

ICS 67.200
CCS B 33

T/YNFS

团 体 标 准

T/YNFS 012—2024

核桃油氧化劣变判别技术

Determination of oxidative deterioration of walnut oil

2025 - 04 - 02 发布

2025 - 05 - 02 实施

云南省林学会 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。

本文件由云南省林学会提出并归口。

本文件起草单位：昆明理工大学。

本文件主要起草人：丁阳月、庄永亮、卢聪、樊雪静、孙丽平。



核桃油氧化劣变判别技术

1 范围

本文件规定了核桃油氧化劣变程度的判别方法。

本文件适用于核桃油氧化劣变程度的判别。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氧化劣变程度判别

基于(E)-2-戊烯醛、(E, E)-2,4-庚二烯醛和(E, E)-2,4-癸二烯醛三个特征指示物的含量，对核桃油的氧化劣变程度进行判别。

4 测定

4.1 试剂

除非另有说明，使用试剂均为色谱纯。分析实验室用水规格为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1.1 正己烷[C₆H₁₄]: CAS 号: 110-54-3, 色谱纯。

4.1.2 2-甲基-3 庚酮[C₈H₁₆O]: CAS 号: 13019-20-0, 色谱纯。

4.1.3 正烷烃[C₇-C₃₀]: CAS 号: 49451-U, 色谱纯级。

4.2 仪器和设备

4.2.1 气相色谱-质谱联用仪: 气相色谱-质谱 (GC-MS), 配有电子轰击电离源 (EI 离子源)。

4.2.2 固相微萃取设备: 固相微萃取手柄, 配有 DVB/CAR/PDMS 萃取头 (2 cm, 50/30 μm)。

4.2.3 软件: 仪器自带软件, 具有气相色谱质谱数据的预处理、划分、变量筛选和建模预测等功能。

4.3 测定

4.3.1 挥发性化合物提取

称取5 g核桃油置于20 mL顶空瓶中，加入10 μL 内标物—2-甲基-3-庚酮（0.816 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ），盖好瓶盖，用封口膜密封，在50 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中平衡10 min；采用固相微萃取探针吸附待测样品30 min；将固相微萃取探针插入GC-MS仪器中，在250 $^{\circ}\text{C}$ 下解析5 min，每个样品设置3个重复。

4.3.2 测试条件

① 色谱条件：

a) 色谱柱：HP-5ms 石英毛细管柱（30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ）；

b) 载气条件：流速 3 mL/min，分流比 10:1；

c) 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；

d) 程序升温：初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min；以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 200 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 230 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min；溶剂延迟时间：4 min；

e) 载气：氦气；

f) 进样体积：1.0 μL 。

② 质谱条件：

a) 电离方式：EI 离子源，电子能量 70 eV；

b) 离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$ ；

c) 扫描方式：全扫描模式，扫描范围为 35 m/z \sim 600 m/z。

4.3.3 挥发性化合物的定性和定量分析

采用 GC-MS 仪器自带数据分析软件对核桃油样品的测试数据进行分析，并结合相关数据库初步确定核桃油中的挥发性化合物。测定正构烷烃 C₇-C₃₀，计算保留指数对核桃油中的挥发性化合物进行定性分析。根据质谱图的相似度 $\geq 80\%$ 筛选色谱峰，按内标法计算核桃油中挥发性化合物含量，计算公式（1）如下：

$$C_x = \frac{A_x \times V \times C_1}{A_1 \times M} \quad (1)$$

式中：C₁ 表示内标物的浓度（ $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ）；C_x 表示未知化合物的浓度（mg/kg）；A₁ 和 A_x 分别为内标物和未知化合物的峰面积；V 是加入内标物的体积（ μL ）；M 表示油的质量（g）。

核桃油中的挥发性化合物信息参见附录 A。

5 氧化劣变判别

当(E)-2-戊烯醛的含量大于 0.07 mg/kg 或(E, E)-2,4-庚二烯醛大于 0.27 mg/kg 或(E, E)-2,4-癸二烯醛大于 0.05 mg/kg, 则判别核桃油氧化劣变。



附录 A

(资料性附录)

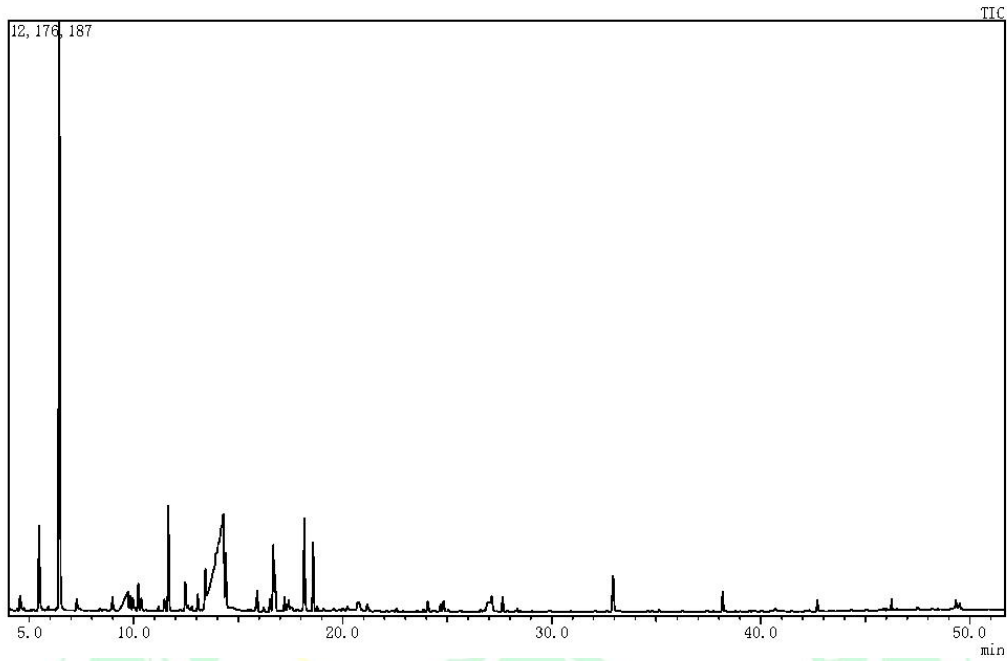


图 1. 核桃油的挥发性物质总离子流 (TIC) 质谱色谱图

