

ICS 67.060
B 20
备案号: 37615—2012

LS

中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 3706—2012

粮油检验仪器 自动滴定分析仪技术条件与试验方法

Test instrument of grain and oils—
Technical requirements and test method for automatic titration analyzer

2012-10-25 发布

2012-12-01 实施

国家粮食局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局标准质量中心提出并归口。

本标准起草单位：中国储备粮管理总公司成都粮食储藏科学研究所。

本标准主要起草人：石恒、毛根武、岳寰、张华昌、董德良、郭道林、丁建武、何学超。

引 言

自动滴定分析仪可用于测定粮油及其制品中脂肪酸值、酸值和酸度、过氧化值。
本标准用于测试评价自动滴定分析仪的准确性、精密度、台间差、稳定性、安全性等基本性能。

粮油检验仪器

自动滴定分析仪技术条件与试验方法

1 范围

本标准规定了自动滴定分析仪的技术要求、试验方法、检验规则、产品标牌、产品合格证、使用说明书、包装、运输和贮存。

本标准适用于采用图像分析技术或其他传感器技术,以粮油及其制品中脂肪酸值、酸值和酸度、过氧化值作为测定对象的自动滴定分析仪(以下简称滴定仪)。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 3768 声学 声压法测定噪声源声功率级 反射面上方采用包络测量表面的简易法

GB 4706.1—2005 家用和类似用途电器的安全 第1部分:通用要求

GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求

GB 5226.1—2008 机械电气安全 机械电气设备 第1部分:通用技术条件

GB/T 14714 微小型计算机系统设备用开关电源通用规范

GB/T 24854 粮油机械 产品包装通用技术条件

GB/T 25218—2010 粮油机械 产品涂装通用技术条件

JB/T 9329—1999 仪器仪表运输、运输贮存基本环境条件及试验方法

LS/T 3501.2 粮油加工机械通用技术条件 机械加工技术要求

3 工作原理

采用图像分析技术或其他传感器技术,实时监测样品液颜色变化,并转换成数字信号传送给自动控制电路,滴定泵实现自动滴定,并完成自动滴定终点判定和计算。

4 技术要求

4.1 一般要求

滴定仪应符合本标准的规定,并按经规定程序批准的图样及技术文件制造。

4.2 工作环境要求

4.2.1 仪器应水平放置,避免阳光直射,避免振动。

4.2.2 环境温度:15℃~40℃。

4.2.3 环境相对湿度:≤80%。

4.2.4 电源电压:AC 220 V \pm 22 V,50 Hz \pm 1 Hz。

4.3 功能要求

应具有自动滴定、自动搅拌、自动判定终点、自动计量计算基本功能。

4.4 主要部件要求

4.4.1 定量泵最小加液量: \leq 0.01 mL;流量精度:相对标准偏差(RSD) \leq 1%。

4.4.2 开关电源应符合 GB/T 14714 的规定。

4.4.3 机体及部件表面加工质量应符合 LS/T 3501.2 的要求。

4.4.4 外观应符合以下要求:

- a) 表面光滑平整,无毛刺,无明显划痕和疤痕;
- b) 油漆表面应符合 GB/T 25218—2010 的要求。

4.5 性能要求

4.5.1 滴定速度

滴定速度在 0.5 mL/min \sim 10 mL/min 范围内可调,相对偏差 \leq \pm 1%。

4.5.2 搅拌电机速度

搅拌电机转速在 10 r/min \sim 240 r/min 范围内可调。

4.5.3 准确度

进行加标回收试验,回收率在 90% \sim 110% 范围内。

4.5.4 精密度

滴定仪平行测试测定值变异系数(CV)应符合以下要求:

- a) 稻谷、玉米脂肪酸值(脂肪酸值大于 12 mg/100 g):CV 不大于 4%;
- b) 油脂过氧化值:CV 不大于 4%;
- c) 油脂酸值与酸度:CV 不大于 4%。

4.5.5 台间差

台间差应符合以下要求:

- a) 稻谷、玉米脂肪酸值:台间差绝对差值 \leq 2 mg/100 g(氢氧化钾/干基)。
- b) 油脂过氧化值:当过氧化值 \leq 5 mmol/kg 时,台间差绝对差值 \leq 平均值的 10%;
- c) 油脂酸值与酸度:当酸度 \leq 3%时,台间差绝对差值 \leq 平均值的 3%;当酸度 $>$ 3%时,台间差绝对差值 \leq 平均值的 1%。

4.5.6 稳定性

使用 0.05 mol/L 的盐酸溶液,在不改变被测物的情况下,连续开机 12 h,每隔 1 h 测定一次酸度数据,测定结果的极差 \leq 平均值的 5%。

4.6 安全性要求

4.6.1 绝缘电阻应符合 GB 4793.1—2007 中 6.8.4 的要求。

- 4.6.2 耐压应符合 GB 5226.1—2008 中 18.4 的要求。
- 4.6.3 泄漏电流应符合 GB 4706.1—2005 中 13.1 的要求。
- 4.6.4 操作部件应在醒目位置有说明用途的文字或符号。

4.7 噪声

噪声： ≤ 60 dB。

5 试验方法

5.1 试验条件和要求

- 5.1.1 试验场地和滴定仪的放置应符合产品说明书的有关规定，满足试验要求。
- 5.1.2 仪器工作环境应符合 4.2 的规定。
- 5.1.3 被检滴定仪应具有制造厂的质量检验合格证、使用说明书等技术资料。
- 5.1.4 测试用仪器、仪表应按有关规定校验合格，并在有效使用期内。

5.2 仪器准备

按仪器使用说明书的规定对仪器进行操作，开机自检及预热。

5.3 主要部件检验

- 5.3.1 定量泵的计量精度：通过对比目标液量和实际分配液体的质量来校核泵的计量精度。控制定量泵分配 5 mL 蒸馏水并使用 0.1 mg 的分析天平称量，重复操作最少 10 次，计算平均值、极限偏差和相对偏差，应满足 4.4.1 的要求。水的密度和环境温度有关，用称量分析测量法校正在环境温度下水的体积。
- 5.3.2 其他外购件检验供货方提供的产品合格证和质量检验报告。

5.4 外观检验

油漆表面按 GB/T 25218—2010 的 5.2 进行检验。

5.5 性能测定

5.5.1 滴定速度测定

使用 0.1 mg 的分析天平，通过对比目标液量和实际分配液体的质量来校核泵的滴定速度。采用 3 个不同的滴定速度值分别重复运行最少 10 次，计算平均值、极限偏差和相对偏差，应满足 4.5.1 的要求。水的密度和环境温度有关，用称量分析测量法校正在环境温度下水的体积。

5.5.2 搅拌电机速度

用转速表检测速度变化范围，应满足 4.5.2 的要求。

5.5.3 准确度测定

- 5.5.3.1 用亚油酸标准品配制标准溶液，用已知脂肪酸值的稻谷（或玉米）样品，分别添加不同量的亚油酸标准溶液，用滴定仪进行加标回收试验，扣除本底后计算回收率，应满足 4.5.3 的要求。
- 5.5.3.2 用已知过氧化值的油脂样品，分别添加不同量的碘标准溶液，用滴定仪进行加标回收试验，扣除本底后计算回收率，应满足 4.5.3 的要求。

5.5.3.3 用已知酸值的油脂样品,分别添加不同量的盐酸标准溶液,用滴定仪进行加标回收试验,扣除本底后计算回收率,应满足 4.5.3 的要求。

5.5.4 精密度测定

5.5.4.1 选用稻谷及其制品脂肪酸值为 12 mg/100 g(氢氧化钾/干基)~40 mg/100 g(氢氧化钾/干基)、玉米及其制品脂肪酸值为 30 mg/100 g(氢氧化钾/干基)~80 mg/100 g(氢氧化钾/干基)的样品。样品制备后对同一提取液进行 4 次平行测试,计算测定值的重复性误差,测定结果应满足 4.5.4a) 的要求。

5.5.4.2 选用油脂过氧化值为 2.00 mmol/kg~20.00 mmol/kg 的样品。样品制备后进行 4 次平行测试,计算测定值的重复性误差,测定结果应满足 4.5.4b) 的要求。

5.5.4.3 选用油脂酸值为 1.00 mg/g~5.00 mg/g 的样品。样品制备后进行 4 次平行测试,计算测定值的重复性误差,测定结果应满足 4.5.4c) 的要求。

5.5.5 台间差测定

5.5.5.1 选用稻谷及制品脂肪酸值为 10 mg/100 g(氢氧化钾/干基)~40 mg/100 g(氢氧化钾/干基)、玉米及制品脂肪酸值为 5 mg/100 g(氢氧化钾/干基)~80 mg/100 g(氢氧化钾/干基)的样品。样品制备后用两台仪器对同一提取液进行两次平行测试(即每台仪器对该提取液进行两次测试,取两次测试结果的平均值作为本台仪器的测试结果),计算台间差,测定结果应满足 4.5.5a) 的要求。

5.5.5.2 选用油脂过氧化值为 2.00 mmol/kg~20.00 mmol/kg 的样品。样品制备后用两台仪器进行两次平行测试,计算台间差,测定结果应满足 4.5.5b) 的要求。

5.5.5.3 选用油脂酸值为 1.00 mg/g~5.00 mg/g 的样品。样品制备后用两台仪器进行两次平行测试,计算台间差,测定结果应满足 4.5.5c) 的要求。

5.5.6 稳定性测定

使用 0.05 mol/L 的盐酸溶液,在不改变被测物的情况下,连续开机 12 h,每隔 1 h 测定一次酸度数据,测定结果应满足 4.5.6 的要求。

5.6 安全性测定

5.6.1 查验供货方的检验报告或合格证书。

5.6.2 绝缘电阻测试按 GB 4793.1—2007 中 6.8.4 的规定检测。

5.6.3 耐压测试按 GB 5226.1—2008 中 18.4 的规定检测。

5.6.4 泄漏电流测试按 GB 4706.1—2005 中 13.2 的规定检测。

5.7 噪声

噪声的测定按照 GB/T 3768 的规定执行。测定时声级计的传声器的水平位置距机器表面 1 m、距地面高度为 1.5 m,测量前、后、左、右四个点。在噪声测试前先测出背景噪声。测量时,使声级计的传声器朝着噪声源方向。声级计的读数值取接近指示数值的整数,当指针摆动大时可选取指针摆动的平均值。当相邻测点测出的声压级相差超过 5 dB(A)时,在其间增加测点,取各测点的算术平均值。背景噪声应比所测机组噪声至少低 10 dB(A)以上。当不能满足上述规定、其差值小于 3 dB(A)时,测量无效,在差值为 3 dB(A)~10 dB(A)时,进行修正。

6 检验规则

检验规则分为出厂检验和型式检验。

6.1 产品组批

同原料、同工艺、同设备同一生产周期加工的产品为一批。

6.2 出厂检验

6.2.1 总体要求

产品须经逐台检验合格,并签发产品质量合格证后方可出厂。

6.2.2 检验项目

逐台检验项目:4.3、4.4.1、4.4.4、4.5.1、4.5.2、4.5.4、4.6、4.7。

6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一时应进行型式检验:

- a) 产品定型或转厂生产时;
- b) 结构、工艺、材料有较大变化,可能引起性能变化时;
- c) 产品停产一年后恢复生产时;
- d) 正常生产时,每两年进行1次;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- f) 国家质量监督部门提出要求时。

6.3.2 抽样方法:从出厂检验合格的产品中随机抽取不少于两台进行型式检验。

6.4 判定规则

6.4.1 出厂检验所有检验项目符合要求时,判定为合格。有不合格项的,需调整或修复后进行复检,直到合格方能出厂;经调整或修复两次后,复检仍不合格,不得出厂。

6.4.2 型式检验做全项目检验。型式检验中若有不合格项目,可加倍抽样复检,以复检结果为准;经调整或修复两次后,复检仍不合格,则判该次型式检验不合格。

7 标志、标签和使用说明书

7.1 标志

7.1.1 产品标牌上应有下列内容:

- a) 产品名称、型号;
- b) 制造厂厂名;
- c) 生产日期;
- d) 编号。

7.1.2 产品外包装箱上应有下列标志:

- a) 产品名称、型号;
- b) 制造单位的名称、地址、电话、传真、邮编;
- c) 执行标准号;
- d) “怕雨”、“向上”等,图形及标志应符合 GB/T 191—2000 的规定;
- e) 旋转标识。

7.2 标签

7.2.1 产品合格证上应有下列内容：

- a) 合格印章；
- b) 检验员代号；
- c) 检验日期；
- d) 产品型号；
- e) 产品出厂编号。

7.2.2 产品装箱单上应载有设备及零配件名称、型号、数量。

7.3 使用说明书

使用说明书应有下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品原理、产品性能；
- c) 安装说明；
- d) 使用方法、注意事项；
- e) 维护保养项目及要求；
- f) 售后服务；
- g) 制造单位的名称、地址；
- h) 整机重量；
- i) 产品执行标准号。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

8.1.1 产品包装应符合 GB/T 191 和 GB/T 24854 的规定，在包装箱上标志下列内容：

- a) 产品名称、型号；
- b) 制造厂厂名；
- c) “向上”“怕雨”“精密仪器”等储运图示标志。

8.1.2 仪器包装箱内应有下列文件：

- a) 装箱单；
- b) 产品合格证；
- c) 产品使用说明书；
- d) 备件及附件清单。

8.1.3 装箱单上应有下列内容：

- a) 设备及零部件名称；
- b) 型号；
- c) 数量。

8.2 运输

滴定仪的运输应符合 JB/T 9329—1999 的规定。

8.3 贮存

滴定仪应存放于环境温度 0℃~40℃、环境相对湿度不大于 85% 的库房中。库房中不得有腐蚀性气体和腐蚀性化学药品。
