



中华人民共和国国家标准

GB/T 5535.2—2008/ISO 18609:2000
代替 GB/T 5535.2—1998

GB/T 5535.2—2008/ISO 18609:2000

动植物油脂 不皂化物测定 第2部分:己烷提取法

Animal and vegetable fats and oils—Determination of unsaponifiable matter—
Part 2: Method using hexane extraction

(ISO 18609:2000, IDT)

中华人民共和国
国家标准
动植物油脂 不皂化物测定
第2部分:己烷提取法
GB/T 5535.2—2008/ISO 18609:2000

*

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 14 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34519 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 5535.2—2008

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

表 A.4 测试结果统计学分析

参 数	粗葵花籽油样品 A	粗棕榈油样品 B	粗制牛油样品 C
实验室数目	14	14	14
去除无效结果后的实验室数	12	14	13
平均值/%(质量分数)	0.58	0.33	0.15
重复性标准差(S_r)/%	0.02	0.03	0.02
重复性变异系数/%	3.64	7.81	10.49
再现性标准差(S_R)/%	0.05	0.08	0.05
再现性变异系数/%	8.99	24.63	36.32
重复性限值(r)/%	0.06	0.07	0.04
再现性限值(R)/%	0.15	0.23	0.16

前 言

GB/T 5535《动植物油脂 不皂化物测定》分为两个部分：

——第 1 部分：乙醚提取法；

——第 2 部分：己烷提取法。

本部分为 GB/T 5535 的第 2 部分。

本部分等同采用 ISO 18609:2000《动植物油脂 不皂化物测定 己烷提取法》(英文版)。

为便于使用,本部分对 ISO 18609:2000 做了下列编辑性修改：

——删除国际标准的前言；

——将“本国际标准”改为“本部分”；

——用小数点“.”代替原文中作为小数点的逗号“,”；

——用 GB/T 15687 代替原国际标准中 ISO 661。

本部分自实施之日起代替 GB/T 5535.2—1998《动植物油脂 不皂化物测定 第 2 部分：己烷提取快速法》。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由国家粮食局提出。

本部分由全国粮油标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：武汉工业学院。

本部分主要起草人：宫智勇、何东平、张世宏、姚理、刘丽娜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5535.2—1998。

附录 A
(资料性附录)
联合实验结果

A.1 参与者

六个不同国家(法国,德国,匈牙利,马来西亚,荷兰,英国)的 14 个实验室参与了由法国油脂技术中心研究所组织的合作研究。

A.2 样品

提供的样品有三种:

- 样品 A:葵花籽原油;
- 样品 B:棕榈原油;
- 样品 C:粗制牛油。

A.3 结果

表 A.1、表 A.2、表 A.3 分别为样品 A、样品 B、样品 C 的实验结果,表 A.4 列出了各样品的统计分析结果。

依据 Cochran 和 Dixon 检验,6 号实验室和 9 号实验室的实验结果从样品 A 中除去,11 号实验室的实验结果(依据 Dixon 检验)去除样品 C 的数据,样品 B 的数据都有效。

三种实验样品的不皂化物的均值范围为 0.15%~0.58%(质量分数)。

重复性限值为 0.06%(质量分数),重复性变异系数在 3.6%到 10.5%之间。

再现性限值为 0.18%(质量分数),再现性变异系数在 9%到 36%之间。

表 A.1 样品 A:葵花籽原油

实验室	结果 1/(质量分数)	结果 2/(质量分数)
1	0.56	0.58
2	0.541	0.545
3	0.51	0.52
4	0.62	0.58
5	0.57	0.63
6	0.78	0.61
7	0.54	0.51
8	0.64	0.62
9	0.89	0.89
10	0.54	0.57
11	0.62	0.64
12	0.6	0.63
13	0.68	0.68
14	0.56	0.52

注:依据 Cochran 检验 6 号实验室的实验结果被去除(5%),依据 Dixon 检验 9 号实验室的实验结果被去除(5%)。

动植物油脂 不皂化物测定 第 2 部分:己烷提取法

1 范围

GB/T 5535 的本部分规定了己烷三次提取测定动植物油脂不皂化物含量的方法。

本部分适用所有油脂,不适用于蜡。

警告:与 GB/T 5535.1 中的方法相比,本方法的测定结果较低。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 5535 本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

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 GB/T 5535 的本部分。

3.1

不皂化物 unsaponifiable matter

用氢氧化钾皂化后的生成物用己烷提取,在规定条件下不挥发的所有物质。

注:不皂化物包括自然界中脂类物质,如甾醇、烃类、醇类、脂肪族和萜烯醇类,以及用溶剂在 103 °C 提取时不挥发的(如矿物油)外来有机物。

4 原理

油脂与氢氧化钾乙醇溶液在煮沸回流条件下进行皂化,用己烷或石油醚从皂化液中提取不皂化物,蒸发溶剂并对残留物干燥后称重。

5 试剂

本部分使用的试剂均为分析纯,水为蒸馏水、去离子水或同等纯度的水。

5.1 正己烷或沸程为 40 °C~60 °C 的石油醚:溴价低于 1,且不得含有杂质。

5.2 10%(体积分数)乙醇水溶液。

5.3 酚酞指示剂:10 g/L 的 95%(体积分数)乙醇溶液。

5.4 氢氧化钾-乙醇溶液: $c(\text{KOH}) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。在 50 mL 水中溶解 60 g 氢氧化钾,然后用 95%乙醇稀释至 1 000 mL,溶液应为无色或浅黄色。

6 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

6.1 圆底烧瓶:带标准磨口的 250 mL 圆底烧瓶。

6.2 回流冷凝管:具有与烧瓶(6.1)配套的磨口。

6.3 250 mL 分液漏斗:使用聚四氟乙烯旋塞和瓶塞。