



中华人民共和国国家标准

GB/T 15688—XXXX
代替 GB/T 15688-2008

动植物油脂 不溶性杂质含量的测定

Animal and vegetable fats and oils—

Determination of insoluble impurities content

(ISO 663:2017, IDT)

(征求意见稿)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
中国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 15688—2008《动植物油脂 不溶性杂质含量的测定》，与GB/T 15688—2008相比，主要技术变化如下：

- a) 增加了不适用范围的要求（见第1章）；
- b) 对部分内容进行了编辑性修改。

本标准等同采用国际标准ISO 663:2017《动植物油脂 不溶性杂质含量的测定》（Animal and vegetable fats and oils—Determination of insoluble impurities content）。

为了便于使用，本标准进行了下列编辑性修改：

- 删除国际标准的前言；
- 将“本国际标准”改为“本文件”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“，”；
- 对有关公式进行了编号。

本文件的附录A为资料性附录。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会归口。

本文件负责起草单位：××××。

本文件起草人：××××。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15688—1995、GB/T 15688—2008。

动植物油脂 不溶性杂质含量的测定

1 范围

本文件规定了动植物油脂中不溶性杂质含量的测定方法。

本文件适用于动植物油脂。如果皂类(特别是钙皂)或氧化脂肪酸不作为不溶性杂质含量进行计算,应采用不同的溶剂和操作方法,使不溶性杂质含量的测定符合相关要求。

本文件不适用于乳及乳制品(或从乳及乳制品中提炼的油脂)。

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 5524—2008 动植物油脂 扦样(idt ISO 5555: 2001)

GB/T 15687 油脂试样制备(GB/T 15687—2008, idt ISO 661: 2003)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

不溶性杂质含量 **insoluble impurities content**

在本标准规定的条件下不溶于正己烷或石油醚的物质及外来杂质的量。

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)碱皂、羟基脂肪酸及其甘油酯等。

4 原理

用过量正己烷或石油醚溶解试样,对所得溶液进行过滤。再用同样的溶剂冲洗残留物和滤纸,使其在103 °C下干燥至恒重。

5 试剂

警告: 应采用处理危险品的操作规则,遵循各种技术、组织及个人的安全措施。

除另有说明,所有试剂为分析纯。

5.1 正己烷或石油醚,石油醚的馏程为30 °C~60 °C,溴值小于1。上述任何一种溶剂,每100 mL完全蒸发后的残留物应不超过0.002 g。

5.2 硅藻土，经纯化、煅烧，其质量损失在 900 °C（赤热状态）下少于 0.2 %。

6 仪器

实验室常规设备和试验仪器及以下仪器。

6.1 分析天平：分度值 0.001 g。

6.2 电烘箱：可控制在 103 °C ± 2 °C。

6.3 锥形瓶：容量 250 mL，带有磨口玻璃塞。

6.4 干燥器：内装有效干燥剂。

6.5 无灰滤纸：无灰滤纸在燃烧后的最大残留物百分比为 0.01 %，对尺寸大于 2.5 μm 的颗粒的拦截率可达到 98 %。玻璃纤维过滤器为直径 120 mm，带盖的金属（最好是铝制）或玻璃容器。

6.6 坩锅式过滤器：玻璃，P16 级，（孔径 10 μm ~ 16 μm），直径 40 mm，容积 50 mL，带抽气瓶。可以替代（6.5）所描述的过滤器来过滤包括酸性油在内的所有产品。

7 扦样

实验室收到的样品应具有代表性，在运输或存储过程中不得受损或改变。扦样不是本标准规定的内容，推荐采用 GB/T 5524。

8 试样制备

按 GB/T 15687 方法制备试样。

9 操作步骤

9.1 试样

在锥形瓶（6.3）中，称取约 20 g 试样（第 8 章），精确至 0.01 g。

9.2 测定

9.2.1 将滤纸及带盖过滤器（6.5）或坩锅式过滤器（6.6）置于烘箱（6.2）中，烘箱温度为 103 °C，加热烘干。在干燥器（6.4）中冷却，并称量，准确到 0.001 g。对于酸性油按 9.2.7 准备坩锅，然后再按 9.2.2 操作。

9.2.2 加 200 mL 正己烷或石油醚（5.1）于装有试样（9.1）的锥形瓶中，盖上塞子并摇动。对于蓖麻油可增加溶剂量以便于操作，因此可采用较大的锥形瓶。在 20 °C 下放置 30 min。

9.2.3 在合适的漏斗中通过无灰滤纸过滤，必要时通过坩锅式过滤器抽滤。清洗锥形瓶时要确保所有的杂质都被洗入滤纸或坩锅中。用少量的溶剂（9.2.2）清洗滤纸或坩锅过滤器，洗至溶剂不含油脂。如有必要，适当加热溶剂，但温度不能超过 60 °C，用于溶解滤纸上的一些凝固的脂肪。

9.2.4 如果使用无灰滤纸，将滤纸从漏斗上移到过滤器（6.5）中，静置，使滤纸上的大部分溶剂在空气中挥发，并在 103 °C 烘箱中使溶剂完全蒸发，然后从烘箱中取出，盖上盖子，在干燥器（6.4）中冷却并称量，精确至 0.001 g。

9.2.5 如果用坩锅式过滤器，将坩锅式过滤器置于通风橱中，让大部分溶剂在空气中挥发，并在 103 °C 烘箱中使溶剂完全蒸发，然后在干燥器（6.4）中冷却并称量，精确至 0.001 g。

9.2.6 如果要测定有机杂质含量，必要时使用预先干燥并称量的无灰滤纸，灰化含有不溶性杂质的滤纸，从被测不溶性杂质的质量中减去所得滤纸灰分的质量。有机杂质含量以质量分数表示，需在计算式中乘以 $100/m_0$ ， m_0 表示的是试样的质量，单位以克 (g) 计。

9.2.7 如果要分析酸性油，玻璃坩锅式过滤器要按如下方法涂布硅藻土 (5.2)。在 100 mL 的烧杯中用 2 g 硅藻土和 30 mL 石油醚 (5.1) 混合成膏状。在减压状态下将膏状混合物倒入坩锅式过滤器，使玻璃过滤器上附着一层硅藻土。将涂有硅藻土的坩锅式过滤器置于烘箱 (6.2) 中，在温度为 103 °C 的烘箱内干燥 1 h 后，移入干燥器 (6.4) 中冷却并称量，精确至 0.001 g。

9.2.8 按上述方法对同一试样 (第 8 章) 测定两次。

10 结果表示

试样中不溶性杂质含量用 w (以质量分数表示) 按式 (1) 计算：

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

式中：

m_0 ——试样 (9.1) 的质量，单位为克 (g)；

m_1 ——带盖过滤器及滤纸，或坩锅式过滤器 (9.2.1) 的质量，单位为克 (g)；

m_2 ——带盖过滤器及带有干残留物 (9.2.4) 的滤纸，或坩锅式过滤器及干残留物 (9.2.5) 的质量，单位为克 (g)。

结果保留两位小数。

11 精密度

11.1 实验室间测试

附录A汇总了本方法精密度的实验室间测试情况。从这些测试中得到的值可能不适用于其他浓度范围和其他测试对象。

11.2 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表A.1中所给的重复性限值 (r) 的情况不超过 5 %。

11.3 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表A.1中所给的再现性限值 (R) 的情况不超过 5 %。

12 测试报告

测试报告中应详细说明：

——测试样品所需的所有有关信息；

——若已知采样方法，则注明；

- 采用的检验方法及引用标准；
- 使用的溶剂；
- 本标准中没有具体说明的，或者被认为是可选的，以及所有可能影响结果的操作细节；
- 测定结果。如果进行了重复性试验，应说明两次测定的结果和平均结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

油类、种子、脂肪协会联盟组织 (FOSFA) 组织多个实验室根据 ISO 5725-2 对棕榈油、天然棕榈油及棕榈核油中不溶性杂质进行了测定。

结果见表 A.1。

表 A.1 各实验室对不同油的测试结果

样 品	RDB 棕榈甘 油脂肪	RDB 棕榈油	天然棕榈 核油	天然棕榈 甘油脂	天然鱼油	天然棕榈油
参加的实验室数目	16	35	41	27	41	12
去除异常值保留实验室数目	16	31	33	26	35	11
所有实验室每个样品的单个测试结果	16	93	66	52	70	22
平均值/%	0.004	0.008	0.012	0.016	0.021	0.025
重复性的标准偏差 (S_r)	0.003	0.003	0.003	0.005	0.004	0.004
重复性的变异系数/%	57.1	41.1	22.4	30.5	20.4	14.8
重复性限值 (r) ($S_r \times 2.8$)	0.007	0.009	0.008	0.013	0.012	0.010
再现性标准偏差 (S_R)	0.005	0.010	0.010	0.009	0.009	0.013
再现性变异系数/%	116.6	119.6	81.2	58.4	39.8	52.3
再现性限值 (R) ($S_R \times 2.8$)	0.014	0.027	0.028	0.026	0.024	0.037

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.1-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(idt ISO 5725-1:1994) .
- [2] GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(idt ISO 5725-2:1994) .
-