

V_2 ——滴定空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);
 V_3 ——滴定样品溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 M_r ——甘油的相对分子质量(为 92.1);
 m ——样品的质量,单位为克(g);
 r ——水相容积(100 mL)与用于测定的体积(50 mL 或更少)比,单位为毫升每毫升(mL/mL)。
 结果保留一位小数。

9 重复性

相同条件下对同一样品同时或连续进行的两次测定结果不超过 9.1 和 9.2 的规定。

9.1 1-单甘酯

含量在 15%~25%时,不超过 0.5%(质量分数);含量在 25%~50%时,不超过 2%(质量分数);含量在 50%以上时,不超过 1%(质量分数)。

9.2 甘油

不超过 0.1%(质量分数)。

10 测试报告

测试报告应给出所用的方法、测定结果,本标准中未规定的操作细节,以及可能影响结果的任何事件的细节。

测试报告应包括测试样品所有有关的信息。

GB/T 22328—2008/ISO 7366:1987



中华人民共和国国家标准

GB/T 22328—2008/ISO 7366:1987

动植物油脂

1-单甘酯和游离甘油含量的测定

Animal and vegetable fats and oils—Determination
of 1-monoglycerides and free glycerol contents

(ISO 7366:1987, IDT)



GB/T 22328-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-34513

定价: 10.00 元

2008-08-22 发布

2008-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动 植 物 油 脂
1-单甘酯和游离甘油含量的测定
GB/T 22328—2008/ISO 7366:1987

*
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 0.5 字数 8 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-34513 定价 10.00 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

酸稀释溶液到刻度,塞紧并混合。

7.4 1-单甘酯含量的测定

用移液管将 50 mL 三氯甲烷层溶液从容量瓶 A(7.3.5)中转移到锥形瓶(5.1)中,用移液管加入 50 mL 的高碘酸溶液(4.3),混合并塞紧。在黑暗处放置 30 min。在相同条件下,用 50 mL 的三氯甲烷(4.1)和 50 mL 的高碘酸溶液(4.3)进行空白试验。30 min 后,加入 20 mL 的碘化钾溶液(4.4)于样品和空白试样中。塞紧锥形瓶,混合均匀,静置 1 min。分别加入 100 mL 的蒸馏水。用硫代硫酸钠标准溶液(4.5)进行滴定,同时用磁力搅拌器(5.2)不停地搅动,以保证充分混合。接近滴定终点时,加入 2 mL 淀粉指示剂溶液(4.6),然后一滴一滴继续滴定,并剧烈摇动,直到到达终点为止。期间需要剧烈摇动保证碘从三氯甲烷溶液中释放出来。

如果用于滴定样品的毫升数没有超过滴定空白试样所需毫升数的 80%时,则须减少样品的用量或用更少的三氯甲烷溶液重新测定(确保高碘酸适当的过量)。

7.5 游离甘油含量的测定

过滤容量瓶 B(7.3.6)中的水相。用移液管将 50 mL 过滤溶液转移到锥形瓶(5.1)中,用移液管加入 50 mL 的高碘酸溶液(4.3),混匀并塞紧。在黑暗处静置 30 min。在相同条件下,用 50 mL 的乙酸溶液和 50 mL 的高碘酸溶液(4.3)进行空白试验。30 min 后,分别加入 20 mL 的碘化钾溶液(4.4)于样品和空白试样中。塞紧锥形瓶,混合均匀,静置 1 min。分别加入 100 mL 的蒸馏水。加入 2 mL 淀粉指示剂溶液(4.6)用硫代硫酸钠标准溶液(4.5)进行滴定,直到棕色刚好消失为止。

如果用于滴定样品的毫升数没有超过滴定空白试样所需的毫升数的 80%时,则须减少样品的用量或用更少的水溶液重新测定(确保高碘酸适当的过量)。

7.6 测定次数

同一样品测定两次。

8 结果计算

8.1 计算方法和保留位数

8.1.1 1-单甘酯含量的计算

试样中 1-单甘酯含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times r \times M_r}{20 \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——1-单甘酯的含量,%;
- V₀——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);
- V₁——滴定样品溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);
- c——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_r——特定的 1-单甘酯相对分子质量,根据脂肪酸组成选择(一般为 358.54);
- m——样品的质量,单位为克(g);
- r——三氯甲烷相容积(100 mL)与用于测定的体积(50 mL 或更少)比,单位为毫升每毫升(mL/mL)。

结果保留一位小数。

8.1.2 游离甘油含量的计算

游离甘油含量按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_3) \times c \times r \times M_r}{40 \times m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X₁——甘油含量,%;

7 操作步骤

7.1 样品的制备

7.1.1 片状或粉末状固体样品,在不超过熔点温度下充分混合样品。

7.1.2 其他固体或半固体样品,在不超过熔点 10 °C 的温度下进行熔化,并充分混合。

警告:样品不能用过高温度熔化。因为样品在 80 °C 以上时,引起酯化反应单甘酯含量可能减少。

7.1.3 液体试样,充分混合。

7.2 称样

按表 1 中给出的值,准确称取适当质量的样品于 50 mL 烧杯中。

表 1 称样量

1-单甘酯或甘油的估计含量/ %(质量分数)	大约称样量/ g	称量精确度/ g
100	0.3	0.000 1
75	0.4	0.000 1
50	0.6	0.000 1
40	0.7	0.000 1
30	1.0	0.001
20	1.5	0.001
15	2.5	0.001
10	3.0	0.001
5	6.0	0.001
3 或更少	10.0	0.001

注:如果 1-单甘酯含量和甘油含量差别很大,则不能用同一样品测定,必须取两份样品,分别对 1-单甘酯含量和甘油含量进行测定。

7.3 萃取

7.3.1 取 3 支 250 mL 分液漏斗,并分别贴上 1、2 和 3 标签。用漏斗 1 收集分离的水相,漏斗 2、3 收集洗涤溶液。操作过程需要剧烈振荡约 1 min,通过旋塞释放压力,避免乳化。

取 2 支 100 mL 容量瓶,分别贴上 A、B 标签。用容量瓶 A 盛含有 1-单甘酯的三氯甲烷溶液;容量瓶 B 盛含有甘油的水溶液。

7.3.2 用三氯甲烷(4.1)溶解试样,并将溶液倒入分液漏斗 1 中。连续用少量的三氯甲烷洗涤烧杯并转移到分液漏斗中,直到体积达到 45 mL~50 mL。

7.3.3 用 25 mL 乙酸溶液冲洗烧杯,直到溶液不含甘油,并将冲洗液转移到分液漏斗 1 中。塞紧旋塞,摇动,静置 1 h~3 h,直到分离。转移三氯甲烷层(下层)到分液漏斗 2 中。

用 25 mL 乙酸溶液(4.2)冲洗烧杯,并将冲洗液转移到分液漏斗 2 中。塞紧旋塞,摇动,静置直到分离。转移三氯甲烷层到分液漏斗 3 中,水溶液转移到分液漏斗 1 中。

7.3.4 用 25 mL 乙酸溶液进一步冲洗烧杯和分液漏斗 2,冲洗液转移到分液漏斗 3 中,塞紧旋塞,摇动,静置直到分离。三氯甲烷层转移到 100 mL 容量瓶 A 中,水相转移到分液漏斗 1 中。

连续用 20 mL 体积的三氯甲烷冲洗漏斗 2 和漏斗 3,并将三氯甲烷层溶液转移到漏斗 1 中。塞紧旋塞,摇动,静置直到分离。

7.3.5 将三氯甲烷层转移到容量瓶 A 中,并用三氯甲烷稀释到刻度,塞紧并混合。

7.3.6 将水相溶液转移到容量瓶 B 中。用乙酸溶液洗涤漏斗 1,将洗涤液转移到容量瓶 B 中,并用乙

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 7366:1987《动植物油脂 1-单甘酯和游离甘油含量的测定》(英文版)。

为了便于使用,本标准对 ISO 7366:1987 进行了下列编辑性修改:

——删除国际标准的前言;

——“本国际标准”一词改为“本标准”;

——用小数点“.”代替原文中作为小数点的逗号“,”;

——将“1 范围”和“2 应用范围”合并为“1 范围”。

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:国家粮食局科学研究院。

本标准起草人:栾霞、王瑛瑶、薛雅琳。