



中华人民共和国国家标准

GB/T 9696—2008/ISO 662:1998
代替 GB/T 9696—1988

动植物油脂 水分和挥发物含量测定

Animal and vegetable fats and oils—
Determination of moisture and volatile matter content

(ISO 662:1998, IDT)

2008-06-25 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

本标准等同采用 ISO 662:1998《动植物油脂 水分和挥发物含量测定》(英文版)。

为便于使用,本标准作了下列编辑性修改:

- 删除 ISO 662 的前言;
- 用“本标准”代替“本国际标准”;
- 用小数点“.”代替 ISO 662 中作为小数点的“,”;
- 用“GB/T 15687 油脂试样制备”代替“ISO 661:1998, Animal and vegetable fats and oils—Preparation of test sample”;
- 增加了第 6 章的注;
- 为计算公式增加了编号;
- 删除 ISO 662 公式中的“%”,修订其错误。

本标准代替 GB/T 9696—1988《动物油脂 水分和挥发物含量测定》。

本标准与 GB/T 9696—1988 相比主要变化如下:

- 按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》进行了结构调整和文字修改;
- 增加了“术语和定义”和“试验报告”两章;
- 用第 10 章“精密度”及其内容代替 GB/T 9696—1988 的第 9 章“允许差”及其内容。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会肉禽蛋制品分技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国商业联合会商业标准中心、国家加工食品质量监督检验中心(广州)、广州市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人:郭新东、罗海英、李洪燕、杜志峰、吴玉銮。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 9696—1988。

动植物油脂 水分和挥发物含量测定

1 范围

本标准规定了动植物油脂中水分和挥发物含量的两种测定方法：

——方法 A,使用砂浴或电热板。

——方法 B,使用干燥箱。

本标准的方法 A 适用于所有动植物油脂,方法 B 仅适用于酸值小于 4 的非干燥性动植物油脂。本标准不适用于分析月桂油。

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, neq ISO 661:1989)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

水分和挥发物含量 moisture and volatile matter content

在本标准规定的条件下,试样于 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热后所失去的质量。

注:水分和挥发物含量用质量百分含量表示。

4 原理

于 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热试样,直至水分和挥发物不再排除,测定其质量损失。

5 取样

本标准不规定取样方法。取样方法参见 ISO 5555。

实验室所收到的样品应具有代表性且在运输和储藏过程中没受损或发生变化。

6 试样制备

按照 GB/T 15687 的规定制备试样。

注:液体样品:对于澄清无沉淀物的液体样品,在密闭的容器中摇动,使其均匀。对于有混浊或有沉淀物的液体样品,在密闭的容器中摇动,直至沉淀物完全与容器壁分离,并均匀地分布在油体中。检查是否有沉淀物吸附在容器壁上,如有吸附,应完全清除(必要时打开容器),使它们完全与油混合。

固体样品:将样品加热至刚变为液体,按液体试样操作,使其充分混匀。

7 方法 A

实验室常规仪器及下列仪器。

7.1 仪器和设备

7.1.1 分析天平:可准确称重至 0.001 g 。

7.1.2 平底皿:瓷皿或玻璃皿,直径 80 mm~90 mm,深约 30mm。

7.1.3 温度计:80℃~110℃ 范围内有刻度,约长 100 mm,具有加固水银球并在上端具有膨胀腔。

7.1.4 砂浴或电热板。

7.1.5 干燥器:内装有效干燥剂。

7.2 分析步骤

7.2.1 试样

将温度计(7.1.3)置于平底皿中(7.1.2),干燥至恒重,准确称重至 0.001 g。加入约 20 g 试样,准确称重至 0.001 g。

7.2.2 测定

将盛有试样的平底皿(7.2.1)置于砂浴或电热板(7.1.4)上加热,以每分钟 10℃ 的速度升至 90℃,缓缓地用温度计搅动。

降低加热速度,观察从皿底升起气泡的速度,使温度升至 103℃±2℃。注意避免加热至 105℃ 以上。继续搅动,刮擦皿底至气泡消失为止。

多次加热至 103℃±2℃ 以排除水分,加热间隔中冷却至 95℃。将平底皿和温度计置于干燥器(7.1.5)中冷却至室温,准确称重至 0.001 g。重复上述操作,至两次连续称重结果之差不超过 2 mg 为止。

7.2.3 测定次数

测定同一试样(第 6 章)两次。

8 方法 B

8.1 仪器和设备

8.1.1 分析天平:可准确称重至 0.001 g。

8.1.2 玻璃器皿:平底,直径约 50 mm,高约 30 mm。

8.1.3 电热干燥箱:可保持温度于 103℃±2℃。

8.1.4 干燥器:内装有效干燥剂。

8.2 分析步骤

8.2.1 试样

根据预计的水分和挥发物含量,称取 5 g~10 g(准确至 0.001 g)试样(第 6 章),置于已事先干燥恒重并称重的器皿(8.1.2)中。

8.2.2 测定

将盛有试样的器皿(8.2.1)放入温度为 103℃ 的干燥箱(8.1.3)中,加热 1 h。取出,置于干燥器(8.1.4)中,冷却至室温,准确称重至 0.001 g。重复以上加热、冷却和称重操作,至两次连续称重结果之差不超过 2 mg~4 mg 为止,这个过程中在干燥箱内每次加热 30 min。

注:反复加热后,试样质量增加表明脂肪或油发生了氧化。在这种情况下,应取最小的质量读数进行计算,或采用方法 A 测定。

8.2.3 测定次数

测定同一试样(第 6 章)两次。

9 计算方法

水分和挥发物的含量以质量分数 w 计,按式(1)计算:

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

式中:

m_0 ——平底皿和温度计(见 7.2.1)的质量,或玻璃器皿(见 8.2.1)的质量,单位为克(g);

m_1 ——加热前平底皿、温度计和试样的质量(见 7.2.1),或玻璃器皿和试样的质量(见 8.2.1),单位为克(g);

m_2 ——加热后平底皿、温度计和残留物的质量(见 7.2.2),或玻璃器皿和残留物的质量(见 8.2.2),单位为克(g)。

当分析结果符合精密度的要求(见 10.2)时,取两次测定的算术平均值作为结果。

结果报告至小数点后第二位。

10 精密度

10.1 联合实验室测试

联合实验室试验数据参见附录 A。由此联合实验室测试推出的数值可能不适用于其他的含量范围和测试对象。

10.2 重复性

同一分析者在同一实验室、采用相同的方法和相同的仪器、在短时间间隔内对同一样品独立测定两次。当水分和挥发物的含量约为 0.3% 时,两次测试结果的绝对差值大于 0.03% 的概率应不超过 5%。

10.3 再现性

不同的分析者采用相同的方法、在不同的实验室用不同的仪器、对同一样品独立测定两次。当水分和挥发物的含量约为 0.3% 时,两次测试结果的绝对差值大于 0.15% 的概率应不超过 5%。

11 试验报告

试验报告应说明:

- 所有与识别样品有关的必需信息;
- 取样方法;
- 依据本标准所采用的方法;
- 本标准未规定或未列为可选的所有操作,以及可能影响测试结果的其他因素;
- 测试结果;
- 如果检验了重复性,列出最终结果。

附 录 A
(资料性附录)
联合实验室的测试结果

表 A.1 和表 A.2 是国际油、油籽和脂肪协会(FOSFA)根据 ISO 5725¹⁾组织的测定油脂中水分和挥发物的联合实验室测试的结果。

表 A.1 使用方法 A 测试的结果(见第 7 章)

日期	1993	1993	1992	1991	1991	1997		1988
油或脂的类型	葵花籽油		棕榈油	牛油		椰子油		棕榈油
	样品 a	样品 b		样品 a	样品 b	样品 a	样品 b	
实验室的数目	27	27	33	17	17	21	21	27
可接受的结果的数目	27	27	31	17	16	21	21	21
平均值/%	0.13	0.13	0.017	0.260	0.270	0.233	0.231	0.045
重复性标准偏差 S_r /%	0.01	0.01	0.003	0.01	0.01	0.009	0.011	0.007
重复性变异系数/%	4.68	4.86	15.2	3.99	2.41	3.717	4.593	14.4
再现性标准偏差 S_R /%	0.02	0.02	0.012	0.03	0.03	0.047	0.052	0.024
再现性变异系数/%	15.5	13.3	66.6	12.7	11.7	20.35	22.37	51.4
重复性限 $r(2.8S_r)$ /%	0.020	0.020	0.007	0.030	0.020	0.025	0.031	0.020
再现性限 $R(2.8S_R)$ /%	0.060	0.050	0.033	0.090	0.090	0.132	0.145	0.070

表 A.2 使用方法 B 测试的结果(见第 8 章)

日期	1995	1995	1993	1993	1991	1991	1989
油或脂的类型	大豆油		葵花籽油		牛油		鱼油
	样品 a	样品 b	样品 a	样品 b	样品 a	样品 b	
实验室的数目	51	51	25	25	25	25	43
可接受的结果的数目	51	51	25	25	24	25	39
平均值/%	0.040	0.094	0.130	0.130	0.250	0.250	0.090
重复性标准偏差 S_r /%	0.004	0.005	0.01	0.01	0.01	0.01	0.006
重复性变异系数/%	10.00	5.32	5.24	4.06	3.97	3.25	6.43
再现性标准偏差 S_R /%	0.16	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03
再现性变异系数/%	40.0	21.28	18.9	19.70	18.20	14.40	34.63
重复性限 $r(2.8S_r)$ /%	0.012	0.013	0.020	0.010	0.030	0.020	0.020
再现性限 $R(2.8S_R)$ /%	0.046	0.056	0.070	0.070	0.110	0.100	0.090

1) ISO 5725:1986,用于获取精密度数据。现已被 ISO 5725:1994 代替。

参 考 文 献

- [1] ISO 5555:1991 动植物油脂 取样(Animal and vegetable fats and oils—Sampling)
 - [2] ISO 5725:1986 Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
 - [3] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions
 - [4] 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 水分和挥发物含量测定
GB/T 9696—2008/ISO 662:1998

*

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
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-33240

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 9696-2008