



中华人民共和国国家标准

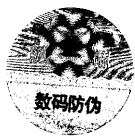
GB/T 5512—2008
代替 GB/T 5512—1985

粮油检验 粮食中粗脂肪含量测定

Inspect of grain and oilseeds—Determination of crude fat content in grain

2008-11-04 发布

2009-01-20 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粮油检验 粮食中粗脂肪含量测定
GB/T 5512—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35593 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是对 GB/T 5512—1985《粮食、油料检验 粗脂肪测定法》的修订。

本标准与 GB/T 5512—1985 主要技术差异如下：

- 修改了标准适用范围；
- 调整了部分内容的顺序并进行了文字编辑性修改；
- 删去原标准中有关油料的内容；
- 增加警告、原理、扦样、粗脂肪萃取仪法。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家粮食局科学研究院。

本标准主要起草人：张佳欣、郝希成、吴春华。

本标准所替代的标准历次版本发布情况为：

- GB/T 5512—1985。

粮油检验 粮食中粗脂肪含量测定

1 范围

本标准规定了粮食中粗脂肪含量测定的原理、扦样,以及索式抽提法、直滴式抽提法、萃取仪法三种测定方法的试剂、操作步骤和结果计算。

本方法适用于粮食中粗脂肪含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

3 原理

将粉碎、分散且干燥的试样用有机溶剂回流提取,使试样中的脂肪被溶剂抽提出来,回收溶剂后所得到的残留物,即为粗脂肪。

4 扦样

扦样、分样按 GB 5491 执行。

5 索氏抽提法

5.1 试剂

无水乙醚:分析纯。

注:不能用石油醚代替乙醚,因为它不能溶解全部的植物脂类物质。

警告:溶剂应储存于合乎安全规定的溶剂室或溶剂柜中的金属容器中。乙醚和己烷极度易燃。进行分析操作的实验室不能有明火。操作者应避免吸入溶剂蒸气。应在装备有防爆的照明、配线和风扇并适合操作的通风罩中使用溶剂。乙醚有随储藏时间延长产生对撞击敏感、有爆炸性的过氧化物的趋势。打开新的乙醚储存容器时要逐个检查过氧化物。几个月未用过的乙醚再次使用时也要进行过氧化物检查。不要使用含有过氧化物的乙醚。含有过氧化物的乙醚应被作为危险物质进行处理。也可以使用进行过稳定处理的乙醚。将电气设备放在地上,保持在适合的工作位置。遵守制造商关于所有抽提仪器安装、操作和安全的建议。确认将萃取杯放入干燥炉前所有溶剂全部蒸发完,以避免起火或爆炸。

5.2 仪器和用具

5.2.1 分析天平:分度值 0.1 mg。

5.2.2 电热恒温箱。

5.2.3 电热恒温水浴锅。

5.2.4 粉碎机、研钵。

5.2.5 备有变色硅胶的干燥器。

5.2.6 滤纸筒。

注:如无备好的滤纸筒,可取长 28 cm、宽 17 cm 的滤纸,用直径 2 cm 的试管,沿滤纸长边卷成筒形,抽出试管至纸筒高的一半处,压平抽空部分,折过来,使之紧靠试管外层,用脱脂线系住,下部的折角向上折,压成圆形底部,抽出试管,即成直径 2 cm、高约 7.5 cm 的滤纸筒。

5.2.7 索氏提取器:各部件应洗净,在 105℃ 温度下烘干,其中抽提瓶烘至恒质。

5.2.8 圆孔筛:孔径为 1 mm。

5.2.9 广口瓶。

5.2.10 脱脂线、脱脂细沙。

5.2.11 脱脂棉:将医用级棉花浸泡在乙醚或己烷中 24 h,其间搅拌数次,取出在空气中晾干。

5.3 样品制备

取除去杂质的干净试样 30 g~50 g,磨碎,通过孔径为 1 mm 的圆孔筛,然后装入广口瓶中备用。试样应研磨至适当的粒度,保证连续测定 10 次,测定的相对标准偏差 $RSD \leq 2.0\%$ 。

5.4 操作步骤

5.4.1 试样包扎

从备用的样品中,用烘盒称取 2 g~5 g 试样,在 105℃ 温度下烘 30 min,趁热倒入研钵中,加入约 2 g 脱脂细砂一同研磨。将试样和细砂研磨到出油状,完全转入滤纸筒内(筒底塞一层脱脂棉,并在 105℃ 温度下烘 30 min),用脱脂棉蘸少量乙醚揩净研钵上的试样和脂肪,并入滤纸筒,最后再用脱脂棉塞入上部,压住试样。

5.4.2 抽提与烘干

将抽提器安装妥当,然后将装有试样的滤纸筒置于抽提筒内,同时注入乙醚至虹吸管高度以上,待乙醚流净后,再加入乙醚至虹吸管高度的三分之二处。用一小块脱脂棉轻轻地塞入冷凝管上口,打开冷凝管进水管,开始加热抽提。控制加热的温度,使冷凝的乙醚为每分钟 120 滴~150 滴,抽提的乙醚每小时回流 7 次以上。抽提时间须视试样含油量而定,一般在 8 h 以上,抽提至抽提管内的乙醚用玻璃片检查(点滴试验)无油迹为止。

抽净脂肪后,用长柄镊子取出滤纸筒,再加热使乙醚回流 2 次,然后回收乙醚,取下冷凝管和抽提筒,加热除尽抽提瓶中残余的乙醚,用脱脂棉蘸乙醚揩净抽提瓶外部,然后将抽提瓶在 105℃ 温度下烘 90 min,再烘 20 min,烘至恒质为止(前后两次质量差在 0.2 mg 以内即视为恒质),抽提瓶增加的质量即为粗脂肪的质量。

5.5 结果计算

粗脂肪湿基含量、干基含量和标准水杂下含量分别按式(1)、式(2)和式(3)计算:

$$X_s = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$X_g = \frac{m_1}{m \times (100 - M)} \times 10\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$X_z = \frac{m_1(100 - M_b)}{m \times (100 - M)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_s ——湿基粗脂肪含量(以质量分数计), %;

X_g ——干基粗脂肪含量(以质量分数计), %;

X_z ——标准水和杂质下的粗脂肪含量(以质量分数计), %;

m_1 ——粗脂肪质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g);

M ——试样水分含量(以质量分数计), %;

M_b ——试样标准水分、标准杂质之和, %。

双试验结果允许差不超过 0.4%,求其算术平均数作为测定结果。测定结果保留小数点后一位。

6 直滴式抽提法

6.1 试剂

所用试剂同 5.1。

6.2 仪器和用具

6.2.1 直滴式提取器。

6.2.2 其他仪器和用具同 5.2。

6.3 试样制备

试样制备方法同 5.3。

6.4 操作步骤

仪器处理同 5.4。使用时,将试样包投入抽提管中,用乙醚抽提脂肪,脂肪抽净后,取出试样包,关上回流的玻璃活塞,继续加热即可收回乙醚。其他方法同 5.4。

6.5 结果计算

同 5.5。

7 粗脂肪萃取仪法

7.1 试剂

7.1.1 硅藻土。

7.1.2 其他试剂同 5.1。

7.2 仪器

7.2.1 分析天平:分度值 0.1 mg。

7.2.2 粉碎机、研钵。

7.2.3 干燥器:装有变色硅胶。

7.2.4 圆孔筛:孔径为 1 mm。

7.2.5 粗脂肪萃取仪:多位萃取单元,控制两阶段包括溶剂回收循环的兰德尔萃取过程,配置有耐乙醚的氟化橡胶或特富龙密封。

7.2.6 套筒和支架:纤维质套筒和放置套筒的支架。

7.2.7 萃取杯:铝制或玻璃制(不同质地萃取杯萃取时间可能不同,要查阅制造商的操作手册)。

注:溶剂萃取系统、套筒与支架、萃取杯均可向粗脂肪萃取仪器制造商购买。

7.3 试样制备

方法同 5.3。

7.4 操作步骤

根据表 1 称量 1 g~5 g 试样,精确到 0.001 g,直接放入经称量去皮的纤维质套筒,使试样含脂肪 100 mg~200 mg。记录质量(S)和萃取套筒序号。

表 1 试样加入量参考表

粗脂肪/%	试样质量/g
<2	5
5	2~4
10	1~2
>20	1

注:如果试样含有大量尿素盐(>5%)或可溶性碳水化合物(>15%)、甘油、乳酸、氨基酸盐(>10%)或其他水溶性物质,用水萃取除去。称量试样到滤纸上,每次用水 20 mL 萃取 5 次,试样排干水分。将装有洗涤过试样的滤纸放入套筒并于 102 °C±2 °C 干燥 2 h。为方便过滤,在用水萃取前在滤器底部加入或与试样混合 1 g~2 g 经灰化、酸洗的砂子,或硅藻土。

装有试样的套筒在 $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h。如果干燥过的试样未马上进行萃取,须在干燥器中保存。溶剂和试样都应无水,以避免水溶性物质如碳水化合物、尿素、乳酸、甘油被萃取产生错误高值。

如存在预干燥时会融化浸透套筒的高脂肪含量试样,可以向试样中加入吸附剂如硅藻土。也可以在预干燥时加入脱脂棉吸附融出的脂肪。如果试样在 $102\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时融化,可以在套筒下放置一个预先去皮的萃取杯,用以接收任何未被吸收而融出套筒的融化脂肪。

在试样顶部放置脱脂棉(用和萃取溶剂同样的溶剂进行脱脂),保证在萃取步骤中试样完全浸没,防止试样从套筒顶部的任何损失。准备棉塞的大小要足够保持试样的适当位置,同时要尽可能小,以使对溶剂的吸收降到最少。

在每个萃取杯中放置 3 粒~5 粒直径为 5 mm 的玻璃珠。在 $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥萃取杯 30 min,然后转移到干燥器中静止冷却至室温。称量萃取杯,记录质量精确至 $0.1\text{ mg}(T)$ 。

萃取,遵守制造商关于萃取仪器的操作说明。预热萃取仪,打开冷凝器冷凝水。将装有干试样的套筒连接到萃取柱。当套筒处于萃取位置时,向每个萃取杯中加入足够的溶剂以浸没试样。在萃取柱下放置萃取杯,并保证位置适当。确保萃取杯与它们相应的套筒匹配。套筒位置降低进入溶剂中,沸腾 20 min。调整适当的回流速率,回流速率是脂肪完全萃取的关键。很多萃取仪器适用大约每秒 3 滴~5 滴的回流速率。

提升套筒至溶剂液面上,在此位置淋洗萃取 40 min。然后使溶剂尽可能从萃取杯中蒸发出来以回收溶剂,得到表观上的干燥。

从萃取器上取出萃取杯,放入通风罩中,在低温下完成溶剂的蒸发。(注:小心操作,防止通风罩顶部的碎屑掉入。放置萃取杯在通风罩中直到溶剂完全赶净。)

在 $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥萃取杯 30 min 除去水汽。过度干燥会造成脂肪氧化导致高测定结果。干燥后,萃取杯在干燥器中静止冷却至室温。称量萃取杯,精确到 $0.1\text{ mg}(F)$ 。

7.5 计算

粗脂肪含量按式(4)计算:

$$X_e = \frac{F - T}{S} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

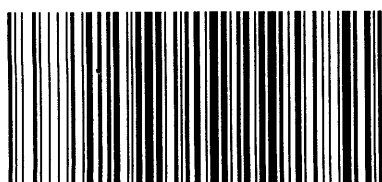
X_e ——乙醚萃取的粗脂肪含量(以质量分数计), %;

F ——萃取杯的质量与脂肪的质量,单位为克(g);

T ——空萃取杯的质量,单位为克(g);

S ——试样质量,单位为克(g)。

注:回收乙醚的再制分三个步骤:(1) 除去过氧化物:将乙醚注入分液漏斗中,加入占乙醚量五分之一的 10% 硫酸亚铁溶液(取 100 g 硫酸亚铁溶于 600 mL 水中,加 30 mL 浓硫酸进行酸化,再用水稀释至 1 000 mL)充分混合,静置澄清后放出水溶液。(2) 除去乙醇:加入占乙醚量五分之一的 10% 氢氧化钾溶液,振荡洗涤后静置,放出水溶液,再重复洗涤 2 次~3 次即可。(3) 除去水分和蒸馏:在乙醚瓶中加入适量(占乙醚量的十分之一至五分之一)的小颗粒无水氯化钙,放置一昼夜,时加振摇,取上层清液进行蒸馏,收集 $33\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 37\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间的馏分,乙醚的接收器需要用冰或冷水进行冷却,同时连接一安全瓶,并将瓶内气体排出室外或排入下水道中。



GB/T 5512-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-35593

定价: 10.00 元