



中华人民共和国国家标准

GB/T 24892—2010/ISO 6321:2002

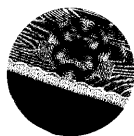
动植物油脂 在开口毛细管中熔点(滑点)的测定

Animal and vegetable fats and oils—Determination of
melting point in open capillary tubes (slip point)

(ISO 6321:2002, IDT)

2010-06-30 发布

2011-01-01 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 6321:2002《动植物油脂 在开口毛细管中熔点(滑点)的测定》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 6321:2002。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言;
- d) 用 GB/T 15687—2008《动植物油脂 试样的制备》代替 ISO 661:2003《Animal and vegetable fats and oils—Preparation of test sample》。

本标准的附录 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。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院。

本标准主要起草人:林家永,郝希成。

动植物油脂 在开口毛细管中熔点(滑点)的测定

1 范围

本标准规定了两种以开口毛细管测定动植物油脂(以下简称油脂)熔点(滑点)的方法。

——方法 A 仅适用于常温下为固态且不呈多晶态油脂熔点(滑点)的测定。

——方法 B 适用于常温下为固态的所有的动植物油脂熔点(滑点)的测定,也适用于晶态未知油脂熔点(滑点)的测定。

棕榈油样品熔点的测定方法见附录 A。

注 1: 若用方法 A 测定多晶态结构的油脂试样,所得结果与方法 B 有所差异,准确度比方法 B 差。

注 2: 呈多晶态结构的油脂一般有可可脂和含一定数量 2-不饱和 1,3-饱和的甘油三酯。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

熔点(在开口毛细管中) melting point (in open capillary tubes)

滑点 slip point

在本标准规定的条件下,在一根开口毛细管中的脂肪柱开始向上滑动时的温度。

4 原理

在规定条件下,在毛细管的一端制备一段凝固脂肪柱,将其浸入到一定深度的水中,按规定速率升温,记录毛细管中脂肪柱开始向上滑动时的温度,该温度即为熔点。

5 仪器

实验室常规仪器,尤其是下列仪器。

5.1 毛细管:管壁厚度均匀,两端开口,内径 1.0 mm~1.2 mm,外径 1.3 mm~1.6 mm,壁厚 0.15 mm~0.20 mm,长度 50 mm~60 mm。

检验毛细管内外径可用如图 1 所示的测量规。

毛细管使用之前,需依次用铬酸洗液、水以及丙酮充分洗净,然后放入烘箱中干燥。建议尽量使用新的毛细管。

5.2 温度计:分刻度值为 0.1 °C,需在测定熔点温度范围进行校正。

5.3 搅拌器:电动搅拌器。

单位为毫米

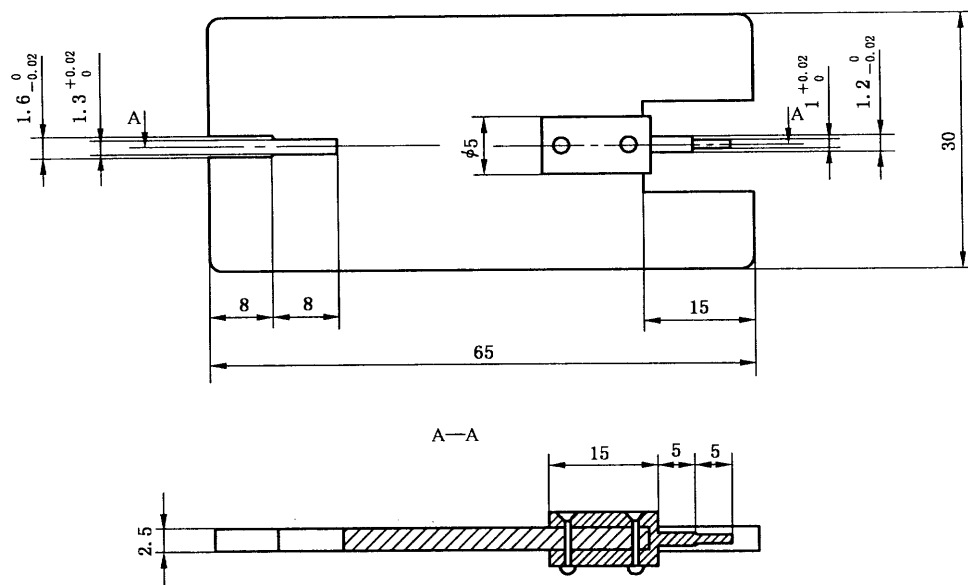


图 1 毛细管测量规

5.4 冷水浴:注入盐水或其他非凝固的液体,保温在 $-12^{\circ}\text{C} \sim -10^{\circ}\text{C}$,或倒入碎冰和盐的混合物(质量比为 2:1),使温度保持在 $-12^{\circ}\text{C} \sim -10^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 加热设备:由下列部件组成。

- 水夹套,玻璃制,有进、出水口,形状和尺寸如图 2 所示;
- 水浴加热器,能缓慢输送水流,可调控水夹套[5.5a)]的水温,控温速率 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

单位为毫米

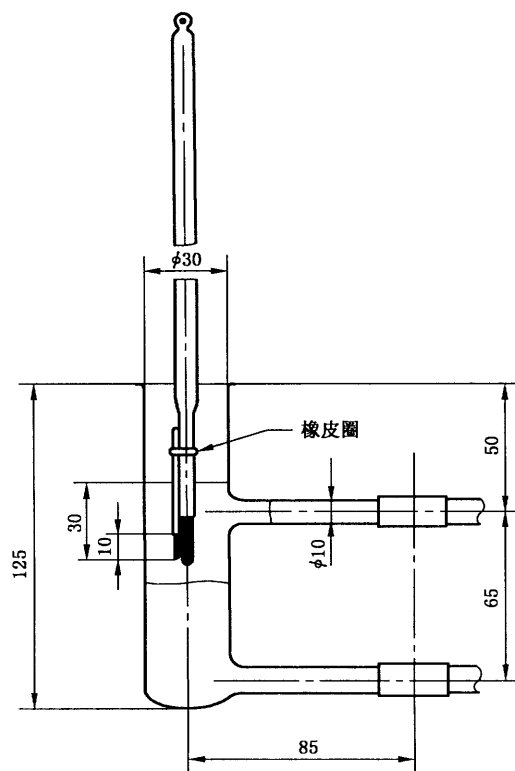


图 2 水夹套

图 3 所示为一典型的加热设备。

按规定速率升温的其他类型的加热设备,如磁搅拌水浴,也可以使用。

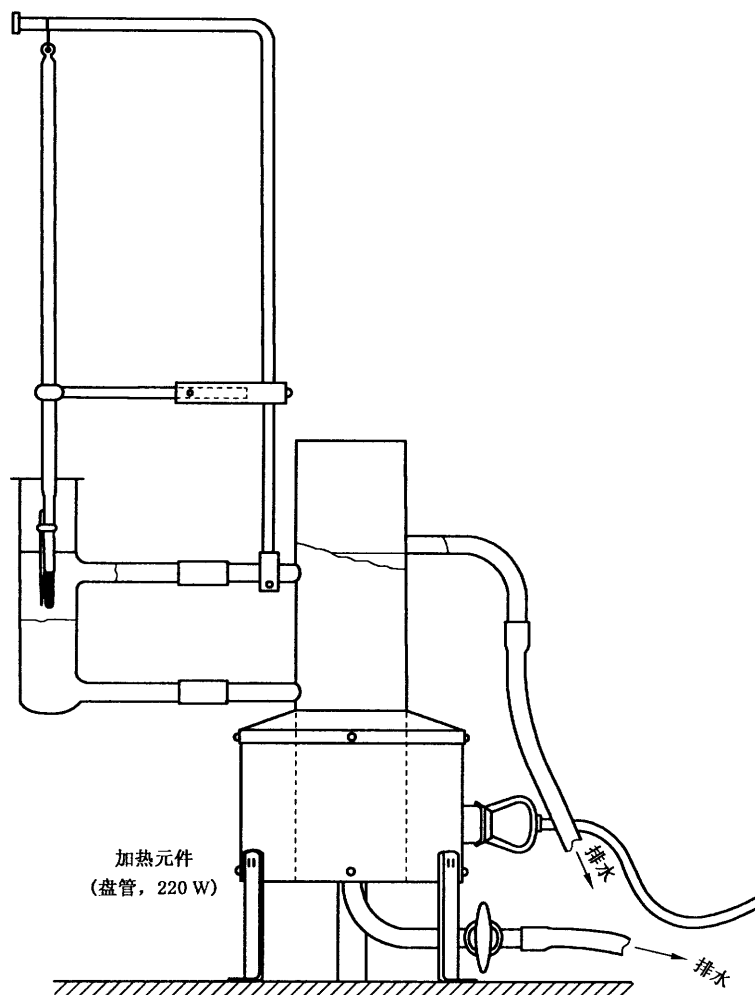


图 3 加热设备例子

6 取样

实验室接收的样品应确实具有代表性,且在运输和储存过程中无损坏或变质。

本标准不规定扦样方法,推荐采用 GB/T 5524^[1]。

7 试样制备

按照 GB/T 15687 制备试样。

8 测定步骤

8.1 毛细管试样的制备(方法 A)

在高于试样熔点 $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下,将试样尽快融化。

取两根毛细管(5.1)插入融化试样中,吸取 $10\text{ mm}\pm 2\text{ mm}$ 的脂肪柱。迅速用纸巾擦净毛细管外表面的脂肪后,立即把毛细管靠在装有冰块的烧杯外表面,冷却几秒钟,使脂肪凝固。然后把毛细管放入冷却水浴(5.4)中冷却 5 min。以下按 8.3 步骤进行测定。

8.2 毛细管试样的制备(方法 B)

在高于试样熔点 $5^{\circ}\text{C}\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的温度下,将试样尽快融化。

冷却融化试样,不时加以搅拌,让其温度降至 $32^{\circ}\text{C}\sim 34^{\circ}\text{C}$,然后用搅拌器(5.3)进行连续搅拌,使脂肪冷却,至出现雾浊。

用手工继续搅拌使脂肪成为稠糊状,然后转移至 100 mL 烧杯中,温度保持在 $17^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。在该温度下,静置脂肪试样 24 h 以上。

取 4 根毛细管(5.1)插入调好的脂肪中,分别吸取 $10\text{ mm}\pm 2\text{ mm}$ 脂肪柱。用纸巾擦净毛细管外表面的脂肪。然后贮存于 $17^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下,用于测定。

8.3 测定

8.3.1 用橡皮圈把按方法 A(8.1)或方法 B(8.2)制备好的两根毛细管固定在温度计(5.2)上,尽量避免将体温传给脂肪试样,脂肪柱一端朝下,调节其位置,使脂肪柱与温度计的水银球相平。

8.3.2 在水夹套[5.5a)]和水浴加热器[5.5b)]中注入 15°C 凉开水,将固定有试样的温度计插入水夹套的中央,毛细管底端浸入水下 30 mm 处。

8.3.3 开启加热设备(5.5),让水缓缓流过水夹套,调节加热开关,用水夹套中的温度计监测温度,让水温缓缓上升,方法 A 的升温速率为 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 4^{\circ}\text{C}/\text{min}$,方法 B 的升温速率为 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

8.3.4 分别记录每一根毛细管中的脂肪柱开始向上滑动时的温度。

8.3.5 计算两次温度的平均值。对于方法 A,取该平均值作为一次测定结果。

8.3.6 对于方法 B,用剩下的另外两根毛细管(8.2),重复 8.3.1 至 8.3.3 的操作,当温度升至 8.3.5 所测的平均温度 5°C 以内时,将升温速率降为 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。分别记录每一根毛细管中脂肪柱开始向上滑动时的温度。计算两次温度的平均值,取该平均值作为一次测定结果。

8.4 测定次数

同一试样进行两次测定,即对于方法 A,得到两个平均值(8.3.5),对于方法 B,得到两个最终平均值(8.3.6)。

9 结果表示

取二次测定的平均值作为测定结果,测定结果精确至 0.1°C 。

10 精密度

10.1 实验室间测试

附录 B 汇集了本方法精密度联合实验室试验数据。对于其他浓度范围和测试对象,这些试验数据可能不适用。

10.2 重复性

同一操作者在同一实验室,使用同一仪器和方法对同一试样进行分析,在短时间内获得两个独立的测定结果的绝对差值,对于方法 A,两次测定结果的绝对差值大于 0.5°C 的情况不应超过 5%;对于方法 B,两次测定结果的绝对差值大于 1.0°C 的情况不应超过 5%。

11 试验报告

试验报告应包括:

- 有关样品的所有信息;
- 取样的方法;
- 试验方法(即本标准,方法 A 或方法 B);
- 本标准中未规定的或任选的,以及可能影响了实验结果的操作细节;
- 测定结果如进行重现性检验,给出最终的测定结果。

附 录 A
(规范性附录)
棕榈油试样的测定方法

将试样融化,在 60 °C 烘箱中用滤纸过滤,避免样品析出结晶。滤液在烘箱中放置 10 min,排除气泡。

取三根干净毛细管插入液态试样中,吸取约 10 mm 的脂肪柱,迅速靠在冰块上冷却,并转动使脂肪凝固,不能让毛细管开口端与冰接触。用纸巾快速擦净毛细管后,放入试管中,再将试管放入已在水浴中平衡到 10 °C ± 1 °C 水的烧杯中,然后将烧杯移入 10 °C ± 1 °C 恒温水浴中,放置 16 h。

按 8.3.1 至 8.3.3 步骤进行测定,加热水夹套,升温速率 1 °C/min,接近熔点温度时,将升温速率降为 0.5 °C/min,记录每个毛细管中的脂肪柱开始向上滑动时的温度。

计算三次温度的平均值,取该平均值作为测定结果。

附 录 B
(资料性附录)
实验室间测试结果

按国际水平,ISO/TC 34/SC 11 于 1982 年和 1986 年主持进行了两次实验室间的检验,共有 35 个实验室参加,其中 20 个实验室对每个试样进行了 3 次测定(2,3 和 8 列),15 个实验室对每个试样进行了 3 次测定(4 至 7 列),统计结果[按 ISO 5725:1986¹⁾ 进行评价]见表 B.1。

棕榈油实验室间的检验结果见表 B.2 和表 B.3。

表 B.1 统计结果

1	2	3	4	5	6	7	8
项目	方法 A		方法 B				
	棕榈仁油	氢化大豆油	可可脂	棕榈油	氢化椰子油	氢化棕榈油	氢化棕榈油
剔除离群值后剩余实验室数	18	18	14	14	13	13	18
平均值/℃	27.6	35.4	31.4	36.3	37.1	45.5	47.5
重复性标准偏差(S_r)/℃	0.15	0.14	0.29	0.35	0.30	0.13	0.15
重复性变异系数/%	0.5	0.4	0.9	1.0	0.8	0.3	0.3
重复性限($r=2.8 S_r$)/℃	0.4	0.4	0.8	1.0	0.8	0.4	0.4
再现性标准偏差(S_R)/℃	0.31	0.75	2.0	2.5	0.9	0.5	0.77
再现性变异系数/%	1.1	2.1	6.4	6.9	2.5	1.1	1.7
再现性限($R=2.8 S_R$)/℃	0.9	2.1	5.7	7.1	2.6	1.4	2.2

表 B.2 棕榈油试样的方法比较实验

试 样		熔 点		
		MS 817:1989 AOCS CC 3-25 ^a	本标准	
			方法 A	方法 B
棕榈油 palm oil, RBD ^b	1	36.8	38.2	36.5
	2	35.3	37.4	35.5
	3	35.2	37.7	35.5
	4	36.6	38.0	36.5
	5	35.6	37.5	35.5
棕榈液油 palm olein, RBD	1	22.3	24.4	25.5
	2	22.2	24.4	25.5
	3	22.5	24.3	25.5
	4	22.5	24.2	24.9
	5	22.3	24.2	24.9

1) ISO 5725:1986(现已撤消)用于计算精密度数据。

表 B.2 (续)

试 样		熔 点		
		MS 817:1989 AOCS CC 3-25 ^a	本标准	
			方法 A	方法 B
棕榈硬酯 palm stearin, RBD	1	35.8	35.6	
	2	35.3	36.6	
	3	35.8	36.4	
	4	35.0	35.8	
	5	35.8	36.8	
粗棕榈油 crude palm oil	1	27.7	27.7	27.6
	2	26.6	27.8	27.6
	3	26.7	26.7	27.0
	4	26.8	26.7	27.0
	5	27.0	27.5	27.4
粗棕榈仁油 crude palm kernel oil	1	27.8	27.8	28.2
	2	27.8	27.6	27.6
	3	27.7	27.5	28.0
	4	27.8	27.2	28.0
	5	27.6	27.3	27.8
棕榈仁油 palm kernel oil, RBD	1	26.2	25.8	28.2
	2	23.4	23.3	27.6
	3	23.5	23.4	28.0
	4	23.4	23.4	28.0
	5	24.6	24.4	27.8
棕榈仁液油 palm kernel olein, RBD	1	26.2	25.8	26.0
	2	23.4	23.3	23.8
	3	23.5	23.4	23.8
	4	23.4	23.4	23.8
	5	24.6	24.4	24.5
棕榈仁硬酯 palm kernel stearin, RBD	1	32.2	32.2	33.0
	2	32.2	32.8	33.0
	3	39.3	38.5	39.4
	4	33.3	33.0	33.2
	5	32.3	33.6	33.2
^a 马来西亚标准 MS 817:1989 ^[5] 。AOCS 审订方法 CC 3-25, 熔点 AOCS 标准 开口毛细管熔点测定法(1992 最新版)。 ^b RBD: 精炼, 脱色, 脱臭。				

表 B.3 棕榈油样品的统计结果

项目	棕榈油	棕榈液油	棕榈硬脂
剔除离群值后剩余实验室数	10	11	11
平均值/℃	37.4	20.5	52.1
重复性标准偏差(S_r)/℃	0.23	0.15	0.09
重复性变异系数/%	0.6	0.7	0.2
重复性限($r=2.8 S_r$)/℃	0.64	0.42	0.25
再现性标准偏差(S_R)/℃	0.78	0.98	0.54
再现性变异系数/%	2.1	4.8	1.0
再现性限($R=2.8 S_R$)/℃	2.2	2.7	1.5

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524—2008 动植物油脂 扦样(GB/T 5524—2008,ISO 5555:2001,IDT)
 - [2] ISO 5725:1986 Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (实验方法的精密度 采用联合实验室测试确定标准方法的重复性和再现性)
 - [3] ISO 5725-1:1994 Accuracy(trueness and precision)of methods and results—Part 1:General principles and definitions (测定方法和结果的准确度 第1部分:原理和定义)
 - [4] ISO 5725-2:1994 Accuracy(trueness and precision)of methods and results—Part 2:Basic method for the determination of repeatability of reproducibility of a standard measurement method (测定方法和结果的准确度 第2部分:测试标准测定方法的重复性和再现性的基本方法)
 - [5] MS 817:Determination of melting point in open capillary tubes(slip point)for palm oil products (棕榈油产品熔点开口毛细管测定方法)
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动植物油脂
在开口毛细管中熔点(滑点)的测定
GB/T 24892—2010/ISO 6321:2002

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

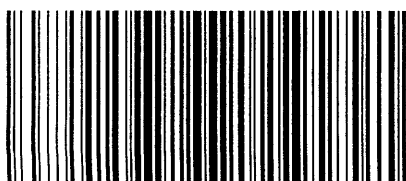
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2010年7月第一版 2010年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-40220 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 24892-2010

打印日期: 2010年8月6日 F047