



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22328—2008/ISO 7366:1987

---

## 动植物油脂 1-单甘酯和游离甘油含量的测定

Animal and vegetable fats and oils—Determination  
of 1-monoglycerides and free glycerol contents

(ISO 7366:1987, IDT)

2008-08-22 发布

2008-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
动 植 物 油 脂  
1-单甘酯和游离甘油含量的测定  
GB/T 22328—2008/ISO 7366:1987

\*

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](http://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 0.5 字数 8 千字  
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-34513 定价 10.00 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

## 前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 7366:1987《动植物油脂 1-单甘酯和游离甘油含量的测定》(英文版)。

为了便于使用,本标准对 ISO 7366:1987 进行了下列编辑性修改:

- 删除国际标准的前言;
- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替原文中作为小数点的逗号“,”;
- 将“1 范围”和“2 应用范围”合并为“1 范围”。

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:国家粮食局科学研究院。

本标准起草人:栾霞、王瑛瑶、薛雅琳。

# 动植物油脂

## 1-单甘酯和游离甘油含量的测定

### 1 范围

本标准规定了测定 1-单甘酯和游离甘油含量的原理、试剂、仪器、扦样、操作步骤、结果计算、重复性和检验报告。

本标准适用于动植物油脂及油、脂肪、脂肪酸与甘油相互酯化的产品。

本标准不适合除单甘酯和游离甘油外,还含有两个或更多个相邻羟基的可溶于三氯甲烷的多羟基化合物,以及含有两个或更多个相邻羟基的可溶于水的多羟基化合物。

### 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。

ISO 5555 动植物油脂 扦样

### 3 原理

将样品溶于三氯甲烷中,用乙酸萃取溶液中游离甘油,用过量的高碘酸乙酸溶液氧化 1-单甘酯,然后加入碘化钾,并用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的高碘酸。

用过量的高碘酸溶液氧化游离甘油,然后加入碘化钾,并用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的高碘酸。

### 4 试剂

所有试剂均为分析纯。使用的水为蒸馏水或者至少相同纯度的水。

4.1 三氯甲烷。

4.2 乙酸:5%(体积分数)溶液。

4.3 高碘酸溶液:称 2.7 g 高碘酸( $H_5IO_6$ )置于 1 L 容量瓶中,加入 50 mL 水溶解,并用冰乙酸稀释到刻度,充分混合,避光贮存。

4.4 150 g/L 碘化钾溶液:不含碘或碘酸盐。

4.5 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液。

4.6 10 g/L 淀粉溶液:将 1 g 可溶性淀粉溶于 100 mL 水中,搅拌并加热,加入 0.1 g 水杨酸防腐剂,煮沸 3 min,冷却到室温。

### 5 仪器

实验室常用仪器,特别包括以下仪器:

5.1 锥形瓶:规格 500 mL,具磨口塞。

5.2 磁力搅拌器或振荡器。

### 6 扦样

按 ISO 5555。

## 7 操作步骤

### 7.1 样品的制备

7.1.1 片状或粉末状固体样品,在不超过熔点温度下充分混合样品。

7.1.2 其他固体或半固体样品,在不超过熔点 10 °C 的温度下进行熔化,并充分混合。

**警告:**样品不能用过高温度熔化。因为样品在 80 °C 以上时,引起酯化反应单甘酯含量可能减少。

7.1.3 液体试样,充分混合。

### 7.2 称样

按表 1 中给出的值,准确称取适当质量的样品于 50 mL 烧杯中。

表 1 称样量

1-单甘酯或甘油的估计含量/ %(质量分数)	大约称样量/ g	称量精确度/ g
100	0.3	0.000 1
75	0.4	0.000 1
50	0.6	0.000 1
40	0.7	0.000 1
30	1.0	0.001
20	1.5	0.001
15	2.5	0.001
10	3.0	0.001
5	6.0	0.001
3 或更少	10.0	0.001

注:如果 1-单甘酯含量和甘油含量差别很大,则不能用同一样品测定,必须取两份样品,分别对 1-单甘酯含量和甘油含量进行测定。

### 7.3 萃取

7.3.1 取 3 支 250 mL 分液漏斗,并分别贴上 1、2 和 3 标签。用漏斗 1 收集分离的水相,漏斗 2、3 收集洗涤溶液。操作过程需要剧烈振荡约 1 min,通过旋塞释放压力,避免乳化。

取 2 支 100 mL 容量瓶,分别贴上 A、B 标签。用容量瓶 A 盛含有 1-单甘酯的三氯甲烷溶液;容量瓶 B 盛含有甘油的水溶液。

7.3.2 用三氯甲烷(4.1)溶解试样,并将溶液倒入分液漏斗 1 中。连续用少量的三氯甲烷洗涤烧杯并转移到分液漏斗中,直到体积达到 45 mL~50 mL。

7.3.3 用 25 mL 乙酸溶液冲洗烧杯,直到溶液不含甘油,并将冲洗液转移到分液漏斗 1 中。塞紧旋塞,摇动,静置 1 h~3 h,直到分离。转移三氯甲烷层(下层)到分液漏斗 2 中。

用 25 mL 乙酸溶液(4.2)冲洗烧杯,并将冲洗液转移到分液漏斗 2 中。塞紧旋塞,摇动,静置直到分离。转移三氯甲烷层到分液漏斗 3 中,水溶液转移到分液漏斗 1 中。

7.3.4 用 25 mL 乙酸溶液进一步冲洗烧杯和分液漏斗 2,冲洗液转移到分液漏斗 3 中,塞紧旋塞,摇动,静置直到分离。三氯甲烷层转移到 100 mL 容量瓶 A 中,水相转移到分液漏斗 1 中。

连续用 20 mL 体积的三氯甲烷冲洗漏斗 2 和漏斗 3,并将三氯甲烷层溶液转移到漏斗 1 中。塞紧旋塞,摇动,静置直到分离。

7.3.5 将三氯甲烷层转移到容量瓶 A 中,并用三氯甲烷稀释到刻度,塞紧并混合。

7.3.6 将水相溶液转移到容量瓶 B 中。用乙酸溶液洗涤漏斗 1,将洗涤液转移到容量瓶 B 中,并用乙

酸稀释溶液到刻度,塞紧并混合。

#### 7.4 1-单甘酯含量的测定

用移液管将 50 mL 三氯甲烷层溶液从容量瓶 A(7.3.5)中转移到锥形瓶(5.1)中,用移液管加入 50 mL 的高碘酸溶液(4.3),混合并塞紧。在黑暗处放置 30 min。在相同条件下,用 50 mL 的三氯甲烷(4.1)和 50 mL 的高碘酸溶液(4.3)进行空白试验。30 min 后,加入 20 mL 的碘化钾溶液(4.4)于样品和空白试样中。塞紧锥形瓶,混合均匀,静置 1 min。分别加入 100 mL 的蒸馏水。用硫代硫酸钠标准溶液(4.5)进行滴定,同时用磁力搅拌器(5.2)不停地搅动,以保证充分混合。接近滴定终点时,加入 2 mL 淀粉指示剂溶液(4.6),然后一滴一滴继续滴定,并剧烈摇动,直到到达终点为止。期间需要剧烈摇动保证碘从三氯甲烷溶液中释放出来。

如果用于滴定样品的毫升数没有超过滴定空白试样所需毫升数的 80%时,则须减少样品的用量或用更少的三氯甲烷溶液重新测定(确保高碘酸适当的过量)。

#### 7.5 游离甘油含量的测定

过滤容量瓶 B(7.3.6)中的水相。用移液管将 50 mL 过滤溶液转移到锥形瓶(5.1)中,用移液管加入 50 mL 的高碘酸溶液(4.3),混匀并塞紧。在黑暗处静置 30 min。在相同条件下,用 50 mL 的乙酸溶液和 50 mL 的高碘酸溶液(4.3)进行空白试验。30 min 后,分别加入 20 mL 的碘化钾溶液(4.4)于样品和空白试样中。塞紧锥形瓶,混合均匀,静置 1 min。分别加入 100 mL 的蒸馏水。加入 2 mL 淀粉指示剂溶液(4.6)用硫代硫酸钠标准溶液(4.5)进行滴定,直到棕色刚好消失为止。

如果用于滴定样品的毫升数没有超过滴定空白试样所需的毫升数的 80%时,则须减少样品的用量或用更少的水溶液重新测定(确保高碘酸适当的过量)。

#### 7.6 测定次数

同一样品测定两次。

### 8 结果计算

#### 8.1 计算方法和保留位数

##### 8.1.1 1-单甘酯含量的计算

试样中 1-单甘酯含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times r \times M_r}{20 \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$ ——1-单甘酯的含量,%;

$V_0$ ——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定样品溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$M_r$ ——特定的 1-单甘酯相对分子质量,根据脂肪酸组成选择(一般为 358.54);

$m$ ——样品的质量,单位为克(g);

$r$ ——三氯甲烷相容积(100 mL)与用于测定的体积(50 mL 或更少)比,单位为毫升每毫升(mL/mL)。

结果保留一位小数。

##### 8.1.2 游离甘油含量的计算

游离甘油含量按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_3) \times c \times r \times M_r}{40 \times m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X_1$ ——甘油含量,%;

GB/T 22328—2008/ISO 7366:1987

$V_2$ ——滴定空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——滴定样品溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$M_r$ ——甘油的相对分子质量(为 92.1);

$m$ ——样品的质量,单位为克(g);

$r$ ——水相容积(100 mL)与用于测定的体积(50 mL 或更少)比,单位为毫升每毫升(mL/mL)。

结果保留一位小数。

## 9 重复性

相同条件下对同一样品同时或连续进行的两次测定结果不超过 9.1 和 9.2 的规定。

### 9.1 1-单甘酯

含量在 15%~25%时,不超过 0.5%(质量分数);含量在 25%~50%时,不超过 2%(质量分数);含量在 50%以上时,不超过 1%(质量分数)。

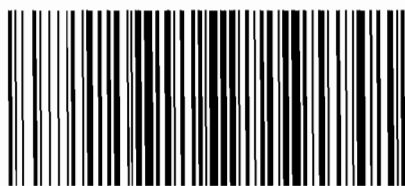
### 9.2 甘油

不超过 0.1%(质量分数)。

## 10 测试报告

测试报告应给出所用的方法、测定结果,本标准中未规定的操作细节,以及可能影响结果的任何事件的细节。

测试报告应包括测试样品所有有关的信息。



GB/T 22328-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-34513

定价: 10.00 元