



中华人民共和国国家标准

GB/T 10359—2008/ISO 734-1:2006
代替 GB/T 10359—1989

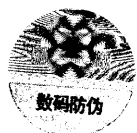
油料饼粕 含油量的测定 第 1 部分:己烷(或石油醚)提取法

**Oilseed meals—Determination of oil content—
Part 1: Extraction method with hexane(or light petroleum)**

(ISO 734-1:2006, IDT)

2008-11-04 发布

2009-01-20 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

本标准等同采用 ISO 734-1:2006《油料饼粕 含油量的测定 第 1 部分:己烷(或石油醚)提取法》(英文版)。

为便于使用,本标准对 ISO 734-1:2006 进行了下列编辑性修改:

- “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和引言。

本标准代替 GB/T 10359—1989《油料饼粕含油量测定法》。

本标准与 GB/T 10359—1989 相比主要变化为:

- 调整了提取试剂;
- 增加了精密度的要求;
- 增加了测试报告;
- 删除了原标准中附录 A 的内容,并增加了资料性附录。

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:湖北大学知行学院。

本标准主要起草人:杨登想、刘张虎、汪浩明、杨芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 10359—1989。

油料饼粕 含油量的测定

第 1 部分:己烷(或石油醚)提取法

1 范围

本标准规定了测定油料饼粕(包括复合产品)中含油量(即己烷提取物或石油醚提取物)的方法。本标准适用于油料饼粕(包括复合产品)中含油量的测定。

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 10358 油料饼粕 水分及挥发物含量的测定(ISO 771:1977, IDT)

ISO 5502 油料饼粕 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

含油量 oil content

在本标准规定的条件下从样品中提取的全部物质,用质量分数(%)表示。

注:含油量也可用干基表达。

4 原理

使用合适的仪器设备,以工业己烷(若没有,可用石油醚)为溶剂提取测试样品,除去溶剂并称量提取物。

5 试剂

除非特别说明,使用的试剂必须是分析纯。

5.1 工业己烷,正己烷,或石油醚:主要成分为六碳碳氢化合物。所使用的溶剂中沸点低于 50 °C 的组分不应超过 5%,沸程为 50 °C~70 °C 的组分不应低于 95%。对于上述使用的溶剂,完全蒸馏后的残留物不应超过 2 mg/100 mL。

6 仪器设备

实验室常用仪器,以及下列仪器:

6.1 机械磨:容易清洗,可将测试样品粉碎至全部通过孔径为 1 mm 的筛网。粉碎过程中应不产生热量,且无可感知的水分、挥发物和油脂含量的变化。

6.2 机械微磨:如 Dangoumau 型¹⁾,能将油料饼粕粉碎至粒径小于 160 μm,带壳部分碾至粒径 400 μm。

实验室没有微磨时,可用杵、研钵和 10 g 经盐酸洗涤和煅烧的砂子代替微磨,对粉碎样品(见

1) Dangoumau 式机械微磨是适用的商品设备的举例,此信息仅是为了方便用户使用本标准,并不代表本标准对此类产品的认可。

9.4.3) 进行细度研磨。但是,用研钵微磨样品不适用于批量分析。因为在碾磨过程中由于操作者的疲劳会使样品粉碎不充分,而且对于质地较为粗糙的样品,粉碎不充分将影响提取效果。

6.3 抽提套筒和棉花,或滤纸:不含可溶于己烷或石油醚的物质。

6.4 配套抽提器:可连接容量为 200 mL~250 mL 的烧瓶。

注:可采用直流式抽提器,如 Butt、Smalley、Twisselmann 和 Bolton-Willams²⁾ 等均可。其他抽提器的使用取决于用已知含油量的标准物质试验的结果。

6.5 电热浴(如砂浴、水浴)或电炉。

6.6 电烘箱:可控温在 103 °C±2 °C,可通风或调真空。

6.7 干燥器:内含有有效的干燥剂。

6.8 沸石:小颗粒,预先经 103 °C±2 °C 的电烘箱干燥并置于干燥器内冷却。

6.9 分析天平:分度值 0.001 g。

7 扦样

实验室收到的样品应具有代表性,且在运输和储存过程中不得受损或改变。

扦样不是本标准所规定的内容,推荐采用 GB/T 5524 的方法。

8 试样制备

8.1 按 ISO 5502 执行。

8.2 若有必要,应事先用约 1/20 的试验样品充分清洁磨机,去除磨粉。再粉碎剩余的样品,收集磨粉,仔细混合并立即分析。

9 操作步骤

9.1 试验次数

若需检验重复性(11.2),按 9.2~9.4.4 对样品做两次单独的检测。

9.2 测试样品

9.2.1 称取约 10 g 的试验样品,精确至 0.001 g。

9.2.2 将测试样品转移到垫有棉花的抽提套筒(6.3)中。若使用滤纸,需将测试样品包在滤纸中。

9.3 预干燥

若测试样品非常潮湿(水分和挥发物含量超过 10%),将装有测试样品的抽提套筒放入烘箱一段时间,保持箱内温度不高于 80 °C,使测试样品中水分和挥发性物质含量减少到 10% 以下。

若不按照上述过程进行预干燥,也可以在合适的容器中每 5 g 测试样品(9.2.1)混合 2 g~3 g 分析纯的无水硫酸钠。然后再按 9.2.2 和 9.4 进行试验。

9.4 测定

9.4.1 烧瓶的准备

在烧瓶(6.4)中加入一到两粒沸石(6.8),称量,精确至约 1 mg。

9.4.2 一次抽提

将装有测试样品的抽提套筒(6.3)放到抽提器(6.4)中,在烧瓶内倒入足够量的溶剂(5.1)。将烧瓶和抽提器连在一起,并置于电热设备(6.5)上加热,使其回流速度达到至少 3 滴每秒(温和加热,而不应剧烈加热)。

抽提 4 h 后进行冷却,从抽提器中取出抽提套筒,将抽提套筒置于通风橱内,使大部分残余溶剂

2) Butt、Smalley、Twisselmann 和 Bolton-Willams 式抽提器是适用的商品设备的举例,此信息仅是为了方便用户使用本标准,并不代表本标准对此类产品的认可。

挥发。

9.4.3 二次抽提

将经过一次抽提的抽提套筒中的物质全部倒入微磨中(6.2),尽可能粉碎。将粉碎后的混合物倒回抽提套筒中并将抽提套筒放入抽提器中,将抽提器与第一次抽提时使用的烧瓶相连接后再抽提 2 h。抽提烧瓶中获得溶液应该是澄清的。如果溶液不澄清,应用滤纸将其过滤到另外一个预先干燥并称量的烧瓶中,然后用相同的溶剂将第一个烧瓶和滤纸清洗几次,将清洗液过滤后与第一次滤液合并。

9.4.4 溶剂的去除和提取物的称重

用电热设备(6.5)蒸馏除去烧瓶中大部分溶剂后,在 103 °C 的电烘箱(6.6)中烘干烧瓶 20 min,除去剩下的溶剂。

若饼粕中富含挥发性酸(椰子、棕榈仁等的饼粕),需在常压及低于 80 °C 的条件下对提取物进行干燥。

通过向烧瓶中短时间地吹入空气(惰性气体更好,如氮气或二氧化碳),或者降低烧瓶内的气压都可以帮助去除溶剂。

若是干燥或半干燥的油料饼粕,宜采用真空干燥的方法来去除残留溶剂。

在干燥器(6.7)中冷却烧瓶至少 1 h,至达到环境温度后称量,精确至 1 mg。

在同样条件下,将烧瓶再次加热 10 min。冷却并重新称量。

烧瓶两次称量的差别应不超过 10 mg,否则需重复加热 10 min,然后冷却称量。直到连续两次称量的差别低于 10 mg 为止。记录最后一次称量的烧瓶质量。

10 结果计算

10.1 被测样品的含油量(w)用质量分数表示,按式(1)计算:

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

式中:

m_0 ——被测样品的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后提取物的质量,单位为克(g)。

计算结果保留 1 位小数。

10.2 被测样品的含油量(w)以干基表示(w_D),按式(2)计算:

$$w_D = w \times \frac{100}{100 - w_M} \% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_D ——以干基表示的被测样品的含油量(以质量分数计),%;

w ——被测样品的含油量(根据 10.1 计算);

w_M ——被测样品的水分和挥发物含量,%(按 GB/T 10358 方法测定)。

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,从这些测试结果看,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,并在较短的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以一确定的置信度落在表 1 所示重复性极限值 r 外的概率不得超过 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仪器,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超过表 1 所示重现性极限值 R 的概率不得超过 5%。

表 1 重复性和再现性极限

样 品	含油量平均值/%	r /%	R /%
油菜籽饼粕	0 到 5	0.3	1.1
大豆和向日葵饼粕	0 到 5	0.2	0.7

12 测试报告

测试报告需说明:

- 完整识别样品所需的所有信息;
- 采样方法(如果已知);
- 采用的测定方法;
- 本标准中没有具体说明的,或者认为是可选的,以及所有可能影响结果的操作细节;
- 获得的试验结果,所使用的溶剂,明确表明结果是否以干基表示;
- 如果进行了重复性试验,列出结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

1994年,德国联邦与科研开发机构(Institut für Chemie und Physik der Fette,BAGKF)组织了有13个实验室参与的国际实验室测试,每个实验室对每份样品进行了平行测试。样品包括油菜籽饼粕、大豆饼粕和向日葵饼粕。

测试的结果按照 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 进行统计分析,其结果见表 A.1。

表 A.1 测试结果统计分析

参 数	样 品		
	油菜籽饼粕	大豆饼粕	向日葵饼粕
参加测试的实验室数量	13	13	13
去除偏离值后的测试实验室数	12	12	13
所有实验室的实验结果数量	24	24	26
平均油料含量(质量分数)/%	3.84	1.30	3.04
重复性的标准偏差, S_r	0.09	0.06	0.05
重复性的变异系数/%	2.4	4.6	1.7
重复性限值, $r(=2.8S_r)$	0.26	0.17	0.15
再现性标准偏差, s_R	0.38	0.20	0.24
再现性变异系数/%	10.0	15.1	7.8
再现性限值, $R(=2.8s_R)$	10.7	0.55	0.66

参 考 文 献

- [1] ISO 659:1998 Oilseeds—Determination of oil content(Reference method).
 - [2] ISO 5500:1986 Oilseeds residues—Sampling.
 - [3] ISO 5725-1:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results Part1:General principles and definitions.
 - [4] ISO 5725-2:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results Part2: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
油料饼粕 含油量的测定
第 1 部分:己烷(或石油醚)提取法
GB/T 10359—2008/ISO 734-1:2006

*

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

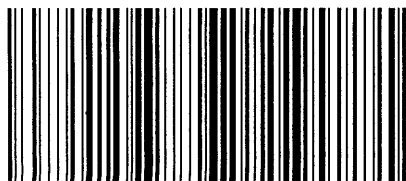
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009 年 1 月第一版 2009 年 1 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35594 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 10359-2008