



中华人民共和国国家标准

GB/T 14488.1—2008
代替 GB/T 14488.1—1993

植物油料 含油量测定

Oilseeds—Determination of oil content

(ISO 659:1998, 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
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用 ISO 659:1998《植物油料 含油量的测定(参考方法)》(英文版)。

本标准与 ISO 659:1998 的主要差异如下:

- 油料杂质含量测定方法按 GB/T 14488.2 (GB/T 14488.2—1993, neq ISO 658:1980);
- 油料水分及挥发物含量测定方法按 GB/T 14489.1 (GB/T 14489.1—1993, eqv ISO 665:1977)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的前言;
- 为计算公式增加序号。

本标准代替 GB/T 14488.1—1993《油料种籽含油量测定法》。

本标准与 GB/T 14488.1—1993 相比的主要变化如下:

- 对称样量进行了修改;
- 碾磨次数进行了修改;
- 烘干时间进行了修改;
- 抽提时间进行了修改。

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。

本标准起草单位:湖北国家粮食质量监测中心。

本标准主要起草人:刘利、刘子豪、王艳、余敦年、熊宁、王志明、闵国春。

植物油料 含油量测定

1 范围

本标准规定了测定植物油料含油量的方法及其原理。

本方法适用于测定用于工业原料的油菜籽、大豆、葵花籽的含油量。但本方法并不排除用来测定其他植物油料种子的含油量。

注：如有需要，以下项目可分别测定：

——净样的含油量和杂质的含油量（见 9.3）；

——在测定花生的含油量时，可分别测花生仁的含油量，整个花生粉碎物的含油量，非含油杂质的含油量和含油杂质的含油量。

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 14488.2 油料种籽杂质含量测定法（GB/T 14488.2—1993，neq ISO 658:1980）

GB/T 14489.1 油料水分及挥发物含量测定法（GB/T 14489.1—1993，eqv ISO 665:1977）

ISO 664 油料 实验室试验样品分取法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

含油量（正己烷提取物） oil content（hexane extract）

在本标准规定条件下，用正己烷或石油醚作溶剂对油料进行抽提，所得提取物占原始样品或者净样品的质量分数。

注：如有需要可用于物质含油量表示。

4 原理

用正己烷或石油醚作溶剂，使用适当的抽提装置，将植物油料中的正己烷或石油醚可溶物提取出来，除去溶剂，称量提取物的质量。

5 试剂

正己烷或石油醚：由 6 个碳原子组成的碳氢化合物，其沸程为 40℃～60℃或 50℃～70℃，沸程低于 40℃的物质少于 5%。每 100 mL 溶剂的蒸馏残留物不得超过 2 mg。

6 仪器设备

一般实验室仪器设备及以下仪器设备。

6.1 分析天平：感量 0.001 g。

6.2 碾磨机：易于清理，适合碾磨油料，能将油料碾磨成均匀的颗粒。碾磨过程中不发热，碾磨后水分、

挥发物或含油量不发生明显变化。

注: The Christy Norris 8 Laboratory Mill¹⁾, the Ultra Centrifugal Mill(UCM)型实验磨适用。

Christy Norris 8 Laboratory Mill 的条形筛的规格,可根据样品的品种来选用(如 0.8 mm 筛孔板,3 mm,6 mm 长的条形筛,见 8.3.2,8.3.3 和 8.3.4)。

Ultra Centrifugal Mill(UCM)在粉碎葵花籽时用 1 mm 的筛孔,可根据样品的品种来选用不同的筛子。

6.3 粉碎机:能将油料粉碎成为粒度小于 160 μm 的细粉,但不包括壳。粉碎后壳部分的粒度能达到 400 μm 。

注: Dangoumau 型实验磨具有 150 mL 的容量,内有直径为 1 cm,2 cm,3 cm 的钢珠(重约 7 g,30 g,130 g)。适用于粉碎试样。

以下实验磨也适用:Retsch,²⁾ IE Retsch,Planetary Ball Mill,S1 和 S2 离心球型磨,Batam Mikro 型锤式粉碎机,IKA Mill,Fritch Pulverisette 5 Planetary 球型磨和蒸汽磨。

6.4 滤纸筒和脱脂棉:无正己烷或石油醚可溶物。

6.5 抽提器:回流式抽提器、直滴式抽提器及其他抽提器。其中回流式抽提器和直滴式抽提器的抽提瓶容量为 200 mL~250 mL。为保证不同抽提器所测含油量的一致性,需通过测定已知含油量的样品来确定所选的抽提设备是否满足要求。

注: The Butt,Smalley 或 Bolton-Williams³⁾ 直滴式抽提器适用。

6.6 沸石:轻质小石粒或其他沸石:用前先在(130 $\pm$ 2) $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干,置干燥器中备用。

6.7 挥发滤纸筒中的有机溶剂的装置(如可产生热风的电吹风机)。

6.8 电加热装置:砂浴锅、水浴锅、加热套和电热板等。

6.9 电烘箱:控温要求(103 $\pm$ 2) $^{\circ}\text{C}$,具有常压干燥和真空干燥功能。

6.10 干燥器(装有有效干燥剂,如变色硅胶或五氧化二磷)。

6.11 电烘箱:控温要求(130 $\pm$ 2) $^{\circ}\text{C}$,用于烘干棉籽,见 8.3.5。

6.12 平底金属盘:直径 100 mm,高约 40 mm。

7 扦样

所取样品应具有代表性,且在运输和储存的过程中无损坏或变质。

本标准不规定扦样方法,推荐采用 ISO 542。

8 试样制备

8.1 分样

按 ISO 664 制备试样。如在分样前已将大的不含油杂质去除,按式(3)计算含油量。根据检验要求来决定是否除去杂质。

8.2 预干燥

在对样品进行油脂的抽提之前,应使样品的水分低于 10%。

注:如果没有注意这一点,可能会导致测定结果不准确。

用快速筛选法来估测试样(8.1)的水分含量,如果试样水分大于 10%,需将试样(8.1)装入铝盒,在不高 80 $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干试样,使其水分达到 10% 以下。烘干后的样品置于广口瓶中密闭备用。在测试样品含油量时,需按 GB/T 14489.1 分别测定原始试样和烘后试样的水分含量。其含油量按式(6)

- 1) Christy Norris 8 型实验磨和 Ultra 离心磨(UCM)是适用的,但国际标准化组织(ISO)并没指定这些实验磨为专用设备。
- 2) 以上所列只是适用的实验磨,但国际标准化组织(ISO)并没指定这些实验磨为专用设备。
- 3) The Butt,Smalley 或 Bolton-Williams 直滴式抽提器适用。但国际标准化组织(ISO)并没指定这些直滴式抽提器为专用设备。

进行计算。

8.3 试样

8.3.1 总则

样品磨碎后要在 30 min 内进行抽提,尤其是游离脂肪酸较高的样品。

在磨碎样品前后都应仔细清理实验磨,残留在磨子上的样品应与粉碎后的样品混合均匀。

注:以下提及的种子或仁,指的是完整的种子或仁和它们的破碎粒。

8.3.2 棕榈仁

在测定含油量时,需准备 600 g 样品,将外壳作为杂质和其他杂质一并去掉后,将棕榈仁粉碎至细度不超过 6 mm 后进行测试。如果需测毛样的含油量,因外壳难于碾磨,需分开碾磨棕榈仁和杂质,以免样品粉碎不均匀。然后分别测定棕榈仁和杂质的含油量。按式(2)计算含油量。杂质的测定按 GB/T 14488.2 进行。

注:可用配有 6 mm 条形筛的 Christy Norris 8 Laboratory Mill⁴⁾ (6.2) 来粉碎棕榈仁。

对壳和泥土杂质可用 6.3 中所列的配有 3 cm 直径钢珠的粉碎机粉碎 10 min。

8.3.3 椰干(椰子)

整个样品可用备有 6 mm 条状筛的 Christy Norris 8 Laboratory Mill(6.2)粉碎,在磨碎前样品要先冷冻。试样在粉碎过程中及粉碎后应避免吸收水分。粉碎细度约为 2 mm,不要超过 5 mm。试样混匀后要迅速测定。

8.3.4 大中粒油料(雾冰草籽、酪脂果、葵花籽、花生果、大豆等)

用碾磨机(6.2)快速地磨碎成均匀的细颗粒状。大豆、葵花籽粒度小于 1 mm,花生果粒度小于 3 mm,其他大中粒的油料种子的粒度小于 6 mm。弃去最先粉碎的约二十分之一的样品,收集余下部分迅速混匀进行测定。

大豆可用装有 0.8 mm 筛孔板的 Christy Norris 8 Laboratory Mill 或备有 1 mm 筛孔的 Ultra Centrifugal Mill 来粉碎。

葵花籽可用装有 1 mm 筛孔的 Ultra Centrifugal Mill(UCM)粉碎。

花生可用装有 3 mm 条形筛孔的 Christy Norris 8 Laboratory Mill 粉碎,当样品的含油量超过 45% 时,应尽可能避免样品结成糊状。

其他油料粉碎时可用 6 mm 的条形筛。

注:为便于粉碎含油量高的样品,在粉碎前可将其先放到 -10℃ ~ -20℃ 条件下进行冷冻。冷冻后的试样在粉碎过程中及粉碎后应避免吸收水分。

8.3.5 棉籽

称取 15 g 样品于金属盘(6.12)中,精确至 0.001 g。放入已升温至 130℃ 的烘箱(6.11)中烘 2 h,置空气中冷却 30 min。然后用碾磨机(6.2)将其全部粉碎,并移入已垫好脱脂棉的滤纸筒(6.4)中进行测试。

8.3.6 小粒油料(亚麻籽、油菜籽等)

选取有代表性的样品大约 100 g 进行粉碎,要确保每粒都被粉碎。收集磨子上残留的样品与其他粉碎样品混合,粉碎后的样品整体上应混合均匀,整个过程应防止样品水分挥发散失。

如果粉碎机粉碎样品的时间和速度是可调的,应在测定前根据粉碎机和样品的特性设定粉碎时间和速度。粉碎不应引起仁壳分离,样品不应出油并应有至少 95%(质量分数)能通过 1 mm 的筛孔。

如需测定净样品的含油量,按 GB/T 14488.2 除去杂质,制备至少 30 g 净样品(含破碎籽粒)。因为对于芝麻等特别小粒的样品,制备 100 g 净样品可操作性差。

9 操作步骤

注:如果需要验证重复性(11.2)试验,按 9.1 和 9.2 进行平行测定。

4) 见脚注 1)。

9.1 测定

9.1.1 称取粉碎后的试样(8.3) $10\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$, 精确至 0.001 g 。杂质中含油量的测定见 9.3。

9.1.2 将试样小心转移至一滤纸筒(6.4)中,并用蘸有少量溶剂(第5章)的脱脂棉(6.4)擦拭称量所用的托盘及转移试样所用的器具,直到无试样和油迹为止。最后将脱脂棉一并移入滤纸筒内,用脱脂棉封顶,压住试样。

9.2 抽提

9.2.1 准备抽提瓶

将装有沸石(6.6)的抽提瓶(6.5)置于烘箱中烘至恒质,放入干燥器中冷却后称取质量。精确至 0.001 g 。

9.2.2 抽提

三个抽提步骤(见 9.2.2.1, 9.2.2.2 和 9.2.2.3)中所规定的时间允许有 $\pm 10\text{ min}$ 的差别,如无特殊说明不需延长抽提时间。

9.2.2.1 第一步

在抽提瓶(6.5)中加入适量的溶剂(5.1)。将装有滤纸筒(6.4)的抽提管与抽提瓶连接好。装上冷凝管,打开冷却水,将抽提烧瓶放置在电热器(6.8)上加热。控制温度使溶剂回流速度至少每秒 3 滴。沸腾适度,无爆沸现象。

抽提 4 h 后,将滤纸筒从冷却后的抽提管中取出。用溶剂挥发装置(6.7)将大部分的溶剂挥发掉。

9.2.2.2 第二步

将滤纸筒中的样品倒出来,进行第二次粉碎(6.3),粉碎 7 min 后将样品转入滤纸筒中,用蘸有少量溶剂的脱脂棉擦洗磨碎机,直到无试样和油迹为止。最后将脱脂棉一并移入滤纸筒内,用脱脂棉封顶,压住试样。将滤纸筒放回抽提装置中,继续使用第一步中所用的抽提烧瓶,再抽提 2 h。抽提完后取出滤纸筒,排净大部分的残留溶剂并冷却,然后对样品进行第三次粉碎。

9.2.2.3 第三步

将粉碎后的样品转入滤纸筒中,同 9.2.2.2 中的操作并清理粉碎机。使用同一抽提瓶,同 9.2.2.1 中的操作再抽提 2 h。

9.2.3 蒸发溶剂、称量

取出滤纸筒,将抽提瓶放在电加热器上蒸发并回收大部分溶剂,可往抽提瓶中通入空气或惰性气体(如氮气、二氧化碳)以辅助溶剂挥发。然后将其放入 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱(6.9)中,常压条件下烘干 $30\text{ min} \sim 60\text{ min}$,或放入 80°C 的烘箱中真空条件下烘干 $30\text{ min} \sim 60\text{ min}$ 。取出后置于干燥器(6.10)内冷却 1 h,称量,精确至 0.001 g 。同等条件下再烘干 $20\text{ min} \sim 30\text{ min}$,冷却后称量,两次的称量结果之差不应超过 5 mg 。如超过,需重新烘干、冷却后称量,直到两次的称量结果之差在 5 mg 之内。记录抽提瓶的最终质量。抽提瓶增加的质量即为所测试样的含油量。

如果烘干后抽提瓶质量增加超过 5 mg ,则说明在干燥过程中油被氧化,应在分析过程中采取措施防止油被氧化:

- 含较多挥发性酸的油料(如椰干、棕榈仁等),其提取物必须在常压 80°C 以下烘干;
- 干性油或半干性油必须用减压烘干法烘干;
- 不含月桂酸的油,应在 80°C 的烘箱中真空条件下烘干。

9.2.4 抽提油中杂质的测定

如果抽提得到的油中含有杂质,则将适量的溶剂加至抽提瓶中使油溶解,再用一张预先已在 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒质,且冷却称量的滤纸过滤,然后用石油醚反复洗涤滤纸,以完全除去滤纸上残留的油。将滤纸放在 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒质,取出置于干燥器中冷却称量。滤纸增加的质量即为杂质的质量。全部抽提物的质量减去杂质的质量即为油的质量。

9.3 杂质中含油量的测定

杂质中含油量的测定方法与样品一致。将称取得到的 5 g~10 g 杂质进行 4 h 的抽提即可。

10 结果计算

10.1 计算方法

如果测定结果满足重复性(11.2)中的允许差要求,取两次测定的算术平均值为测定结果,结果保留一位小数。否则另取二份试样再进行测定。如果测定结果之差仍超过允许差范围,而四次结果的极差不超过 1.5%,则取四次测定结果的平均值为测定结果。

10.1.1 含油量(w_0)以测试样的质量分数表示。按式(1)计算:

$$w_0 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_0 ——含油量(以质量分数计),%;
 m_0 ——测试样质量,单位为克(g);
 m_1 ——干燥后提取物质量,单位为克(g)(9.2.3)。

10.1.2 棕榈仁含油量(w_0),按式(2)计算:

分别测定子粒和杂质的含油量,按式(1)计算。

$$w_0 = w_1 - \left[\frac{p}{100} (w_1 - w_2) \right] \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_0 ——棕榈仁含油量(以质量分数计),%;
 w_1 ——纯子仁含油量(以质量分数计),%;
 w_2 ——杂质中含油量(以质量分数计),%;
 p ——杂质占总样品的质量分数,%。

10.1.3 如在测试前已除去大的非含油杂质(见 8.1),则根据式(2)计算所得的结果,应按式(3)计算原始样品的含油量:

$$w_0 \times \left(\frac{100 - x}{100} \right) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_0 ——除去大的非含油杂质后样品的含油量(以质量分数计),%(根据不同的油料来确定 w_0 的计算公式);
 x ——大的非含油杂质的质量分数,%。

10.1.4 花生含油量(w_0)按式(4)计算:

$$w_0 = w_1 - \left[\frac{P + I_0 + I_n}{100} \right] \times (w_1 - w_2) \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_0 ——花生油含油量(以质量分数计),%;
 P ——细杂的质量分数,%;
 I_0 ——含油杂质的质量分数,%;
 I_n ——非含油杂质质量分数,%;
 w_1 ——纯子仁含油量(以质量分数计),%;
 w_2 ——杂质中含油量(以质量分数计),%。

如果测试的是原始样品的含油量,则按式(1)进行计算。

10.1.5 含油量以试样干物质的质量分数表示,按式(5)计算:

$$w_0 \times \left(\frac{100}{100 - U} \right) \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_0 ——样品的含油量, %;

U ——按照 GB/T 14489.1 测定的样品水分及挥发物含量, %。

10.1.6 特定水分下含油量(w')按式(6)计算:

$$w' = w \times \left(\frac{100 - U'}{100 - U} \right) \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w ——水分为 U 时样品的含油量, %;

w' ——水分为 U' 时样品的含油量, %。

有时需要将一种水分含量下的含油量,换算成另外一种水分含量下的含油量。例如经过预干燥的样品其含油量按式(6)进行计算。

11 精密度

11.1 联合实验室测试

附录 A 汇集了关于本方法精密度的联合实验室试验数据。对于其他的浓度范围和测试对象来说,这些试验数据可能是不适用的。

11.2 重复性

在短时间内,在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器,采用相同的方法,检测同一份样品,两次测定结果的绝对差值不应大于:油菜籽 0.4%,大豆 0.4%,葵花籽 0.5%。以大于这种情况不超过 5%为前提。

11.3 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者,使用不同的仪器,采用相同的测试方法,检测同一份被测样品,测出两个独立的结果。两次测定结果的绝对差值不应大于其平均值:油菜籽 1.6%,大豆 1.1%,葵花籽 1.6%。以大于这种情况不超过 5%为前提。

12 实验报告

实验报告需说明:

- 完整识别样品所需的所有信息;
- 试样的扦样方法;
- 采用的检验方法;
- 所使用的溶剂;
- 所有在本标准中未规定或视为任选的操作细节,以及其他可能已经影响了试验结果的事件;
- 测试所得结果,应明确表明是否以干基计,或在特定水分下计算所得。样品在测试前是否除去杂质或除去外壳;
- 如果检验了重复性,列出结果。

附 录 A
(资料性附录)
联合实验室测试结果

采用直滴式抽提的方法,在具有国际水平的一系列联合实验室进行了测试。统计结果(按照 ISO 5725 计算)如表 A.1 至表 A.3。

A.1 油菜籽

测试时间:1992 年。

参加的实验室数量:42。

重复次数:2 次。

参与国家:13 个。

表 A.1 油菜籽联合实验室测试结果

项 目	测试 1	测试 2
实验结果剔除异常后的实验室数量	40	40
平均值/%	42.1	42.0
重复性标准偏差 S_r /%	0.14	0.15
重复性变异系数/%	0.34	0.35
重复性限 $r, 2.83 \times S_r$ /%	0.41	0.42
再现性标准偏差 S_R /%	0.55	0.56
再现性变异系数/%	1.31	1.32
再现性限 $R, 2.83 \times S_R$ /%	1.57	1.57

A.2 大豆

测试时间:1990。

参加测试实验室:33。

重复次数:2 次。

参与国家:12 个。

表 A.2 大豆联合实验室测试结果

项 目	测试 1	测试 2
实验结果剔除异常后的实验室数量	30	30
平均值/%	20	20.7
重复性标准偏差 S_r /%	0.13	0.14
重复性变异系数/%	0.64	0.67
重复性限 $r, 2.83 \times S_r$ /%	0.37	0.40
再现性标准偏差 S_R /%	0.36	0.39
再现性变异系数/%	1.74	1.87
再现性限 $R, 2.83 \times S_R$ /%	1.01	1.09

A.3 葵花籽

测试时间:1994。

参加测试实验室:22。

重复次数:2次。

参与国家:9个。

表 A.3 葵花籽联合实验室测试结果

项 目	测试 1	测试 2
实验结果剔除异常后实验室数量	22	22
平均值/%	45.9	45.9
重复性标准偏差 S_r /%	0.18	0.16
重复性变异系数/%	0.39	0.35
重复性限 $r, 2.83 \times S_r$ /%	0.50	0.44
再现性标准偏差 S_R /%	0.53	0.54
再现性变异系数/%	1.15	1.18
再现性限 $R, 2.83 \times S_R$ /%	1.47	1.51

参 考 文 献

- [1] ISO 542:1990 Oilseeds—Sampling.
 - [2] ISO 5725:1986 Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
植物油料 含油量测定
GB/T 14488.1—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 1 字数 18 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35471 定价 16.00 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 14488.1—2008