

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524 动植物油脂 扦样(GB/T 5524—2008,ISO 5555:2001,IDT).
- [2] ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions.*
- [3] ISO 5725-2, *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.*
- [4] ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.*
- [5] RIEDEL-DE HAËN. *Hydranal manual*, 2000 edition. Riedel de Haën, Seelze, Germany.
- [6] DIETRICH, A. Karl Fischer titration: II—Standardization, equipment validation, and control techniques. *Am. Lab.* 1994, 26:23.

GB/T 26626—2011/ISO 8534 : 2008



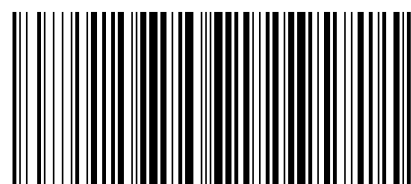
中华人民共和国国家标准

GB/T 26626—2011/ISO 8534:2008

动植物油脂 水分含量测定 卡尔费休法(无吡啶)

Animal and vegetable fats and oils—Determination of water content—
Karl Fischer method (pyridine free)

(ISO 8534:2008, IDT)



GB/T 26626-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-43374

定价: 16.00 元

2011-06-16 发布

2011-11-01 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

表 B.2 (续)

样品	A	B	C	D	E	F	G	H
平均水分, $w/(g/100\text{ g})$	2.994	1.436	0.708	0.284	0.178	0.075 3	0.043 8	0.007 1
重复性标准偏差, $s_r/(g/100\text{ g})$	0.041	0.037	0.010	0.006	0.003	0.000 7	0.000 6	0.000 4
重复性变异系数, $CV(r)/\%$	1.4	2.6	1.4	2.3	1.5	0.9	1.3	5.1
重复性限, $r/(g/100\text{ g})$	0.116	0.103	0.027	0.018	0.007	0.001 9	0.001 6	0.001 0
再现性标准偏差, $s_R/(g/100\text{ g})$	0.214	0.079	0.030	0.013	0.007	0.002 1	0.001 0	0.001 5
再现性变异系数, $CV(R)/\%$	7.1	5.5	4.2	4.6	3.8	2.8	2.3	21.1
再现性限, $R/(g/100\text{ g})$	0.599	0.220	0.084	0.036	0.019	0.005 8	0.002 8	0.004 2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动 植 物 油 脂 水 分 含 量 测 定
卡 尔 费 休 法 (无 吡 啶)

GB/T 26626—2011/ISO 8534:2008

*

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 0.75 字数 17 千字

2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-43374 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

附录 B (资料性附录)

库仑法有关信息和数据精密度

本标准(正文)详述的容量法适用于测定水分含量较高(高水分)的样品,库仑法适用于测定水分含量 10 μg 到 10 mg(低水分)的样品。但是,只要试样量合适,两种方法均适用于高水分和低水分样品的测定。卡尔费休库仑法,是通过测定滴定过程中产生的电量(以库仑表示)来测定含水量的。电量等于电流(A)乘以滴定时间(s)。根据法拉第定律,在卡尔费休反应过程中生成 1 mol 碘,需消耗 $2 \times 96.485 \text{ C}$ 电量,同时有 1 分子碘与 1 分子水发生反应。

在卡尔费休库仑法测定水分含量时,与水反应所需的碘是由碘化物在阳极被氧化产生的。替代卡尔费休容量法的试剂,库仑法所需试剂实际上是由仪器内部的反应池产生的。电流通过阳极的试剂就会有碘生成。生成的碘与消耗的电量成比例关系。利用这个原理制成的商用仪器是非常精密的,通常能够实现完全自动化和电脑化。

这种仪器包括两个池,阳极池和阴极池,被一个隔膜分开,有铂电极浸入到电解液中。反应发生在阳极池。仪器的其余部分便于反应、测定消耗的电量,换算成水分。根据法拉第定律电量和物质的量的换算关系,可以准确测定碘的生成量。由于 1 分子水与 1 分子碘反应,可换算出样品的水含量。

库仑法比容量法更灵敏,可以测定低水分含量的样品(见表 B.1),对大气湿度和化学副反应也很灵敏。

表 B.1 库仑法试样称样量

样品水分含量/ %(质量分数)	称样量/ g	样品中的水含量/ mg
0.000 1	10	0.01
0.001	10	0.1
0.01	5	0.5
0.1	2	2
1	0.2	2

5 个国家 22 个实验室进行了以下样品的国际联合测试:

- | | |
|-------------------|-----------|
| A 水分含量 3% 中碳链甘油三酯 | E 蓖麻油/植物油 |
| B 样品 A/植物油(1+1) | F 特级初榨橄榄油 |
| C 样品 A/植物油(1+3) | G 植物油 |
| D 蓖麻油 | H 植物油 |

2006 年德国成员团体(DIN)组织了库仑法的国际间联合测试,所得结果按照国际标准 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 的要求进行了统计计算以给出精密度数据。结果见表 B.2。

表 B.2 库仑法的统计结果

样品	A	B	C	D	E	F	G	H
实验室数量, n_p	11	14	13	14	14	15	15	15
剔除离群值后实验室数量, n_p	11	14	10	13	11	12	11	12
可接受结果的数量, n_t	22	28	20	26	22	24	22	24

前 言

本标准使用翻译法等同采用 ISO 8534:2008《动植物油脂 水分含量测定 卡尔费休法(无吡啶)》(英文版)。

为了便于使用,本标准对 ISO 8534:2008 进行了下列编辑性修改:

- 删除了国际标准的前言;
- 将“本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替国际标准中作为小数点的逗号“,”;
- 规范性引用文件中用现行国家标准 GB/T 15687 代替 ISO 661,参考文献中用现行国家标准 GB/T 5524 代替 ISO 5555。

本标准的附录 A、附录 B 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:山东省粮油检测站。

本标准参与起草单位:南京财经大学、济南市粮食局粮油质量检测站。

本标准起草人:任凌云、袁健、胡学春、翟少锋、杨晓蓉、吴真真、李振华、刘丽菊、王培、李维克。