



中华人民共和国国家标准

GB/T 10358—XXXX

代替 GB/T 10358-2008

油料饼粕 水分及挥发物含量的测定

Oilseed Meals - Determination of moisture and volatile matter content

(ISO 771:2021, IDT)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
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 10358-2008《油料饼粕 水分及挥发物含量的测定》，与GB/T 10358-2008相比，除结构性和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)更改了重复性（见第9章，2008年版的第8章）；

b)增加了附录A和附录B。

本文件等同采用ISO 771:2021《油料饼粕 水分及挥发物含量的测定》。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

——删除了国际标准目录和前言。

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、三峡大学、江苏省粮油质量监测中心、黑龙江省粮食质量安全监测和技术中心、湖北大学、山东省农业科学院、北京市食品检验研究院（北京市食品安全监控和风险评估中心）、山东省粮油检测中心、西藏自治区粮食局粮油中心化验室、新疆维吾尔自治区粮油科学研究所（新疆维吾尔自治区粮油产品质量监督检验站）、海南省粮油产品质量监督检验站、广州市穗粮粮油产品质量检测中心有限公司、无锡中粮工程科技有限公司、国粮检测认证(武汉)有限公司。

本文件主要起草人：刘坚、孙婷琳、郭坚、刘珊珊、高倩、罗雁、温运启、李洋、江媛媛、刘利、许诺、蒋朋丽、王卫萍、甘云娟、任郑骅、秦时聪、陈轲、许诗尧、苏晓萌、王枭鹏、王强、毛红霞、黄昌郡

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1989年首次发布为GB/T 10358-1989, 2008年第一次修订；

——本次为第二次修订。

油料饼粕 水分及挥发物含量的测定

1 范围

本文件描述了采用压榨法或浸出法从油料中提取油后得到的饼粕中水分及挥发物含量测定的方法。本文件适用于采用压榨法或浸出法从油料中提取油后得到的饼粕中水分及挥发物含量测定。

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 10360 油料饼粕 扦样（GB/T 10360-2008, ISO 5500:1986, IDT）
ISO 5502 油料饼粕 试样制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

水分及挥发物含量 **moisture and volatile matter content**

在本文件规定的操作条件下所测得试样损失物质的质量。

注1：水分及挥发性物质含量以质量分数表示，单位为克每100克。

4 原理

将试样研磨至1 mm粒径后，取部分试样在常压条件下置于（103±2）℃烘箱中干燥，直至样品恒重。

5 仪器设备

5.1 **分析天平**：分度值 0.1 mg。

5.2 **机械研磨机**：易于清理，可粉碎油料饼粕至完全过筛（5.3），研磨过程中物料不明显发热，不会对其水分及挥发物和含油量产生可测影响。

5.3 **筛**：孔径 1 mm。

5.4 **平底皿**：金属材质，在实验条件下耐腐蚀，配有严密贴合盖子，且能使试验样品铺展分布为 0.2 g/cm²（如，直径 50 mm 至 70 mm，高度约 30 mm）。也可以使用带磨口塞的玻璃器皿。

5.5 **电热恒温干燥箱**：配有恒温控制装置，具有良好自然通风功能，可维持相邻试样之间的空气温度在 101℃～105℃。

5.6 干燥器：装有有效干燥剂，并放置一金属盘便于平底皿（5.4）快速冷却。

6 试样

6.1 扦样

采样不属于本文件所述方法的内容。推荐采样方法见GB/T 10360。应将具有代表性的样品送至实验室，且在运输或储存过程中不得受损或发生性质变化。

6.2 试样制备

参照ISO 5502 制备试验样品，用清洁干净的机械研磨机（5.2）粉碎样品，试样粉碎细度要求全部通过1 mm孔径的筛，收集研磨物，小心混匀后立即进行测定。

7 试验步骤

7.1 每个样品进行两次平行测定。

7.2 在室温下，将平底皿（5.4）开盖置于干燥器（5.6）中至少放置 30 min，平底皿（5.4）带盖称量质量 m_0 ，精确至 0.001 g。

7.3 称取约 5 g 试样至平底皿（5.4）中，精确至 0.001 g，将试样均匀铺展在整个平底皿（5.4）底部，盖上盖子再次称量质量 m_1 。应尽快完成上述操作，以免水分含量发生变化。

7.4 将装有试样的平底皿（5.4）放入已升温至 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱（5.5）中，并打开盖子。如电热恒温干燥箱中同时放入多个平底皿（5.4），应使平底皿（5.4）之间空气能自由循环。

7.5 关闭电热恒温干燥箱门，当干燥箱内温度回到 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 后开始计时，2 h 后打开干燥箱门，盖上平底皿（5.4）盖子，然后将其置于干燥器中。待平底皿（5.4）冷却至室温后，立即称量其质量，精确至 0.001 g。在烘干期间，不得打开干燥箱门添加其他试样。

7.6 将平底皿（5.4）盖子打开，再次放入电热恒温干燥箱（5.5）复烘 1 h 后，盖上平底皿（5.4）盖子，取出置于干燥器冷却至室温后称量其质量 m_2 。

7.7 当连续两次称量之差等于或小于 0.005 g，测定完成。否则，重复前述操作，再次在干燥箱中复烘 1 h，直至连续两次称量之差等于或小于 0.005 g。

注：对于大多数油料饼粕，在 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中一次性干燥 4 小时通常足以达到恒重。但检验员应对每次烘干结果进行确认。

8 结果计算与表示

水分和挥发物含量 W （以每 100 克中的质量分数表示，单位为 %），由公式（1）表示：

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

式中：

m_1 ——烘干前平底皿和试样质量，单位为克（g）；

m_2 ——烘干后平底皿和试样质量，单位为克（g）。

m_0 ——平底皿的质量，单位为克（g）；

在满足重复性条件（9.2）下，采用 2 次重复测定的平均值作为结果，测定结果保留 1 位小数。

9 精密度

9.1 实验室间的测试

方法精密度的实验室间结果详见附录A。实验室间测试结果可能不适用于超出给定范围的浓度和模型。

9.2 重复性

在同一个实验室，同一操作员使用相同的设备对相同的测试材料采用相同方法，在短时间内获得的两次独立检测结果的绝对差值超过如下给定重复性限 r 的概率不大于5%：

- 平均值小于4.0%（质量分数）时： $r=0.2\%$ ；
- 平均值大于4.0%（质量分数）时： $r=0.018x+0.13$ （参见图A.1）。

其中 x 是两次重复测量的平均值。重复性限 r 的示例见附录B。

9.3 再现性

在不同实验室、不同操作者使用不同设备对相同测试材料采用相同方法获得的两个独立检测结果的绝对差值超过如下给定再现性限 R 的概率不大于5%：

- 平均值小于4.0%（质量分数）时： $R=0.4\%$ ；
- 平均值超过4.0%（质量分数）时： $R=0.033x+0.27$ （参见图A.1）。

其中 x 是两次重复测量的平均值。再现性限 R 的示例见附录B。

10 测试报告

检测报告应明确：

- a) 完成样本完整鉴定所需的所有信息；
- b) 采用的测试方法；
- c) 本文件未规定或视为可选的所有操作细节，以及可能影响结果的情况；
- d) 检测结果；
- e) 检测日期。

附 录 A
(资料性)
国际合作实验室测试结果

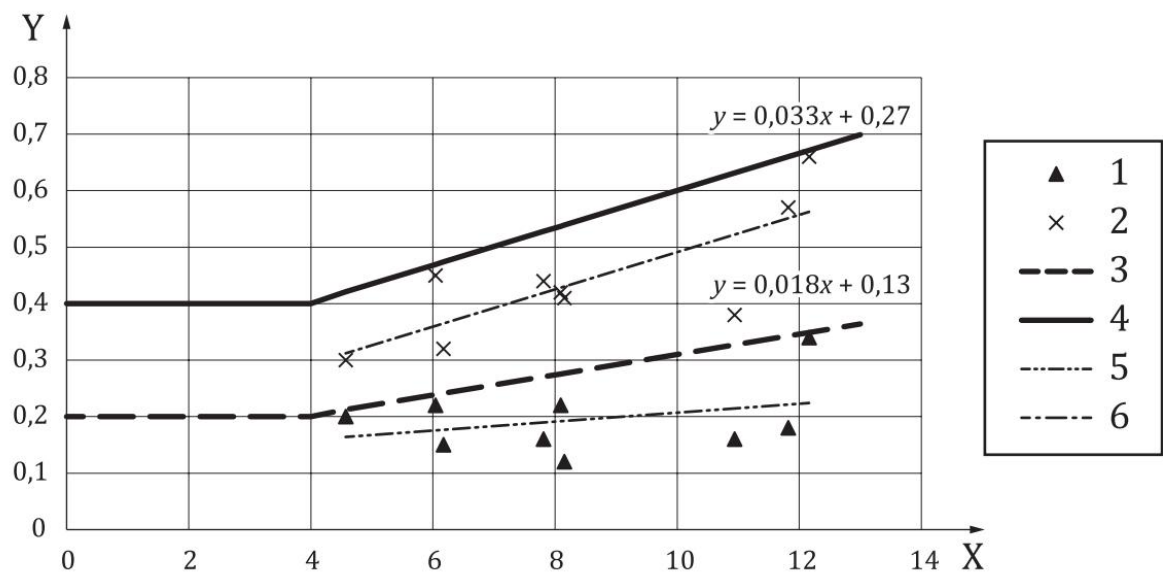
本文件的精密度实验于2019年，依据ISO 5725-1和ISO 5725-2组织11家实验室试验检测。对菜籽粕、葵花籽粕和大豆粕等9个样品进行了试验。

- A: 压榨菜籽饼;
B: 菜籽粕;
C: 干菜籽粕;
D: 压榨葵花籽饼;
E: 浸出葵花籽粕;
F: 葵花籽粕;
G: 干葵花籽粕;
H: 压榨大豆饼;
I: 大豆粕。

实验室间测试结果如表A.1所示

表 A.1 统计结果汇总

样品	A	B	C	D	E	F	G	H	I
参与实验室数量 (N)	11	11	11	11	11	11	11	11	11
剔除异常值后保留的实验室数 (n)	11	11	11	11	11	11	11	11	11
所有实验室对每个样品的个体检测结果数量 (z)	2	2	2	2	2	2	2	2	2
水分及挥发物含量的平均值 (m) g/100g	4.57	11.82	8.15	6.04	7.81	12.16	8.09	6.17	10.94
重复性标准偏差 (sr)	0.07	0.06	0.04	0.08	0.06	0.12	0.08	0.05	0.06
重复性变异系数 (CV, r) %	1.54	0.53	0.53	1.33	0.73	0.99	0.99	0.86	0.54
重复性限 r (sr × 2.8)	0.2	0.18	0.12	0.22	0.16	0.34	0.22	0.15	0.16
再现性标准偏差 (sR)	0.11	0.20	0.15	0.16	0.16	0.24	0.15	0.11	0.14
再现性变异系数 (CV, R) %	2.34	1.73	1.80	2.67	2.03	1.95	1.87	1.85	1.24
再现性限 R (sR × 2.8)	0.3	0.57	0.41	0.45	0.44	0.66	0.42	0.32	0.38



参数

X 水分及挥发物 g/100g

Y (r, R) g/100g

1 重复性值

2 再现性值

3 重复性限

4 再现性限

5 重复性线性回归

6 再现性线性回归

该方程通过国际试验验证中获得的重复性值和再现性值得出重复性限r与再现性限R。

图A.1 (r, R) 与水分及挥发物的关系

附 录 B

(资料性)

表 B.1 r 和 R 值的示例

平均值范围/%	r/%	R/%
< 4.0	0.20	0.40
4.0-4.3	0.21	0.41
4.3-4.6	0.21	0.42
4.6-4.9	0.22	0.43
4.9-5.2	0.22	0.44
5.2-5.5	0.23	0.45
5.5-5.8	0.23	0.46
5.8-6.1	0.24	0.47
6.1-6.4	0.25	0.48
6.4-6.7	0.25	0.49
6.7-7.0	0.26	0.50
7.0-7.3	0.26	0.51
7.3-7.6	0.27	0.52
7.6-7.9	0.27	0.53
7.9-8.2	0.28	0.54
8.2-8.5	0.28	0.55
8.5-8.8	0.29	0.56
8.8-9.1	0.29	0.57
9.1-9.4	0.30	0.58
9.4-9.7	0.30	0.59
9.7-10.0	0.31	0.60
10.0-10.3	0.32	0.61
10.3-10.6	0.32	0.62
10.6-10.9	0.33	0.63
10.9-11.2	0.33	0.64
11.2-11.5	0.34	0.65
11.5-11.8	0.34	0.66
11.8-12.1	0.35	0.67
12.1-12.4	0.35	0.68
12.4-12.7	0.36	0.69
12.7-13.0	0.36	0.70