



中华人民共和国国家标准

GB 5009.236—2016

食品安全国家标准 动植物油脂水分及挥发物的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 9696—2008《动植物油脂 水分和挥发物含量测定》和 GB/T 5528—2008《动植物油脂 水分及挥发物含量测定》。

本标准与 GB/T 9696—2008 和 GB/T 5528—2008 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 动植物油脂水分及挥发物的测定”;
- 本标准将 GB/T 9696—2008 和 GB/T 5528—2008 方法合并。

食品安全国家标准

动植物油脂水分及挥发物的测定

1 范围

本标准规定了测定动植物油脂中水分及挥发物含量的两种方法。

本标准第一法[沙浴(电热板)法]适用于所有的动植物油脂;第二法(电热干燥箱法)仅适用于酸价低于 4 mg/g 的非干性油脂,不适用于月桂酸型的油(棕榈仁油和椰子油)。

第一法 沙浴(电热板)法

2 原理

在 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下,对测试样品进行加热至水分及挥发物完全散尽,测定样品损失的质量。

3 仪器和设备

3.1 分析天平:感量 0.001 g。

3.2 碟子:陶瓷或玻璃的平底碟,直径 80 mm/90 mm,深约 30 mm。

3.3 温度计:刻度范围至少为 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$,长约 100 mm 水银球加固,上端具有膨胀室。

3.4 沙浴或电热板(室温 $\sim 150\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

3.5 干燥器:内含有有效的干燥剂。

4 分析步骤

4.1 试样制备

在预先干燥并与温度计一起称量的碟子中,称取试样约 20 g,精确至 0.001 g。

液体样品:对于澄清无沉淀物的液体样品,在密闭的容器中摇动,使其均匀。对于有浑浊或有沉淀物的液体样品,在密闭的容器中摇动,直至沉淀物完全与容器壁分离,并均匀地分布在油体中。检查是否有沉淀物吸附在容器壁上,如有吸附,应完全清除(必要时打开容器),使它们完全与油混合。

固体样品:将样品加热至刚变为液体,按液体试样操作,使其充分混匀。

4.2 试样测定

将装有测试样品的碟子在沙浴或电热板上加热至 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$,升温速率控制在 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 左右,边加热边用温度计搅拌。

降低加热速率观察碟子底部气泡的上升,控制温度上升至 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,确保不超过 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。继续搅拌至碟子底部无气泡放出。

为确保水分完全散尽,重复数次加热至 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、冷却至 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的步骤,将碟子和温度计置于干燥器中,冷却至室温,称量,精确至 0.001 g。重复上述操作,直至连续两次结果不超过 2 mg。

5 分析结果的表述

水分及挥发物含量(X)以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——水分及挥发物含量,%;
 - m₁ ——加热前碟子、温度计和测试样品的质量,单位为克(g);
 - m₂ ——加热后碟子、温度计和测试样品的质量,单位为克(g);
 - m₀ ——碟子和温度计的质量,单位为克(g);
 - 100 ——单位换算。
- 计算结果保留小数点后两位。

6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

第二法 电热干燥箱法

7 原理

同第 2 章。

8 仪器和设备

- 8.1 分析天平:感量 0.001 g。
- 8.2 玻璃容器:平底,直径约 50 mm,高约 30 mm。
- 8.3 电热干燥箱:主控温度 103 ℃±2 ℃。
- 8.4 干燥器:内含有效的干燥剂。

9 分析步骤

9.1 试样准备

在预先干燥并称量的玻璃容器中,根据试样预计水分及挥发物含量,称取 5 g 或 10 g 试样,精确至 0.001 g。

9.2 试样测定

将含有试样的玻璃容器置于 103 ℃±2 ℃的电热干燥箱中 1 h,再移入干燥器中,冷却至室温,称量,准确至 0.001 g。重复加热、冷却及称量的步骤,每次复烘时间为 30 min,直到连续两次称量的差值根据测试样品质量的不同,分别不超过 2 mg(5 g 样品时)或 4 mg(10 g 样品时)。

注:重复加热多次后,若油脂样品发生自动氧化导致质量增加,可取前几次测定的最小值计算结果。

10 分析结果的表述

水分及挥发物含量(X)以质量分数表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

.....(2)

式中:

- X ——水分及挥发物含量,%;
 - m₁ ——加热前玻璃容器和测试样品的质量,单位为克(g);
 - m₂ ——加热后玻璃容器和测试样品的质量,单位为克(g);
 - m₀ ——玻璃容器的质量,单位为克(g);
 - 100 ——单位换算。
- 计算结果保留小数点后两位。

11 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。
