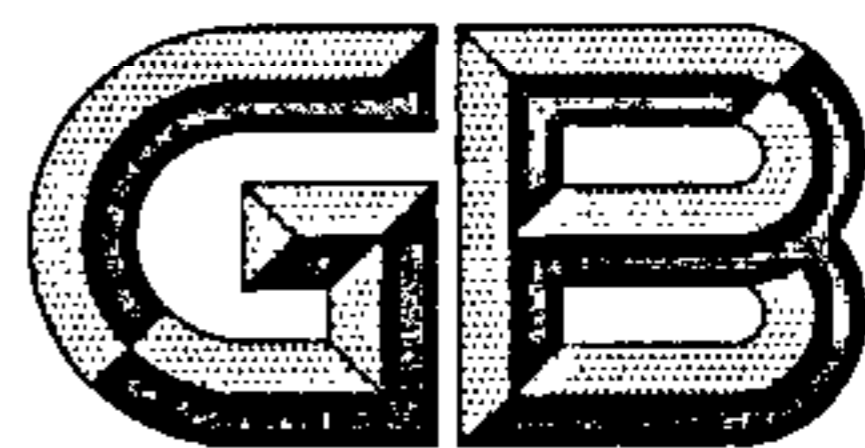


ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.202—2003  
代替 GB/T 7102.2—1994

---

## 食用植物油煎炸过程中的极性组分 (PC)的测定

Determination of polar compounds in edible  
vegetable oils used in frying food

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部  
中国国家标准化管理委员会 发布

587

## 前 言

本标准代替 GB/T 7102.2—1994《食用植物油煎炸过程中的极性组分(PC)的测定方法》。

本标准与 GB/T 7102.2—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称,标准的中文名称改为《食用植物油煎炸过程中的极性组分(PC)的测定》;
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由吉林省卫生防病中心分析测试研究所负责起草。

本标准主要起草人:于峰、高斌富、李槐春、丁家华、张唯。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

## 食用植物油煎炸过程中的极性组分 (PC)的测定

### 1 范围

本标准规定了柱层析法测定食用煎炸油中的极性组分。

本标准适用于煎炸各种食品的植物油、动物油及精炼油中的极性组分的测定。

### 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

**极性组分 polar compound**

极性组分是食用油在煎炸食品的工艺条件下发生劣变,发生了热氧化反应、热聚合反应、热氧化聚合反应、热裂解反应和水解反应,产生了比正常植物油分子(甘油三酸酯)极性较大的一些成分,是甘油三酸酯的热氧化产物(含有酮基、羟基、过氧化氢基和羧基的甘油三酸酯)、热聚合产物、热氧化聚合产物、水解产物(游离脂肪酸、一酸甘油酯和二酸甘油酯)的总称。

### 3 原理

经过煎炸的油脂通过装有吸附了一定水分的硅胶柱时,在流动相的洗脱下,其中的甘油三酸酯(即经煎炸未改变的油脂)首先被洗脱而流出谱柱。挥去洗脱剂,称量,即为非极性组分的质量,用上柱样品的质量减去非极性组分的质量就是极性组分的质量(经煎炸后发生了化学变化的油脂)。

### 4 试剂

4.1 硅胶(柱层析用):粒度范围 60 目~100 目,按下面的方法使其含水量约为 5%:置硅胶于 160℃ 烘箱中干燥 24 h 后取出,置干燥器中冷却至室温,然后称取 152 g 硅胶和 8 g 水,放入 500 mL 带有玻璃塞的磨口锥形瓶中,机械振摇 1 h,密封备用。

4.2 石油醚(沸程 30℃~60℃)+乙醚洗脱剂:87+13。

4.3 海砂:通过锻烧和酸洗纯化。

4.4 10%钼磷酸乙醇溶液显色剂。

4.5 高效薄层硅胶 G 板(无荧光)。

### 5 仪器

采用两种类型的层析柱,当实验室温度在 25℃ 以下时,可采用 A 型(常用)层析柱;超过 25℃ 时,采用带有循环水套的 B 型柱,见图 1。

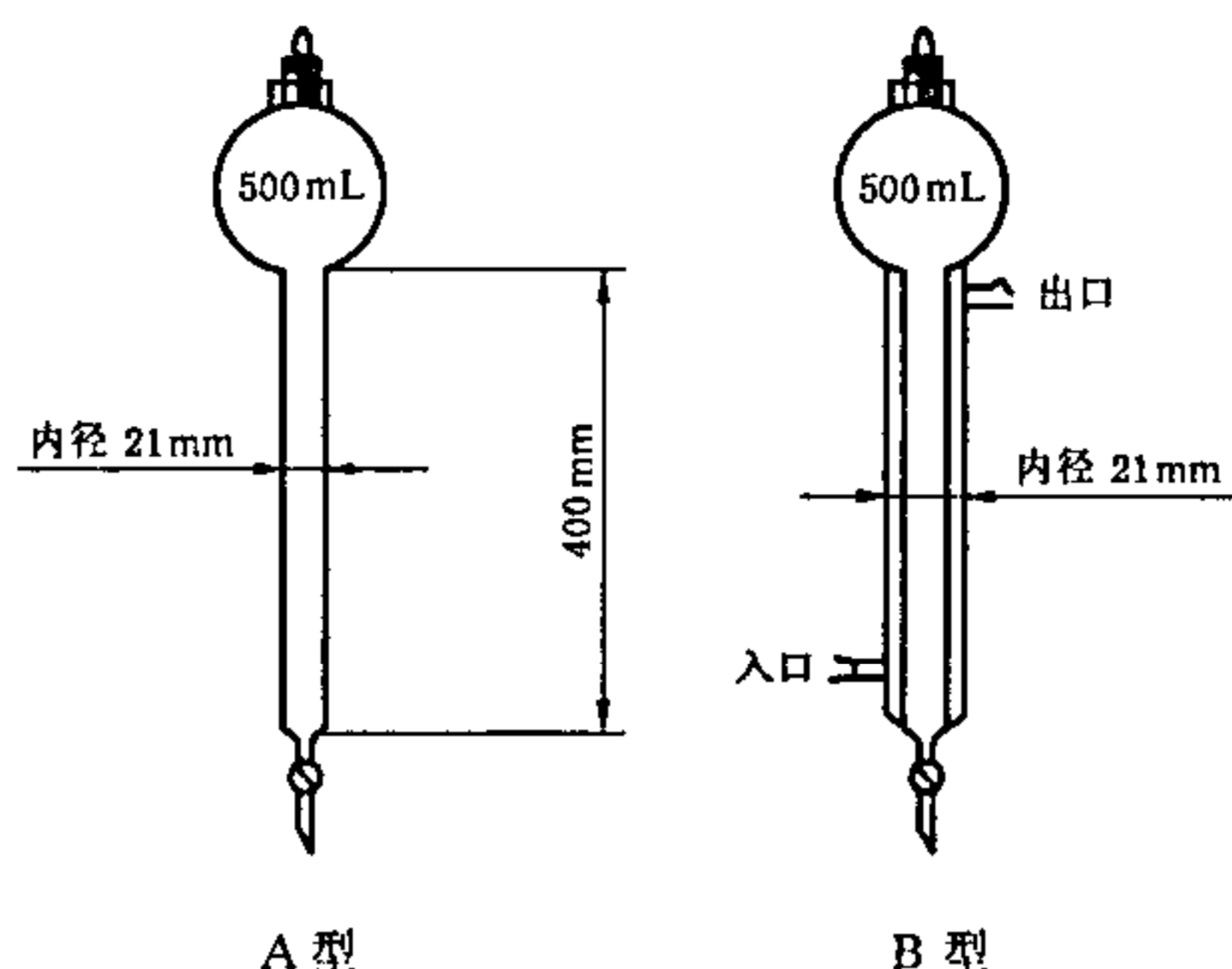


图 1

6 操作步骤

6.1 样品制备

缓缓预热煎炸油样,充分混匀。如有杂质和水分可用滤纸过滤除去。用一小烧杯精密称取油样约 2.5 g(准确至 0.01 g)。定量转移至 50 mL 容量瓶中,用洗脱液定容后备用。

6.2 装柱

为了防止柱内起气泡,当实验室温度低于 25℃时,采用 A 型柱,当实验室温度高于 25℃时,采用 B 型柱。采用 B 型柱时冷却水可采用高位瓶法将用冰块调成约 20℃的水导入柱的夹套(如自来水温为 20℃左右也可用自来水)以保证柱的温度低于 25℃。

先在柱的底部放少许玻璃棉后,把 30 mL 洗脱液加入柱中,如有气泡用玻璃棒搅拌赶掉气泡。

在 100 mL 烧杯中称取 35 g 硅胶(4.1)和加入 80 mL 洗脱液(4.2),用玻璃棒不停搅拌,尽量使硅胶浮起来,缓缓倒入垂直层析柱中,使均匀沉降,用少许洗脱液清洗漏斗和柱壁,沉降后放出洗脱液至硅胶面 10 cm 处,轻轻振摇,弄平硅胶,随后通过漏斗把 4 g 海砂加到柱内,再放出洗脱液使其与海砂表面平齐。

6.3 上柱

精确吸取制备油样 20 mL(6.1),沿柱壁缓缓移到层析柱上(6.2)。打开旋塞使样液与海砂面平齐。

6.4 非极性组分的洗脱

把在 103℃±2℃的烘箱中干燥过的 400 mL 烧杯置干燥器内冷却至室温并平衡 30 min,在分析天平上称量其质量为  $m_1$ ,置柱下,加 250 mL 洗脱液(4.2)。洗脱速度约为 2 mL/min,洗至液面与海砂面平齐,然后用少量洗脱液清洗旋塞以下的外壁,收集在质量为  $m_1$  的烧杯中,为非极性组分。

6.5 蒸发称量

把上述烧杯中的洗脱液置温度为 90℃的水中蒸发至干,然后精密称量其质量为  $m_2$ 。

6.6 计算

$$X = \frac{m - (m_1 - m_2)}{m} \times 100$$

式中:

$X$ ——极性组分含量, %;

$m$ ——上柱油样的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——空杯质量,单位为克(g);

$m_2$ ——空杯质量( $m_1$ )与非极性组分质量之和,单位为克(g)。

## 附录 A

(规范性附录)

## 极性组分的洗脱与薄层层析监控

极性组分能大部分洗脱,但由于其吸附性较强,所以不能 100%地被洗脱,其与非极性组分的分离情况可用薄层层析监控。

## A.1 极性组分的洗脱

如果需要洗脱极性组分,在洗下非极性组分后,可再用 150 mL 洗脱剂把极性组分洗入质量为  $m_3$  的烧杯中,按 6.5 蒸发至干,然后精密称量其质量为  $m_4$ 。可用下式计算极性组分的含量:

$$X = \frac{m - (m_4 - m_3)}{m} \times 100$$

式中:

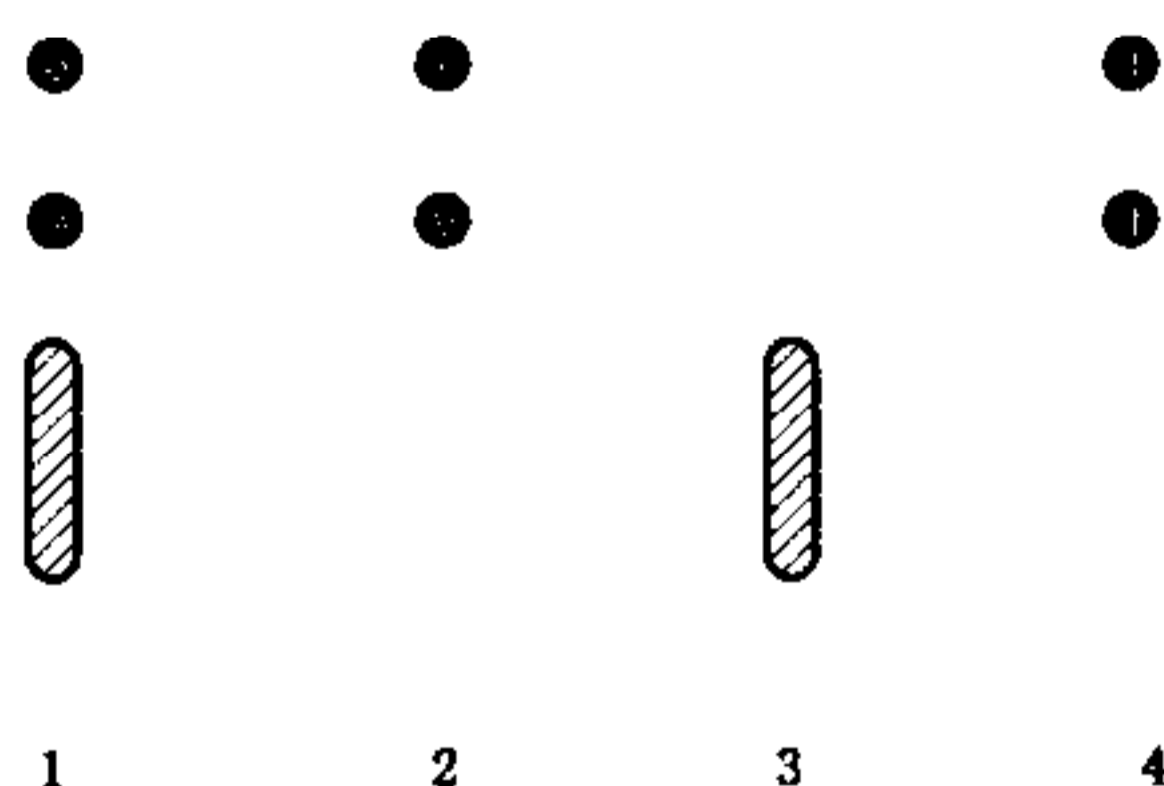
$X$ ——极性组分含量, %;

$m_3$ ——空杯质量,单位为克(g);

$m_4$ ——空杯质量( $m_3$ )与极性组分质量之和,单位为克(g)。

## A.2 薄层色谱监控柱色谱

应用微量注射器把 2  $\mu$ L 左右从柱上洗脱下来的溶液轻轻点在离层析板下沿 3 cm 处,使其点样的直径不大于 0.3 cm,等溶剂挥发后,置层析板于有展开剂(石油醚+乙醚+乙酸,70+30+2)的层析槽中展开约 15 min(约离原点 10 cm 左右),取出层析板,挥散掉溶剂后用 10% 钼磷酸乙醇液均匀喷淋层析板,挥散乙醇,置 120℃~130℃烘箱中加热至斑点呈色,根据极性组分和非极性组分的分离程度(即:  $R_f$  值)判断柱层析分离的好坏,薄层色谱分离图见图 A.1。



- 1——煎炸后植物油的油样;  
2——非极性组分;  
3——极性组分;  
4——未经煎炸的植物油样。

图 A.1 薄层色谱分离图