TB

团体标准

T/ NAIA 026-2021

食用植物油中不溶性杂质含量的 测定--索氏提取法

Determination of insoluble impurities in edible vegetable oil-- Soxhlet extraction

2021-01-15 发布

2021-01-31 实施

前言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位:宁夏回族自治区粮油产品质量检测中心、宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、国家粮食局科学研究院、中卫市粮油质量检验和应急物资储备中心、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人: 张春娥、廖若宇、杨晓忱、刘新保、王芳、张丽、王兴磊、高 晖、徐瑶、赵静、张蕊、赵亮、张小飞。

本标准为首次发布。

食用植物油中不溶性杂质含量的测定——索氏提取法

1 范围

本文件规定了食用植物油中不溶性杂质含量的测定方法。

本文件适用于食用油、油脂及其制品中的不溶性杂质含量测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 15688 《动植物油脂 不溶性杂质含量的测定》

SN/T 0801.1 《出口动植物油脂检验方法 第1部分:不溶性杂质》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 食用植物油 edible vegetable oil

包括花生油、大豆油、火麻油、菜籽油、棉籽油、香油、葵花籽油、棕榈油等各种浅色及深色可食用植物油脂。

3.2 不溶性杂质含量 insoluble impurities content

油脂中不溶于石油醚等有机溶剂的物质。。

注1: 含量用质量分数表示。

注 2: 这些杂质包括机械杂质、矿物质、碳水化合物、含氮化合物、各种树脂、钙皂、氧化脂肪酸、脂肪酸内酯和(部分)皂碱、羟基脂肪酸及其油脂等。

4 原理

用适量石油醚溶解试样,对所得试液进行过滤,将含杂质和油脂面滤纸向内折叠为扇形,采用索氏提取法提取滤纸表面上的油脂,油脂抽提完毕后按原折叠形状将滤纸取出,待滤纸上试剂自然挥发掉,置于烘箱干燥至恒重即可得不溶性杂质的质量。

5 试剂

除另有说明, 所用试剂均为分析纯。

石油醚: 石油醚的馏程为 $30\sim60$ \mathbb{C} 或 $60\sim90$ \mathbb{C} 或,溴值小于 1, 每 100 mL 完全蒸发 后的残留物应不超过 0.002 g。

6 仪器和设备

- **6.1** 分析天平: 感量 0.0001 g。
- **6.2** 分析天平: 感量 0.01 g。
- **6.3** 电烘箱:可控制在 103±2 ℃。
- 6.4 索氏提取器。
- 6.5 锥形瓶: 容量 250 mL, 带有磨口玻璃塞。
- 6.6 干燥器:内装有效干燥剂。
- **6.7** 无灰滤纸。
- 6.8 铝盒(直径 4.5 cm 或 5.5 cm)。
- 6.9 玻璃漏斗。
- 6.10 脱脂棉。

7 分析步骤

7.1 样品处理

- 7.1.1 将滤纸折叠为扇形置于铝盒中,置于 101 ℃~105 ℃干燥箱中,铝盒盖支于铝盒底部,加热 2.0h,取出盖好,置于干燥器内冷却 0.5 h,称量,并重复干燥至前后两次质量差不超过 2 mg,即为恒重。
- 7.1.2 称取约 20 g 试样(精确至 0.01 g)于锥形瓶中,加入 50 mL 石油醚,轻轻振摇直至样品溶解。将锥形瓶中溶解好的样品经玻璃漏斗通过 7.1.1 步骤中的滤纸过滤,并加入 15 mL 的石油醚洗涤锥形瓶,连续两次,保证样品全部通过滤纸。过滤后滤纸表面残留油渍。
- 7.1.3 采用索氏提取器抽提滤纸表面残留的油渍。将上述残留油渍的滤纸表面向内折叠为扇形,放入事先底部预填脱脂棉的抽提筒中,然后滤纸筒顶部填充脱脂棉。同时向抽提杯中加入80 mL 石油醚用作淋洗液冲洗滤纸。将抽提筒和抽提杯安装于索氏提取器上,开启仪器,设定相应洗脱条件,仪器停止工作后,将滤纸取出,置于烘箱中干燥至恒重,称量并计算即可得不溶性杂质的质量。

7.2 仪器参考条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态。仪器测定参考条件如下:

7.2.1 索氏提取器: 批处理能力 6 个/批,温度范围 0-285 ℃,溶剂体积 $70\sim90$ mL,或者性能相当的设备;

7.2.2 加热温度: 70℃。

7.2.3 煮沸时间: 40 min。

7.2.4 淋洗时间: 30 min。

7.2.5 溶剂回收时间: 40 min。

备注:加热温度依据使用的石油醚费程设置。

7.3 测定次数

同一试样需进行两次平行测定。

8 结果计算

试样中不溶性杂质的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\%$$
(1)

X —试样中不溶性杂质的含量,单位为百分比(%);

m₀ —试样的质量,单位为克(g);

m₁ —铝盒及滤纸的质量,单位为克 (g);

m₂ —铝盒及不溶性杂质的质量,单位为克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留两位 小数。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 5%。