SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1033—2002

出 口 松 籽 油 检 验 方法

Method for the determination of pine nut oil for export

2002-01-16 发布　　2002-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口松籽油检验方法
SN/T 1033—2002
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
2002年5月第一版 2002年5月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·2-14355 定价 6.00 元
网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前　言

本标准是按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第1单元:标准的起草与表述规则　第1部分:标准编写的基本规定》的要求进行编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献,经研究、改进和验证后而制定的。

本标准附录A是提示的附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:荣会、洪权春、姜莉、居峰、梁春。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1033—2002

出口松籽油检验方法

Method for the determination of pine nut oil for export

1 范围

本标准规定了出口松籽油的色泽、气味、酸价、过氧化值、溶剂残留量、松油酸含量的检验方法和抽样、制样方法。

本标准适用于出口松籽油的检验。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5009.37—1996 食用植物油卫生标准的分析方法

GB/T 5524—1985 植物油脂检验 扦样、分样法

GB/T 5525—1985 植物油脂检验 透明度、色泽、气味、滋味鉴定法

GB/T 15687—1995 油脂试样制备

3 抽样和制样

3.1 扦样工具

用扦样管，内径 1.5 cm～2.5 cm，长度不小于 120 cm，材质为无色、透明玻璃。

3.2 抽样方法

样品不允许有沉淀物，按 GB/T 5524 规定进行。

3.3 制样方法

已抽取的样品按 GB/T 15687 规定进行。

3.4 样品保存

样品必须充氮、密封，于 5℃以下避光存放。

4 检验方法

4.1 感官检验

4.1.1 色泽鉴定(罗维朋比色计法)

4.1.1.1 仪器和用具

a) 罗维朋比色计。

b) 漏斗、锥形瓶、滴管、滤纸等。

4.1.1.2 操作方法

放平仪器，安置观测管和碳酸镁片，检查光源。取样品于比色槽中，达到距离比色槽上口约 5 mm 处。将比色槽置于比色计中。先固定黄色玻片色值，打开光源，移动红色玻片调色，直至玻片色与油样色完全相同为止。若油呈青绿色，须配入蓝色玻片，这时移动红色玻片，使配入蓝色玻片的号码达到最小值

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2002-01-16 批准　　2002-06-01 实施

为止，记下黄、红或黄、红、蓝玻片的号码的各自总数，即为被测抽样的色值。结果注明不深于黄、红号的具体数值，同时注明比色槽厚度。

双试验结果允许误差红不超过 0.2，按 GB/T 5525—1985 中 2.1 规定进行。

4.1.2 气味检验

按 GB/T 5009.37—1996 中 3.2 规定进行。

4.2 理化检验

4.2.1 酸价(酸值)检验

松籽油中的游离脂肪酸用氢氧化钾标准溶液滴定，每克油消耗氢氧化钾的毫克数称为酸价(或酸值)。具体操作和定量计算按 GB/T 5009.37—1996 中 4.1 规定进行。

4.2.2 过氧化值检验

松籽油中的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，计算过氧化值。操作和定量计算按 GB/T 5009.37—1996 中 4.2 规定进行。

4.3 品质检验

4.3.1 残留溶剂检验

样品中残留溶剂用顶空气相色谱分析进行测定。操作和定量计算按 GB/T 5009.37—1996 中 4.8 规定进行。

4.3.2 松油酸含量检验

4.3.2.1 方法原理

样品经与甲酯化试剂反应后，通过色谱柱分离，用配有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定，采用面积归一化法定量。

4.3.2.2 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为重蒸馏水。

a) 石油醚

b) 氢氧化钾(优级纯)

c) 甲醇(优级纯)

d) 甲酯化试剂：氢氧化钾-甲醇溶液 0.4 mol/L

e) 盐酸溶液：1.0 mol/L

f) 具塞试管：10 mL

g) 无水硫酸钠

h) 松油酸甲酯标准品纯度：纯度≥98%

i) 松油酸甲酯标准溶液：准确称取 0.010 0 g 松油酸甲酯标准品于 100 mL 容量瓶中，用石油醚定容至刻度混匀备用。

4.3.2.3 仪器和设备

a) 配有氢火焰离子检测器的气相色谱仪；

b) 高速离心机：≥2 000 r/min；

c) 微量进样器：10 μL。

4.3.2.4 测定步骤

4.3.2.4.1 样品处理

用滴管移取样品约 0.1 g 于具塞试管中，加入 2 mL 石油醚溶解，然后边振荡边滴加氢氧化钾-甲醇溶液约 1 mL，密封，继续振荡 1 min 后，静置 10 min，加适量盐酸溶液至中性，混匀，离心，移取上层于另一试管中，加入无水硫酸钠，供气相色谱分析。

4.3.2.4.2 色谱条件

a) 色谱柱：25 m×0.53 mm(内径)×0.5 μm(膜厚)FFAP 人孔径毛细管色谱柱或相当柱；

b）进样口温度：250℃；

c）检测器温度：260℃；

d）柱温：150℃恒温 5 min 后，以 5 ℃/min 速度升至 250℃；

e）载气：氮气（纯度≥99.99%），3 mL/min。

f）氢气：30 mL/min；

g）空气：350 mL/min；

h）尾吹：40 mL/min。

4.3.2.4.3 色谱测定

根据样液中松油酸含量情况，选定浓度相近的标准工作液。并且响应值应在仪器能够检测的范围内。对衍生化的标准工作液和样液应等体积参插进样进行定性测定，面积归一化法定量计算，在上述色谱条件下，松油酸甲酯的保留时间约为 18.5 min。标准品及样品色谱图见附录 A 中 A1、A2。

4.3.2.5 结果计算和表述

按式(1)计算松油酸的百分含量值。

$$X(\%) = \frac{n_i}{\Sigma n_i} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：X——松油酸的百分含量，%；

n_i—— 松油酸甲酯组分的峰面积；

Σn_i——各组分峰面积的总和。

采用二次平行试验的算术平均值作为测定结果。

注：计算时须将溶剂峰面积扣除。

4.3.2.6 允许误差

两次平行结果之间的差值，松油酸百分含量不大于 0.5%。

附　录　A
（提示的附录）
松油酸甲酯及松籽油经甲酯化后的气相色谱图

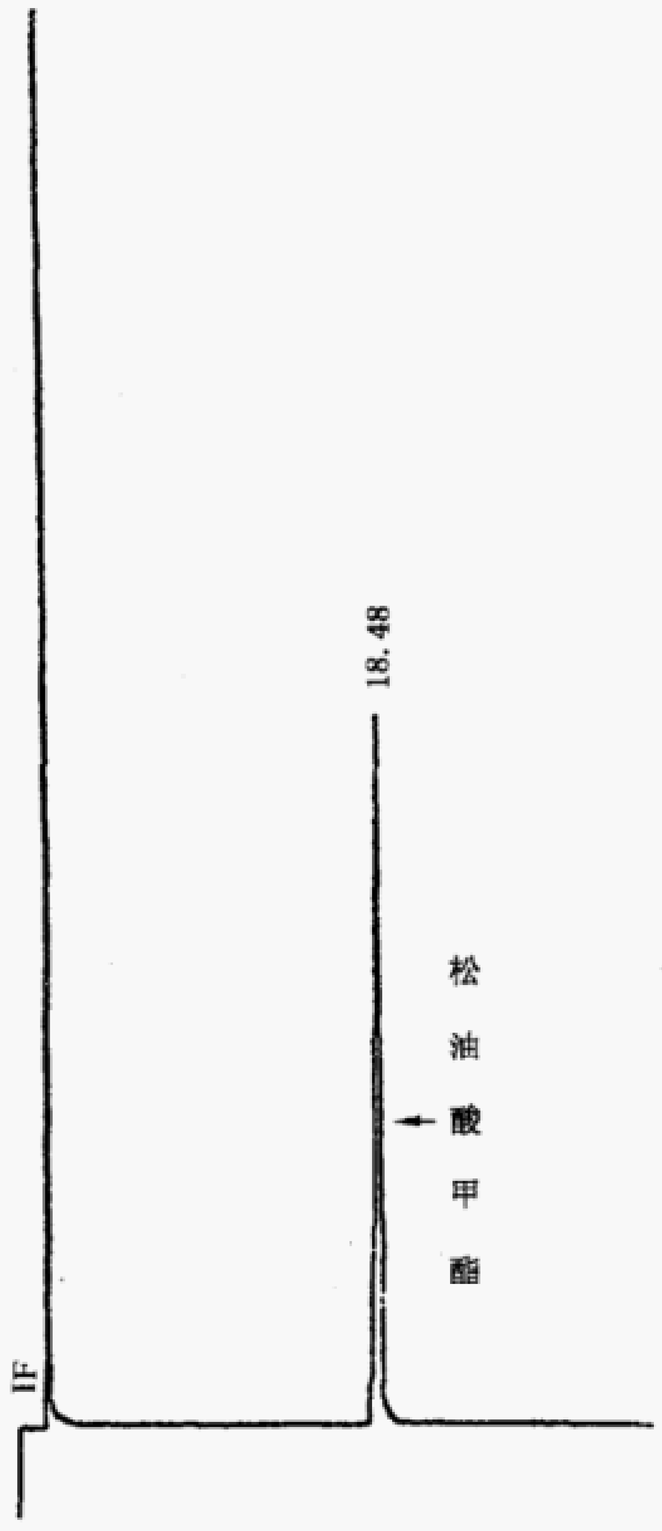

图 A1　松油酸甲酯标准气相色谱图

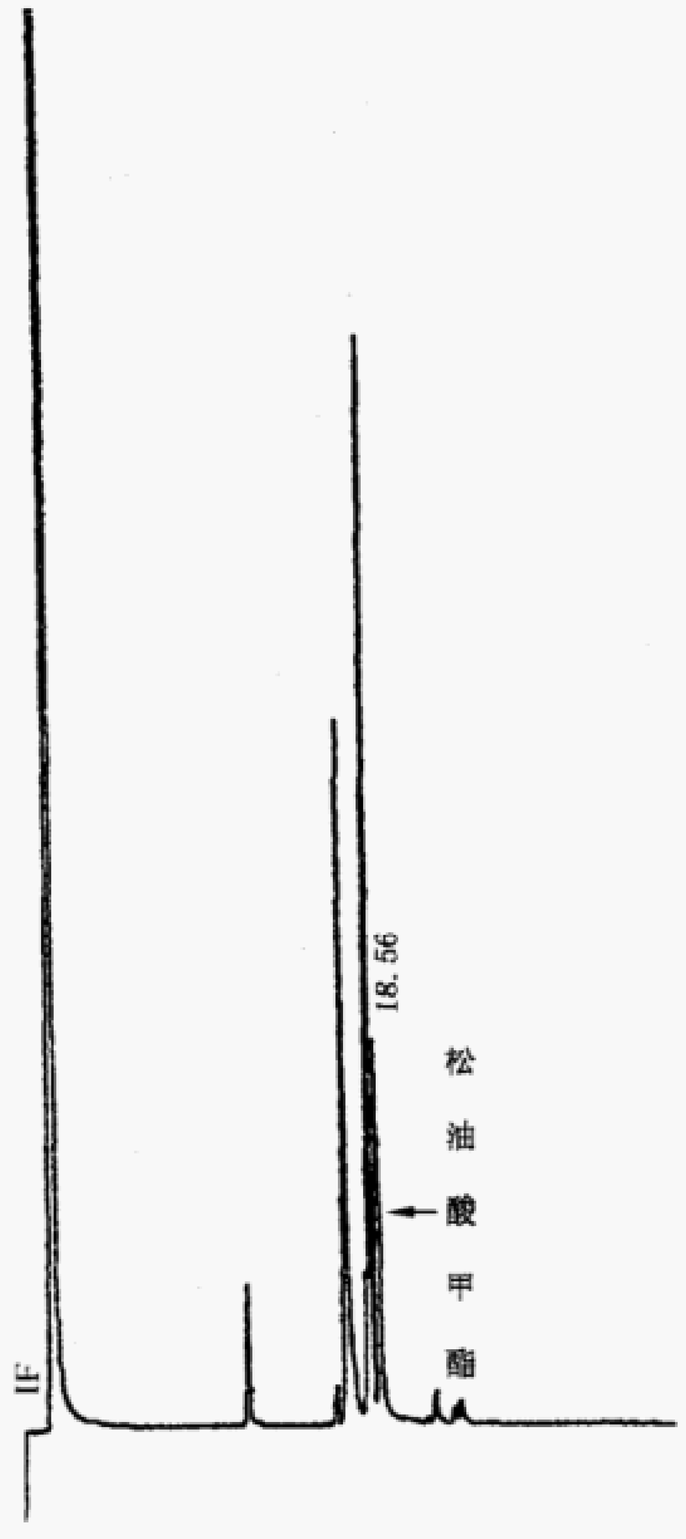

图 A2　松籽油中松油酸甲酯气相色谱图

SN/T 1033-2002

版权专有　侵权必究

*
书号：155066·2-14355
定价：　6.00 元