



中华人民共和国国家标准

GB/T 35252—2017

动植物油脂 2-硫代巴比妥酸值的测定 直接法

Animal and vegetable fats and oils—
Determination of 2-thiobarbituric acid value—Direct method

2017-12-29 发布

2018-07-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院。

本标准起草人:栾霞、王瑛瑶、马榕、张帆、冯仁栋。

动植物油脂

2-硫代巴比妥酸值的测定 直接法

1 范围

本标准规定了未经分离二次氧化产物的油脂直接测定 2-硫代巴比妥酸值(TBA 值)的方法。
本标准适用于动植物油脂、脂肪酸及其酯类、乙二醇酯类等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

2-硫代巴比妥酸值 2-thiobarbituric acid value

1 mg 试样与 1 mL 2-硫代巴比妥酸试剂反应,在 530 nm 波长下测得的吸光度。

注: 2-硫代巴比妥酸值没有单位,而是以 1 mg 试样溶于 100 mL 溶剂和试剂反应所测得的吸光度值为 1 个计量单位。

4 原理

油脂的二次氧化产物与 2-硫代巴比妥酸反应形成缩合物,在 530 nm 波长处具有最大吸收峰,测定其吸光度。

5 试剂

5.1 1-丁醇:水分含量不大于 0.2%。

5.2 2-硫代巴比妥酸。

5.3 TBA 试剂:称 200 mg 2-硫代巴比妥酸置于 100 mL 容量瓶中,并用 1-丁醇稀释至刻度。在室温下放置 12 h~15 h,以溶解 2-硫代巴比妥酸。然后用滤纸过滤,除去不溶性残渣。滤液用 1-丁醇定容到 100 mL,并在 0℃~4℃冰箱中储藏备用。TBA 试剂保存和使用时间不超过 1 周。

5.4 所有试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。

6 仪器设备

6.1 容量瓶:25 mL、100 mL。

6.2 移液管:5 mL。

6.3 具塞试管:20 mL。

6.4 水浴锅:温度可控制在 95 ℃±0.5 ℃。

6.5 分光光度计:适合在 530 nm 波长范围使用,带有 10 mm 比色皿。使用双光束分光光度计时,建议使用一对匹配的 10 mm 比色皿。

7 扦样

推荐采用 GB/T 5524 规定的方法扦样。

实验室收到的样品必须有真实代表性,并在运输和贮存期间不应有变化。

8 试样的制备

按 GB/T 15687 制备试样。

固体样品在不高于其熔点 10 ℃的条件下熔化。熔化后若试样不够澄清,可进行过滤。黄油在 40 ℃条件下熔化,并用亲水过滤器过滤除去水分。

9 操作步骤

9.1 称取液体或已制备好的试样 50 mg~200 mg,精确到 0.1 mg,直接装入 25 mL 容量瓶中。用 5 mL~10 mL 的 1-丁醇溶解并稀释至刻度。

注:如果试样的吸光度不在 0.2~0.8 范围内,可重新调整称取试样的量。

9.2 用移液管(6.2)吸取 5 mL 样品液(9.1)加入具塞试管(6.3)中,用另一支移液管(6.2)吸取 5 mL TBA 试剂(5.3)加入该具塞试管中,盖上塞子并充分摇动。将具塞试管置于 95 ℃水浴锅(6.4)中加热 2 h。然后将具塞试管从水浴锅中取出并用自来水冷却至室温(大约 10 min)。

注:高海拔地区如西宁、拉萨等,可使用沙浴或油浴以保证加热温度至 95 ℃。

9.3 将具塞试管中的溶液转移到干净、干燥的 10 mm 比色皿中,用蒸馏水在 530 nm 处校正分光光度计(6.5)零点,测定溶液的吸光度(A)。

9.4 用移液管(6.2)吸取 5 mL 1-丁醇(5.1)于具塞试管中,用另一支移液管(6.2)吸取 5 mL TBA 试剂(5.3)加入具塞试管中,盖上塞子并充分摇动。将试管置于 95 ℃水浴锅(6.4)中加热 2 h。将试管从水浴里取出并用自来水冷却至室温,大约 10 min。立即按 9.3 测定空白试剂吸光度(B)。

注:空白试剂吸光度应不超过 0.1,否则应制备新的符合纯度要求的 TBA 试剂。由于 1-丁醇不纯可导致空白试剂吸光度超过 0.1。将 0.1% TBA 溶剂蒸馏 2 h 可除去其中所含杂质。1-丁醇中的水分可以通过蒸馏去除,弃掉初始溶液,收集乳白色溶液。

10 结果表示

10.1 2-硫代巴比妥酸值(TBA)按式(1)计算:

$$TBA = \frac{50 \times (A - B)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A —— 被测溶液的吸光度(9.3);

B —— 空白试剂的吸光度(9.4);

m ——样品的质量,单位为毫克(mg);

50 ——试样用 1-丁醇稀释至 25 mL,并用 10 mm 比色皿测定吸光度的有效因子。

计算结果保留 3 位小数。

10.2 当空白试剂吸光度低于 0.05 时,被测溶液的吸光度可通过蒸馏水校正后直接测得。

此时,按式(2)计算 2-硫代巴比妥酸值(TBA):

$$\text{TBA} = \frac{50 \times A}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A ——被测溶液的吸光度(9.3);

m ——样品的质量,单位为毫克(mg);

50 ——试样用 1-丁醇稀释至 25 mL,并用 10 mm 比色皿测定吸光度的有效因子。

计算结果保留 3 位小数。

11 精密度

11.1 实验室间的检验

附录 A 汇总了本方法精密度的实验室间测试情况。由这些实验室间试验得到的数据可能不适用于其他范围和测试对象。

11.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,在短时间内获得的两个独立测试结果的变异系数大于表 A.1 中所给的重复性限值(r)的情况应不超过 5%。

11.3 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,获得的两个独立测试结果的变异系数大于表 A.1 中所给的再现性限值(R)的情况应不超过 5%。

12 试验报告

试验报告应说明:

- 所使用的方法,并且是遵循本标准进行的。
- 测试结果。如果进行了重复性检验,提供最后结果。
- 本标准中未指定或自选操作,以及可能影响了结果的任何细节。
- 完成试样鉴定所需要的所有信息。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

实验室间测试已经完成,参加试验室 20 个。对精炼低芥酸菜籽油、部分氢化精炼低芥酸菜籽油、精炼菜籽油盲样、室温储藏 2 年大豆油和室温储藏 14 天奶油样品进行测试,给出的统计结果(根据 ISO 5725 评价)见表 A.1。

表 A.1 实验室间测试结果

| 样品 | A | B | C | D | E |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|
| 实验室数量 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| 平均值 | 0.099 | 0.041 | 0.098 | 0.165 | 0.018 |
| 重复性变异系数,CV/% | 6.1 | 9.7 | 5.5 | 6.9 | 16.8 |
| 重复性限值,r/% | 0.10 | | | | 0.20 |
| 再现性变异系数,CV/% | 50 | 50 | 45 | 65 | 66 |
| 再现性限值,R/% | 0.65 | | | | 0.70 |
| 注: A——精炼低芥酸菜籽油; B——部分氢化精炼低芥酸菜籽油; C——精炼菜籽油盲样; D——室温储藏 2 年大豆油; E——室温储藏 14 天奶油。 | | | | | |

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524 动植物油脂 扦样
 - [2] Sinnhuber, R.O., and T.C. Yu, Food Technology, 12:9(1958)
 - [3] Ibid. 16:115(1962)
 - [4] Yukagaku, Ibid. 26:259(1977)
 - [5] Marcuse, R., and L. Johansson, J. Am. Oil Chem. Soc. 50:387(1973)
 - [6] ISO 5725 Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility by interlaboratory tests(1986)
 - [7] Pokorny, J., and A. Dieffenbacher, Pure Appl. Chem. 61:1165(1989)
 - [8] Careche, M., and M. Tejada, J. Sci. Food Agric. 43:49(1988)
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动 植 物 油 脂
2-硫代巴比妥酸值的测定 直接法
GB/T 35252—2017

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 9 千字
2018年1月第一版 2018年1月第一次印刷

书号: 155066·1 50686 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)68510107



GB/T 35252-2017