



中华人民共和国国家标准

GB/T 14489.1—2026/ISO 665:2020

代替 GB/T 14489.1—2008

油料 水分及挥发物含量测定

Oilseeds—Determination of moisture and volatile matter content

(ISO 665:2020, 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。

本文件等同采用ISO 665:2020《油料 水分及挥发物含量测定》（英文版）。

为便于使用，本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

- a) 参考文献ISO 542已被ISO 21294替代，引用相应更新；
- b) 删除了国际标准目录和前言；
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的“，”。

本文件代替GB/T 14489.1—2008《油料 水分及挥发物含量测定》，与GB/T 14489.1—2008相比，主要技术变化如下：

- a) 更改了8.1.2关于样品的表述（见8.1.2）；
- b) 更改了8.2两次连续称量值差的要求（见8.2）；
- c) 更改了计算结果重复性的要求（见9.1）；
- d) 更改了9.2的内容及公式（见9.2）；
- e) 增加了测试报告中测试日期的要求（见11）。

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：无锡中粮工程科技有限公司、亳州职业技术学院（亳州市产品质量检验检测研究院）、中粮工科检测认证有限公司、中粮东海粮油工业（张家港）有限公司、湖北省食品质量安全监督检验研究院（湖北食品、保健食品、化妆品质量安全检测中心）、湖北省粮油食品质量监督检测中心、广西壮族自治区粮油质量检验中心、辽宁省粮食和物资储备事务服务中心、上海科茂粮油食品质量检测有限公司、中储粮镇江质检中心有限公司、山东金胜粮油食品有限公司、陕西省粮油科学研究院、中粮工科金麦科技（无锡）有限公司、镇江市粮食和物资储备质量监测中心（镇江市军粮供应管理中心）

本文件主要起草人：唐玮娜、刘楠平、徐彦辉、刘梁、高健、林津、倪姗姗、杨青博、林卉、朱旭东、刘晓斌、王若凡、宋立里、任妍婧、冯强、蒋欣容。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1993年首次发布为GB/T 14489.1—1993，2008年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

油料 水分及挥发物含量测定

1 范围

本文件描述了油料水分及挥发物含量的测定方法。
本文件适用于油料水分及挥发物含量的测定。

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。

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

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

试样在本文件规定的操作条件下测得的质量损失。

注：该指标以质量分数表示，即其占初始样品质量的百分比。

4 原理

初始试样（净籽粒和杂质）或净试样在 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中，于常压下干燥至恒重。

5 仪器设备

5.1 分析天平：感量值 0.001 g 。

5.2 机械粉碎机：易于清理，适合粉碎各种油料，粉碎过程中不明显发热，粉碎后试样的水分、挥发物及含油量没有影响。

5.3 机械磨碎机，或采用人工磨碎装置。

5.4 平底盒：金属或玻璃材质均可。

若用金属盒，应能经受住测定的条件。平底盒必须有配套的盖子并且每平方厘米允许分布约 0.2 g 试样（例如：直径 70 mm ，高度 $30\text{ mm}\sim 40\text{ mm}$ 的容器）。也可使用带磨砂盖的玻璃平底盒。

5.5 电热干燥箱：采用恒温控制，具有良好的自然通风功能，可控制温度在 $101\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间。

5.6 干燥器：装有有效的干燥剂，如五氧化二磷、硅胶、活性氧化铝等，并配有陶瓷板用于快速冷却平底盒（5.4）。

6 扦样

扦样不是本文件规定的内容，推荐采用ISO 21294^[1]。

实验室收到的样品应具有代表性，且在运输和储存的过程中不得受损或发生变质。

7 试样制备

7.1 按 ISO 664 的方法缩分制备试样。如非含油大杂在试样缩分前已被分离除去，则按补充计算公式(2)计算数值。根据需要，分析试样分为原始样或去除非含油大杂后的试样。

7.2 椰干等试样可进行手工磨碎，但最好采用机械磨碎机(5.3)进行磨碎，该设备可完整处理整个试样。若采用手工磨碎(无法将全部试样粉碎)，为制得具有代表性的试样，取样磨碎时需兼顾不同碎块的粒径大小与色泽差异。

磨碎后颗粒的长度可超过 2 mm 但不得大于 5 mm，仔细混匀，并立即进行测定。

7.3 除红花籽、葵花籽、大豆和含绒棉籽外，其他中等大小籽粒(花生等)，用洁净的机械粉碎机(5.2)粉碎试样，得到的样品细度不大于 2 mm。丢弃初始试样(约占试样的 5%)，收集剩余部分，仔细混匀，并立即进行测定。

7.4 小籽粒(亚麻籽、油菜籽、大麻籽等)以及红花籽、葵花籽、大豆和含绒棉籽分析前不需要进行粉碎。

8 操作步骤

8.1 试验部分

8.1.1 将带盖的平底盒打开，一起放入 103 °C 电热干燥箱中干燥 1 h，取出在室温下放入干燥器(5.6)中，开盖放置不少于 30 min，称量带盖平底盒(5.4)质量 m_0 ，精确至 0.001 g。

8.1.2 称样至平底盒(5.4)中，精确至 0.001 g。

经磨碎的试样取样量为 $5\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ ，适用于椰干等(7.2)以及除红花籽、葵花籽、大豆或含绒棉籽外其他中等大小籽粒粉碎试样(7.3)；

小籽粒以及红花籽、葵花籽、大豆、含绒棉籽等完整籽粒试样(7.4)，取样量为 $5\text{ g} \sim 10\text{ g}$ 。

将试样均匀分布在平底盒底部，铺平，盖上盒盖，记录质量 m_1 ，精确至 0.001 g。

8.1.3 尽快完成试验操作，避免水分含量发生明显变化。

8.2 测定

将装有试样的平底盒盖打开，放入预先调整为 $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ 的电热干燥箱(5.5)中，关好门后，从温度回升至 103 °C 时开始计时，干燥 3 h(含绒棉籽为 12 h 到 16 h)后取出，立即盖上盖子，放入干燥器中，冷却至室温后立即称量，精确至 0.001 g。

如前步骤再次干燥 1 h，冷却后称量，如此操作直至两次连续称量值差不超过 0.005 g(取样量为 5 g 时)。记录质量 m_2 ，精确至 0.001 g。

切勿将潮湿样品与几乎干燥的样品一起放入电热干燥箱中，会导致后者重新吸水。

对同一试样进行平行测定。

9 结果计算

9.1 水分及挥发物含量 w ，以占样品质量分数表示，按式(1)计算：

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

式中：

w ——水分及挥发物含量（以质量分数计），%；

m_0 ——平底盒质量，单位为克（g）；

m_1 ——平底盒和干燥前试样质量，单位为克（g）；

m_2 ——平底盒和干燥后试样质量，单位为克（g）。

如果两次测定结果之间的绝对差值小于10.2中规定的重复性限值，取算术平均值作为结果。否则，需重新取两个试样再次测定。如果再次测定的绝对差值仍然超过0.2%，但四个测试结果的最大差值不超过0.5%，则取四次测定结果的算术平均值作为结果。

结果保留一位小数。

9.2 如果分析前，非含油大杂已从试样（见7.1）中分离除去，则原始样水分及挥发物含量按式(2)计算结果：

$$W' = w \times \frac{100 - X}{100} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

W' ——原始样的水分及挥发物含量（以质量分数计），%；

w ——去除非含油大杂试样的水分及挥发物含量（以质量分数计），%；

X ——从原始样品中分离出的非含油大杂含量（以质量分数计），%。

9.3 若测定净油料的水分及挥发物含量，按公式（1）计算。

10 精密度

10.1 实验室间比对试验

本方法精密度相关的实验室间比对试验详细数据见附录 A。这些试验数据可能不适用于其他测定值范围和测试对象。

10.2 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大于以下值的比例情况不超过5%：

——油菜籽：0.2%；

——大豆：0.4%；

——葵花籽：0.2%。

10.3 再现性

在不同的实验室，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，测试结果的绝对差大于以下值的比例情况不超过5%：

- 油菜籽：0.4%；
- 大豆：2.0%；
- 葵花籽：0.4%。

11 测试报告

测试报告应注明：

- 识别样品所需的全部信息；
- 已知的扦样方法；
- 采用的检验方法；
- 本文件未作出规定、或视为可自主选择的全部操作条件，以及所有可能对检测结果造成影响的异常情况详情；
- 获得的测试结果（若已核验重复性条件，则取两次测定结果的算术平均值），并清晰注明该结果对应的是初始样品还是净籽粒的“水分及挥发物含量”；
- 测试日期。

附录 A

(资料性)

油菜籽、葵花籽和大豆水分及挥发物含量测定的实验室间比对试验结果

A.1 油菜籽

1986 年至 1987 年，在法国进行了实验室间比对试验，共有 15 家实验室参与，每个样品均进行 2 次平行测定，结果见表 A.1。

表 A.1 油菜籽实验室间比对试验结果

参数	第 1 轮	第 2 轮	第 3 轮
剔除异常结果后的实验室数量	14	12	15
样品的平均值/%	7.83	8.27	9.06
样品的重复性标准偏差, s_r /%	0.04	0.10	0.05
重复性变异系数, $C_{v,r}$ /%	0.5	1.1	0.5
样品的重复性限, r ($2.8 \times s_r$)/%	0.12	0.27	0.13
样品的再现性标准偏差, s_R /%	0.16	0.20	0.13
再现性变异系数, $C_{v,R}$ /%	2.0	2.5	1.5
样品的再现性限, R ($2.8 \times s_R$)/%	0.44	0.58	0.38

A.2 葵花籽

1986 年至 1987 年，在法国进行了实验室间比对试验，共有 15 家实验室参与，每个样品均进行 2 次平行测定，结果见表 A.2。

表 A.2 葵花籽实验室间比对试验结果

参数	第 1 轮	第 2 轮	第 3 轮
剔除异常结果后的实验室数量	10	14	13
样品的平均值/%	7.32	7.79	8.29
样品的重复性标准偏差, s_r /%	0.06	0.08	0.09
重复性变异系数, $C_{v,r}$ /%	0.8	1.1	1.1
样品的重复性限, R ($2.8 \times s_r$)/%	0.16	0.24	0.25
样品的再现性标准偏差, s_R /%	0.07	0.13	0.18
再现性变异系数, $C_{v,R}$ /%	0.9	1.6	2.2
样品的再现性限, R ($2.8 \times s_R$)/%	0.19	0.36	0.51

A.3 大豆

法国油料作物开发技术中心（CETIOM）组织了两次国际层面的实验室间比对试验。

根据 ISO 5725-1:1994^[2]和 ISO 5725-2:1994^{[3]1)}对获得的结果进行了统计分析，得出的方法精密度数据见表 A.3 和 A.4。

第一次比对试验于 1996 年开展，共有 11 家实验室参与，试验包含 3 组大豆样品，每份样品做 2 次平行测定，结果见表 A.3。

第二次比对试验于 1997 年开展，共有 13 家实验室参与，试验包含 3 组大豆样品，每份样品做 2 次平行测定，结果见表 A.4。

表 A.3 第一次比对试验结果

参数	第 1 轮	第 2 轮	第 3 轮
参与测试实验室数量	11	11	11
剔除异常结果后的实验室数量	9	10	8
样品的平均值/%	5.18	3.86	16.16
样品的重复性标准偏差, s_r /%	0.084	0.080	0.065
重复性变异系数, $C_{v,r}$ /%	1.62	2.069	0.402
样品的重复性限, R ($2.8 \times s_r$)/%	0.238	0.226	0.184
样品的再现性标准偏差, s_R /%	0.262	0.466	0.399
再现性变异系数, $C_{v,R}$ /%	5.059	12.072	2.469
样品的再现性限, R ($2.8 \times s_R$)/%	0.742	1.319	1.129

表 A.4 第二次比对试验结果

参数	第 1 轮	第 2 轮	第 3 轮
参与测试实验室数量	13	13	13
剔除异常结果后的实验室数量	12	13	13
样品的平均值/%	12.60	18.01	13.20
样品的重复性标准偏差, s_r /%	0.061	0.147	0.092
重复性变异系数, $C_{v,r}$ /%	0.486	0.815	0.697
样品的重复性限, R ($2.8 \times s_r$)/%	0.173	0.415	0.260
样品的再现性标准偏差, s_R /%	0.312	1.252	0.544
再现性变异系数, $C_{v,R}$ /%	2.478	6.95	4.118
样品的再现性限, R ($2.8 \times s_R$)/%	0.884	3.542	1.538

参 考 文 献

- [1] ISO 21294, Oilseeds — Manual or automatic discontinuous sampling
 - [2] ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1:
General principles and definitions
 - [3] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2:
Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
-