

中华人民共和国国家标准

GB/T 15688—2008
代替 GB/T 15688—1995

动植物油脂 不溶性杂质 含量的测定

Animal and vegetable fats and oils—
Determination of insoluble impurities content

(ISO 663:2007, MOD)

2008-11-04 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 663:2007《动植物油脂 不溶性杂质含量的测定》(英文版)。

本标准与 ISO 663:2007 的主要差异如下:

——油脂试样制备要求按 GB/T 15687(GB/T 15687—1995,eqv ISO 661:1989)。

为了便于使用,本标准进行了下列编辑性修改:

——删除国际标准的前言;

——将“本国际标准”改为“本标准”;

——用小数点“.”代替原文中作为小数点的“,”;

——对有关公式进行了编号。

本标准代替 GB/T 15688—1995《动植物油脂中不溶性杂质含量的测定》。

本标准与 GB/T 15688—1995 相比较的主要变化为:

——增加了有关试样制备的规定;

——修改了精密度要求。

本标准的附录 A 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。

本标准负责起草单位:华中农业大学、武汉市标准化研究院。

本标准主要起草人:彭光华、黄勇、李顺泉、朱影、黄青、许倩兮。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15688—1995。

动植物油脂 不溶性杂质 含量的测定

1 范围

本标准规定了动植物油脂中不溶性杂质含量的测定方法。

本标准适用于动植物油脂。如果皂类(特别是钙皂)或氧化脂肪酸不作为不溶性杂质含量进行计算,应采用不同的溶剂和操作方法,使不溶性杂质含量的测定符合相关要求。

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 油脂试样制备(GB/T 15687—1995,eqv ISO 661:1989)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

不溶性杂质含量 insoluble impurities content

在本标准规定的条件下,不溶于正己烷或石油醚的物质及外来杂质的量。

注1:含量用质量分数表示。

注2:这些杂质包括机械杂质、矿物质、碳水化合物、含氮化合物、各种树脂、钙皂、氧化脂肪酸、脂肪酸内酯和(部分)碱皂、羟基脂肪酸及其甘油酯等。

4 原理

用过量正己烷或石油醚溶解试样,对所得试液进行过滤,再用同样的溶剂冲洗残留物和滤纸,使其在103℃下干燥至恒质计算不溶性杂质的含量。

5 试剂

警告:应采用处理危险品的操作规则,遵循各种技术、组织及个人的安全措施。

除另有说明,所用试剂均为分析纯。

5.1 正己烷或石油醚:石油醚的馏程为30℃~60℃,溴值小于1。上述任何一种溶剂,每100 mL完全蒸发后的残留物应不超过0.002 g。

5.2 硅藻土:经纯化、煅烧,其质量损失在900℃(赤热状态)下少于0.2%。

6 仪器

实验室常规设备和试验仪器及以下仪器。

6.1 分析天平:分度值0.001 g。

6.2 电烘箱:可控制在103℃±2℃。

6.3 锥形瓶:容量250 mL,带有磨口玻璃塞。

6.4 干燥器:内装有效干燥剂。

6.5 无灰滤纸:无灰滤纸在燃烧后的最大残留物质量为 0.01%,对尺寸大于 2.5 μm 的颗粒的拦截率可达到 98%。玻璃纤维过滤器为带盖直径为 120 mm 的金属(最好是铝制)或玻璃容器。

6.6 坩埚式过滤器:玻璃, P16 级, (孔径 10 μm ~16 μm), 直径 40 mm, 容积 50 mL, 带抽气瓶。可以替代(6.5)所描述的过滤器来过滤包括酸性油在内的所有产品。

7 扦样

扦样不是本标准规定的内容,推荐采用 GB/T 5524。

实验室收到的样品应具有代表性,在运输或存储过程中不得受损或改变。

8 试样制备

按 GB/T 15687 方法制备试样。

9 操作步骤

9.1 试样

在锥形瓶(6.3)中,称取约 20 g 试样(第 8 章),精确至 0.01 g。

9.2 测定

9.2.1 将滤纸及带盖过滤器(6.5)或坩埚式过滤器(6.6)置于烘箱(6.2)中,烘箱温度为 103 $^{\circ}\text{C}$,加热干燥。在干燥器(6.4)中冷却,并称量,精确至 0.001 g。对于酸性油按 9.2.7 准备坩埚,然后再按 9.2.2 操作。

9.2.2 加 200 mL 正己烷或石油醚(5.1)于装有试样(9.1)的锥形瓶中,盖上塞子并摇动。对于蓖麻油可增加溶剂量以便于操作,因此可采用较大的锥形瓶。在 20 $^{\circ}\text{C}$ 下放置 30 min。

9.2.3 在合适的漏斗中通过无灰滤纸过滤,必要时通过坩埚式过滤器抽滤。清洗锥形瓶时要确保所有的杂质都被洗入滤纸或坩埚中。

用少量的溶剂(9.2.2)清洗滤纸或坩埚过滤器,洗至溶剂不含油脂。如有必要,适当加热溶剂,但温度不能超过 60 $^{\circ}\text{C}$,用于溶解滤纸上的一些凝固的脂肪。

9.2.4 将滤纸从漏斗移到过滤器(6.5)中,静置,使滤纸上的大部分溶剂在空气中挥发,并在 103 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中使溶剂完全蒸发,然后从烘箱中取出,盖上盖子,在干燥器(6.4)中冷却并称量,精确至 0.001 g。

9.2.5 如果用坩埚式过滤器,使坩埚式过滤器上的大部分溶剂在空气中挥发,并在 103 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中使溶剂完全蒸发,然后在干燥器(6.4)中冷却并称量,精确至 0.001 g。

9.2.6 如果要测定有机杂质含量,必要时使用预先干燥并称量的无灰滤纸,灰化含有不溶性杂质的滤纸,从被测不溶性杂质的质量中减去所得滤纸灰分的质量。

有机杂质含量以质量分数表示,需在计算式中乘以 $100/m_0$, m_0 表示的是质量,单位以克(g)计。

9.2.7 如果要分析酸性油,玻璃坩埚式过滤器要按如下方法涂布硅藻土(5.2)。在 100 mL 的烧杯中用 2 g 硅藻土和 30 mL 石油醚(5.1)混合成膏状。在减压状态下将膏状混合物倒入坩埚式过滤器,使玻璃过滤器上附着一层硅藻土。

将涂有硅藻土坩埚式过滤器置于烘箱(6.2)中,在温度为 103 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱内干燥 1 h 后,移入干燥器(6.4)中冷却并称量,精确至 0.001 g。

9.2.8 按上述方法对同一试样(第 8 章)测定两次。

10 结果表示

试样中不溶性杂质含量 w (以质量分数表示)按式(1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试样(9.1)的质量,单位为克(g);

m_1 ——带盖过滤器及滤纸,或坩埚式过滤器(9.2.1)的质量,单位为克(g);

m_2 ——带盖过滤器及带有干残留物(9.2.4)的滤纸,或坩埚式过滤器及干残留物(9.2.5)的质量,单位为克(g)。

结果保留两位小数。

11 精密度

11.1 实验室间测试

附录 A 汇总了本方法精密度的实验室间测试情况。从这些测试中得到的值可能不适用于其他浓度范围和其他测试对象。

11.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 A.1 中所给的重复性限值(r)的情况不超过 5 %。

11.3 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 A.1 中所给的再现性限值(R)的情况不超过 5 %。

12 测试报告

测试报告中应详细说明:

——测试样品所需的所有有关信息;

——若已知采样方法,则注明;

——采用的检验方法及引用标准;

——使用的溶剂;

——本标准中没有具体说明的,或者被认为是可选的,以及所有可能影响结果的操作细节;

——测定结果。如果进行了重复性试验,应说明两次测定的结果和平均结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

由油类、种子、脂肪协会联盟组织(FOSFA)组织多个实验室根据 ISO 5725-2 对棕榈油、天然棕榈油及棕榈核油中不溶性杂质进行了测定。

结果见表 A.1。

表 A.1 各实验室对不同油的测试结果

样 品	RDB 棕榈甘 油脂肪	RDB 棕榈油	天然棕榈 核油	天然棕榈 甘油脂	天然鱼油	天然棕榈油
参加的实验室数目	16	35	41	27	41	12
去除异常值保留实验室数目	16	31	33	26	35	11
所有实验室每个样品的单个测试结果	16	93	66	52	70	22
平均值/%	0.004	0.008	0.012	0.016	0.021	0.025
重复性的标准偏差(S_r)	0.003	0.003	0.003	0.005	0.004	0.004
重复性的变异系数/%	57.1	41.1	22.4	30.5	20.4	14.8
重复性限值(r)($S_r \times 2.8$)	0.007	0.009	0.008	0.013	0.012	0.010
再现性标准偏差(S_R)	0.005	0.010	0.010	0.009	0.009	0.013
再现性变异系数/%	116.6	119.6	81.2	58.2	39.8	52.3
再现性限值(R)($S_R \times 2.8$)	0.014	0.027	0.028	0.026	0.024	0.037

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524—2008 动植物油脂 扦样.
 - [2] ISO 5725-1:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions.
 - [3] ISO 5725-2:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 2:Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动植物油脂 不溶性杂质
含量的测定

GB/T 15688—2008

*

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

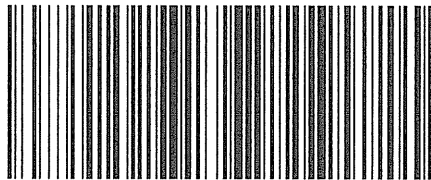
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009 年 1 月第一版 2009 年 1 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-35472 定价: 14.00 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 15688—2008