

中华人民共和国国家标准

GB/T 5534—2008
代替 GB/T 5534—1995

动植物油脂 皂化值的测定

Animal and vegetable fats and oils—Determination of saponification value

(ISO 3657:2002, MOD)

2008-11-04 发布

2009-01-01 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

本标准修改采用 ISO 3657:2002《动植物油脂 皂化值的测定》(英文版)。

本标准与 ISO 3657:2002 的主要差异如下:

——油脂试样制备要求按 GB/T 15687(GB/T 15687—1995, eqv ISO 661:1989)。

为了便于使用,本标准进行了下列编辑性修改:

——删除国际标准的前言;

——将“本国际标准”改为“本标准”;

——用小数点“.”代替原文中作为小数点的“,”;

——对有关公式进行了编号。

本标准代替 GB/T 5534—1995《动植物油脂皂化值的测定》。

本标准与 GB/T 5534—1995 相比较的主要变化如下:

——增加了有关试样制备的内容;

——修改了精密度要求。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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归口。

本标准起草单位:武汉工业学院、国家粮食储备局武汉科学研究设计院。

本标准主要起草人:张世宏、何东平、黄小平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5534—1995。

动植物油脂 皂化值的测定

1 范围

本标准规定了动植物油脂皂化值的测定方法。
 本标准适用于精炼动植物油脂和动植物油脂原油。
 本标准不适用于含无机酸的产品,除非无机酸能够另行测定。

2 规范性引用文件

下列文件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 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

皂化值 saponification value

在规定条件下皂化 1 g 油脂所需的氢氧化钾毫克数。

4 原理

皂化值是测定油和脂肪酸中游离脂肪酸和甘油酯的含量。在回流条件下将样品和氢氧化钾-乙醇溶液一起煮沸,然后用标定的盐酸溶液滴定过量的氢氧化钾。

5 试剂

使用的试剂均为分析纯,使用水为蒸馏水或与其相当纯度的水。

5.1 氢氧化钾-乙醇溶液:大约 0.5 mol 氢氧化钾溶解于 1 L 95%乙醇(体积分数)中。此溶液应为无色或淡黄色。通过下列任一方法可制得稳定的无色溶液。

a 法:将 8 g 氢氧化钾和 5 g 铝片放在 1 L 乙醇中回流 1 h 后立刻蒸馏。将需要量(约 35 g)的氢氧化钾溶解于蒸馏物中。静置数天,然后倾出清亮的上层清液弃去碳酸钾沉淀。

b 法:加 4 g 特丁醇铝到 1 L 乙醇中,静置数天,倾出上层清液,将需要量的氢氧化钾溶解于其中,静置数天,然后倾出清亮的上层清液弃去碳酸钾沉淀。

将此液贮存在配有橡皮塞的棕色或黄色玻璃瓶中备用。

5.2 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3 酚酞溶液:($\rho=0.1 \text{ g/100 mL}$)溶于 95%乙醇(体积分数)。

5.4 碱性蓝 6B 溶液:($\rho=2.5 \text{ g/100 mL}$)溶于 95%乙醇(体积分数)。

5.5 助沸物。

6 仪器设备

实验室常用仪器及以下仪器:

6.1 锥形瓶:容量 250 mL,耐碱玻璃制成,带有磨口。

- 6.2 回流冷凝管:带有连接锥形瓶(6.1)的磨砂玻璃接头。
- 6.3 加热装置(如水浴锅、电热板或其他适合的装置):不能用明火加热。
- 6.4 滴定管:容量 50 mL,最小刻度为 0.1 mL,或者自动滴定管。
- 6.5 移液管:容量 25 mL,或者自动吸管。
- 6.6 分析天平。

7 扦样

扦样不是本标准规定的内容,推荐采用 GB/T 5524。
实验室收到的样品应具有代表性,在运输或储存过程中不得受损或改变。

8 试样制备

按 GB/T 15687 执行。
若试样中存在不溶性杂质,应混合均匀后过滤,并在测试报告中注明。

9 操作步骤

9.1 称样

于锥形瓶(6.1)中称量 2 g 试验样品(第 8 章)精确至 0.005 g。
以皂化值(以 KOH 计)170 mg/g~200 mg/g、称样量 2 g 为基础,对于不同范围皂化值样品,以称样量约为一半氢氧化钾-乙醇溶液被中和为依据进行改变。推荐的取样量见表 1。

表 1 取样量

估计的皂化值(以 KOH 计)/(mg/g)	取样量/g
150~200	2.2~1.8
200~250	1.7~1.4
250~300	1.3~1.2
>300	1.1~1.0

9.2 测定

9.2.1 用移液管(6.5)将 25.0mL 氢氧化钾-乙醇溶液(5.1)加到试样中,并加入一些助沸物(5.5),连接回流冷凝管(6.2)与锥形瓶,并将锥形瓶放在加热装置(6.3)上慢慢煮沸,不时摇动,油脂维持沸腾状态 60 min。对于高熔点油脂和难于皂化的样品需煮沸 2 h。

9.2.2 加 0.5 mL~1 mL 酚酞指示剂(5.3)于热溶液中,并用盐酸标准溶液(5.2)滴定到指示剂的粉色刚消失。如果皂化液是深色的,则用 0.5 mL~1 mL 的碱性蓝 6B 溶液(5.4)作为指示剂。

9.3 空白试验

按照 9.2 的要求,不加样品,用 25.0 mL 的氢氧化钾-乙醇溶液(5.1)进行空白试验。

10 结果计算

按式(1)计算试样的皂化值:

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- I_s ——皂化值(以 KOH 计),单位为毫克每克(mg/g);
- V_0 ——空白试验所消耗的盐酸标准溶液(5.2)的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试样所消耗的盐酸标准溶液(5.2)的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准溶液(5.2)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样(9.1)的质量,单位为克(g)。

重复性符合 11.2 要求的,取两次测定的算术平均值作为测定结果。

11 精密度

11.1 实验室间测试

2000 年德国标准化学会(DIN)组织了有 22 个实验室参与的实验室间测试,对每个样品做了两次测定,统计结果见附录 A。

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,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于附录 A 所示重复性限值(r)的情况不超过 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,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 A.1 所示再现性限值(R)的情况不超过 5%。

12 测试报告

测试报告需说明:

- 测试样品所需的所有有关信息;
- 若已知采样方法,则注明;
- 采用的检验方法及引用标准;
- 使用的指示剂;
- 本标准中没有具体说明的或者被认为是可选性的,以及所有可能影响结果的操作细节;
- 测定结果,如果进行了重复性试验,则列出最终结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

8个国家22个实验室对下列样品进行了实验室间测试：

- 椰子油(A)；
- 棕榈油(B)；
- 菜籽油(C)；
- 含中碳链甘油三酯(MCT)的油；
- 60% A与40% MCT的混合物。

在2000年德国标准化学会(DIN)组织了联合测试,对取得的测试结果按照ISO 5725-2进行了统计分析,其结果见表A.1。

表 A.1 测试结果统计分析

项 目	样 品				
	菜籽油(C)	棕榈油(B)	椰子油(A)	60% A+40% MCT	含中碳链甘油 三酯(MCT)的油
参加实验室数	22	22	22	22	20
去除偏离值后的测试实验室数	19	17	20	18	16
对每个样品有测试结果实验室数	38	34	40	36	32
平均值	190.2	199.5	256.8	287.5	334.1
重复性的标准偏差(S_r)	0.7	0.6	0.7	0.7	1.4
重复性的变异系数/%	0.4	0.3	0.3	0.2	0.4
重复性限值(r)	2.1	1.6	2.0	2.0	3.9
再现性标准偏差 S_R	1.8	2.0	4.2	2.4	2.9
再现性变异系数/%	0.9	1.0	1.6	0.8	0.9
再现性限值(R)	5.0	5.7	11.7	6.6	8.0

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524—2008 动植物油脂 扦样.
- [2] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions.
- [3] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动 植 物 油 脂 皂 化 值 的 测 定
GB/T 5534—2008

*

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

*

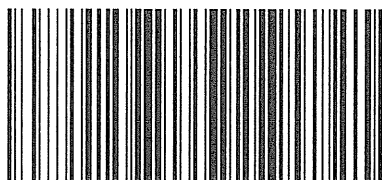
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35460

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 5534-2008