

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5532—2008  
代替 GB/T 5532—1995

---

## 动植物油脂 碘值的测定

Animal and vegetable fats and oils—  
Determination of iodine value

(ISO 3961:1996, 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

本标准修改采用国际标准 ISO 3961:1996《动植物油脂 碘值的测定》(英文版)。

本标准与 ISO 3961:1996 相比主要差异如下:

- 分析实验室用水要求按 GB/T 6682(GB/T 6682—2008,ISO 3698:1987,MOD);
- 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 5532—1995《植物油碘价测定》。

本标准与 GB/T 5532—1995 相比主要变化如下:

- 修改了韦氏(Wijs)试剂的配制方法;
- 增加了扦样的要求;
- 修改了称样量的要求;
- 修改了测定结果的取值要求;
- 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:武汉工业学院。

本标准起草人:刘良忠、何东平、张世宏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5532—1995。

## 动植物油脂 碘值的测定

### 1 范围

本标准规定了动物脂肪和植物油(以下简称“动植物油脂”)中碘值的测定方法。

### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

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

**碘值 iodine value**

一定质量的样品在本标准规定的操作条件下吸收卤素的质量。用每 100 g 油脂吸收碘的克数表示。

### 4 原理

在溶剂中溶解试样,加入韦氏(Wijs)试剂反应一定时间后,加入碘化钾和水,用硫代硫酸钠溶液滴定析出的碘。

### 5 试剂

除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

5.1 碘化钾溶液(KI):100 g/L,不含碘酸盐或游离碘。

5.2 淀粉溶液:将 5 g 可溶性淀粉在 30 mL 水中混合,加入 1 000 mL 沸水,并煮沸 3 min,然后冷却。

5.3 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.1 \text{ mol/L}$ ,标定后 7 d 内使用。

5.4 溶剂:将环己烷和冰乙酸等体积混合。

5.5 韦氏(Wijs)试剂:含一氯化碘的乙酸溶液。韦氏(Wijs)试剂中 I/Cl 之比应控制在  $1.10 \pm 0.1$  的范围内。

含一氯化碘的乙酸溶液配制方法可按一氯化碘 25 g 溶于 1 500 mL 冰乙酸中。韦氏(Wijs)试剂稳定性较差,为使测定结果准确,应做空白样的对照测定。

配制韦氏(Wijs)试剂的冰乙酸应符合质量要求,且不得含有还原物质。

鉴定是否含有还原物质的方法:

取冰乙酸 2 mL,加 10 mL 蒸馏水稀释,加入 1 mol/L 高锰酸钾 0.1 mL,所呈现的颜色应在 2 h 内保持不变。如果红色褪去,说明有还原物质存在。

可用如下方法精制:

取冰乙酸 800 mL 放入圆底烧瓶内,加入 8 g~10 g 高锰酸钾,接上回流冷凝器,加热回流约 1 h,移

入蒸馏瓶中进行蒸馏,收集 118 °C~119 °C 间的馏出物。

注:可以采用市售韦氏(Wijs)试剂。

## 6 仪器

除实验室常规仪器外,还包括下列仪器设备:

6.1 玻璃称量皿:与试样量配套并可置入锥形瓶(6.2)中。

6.2 容量为 500 mL 的具塞锥形瓶:完全干燥。

6.3 分析天平:分度值 0.001 g。

## 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

注:如需证明实验条件的重复性(见 11.1),可在相同条件下进行两次相互独立的测定。

### 9.1 称样及空白样品的制备

根据样品预估的碘值,称取适量的样品于玻璃称量皿(6.1)中,精确到 0.001 g。推荐的称样量见表 1。

表 1 试样称取质量

预估碘值/(g/100 g)	试样质量/g	溶剂体积/mL
<1.5	15.00	25
1.5~2.5	10.00	25
2.5~5	3.00	20
5~20	1.00	20
20~50	0.40	20
50~100	0.20	20
100~150	0.13	20
150~200	0.10	20

注:试样的质量必须能保证所加入的韦氏(Wijs)试剂过量 50%~60%,即吸收量的 100%~150%。

### 9.2 测定

9.2.1 将盛有试样的称量皿放入 500 mL 锥形瓶(6.2)中,根据称样量加入表 1 所示与之相对应的溶剂体积(5.4)溶解试样,用移液管准确加入 25 mL 韦氏(Wijs)试剂(5.5),盖好塞子,摇匀后将锥形瓶置于暗处。

**警告:**不可用嘴吸取韦氏(Wijs)试剂。

9.2.2 除不加试样外,其余按 9.2.1 的规定,作空白溶液。

9.2.3 对碘值低于 150 的样品,锥形瓶应在暗处放置 1 h;碘值高于 150 的、已聚合的、含有共轭脂肪酸的(如桐油、脱水蓖麻油)、含有任何一种酮类脂肪酸(如不同程度的氢化蓖麻油)的,以及氧化到相当程度的样品,应置于暗处 2 h。

9.2.4 到达规定的反应时间(9.2.3)后,加 20 mL 碘化钾溶液(5.1)和 150 mL 水。用标定过的硫代硫酸钠标准溶液(5.3)滴定至碘的黄色接近消失。加几滴淀粉溶液(5.2)继续滴定,一边滴定一边用力摇动锥形瓶,直到蓝色刚好消失。也可以采用电位滴定法确定终点。

9.2.5 同时做空白溶液(9.2.2)的测定。

## 10 结果计算

试样的碘值按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{12.69 \times c \times (V_1 - V_2)}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$W_1$ ——试样的碘值,用每 100 g 样品吸取碘的克数表示(g/100 g);

$c$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——空白溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——样品溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果的取值要求方法见表 2。

表 2 测定结果的取值要求

$W_1/(g/100 g)$	结果取值到
<20	0.1
20~60	0.5
>60	1

## 11 精密度

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。

### 11.1 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不超过表 3 中的规定重复性限值( $r$ )。

### 11.2 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不超过表 3 中规定的再现性限值( $R$ )。

表 3 重复性和再现性限度

$W_1/(g/100 g)$	$r$	$R$
<20	0.2	0.7
20~50	1.3	3.0
50~100	2.0	3.0
100~135	3.5	5.0

## 12 测试报告

测试报告应详细说明以下内容:

——若已知采样方法,则注明;

- 采用的检验方法；
- 测定结果；
- 如验证了结果的重复性,提出最终测定结果。

在此需要说明,所有的操作细节并没有详细列入到本标准中,或者有选择的列入到本标准中(例如:反应时间,见 9.2.3),同时,操作中的任何细节都可能对实验结果产生影响。

实验报告应包括测试样品所需的所有相关信息。

附 录 A  
(资料性附录)  
实验室间的测试结果

在 IUPAC 协会的主持下,从 1988 年到 1990 年,国际合作研究项目对油脂、脂肪和蜡进行了研究,研究结果采用 ISO 5725 进行评价,结果见表 A.1。

表 A.1 多个实验室进行的结果

样 品	实 验 室 编 号	平均碘值/(g/100 g)	<i>r</i>	<i>R</i>
棕榈仁油	8	18.3	0.14	0.64
牛油	10	46.9	1.33	3.1
粗制棕榈油	9	52.6	1.6	2.3
精制棕榈油	10	53.2	0.82	1.9
硬化鱼油	17	72.8	1.6	2.3
硬化大豆油	17	74.8	1.5	2.1
硬化大豆油	17	102.3	2.2	5.1
葵花籽油	10	132.9	3.6	4.8

表 A.2 表示的是每个实验室、两种分析方法的测定的平均值(给出对应国际标准两个不同年代的版本),且修正了样品分析不均匀的设计。分析所采用的方法来源于完整的资料库,用来分析 A 和 B 的平均值(见表 A.3)。表 A.2 也显示来自两种实验方法所得结果的导出平均误差,以及合并总体误差和标准误差。实验室测定所得到的平均值十分接近并具有良好的 consistency,这种 consistency 可由表 3 中的实验室间采用这两种方法测定所得到的标准差得到进一步的证明。各实验室间得到的变异系数比实验室内测定仅仅高一点点,其中,旧的方法的变化系数高 1.2%,新的环己烷/冰乙酸方法高 1.3%。两种方法所测定得到的值的平均差很小(表 A.2)。

表 A.2 碘值平均值

实 验 室	方 法		平 均 值 差
	ISO 3961:1989 采用四氯化碳	ISO 3961:1996 采用环己烷/冰乙酸(1:1)	
1	155.43	154.22	1.21
3	156.02	155.74	0.28
5	154.59	154.87	-0.28
6	154.64	155.61	-0.97
7	154.00	154.29	-0.29
8	154.70	153.56	1.15
10	154.88	158.86	-1.98
总体差异(overall)			-0.13~+0.16

通过鱼油协作实验结果证实协作研究将这两种方法应用于植物油和动物油脂,包括一个低碘值的鱼油样品(表 A.1),结果显示,环己烷/冰乙酸法可以取代四氯化碳而不影响测定精确度。

表 A.3 三种“误差”评价概要

单位为克每 100 克

项 目	测 定 方 法	
	ISO 3961:1989 采用四氯化碳	ISO 3961:1996 采用环己烷/冰乙酸(1:1)
平均碘值	154.9	155.0
标准差(平均值的百分率)评价:		
已知重复样	1.08(0.70)	0.66(0.43)
未知重复样 A <sup>a</sup>	1.71(1.10)	1.55(1.00)
B <sup>a</sup>	1.01(0.65)	1.29(0.83)
实验室之间 A	1.81(1.17)	1.98(1.28)
B	1.43(0.92)	1.79(1.15)
<sup>a</sup> 比较样本未知样的初次分析结果(A)和未知样的第二次分析结果(B)。		

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524—2008 动植物油脂 扦样.
- [2] ISO 5725:1986 Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility by interlaboratory tests(now withdrawn), was used to obtain the precision data.
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
动 植 物 油 脂 碘 值 的 测 定  
GB/T 5532—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](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

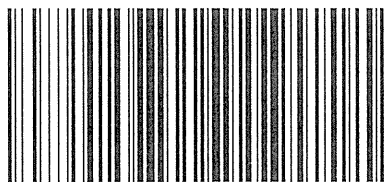
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-35305

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 5532-2008