



中华人民共和国国家标准

GB/T 5530—2005/ISO 660:1996
代替 GB/T 5530—1998

动植物油脂 酸值和酸度测定

Animal and vegetable fats and oils—Determination of acid value and acidity

(ISO 660:1996, IDT)

2005-11-11 发布

2006-12-01 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

食品伙伴网 <http://www.foodmate.net>

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 热乙醇测定法	1
4.1 总则	1
4.2 原理	1
4.3 试剂	1
4.4 仪器	2
4.5 扣样	2
4.6 试样制备	2
4.7 步骤	2
5 冷溶剂法	2
5.1 总则	2
5.2 原理	2
5.3 试剂	2
5.4 仪器	3
5.5 扣样	3
5.6 试样制备	3
5.7 步骤	4
6 电位计法	4
6.1 原理	4
6.2 试剂	4
6.3 仪器	4
6.4 扣样	4
6.5 试样制备	4
6.6 步骤	4
7 结果表示	5
7.1 酸值	5
7.2 酸度	5
8 精密度	6
8.1 重复性	6
8.2 再现性	6
9 实验报告	6
附录 A(资料性附录) 联合实验室测试结果	7
参考文献	8

前　　言

本标准等同采用 ISO 660:1996《动植物油脂——酸值和酸度测定》及该标准的 1 号修改单,经修改的内容已直接纳入文中,并在文中的页边空白处用垂直双线(||)标识。

本标准代替 GB/T 5530—1998《动植物油脂 酸价和酸度测定》。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 用 GB/T 15687《油脂试样制备》代替 ISO 661:1989《Animal and vegetable fats and oils—Preparation of test sample》;
- d) 用 GB/T 6682—1992《分析实验室用水规格和试验方法》代替 ISO 3696:1987《Water for analytical laboratory use—Specification and test methods》;
- e) 删减国际标准的前言;
- f) 增加了本标准 5.3.2.3 中的注,以适应我国的环境并符合 GB/T 601—2002 的规定。

本标准与 GB/T 5530—1998 的主要技术差异是增加了“热乙醇测定法”,这种方法适用于脂的酸值测定。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出并归口。

本标准起草单位:国家粮食局西安油脂食品及饲料质量监督检验测试中心、北京市粮油食品检验所。

本标准起草人:薛雅琳、张颖、呙琴。

动植物油脂 酸值和酸度测定

1 范围

本标准规定了测定动植物油脂中酸度的方法(两种滴定法和一种电位计法),酸度通常以酸值表示。本标准中热乙醇测定法为参考方法,冷溶剂法适用于浅色油脂。

本标准不适用于蜡。

2 规范性引用文件

下列标准中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

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本标准。

3.1 酸值 acid value

按照本标准规定的方法测定,中和1克油脂中游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数,用毫克每克表示。

3.2 酸度 acidity

用本标准规定的方法测定出的游离脂肪酸含量,用质量分数表示。

注1:当结果写的是“酸度”而又无详细说明时,这个“酸度”通常是用油酸来表示。

注2:当样品含有矿物酸时通常测定脂肪酸。

4 热乙醇测定法

4.1 总则

本方法是适用于脂的酸值测定的参考方法(见第1章)。

注3:在本方法规定的条件下,短碳链的脂肪酸易挥发。

4.2 原理

试样溶解在热乙醇中,用氢氧化钠或氢氧化钾水溶液滴定。

4.3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为分析纯的试剂。所用的水应符合GB/T 6682—1992中三级水的要求。

4.3.1 乙醇:最低浓度为95%乙醇。

4.3.2 氢氧化钠或氢氧化钾:标准溶液的浓度 $c(\text{NaOH} \text{ 或 } \text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.3 氢氧化钠或氢氧化钾:标准溶液的浓度 $c(\text{NaOH} \text{ 或 } \text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.3.4 酚酞指示剂:10 g/L,10 g 的酚酞溶解于1 L 的95%乙醇溶液中。

注4:在测定颜色较深的样品时,每100 mL 酚酞指示剂溶液,可加入1 mL 的0.1%次甲基蓝溶液观察滴定终点。

4.3.5 碱性蓝 6B 或百里酚酞(适用于深色油脂):20 g/L,20 g 碱性蓝 6B 或百里酚酞溶解于 1 L 的 95%乙醇溶液中。

4.4 仪器

实验室常规仪器,以及以下几种:

4.4.1 微量滴定管:10 mL,最小刻度 0.02 mL。

4.4.2 分析天平:精确度参见表 1。

4.5 扦样

所取样品应具有代表性,且在运输和储存的过程中无损坏或变质。

本标准不规定扦样方法,推荐采用 ISO 5555 的方法。

4.6 试样制备

按照 GB/T 15687 制备实验样品,若样品含有易挥发脂肪酸,则不得加热和过滤。

4.7 步骤

4.7.1 称样

根据样品(4.6)的颜色和估计的酸值按表 1 所示称样,装入锥形瓶中。

表 1 试样称样表

估计的酸值	试样量/ g	试样称重的精确度/ g
<1	20	0.05
1~4	10	0.02
4~15	2.5	0.01
15~75	0.5	0.001
>75	0.1	0.000 2

注 5: 试样的量和滴定液的浓度应使得滴定液的用量不超过 10 mL。

4.7.2 测定

将含有 0.5 mL 酚酞指示剂(4.3.4)的 50 mL 乙醇(4.3.1)溶液置入锥形瓶中,加热至沸腾,当乙醇的温度高于 70°C 时,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠或氢氧化钾溶液(4.3.2)滴定至溶液变色。并保持溶液 15 s 不褪色,即为终点。

注 6: 当油脂颜色深时,需加入更多量的乙醇和指示剂。

将中和后的乙醇转移至装有测试样品的锥形瓶中,充分混合,煮沸。用氢氧化钠或氢氧化钾标准溶液滴定(4.3.2 或 4.3.3 取决于样品估计的酸值),滴定过程中要充分摇动。至溶液颜色发生变化,并且保持 15 s 不褪色,即为滴定终点。

5 冷溶剂法

5.1 总则

本方法适用于浅色油脂。

5.2 原理

试样溶解于混合溶剂中,用氢氧化钾乙醇溶液滴定。

5.3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为分析纯的试剂。所用的水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水的要求。

5.3.1 乙醚和浓度为 95%乙醇:1+1 体积混合。

5.7 步骤

5.7.1 称样

根据估计的酸值,按表1所示,采用足够的样品(5.6)量。

称样装入250mL锥形瓶中。

5.7.2 测定

5.7.2.1 将样品(5.7.1)溶解在50mL~150mL预先中和过的混合溶剂(5.3.1)中。

用氢氧化钾溶液(5.3.2)(参见5.7.2.3)边摇动边滴定,直到指示剂显示4.7.2所描述的终点。

5.7.2.2 在酸值<1时,溶液中需缓缓通入氮气流。

5.7.2.3 滴定所需0.1mol/L氢氧化钾溶液(溶液A)体积超过10mL时,改用0.5mol/L氢氧化钾溶液(溶液B)。

5.7.2.4 滴定中溶液发生浑浊可补加适量混合溶剂(5.3.1)至澄清。

6 电位计法

6.1 原理

在无水介质中,以氢氧化钾异丙醇溶液,采用电位滴定法滴定试样中的游离脂肪酸。

6.2 试剂

所用的试剂均为分析纯,所用的水应符合GB/T 6682—1992中三级水的要求。

6.2.1 4-甲基-2-戊酮(甲基异丁基酮):临使用前用氢氧化钾溶液(6.2.2)中和,用pH计(6.3.1)测定。

6.2.2 氢氧化钾标准溶液C:0.1mol/L的氢氧化钾异丙醇溶液,制备方法见制备溶液A的方法(5.3.2)。

6.2.3 氢氧化钾标准溶液D:0.5mol/L的氢氧化钾异丙醇溶液,制备方法见制备溶液B的方法(5.3.2)。

6.3 仪器

实验室常规仪器,及下列仪器:

6.3.1 pH计:备有玻璃电极和甘汞电极。

饱和氯化钾溶液和实验溶液之间用厚度至少3mm的烧结玻璃或瓷质圆盘保持接触。

注9:滴定前将玻璃电极浸在甲基异丁基酮中12h。使用前用滤纸轻轻擦干,测定后立即用甲基异丁基酮、异丙醇、蒸馏水依次冲洗。

注10:如果电极效应欠佳,用1mol/L的盐酸异丙醇溶液浸泡14h,使电极复苏,浸泡过的电极应该用蒸馏水、异丙醇、甲基异丁基酮依次冲洗。

注11:在饱和氯化钾溶液和实验溶液之间用一粗烧结玻璃或瓷质圆盘保持接触,以防止扩散电流和附加电压的产生。

6.3.2 磁力搅拌器。

6.3.3 分析天平,同4.4.2。

6.4 手样

见4.5。

6.5 试样制备

见4.6。

6.6 步骤

6.6.1 称样

称取5g~10g样品(6.5),精确至0.01g,装入150mL烧杯中。

6.6.2 测定

6.6.2.1 用50mL的4-甲基-2-戊酮(6.2.1)溶解样品(6.6.1)。

插入pH计(6.3.1)电极,启动磁力搅拌器(6.3.2),用氢氧化钾溶液(根据估计的酸度,选择6.2.2

8 精密度

联合实验室试验数据见附录 A。对于其他的浓度范围和测试对象来说,这些试验数据可能是不适用的。

8.1 重复性

在很短的时间间隔内,在同一实验室,由同一操作者,使用相同仪器,采用相同方法,检测同一份样品,测出两个独立的结果。当酸度小于或等于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 3%;当酸度大于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 1%。

8.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者,使用不同的仪器,采用相同的方法,检测同一份样品,测出两个独立的结果。当酸度小于或等于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 15%;当酸度大于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 5%。

9 实验报告

实验报告需说明:

- 试样的取样方法;
- 采用的检验方法;
- 获取的结果及结果的表示方法;
- 如检验了重复性,列出结果。

实验报告也应说明所有在本标准中未规定或视为任选的操作细节,以及其他可能已经影响了实验结果的事件。

实验报告还应包括完整识别样品所需的所有信息。

附录 A
(资料性附录)
联合实验室测试结果

采用第4章中的参考方法,进行了具有国际水平的一系列联合实验室测试,每种样品在同一实验室测定了两次,统计结果(按照ISO 5725计算)如表A.1,重复性限和再现性限达到了95%。

表A.1 第1次联合实验室测试结果

油	棕榈仁油	葵花籽油	椰子油	棕榈油	棕榈油	棕榈仁油	棕榈仁油
参加的实验室的数目	23	23	25	12	27	41	41
可接受的结果的数目	22	22	25	10/11	27	39	40
酸度平均值/ (%)	7.26	0.83	1.49	3.11	4.09	6.46	1.72
重复性 r	0.07	0.025	0.025	0.03	0.06	0.07	0.06
再现性 R	0.24	0.075	0.075	0.45	0.18	0.23	0.20

由伦敦食品标准协会(Food Standards Agency, London)组织,采用第4章中的参考方法,进行了有12个国家的实验室参加的进一步测试,结果(按照ISO 5725分析)见表A.2。

表A.2 lampante 初榨橄榄油测试结果

	测试1	测试2
参加的实验室的数目	28	28
实验结果可接受的实验室的数目	26	24
平均值/ (%)	3.80	19.55
重复性标准偏差 S_r	0.03	0.09
再现性标准偏差 S_R	0.12	0.60
重复性限 r	0.07	0.26
再现性限 R	0.33	1.67

由国际橄榄油委员会(International Olive Oil Council, Madrid)组织,采用第4章中的参考方法,进行了一系列的联合实验室测试,结果(按ISO5725分析)见表A.3。

表A.3 橄榄油和高级初榨橄榄油的测试结果

	样品A ^a	样品B ^b
实验结果可接受的实验室的数目	37	39
实验结果不可接受的实验室的数目	0	2
平均值/ (%)	0.604	0.343
重复性标准偏差 S_r	0.012	0.007
重复性变异系数/ (%)	1.92	1.92
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$	0.033	0.018
再现性标准偏差 S_R	0.035	0.019
再现性变异系数/ (%)	5.81	5.50
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$	0.098	0.053

^a 橄榄油(90%高级初榨橄榄油+10%精炼橄榄油),1999年分析。

^b 高级初榨橄榄油,2001年分析。

参 考 文 献

- [1] ISO 5555:1991 动植物油脂——扦样(Animal and vegetable fats and oils—Sampling)
 - [2] ISO 5725:1986 实验方法的精密度——采用联合实验室测试,确定标准方法的重现性和复
 验性(该标准现已撤消,这里用来得出精密度数据)[Precision of test methods—Determi-
 nation of repeatability and reproducibility for a standard test method by interlaboratory tests
(now withdrawn), was used to obtain the precision data]
-