

DB61

陕 西 省 地 方 标 准

DB 61/T 947—2014

生物柴油用原料油 脂肪酸甲酯含量的测定 气相色谱法

Determination of fatty acid methyl esters contents in raw oil/grease for biodiesel
production Gas chromatography method

2014 – 12 – 16 发布

2015 – 01 – 01 实施

陕西省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009规则起草。

本标准附录A和附录B均为资料性附录。

本标准由陕西省质量技术监督局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：付骋宇、李莹、张鹏飞、张波。

本标准首次发布。

生物柴油用原料油脂肪酸甲酯含量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱法测定生物柴油原料油中脂肪酸甲酯含量的方法。

本标准适用于碳链为C₈至C₂₄脂肪酸甲酯含量的测定,不适用于聚合脂肪酸甲酯的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

生物柴油用原料油 raw oil for biodiesel production

用于通过甲酯化过程制备生物柴油的动植物油脂。

4 方法和原理

将试样溶于四氢呋喃,以氢氧化钾为催化剂,与甲醇进行甲酯化。以十三烷酸甲酯作为内标物,用配置火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪在本标准规定的条件下进行分析。测定每个组分和内标物的峰面积,内标法计算每个组分的含量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除特殊说明外,均为分析纯试剂,试剂如下:

- a) 甲醇
- b) 四氢呋喃
- c) 硫酸氢钠
- d) 氢氧化钾
- e) 脂肪酸甲酯标准物质:纯度≥99%。参见附录 A。

5.2 溶液

5.2.1 2 mol/L 氢氧化钾甲醇溶液

配制方法:将13.1g氢氧化钾溶于100 mL无水甲醇中,可轻微加热使其完全溶解,加入无水硫酸钠干燥,过滤,即得到澄清溶液。

5.2.2 脂肪酸甲酯标准溶液

配制方法:按试样中所要分析的脂肪酸甲酯种类配置1mg/mL标准储备液,用二氯甲烷定容,保存于-10℃以下,有效期三个月。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪:配有FID检测器,二氰丙基聚硅氧烷或性能相当的固定相弹性石英毛细管柱(100m×0.25mm×0.20μm)或性能相当的色谱柱,整机灵敏度和稳定性符合GB/T 9722中有关规定,其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

6.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站。

6.3 带控温装置的振荡器。

7 试样制备

试样应为液体且无水、澄清,按照GB/T 15687 制备试样。

8 实验步骤

8.1 试样

称取试样5g(精确至0.001g)至50mL具塞试管中。

8.2 甲酯制备

8.2.1 称取0.25 g 四氢呋喃溶解试样,必要时可以微微加热使试样溶解。

8.2.2 量取50 μL 氢氧化钾甲醇溶液。在震荡速度400rpm,55℃条件下反应40min。

8.2.3 向溶液中加入约1g 硫酸氢钠,猛烈振摇,中和氢氧化钾。

8.2.4 将含有甲酯的上层液体四氢呋喃稀释1000倍,加入内标使其终浓度为1μg/mL,进行气相色谱检测,测量内标物和各组分的色谱峰面积。

8.3 测试条件

应具备以下测试条件:

- a) 程序升温:140℃保持2min,2℃/min 升温至190℃保持1min,然后4℃/min 升温至240℃,保持10min,共54min;
- b) 进样口温度:230℃;
- c) 检测器温度:280℃;
- d) 载气流量:2.0 mL/min;
- e) 氢气流量:40 mL/min;
- f) 空气流量:50 mL/min;
- g) 辅助氮气流量:40 mL/min;

- h) 进样量: 1.0μL;
- i) 分流比: (5: 1)。

9 计算和报告

9.1 脂肪酸甲酯含量的计算

不同脂肪酸甲酯的含量 X , 按照公式(1)计算:

$$X = \frac{c \times c_i \times A \times A_{si} \times V \times 1000}{c_{si} \times A_i \times A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——样品中待测脂肪酸甲酯的含量, mg/g;
- c ——标准溶液中待测脂肪酸甲酯的浓度, mg/mL;
- c_i ——样品中内标物的浓度, mg/mL;
- A ——样品中待测脂肪酸甲酯的色谱峰面积;
- A_{si} ——标准溶液中内标物的色谱峰面积;
- V ——总脂肪酸甲酯溶液的体积, mL;
- c_{si} ——标准溶液中内标物的浓度, mg/mL;
- A_i ——样品中内标物的色谱峰面积;
- A_s ——标准溶液中待测脂肪酸甲酯的色谱峰面积;
- m ——试样质量, g。

9.2 报告

脂肪酸甲酯各组分含量, 以其质量分数(mg/g)表示, 有效数字保留至小数点后一位。

10 检出限和精密度

10.1 检出限

脂肪酸甲酯各组分含量检出限为5mg/g。

10.2 精密度

重复性条件下获得的独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附 录 A
(资料性附录)
脂肪酸甲酯标准物质基本信息

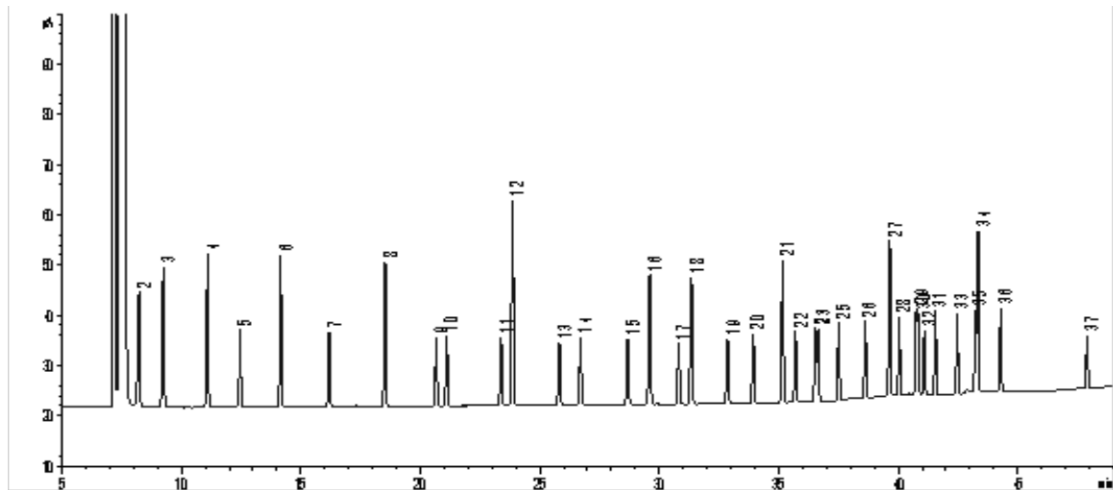
表A.1 脂肪酸甲酯标准物质基本信息表

中文名	英文名	化学式	相对分子质量	CAS 号
丁酸甲酯	Methyl butyrate	C ₅ H ₁₀ O ₂	102.13	623-42-7
己酸甲酯	Methyl caproate	C ₇ H ₁₄ O ₂	130.19	106-70-7
辛酸甲酯	Methyl octanoate	C ₉ H ₁₈ O ₂	158.24	111-11-5
癸酸甲酯	Methyl caprate	C ₁₁ H ₂₂ O ₂	186.29	110-42-9
十一烷酸甲酯	Methylundecanoate	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200.32	1731-86-8
十二烷酸甲酯(月桂酸甲酯)	Methyl laurate	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	214.35	111-82-0
十三烷酸甲酯	Methyl tridecanoate	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228.37	1731-88-0
肉豆蔻酸甲酯(十四烷酸甲酯)	Methyl myristate	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242.41	124-10-7
肉豆蔻脑酸甲酯(9-十四碳烯酸甲酯)	9-methyl myristate	C ₁₅ H ₂₈ O ₂	240.40	544-64-9
十五烷酸甲酯	Methyl pentadecanoate	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256.42	7132-64-1
顺-10-十五碳烯酸甲酯	Methyl 10c-Pentadecenoate	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254.42	91400-78-1
棕榈酸甲酯(十六烷酸甲酯)	Hexadecenoic (palmitoleic) methyl	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270.45	112-39-0
棕榈烯酸甲酯(9-十六碳烯酸甲酯)	9-hexadecenoic (palmitoleic) methyl	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	268.40	1120-25-8
十七烷酸甲酯	Methyl heptadecanoate	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284.48	1731-92-6
顺-10-十七碳烯酸甲酯	Cis-10-heptadecenoic acid methyl ester	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282.46	75190-82-8
硬脂酸甲酯(十八烷酸甲酯)	Methyl stearate	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298.51	112-61-8
反油酸甲酯(反-9-十八碳烯酸甲酯)	Elaidic acid methyl ester	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296.49	1937-62-8
油酸甲酯(顺-9-十八碳烯酸甲酯)	(Z)-9-octadecenoic acid methyl ester	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296.49	112-62-9
反亚油酸甲酯(反-9-十八碳烯酸甲酯)	Linolelaidic acid methyl ester	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294.47	2566-97-4
亚油酸甲酯(顺-9,12-十八碳二烯酸甲酯)	Methyl linoleate	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294.47	112-63-0
花生酸甲酯(二十烷酸甲酯)	Arachidic acid methyl ester	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	326.56	1120-28-1
γ-亚麻酸甲酯	Gamma-linolenic acid methyl ester	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	292.46	16326-32-2
顺-11-二十碳烯酸甲酯	Methyl cis-11-eicosenoate	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	324.54	2390-9-2
α-亚麻酸甲酯	Methyl linolenate	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	292.46	301-00-8

表 A.1 脂肪酸甲酯标准物质基本信息表 (续)

中文名	英文名	化学式	相对分子质量	CAS 号
二十一烷酸甲酯	Methyl henicosanoate	$C_{22}H_{44}O_2$	340.58	6064-90-0
顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯	Methyl cis-11,14-eicosadienoate	$C_{21}H_{38}O_2$	322.53	2463-02-7
榆树酸甲酯(二十二烷酸甲酯)	Behenic acid methyl ester	$C_{23}H_{46}O_2$	354.61	929-77-1
顺-8,11,14-二十碳三烯酸甲酯	Cis-8,11,14-eicosatrienoic acid	$C_{20}H_{34}O_2$	306.48	1783-84-2
顺芥子酸甲酯(顺-9-二十二碳烯酸甲酯)	Methyl cis-9-docosenoate	$C_{22}H_{42}O_2$	338.52	1120-34-9
顺-11,14,17-二十碳三烯酸甲酯	Methyl cis-11,14,17-eicosatrienoate	$C_{21}H_{36}O_2$	320.51	55682-88-7
花生四烯酸甲酯(顺-5,8,11,14-二十碳四烯酸甲酯)	Methyl arachidonate	$C_{21}H_{34}O_2$	318.49	2566-89-4
二十三烷酸甲酯	Methyl tricosanoate	$C_{24}H_{48}O_2$	368.64	2433-97-8
顺-13,16-二十二碳二烯酸甲酯	Cis-13,16-docosadienoic acid methyl ester	$C_{23}H_{42}O_2$	350.58	61012-47-3
木蜡酸甲酯(二十四烷酸甲酯)	Methyl tetracosanoate	$C_{25}H_{50}O_2$	382.66	2442-49-1
顺-5,8,11,14,17-二十碳五烯酸甲酯	Cis-5,8,11,14,17-eicosapent aenoic acid methyl ester	$C_{21}H_{32}O_2$	316.48	2734-47-6
神经酸甲酯(二十四碳烯酸甲酯)	Methyl nervonate	$C_{25}H_{48}O_2$	380.64	2733-88-2
顺-4,7,10,13,16,19-二十二碳六烯酸甲酯	Methyl 4,7,10,13,16,19-docosahexae noate	$C_{23}H_{34}O_2$	342.51	301-01-9

附 录 B
(资料性附录)
脂肪酸甲酯标准品典型色谱图



注：1. 丁酸甲酯；2. 己酸甲酯；3. 辛酸甲酯；4. 癸酸甲酯；5. 十一酸甲酯；6. 月桂酸甲酯；7. 十三酸甲酯（内标）；8. 肉豆蔻酸甲酯；9. 肉豆蔻烯酸甲酯；10. 十五酸甲酯；11. 十五碳一烯酸甲酯；12. 棕榈酸甲酯；13. 棕榈油酸甲酯；14. 十七烷酸甲酯；15. 顺-10-碳烯酸甲酯；16. 硬脂酸甲酯；17. 反式油酸甲酯；18. 油酸甲酯；19. 反式亚油酸甲酯；20. 亚油酸甲酯；21. 花生酸甲酯；22. r-亚麻酸甲酯；23. 二十碳一烯酸甲酯；24. α-亚麻酸甲酯；25. 二十一碳酸甲酯；26. 二十碳二烯酸甲酯；27. 二十二碳酸甲酯；28. 二十碳三烯酸甲酯；29. 芥酸甲酯；30. 二十碳三烯酸甲酯；31. 花生四烯酸甲酯；32. 二十三碳酸甲酯；33. 二十二碳二烯酸甲酯；34. 二十四碳酸甲酯；35. 二十碳五烯酸甲酯；36. 二十四碳一烯酸甲酯；37. 二十二碳六烯酸甲酯。

图B.1 脂肪酸甲酯典型色谱图