

GB/T 15690—1995

本标准参照采用国际标准ISO 5511: 1992《油籽——油含量测定——连续波低分辨率核磁共振测定法（快速法）》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用连续波低分辨率核磁共振测定法快速测定油籽含油量的定义、仪器、样品制备、测定步骤及结果计算。

本标准适用于在20℃下含完全呈液体油的油籽。如：油菜籽、芝麻、大豆、葵花籽、棉籽、花生等。

2 引用标准

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB 10358 油料饼粕中水分及挥发物测定法

GB/T 14488.1 油料种籽含油量测定法

GB/T 14489.1 油料水分及挥发物含量测定法

3 定义

油籽含油量：在本标准规定的条件下，测得油籽中所有液体有机物的总量，以占籽的质量百分数表示。

4 方法原理

本方法是利用油籽中液体有机物的氢原子（氢质子），在连续波低分辨率核磁共振波谱测定仪中所产生的核磁共振信号为测定依据，测定的油籽预先经 $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥，并考虑固体物质油粕的影响。核磁共振信号的大小与油籽中含油量成正比。用已知质量的校准油为标样，测其核磁共振信号，再在相同的条件下测得已知质量试样的核磁共振信号，两者比较可求得试样的含油量。

5 材料

5.1 校准油：从要测定的油籽类似产区，类似化学组成的同种油籽中，按GB/T 14488.1规定方法提取。储存在防止油脂氧化的条件下，一个月内使用。

5.2 油粕：从同种油籽中，按GB/T 14488.1规定方法提取校准油后的残渣。储存在防止油粕变质的条件下，一个月内使用。油粕测定前应按GB 10358规定方法预先干燥。

6 仪器、设备

6.1 GB 10358中干燥用的设备。

6.2 核磁共振含油量测定仪（连续波低分辨率核磁共振波谱测定仪）。

6.3 分析天平：感量0.01g。

6.4 培养皿： $\phi 100\sim 120\text{mm}$ （干燥试样用）。

6.5 干燥器：装有有效干燥剂。

6.6 测定管：用玻璃或聚四氟乙烯材料制成，并能密封，能容纳20g油籽，适用于核磁共振含油量测定仪的测定管。

6.7 测定管架：能适合放置一组测定管。

6.8 磁铁。

6.9 粉碎机。

7 扦样与分样

按GB 5491规定执行。分样后用磁铁除去样品中含铁金属微粒。

8 样品制备

8.1 大中粒的油籽如花生、大豆、棉籽等分取100g样品，去杂后用小型粉碎机粉碎成均匀的细颗粒状（粒度小于2mm），将粉碎物装入带盖广口瓶中待用。同时测定粉碎后样品水分含量，作为含油量计算时用，需当天制用。

8.2 小粒油籽如油菜籽、芝麻等分别除去杂质的净试样100g 装入带盖广口瓶中待用，同时测定其水分含量。

9 测定步骤

9.1 准备试样

9.1.1 称样：称取由第8章制备的样品20g（干燥后可装至测定管（6.6）的刻度），准确至0.01g，放于直径为100~120mm的培养皿（6.4）中摊平。

9.1.2 干燥：试样按GB/T 14489.1规定执行。将干燥并冷却后的试样装入准备好的测定管（6.6）中，密封待测。

将放置试样测定管的干燥器（6.5）与核磁共振含油量测定仪（6.2）放在同一房间。房间的温度不能有突然的变化。试样和仪器处在同一测定温度下。

9.2 标样制备：分别称取由5.1提取的校准油5, 10, 20g, 准确至0.01g, 放于准备好的三只零点相同的测定管（6.6）中密封待用。注意不要将油滴附在测定管的管壁上。

9.3 仪器校准

9.3.1 根据仪器说明书调整好仪器，然后在仪器测定探头中放入空测定管（6.6）调整零点。

9.3.2 在仪器测定探头中分别放入按9.2制备的三只校准油标样测定管。使用一个适当的射频能量水平，以获得与背景噪音相关的一个符合要求的信号，但不能产生大于约1%的饱和。如果仪器的射频能量与饱和间的关系是已知的，则正确的饱和水平选择可由使用者自调。如果以上关系是未知的，则正确的饱和水平选择应从仪器制造商处获得。在仪器积分时间处于最佳重复测定状态时，测定核磁共振信号，求得每只测定管五次测定的平均值，以 $\bar{R}_5, \bar{R}_{10}, \bar{R}_{20}$