

ICS 67.120.10

X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 12766—202X

代替 GB/T 12766—2008

动物油脂 熔点测定

Animal fats and oils—Determination of melting point

(征求意见稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件代替GB/T 12766—2008《动物油脂 熔点测定》，与GB/T 12766—2008相比，主要技术变化如下：

- 更改了规范性引用文件（见第2章，2008版的第2章）；
- 更改了术语和定义（见第3章，2008版的第3章）；
- 更改了原理（见第4章，2008版的第4章）；
- 更改了仪器设备（见第5章，2008版的第5章）；
- 更改了试样准备（见第6章，2008版的第6章）；
- 更改了分析步骤（见第7章，2008版的第7章）；
- 删除了校正（2008版的第8章）；
- 增加了分析结果的表述（见第8章）
- 更改了精密度（见第9章，2008版的第9章）。
- 增加了仪器法，作为第二法（见第10章~14章）；
- 删除了《动物油脂 试样的制备》（2008版的附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国屠宰加工标准化技术委员会（SAC/TC 516）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1991年首次发布为GB/T 12766—1991；2008年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

动物油脂 熔点测定

1 范围

本标准规定了在常温下凝固的动物油脂熔点的测定方法。
本标准适用于在常温下凝固的动物油脂的熔点测定。

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标准必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本标准；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

熔点 **melting point**

在规定条件下，在一根两端开口毛细管内的脂肪柱开始上升时的温度。

第一法 目测法

4 原理

在4℃~25℃的环境条件下，将含有一已凝固的脂肪柱的毛细管浸入一规定深度的水中，按规定速率升温，观察毛细管内脂肪柱开始上升时的温度，该温度即为熔点。

5 仪器设备

5.1 电热干燥箱：可控制在室温~100℃。

5.2 恒温水浴箱：可控制在室温~100℃。

5.3 毛细管：均质薄壁且两端开口，内径 0.9mm~1.2mm，外径 1.2mm~1.6mm，壁厚 0.15mm~0.30mm，长度 50mm~70mm。新的毛细管在使用前，先用铬酸洗液、水和丙酮的混合液清洗，然后在烘箱中干燥。

5.4 水银温度计：经校正，具有 0.1℃ 分刻度，刻度范围 0℃~100℃。

5.5 冷却装置：

- 5.5.1 在烧杯中注入盐水或其他非凝固的液体，保温在4°C~10°C的冷水浴，或4°C~10°C冰箱。
- 5.5.2 在烧杯中注入盐水或其他非凝固的液体，保温在-12°C~-10°C的冷水浴，或倒入碎冰和盐混合达到该温度。
- 5.6 电热源：可调节升温速率的加热设备，如加热磁力搅拌装置，升温速率能达到3-4°C/min。

6 试样制备

试验样品按 GB/T 15687 进行制备。

7 分析步骤

7.1 毛细管装样

称取约20g固体试样（见6）于100ml烧杯中，置于比其熔点高5°C~10°C的电热干燥箱或恒温水浴箱内，使之尽快融化。搅拌均匀后，取两根毛细管，吸取试样，高度一致达10mm±2mm，并避免吸入气泡。用滤纸迅速擦去粘附在毛细管外表面的脂肪后，立即把毛细管靠在装有冰块的烧杯外表面，冷却几秒钟至脂肪凝固。然后把毛细管插入装有4°C~10°C冷水浴的烧杯中或直接置于烧杯中在4°C~10°C冰箱中放置约16h，或放入-12°C~-10°C的冰盐水（见5.5.2）冷却5min。

7.2 测定

7.2.1 将已冷却好的装有试样的两根毛细管和温度计迅速用橡皮圈固定在温度计两侧，尽量避免将体温传递给脂肪试样，使靠近毛细管底部的脂肪柱与温度计底部相平。

7.2.2 在500mL烧杯中，注入半杯预先煮沸并已冷却到15°C的水，然后将固定好毛细管的温度计用铁架台夹住悬挂在水中，使温度计底部没入水面下30mm。

7.2.3 调节电热源的起始温度至25°C（预计熔点以下），用搅拌器缓缓搅拌，使温度均匀，让水温缓缓上升，使开始加热时升温速率为3°C/min~4°C/min，临近熔点时，升温速率减缓至1°C/min。

7.2.4 分别记录每一根毛细管内脂肪柱开始上升时的温度。计算两次温度的平均值，取该平均值作为一次测定结果。

7.3 测定次数

同一试样测定两次，即得到两个平均值（7.2.4）。

8 分析结果的表述

取两次测定的平均值作为测定结果，测定结果精确至0.1°C。

9 精密度

由同一分析者同时或相继进行的两次测定结果之差不得超过0.5°C。

第二法 熔点仪法

10 原理

将含有已凝固的脂肪柱的毛细管浸入微型水浴玻璃套管中，设置升温程序加热毛细管中的样品，用仪器监测到其变相过程或变相时透光率的变化而引起的电流波动/样品柱开始上升时带来的图像变化，记录当时的温度，以确定样品熔点。

11 仪器和设备

11.1 毛细管：均质薄壁且两端开口，内径0.9mm~1.2mm，外径1.2mm~1.6mm，壁厚0.15mm~0.30mm，长度50mm~100mm。新的毛细管在使用前，先用铬酸洗液、水和丙酮的混合液清洗，然后在烘箱中干燥。

11.2 冷却装置：同5.5。

11.3 熔点仪：量程范围最小为20℃~60℃。

12 试样制备

同6。

13 分析步骤

13.1 熔点仪的校正

按仪器操作说明书的步骤，通过测定硝基甲苯、偶氮苯和萘3个标准物质的熔点，对熔点仪进行校正。

13.2 毛细管装样

同7.1。

13.3 测定

13.3.1 使用长针管注射器吸入预先煮沸并已冷却到15℃的水，把针头插入玻璃套管最底部，将水注入至玻璃套管指定的高度，避免将空气注入，将套管放入仪器中，固定好。

13.3.2 将装有试样的毛细管小心推入玻璃套管底部，并将其固定，使毛细管位于玻璃套管的中央。

13.3.3 设定仪器工作条件，以约3℃/min速率加热，当温度升至低于预期熔点约5℃时，降低加热速率至0.5℃/min~1℃/min。直至仪器监测到其变相过程或变相时透光率的变化而引起的电流波动，或样品柱开始上升时带来的图像变化，记录当时的温度。

13.3.4 计算仪器记录的两个样品温度的平均值，取该平均值作为一次测量值。

13.4 测定次数

同一试样测定两次，即得到两个平均值（13.3.4）。

14 分析结果的表述

取两次测定的平均值作为测定结果，测定结果精确至0.1℃。

15 精密度

由同一分析者同时或相继进行的两次测定结果之差不得超过0.5℃。
