

謝勁松編



油脂工業檢驗手冊



輕工業出版社

油脂工業檢驗手冊

謝勁松 編

輕工業出版社

1959年•北京

內 容 介 紹

在油脂工業中，如何正確地評定油料的價值和等級以便進行合理的加工和保管；在生產過程中如何正確地進行科學管理來加以控制；對於所制得產品是否符合質量規格和滿足用戶的要求，這些都必須依靠檢驗加以確定。本手冊就是為提供這些檢驗方法而編寫的。

本書內容，包括有：油料檢驗、油脂品檢驗、肥皂檢驗、甘油檢驗、以及加工過程中常配用的化學品檢驗等六個部份；每個部份可列舉的各項測定方法，都作了比較詳細的介紹。最後，還介紹了幾種在檢驗過程中，常用的試劑和溶液的配制方法。總之，書中介紹的項目比較豐富、較全，所述的方法明確易懂，這些方法，一般說來，操作簡便、易于掌握。

本書適用於油脂生產部門及貿易部門的檢驗人員、一般工程技術人員和科學研究人員等閱讀或參考。

油脂工業檢驗手冊

謝勁松 編

*

輕工業出版社出版

(北京市廣安門內白廣路)

北京市書刊出版業營業許可正出字第099號

北京市印刷一廠印刷

新華書店發行

*

850×1168 公厘 32開 6色印張·150,000字

1959年4月第1版

1959年4月北京第1次印刷

印數：1—4,300 定價：(10)1.06元

統一書號：15042·590

目 录

一、油料的檢驗	7
(一) 油料的取样	7
1. 棉籽的取样	7
2. 花生仁的取样	9
3. 大豆的取样(菜籽、芥粉、芝麻及蓖麻籽)	10
4. 椰子干的取样	10
(二) 雜質的測定	11
(三) 水份及揮發物的測定	12
(四) 棉籽含油(粗油)量的測定	13
(五) 棉籽含仁率及籽仁含油率的測定	16
(六) 含油率的快速測定法	17
(七) 氮及蛋白質含量的測定	26
(八) 籽仁內油脂酸价的測定	28
(九) 棉籽含短絨量的測定	30
二、油脂的檢驗	32
(一) 油脂的取样	32
(二) 油脂中水份及揮發物的測定	35
(三) 水份的測定——蒸餾法	38
(四) 干性油內水份和揮發物含量的測定	39
(五) 不溶性雜質的測定	40
(六) 折光指數的測定	42
(七) 熔點的測定	44
(八) 透明度的檢驗	46
(九) 冷凍試驗	46
(十) 比重的測定	47
(十一) 油脂色澤的測定	49
(十二) 加熱析出物的測定	52
(十三) 皂化价的測定	53

(十四)游离脂肪酸与酸价的测定	55
(十五)碘价的测定	57
(十六)羧基值和酯值值的测定	66
(十七)不皂化物的测定	68
(十八)炼油损耗率的测定	70
(十九)油脂的脱色试验	72
(二十)脂肪酸凝固点的测定	73
(二十一)硫氰酸值的测定	75
(二十二)液体脂肪酸及固体脂肪酸的测定	81
(二十三)氧化脂肪酸的测定	83
(二十四)过氧化物值的测定	87
(二十五)可溶性脂肪酸的测定	87
(二十六)不溶性脂肪酸[海纳(Hehner)值]的测定	89
(二十七)可溶性挥发脂肪酸的测定	89
(二十八)油脂快速皂化和皂色的检验	91
(二十九)油脂内溶有少量钠皂的测定	92
(三十)豆油中磷脂含量的测定	93
(三十一)棉酚的检验	95
(三十二)桐油纯度的试验——碘冻试验	97
(三十三)桐油品质的检验——华氏叠合试验	98
[附]: β -型桐油的检验	
(三十四)油脂的掺杂试验	99
三、油脂副产品的检验	104
(一)油饼、油粕及饼粉的取样	104
(二)油饼内水份和挥发物的测定	105
(三)油饼残油率的测定	106
(四)油饼含氮量及蛋白质的测定	107
(五)油饼内灰份与砂礫含量的测定	108
(六)皂脚内中性油含量的测定	109
(七)皂脚内含脂肪酸总量的测定	110
四、肥皂的检验	113
(一)肥皂的取样	113

(二) 水份及揮發物的測定	114
(三) 水份的測定——蒸餾法	115
(四) 脂肪酸含量的快速測定法——蜡餅法	117
(五) 未皂化物和皂化物的測定	118
(六) 皂化物的測定	120
(七) 氯化物的測定	121
(八) 酒精可溶物和酒精不溶物的測定	122
(九) 游离碱的測定	124
(十) 甘油含量的測定——過碘酸法	125
(十一) 松香酸含量的測定	127
(十二) 肥皂中硅酸鈉含量的測定——重量法	129
(十三) 肥皂中硅酸鈉含量的快速測定——容量法	131
(十四) 磷酸鹽含量的測定	133
(十五) 硫酸鹽含量的測定	135
(十六) 焦磷酸鈉含量的測定	136
五、甘油的檢驗	139
(一) 粗甘油的取樣	139
(二) 灰份、碱、酸及氯化鈉含量的測定	140
(三) 在160°C 時總殘渣及有機殘渣含量的測定	144
(四) 甘油含量的測定——重鉻酸鉀法	146
(五) 甘油含量的快速測定——過碘酸鉀法	148
(六) 用醋化法對甘油含量的測定	150
(七) 用比重法對甘油含量的測定	153
(八) 氯根的檢驗	161
(九) 硫酸根的檢驗	161
(十) 甘油色度的檢驗	162
(十一) 酸鹼性的檢驗	163
(十二) 脂肪酸與酯類的檢驗	163
(十三) 丙烯醛、葡萄糖與銨鹽的檢驗	164
(十四) 鐵鹽的檢驗	164
(十五) 銀还原物的檢驗	165
(十六) 易炭化物的檢驗	165

(十七) 砷鹽的檢驗	166
(十八) 丙烯醛及葡萄糖的檢驗	168
(十九) 鉄鹽的檢驗	168
(二十) 銅鹽的檢驗	169
六、常用化學品的檢驗	170
(一) 燒碱(氫氧化鈉)的分析	170
(二) 碳酸鈉的分析	172
(三) 硅酸鈉(泡花碱)的分析	174
(四) 液体硅酸鈉(泡花碱)的快速分析法	175
(五) 三氯化鉄的分析	178
七、常用試劑及标准溶液的配制	180
(一) 常用試劑的配制	180
(二) 标准溶液的配制	181
(三) 指示剂的配制	183
附录	184
1. 油脂的理化性能及常数表	184
2. 五种植物油产品标准	188
3. 工業用油輸出标准	189
4. 油餅的标准	190
5. 比重、波美(Be°)与推得尔(TW)对照表	192
6. 氫氧化鈉(燒碱)溶液的濃度与含量对照表(15°C)	193
7. 氫氧化鉀溶液濃度与含量对照表(15°C)	194
8. 碳酸鈉溶液的濃度与含量对照表(15°C)	196
9. 碳酸鉀溶液的濃度与含量对照表(15°C)	197
參考資料	

一、油料的檢驗

(一) 油料的取样

由于油料的生長地区、品种、处理过程和保管情况的不同，所以品質的优劣，相差極大。品質好的油料，油份和蛋白質的含量高，水份、雜質的含量和酸价均低，所以在提取油脂时，出油率高，油和餅的質量好。这种油料易于保管，加工时也容易控制。品質差的油料，例如含油量低的，出油率就低；蛋白質含量低的，餅的質量便差；水份高的就容易霉爛發热，不易保管，应根据檢驗結果，提前加工或进行干燥处理；雜質过多的油料，在加工的前一阶段，要考虑增加篩分的措施。所以油料的檢驗，对合理决定油料的等級、評定油料的价格和提供加工及保管的条件等都有重要的意义。而且在油脂制备（油料加工）工厂中，要核算出油效率或作出用料平衡，也需要对油料的質量进行准确的檢驗。

油料的种类很多，檢驗时取样的工具和方法也各有不同，油料的取样方法正确与否，对檢驗結果有很密切的关系。本書仅選擇棉籽、花生仁、大豆和椰子干的取样方法分別作了叙述，其他顆粒狀的油料，例如菜籽、芥籽、芝蔴和蓖蔴籽等，均可參照大豆的取样方法办理。

1. 棉籽的取样

(1) 工具：

①螺旋形取样器：將闊为 $\frac{3}{8}$ 吋厚为 $\frac{5}{32}$ 吋的鋼板，卷成一直徑为 3 至 4 吋的中空螺旋形取样器（圖 1），螺距約为 2 吋，全長約为 42 吋。

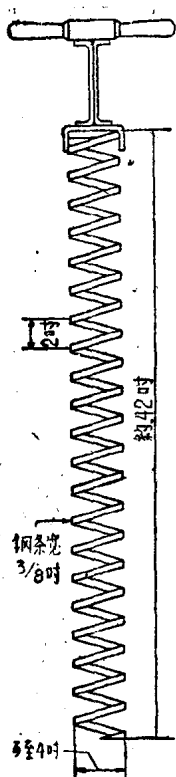


圖 1 棉籽取样器

②可裝棉籽 10~15 公斤，并能密封的容器 1 个。

③可裝棉籽 1 公斤的容器若干。

④可称 5~10 公斤的磅称一台。

⑤粗天秤 1 台。

(2)粗样的采取：

①舟車散裝棉籽，在未卸貨前的取样，可先假設分为四等分，在每分的中心挖一深約 10~30 吋的孔，向四周及中央揀取样品 10 次以上，取出的样品迅速裝在密封的容器內，以防水份增減，取約 10~15 公斤为止，并应在容器上註明数量、来源、品种、揀取日期等項目。

②袋裝的棉籽，可从麻袋堆的等分位置任选出 10~20% 袋，拆开袋口，用螺旋取样器每袋揀取一次并將样品迅速裝在可密封的容器內。

(3)細样的制备：

將取得的粗样用手充分拌勻，并將結团的棉籽拉开，放在潔淨的白紙上，用四等分法連續等分至每份样品約为 1 公斤为止。

粗样內的杂质，可先用平篩篩去，并用磅称及天秤分別称出粗样和杂质的重量，再計算出篩去的杂质的百分率。分出的杂质，也可以与棉籽分別用相同次数的四等分法分开后，將棉籽与杂质一併裝在一公斤容器內供檢驗用。

(4)計算：

$$\text{篩去的杂质}\% = \frac{\text{杂质的重量}}{\text{样品的重量}} \times 100.$$

2. 花生仁的取样

(1) 工具:

①袋裝取样器 是用直徑約 2 吋，長約 50 吋一头尖的鋼管或鋁管制成，中間有一條闊約 1 吋長約 40 吋的隙縫(如圖2)。

②天秤一台，容器若干个。

(2) 取样方法:

將取样器以水平方向，隙縫向上，插入麻袋中揀取，然後取出，再將取出的生仁裝入容器內。取样的数量，以每 10 袋取 1~2 袋为合适，袋数过多时，取样的百分率可略少，袋数

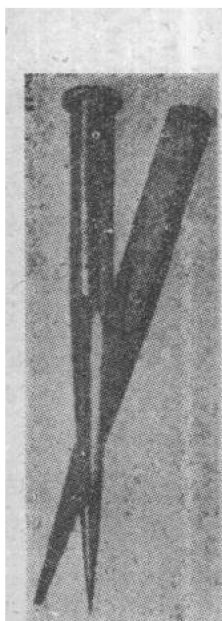


圖 2 袋裝取样器

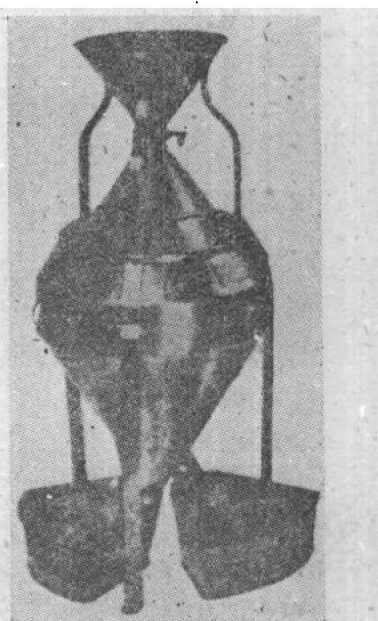


圖 3 籽仁分样器

少时，取样的百分率应略多。

用四等分法分成細样若干份供檢驗用。

3. 大豆的取样(菜籽、芥粉、芝麻及蓖麻籽)

(1) 工具:

① 套管取样器 为全长约 60 吋的空心铁管，中间有一套管可以转动，内外两管的中間均有 $\frac{1}{8}$ 吋闊的隙縫，取样时油料可从隙縫中进入，將內套管转动封閉后再取出籽仁(油料)放至容器內。

② 袋裝取样器。

③ 分样器 (如图 3) 样品从中間交叉的空隙內，分兩路排出。

(2) 取样方法:

① 采取粗样的手續与花生仁的取样方法相同。

② 用分样器將粗样分成細样若干份，密封在 1 公斤的容器內，供檢驗用。

4. 椰子干的取样

(1) 工具:

① 小刀或鑿子。

② 容量为 2~3 公斤的可封閉的容器。

③ 粗天秤。

(2) 取样方法:

因为椰子干不是顆粒狀的油料，所以不能用一般的揀样器取样。散裝或袋裝的椰子干，可从总件数的 1% 或等分的位置中，任意取出椰子干一塊或数塊，用小刀在每塊上切下一小片，裝在可密封的容器內，將取得的总样拌勻后，用四等分法分至每份的重量約为 1 公斤，分裝在样品瓶內供檢驗用。

註: (1) 油料取样时，最应注意的是尽可能避免水份的损失，在气候过份潮湿的条件下，也要防止水份的增加。

(2) 用四等分法分取样品时，应注意油料中的杂质必需要以相同的比例。

分離在檢驗的样品中。

(二) 雜質的測定

本法以測定的雜質，是指样品中除籽仁以外的固体夾雜物，例如砂礫、泥土以及与样品名称不同的其他籽仁和雜質。

1. 所用儀器：

①天秤。

②籽仁混和器。

③篩子。

④可以封閉的容器，以存放測定雜質后的样品，供檢驗其含油量、蛋白質及游离脂肪酸用。通常可用容積為500毫升的廣口玻璃瓶。

2. 測定手續：

①準確稱取样品約1000克左右，用篩子篩去可能通過的細小雜質，然後倒在潔淨的平板或白紙上，用銹子將砂礫、泥土及其他雜質分開后，再稱純淨籽仁的重量。

②將純淨的籽仁放在混和器內，經充分搖動，使籽仁混和均勻，倒在潔淨的紙上，用四等分法分成四份。

③將四等分后的样品，取對角部份，分裝在兩個容器內，一份供檢驗含油量及蛋白質用，另一份保存備查。

3. 計算：

①雜質的含量(%)

$$= \frac{(\text{样品的重量} - \text{純淨籽仁的重量}) \times 100}{\text{样品的重量}}。$$

②如果在原样制备成化驗样品時已有一部份雜質除去，應計算出原样內含雜質的总量。

$$\text{原样內含雜質的}\% = FM + \left[(100 - FM) \times \frac{fm}{100} \right]$$

式中： FM 是制备化驗样品前測得的雜質含量（%）；

fm 是化驗样品中測得的雜質含量（%）。

註：（1）为了节省檢驗時間和减少水份的損失，花生和大豆的样品重量可減少至500克，棉籽样品可減少至100克，菜籽和芝麻等样品可減少至50克。

（2）供檢驗水份、含油量及蛋白質的样品，可以从磨碎的原样中称取，檢驗雜質以后的純淨籽仁可不再保留。

（三）水份及揮發物的測定

1. 所用仪器：

（1）天秤；（2）烘箱；（3）干燥器；（4）有盖的鋁質水份測定皿或玻璃称量瓶。

2. 測定手續：

（1）在測定水份的器皿內，迅速准确地称取預先准备好的样品兩份，每份样品的重量为：

棉籽 5~10克……………磨碎的花生仁約50克

菜籽或芝麻 5~10克……………磨碎的大豆約10克

（2）將水份測定皿的盖打开，一同放入烘箱內烘干。

第一次烘干的溫度和時間如下：

样品名称	溫度	時間（小时）
棉籽	101°C	12~16
磨碎的大豆	130±3°C	3
磨碎的花生仁	130±3°C	3
菜籽	105°C	3
芝麻	105°C	3
磨碎的棉籽	105°C	3

（3）第一次烘过后，取出放在干燥器內，冷却后称重，再放入烘箱內用相同的溫度烘半小时，再取出放在干燥器內，冷却后再称重，經2~3次干燥，直至恒重为止，失去的重量，就作为样品中所含水份及揮發物的重量。

3. 計算：

$$\text{水份及揮發物}\% = \frac{\text{失去的重量} \times 100}{\text{樣品的重量}}$$

註：含干性油或半干性油的籽仁，在一般烘箱內由於氧化作用，有增加重量的趨勢，所以最好用真空烘箱。

(四) 棉籽含油(粗油)量的測定

含油量的多少，是判別油料質量優劣的重要指標之一，借此可考慮合適的加工工藝、預計加工後的出油率和評定籽仁的價格，對油餅內殘油率的測定，是檢查加工過程中出油效率高低的重要技術經濟指標。

在粗油中，除了由飽和脂肪酸及不飽和脂肪酸組成的酯類（油脂）外，還可能有游離脂肪酸、蠟、磷脂及許多其他物質（如烴、醇、酮、揮發性的酯、含硫化合物、有機酸、樹脂及色素等）存在。

含油量的測定，大都是用有機溶劑來處理樣品，在現有的萃取（抽提）法中，可以用溶劑將樣品中的油脂實際上全部提取出來，將提出物中的溶劑全部蒸去以後，稱得殘余物的重量，就算作粗油的重量。

1. 所用儀器：

(1) 勃氏 (Butt) 油脂抽提器 (如圖 4) 或索氏 (Soxhbt) 油脂抽提器 (如圖 5)。

(2) 烘箱。

(3) 濾紙筒及濾紙

(4) 脫脂棉。

(5) 可封閉的容器 (或樣品瓶)。

(6) 棉籽熏蒸器 (如圖 6)。

(7) 樣品磨細器。

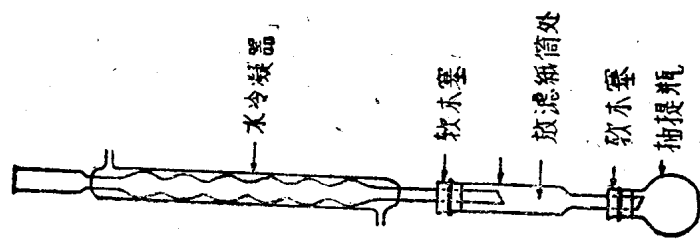


圖 4 勃氏油脂抽提器

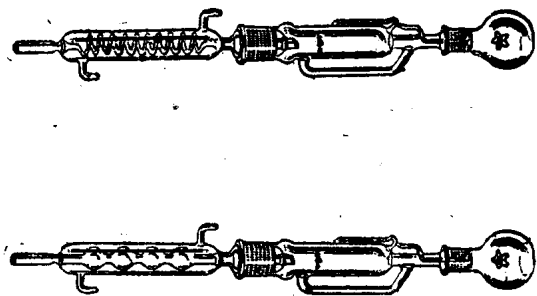


圖 5 索氏油脂抽提器

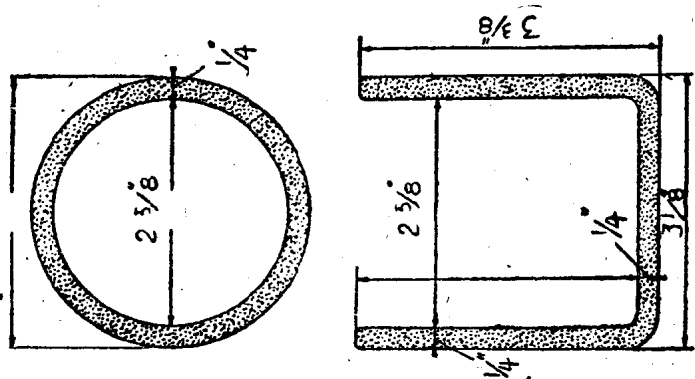


圖 6 棉籽熏蒸器

2. 溶剂:

(1) 乙醚、(2) 石油醚或苯 (我国测定棉籽的含油量, 多用乙醚为溶剂)。

3. 样品的制备:

(1) 在测定棉籽含油量之前的准备工作, 最重要的是尽量避免暴露在空气内, 以防止发生氧化现象, 准备好的样品, 应立即化验, 不宜过份迟缓。

(2) 称取充分混和的样品约 60 克, 在 $130 \pm 3^{\circ}\text{C}$ 下烘 2 小时。

(3) 用盐酸 (比重 1.19) 1.5 毫升, 加入至空的熏蒸器内, 此盐酸应均匀地被吸收在熏蒸器的四周及底部, 但不应有酸滴存在。

(4) 将烘过的棉籽, 放在准备妥当的熏蒸器中, 用表面皿或陶土板盖好, 放入烘箱内烘 1 小时, 渐渐增加烘箱的温度, 但不可超过 115°C , 使棉绒松脆而不枯焦。

(5) 用磨粉器将盐酸处理后的棉籽全部磨细, 打开磨粉器, 将剩留在器内的粉末小心刷下, 一併装入样品瓶内。

(6) 使样品充分混和后备用。

4. 测定含油量的手續:

(1) 准确称取磨细的样品 4~5 克, 装在滤纸筒里, 或用两张滤纸仔细地包好, 最重要的是防止样品漏出。第二张滤纸的开口处或滤纸筒的上口应加脱脂棉少许, 使溶剂滴下后可以分佈均匀。

(2) 将已包好的样品, 装入油脂抽提器内。

(3) 装好抽提器及已知重量的抽提瓶, 并加入适量的溶剂。

(4) 在水浴、电热板或灯泡上加热, 所用的温度, 使溶剂从冷凝管滴下的速率以每分钟至少 150 滴为宜。

(5) 由于蒸发而损失的溶剂应适当补充, 继续抽提 4 小时。

(6) 冷却后, 取出抽提过的样品, 回收溶剂。

(7) 至大部分溶剂回收后, 取下抽提瓶, 在水浴上将溶剂

蒸干，并放在烘箱里烘至恒重为止，取出放在干燥器内，冷后称重。

(8)测定磨细后样品的水份。

5. 計算：

$$\text{磨細样品的含油量, \%} = \frac{\text{抽得油脂的重量} \times 100}{\text{样品的重量}}$$

$$\text{原样品的含油量, \%} = \frac{F \times (100 - \text{原样品的水份\%})}{100 - \text{磨細样品的水份\%}}$$

式中 F = 磨細样品的含油量。

(五)棉籽含仁率及籽仁含油率的测定

1. 所用仪器和溶剂：

本法除不用熏蒸器外，其余所用的仪器和溶剂均同棉籽含油量的测定。

2. 测定手續：

(1)样品的准备：取测定杂质以后的样品，放在潔淨的紙上，充分拌和，用四等分法分取对角的样品，直至每份的重量約为15克左右为止，以对角二份，分別作含仁量的测定，一份作棉籽水份的测定，另一份作棉仁水份的测定。

(2)测定棉籽仁和棉籽壳的含量：取分得的样品一份，准确称其重量，倒在潔淨的紙上，用剪刀將棉籽剪开，用針仔細挑出棉仁，正确称取棉籽仁和棉籽壳的重量，再根据杂质的含量换算至原来样品中含棉籽仁和棉籽壳的%。本試驗应做兩次，如果誤差在1%以上，需重行檢驗。

(3)测定棉籽仁的含油量：將(2)中称过重量后的棉籽仁，放在烘箱内，在 $100^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 下烘一小时后取出，冷却后在研钵中磨細，小心移至濾紙筒内，或用濾紙包裹亦可。在研磨及移入濾紙筒时，不可使样品損失，研钵中剩余的油漬，需用