



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0801.17—2010
代替 SN/T 0801.17—1999

进出口动物油脂 脂肪酸凝固点测定方法

Animal fats and oils for import and export—
Determination of the solidification point of fatty acids

(ISO 935-1988: Animal and vegetable fats and oils—
Determination of titre, MOD)

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

SN/T 0801《进出口动植物油脂》分为 23 部分：

- 第 1 部分：不溶性杂质检验方法；
- 第 2 部分：含磷量的检验方法；
- 第 3 部分：过氧化值检验方法；
- 第 4 部分：华司脱加热试验检验方法；
- 第 5 部分：熔点检验方法；
- 第 6 部分：沉积物检验方法；
- 第 7 部分：不溶溴化物试验；
- 第 8 部分：密度检验方法；
- 第 9 部分：透明度、气味、滋味检验方法；
- 第 10 部分：浊点检验方法；
- 第 11 部分：油脚检验方法；
- 第 12 部分：闪点限值试验 宾斯基-马丁闭口杯法；
- 第 13 部分：干燥时间检验方法；
- 第 14 部分：色泽检验方法；
- 第 15 部分：不皂化物检验方法；
- 第 16 部分：磷酸试验值检验方法；
- 第 17 部分：脂肪酸凝固点测定方法；
- 第 18 部分：水分及挥发物检验方法；
- 第 19 部分：游离脂肪酸和酸价检验方法；
- 第 20 部分：羟值检验方法；
- 第 21 部分：叶绿素检验方法；
- 第 22 部分：聚乙烯类聚合物检验方法；
- 第 23 部分：溶剂残留量检验方法。

本部分为 SN/T 0801 的第 17 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 0801.17—1999《进出口动植物油脂脂肪酸凝固点测定方法》。

本部分与 SN/T 0801.17—1999 相比，主要技术变化如下：

- 将原标准中的仪器设备进行了详尽描述，增加了装置图；
- 将原标准中的单位和符号的表示方式进行了修订。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：田苗、孙兴权、林维宣、于灵、董振霖、白翎。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- ZBX14004—1985、SN/T 0801.17—1999。

进出口动物油脂 脂肪酸凝固点测定方法

1 范围

SN/T 0801 的本部分规定了进出口牛羊油脂脂肪酸凝固点的测定方法。

本部分适用于进出口牛羊油脂脂肪酸凝固点的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件,凡是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 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 方法提要

试样用氢氧化钠溶液皂化,将皂化液溶于水,加盐酸中和,用热蒸馏水洗涤分离出的脂肪酸,过滤并烘干,备用。熔化制备的脂肪酸,持续搅拌降温,观察温度变化,当温度下降受阻时,温度将突然回升并再度下降,记录再度下降前所达到的最高温度,即为脂肪酸凝固点。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 盐酸。
- 4.2 盐酸溶液(1+2,体积比):取盐酸 100 mL 加入到 200 mL 水中,混匀即可。
- 4.3 50%氢氧化钠溶液:50 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。
- 4.4 95%乙醇。
- 4.5 0.1%甲基橙指示剂:0.1 g 甲基橙溶于 100 mL 水中。

5 仪器和设备

5.1 凝固点测定装置(参见附录 A 中图 A.1)如下:

- a) 烧杯:2000 mL;
- b) 广口瓶:高度 130 mm,外直径 100 mm;
- c) 试管:100 mm×25 mm(内径),装有一个能持续操作,运动的垂直距离为 40 mm 的搅拌器,试管可在 55 mm 高度处标有刻度,搅拌器可由玻璃或惰性金属制成,直径为 2 mm~3 mm,在水平面底端弯曲成一个直径为 19 mm 的圆圈;
- d) 平的软木塞:塞于瓶口,中心有一个洞支持试管;
- e) 温度计:温度范围包括-2℃~68℃,刻度分度为 0.1℃,在凝固点下降的温度范围内校正好,温度计适于悬挂,以便使其基部的小球离试管底部大约 10 mm;

f) 水浴:能在低于预计的凝固点 $20^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 下保温。

5.2 保温漏斗:由斗壁和下管构成,斗壁与下管连通为一体,斗壁为双层结构。

5.3 天平:感量为 0.1 g 。

5.4 烘箱。

6 试样制备与保存

油脂的平均样品适当加热熔融后,混合均匀,一半作为试样,一半作为存查样品。制备好的试样置于洁净容器中,密封,并标明标记,于 $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$ 冷藏存放。

试样制备与保存过程中应防止样品受到污染。

7 测定步骤

7.1 脂肪酸制备

称取试样 40.0 g 于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 50% 氢氧化钠溶液及 80 mL 95% 乙醇。连接冷凝器,置沸水浴上煮沸 $2\text{ h}\sim 3\text{ h}$,直至皂化完全,皂化完全表现为混合物变为透明、均一。皂化完全后,卸下冷凝器,将皂化液倾入 500 mL 烧杯中,在水浴上蒸发至乙醇除净为止。然后加入 400 mL 热蒸馏水,用玻璃棒搅拌溶解后,加入适量沸石和甲基橙指示剂,滴加盐酸,使溶液呈永久红色并稍过量。将烧杯置沸水浴中保持微沸至析出的脂肪酸层澄清为止。将水层吸出,加热蒸馏水 250 mL ,充分洗涤,静置分层后,再将水层吸出,洗涤至洗液加甲基橙指示剂不呈红色为止。用保温漏斗及全干滤纸过滤热脂肪酸,置 $103^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘去水分约 40 min ,取出,备用。

7.2 凝固点测定

加热脂肪酸至大约高出预计的凝固点 $15^{\circ}\text{C}\sim 20^{\circ}\text{C}$,移入凝固点测定装置中,测定装置内水浴的温度维持在低于预计的凝固点 $5^{\circ}\text{C}\sim 10^{\circ}\text{C}$,以软木塞固定温度计并用玻璃搅拌器上下搅动,观察试管内脂肪酸温度变化,当温度不再下降或开始回升时,停止搅拌。记录温度突然回升并再度下降前所达到的最高温度,即脂肪酸凝固点。

8 结果计算

将两次测定值的算术平均值作为测定结果,结果表示精确到 0.1°C 。

9 允许误差

平行试验允许差不超过 0.2°C 。

附录 A
(资料性附录)
脂肪酸凝固点测定装置

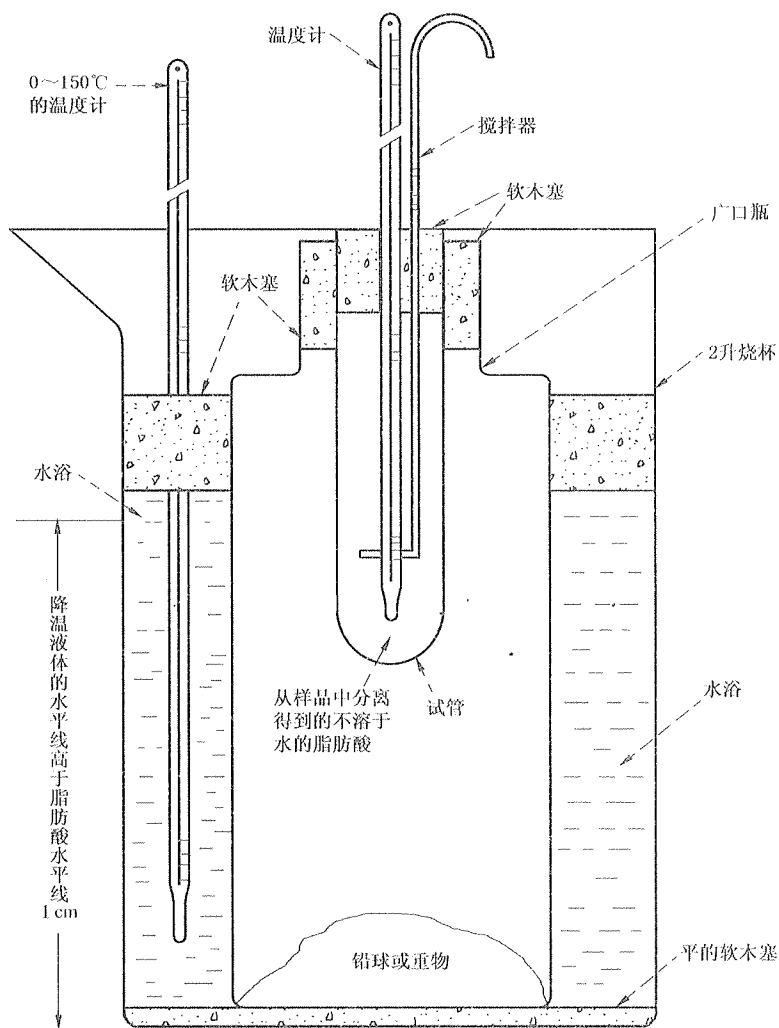


图 A.1 脂肪酸凝固点测定装置