



中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6121.1—2017

粮油检验 植物油中谷维素含量的测定 分光光度法

Inspection of grain and oils—Determination of oryzanol content in vegetable
oils—Spectrometric method

2017-09-08 发布

2017-09-15 实施

国家粮食局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准参考了食品法典委员会标准 CODEX STAN 210 1999(2015)第 5 条款 γ -谷维素含量测定方法的相关内容。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位：国家粮食局科学研究院、中纺粮油进出口有限责任公司、贵州省粮油产品质量监督检验站、国家食品质量安全监督检验中心、河北省粮油质量检测中心、山东三星玉米产业科技有限公司、丰益(上海)生物技术研发中心有限公司。

本标准起草人：朱琳、张玉玺、袁毅、薛雅琳、崔娜、李利世、肖立荣、王月华、刘宝珍、李秀娟、杨虹。

粮油检验 植物油中谷维素含量的测定

分光光度法

1 范围

本标准规定了分光光度法测定植物油中谷维素含量的原理、试剂、仪器、试样制备、操作步骤、结果表示和精密度等。

本标准适用于米糠油中谷维素含量的测定。

本标准方法的检出限为 100 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

3 原理

在 315 nm 紫外波长条件下,采用 10 mm 比色皿,测定样品的吸光度值,计算出样品中谷维素含量。

4 试剂

正庚烷:分析纯。(需用 10 mm 石英比色皿,在紫外 310 nm~320 nm 波长下扫描,以蒸馏水为参比,吸光度值小于 0.02)

5 仪器

5.1 分光光度计:波长范围 310 nm~320 nm,石英比色皿;10 mm。

5.2 容量瓶:25 mL。

5.3 分析天平:分度值 0.000 1 g。

6 试样制备

按 GB/T 15687 执行。

7 操作步骤

7.1 分光光度计开机预热,采用正庚烷为参比溶液调整零点。

7.2 称取待测样品 0.02 g(精确至 0.000 1 g)置于 25 mL 容量瓶中,加入正庚烷溶解并定容至刻度,摇匀。

7.3 用待测溶液润洗石英比色皿 3 次,将待测溶液倒入石英比色皿,以正庚烷为参比,在 315 nm 处测定吸光度。

7.4 所测的吸光度若不在 0.2~0.8 之间时,应适当调整待测样品的称样量或稀释待测溶液,再重新进行测定。

8 结果表示

试样中谷维素含量(X)以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times V \times N}{m \times 359} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——样品中谷维素含量,%;

A ——待测样品的吸光度;

V ——待测液定容体积,单位为毫升(mL);

N ——样品定容后的稀释倍数,如未进行稀释,则 $N=1$;

m ——试样质量,单位为克(g);

359——消光系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$),表示紫外吸光度以浓度 1 g/100 mL(1%)10 mm 比色皿波长 315 nm 测得吸光度。

计算结果保留小数点后两位。

9 精密度

9.1 重复性

在重复条件下获得的两个独立测试结果的绝对差值小于等于重复性限(r)的情况应大于 95%。谷维素含量的重复性限(r)参见附录 A。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的绝对差值小于等于再现性限(R)的情况应大于 95%,谷维素含量的再现性限(R)参见附录 A。

附 录 A
(资料性附录)

实验室间比对试验统计结果

组织 12 家实验室对 8 个不同样品进行实验室间比对试验,建立了本方法的精密度。结果按 GB/T 6379.1和 GB/T 6379.2 统计分析,统计结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间比对试验统计结果

样 品	样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8
实验室数目	12	12	12	12	12	12	12	12
参加统计实验室数目	12	12	12	11	11	11	11	12
离群实验室数目	0	0	0	1	1	1	1	0
平均值/%	0.626	0.997	1.077	1.258	1.435	1.939	2.385	0.530
重复性标准偏差(S_r)	0.016	0.025	0.024	0.027	0.024	0.027	0.062	0.017
重复性限(r)	0.045	0.070	0.067	0.075	0.068	0.076	0.172	0.048
重复性变异系数/%	2.581	2.519	2.205	2.128	1.703	1.402	2.581	3.247
再现性标准偏差(S_R)	0.053	0.058	0.081	0.032	0.085	0.045	0.065	0.040
再现性限(R)	0.147	0.164	0.227	0.090	0.238	0.126	0.181	0.113
再现性变异系数/%	8.395	5.859	7.520	2.558	5.922	2.316	2.717	7.602