



中华人民共和国国家标准

GB/T 14488.1—202X

代替 GB/T 14488.1—2008

植物油料 含油量测定

Oilseeds—Determination of oil content

(ISO 659:2009, MOD)

(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 发布
国家标准化管理委员会

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 14488.1-2008《植物油料 含油量测定》，与GB/T 14488.1-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a)更改了适用范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- b)增加了研钵等装置可代替微粉碎机的要求（见6.3，2008年版的6.3）；
- c)删除了扦样（见2008年版的第7章）；
- d)增加了椰蓉（见7.3.3，2008年版的8.3.3）；
- e)增加了油茶籽，减少了葵花籽（见7.3.4，2008年版的8.3.4）；
- f)增加了葵花籽样品处理要求（见7.3.5）；
- g)增加了葵花籽含油量计算公式（见9.1.2）；
- h)删除了联合实验室测试（见2008年版的11.1）；
- i)删除了实验报告（见2008年版的第12章）；
- j)更改了精确度（见第10章，2008年版的第11章）。

本文件修改采用国际标准ISO 659:2009《油料种籽 含油量测定（参考方法）》（英文版）。

本文件与ISO 659:2009相比，在结构上有较多调整。两个文件的结构编号变化对照一览表见附录A。

本文件与ISO 659:2009相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线（|）进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录B。

本文件做了下列编辑性改动：

- 在6.3、7.2、7.3.5、7.3.7、8.2.2.3和8.2.3中增加了注；
- 增加了附录C（资料性）“精密度要求”。

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（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：湖北省粮油食品质量监督检测中心、国家粮食和物资储备局标准质量中心、广东省潮州市质量计量监督检测所、四川省粮食质量监测中心、山东金胜粮油食品有限公司、内蒙古自治区粮油标准质量监测中心、中储粮质检中心有限公司、山东省粮油检测中心、宁夏回族自治区粮油产品质量检测中心、广西壮族自治区粮油质量检验中心、武汉食品化妆品检验所、武汉市储备粮保障中心、三峡公共检验检测中心、赛默威（湖北）智能科技有限公司。

本文件主要起草人：刘利、郭玉婷、李婷、刘向昭、崔韵升、李建平、陈帅、董斌、朱玫、吴莉莉、李涛、胡蓉、胡兵、张欣、王艳、刘坚、吴秋蓉、李琦、邹洁、董同珺

本文件所代替的历次版本发布情况为：

- 1993年首次发布为GB/T 14488.1-1993，2008年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

植物油料 含油量测定

1 范围

本文件描述了植物油料含油量的测定方法。

本文件适用于测定商品油菜籽、大豆、葵花籽、花生、棉籽、油茶籽、亚麻籽、椰蓉的含油量。但本文件并不排除用来测定其他植物油料的含油量。

注：如有需要，以下项目可分别测定：

——净样的含油量和杂质的含油量；

——在测定花生的含油量时，可分别测花生粉碎物的含油量、花生仁的含油量、含油杂质的含油量和非含油杂质的含油量。

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 14488.2 油料 杂质含量的测定

GB/T 14489.1 油料 水分及挥发物含量测定

ISO 664 油料 实验室试验样品分取法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

含油量 oil content

在本文件规定条件下，用正己烷或石油醚作溶剂对油料进行抽提，所得提取物占原始样品或者净样品的质量分数。

注：如有需要可用干物质含油量表示。

4 原理

用正己烷或石油醚作溶剂，使用适当的抽提装置，将植物油料中的正己烷或石油醚可溶物提取出来，除去溶剂，称量提取物的质量。

5 试剂

5.1 正己烷或石油醚

由6个碳原子组成的碳氢化合物，其沸程为40℃～60℃或50℃～70℃，沸程低于40℃的成分少于5%，且溴值低于1。溶剂蒸发后的残留物不得超过2 mg/100mL。

6 仪器设备

6.1 分析天平：精度 0.001 g。

6.2 粉碎机：易于清理，适合粉碎油料，能将油料粉碎成均匀的颗粒、不明显发热、水分及挥发物或含油量不发生明显变化。

注：Christy& Norris 8英寸实验室粉碎机，配圆孔筛网或条形筛网，筛网规格可根据样品的品种来选用（如0.8 mm 筛孔，3 mm、6 mm的条形筛）。Retsch ZM 200超离心粉碎机，在粉碎葵花籽时用1 mm的筛网，其他种籽可选用适配筛网。其他粉碎机只要能满足要求，也可使用。

6.3 微粉碎机：能将油料粉碎成粒径小于 160 μm 的细粉（不包括壳），粉碎后壳部分的粒径能达到 400 μm 。可用能达到相近粉碎效果的装置代替微粉碎机，如研钵。咖啡研磨机及类似切割式研磨机不宜用作微粉碎机。

注1：具有120 mL容量的不锈钢球型磨，其中内置直径为1 cm、2 cm、3 cm的钢珠（重约7 g、30 g、130 g，具体根据待粉碎样品调整），通过剧烈摇晃方式粉碎样品。若微粉碎机的设计满足向其中加入溶剂要求，可向其中加入约20 mL溶剂以提高萃取速度。

注2：使用研钵粉碎样品时，可向其中加入适量石英砂。

6.4 提取套筒（纤维素质）和脱脂棉：无正己烷或石油醚可溶物。

6.5 抽提器：直滴式抽提器或其他抽提器，抽提瓶容量为 200 mL~250 mL。直滴式抽提器具有安全性优势且抽提效率更高。其他抽提器应用已知含油量的标准样品进行测试，测试结果符合该标准样品参考值的要求。使用回流式抽提器时，抽提瓶应为 250 mL，且所用溶剂体积不少于 150 mL，应防止虹吸时溶剂沸腾剧烈造成溶剂或测试部分损失。

6.6 沸石：用前先在 $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥，置于干燥器中冷却备用。

6.7 有机溶剂挥发装置（可产生惰性的保护气流）：用于安全挥发提取套筒中的有机溶剂，应置于通风橱中。

6.8 电加热装置：砂浴锅、水浴锅、加热套和电热板等。

6.9 电热干燥箱：控温要求 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，具有常压干燥和减压干燥功能。

6.10 干燥器（装有有效干燥剂，如变色硅胶或五氧化二磷）。

6.11 电热干燥箱：控温要求 $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，用于烘干棉籽，见 7.3.6。

6.12 平底金属盘：直径 100 mm，高约 40 mm。

7 试样制备

7.1 分样

按ISO 664制备试样，大粒油料样品约500 g，中粒油料样品约150 g，小粒油料样品约100 g。如在分样前已将大的非含油杂质去除，按式(4)计算原始样品的含油量。根据检验要求来决定是否除去杂质。

7.2 预干燥

在对样品进行油脂的抽提之前,应使试样的水分低于10%。用快速水分测试法来估测试样(8.1)的水分含量,如果水分含量大于10%,需将样品(8.1)装入平底金属盘(6.12),在不高于80℃的干燥箱中干燥,使其水分达到10%以下。干燥后的样品置于广口瓶中密闭备用。对于需预干燥的样品,按GB/T 14489.1分别测定原始样品和干燥后样品的水分含量,原始样品的含油量按式(7)进行计算。

注:在80℃的干燥箱中干燥30 min,水分含量可降低25%以上。

7.3 试样

7.3.1 总则

样品粉碎后必须在30 min内进行抽提,特别是需要测定提取油脂的游离脂肪酸含量时。粉碎样品前后都应仔细清理粉碎机,粉碎机上的残留样品应与粉碎后的样品混合均匀。

注:以下提及的种子或仁,指完整的种子或仁,也包括它们破碎后的碎片。

7.3.2 棕榈仁

在测定含油量时,需准备600 g样品,将壳作为杂质和其他杂质一并去掉后,将棕榈仁粉碎至细度不超过6 mm后进行测试。按式(1)计算含油量。如果需测毛样的含油量,因壳难以粉碎,需分开粉碎棕榈仁和壳,以免样品粉碎不均匀。然后,分别测定棕榈仁和杂质的含油量,按式(3)计算含油量。杂质含量的测定按GB/T 14488.2进行。

注1:棕榈仁粉碎时,可用配有6 mm条形筛的粉碎机(6.2)粉碎。

注2:壳和其他杂质粉碎时,可用配有直径3 cm钢珠的微粉碎机(6.3)研磨10 min。

7.3.3 椰干(椰子、椰蓉)

可用备有6 mm条状筛的粉碎机(6.2)粉碎,在粉碎前整个样品要先冷冻,试样在粉碎过程中及粉碎后应避免水分在样品上凝结。粉碎后长度约为2 mm,不得超过5 mm。试样混匀后要立即进行测定。

7.3.4 大中粒油料(巴西坚果、乳木果、油茶籽、花生、大豆等,不包括葵花籽、棉籽)

用粉碎机(6.2)将样品快速地磨碎成均匀的细颗粒状至细度不超过2 mm。弃去最先粉碎出的约十分之一的样品,收集余下部分仔细混匀后立即进行测定。为便于粉碎含油量高的样品,在粉碎前可将其先放到-10℃至-20℃条件下进行冷冻。冷冻后的试样在粉碎过程中及粉碎后应避免水分凝结在样品上。

注1:大豆粉碎时,可用配有0.8 mm筛孔板或采用备有1 mm筛孔的粉碎机粉碎。

注2:花生粉碎时,可用配有3 mm条形筛孔的粉碎机粉碎,当样品的含油量超过45%时,应尽可能避免样品成糊状。

注3:其他油料粉碎时,可用配有6 mm的条形筛的粉碎机粉碎。

7.3.5 葵花籽

用粉碎机(6.2)将样品粉碎,在粉碎过程中应将样品缓慢加入粉碎机,以防止样品成糊状。配备孔径1.0 mm筛网的粉碎机最为适用,若不使用带筛网(孔径1.0 mm)的粉碎机粉碎样品,则需将粉碎后的样品过孔径2.0 mm的筛子,并将筛上物重新粉碎,直至全部过筛,收集所有筛下物,仔细混匀,对粉碎混匀后的样品进行含油量测定。并按GB/T 14489.1测定整粒葵花籽水分及挥发物含量(U_1)和粉碎后样品的水分及挥发物含量(U_2)。

注:在测试葵花籽的水分及挥发物含量时,需严格遵守标准中规定的干燥时间。

7.3.6 棉籽

称取15 g样品于已干燥至恒重的平底金属盘(6.12)中,精确至0.001 g。放入已升温至 (130 ± 2) °C的干燥箱(6.11)中干燥2 h,取出金属盘置空气中冷却30 min。后用粉碎机(6.2)将其全部粉碎,并移入已垫好脱脂棉的提取套筒(6.4)中进行测定。

7.3.7 小粒油料(亚麻籽、油菜籽等)

选取有代表性的样品约100 g在粉碎机(6.2)中粉碎至无完整粒。收集磨上残留样品与其他粉碎样品合并,并混合均匀,注意防止粉碎后样品水分散失。

注1:如果粉碎机的时间和速度是可调的,应在粉碎前根据粉碎机和样品的特性设定粉碎时间和速度。粉碎不应引起仁壳分离,不应出油,且至少95%(质量分数)的样品能通过1 mm的筛孔。

注2:如需测定净样品的含油量,按GB/T 14488.2除去杂质。对于芝麻等特别小粒的样品,制备100 g净样品可操作性差,此要求可放宽,但至少需制备30 g净样品(含破碎籽粒)。

8 操作步骤

8.1 试样

8.1.1 称取粉碎后的试样(7.3)(10 ± 0.5) g,精确至0.001 g。棉籽称样量见(7.3.6)。

8.1.2 粉碎完成30 min内将试样小心转移至提取套筒(6.4)中,并用蘸有少量溶剂(5.1)的脱脂棉(6.4)擦拭称量所用容具,直到无试样和油迹为止。最后将脱脂棉一并移入提取套筒内,压住试样。

8.2 测试

8.2.1 准备抽提瓶

将装有沸石(6.6)的抽提瓶(6.5)置于干燥箱中干燥至恒质,放入干燥器中冷却后称取质量。精确至0.001 g。

8.2.2 抽提

8.2.2.1 第一次抽提

在抽提瓶中加入适量的溶剂(5.1)。将装有试样的提取套筒(6.4)放入抽提器(6.5)中,将抽提瓶放置在电加热装置(6.8)上加热。控制温度使溶剂回流速度至少每秒3滴,沸腾适度,无爆沸现象。抽提4 h后,将提取套筒从冷却后的抽提器中取出,采用溶剂挥发装置(6.7)将大部分的溶剂挥发掉,此操作必须在通风橱中进行。

8.2.2.2 第二次抽提

将提取套筒中的样品倒出来,用微粉碎机(6.3)进行第二次粉碎(对于大多数油料,在150 mL的研磨缸中放入6个直径1 cm的钢球效果最佳,对于粘附棉绒的棉籽使用3个直径2 cm的钢球效果更好),粉碎7 min后将样品转入提取套筒中,用蘸有少量溶剂的脱脂棉擦拭粉碎机,直到无试样和油迹为止。最后将脱脂棉一并移入提取套筒内,用脱脂棉封顶,压住试样。将提取套筒放回抽提装置中,可根据需要适量补加溶剂,继续使用第一步中所用的抽提烧瓶,再抽提2 h。抽提完后取出提取套筒,挥发掉大部分的残留溶剂并冷却。

8.2.2.3 第三次抽提

重复8.2.2.2中粉碎步骤，将粉碎后的样品转入提取套筒中，同时清洁粉碎装置。将提取套筒再次放入抽提装置，可根据需要适量补加溶剂，同8.2.2.1中的操作再抽提2 h。

注：三次抽提（见8.2.2.1、8.2.2.2和8.2.2.3）中所规定的时间允许有±10 min的差别，但不能延长抽提时间（如过夜抽提）。

8.2.3 蒸发溶剂、称量

取出提取套筒，将抽提瓶放在电加热装置（6.8）上蒸发并回收大部分溶剂，可往抽提瓶中短时间通入空气，优先通入惰性保护气体（如氮气、二氧化碳）辅助溶剂挥发。然后将抽提瓶放入（103±2）℃的干燥箱（6.9）中，常压条件下干燥30 min～60 min，或放入80℃的干燥箱中真空条件下干燥30 min～60 min。将抽提瓶置于干燥器（6.10）中冷却至室温，时间不少于1 h，称量，精确至0.001 g。同等条件下再干燥20 min～30 min，冷却后称量，两次的称量结果之差不应超过5 mg，取最小1次的称量结果。如超过，需重新干燥、冷却后称量，直到两次的称量结果之差在5 mg之内，记录抽提瓶的最终质量。抽提瓶增加的质量即为所测试样中油的质量。

注1：如果干燥后抽提瓶质量增加超过5 mg，说明在干燥过程中油可能被氧化，应在分析过程中采取措施防止油被氧化。

注2：含较多挥发性酸的油料（如椰干、棕榈仁等），其提取物干燥应在常压下进行，且最高温度不超过80℃。

注3：干性油（如亚麻籽油等）或半干性油（如大豆油、葵花籽油、棉籽油、菜籽油等），优先采用减压干燥的方式去除残留溶剂。

注4：不含月桂酸的油（如花生油、茶籽油等），可在80℃真空条件下去除残留溶剂。

8.2.4 抽提油脂中杂质的测定

提取的油脂应澄清透明，若浑浊，则需测定油中杂质含量。向抽提瓶中加入适量溶剂使油溶解，再用一张预先在（103±2）℃干燥箱中干燥至恒质，且冷却称量的滤纸过滤，然后用溶剂反复洗涤滤纸，以完全除去滤纸上残留的油。将滤纸放在（103±2）℃干燥箱中干燥至恒质，取出置于干燥器中冷却并称量。滤纸增加的质量即为杂质的质量。全部抽提物的质量减去杂质的质量即为油的质量。

8.3 杂质中含油量的测定

杂质中含油量的测定方法与样品一致。将5 g～10 g杂质进行4 h的抽提即可。

9 结果计算

9.1 计算方法

如果测试结果满足重复性（10.1）中的允许差要求，取两次测定的算术平均值为测定结果，结果保留一位小数。否则另取两份试样进行测定。如果测定结果之差仍超过允许差范围，而四次结果的极差不超过1.5%，则取四次测定结果的平均值为测定结果。

9.1.1 含油量以测试样的质量分数表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中：

w ——含油量（以质量分数计），%；

m_1 ——试样质量，单位为克（g）（8.1.1）；

m_2 ——干燥后提取物质量，单位为克（g）（8.2.3）。

9.1.2 葵花籽含油量按式(2)计算：

$$w = \frac{m_2 \times (100 - U_1)}{m_1 \times (100 - U_2)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 w ——含油量（以质量分数计），%；
 m_1 ——试样质量，单位为克（g）（8.1.1）；
 m_2 ——干燥后提取物质量，单位为克（g）（8.2.3）；
 U_1 ——整粒样品的水分及挥发物含量，%（7.3.5）；
 U_2 ——粉碎后样品的水分及挥发物含量，%（7.3.5）。

9.1.3 棕榈仁含油量按式(3)计算：

分别测定纯籽仁和杂质的含油量，按式(1)计算。

$$w_0 = w_1 - \frac{P}{100}(w_1 - w_2) \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 w_0 ——棕榈仁含油量（以质量分数计），%；
 w_1 ——纯籽仁含油量（以质量分数计），%；
 w_2 ——杂质含油量（以质量分数计），%；
 P ——杂质在样品中的含量（以质量分数计），%。

9.1.4 如在测试前已除去大的非含油杂质（见 7.1），则根据式(3)计算所得的结果，应按式(4)计算原始样品的含油量：

$$w_n = w \times \frac{100 - x}{100} \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 w_n ——原始样品的含油量（以质量分数计），%；
 w ——除去大的非含油杂质后样品的含油量（以质量分数计），%（根据不同的油料，按9.1.1或9.1.2进行计算）；
 x ——大的非含油杂质含量（以质量分数计），%。

9.1.5 花生含油量按式(5)计算：

$$w = w_1 - \frac{p + I_o + I_n}{100}(w_1 - w_2) \dots\dots\dots (5)$$

式中：
 w ——花生含油量（以质量分数计），%；
 p ——细杂含量（以质量分数计），%；
 I_o ——含油杂质含量（以质量分数计），%；
 I_n ——非含油杂质含量（以质量分数计），%；
 w_1 ——纯籽仁含油量（以质量分数计），%；
 w_2 ——杂质中含油量（以质量分数计），%。

如果测试的是原始样品的含油量，则按式(1)进行计算。

9.1.6 含油量以试样干物质的质量分数表示，按式(6)计算：

$$w_d = w_0 \times \frac{100}{100-U} \dots\dots\dots (6)$$

式中：
 w_d ——样品干物质的含油量（以质量分数计），%；
 w_0 ——样品的含油量（以质量分数计），%；
 U ——按照GB/T 14489.1测定的样品水分及挥发物含量，%。

9.1.7 特定水分下含油量按式(7)计算：

$$w' = w \times \frac{100-U'}{100-U} \dots\dots\dots (7)$$

式中：
 w ——水分及挥发物含量为 U 时样品的含油量，%；
 w' ——水分及挥发物含量为 U' 时样品的含油量，%。

有时需要将一种水分含量下的含油量，换算成另外一种水分含量下的含油量。例如经过预干燥的样品其含油量按式(7)进行计算。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作人员，使用相同设备，按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象进行两次独立测试，测试结果的绝对差值超过表C.1所示重复性限 r 值的概率不得超过5 %。

10.2 再现性

在不同的的实验室，由不同的操作人员，使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象进行两次独立测试，测试结果的绝对差值超过表C.1所示再现性限 R 值的概率不得超过5 %。

附 录 A
(资料性)
结构编号对照一览表

表A.1给出了本文件与ISO 659:2009结构编号对照一览表。

表 A.1 本文件与 ISO 659:2009 结构编号对照情况

本文件结构编号	ISO 659:2009 结构编号
1	1
2	2
3	3
3.1	3.1
4	4
5	5
5.1	5.1
6	6
6.1-6.12	6.1-6.12
7	8
7.1	8.1
7.2	8.2
	8.2.1
7.3	8.3
8	9
8.1	9.2
8.2	9.3
8.3	9.4
9	10
9.1	9.1, 10.1.1
10	11
10.1	11.2
10.2	11.3
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	附录 A
—	第 7 章, 11.1, 第 12 章

附 录 B
(资料性)
技术差异及其原因一览表

表B.1给出了本文件与ISO 659:2009技术差异及其原因的一览表。

表 B.1 本文件与 ISO 659:2009 技术差异及其原因

本文件结构 编号	技术差异	原因
1	增加了适用范围	满足我国部分油料含油量检测需求
2	用 GB/T 14488.2 《油料 杂质含量的测定》代替 ISO 658；用 GB/T 14489.1 《油料 水分及挥发物含量测定》代替 ISO 665	以符合我国的技术特点
6.3	注中增加了用研钵进行粉碎	增加了粉碎方式，提供更多的粉碎方式，便于本文件的应用
8.2	注中增加了预干燥 30 min，水分含量的降幅描述	提供预干燥时间参考
7.3.2	更改了含油量计算公式编号	ISO 659:2009 中此处有误
7.3.3	增加了椰蓉	满足我国油料含油量检测需求
8.3.4	增加了油茶籽	满足我国大中粒油料测试含油量的需要
10	更改了精密度	依据国内实验室的验证数据所得
—	删除了 ISO 659:2009 中第 7 章扦样要求	扦样不属于本文件的应用范围
—	删除了 ISO 659:2009 中 11.1 实验室间测试	本文件没有开展国际实验室精密度测试
—	删除了 ISO 659:2009 中第 12 章测试报告	以适应我国的技术条件

附 录 C
(资料性)
精密度要求

表C.1给出了精密度要求。

表 C.1 重复性和再现性要求

精密度要求	椰蓉	油茶籽	花生	大豆	葵花籽	棉籽	亚麻籽	油菜籽
重复性 r/%	0.40	1.04	0.53	0.87	0.81	0.54	0.63	0.37
再现性 R/%	1.35	4.39	3.87	2.19	5.35	1.28	2.46	0.88