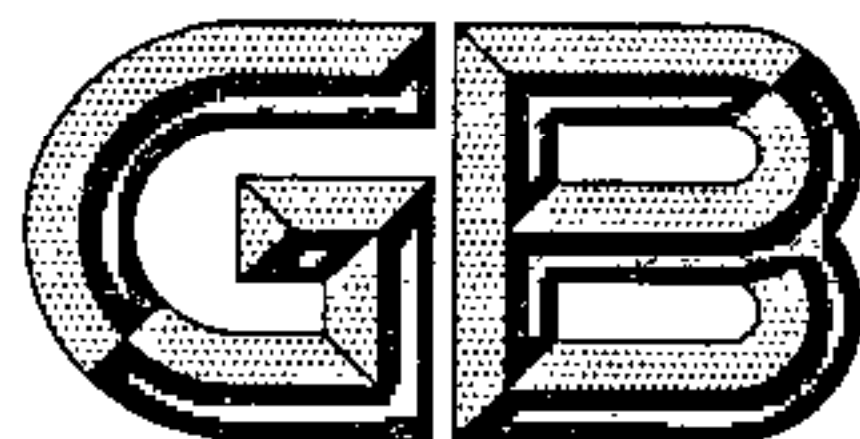


ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.37—2003  
代替 GB/T 5009.37—1996

---

## 食用植物油卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of edible oils

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部  
中国国家标准化管理委员会 发布

303

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.37—1996《食用植物油卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.37—1996 相比主要修改如下：

——增加了过氧化值测定的比色法作为第二法；

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改；

——对羰基价的测定方法进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由上海市卫生防疫站、天津市卫生防疫站、安徽省卫生防疫站、陕西省卫生防疫站、辽宁省卫生防疫站、湖南省卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

## 食用植物油卫生标准的分析方法

### 1 范围

本标准规定了食用植物油卫生指标的分析方法。

本标准适用于食用植物油卫生指标的分析。

本方法残留溶剂的检出限为 0.10 mg/kg, 过氧化值第二法的检出限为 0.003 meq/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.22 食品中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的测定

GB/T 5009.27 食品中苯并(a)芘的测定

GB/T 5009.138 食品中镍的测定

### 3 感官检查

#### 3.1 色泽

##### 3.1.1 仪器

烧杯:直径 50 mm,杯高 100 mm。

##### 3.1.2 分析步骤

将试样混匀并过滤于烧杯中,油层高度不得小于 5 mm,在室温下先对着自然光观察,然后再置于白色背景前借其反射光线观察并按下列词句描述:白色、灰白色、柠檬色、淡黄色、黄色、橙色、棕黄色、棕色、棕红色、棕褐色等。

#### 3.2 气味及滋味

将试样倒入 150 mL 烧杯中,置于水浴上,加热至 50℃,以玻璃棒迅速搅拌。嗅其气味,并蘸取少许试样,辨尝其滋味,按正常、焦糊、酸败、苦辣等词句描述。

### 4 理化检验

#### 4.1 酸价

##### 4.1.1 原理

植物油中的游离脂肪酸用氢氧化钾标准溶液滴定,每克植物油消耗氢氧化钾的毫克数,称为酸价。

##### 4.1.2 试剂

4.1.2.1 乙醚-乙醇混合液:按乙醚-乙醇(2+1)混合。用氢氧化钾溶液(3 g/L)中和至酚酞指示液呈中性。

4.1.2.2 氢氧化钾标准滴定溶液 [ $c(\text{KOH})=0.050 \text{ mol/L}$ ]。

4.1.2.3 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

##### 4.1.3 分析步骤

称取 3.00 g~5.00 g 混匀的试样,置于锥形瓶中,加入 50 mL 中性乙醚-乙醇混合液,振摇使油溶解,必要时可置热水中,温热促其溶解。冷至室温,加入酚酞指示液 2 滴~3 滴,以氢氧化钾标准滴定溶

液(0.050 mol/L)滴定,至初现微红色,且 0.5 min 内不褪色为终点。

4.1.4 结果计算

试样的酸价按式(1)进行计算。

$$X = \frac{V \times c \times 56.11}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样的酸价(以氢氧化钾计),单位为毫克每克(mg/g);

V——试样消耗氢氧化钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c——氢氧化钾标准滴定的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试样质量,单位为克(g);

56.11——与 1.0 mL 氢氧化钾标准滴定溶液 [ $c(\text{KOH})=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的氢氧化钾毫克数。

计算结果保留两位有效数字。

4.1.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.2 过氧化值

4.2.1 第一法 滴定法

4.2.1.1 原理

油脂氧化过程中产生过氧化物,与碘化钾作用,生成游离碘,以硫代硫酸钠溶液滴定,计算含量。

4.2.1.2 试剂

4.2.1.2.1 饱和碘化钾溶液:称取 14 g 碘化钾,加 10 mL 水溶解,必要时微热使其溶解,冷却后贮于棕色瓶中。

4.2.1.2.2 三氯甲烷-冰乙酸混合液:量取 40 mL 三氯甲烷,加 60 mL 冰乙酸,混匀。

4.2.1.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.0020 \text{ mol/L}$ ]。

4.2.1.2.4 淀粉指示剂(10 g/L):称取可溶性淀粉 0.50 g,加少许水,调成糊状,倒入 50 mL 沸水中调匀,煮沸。临用时现配。

4.2.1.3 分析步骤

称取 2.00 g~3.00 g 混匀(必要时过滤)的试样,置于 250 mL 碘瓶中,加 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液,使试样完全溶解。加入 1.00 mL 饱和碘化钾溶液,紧密塞好瓶盖,并轻轻振摇 0.5 min,然后在暗处放置 3 min。取出加 100 mL 水,摇匀,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.0020 mol/L)滴定,至淡黄色时,加 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为终点,取相同量三氯甲烷-冰乙酸溶液、碘化钾溶液、水,按同一方法,做试剂空白试验。

4.2.1.4 计算结果

试样的过氧化值按式(2)和式(3)进行计算。

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.1269}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

$$X_2 = X_1 \times 78.8 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X<sub>1</sub>——试样的过氧化值,单位为克每百克(g/100 g);

X<sub>2</sub>——试样的过氧化值,单位为毫克当量每千克(meq/kg);

V<sub>1</sub>——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V<sub>2</sub>——试剂空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试样质量,单位为克(g);

0.126 9——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$ ]相当的碘的质量,单位为克(g);

78.8——换算因子。

计算结果保留两位有效数字。

#### 4.2.1.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

### 4.2.2 第二法 比色法

#### 4.2.2.1 原理

试样用三氯甲烷-甲醇混合溶剂溶解,试样中的过氧化物将二价铁离子氧化成三价铁离子,三价铁离子与硫氰酸盐反应生成橙红色硫氰酸铁配合物,在波长 500 nm 处测定吸光度,与标准系列比较定量。

#### 4.2.2.2 试剂

4.2.2.2.1 盐酸溶液(10 mol/L):准确量取 83.3 mL 浓盐酸,加水稀释至 100 mL,混匀。

4.2.2.2.2 过氧化氢(30%)。

4.2.2.2.3 三氯甲烷+甲醇(7+3)混合溶剂:量取 70 mL 三氯甲烷和 30 mL 甲醇混合。

4.2.2.2.4 氯化亚铁溶液(3.5 g/L):准确称取 0.35 g 氯化亚铁( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )于 100 mL 棕色容量瓶中,加水溶解后,加 2 mL 盐酸溶液(10 mol/L),用水稀释至刻度(该溶液在 10℃ 下冰箱内贮存可稳定 1 年以上)。

4.2.2.2.5 硫氰酸钾溶液(300 g/L):称取 30 g 硫氰酸钾,加水溶解至 100 mL(该溶液在 10℃ 下冰箱内贮存可稳定 1 年以上)。

4.2.2.2.6 铁标准储备溶液(1.0 g/L):称取 0.100 0 g 还原铁粉于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(10 mol/L)、0.5 mL~1 mL 过氧化氢(30%)溶解后,于电炉上煮沸 5 min 以除去过量的过氧化氢。冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液每毫升相当于 1.0 mg 铁。

4.2.2.2.7 铁标准使用溶液(0.01 g/L):用移液管吸取 1.0 mL 铁标准储备溶液(1.0 mg/mL)于 100 mL 容量瓶中,加三氯甲烷+甲醇(7+3)混合溶剂稀释至刻度,混匀,此溶液每毫升相当于 10.0 μg 铁。

#### 4.2.2.3 仪器

4.2.2.3.1 分光光度计。

4.2.2.3.2 10 mL 具塞玻璃比色管。

#### 4.2.2.4 分析步骤

##### 4.2.2.4.1 试样溶液的制备

精密称取约 0.01 g~1.0 g 试样(准确至刻度 0.000 1 g)于 10 mL 容量瓶内,加三氯甲烷+甲醇(7+3)混合溶剂溶解并稀释至刻度,混匀。

分别精密吸取铁标准使用溶液(10.0 μg/mL)0,0.2,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0 mL(各自相当于铁浓度 0,2.0,5.0,10.0,20.0,30.0,40.0 μg)于干燥的 10 mL 比色管中,用三氯甲烷+甲醇(7+3)混合溶剂稀释至刻度,混匀。加 1 滴(约 0.05 mL)硫氰酸钾溶液(300 g/L),混匀。室温(10℃~35℃)下准确放置 5 min 后,移入 1 cm 比色皿中,以三氯甲烷+甲醇(7+3)混合溶剂为参比,于波长 500 nm 处测定吸光度,以标准各点吸光度减去零管吸光度后绘制标准曲线或计算直线回归方程。

##### 4.2.2.4.2 试样测定

精密吸取 1.0 mL 试样溶液于干燥的 10 mL 比色管内,加 1 滴(约 0.05 mL)氯化亚铁(3.5 g/L)溶液,用三氯甲烷+甲醇(7+3)混合溶剂稀释至刻度,混匀。以下按 4.2.2.4.1 自“加 1 滴(约 0.05 mL)硫氰酸钾溶液(300 g/L)……”起依法操作。试样吸光度减去零管吸光度后与曲线比较或代入回归方程求得含量。

4.2.2.5 结果计算

试样中过氧化值的含量按式(4)进行计算。

$$X = \frac{c - c_0}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 55.84 \times 2} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X——试样中过氧化值的含量,单位为毫克当量每千克(meq/kg);

c——由标准曲线上查得试样中的铁的质量,单位为微克(μg);

c<sub>0</sub>——由标准曲线上查得零管铁的质量,单位为微克(μg);

V<sub>1</sub>——试样稀释总体积,单位为毫升(mL);

V<sub>2</sub>——测定时取样体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g);

55.84——Fe 的原子量;

2——换算因子。

4.2.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.3 羰基价

4.3.1 原理

羰基化合物和 2,4-二硝基苯肼的反应产物,在碱性溶液中形成褐红色或酒红色,在 440 nm 下,测定吸光度,计算羰基价。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 精制乙醇:取 1 000 mL 无水乙醇,置于 2 000 mL 圆底烧瓶中,加入 5 g 铝粉、10 g 氢氧化钾,接好标准磨口的回流冷凝管,水浴中加热回流 1 h,然后用全玻璃蒸馏装置,蒸馏收集馏液。

4.3.2.2 精制苯:取 500 mL 苯,置于 1000 mL 分液漏斗中,加入 50 mL 硫酸,小心振摇 5 min,开始振摇时注意放气。静置分层,弃除硫酸层,再加 50 mL 硫酸重复处理一次,将苯层移入另一分液漏斗,用水洗涤三次,然后经无水硫酸钠脱水,用全玻璃蒸馏装置蒸馏收集馏液。

4.3.2.3 2,4-二硝基苯肼溶液:称取 50 mg 2,4-二硝基苯肼,溶于 100 mL 精制苯中。

4.3.2.4 三氯乙酸溶液:称取 4.3 g 固体三氯乙酸,加 100 mL 精制苯溶解。

4.3.2.5 氢氧化钾-乙醇溶液:称取 4 g 氢氧化钾,加 100 mL 精制乙醇使其溶解,置冷暗处过夜,取上部澄清液使用。溶液变黄褐色则应重新配制。

4.3.3 仪器

分光光度计。

4.3.4 分析步骤

精密称取约 0.025 g~0.5 g 试样,置于 25 mL 容量瓶中,加苯溶解试样并稀释至刻度。吸取 5.0 mL,置于 25 mL 具塞试管中,加 3 mL 三氯乙酸溶液及 5 mL 2,4-二硝基苯肼溶液,仔细振摇混匀,在 60℃ 水浴中加热 30 min,冷却后,沿试管壁慢慢加入 10 mL 氢氧化钾-乙醇溶液,使成为二液层,塞好,剧烈振摇混匀,放置 10 min。以 1 cm 比色杯,用试剂空白调节零点,于波长 440 nm 处测吸光度。

4.3.5 结果计算

试样的羰基价按式(5)进行计算。

$$X = \frac{A}{854 \times m \times V_2/V_1} \times 1\,000 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X——试样的羰基价,单位为毫克当量每千克(meq/kg);

A——测定时样液吸光度;

m<sub>2</sub>——试样质量,单位为克(g);

- $V_1$  ——试样稀释后的总体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$  ——测定用试样稀释液的体积,单位为毫升(mL);  
 854 ——各种醛的毫克当量吸光系数的平均值。

结果保留三位有效数字。

#### 4.3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

### 4.4 游离棉酚(本法适用于棉籽油)

#### 4.4.1 紫外分光光度法

##### 4.4.1.1 原理

试样中游离棉酚经用丙酮提取后,在378 nm有最大吸收,其吸收值与棉酚量在一定范围内成正比,与标准系列比较定量。

##### 4.4.1.2 仪器

紫外分光光计。

##### 4.4.1.3 试剂

4.4.1.3.1 丙酮(70%):将350 mL丙酮加水稀释至500 mL。

4.4.1.3.2 棉酚标准溶液:准确称取0.100 0 g棉酚,置于100 mL容量瓶中,加丙酮(70%)溶解并稀释至刻度。此溶液每毫升相当于1.0 mg棉酚。

4.4.1.3.3 棉酚标准使用液:吸取棉酚标准溶液5.0 mL,置于100 mL容量瓶中,加丙酮(70%)稀释至刻度。此溶液每毫升相当于50.0  $\mu\text{g}$ 棉酚。

##### 4.4.1.4 分析步骤

称取1.00 g精制棉油或0.20 g粗棉油,置于100 mL具塞锥形瓶中,加入20.0 mL丙酮(70%),并加入玻璃珠3粒~5粒,在电动振荡器上振荡30 min,然后在冰箱中放置过夜。取此提取液之上清液,过滤。滤液供测定用。

吸取0、0.10、0.20、0.40、0.80、1.6、2.4 mL棉酚标准使用液(相当于0、5、10、20、40、80、120  $\mu\text{g}$ 棉酚),分别置于10 mL具塞试管中。各加入丙酮(70%)至10 mL,混匀,静置10 min。取试样滤液及标准液于1 cm石英比色杯中,以丙酮(70%)调节零点于378 nm波长处测吸光度,绘制标准曲线比较。

##### 4.4.1.5 结果计算

试样中游离棉酚的含量按式(6)进行计算。

$$X = \frac{m_1}{m_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \times 2 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$X$  ——试样中游离棉酚的含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_1$  ——测定用样液中游离棉酚的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_2$  ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

##### 4.4.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

#### 4.4.2 苯胺法

##### 4.4.2.1 原理

试样中游离棉酚经提取后,在乙醇溶液中与苯胺形成黄色化合物,与标准系列比较定量。

##### 4.4.2.2 试剂

4.4.2.2.1 丙酮(70%):量取70 mL丙酮,加水至100 mL。

4.4.2.2.2 乙醇(95%)。

4.4.2.2.3 苯胺:应为无色或淡黄,若色深则重蒸馏。

4.4.2.2.4 棉酚标准溶液:同 4.4.1.3.2 和 4.4.1.3.3。

4.4.2.3 分析步骤

称取约 1.00 g 试样,置于 150 mL 具塞锥形瓶中,加入 20.0 mL 丙酮(70%)、玻璃珠 3 粒~5 粒,剧烈振摇 1 h,在冰箱中过夜,过滤,滤液备用。

在两支 25 mL 具塞比色管中,各加入 2.0 mL 上述滤液,以甲管为试样管,乙管为对照管。另吸取 0、0.10、0.20、0.40、0.80、1.00 mL 棉酚标准使用液(相当 0、5.0、10.0、20.0、40.0、50.0 μg 棉酚)各两份,分别置于甲、乙两组 25 mL 具塞比色管中,各管均加入丙酮(70%)至 2 mL,甲组标准管与试样管甲管各加入 3 mL 苯胺,在 80℃ 水浴中加热 15 min,取出冷至室温,各加入乙醇至 25 mL;乙组标准管与试样管乙管各加乙醇至 25 mL。两组溶液在加乙醇后均放置 15 min,以甲组标准的零管为试剂空白,以乙组的零管为溶剂空白,用 1 cm 比色杯,以各组标准零管调节零点,在波长 445 nm 处,测定两组的吸光度,以两组对应的吸光度之差,以及相应标准浓度绘制标准曲线,以试样管甲管与乙管的吸光度之差从标准曲线查出棉酚含量。

4.4.2.4 结果计算

试样中游离棉酚的含量按式(7)进行计算。

$$X = \frac{m_1}{m_2 \times 1\,000 \times 1\,000 \times 2/20} \times 100 \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X —— 试样中游离棉酚的含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_1$  —— 测定用样液中游离棉酚的质量,单位为微克(μg);

$m_2$  —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.4.2.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.5 砷

按 GB/T 5009.11 操作。

4.6 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>

按 GB/T 5009.22 操作。

4.7 苯并(a)芘

按 GB/T 5009.27 操作。

4.8 残留溶剂

4.8.1 原理

将植物油试样放入密封的平衡瓶中,在一定温度下,使残留溶剂气化达到平衡时,取液上气体注入气相色谱中测定,与标准曲线比较定量。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 N-N-二甲基乙酰胺(简称 DMA):吸取 1.0 mL 放入 100 mL~150 mL 顶空瓶中,在 50℃ 放置 0.5 h,取液上气 0.10 mL 注入气相色谱仪在 0 min~4 min 内无干扰即可使用。如有干扰可用超声波处理 30 min 或通入氮气用曝气法蒸去干扰。

4.8.2.2 六号溶剂标准溶液:称取洗净干燥的具塞 20 mL~25 mL 气化瓶的质量为  $m_1$ ,瓶中放入比气化瓶体积少 1 mL 的 DMA 密塞后称量为  $m_2$ ,用 1 mL 的注射器取约 0.5 mL 六号溶剂标准溶液通过塞注入瓶中(不要与溶液接触),混匀,准确称量为  $m_3$ 。用式(8)计算六号溶剂油的浓度:

$$X = \frac{m_3 - m_2}{(m_2 - m_1)/0.935} \times 1\,000 \dots\dots\dots(8)$$



式中:

$X$ ——六号溶剂的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_1$ ——瓶和塞的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——瓶、塞和 DMA 的质量,单位为克(g);

$m_3$ —— $m_2$  加六号溶剂的质量,单位为克(g);

0.935——为 DMA 在 20℃ 时密度,单位为克每毫升(g/mL)。

#### 4.8.3 仪器

4.8.3.1 气化瓶(顶空瓶):体积为 100 mL~150 mL 具塞。

气密性试验:把 1 mL 己烷放入瓶中,密塞后放入 60℃ 热水中 30 min(密封处无气泡外漏)。

4.8.3.2 气相色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

#### 4.8.4 分析步骤

##### 4.8.4.1 气相色谱参考条件

4.8.4.1.1 色谱柱:不锈钢柱,内径 3 mm,长 3 m,内装涂有 5%DEGS 的白色担体 102(60~80)目。

4.8.4.1.2 检测器:氢火焰离子化检测器。

4.8.4.1.3 柱温:60℃。

4.8.4.1.4 汽化室温度:140℃。

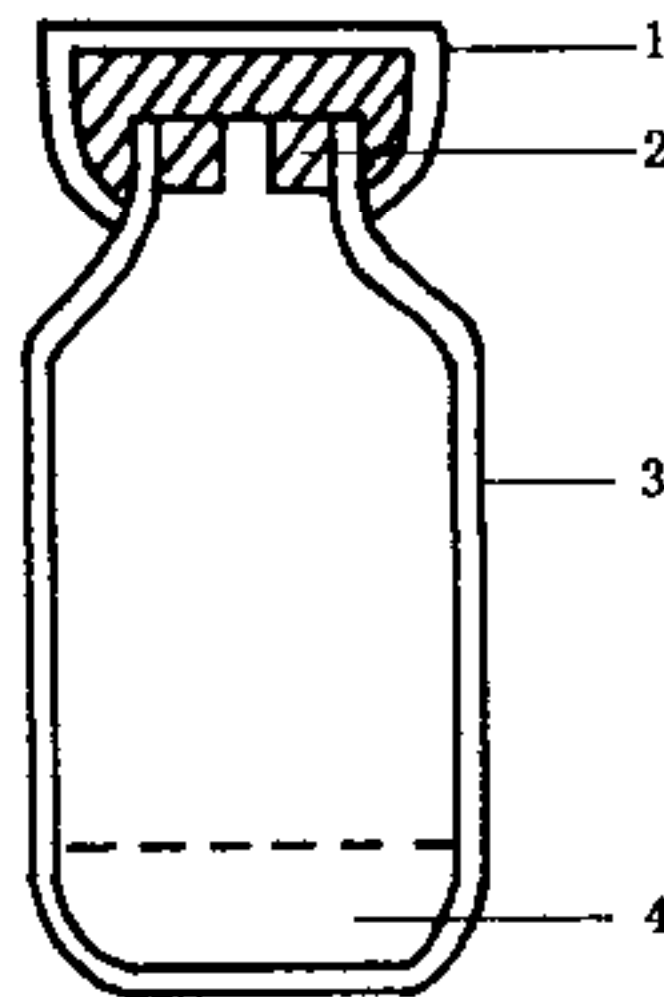
4.8.4.1.5 载气( $N_2$ ):30 mL/min。

4.8.4.1.6 氢气:50 mL/min。

4.8.4.1.7 空气:500 mL/min。

##### 4.8.4.2 测定

称取 25.00 g 的食用油样,密塞后于 50℃ 恒温箱中加热 30 min,取出后立即用微量注射器或注射器吸取 0.10 mL~0.15 mL 液上气体(与标准曲线进样体积一致)注入气相色谱,记录单组分或多组分(用归一化法)测量峰高或峰面积,与标准曲线比较,求出液上气体六号溶剂的含量。



- 1 铝盖;
- 2——橡胶塞;
- 3——输液瓶;
- 4——试样。

图 1 气化装置

##### 4.8.4.3 标准曲线的绘制

取预先在气相色谱仪上测试管六号溶剂量较低的油为曲线制备的体底油(或经 70℃ 开放式赶掉大部分残留溶剂的食用油或压榨油),分别称取 25.00 g 放入 6 支气化瓶中,密塞。通过塞子注入六号溶剂标准液(4.8.2.2)0、20、40、60、80、100  $\mu$ L(含量分别为 0,  $0.02 \times X$ , ...,  $0.10 \times X$   $\mu$ g,其中  $X$  为六

号溶剂的浓度)。放入 50℃ 烘箱中,平衡 30 min,分别取液上气体注入色谱,各响应值扣除空白值后,绘制标准曲线(多个色谱峰用归一化法计算)。

4.8.5 结果计算

油样中六号溶剂的含量按式(9)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X ——油样中六号溶剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m<sub>1</sub> ——测定气化瓶中六号溶剂的质量,单位为微克(μg);

m<sub>2</sub> ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.8.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

4.9 镍(适用于人造奶油)

按 GB/T 5009.138 操作。

4.10 油中非食用油的鉴别

对常见的三类非食用油进行定性鉴别。

4.10.1 桐油

4.10.1.1 三氯化锑-三氯甲烷界面法:取油样 1 mL 移入试管中,沿试管壁加 1 mL 三氯化锑-三氯甲烷溶液(10 g/L),使试管内溶液分成两层,然后在水浴中加热约 10 min。如有桐油存在,则溶液两层分界面上出现紫红色至深咖啡色环。

4.10.1.2 亚硝酸法:适用于豆油、棉油等深色油中桐油的检出,但不适用于梓油或芝麻油中桐油的检出。取试样 5 滴~10 滴于试管中,加 2 mL 石油醚,使油溶解,有沉淀物时,过滤一次,然后加入结晶亚硝酸钠少许,并加入 1 mL 硫酸(1+1)摇匀,静置,如有桐油存在,油液混浊,并有絮状沉淀物,开始呈白色,放置后变黄色。

4.10.1.3 硫酸法:取试样数滴,置白瓷板之上,加硫酸 1 滴~2 滴,如有桐油存在,则出现深红色并且凝成固体,颜色渐加深,最后成炭黑色。

4.10.2 矿物油

取 1 mL 试样,置于锥形瓶中,加入 1 mL 氢氧化钾溶液(600 g/L)及 25 mL 乙醇,接空气冷凝管回流皂化约 5 min,皂化时应振摇使加热均匀。皂化后加 25 mL 沸水,摇匀,如浑浊或有油状物析出,表示有不能皂化的矿物油存在。

4.10.3 大麻油

取试样和对照大麻油各 10 μL,点样于硅胶 G 薄层板,此薄层板厚 0.25 mm~0.3mm,105℃ 下活化 30 min。油太粘稠则用 5 倍苯稀释,再进行点样,点样量稍多一点约 10 μL~20 μL。展开剂用苯,显色剂为牢固蓝盐 B 溶液(1.5 g/L)(临用配制)。当斑点和对照颜色及比移值相当时表示有大麻油。胡麻油、芝麻油和牢固蓝盐 B 也呈红色,但在薄层板上比移值较小。

4.11 黄曲霉毒素

GB/T 5009.22 操作。