

高等学校教材

油料油脂检验与分析

李桂华 主编



CHEMICAL INDUSTRY PRESS



化学工业出版社
教材出版中心

高等学校教材

油料油脂检验与分析

李桂华 主 编
钱向明 毕艳兰 副主编



化学工业出版社
教材出版中心

·北京·

图书在版编目 (CIP) 数据

油料油脂检验与分析/李桂华主编. —北京: 化学工业出版社, 2006.3
高等学校教材
ISBN 7-5025-8420-X

I. 油… II. 李… III. 食用油-食品检验-高等学校-教材 IV. TS227

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 024135 号

高等学校教材
油料油脂检验与分析
李桂华 主编
钱向明 毕艳兰 副主编
责任编辑: 何 丽
文字编辑: 刘志茹
责任校对: 周梦华
封面设计: 潘 峰

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
购书咨询: (010)64982530
(010)64918013
购书传真: (010)64982630
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
北京永鑫印刷有限责任公司印刷
三河市前程装订厂装订
开本 787mm×1092mm 1/16 印张 18 字数 472 千字
2006 年 5 月第 1 版 2006 年 5 月北京第 1 次印刷
ISBN 7-5025-8420-X
定 价: 35.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

近年来,国内及国际间油料、油脂贸易量的剧增以及油料、油脂加工技术的不断进步,对油料、油脂品质检验和组成分析技术提出了新的挑战。采用快速、准确、易普及的检验与分析技术,控制油料、油脂的质量及进行组成分析势在必行。

本书集原郑州粮食学院油脂化学教研室老前辈几十年的实验经验以及编写组成员在多年教学和科研工作的基础上整理编写。本书汇集了国内外本学科领域最新的分析方法和检测先进技术,如 IUPAC、AOCS 及中华人民共和国《粮食、油料及植物油检验方法》标准等,突出行业特点,着重介绍油料、油脂检测分析知识及检测方法,可使读者对油料、油脂产品质量及组成成分的分析方法有一个较全面的认识。本书主要内容包括:样品的采集和处理、植物油料的分析、油脂物理性质的分析、油脂化学特性常数的分析、油脂中杂质的测定、油脂脂肪酸组成及结构成分分析、油脂氧化与抗氧化剂成分分析、油脂脂质伴随物分析、油料、油脂中有害残留物的分析、油脂定性与掺伪分析和食用油脂的国家及有关行业标准等。

本书编写的检验方法采用经典和现代仪器分析技术相结合,由表及里,由浅入深,对提高粮油品质分析人员的油料、油脂分析理论和操作技能以及油料资源的科学合理开发利用有所帮助。本书可以作为有关大专院校食品科学与工程专业的教材,也可供粮油检验的专业技术人员阅读使用。

本书由李桂华主编。第一章、第二章由钱向明编写,第四章、第五章、第十章由毕艳兰编写,第六章、第七章、附录 I 由李桂华编写,第三章、第八章、附录 II 由李道荣编写,第九章由李道荣、李桂华合编。

本书在编写过程中,得到河南工业大学有关领导及老师的大力支持,借此书出版之际向他们表示衷心的感谢。

本书引用了国内外专家学者的相关资料,在此一并表示感谢。

由于作者水平和经验所限,书中难免存在不妥之处,恳请专家、学者及读者批评指正。

编者

2005年12月

目 录

第 1 章 样品的采集和处理	1	2.3 灰分的测定	18
1.1 样品采集的意义和分类	1	2.3.1 总灰分含量的测定	18
1.1.1 正确取样的意义	1	2.3.2 水不溶性灰分、水溶性灰分 的测定	20
1.1.2 样品的分类	1	2.3.3 盐酸不溶性灰分的测定	20
1.2 植物油料样品的采集	1	2.4 粗脂肪的测定	21
1.2.1 采样	1	2.4.1 索氏抽提法测定油料粗 脂肪	21
1.2.2 采样工具	2	2.4.2 核磁共振法测定油料及饼 粕含油量	24
1.2.3 样品登记	3	2.5 碳水化合物的测定	27
1.2.4 采样方法	3	2.5.1 还原糖和非还原糖的测定	27
1.2.5 保存样品	4	2.5.2 糖类的色谱分析	34
1.3 植物油脂样品的采集	4	2.5.3 粗纤维素的测定	36
1.3.1 采样器具	4	2.5.4 不溶性膳食纤维素的测定	39
1.3.2 采样方法	5	2.6 粗蛋白质的测定	40
1.3.3 样品登记	5	2.6.1 粗蛋白含量测定	40
1.4 饼粕样品的采集	6	2.6.2 大豆水溶性蛋白质含量的 测定	43
1.4.1 采样器具	6	2.7 氨基酸的测定	44
1.4.2 采样时间、地点和基本 批限量	6	2.7.1 茚三酮比色法	44
1.4.3 采样方法	7	2.7.2 高效液相色谱法 (HPLC)	45
1.4.4 样品的发送	8	2.7.3 氨基酸分析仪测定法	47
1.4.5 采样报告	8	2.8 油菜籽和油菜饼粕中硫代 葡萄糖苷的测定	49
1.4.6 百包以上基本批采样步骤	8	2.8.1 氯化钡半定量法	50
1.5 样品的分样	8	2.8.2 异硫氰酸盐和噻唑烷 硫酮的测定——气相色谱、 紫外吸收联用法	50
1.5.1 油料的分样	8	2.9 棉籽饼粕中游离棉酚含量的 测定	53
1.5.2 油脂的分样	9	2.10 饼粕中残留溶剂的测定	55
1.5.3 粉、块状饼粕的分样	9	2.11 大豆制品中脲酶含量的测定	56
第 2 章 植物油料及饼粕的分析 检验	10	2.11.1 盐酸中和法	57
2.1 油料的物理检验	10	2.11.2 pH 增值法	58
2.1.1 色泽和气味的鉴定	10	2.11.3 简易判定法	58
2.1.2 纯粮(质)率和杂质检验	10	2.12 饼粕蛋白质功能特性指标的 测定	59
2.1.3 带壳油料纯仁率检验	13		
2.2 水分含量的测定	14		
2.2.1 105℃恒重法	14		
2.2.2 定温定时烘干法	16		
2.2.3 隧道式烘箱法	16		
2.2.4 两次烘干法	17		

2.12.1	吸水性测定	59	第4章	油脂化学特性常数分析	89
2.12.2	溶解性测定	59	4.1	油脂酸值的测定	89
2.12.3	保水性、持水性测定	60	4.2	油脂皂化值的测定	90
2.12.4	黏度与相对黏度测定	61	4.3	油脂碘值的测定	92
2.12.5	吸油性测定	61	4.4	油脂乙酰值的测定	95
2.12.6	乳化物类型鉴别和乳化性、 乳化稳定性测定	62	4.5	油脂羟基值的测定 (乙酰化方法)	97
2.12.7	起泡性、泡沫稳定性 测定	63	4.6	油脂过氧化值的测定	98
第3章	油脂物理性质分析	65	第5章	油脂脂肪酸组成及结构 成分分析	101
3.1	油脂相对密度的测定	65	5.1	总脂肪酸含量的测定	102
3.1.1	液体比重天平法	65	5.2	挥发性脂肪酸含量的测定	103
3.1.2	比重瓶法	67	5.3	脂肪酸甲酯的制备	107
3.2	油脂折射率的测定	68	5.3.1	三氟化硼甲酯化	107
3.3	油脂色泽的测定	69	5.3.2	碱式甲酯化	109
3.3.1	罗维朋色调计法	70	5.3.3	酸催化甲酯化	109
3.3.2	分光光度法	70	5.3.4	简易碱式甲酯化	110
3.4	油脂及脂肪酸熔点的 测定	72	5.3.5	羟基酸的硅烷化	111
3.4.1	毛细管法(冷冻加热法)	72	5.4	气相色谱法分析油脂的脂肪酸 组成	111
3.4.2	显微熔点法	73	5.4.1	动、植物油脂的脂肪酸 组成分析	111
3.5	油脂透明度、气滋味的鉴定及 冷冻试验	74	5.4.2	食品中EPA和DHA的 测定	115
3.5.1	植物油脂透明度、气味、 滋味鉴定法	74	5.4.3	附录:理论塔板数(有效率) 和分离度的测定	117
3.5.2	冷冻试验	74	5.5	甘三酯的sn-2位脂肪酸组分 分析	118
3.6	油脂黏度的测定	75	5.6	红外光谱法测定孤立(非共轭) 反式酸含量	121
3.6.1	奥斯特瓦尔德(Ostwald) 黏度计法	75	5.7	甘一酯含量的测定	123
3.6.2	旋转式黏度计法	76	5.8	柱色谱法测定甘一酯、甘二酯 及甘三酯含量	124
3.7	油脂烟点、闪点和燃点的 测定	77	5.9	高效液相色谱法分析单 甘酯组分	127
3.7.1	烟点的测定	77	5.10	反相高效液相色谱法定量 测定高棕榈酸和硬脂酸 大豆油甘三酯	130
3.7.2	闪点极值的测试(彭斯克- 马丁闭口杯法)	78	第6章	油脂氧化产物与抗氧化剂 成分分析	132
3.7.3	燃点的测定	79	6.1	油脂酸败试验	132
3.8	脂肪酸凝固点的测定	80			
3.9	脂肪稠度的测定	80			
3.10	固体脂肪指数的测定	82			
3.10.1	SFI法	82			
3.10.2	低分辨核磁共振法测定固体 脂肪含量	85			

6.1.1 油脂酸败定性试验	132	7.1.8 含磷量的测定	161
6.1.2 甲基酮的测定	133	7.1.9 乙醇可溶物的测定	162
6.2 <i>p</i> -茴香胺值的测定	134	7.1.10 乳化稳定性的测定	162
6.3 硫代巴比妥酸值 (TBA 值) 的测定	135	7.2 粉末大豆磷脂中残留溶剂的 测定	163
6.4 油脂羰基值的测定	136	7.3 大豆磷脂中磷脂组分的测定	164
6.5 氧化脂肪酸的测定	138	7.3.1 薄层扫描色谱法	164
6.6 食用植物油煎炸过程中的 极性组分 (PC) 的测定	139	7.3.2 高效液相色谱法	165
6.7 油脂储藏稳定性的测定	141	7.4 棉籽油中游离棉酚的测定	167
6.7.1 烘箱法	141	7.4.1 苯胺法	167
6.7.2 活性氧法 (AOM)	142	7.4.2 紫外分光光度法	168
6.8 紫外分光光度法测定油脂纯度 和变质	143	7.4.3 高效液相色谱法	169
6.9 油脂中 2-叔丁基-4-甲氧基 苯酚 (BHA) 与 2,6-二叔 丁基对甲酚 (BHT) 的 测定	144	7.5 油脂中维生素 E 的测定	170
6.9.1 气相色谱法测定油脂中 BHA 和 BHT 含量	145	7.5.1 三氯化铁比色法	171
6.9.2 薄层色谱法测定油脂中 BHA、 BHT 及 PG 含量	146	7.5.2 荧光分光光度计法	172
6.9.3 比色法测定油脂中 BHT 的 含量	149	7.5.3 高效液相色谱法	173
6.10 油脂中没食子酸丙酯 (PG) 的 测定	150	7.6 高效液相色谱法测定食品中 维生素 A 和维生素 E 的含量	175
6.11 食用植物油中叔丁基对苯 二酚 (TBHQ) 的测定	151	7.7 食品中胡萝卜素的测定	177
6.11.1 气相色谱法	151	7.7.1 高效液相色谱法	178
6.11.2 高效液相色谱法	152	7.7.2 纸色谱法	179
6.12 高效液相色谱法测定油脂中 BHA、BHT、PG 及 TBHQ 的含量	153	7.8 油脂中不皂化物含量的测定	181
第 7 章 油脂中脂类伴随物的分析	156	7.9 气相色谱法测定植物油中 甾醇含量	183
7.1 磷脂的分析测定	156	7.9.1 填充柱色谱法	183
7.1.1 外观与气味	157	7.9.2 毛细管色谱法	184
7.1.2 乙醚不溶物的测定	157	7.10 高效液相色谱法测定植物油中 角鲨烯含量	185
7.1.3 丙酮不溶物的测定	158	7.11 芝麻中芝麻素的测定	186
7.1.4 水分及挥发物的测定	158	7.11.1 薄层扫描色谱法	187
7.1.5 酸值的测定	159	7.11.2 高效液相色谱法	187
7.1.6 色泽的测定	159	第 8 章 油脂中杂质的测定	189
7.1.7 水合试验	161	8.1 油脂水分及挥发物含量的 测定	189
		8.1.1 真空烘箱法	189
		8.1.2 空气烘箱法	190
		8.1.3 蒸馏法 (夹带法)	191
		8.1.4 Karl-Fischer 法	192
		8.2 油脂中不溶性杂质的测定	193
		8.3 油脂中含皂量的测定	194
		8.4 油脂灰分的测定	195
		8.5 油脂沉淀物含量的测定	196

第 9 章 油料、油脂中有害残留物的分析	198	判断法	241
9.1 油脂中残留溶剂的测定	198	10.2.6 蓖麻油的检出	241
9.2 食用油中双甲胍残留量的测定	199	10.2.7 茶籽油的检出	242
9.3 粮油中西维因残留量的测定	201	10.2.8 桐油的检出	242
9.3.1 高效液相色谱法	201	10.2.9 矿物油的检出	243
9.3.2 比色法	202	10.2.10 大麻籽油的检出	244
9.4 花生仁、棉籽油、花生油中 涕灭威残留量的测定	204	10.2.11 亚麻油的检出	244
9.5 油脂中六六六、滴滴涕残留量的 测定	205	10.2.12 猪油的检出——镜检法	244
9.5.1 气相色谱法	206	附录 I 植物油脂质量与卫生标准	246
9.5.2 薄层色谱法	207	一、中华人民共和国国家标准	246
9.6 大豆、花生、豆油、花生油 中氟乐灵残留量的测定	208	(一) 棉籽油 GB 1537—2003	246
9.7 食用植物油中三氯杀螨醇残 留量的测定	210	(二) 葵花籽油 GB 10464—2003	247
9.8 油脂中苯并 [a] 芘的测定	211	(三) 油茶籽油 GB 11765—2003	248
9.9 粮食、油脂中有机磷农药 残留量的测定	214	(四) 玉米油 GB 19111—2003	250
9.10 植物油中甲胺磷和乙酰甲胺磷 农药残留量的测定	216	(五) 米糠油 GB 19112—2003	251
9.11 油料作物中甲基柳磷残 留量的测定	217	(六) 大豆油 GB 1535—2003	253
9.12 花生、大豆中异丙甲草胺 残留量的测定	219	(七) 花生油 GB 1534—2003	254
9.13 花生仁中恶草酮残留量的测定	220	(八) 菜籽油 GB 1535—2003	256
9.14 大豆中赭曲霉毒素 A 的测定	221	(九) 芝麻油 GB 8233—87	257
9.15 油料、油脂中黄曲霉毒素的 测定	224	(十) 奶油 GB 5415—1999	258
9.15.1 黄曲霉毒素 B ₁ 的测定	224	(十一) 浓香花生油 GB 8615—88	259
9.15.2 黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、 G ₂ 的测定方法	231	(十二) 食用棕榈油 GB/T 15680—1995	259
第 10 章 油脂定性与掺伪分析	235	(十三) 食用猪油 GB 8235—88	260
10.1 概论	235	(十四) 棕榈油 GB/T 18008—1999	260
10.2 个别油脂的特性试验	237	(十五) 棕榈仁油 GB/T 18009—1999	261
10.2.1 棉籽油的检出——哈尔芬 实验 (Halphen test)	237	(十六) 桐油 GB 8277—87	261
10.2.2 芝麻油的检出	238	(十七) 蓖麻籽油 GB 8234—87	262
10.2.3 花生油的检出	239	(十八) 亚麻籽油 GB 8235—87	262
10.2.4 菜籽油的检出	239	二、中华人民共和国行业标准	263
10.2.5 大豆油的检出——色泽 判断法	241	(一) 人造奶油 (人造黄油) ZB X 14010—87	263
		(二) 起酥油 SB/T 10073—92	263
		(三) 可可脂 SB/T 10210—94	264
		(四) 橄榄油 LY/T 1534—1999	264
		(五) 低芥酸菜籽油 NY/T 416—2000	266

(六) 绿色食品食用植物油	267	(四) 0.005mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准 溶液的配制	273
三、食用植物油的卫生标准	269	(五) 0.5mol/L KOH 乙醇溶液的 配制	273
附录 II 常用溶液的配制与标定	270	(六) 0.01mol/L H_2SO_4 标准溶液 的配制与标定	273
一、常用标准溶液的配制与标定	270	(七) 0.1mol/L $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 标准 溶液的配制与标定	273
(一) 0.1mol/L KOH 标准溶液的 配制与标定	270	二、常用指示剂与指示液的配制	273
(二) 0.5mol/L HCl 标准溶液的 配制与标定	270	三、常用溶液的配制、标定和储藏 ...	274
(三) 0.05mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准 溶液的配制与标定	271	参考文献	278

第 1 章

样品的采集和处理

1.1 样品采集的意义和分类

1.1.1 正确取样的意义

从一批受检的粮油及其加工成品、半成品和副产品中，按规定采取具有代表性的少量样品，供分析、检验用，称做取样。

取样是一个困难而且需要非常谨慎的操作过程，它在粮油食品品质检验工作中是一项非常重要的工作。在进行粮油食品品质分析过程中，首先就是取样，然后才是对所取样品进行分析、检验。最后根据受检样品分析检验结果，确定该批粮油食品的质量。因此，样品必须具有代表性，只有具有代表性的样品，才能反映出该批受检粮油食品质量的真实性。否则无论检验工作如何准确、精密，由于粗枝大叶或不准确的取样，将会使采取的样品失去代表性，其分析、检验的结果不仅毫无价值，甚至会给国家和人民造成不应有的经济损失。所以，粮油食品检验人员对样品的采取应十分重视，坚决遵照国家标准中规定的操作程序，采取具有代表性的样品。

为了使采取的样品具有代表性，取样前应了解受检粮油食品的来源、批次组成以及加工、储存和运输等情况，然后按照操作程序采取具有代表性的样品。

1.1.2 样品的分类

按照采样、分样和检验过程，将粮油食品样品分为原始样品、平均样品和试验样品三类。

(1) 原始样品 从一批受检的粮油食品中最初采取的样品，称为原始样品或称总样品。原始样品的数量是根据一批粮油食品的数量和质量检验的要求而定的。粮食、油料的原始样品一般不少于 2kg；油脂的原始样品不少于 1kg；零星收付的粮、油样品可酌情减少；油料饼粕的总样品，粉、块状饼粕基本批 $\leq 100t$ 时，为 2~10kg， $100t < \text{基本批} \leq 500t$ 时，为 10~50kg；油饼基本批 $\leq 500t$ 时，总样品为 5 个饼。

(2) 平均样品 原始样品按照规定连续混合，平均均匀地分出一部分，作为该批的待检样品，称为平均样品，或称缩分样品。平均样品一般不少于 1kg。

(3) 试验样品 平均样品经过连续混合分样，根据需要，从中分取一部分供分析、检验用的样品，称为试验样品，或称供试样品，简称试样。

1.2 植物油料样品的采集

1.2.1 采样

从一批油料中按规定方法均匀地扦取样品的过程称为采样。采样的原料必须

具有代表性。由于油料在流转环节中会发生自动分级现象，使油料与杂质按粒形、光滑度、相对密度分开。为准确检验一批油料的质量，采样时必须以同种类、同批次、同等级、同货位、同车船（舱）为一个检验单位。一个检验单位的代表数量一般不超过 200t，特大粒原料一般不超过 50t。凡超过规定数量的，应按规定数量分成若干个检验单位。

采样是一项科学、细致的工作。在采样过程中，要随时注意各部分样品是否相同，有无发霉、变质、变色、生虫及杂质聚集等现象。在一个检验单位中，若某一部位的质量与其他部分有显著差异时，扦取的样品应分开盛放、单独检验、区别处理，不应掺混。

1.2.2 采样工具

扦取样品时，必须使用专用的采样器具（见图 1-1）。采样前，了解采样货位标志、品种、来源、堆放地点、堆积形态、批次、数量、检验目的和油料本身的形态（籽粒大小和自动分级），同时，准备适当的采样器、样品筒、样品袋和记录单等。

(1) 包装采样器（手探子） 包装采样器用来扦取袋装油料的样品。它由一个顶端呈尖形带槽的金属管制成，基部装在木把上。这种采样器分为三种规格。常用的见图 1-1 (a)。

① 大粒粮采样器。长 70cm，探口长 45cm，口宽 1.5~1.8cm，最大外径 1.7~2.2cm。

② 小粒粮采样器。长 70cm，探口长 45cm，口宽约 1cm，最大外径 1.5cm。

③ 粉状粮采样器。长约 55cm，探口长约 35cm，口宽 0.6~0.7cm，最大外径 1cm。

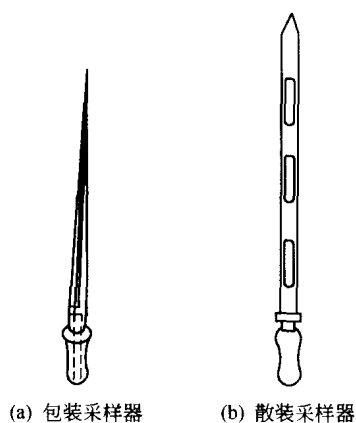


图 1-1 粮食、油料采样器

包装采样器使用时将槽口向下，从包的一端斜对角插入包的另一端，然后将采样器的槽口转向上方取出，但不得抖动和重复转动回扦。将取出的样品倒入样品筒（袋）内。采样后，用采样器尖端拨弄麻袋上的孔洞使其恢复原状，以免油料撒漏。

(2) 散装采样器 即套管多孔式采样器，常用的见图 1-1 (b)。这种采样器由两根金属管套制而成。内套管借助于手柄可在外套管内转动。两管均开有位置相同的槽，借内管转动可以开启或关闭外套管的槽口来扦取样品。这种采样器的长度有 1m、2m、3m、3.5m、4m 数种，其中细套管采样器分 1m 和 2m 两种，三个孔，每个孔口长约 15cm，口宽约 1.5cm，头长约 7cm，外径约 2.8cm。2m 长以上粗套管采样器的内套管的内径一般不低于 2.5cm，除孔数增加外，其他与上面大致相同。

使用套管多孔采样器时，应先将采样器的切口关闭，孔朝下垂直并略带角度（ 10° ~ 15° ）插入粮堆至需要深度，然后转动 180° ，再转动手柄能开启切口，并轻微转动采样器，使孔内流满样品，轻轻关闭切口以免“咬碎”样品，并注意观察探子中各切口处样品质量情况。样品由握柄中的通孔倒入样品筒内。

双管多孔采样器使用方便，能从粮堆各层中一次多层点扦取样品，也可以扦取靠近底层的样品，但这种采样器在结构上也存在一些缺点，如：采样时开闭切口会损伤样品，增加样品中破碎粒的量；细小的杂质易落入两管壁之间，使手柄转动不灵活，并损坏采样器。

(3) 电动吸式采样器 见图 1-2。由吸粮管、软导管、进料口、进风口、高压风机、电机等部件组成。主要用于深层粮油原料的采样、流动粮油原料的倒样或倒、拆包取样。该采

样器不适于杂质检验项目的样品扦取。

(4) 取样铲 主要用于流动油料的取样或倒包、拆包、晾晒取样。

(5) 采样容器 由扦取的小样集合在一起的样品应装入清洁密封的样品筒、样品袋或样品瓶内, 以免水分含量发生变化, 同时防止其他污染。

① 样品筒。用铁皮或铝合金制成, 带盖并附有圆形环便于提拿, 容量为1~2kg。

② 样品袋。容量有1kg、2kg和4kg。用塑料、漆布、帆布或白布制成的小口袋。

③ 样品瓶。磨口广口瓶。

1.2.3 样品登记

为了掌握样品来源的基本情况, 作为品质检验和下一次采样时的参考, 扦取的样品必须登记, 登记项目包括: 采样日期、样品编号、油料名称、代表数量、产地、生产年月、采样处所(车、仓库或/和堆垛号码)、包装或散装以及采样员姓名等。

1.2.4 采样方法

油料的采样方法, 因不同的储存方式而有所不同, 可以分为散装采样法、包装采样法、流动粮油采样法和零星收付粮油取样法。

1.2.4.1 散装采样法

(1) 仓库采样 散装的油料根据堆形和面积大小分区设点, 按粮堆高度分层采样。采样步骤及方法如下。

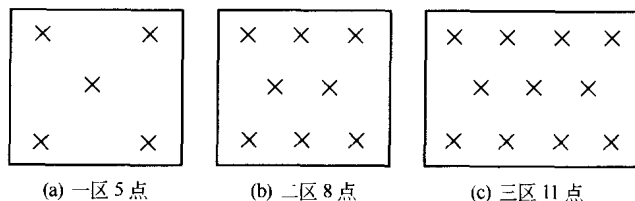


图1-3 分区设点示意

② 分层。堆高在2m以下的, 分上、下两层; 堆高在2~3m的, 分上、中、下三层, 上层在粮面下10~20cm处, 中层在粮堆中间, 下层在距底部20cm处; 堆高在3~5m时, 应分四层; 堆高在5m以上时, 酌情增加层次。

③ 采样步骤。按区按点、先上后下逐层采样。各点扦取样品数量一致。

④ 散装特大粒油料。采取扒堆的方法, 按分区设点原则, 在若干个点的粮面下10~20cm处, 不加挑选地用取样铲取出具有代表性的样品。

(2) 圆仓采样 按圆仓(囤)的高度分层(同仓库采样分层原则), 每层按圆仓(囤)的直径分内(中心)、中(半径的一半处)、外(距仓边缘30cm左右)三圈。圆仓(囤)直径在8m以下的, 每层按

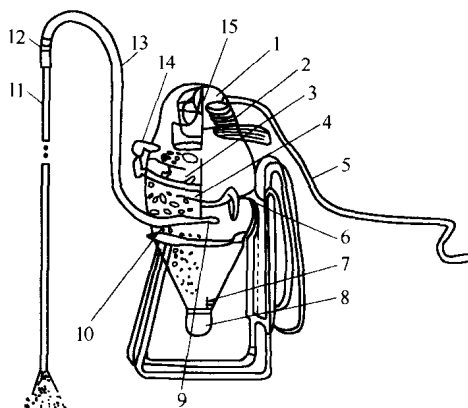


图1-2 电动吸式采样器

- 1—壳体; 2—电源开关; 3—电机固定架;
4—高压风机; 5—电源线; 6—密封垫圈;
7—弹簧; 8—橡皮堵头; 9—进料口;
10—过滤器; 11—吸粮管; 12—接头;
13—软导管; 14—进风口; 15—电机

① 分区设点。每区面积不超过50cm²。各区设中心、四角五个点。区数在两个和两个以上的, 两区界限上的两个点为共同点(两个区共8个点, 三个区共11个点, 以此类推, 见图1-3)。粮堆边缘的点设在距边缘约50cm处。

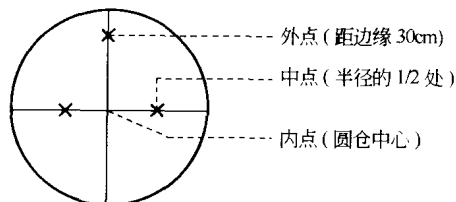


图1-4 圆仓(囤)采样点示意

内、中、外分别设1、2、4个点，共7个点（见图1-4）；直径在8m以上的，每层按内、中、外分别设1、4、8个点，共13个点，按层、按点采样。

1.2.4.2 包装采样法

(1) 中、小粒油料

① 采样包数。应不少于总包数的5%。采样的包点要分布均匀。

② 采样方法。用包装采样器槽口向下，从包的一端斜对角插入包的另一端，然后槽口向上取出。每包采样次数一致。

(2) 特大粒油料（如花生果、葵花籽、蓖麻籽等）

① 采样包数。200包以下的采样不少于10包，200包以上的每增加100包增取1包。

② 采样方法。采取倒包和拆包相结合的方法。

③ 采样比例。倒包占规定采样包数的20%；拆包占规定采样包数的80%。

④ 倒包。先将取样包放在洁净的塑料布或地面上，拆开包口缝线，缓慢地放倒，双手紧握袋底两角，提起约50cm高，倒拖约1.5m，倾倒。全部倒出后，从相当于袋的中部和底部用采样铲取出样品。每包、每点采样数量一致。

⑤ 拆包。将袋口缝线拆开3~5针，用采样铲从上部扦出所需样品。每包采样数量一致。

1.2.4.3 流动油料采样法

机械输送油料的采样，先接受检油料的数量和传送时间，定出取样次数和每次应取的数量，然后定时从粮流的终点横断接取样品。

1.2.4.4 库里收付油料采样法

零星收付（包括征购）油料的采样，可参照以上方法，结合具体情况，灵活掌握，务使扦取样品具有代表性。

1.2.5 保存样品

对于调拨、出口的油料要保存不少于1kg的原始样品，经登记、密封、加盖公章和经手人签字后，置干燥低温处（水分超过安全水分者应置于15℃以下，油脂样品要避光）妥善保存一个月，以备复验。

1.3 植物油脂样品的采集

1.3.1 采样器具

由于油脂盛装方式的不同，所使用的采样器也不同，分为桶装采样器和散装采样器两种。

(1) 桶装采样器 指一根内径1.5~2.5cm，长约120cm的玻璃管（见图1-5）。这种采样器既用来扦取抽样，又可在现场用来检查桶装油脂的油色，有无明水和明杂等情况。

(2) 散装采样器

① 采样筒。用圆柱形铝筒制成，容量约0.5L，由圆筒、盖、底和活塞等部分组成（见图1-6）。

② 采样瓶。磨口瓶，容量1~4kg。

(3) 搅和器 搅和器是搅和桶装油脂用的，使油脂充分混合，以便采样。它是由金属的棒、管和叶子板制成，器长约110cm。管套在棒上，叶子板两端分别与管和棒连接，其两端和中间均可活动，能撑开能收回（见图1-7）。当用来搅和油时，先提上外管收回叶子板，将搅和器插入油桶中，放下外管，于是叶子板撑开，形成一个三角形，这时在搅和器的上端接以旋转器或直接用手转动搅和器即可。

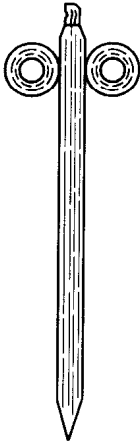


图 1-5 桶装采样器

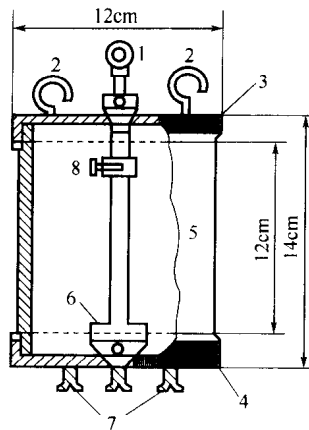


图 1-6 采样筒

1, 2—提环; 3—上盖; 4—下底;
5—筒体; 6—筒塞;
7—脚柱; 8—挡片

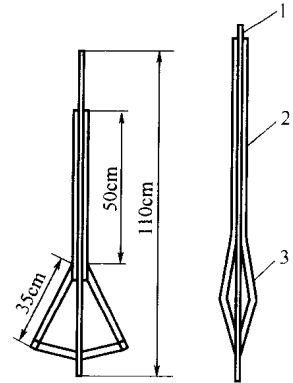


图 1-7 搅和器

1—棒; 2—外管; 3—叶子板

(4) 样具容器 具磨口塞的细口瓶, 容量 1~4kg。

1.3.2 采样方法

油脂的采样方法, 按不同的储存方式, 可分为桶装采样法和散装采样法两种。

(1) 桶装采样法 根据一批桶装油总件数确定采样桶数。桶装油 7 桶以下, 逐桶采样; 桶装油 10 桶以下, 采样桶数不少于 7 桶; 桶装油 11~50 桶, 采样桶数不少于 10 桶; 桶装油 51~100 桶, 采样桶数不少于 15 桶; 桶装油 101 桶以上, 按不少于总桶数的 15% 扦取。采样的桶点要分布均匀。

采样方法: 油脂中存在一定数量的水分和杂质, 这些杂质和水分随着静置时间的长短不同, 而会出现不同的分离和沉淀现象。因此, 在采样前需将油脂搅拌均匀(桶装油可采用滚桶方式), 再将采样管缓缓地由桶口斜插至桶底, 用拇指堵压上口, 提出采样管, 将油样注入样品瓶中。如扦取某一部位油样时, 先用拇指堵压上口, 将采样管缓慢地插至要扦取的部位, 松开拇指, 待油样进入管中后, 再用拇指堵压上孔提出, 将油样注入样品瓶中。如扦取样品的数量不足 1kg 时, 可增加采样桶数, 每桶采样的数量应一致。

(2) 散装油采样法

① 检验单位。散装油以一个油池、一个油罐、一个车槽为一个检验单位。

② 采样数量。散装油脂数量在 500t 以下时, 采样数量不少于 1.5kg; 散装油脂数量在 501~1000t 时, 采样数量不少于 2.0kg; 散装油脂数量在 1001t 以上时, 采样数量不少于 4.0kg。

③ 采样规则。按散装油高度, 等距离分为上、中、下三层。上层距油面约 40cm; 中层在油层中间; 下层距油池底部 40cm 处。三层采样数量比例为 1:3:1 (卧式油池、车槽为 1:8:1)。

④ 采样。关闭采样筒活塞, 将采样筒沉入采样部位后, 提动筒塞上的细绳, 打开活塞, 让油进入筒内, 提取采样筒, 将采样筒内油样注入样品瓶内。

(3) 输油管流动油脂取样 根据油脂的数量和流量, 计算流动时间, 采用定时、定量法用油勺在输出口处取样。

1.3.3 样品登记

与植物油料的登记方向相同。

1.4 饼粕样品的采集

饼粕采样由专门的采样员进行。如果饼粕已经受到损害，例如受到水的浸湿，则应把它们从正常饼粕中分离出来，分别进行取样和质量评定。

1.4.1 采样器具

(1) 采样器 油厂主要副产品有油饼和油粕。由于副产品的自然状态不同，因此饼粕采样器分为包装采样器和散装采样器。

① 包装采样器。包括取样叉、分隔式圆柱形取样器、分隔式取样叉等(见图 1-8)。

② 散装采样器。包括分隔式圆柱形取样器、分隔式取样叉、取样叉、取样铲、机械取样器以及其他在饼粕流动过程中周期性的采样器具(见图 1-8)。

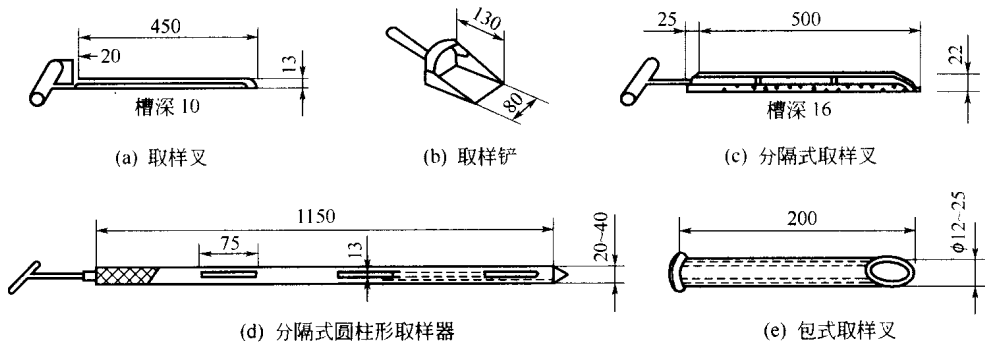


图 1-8 饼粕采样器

(2) 样品容器 饼粕样品容器可用稠密的纺织布、聚乙烯塑料或金属材料制成的容器。但测定水分或易挥发物的样品，以及由于水分的变化可能影响其他测试项目分析结果的样品，则应装在气密和防潮容器中。容器应全部填满，以防样品松散。要测定挥发性烃类物质含量的样品，不宜使用塑料容器包装。

(3) 样品标签 要根据用途使用大小合适、质量好的标签。标签上的字迹要清晰，并能长期保存。标签内容主要包括下列各项：①水、陆运输工具；②发货地址；③收货地址；④到达日期；⑤货运量(或采样代表数量)；⑥散装或包装(袋装)；⑦货物名称；⑧商标或批号；⑨装货单号码及日期或者合同号码及日期；⑩采样日期；⑪采样点及采样位置；⑫采样人和采样工具。

已受损害饼粕样品的标签要说明损害饼粕所占比例或吨位。

1.4.2 采样时间、地点和基本批限量

(1) 一般规定 采样可以在货船、货车和仓库装卸饼粕的过程中进行。批可以是散装、包装或混装饼粕。每基本批饼粕应在 500t 及其以下的限量下进行抽检。

(2) 散装转运

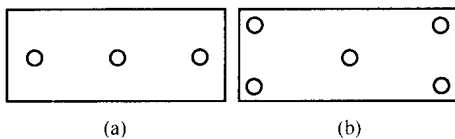


图 1-9 散装饼粕货车采样设点示意

① 货车转运。每基本批限量不超过 500t。每基本批应扦取一个总样品。根据货车大小，至少在 3 个或 5 个不同部位采样(见图 1-9)。装车后可立即扦取原始样品，或在装卸期间、饼粕处于流动状态时扦取。

② 货船转运。每基本批量不超过 500t。每基本批应扦取一个总样品。可在装卸货期间，从每个船舱扦取原始样品。

③ 筒、货仓转运。每基本批限量不超过 500t。每基本批应扦取一个总样品。在机械化仓库采样时，应根据传送带的输送速度，合理计算扦取样品的时间和次数。

1.4.3 采样方法

(1) 粉、块状饼粕采样法 粉、块状饼粕特指浸出粕和螺旋榨油机榨出的块状饼。

① 包装饼粕采样。

扦取数量：按表 1-1 的规定确定扦取包数。

表 1-1 包装饼粕采样规定

基本批量/包	应采包数	基本批量/包	应采包数
≤10	每个包	≥100	约总数的平方根
11~100	10		

采样：用包装采样器从包装中扦取样品，用分隔式圆柱形取样器或分隔式取样叉采样时，可将槽口向下，从包的一端斜对角插入包的另一端，然后槽口向上取出。对已封口的包可以用包式取样叉采样，也可以拆包采样。

② 散装饼粕采样。

流动饼粕采样：先按被检饼粕数量和机械传送速度，定出采样次数、间隔时间和每次扦取数量，然后定时横断接取样品。如果用自动机械采样，则开槽孔直径至少是饼粕最大颗粒直径的 3 倍。

货船采样：采样一般在卸货时进行。要尽可能多地在舱内各部位扦取样品，对正在搬运的饼粕，要根据卸料速度，呈周期性定时扦取。

货车采样：应至少在车内上、中、下三层采样。每层设点如下：饼粕数量在 15t 以下，扦 3 个点（中间一个，离边缘约 50cm 处 2 个）；饼粕数量在 15t 或 15t 以上的，扦 5 个点。对于不适合在车上采样的特种车，按流动饼粕采样。

筒、货仓采样：参考饼粕采样有关部分，根据当地的具体条件而定。

(2) 油饼采样法 油饼特指液压榨的圆饼。

① 容器中的油饼。被扦取的容器（包）数不得少于基本批总容器数的 2%。从每个被扦容器中随机挑选出一个饼。

② 散装油饼。应从每 500t 中随机挑选有代表性的 5 个饼。

(3) 特殊种类饼粕采样法 系指含有如真菌毒素、蓖麻籽壳和其他有毒种子的饼粕。这类饼粕一般没有统一分类。基本批一般要划分成数 n 个部分，从每个部分分别扦取原始样品并制备相应独立的各个总样品，再从各个总样品分别制备供试样品。

① 总样品的数目。不同数量基本批应制备总样品的最少数，列在表 1-2 和表 1-3 中。

表 1-2 包装或容器装饼粕总样品的最少数

基本批总包（容器）数	总样品最少数 n
1~20	1
21~200	2
201~800	3
>800	4

表 1-3 散装饼粕总样品的最少数

基本批总吨位/t	总样品最少数 n
≤1	1
>1~10	2
>10~40	3
>40~500	4

② 原始样品的扦取和处理。把基本批分成大致相等的 n （相应总样品最少数）部分。按粉、块状饼粕规定的采样法，从基本批的各 n 部分扦取原始样品并制备相应的各个总样品。按粉、块状饼粕规定的方法，将原始样品分样分取平均样品或试验样品。

1.4.4 样品的发送

供试样品要尽快送出，一般情况下，应在采样完成后的 48h 之内送出。

1.4.5 采样报告

采样报告要参考 GB 10360 油料饼粕采样法，说明被检饼粕的环境条件、对本方法的规定所作的某些技术修改以及其他可能影响采样的所有情况。见本节后附录 B。

1.4.6 百包以上基本批采样步骤

扦取由 100 包以上组成的基本批的样品时，被扦包数大约是基本批总包数的平方根。基本批一般应划分成若干个组，每组由基本批总包数 N 的平方根为 n 包组成（平方根的小数应进位至整数），见表 1-4。被扦取的每组中的每一包都应具有随机性。基本批分组后，若有剩余的包，采样时还要从这些包中取一包。为保证采样的随机性，建议采样员在采样时，先写下 1、2、3、…、 n 的数字，在扦取某组某包时，先删除该包在该组的位置号码。

表 1-4 当基本批总包数 N 为 101~10000 时，每组的包数为 n

N	n	N	n	N	n	N	n	N	n
101~121	11	785~841	29	2117~2209	47	4097~4225	65	6725~6889	83
122~144	12	842~900	30	2210~2304	48	4226~4356	66	6890~7056	84
145~169	13	901~961	31	2305~2401	49	4357~4489	67	7057~7225	85
170~196	14	962~1024	32	2402~2500	50	4490~4624	68	7226~7396	86
197~225	15	1025~1089	33	2501~2601	51	4625~4761	69	7397~7569	87
226~256	16	1090~1156	34	2602~2704	52	4762~4900	70	7570~7744	88
257~289	17	1157~1225	35	2705~2809	53	4901~5041	71	7745~7921	89
290~324	18	1226~1296	36	2810~2916	54	5042~5184	72	7922~8100	90
325~361	19	1297~1369	37	2917~3025	55	5185~5329	73	8101~8281	91
362~400	20	1370~1444	38	3026~3136	56	5330~5476	74	8282~8464	92
401~441	21	1445~1521	39	3137~3249	57	5477~5625	75	8465~8649	93
442~484	22	1522~1600	40	3250~3364	58	5626~5776	76	8650~8836	94
485~529	23	1601~1681	41	3365~3481	59	5777~5929	77	8837~9025	95
530~576	24	1682~1764	42	3482~3600	60	5930~6084	78	9026~9216	96
577~625	25	1765~1849	43	3601~3721	61	6085~6241	79	9217~9409	97
626~676	26	1850~1936	44	3722~3844	62	6242~6400	80	9410~9604	98
677~729	27	1937~2025	45	3845~3969	63	6401~6561	81	9605~9801	99
730~784	28	2026~2116	46	3970~4096	64	6562~6724	82	9802~10000	100

举例说明如下。

某基本批由 200 (N) 包组成， N 在 197~225 之间，取 n 为 15。把某批分成 13 个组，每组由 15 (n) 包组成，写出数字 1、2、3、…、14、15。随意删除一个数字 7，然后从第一组第七包中采样，再删除其他数字，例如 3，取第二组第三包，并从中采样。重复这个过程，直到取完 13 个组（共 195 包），然后从剩余的 5 包中随机地取一包，总共从 200 包中扦取了 14 包。

1.5 样品的分样

将原始样品充分混合，进而缩分分取平均样品或试样的过程称为分样。

1.5.1 油料的分样

油料的分样方法有四分法和分样器法两种。

(1) 四分法 将样品倒在光滑平坦的桌面上或玻璃板上，用分样板将样品摊成四方形，然后从样品左右两边铲起样品约 10cm 高，对准中心同时倒落，再换一个方向同时操作（中心点不动），如此反复混合四五次。将样品摊成等厚的四方形，用分样板在样品上划两条对