

油脂及其衍生物 的标准分析方法

黎顺兰 翻译

吴伯倬 校对

粮食部陕西油脂科学研究所

全国油脂科技情报中心站

油脂及其衍生物的标准 分 析 方 法

黎顺兰 翻译

吴伯倬 校对

一九八一年·西安

《油脂及其衍生物的标准分析方法》(第一部份)一书是根据英国、美国、加拿大、澳大利亚、法国、德意志联邦共和国等六国的 Pergamon Press 有限公司共同商定,由“理论和应用化学国际协会”(IUPAC)、“应用化学局”、“油脂及其衍生物专门委员会”编辑出版的《STANDARD METHODS FOR THE ANALYSIS OF OILS, FATS AND DERIVATIVES》1979 年版译出的。

全书分两部份:一、油料种籽和果实;二、油和脂,共包括四十六个方法。其介绍的分析项目丰富、全面,方法简明易做,可供油脂生产部门、贸易部门及卫生防疫部门的检化验人员、工程技术人员和科学研究人员阅读、参考,或作为粮食院校师生的参考书。

本书承蒙华侨大学化学化工系吴伯俦副教授校对、粮食部陕西油脂科学研究所吴艳霞工程师在技术上给予校对。翻译过程中还得到付梅轩工程师的帮助,在此一并致谢。

原书第六版序言

理论和应用化学国际协会出版的这本书内容包括：“油脂及其衍生物委员会”已经采用和编辑的分析方法，即：一、油料种籽和果实；二、油和脂。该委员会不久将出版另一些分析方法，作为本书的第二部份。

已经修订的这个版本包括了最新的内容，并与国际标准化协会推荐的方法相一致。

这本书是油脂及其衍生物委员会继前五版出版的第六版本。第一版出版于一九三〇年，第二版一九三八年，第三版一九四八年，第四版一九五四年，而第五版一九六四年。第一、二、三版只有法文版，第四、五版都有英、法文两种版本，若有出入，以法文为准。现在的第六版只有英文版，准备翻译成其它别的译本，法文译本不久即可出版。

在第五版中的某些章节因为已经过时故有所删略。本版的编目顺序，比第五版的编目更好，因为它为以后在合理的地方编进新的内容留有余地。

需要指出，所有的方法都是在共同研究、协作试验并已取得一致结果的基础上才选用的。

警告

有些试验要用易燃的或有毒的溶剂，在这种情况下，应该遵守操作这些溶剂的安全规程。试验步骤必须在通风良好的室内，或最好在通风橱内完成，防止实验室工作人员遭到有毒的溶剂蒸汽的影响。

目 录

一、油料种籽和果实

1.001. 分析样品的制备	(1)
----------------	-----

(一) 物理特性的测定

1.101. 杂质的测定	(2)
--------------	-----

1.111. 研磨	(4)
-----------	-----

(二) 油料种籽和果实的分析

1.121. 水份及挥发物含量的测定	(6)
--------------------	-----

1.122. 含油量的测定 (萃取法)	(8)
---------------------	-----

(三) 从油料种籽和果实中萃取之油的分析

1.151. 油的酸度的测定	(12)
----------------	------

二、油和脂

2.001. 样品的制备	(13)
--------------	------

(一) 物理特性的测定

2.101. 比重的测定	(14)
--------------	------

2.102. 折光指数的测定	(18)
----------------	------

2.103. 色泽的分光光度测定法	(21)
-------------------	------

2.121. 不溶于水脂肪酸凝固点的测定	(25)
----------------------	------

(脂酸冻点测定法)	(25)
-----------	------

2.131. Bömer 值 (B.V.) 的测定	(36)
---------------------------	------

2.132. 脂肪冷却曲线的测定	(43)
------------------	------

2.141. 脂肪膨胀度的测定	(47)
-----------------	------

(二) 化学特性的测定

- 2.201. 酸值 (A.V.) 和酸度的测定 (58)
- 2.202. 皂化值 (S.V.) 的测定 (65)
- 2.203. 酯值 (E.V.) 的测定 (71)
- 2.204. 挥发性酸的测定 (Reichert-Meissl, Polenske 和 Kirschner 值) (72)
- 2.205. 碘值 (I.V.) 的测定 (80)
- 2.206. 含有两个和三个双键不饱和脂肪酸的紫外分光光度测定法 (88)
- 2.207. 孤立双键的反式不饱和化合物含量的测定——红外分光光度法 (95)
- 2.208. 用薄层分离法和气-液色层分离法测定反式十八碳烯酸 (101)
- 2.210. 油脂的甘油三酸酯中第二个位置上脂肪酸的测定 (106)
- 2.241. 羟基值 (OH.V.) 的测定 (114)
- 2.251. 环氧基中氧的测定 (117)

(三) 主要组份的测定

- 2.301. 脂肪酸甲酯的制备 (119)
- 2.302. 脂肪酸甲酯的气-液色层分离法 (131)
- 2.321. 用柱型色层分离法测定甘油一酸酯、甘油二酸酯和甘油三酸酯 (140)
- 2.322. 甘油一酸酯的测定 (148)

(四) 其它天然组份的测定

- 2.401. 不皂化物的测定 (151)
- 2.402. 用地芫皂化物定性检验和测定总甾醇 (159)

- 2.403. 用气-液色层分离法鉴定和测定甾醇 (164)
- 2.421. 磷的测定 (171)
- 2.422. 生亚麻油磷酸试验 (PAT) 值的测定 (174)

(五) 品质和稳定性的测定

- 2.501. 过氧化值 (P.V.) 的测定 (179)
- 2.502. “氧化酸”的测定 (不溶解法) (181)
- 2.504. p-茴香胺值 (p-A.V.) 的测定 (185)
- 2.505. 根据紫外分光光度测定法验证纯度
和变质 (188)
- 2.506. 稳定性的测定
(改良 “Swift test” 法) (191)

(六) 杂质和添加剂的测定

- 2.601. 水份及挥发物的测定 (196)
- 2.602. 水的测定 (共沸蒸馏法) (197)
- 2.603. 少量水的测定
(改良 Karl Fischer 法) (200)
- 2.604. 不溶性杂质的测定 (204)
- 2.605. 灰份含量的测定 (207)
- 2.621. 丙基、辛基和十二烷基羧酸盐, 丁化羟基
苯甲醚和丁化羟基甲苯的检定 (208)
- 2.622. 丁化羟基苯甲醚和丁化羟基甲苯
的测定 (213)

一、油料种籽和果实

1.001. 分析样品的制备 (第五版: 方法见 I.A.1)

1. 目的

这个标准, 叙述从油料种籽和果实的实验室样品到获得分析样品的方法步骤。

2. 适用范围

适用于所有的油料种籽和果实。

3. 定义

实验室样品: 实验室接收的, 处于制备状态的样品。

试验样品: 用于分析的, 处于制备状态的样品。

试样: 从试验样品中分出的 (如果一样的话也可从实验室样品中分出), 作为分析用的部份。

4. 要点

用适宜的方法从缩减了的样品 (实验室样品) 中制备试验样品, 如果必要的话, 在除去大块杂质后, 用分样器小心将实验室样品分至使最终的试验样品能真正代表该批的实验室样品。

5. 仪器

5.1. 分样器: 四等分分样器、圆锥形分样器, 或其它能保证实验室样品能均匀分配到试验样品的分样器。

6. 实验室样品的分样

将大块杂质分出并称重, 如果必要的话, 可尽量将实验室样品仔细混匀, 并用适合于油料品种的分样器 (5.1) 逐

步分样，至获得近似于表 1 中所示的量：

表 1

油 籽 或 果 实 的 种 类	各试验样品的最低量(克)
椰子、油橄榄	1000
蓖麻籽、棕榈仁、花生	600
牛油树坚果、葵花籽、大豆、棉籽	500
亚麻籽、油菜籽、rubsen、罂粟、芥籽、芝麻	200

注：未列入上表的油籽，其最低用量应与上述颗粒大小相近的油籽的用量相同。

(一) 物理特性的测定

1.101. 杂质的测定 (第五版：方法见 I.A.2)

1. 目的

这个标准叙述一种用于测定油料种籽和果实中杂质的方法，并规定了杂质的各种类型。

2. 适用范围

适用于所有的油料种籽和果实。

3. 定义

所谓杂质指的是除了油料种籽或果实的基本物质以外所有的无机和有机夹杂物。

下列各项可视为杂质：

一能通过 5.1. 中所述的筛，这样的细小颗粒。

一大的不含油的夹杂物 (木屑、石块、金属碎片) 和油

籽中的某些部份（脱落的或附着于油料的皮壳、碎片）。

一混杂油籽，即油籽基本品种以外掺入的其它油籽。

4. 要点

用筛选或拣出的办法，将杂质分成三种类型：细小的杂质、不含油的杂质和含油杂质，并测出各类杂质的量。

5. 仪器

5.1. 圆孔筛，孔径以毫米计：

椰子	2.0
小粒油籽（亚麻籽、油菜籽……等）	0.5
其它油籽	1.0

5.2. 镊子，或其它合适的工具。

6. 步骤

所用的试样是根据方法 1.001. 中所获得的分析样品。

将试样称重，精确度至少达到 0.1%。

测定杂质时，应尽快完成，避免水份含量发生变化。

6.1. 细小的杂质

正确选用 5.1. 中的标准筛，定量地将试样中的细小杂质分出，收集并精确称量至 0.01 克。

6.2. 大的不含油杂质

经 6.1. 处理后，用镊子(5.2.)夹出留在筛上物中大的不含油的杂物。必要时，可将粘附在油籽上的荚壳拆下，精确称量至 0.01 克。

6.3. 混杂油籽

用镊子(5.2.)将含油杂质夹出，精确称重至 0.01 克(见注意事项 1)。

6.4. 对于小粒油籽

如若需要，小粒油籽中杂质的测定包括：

a. 对总的试验样品：

一颗粒大于油籽杂质（可能有大的外来掺杂的油籽）的测定，则将全部的试验样品用筛子过筛，使油籽通过筛子，而与掺入的杂油籽分开。

一灰尘的测定，需借助于一个油料通不过的筛子。

b. 对试验样品中不少于 10 克的一份试样：

一拣出与油籽大小相近的不含油灰尘和外来掺杂的油籽。

7. 结果表示

各类杂质的含量，以重量百分数计，列于表 2 中。

含量超过 0.5% 时，测定结果应表示到小数以后第二位；含量超过 0.5% 则应表示到小数以后第一位。

8. 注意事项

1. 有些油料则不容易分开，例如十字花科油料。

1.111. 研磨（第五版：方法见 I.A.3）

1. 目的

这个标准对油料种籽和果实的研磨作了一般的规定。

2. 适用范围

适用于所有的油料种籽和果实。

3. 要点

为了使下面的各个分析获得有代表性的试样，需将实验室样品研磨成细料（料粒的最大尺寸不能超过 2~3 毫米），但应避免将样品研成细末以至发热和水份显著损失。

4. 仪器

4.1. 机械碾碎机，该机应容易清理，适合于各种油料

的分析, 并且能在不产生热或使水份和油份显著损失的情况下进行研磨。

表 2

	重量(克)	含 量(%)
试 样	m_0	
总 灰 尘 量	m_1	$P = \frac{100m_1}{m_0}$
总灰尘中含油量 (按方法 1.122 测定)		h
净籽中含油量 (按方法 1.122 测定)		H
不含油的灰尘量		$P_s = P \left(1 - \frac{h}{H}\right)$
籽粒上的灰尘量		$P_G = P - P_s$
大的不含油杂物	m_2	$I_n = \frac{100M_2}{m_0}$
含 油 杂 质	m_3	$I_0 = \frac{100m_3}{m_0}$
总的不含油杂质		$I_s = P_s + I_n$
总 杂 质		$I_T = P_s + I_n + I_0$

4.2. 机械刨擦机, 如果没有这种仪器, 可用手刨。

5. 步骤

5.1. 椰子

用机械刨擦机 (4.2) 刨擦实验室样品, 如果没有刨擦

机，可用手刨。如用手刨，便不能刨实验室样品的总量，而应尽量刨有代表性的次级样品。

为此，要考虑到大小和色泽不同的颗粒。刨出的料粒应比 2 毫米长，但不应超过 5 毫米。

将刨好的样品仔细混匀，并迅速进行测定。

5.2. 中等籽粒的油料（如：葵花籽、花生、大豆）

用机械碾碎机（4.1）研磨预先已仔细清选过的试验样品，使颗粒本身最长部份不大于 2 毫米，将研磨的开始部份（约样品的二十分之一）去掉，收集剩余的部份，仔细混匀，并迅速进行测定。

5.3. 小粒油籽（如：亚麻籽、油菜籽）

对小粒油籽不需要用机械碾磨机研磨，只要将样品仔细混匀就可以进行测定。

（二）油料种籽和果实的分析

1.121. 水份及挥发物含量的测定（第五版：方法见 I.B.1）

1. 目的

这个标准叙述油料种籽和果实中水份及挥发物含量的测定方法。

2. 适用范围

适用于所有的油料种籽和果实。

3. 定义

油料种籽和果实在下边所规定的操作条件下，经 103°C 的加热处理，本身所失去的重量，就是油料种籽和果实中水

份及挥发物的含量。按来样，包括杂质在内可用油料的重量百分比来表示。

必要时，纯籽（即已去除杂质和油灰）中水份及挥发物含量也要写在报告中。在这种情况下，化验证上应标明“纯籽的水份及挥发物的含量”。

4. 要点

将按方法 1.111. 所得试样在调到 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中加热。

5. 仪器

5.1. 直径为 7 厘米、高 3 ~ 4 厘米带盖的金属匣。

5.2. 电烘箱，温度可调到 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.3. 干燥器，装有高效干燥剂。

6. 步骤

在预先称过皮重带盖的金属匣中，称取 5 ± 0.5 克刨好的 (1.111.5.1) 椰子，或 (1.111.5.2) 中等籽粒油料的细粉，或 5 ~ 10 克整颗小籽粒油料，精确到 0.001 克。

揭开匣盖，放入已调节至 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内，烘 3 小时。

打开烘箱并立即将匣盖盖好，置于干燥器 (5.3) 中冷却，然后进行称重。

再烘 1 小时，取出冷却并称重。

如果两次称重相差小于 5 毫克，就可以停止操作。否则，应当继续加热，每次 1 小时，直至两次称重相差小于 5 毫克为止。

以上进行两个平行试验。

7. 结果表示

水份及挥发物含量的重量百分数可按下式计算：

$$\frac{100m}{m_0}$$

其中， m ：失重克数，按最后测出的重量计；

m_0 ：试样的克数。

结果记录，取到小数后一位。

取两次测定的算术平均值作为测定的结果。

1.122. 含油量的测定——萃取法（第五版：方法见 I.B.2）

1. 目的

这个标准叙述用于测定油料种籽和果实中含油量的萃取方法。

2. 适用范围

适用于所有的油料种籽和果实。

3. 定义

在下面所规定的操作条件下，油脂是被萃取出的全部物质。

含油量按来样是用油料的重量百分数表示的，包括杂质在内。

如果需要，也可用纯籽（即已去除杂质和灰尘）的百分数表示含油量。在这种情况下，化验证上应标明“纯籽中的含油量”。

4. 要点

油的萃取是在一适当的仪器和用正己烷作溶剂来进行的，如果没有正己烷可使用石油醚。

5. 仪器

5.1. 使用适合的抽提器，备有 250 毫升的抽提瓶和电热浴。

5.2. 烘箱。

5.3. 抽提滤纸筒和脱脂棉。

5.4. 微型研磨机，如果没有，可用研钵和研杵。

5.5. 干燥器。

6. 试剂

6.1. 正己烷，如果没有，可用沸点为 $50\sim 70^{\circ}\text{C}$ ，溴值小于 1 的石油醚代替。这两种溶剂完全蒸发后的残留物不应超过 0.002 克/100 毫升。

6.2. 预先干燥好的沸石，其颗粒大小约 $3\sim 4$ 毫米。

6.3. 砂子，应预先用盐酸洗涤并经灼烧（如果不用微型研磨机）。

7. 步骤

7.1. 试样的制备

试样取自按方法 1.111 制备的试验样品。

称取约 10 克以下的样品，精确至 0.01 克：

——对椰子来说，是按方法 1.111.5.1 刨好的料。

——对中等籽粒的油料来说，是按方法 1.111.5.2 研磨的细粉。

——小籽粒油料本身就是试验样品。

用微型研磨机(5.4)研磨小籽粒油料的试样，然后用角匙移至抽提滤纸筒(5.3)内，在研磨及移入筒内时，应小心勿使样品损失。微型研磨机盛料钵、角匙或研钵、研杵中剩余的油渍，需用浸过溶剂(6.1)的一小块脱脂棉花(5.3)揩擦干净，一并放入抽提滤纸筒内。