中华人民共和国专业标准

橄榄油、油橄榄果渣油检验 检验总则

LY/T 1535-99

本标准规定了橄榄油、油橄榄果渣油检验的一般要求和原则。

1 采集样品的有关要求

1.1 采集油样品必须注意样品的生产日期、批号、代表性、均匀性，采集数量应能反映油的质量和满足检验项目对试样量的需要。

1.2 抽样按 ZB B66 005.1《橄榄油、油橄榄果渣油》中7.3.2条抽样规定进行。

1.3 要认真填写采样记录，写明采样单位、地址、日期、样品批号、包装情况、采集数量、检验项目及采样人。

1.4 对采集样品要妥善包装、运输、保管，送至实验室后要立即检验。

1.5 检验结束后要妥善保管剩余样品，以备需要时复用。

2 检验的有关要求

2.1 对送检样品应首先按 ZB B66 005.1中7.3条所规定的项目进行检验，如检验结果存在严重不合格品项目指标，该样品判为不合格品，不需再检验其他项目。如无发现存在严重不合格品项目指数，则应按 ZB B66 005.1中7.3条规定的检验项目继续全面检验。

2.2 同一检验项目有两个或两个以上检验方法时，可根据不同条件选择使用。仲裁时，必须采取同一检验方法。

2.3 检验时必须做平行试验。

2.4 检验方法中所采用的单位制均使用中华人民共和国法定计量单位。

2.5 检验方法中所使用的水，在没有注明其他要求时，系指纯度能满足分析要求的蒸馏水或去离子水。

2.6 检验方法中所使用的砝码、滴定管、移液管、容量瓶、刻度试管及有关仪器均须按国家有关规定及规程进行校正，校正准确后才能使用。

2.7 检验方法中所列仪器为该方法所需用的特殊仪器，一般实验室所需仪器不再列入。

2.8 检验方法中，“精密称取”系指在称量操作中必须按所列数值称取，如称取制备标准曲线的溶液中所含溶质的量；“称取”系指要求精确至0.1 g、0.01 g、0.001 g、0.000 1 g(0.1 mg)等。

2.9 液体的滴，系指蒸馏水自标准滴定管流下的一滴的量，在20℃时20滴相当于1 mL。

2.10 检验结果的表示方法应与 ZB B66 005.2～005.19的规定一致。

a. 毫克百分含量(mg%)：每百克(或每百毫升)样品中所含被测物质的毫克数。

b. 百分含量(%)：每百克(或每百毫升)样品中所含被测物质的克数。

c. 千分含量(‰)：每公斤(或每升)样品中所含被测物质的克数。

d. 百万分含量(ppm)：每公斤(或每升)样品中所含被测物质的毫克数，或每克(或每毫升)样品中所含被测物质的微克数。

e. 十亿分含量(ppb)：每公斤(或每升)样品中所含被测物质的微克数，或每克(或每毫升)样品中

中华人民共和国林业部1990-03-21批准 1990-10-01实施

所含被测物质的毫微克数。

3 配制溶液的有关要求

3.1 试剂、溶剂

3.1.1 配制溶液的试剂及所用的溶剂应符合检验项目的要求，本标准检验方法中一般均采用分析纯试剂和溶剂。

3.1.2 作为标定摩尔标准溶液浓度用的试剂纯度应为基准级或优级纯。作为气相色谱、液相色谱仪等分析用的对照标准样品试剂绝大部分采用色谱纯试剂。

3.1.3 溶液未指明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

3.1.4 配制溶液时所用的除去二氧化碳的蒸馏水指新煮沸并密封冷却后的蒸馏水。

3.2 溶液的浓度

3.2.1 本检验方法中标准溶液的浓度均采用摩尔浓度，以摩尔/升(mol/L)或毫摩尔/毫升(m mol/mL)表示。

3.2.2 容量百分比浓度(%，V/V)，系指100 mL 溶液中含有该化合物若干毫升。

3.2.3 质量容量百分比浓度(%，m/V)，系指100 mL 溶液中含该化合物若干克，在检验方法中，一般百分比浓度溶液即指质量容量百分比溶液。例如10%硫酸系指100 mL 溶液中含10 g 硫酸；10%氢氧化钠溶液系指100 mL 溶液中含10 g 氢氧化钠。

3.2.4 溶液的比例浓度，系指液体溶质体积与溶剂体积的比。例如1∶4硫酸，是指1个体积的硫酸与4个体积的水相混合而成的溶液。

4 对玻璃仪器的有关要求

本检验方法中所使用的玻璃仪器均应符合分析化学定量分析对器皿的洁净要求。

4.1 玻璃仪器内外不允许存在任何对实验有干扰的杂质，防止造成实验结果的错误及误差。

4.2 刷洗玻璃仪器应根据需要适当使用洗液、稀盐酸、洗涤灵、去污粉等清洁剂，仔细刷洗后先用自来水充分冲洗干净，然后每次用少量蒸馏水或除二氧化碳蒸馏水冲洗3～5遍，直至洁净并干燥待用。

5 检验结果的数据处理

按附录 A(补充件)的规定进行。

6 检验结果的数字修约

按附录 B(补充件)数字修约规则进行。

7 常用标准溶液的配制

按附录 C(补充件)的规定进行。

附 录 A
检验结果的数据处理
（补充件）

在理化检验中其结果的数据处理应按下列规则进行。

A1 有效数字

油脂理化检验中直接或间接测定的量，一般都用数字表示，但它与数学中的“数”不同，而仅仅表示量度的近似值。在测定值中只保留一位可疑数字，如0.0123与1.23都是三位有效数字。当数字末端的“0”不作为有效数字时，要改写成用乘以 10^n 来表示。如24 600取三位有效数字，应写作2.46×10^4。

A2 运算规则

A2.1 除有特殊规定外，一般可疑数表示末位有1个单位的误差。

A2.2 在确定了有效数字应保留的位数后，就要对不必要的位数进行修约。在修约时应按附录 B(补充件)的规定进行。

A2.3 复杂运算时，其中间过程多保留一位，最后结果须取应有的位数。

A2.4 加减法计算的结果，其小数点以后保留的位数，应与参加运算各数中小数点后位数最少的相同。

A2.5 乘除法计算的结果，其有效数字保留的位数，应与参加运算各数中有效数字位数最少者相同。

A3 直线回归方程式的计算

在绘制标准曲线时，可用直线回归方程式计算，然后根据计算结果绘制。用最小二乘法计算直线回归方程式的公式如下：

$$y = mx + b \qquad \text{(A1)}$$

$$m = \frac{n\Sigma xy - \Sigma x\Sigma y}{n\Sigma x^2 - (\Sigma x)^2} \qquad \text{(A2)}$$

$$b = \frac{\Sigma x^2\Sigma y - \Sigma x\Sigma xy}{n\Sigma x^2 - (\Sigma x)^2} \qquad \text{(A3)}$$

式中：x ——自变量，为横坐标上的值；

y ——应变量，为纵坐标上的值；

m ——直线斜率；

b ——直线在 Y 轴上的截距；

n ——测定次数。

A4 运算公式

A4.1 算术平均值

多次测定值的算术平均值可按式(A4)计算。

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots\cdots + x_n}{n} = \frac{\Sigma x_i}{n} \qquad \text{(A4)}$$

式中：$\bar{x}$ ——多次测定值的算术平均值；

x_i ——各次测定值，$i = 1, 2, \cdots\cdots, n$；

n ——测定次数。

A4.2 标准差、标准误、变异系数

多次测定值的标准差、标准误及变异系数可按下列公式计算。

$$S=\sqrt{\frac{\Sigma(x_i-\bar{x})^2}{n-1}}=\sqrt{\frac{\Sigma x_i^2-(\Sigma x_i)^2/n}{n-1}} \quad \cdots\cdots(A5)$$

$$S_{\bar{x}}=\frac{S}{\sqrt{n}} \quad \cdots\cdots(A6)$$

$$CV(\%)=\frac{S}{\bar{x}}\times 100 \quad \cdots\cdots(A7)$$

式中：S ——标准差；

$S_{\bar{x}}$ ——标准误；

CV ——变异系数；

x_i ——各次测定值，$i=1,2,\cdots\cdots,n$；

$\bar{x}$ ——多次测定值的算术平均值；

n ——测定次数。

A4.3 回收率

在未知样品中加入已知量的标准物质，叫加标样品。同时测定未知样品和加标样品，可计算加入的标准物质的回收率。

加入的标准物质的回收率可按式(A8)计算。

$$P(\%)=\frac{x_1-x_0}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots(A8)$$

式中：P ——加入的标准物质的回收率；

m ——加入标准物质的量；

x_1 ——加标样品的测定值；

x_0 ——未知样品的测定值。

附 录 B
数字修约规则
（补充件）

在制订、修订标准中，各种测量、计算的数值需要修约时，应按下列规则进行。

B1 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字小于5(不包括5)时，则舍去，即所拟保留的末位数字不变。

例如：将14.243 2修约到保留一位小数。

修 约 前	修 约 后
14.243 2	14.2

B2 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字大于5(不包括5)时，则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如：将26.484 3修约到只保留一位小数。

修 约 前	修 约 后
26.484 3	26.5

B3 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字等于5，其右边的数字并非全部为零时，则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如：将1.050 1修约到只保留一位小数。

修 约 前	修 约 后
1.050 1	1.1

B4 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字等于5，其右边的数字皆为零时，所拟保留的末位数字若为

奇数则进一，若为偶数(包括“0”)则不进。

例如：将下列数字修约到只保留一位小数。

修 约 前	修 约 后
0.350 0	0.4
0.450 0	0.4
1.050 0	1.0

B5 所拟舍弃的数字，若为两位以上数字时，不得连续进行多次修约，应根据所拟舍弃数字中左边第一个数字的大小，按上述规定一次修约出结果。

例如：将15.454 6修约成整数。

正确的做法是：

修 约 前	修 约 后
15.454 6	15

不正确的做法是：

修约前	一次修约	二次修约	三次修约	四次修约(结果)
15.454 6	15.455	15.46	15.5	16

附 录 C
标 准 溶 液
(补充件)

检验方法中一些标准溶液的配制及标定应按下列规定进行。

C1 1 mol/L、0.5 mol/L 盐酸标准溶液

C1.1 配制

C1.1.1 1 mol/L 盐酸标准溶液：量取84 mL 浓盐酸(密度1.18～1.19，含量36%～38%)，用水定容到1 L。

C1.1.2 0.5 mol/L 盐酸标准溶液：量取42 mL 浓盐酸(密度1.18～1.19，含量36%～38%)，用水定容到1 L。

C1.1.3 0.1 mol/L 盐酸标准溶液：量取8.4 mL 浓盐酸(密度1.18～1.19，含量36%～38%)，用水定容到1 L。

C1.1.4 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂：量取30 mL 0.2%溴甲酚绿乙醇溶液，加入20 mL 0.1%甲基红乙醇溶液，混匀。

C1.2 标定

C1.2.1 1 mol/L 盐酸标准溶液：称取三份1.5 g(准确至0.1 mg)于270～300℃干燥至恒量的基准无水碳酸钠，各加50 mL 水使之溶解，再各加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，用本待标定液滴定，至溶液由绿色转变为紫红色，煮沸2 min，冷却后继续滴定至溶液由绿色变为暗紫红色。记下消耗的待标定溶液的毫升数。

C1.2.2 同时做试剂空白溶液试验。

C1.2.3 0.5 mol/L 盐酸标准溶液：按 C1.2.1、C1.2.2操作，但基准无水碳酸钠量改为0.8 g(准确至0.1 mg)。

C1.2.4 0.1 mol/L 盐酸标准溶液：按 C1.2.1、C1.2.2操作，但基准无水碳酸钠量改为0.15 g(准确至0.1 mg)。

C1.3 结果计算

盐酸标准溶液的摩尔浓度按式(C1)计算：

$$c = \frac{m \times 1\ 000}{(V_1 - V_0) \times 53} \quad \cdots\cdots (C1)$$

式中：c——盐酸标准溶液的摩尔浓度，mol/L；

m——基准无水碳酸钠的质量，g；

V_1——盐酸待标溶液用量，mL；

V_0——试剂空白溶液消耗的盐酸待标溶液用量，mL；

53——$\frac{1}{2}$无水碳酸钠的摩尔质量，g/mol。

C2　0.02 mol/L、0.01 mol/L 盐酸标准溶液

C2.1　配制

C2.1.1　0.02 mol/L 盐酸标准溶液：量取200 mL 0.1 mol/L 盐酸，用水定容到1 L。

C2.1.2　0.01 mol/L 盐酸标准溶液：量取1 00 mL 0.1 mol/L 盐酸，用水定容到1 L。

C2.2　标定

C2.2.1　0.02 mol/L 盐酸标准溶液：按 C1.2.1、C1.2.2操作，但基准无水碳酸钠量改为0.1 g(准确至0.1 mg)，结果计算同 C1.3。

C2.2.2　0.01 mol/L 盐酸标准溶液：按 C1.2.1、C1.2.2操作，但基准无水碳酸钠量改为0.05 g(准确至0.1 mg)，结果计算同 C1.3。

C3　0.1 mol/L、0.02 mol/L 氢氧化钾标准溶液

C3.1　配制

C3.1.1　0.1 mol/L 氢氧化钾标准溶液：称取6 g 氢氧化钾，用除去二氧化碳的蒸馏水少许先溶解，再定容至1 L，摇匀。

C3.1.2　0.02 mol/L 氢氧化钾标准溶液：操作同 C3.1.1，但氢氧化钾量改为0.12 g。

C3.1.3　1%酚酞指示液：称取0.5 g 酚酞溶于50 mL 95%乙醇溶液中。

C3.2　标定

C3.2.1　0.1 mol/L 氢氧化钾标准溶液：称取三份0.5 g(准确至0.1 mg)在110～120℃干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾，各加50 mL 除二氧化碳蒸馏水振摇使之溶解，再各加2滴酚酞指示液，用本待标定溶液滴定至邻苯二甲酸氢钾溶液呈浅粉红色，并在30 s 内不褪色。记下消耗的待标液毫升数。

C3.2.2　同时做试剂空白溶液试验。

C3.2.3　0.02 mol/L 氢氧化钾标准溶液：操作同 C3.2.1、C3.2.2，但基准邻苯二甲酸氢钾量改为0.012 g(准确至0.1 mg)。

C3.3　结果计算

氢氧化钾标准溶液的摩尔浓度按式(C2)计算：

$$c = \frac{m \times 1\ 000}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \quad \cdots\cdots (C2)$$

式中：c——氢氧化钾标准溶液的摩尔浓度，mol/L；

m——基准邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

V_1——氢氧化钾待标溶液用量，mL；

V_0——试剂空白溶液消耗的氢氧化钾待标溶液用量，mL；

204.2——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，g/mol。

C4　0.1 mol/L $\frac{1}{2}$硫代硫酸钠标准溶液

C4.1 配制

C4.1.1 称取26 g硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 7H_2O$)及0.2 g碳酸钠，先加入适量的除二氧化碳蒸馏水使之溶解，并定容到1 L，混匀，贮存于密封、避光的棕色瓶中，放置两周后取上层清液标定。

C4.1.2 0.1%淀粉指示剂：称取0.1 g可溶性淀粉，加入约5 mL水，搅匀后缓缓倾入正煮沸的100 mL水中，随之搅拌，继续煮沸2 min直至溶液透明，冷却备用。此指示液应临用前新制。

C4.1.3 5 mol/L盐酸：量取42 mL浓盐酸(密度1.18～1.19，含量36%～38%)用水定容到100 mL。

C4.2 标定

C4.2.1 称取三份0.1 g(准确至0.1 mg)在110～120℃干燥至恒量的基准溴酸钾，分别置于250 mL碘价瓶中，加30 mL水微热溶解，冷却待用。

C4.2.2 于每个碘价瓶中分别加入2 g碘化钾固体，再加入6 mL 5 mol/L盐酸，立即塞紧瓶塞并用水封瓶口，轻轻放置避光处5 min。

C4.2.3 在每个碘价瓶内分别加入50 mL水，用待标定的硫代硫酸钠溶液滴定，其颜色由棕红色逐渐变成淡黄色时，加入1 mL 0.1%淀粉指示液，此时溶液呈蓝黑色，继续滴定，待溶液为蓝灰色时，滴定要慢，每滴一滴后充分摇动碘价瓶，直至上层溶液为无色透明，即为滴定终点，记下消耗待标液的毫升数。

C4.2.4 同时做试剂空白溶液试验。

C4.3 结果计算

$\frac{1}{2}$硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度按式(C3)计算：

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \times 27.84} \qquad \text{(C3)}$$

式中：c ——$\frac{1}{2}$硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度，mol/L；

m ——基准溴酸钾的质量，g；

V_1 ——硫代硫酸钠待标溶液用量，mL；

V_0 ——试剂空白溶液消耗的硫代硫酸钠待标液用量，mL；

27.84——$\frac{1}{6}$溴酸钾的摩尔质量，g/mol。

C5 0.01 mol/L $\frac{1}{2}$硫代硫酸钠标准溶液

C5.1 配制

C5.1.1 量取100 mL 0.1 mol/L $\frac{1}{2}$硫代硫酸钠标准溶液，用除去二氧化碳蒸馏水定容到1 L。

C5.2 标定

C5.2.1 操作同C4.2.1～C4.2.4，但基准溴酸钾量改为0.01 g(准确至0.1 mg)。

C5.3 结果计算同C4.3。

附加说明：

本标准由中华人民共和国林业部提出。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所负责起草。

本标准主要起草人薛益民。