

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。

本标准在制定中参考了 SB/T 10190—1993《蜂蜡》及 SN/T 0621—1996《出口蜂蜡中碳氢化合物检验方法》和有关资料,对 SB/T 10190—1993 的抽样作了相应调整;对 SN/T 0621—1996 和 ASTM D 1342—1992;1996《棕榈蜡中石蜡型碳氢化合物检验方法》两个碳氢化合物检验方法的检测装置做了一定改进;对检验步骤及温度控制做了一定的修改;对检验用量做了一定的调整,缩短了检测时间和节约了试剂,并等效采用了 ASTM D1342—1992;1996。对出口原蜂蜡和用原蜂蜡加工而成的黄蜡及白蜡的抽样、制样、感官、杂质、重量、包装及理化检验作了规定。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人:陈国平、周平。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

出口蜂蜡检验规程

SN/T 1107—2002

Rules for the inspection of beeswax for export

1 范围

本标准规定了出口蜂蜡的抽样、检验及检验结果的判定。

本标准适用于出口原蜂蜡及用原蜂蜡加工而成的黄蜡、白蜡的检验。

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。

SB/T 10190—1993 蜂蜡

SN/T 0621—1996 出口蜂蜡中碳氢化合物检验方法

ASTM D 1342—1992·1996 棕榈蜡中石蜡型碳氢化合物检验方法

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 蜂蜡

工蜂蜡腺分泌的一种有机混合物,由于加工方式不同可分为原蜂蜡、黄蜡、白蜡等。

3.2 原蜂蜡

将蜜盖蜡或蜜盖蜡和巢础经熔化后冷却而成的不规则块状的蜂蜡。

3.3 蜜盖蜡

蜂蜜在巢础中成熟后蜜蜂将巢础用蜡质密封的蜡,经熔化后冷却而成的不规则块状的蜂蜡。

3.4 黄蜡

用原蜂蜡或蜜盖蜡经熔化、过滤除杂加工后冷却而成的规则块状蜂蜡。

3.5 白蜡

用原蜂蜡或蜜盖蜡经熔化、过滤除杂、脱色等工艺加工后冷却而成的规则块状蜂蜡。

4 样品的抽取和制备

4.1 检验批

以不超过一个 20 英尺标准集装箱的装入量为一检验批。一般原蜂蜡为 50 kg 装 280 件,25 kg 装 560 件,黄蜡和白蜡为 680 件,超过部分另列批次。同一检验批的商品应具有相同的特征,如品质、包装、标记、等级。

4.2 抽样及样品制备器具

塑料样品袋、刀、锤子、3 kg 容积的不锈钢容器、电炉(或其他加热设备)。

4.3 抽样数量

原蜂蜡按总件数的 10% 抽取;黄蜡和白蜡按式(1)抽取。每批至少抽 3 件,所抽件数偏少时,每件中

所抽的样品量适当增加,总量不少于 200 g。

$$S = \sqrt{\frac{N}{2}} \dots\dots\dots(1)$$

式中: S ——所抽样品的数量;

N ——整批货物总件数。

4.4 抽样方法

根据报检单所列规格、件数、重量、唛头与实际货物核对相符后,按上、中、下各部位随机抽取。将所抽的原蜂蜡每件开包,倾倒在干净的水泥地上,抽取有代表性样品 3 块,并从每块上取 10 g~20 g;将所抽的黄蜡和白蜡开箱,从每箱的上、中、下各部抽取一块,并从每块上取 10 g~20 g。

4.5 样品制备

将每件抽取的样品,倒入不锈钢容器中隔水用电炉加热,待蜡样完全熔化后,搅拌均匀,自然冷却后,从不锈钢容器中取出;或将完全熔化的蜡样经搅拌均匀后直接倒入装满自来水的大盆中,使其快速冷却(检验原蜂蜡杂质时用),待表面的水分干燥后,从中取 100 g~150 g 的两份蜡样为理化检测样和留样。

4.6 试样保存

样品存放地应清洁、干燥、无阳光照射,封存备查,并在样袋上标明标签。保存期为三个月。

5 检验

5.1 包装、标志和重量检验

5.1.1 包装、标志

5.1.1.1 包装

外包装应完整、清洁,内外包装无破损,包扎牢固。

5.1.1.2 标志

标志应正确、清晰,品名、等级应与内容物相符。

5.1.2 重量

5.1.2.1 检验器具

普通磅秤,感量度 0.1 kg。

5.1.2.2 检验步骤

对统一包装规格的可抽取 5 件~10 件包装称重计算平均皮重。平均皮重得出后,逐件称取毛重,再按式(2)计算被检样品重量:

$$W = W_1 - W_0 \dots\dots\dots(2)$$

式中: W ——净重,kg;

W_1 ——毛重,kg;

W_0 ——平均皮重,kg。

5.2 感官检验

5.2.1 色泽和气味

将蜂蜡块放在光线充足的地方,观察其色泽是否鲜艳、一致,是否具有光泽感;嗅有无蜂蜡应有的气味,无油味和其他异味。

5.2.2 表面及断面的组织状态检验

表面有无凹凸状波纹、中间突起;将蜡块从中间断开,观察断面有无异物,结构是否紧密,颗粒是否细腻,均匀,上中下三层的颜色是否接近或一致。

注 对出口原蜂蜡应注重原包装蜂蜡的感官检验和综合评定。

5.3 理化检验

试剂纯度若未标明的均为分析纯(AR级),所用的水为蒸馏水或同等纯度的水;理化检测样品用小刀削成小薄片作为试样装入干净的容器内供检测用。

5.3.1 熔点测定

5.3.1.1 方法一

按 SB/T 10190—1993 中 5.3.4 方法测定。

5.3.1.2 方法二

5.3.1.2.1 仪器

精密水银温度计(0~100℃,分度为 0.1℃);两头开口的毛细玻璃管(长 90 mm~120 mm,内径 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.1 mm~0.15 mm);400 mL 高形烧杯;加热调温磁力搅拌器;秒表;不锈钢烧杯(碗)。

5.3.1.2.2 试样的制备

取一定量的试样(根据不锈钢容器的大小而定)放入不锈钢容器中,在烘箱中熔化(或隔水加热熔化)后,用毛细管插入熔化的蜂蜡中自吸达 10 mm,在室温下自然冷却 4 h 以上或放入冰箱 2 h 以上至完全冷却凝固,除去毛细管外的蜡,毛细管内的蜡柱应无空隙和气泡。

5.3.1.2.3 操作步骤

将已制备好试样的毛细管用橡皮圈固定,并将蜡样的一端移至水银温度计的水银球中心持平;在 400 mL 高形烧杯中加入冷水约 350 mL 和磁搅拌棒,放在加热调温磁力搅拌器上,将已固定好毛细管的温度计放入烧杯的中部,并将其固定;开启磁力搅拌并加热,调整升温速度为 1℃/min,当温度升至 55℃~58℃时,降低升温速度为 0.5℃/min,注意观察温度计和毛细管中蜡的变化,当蜡在毛细管中开始上升时,温度计显示的温度即为蜡的熔点。

5.3.1.2.4 平行试验允许误差不超过 0.5℃,取平均值确定结果。

注 两个方法同等有效。

5.3.2 酸值测定

按 SB/T 10190—1993 中 5.3.6 方法测定。

5.3.3 皂化值测定

按 SB/T 10190—1993 中 5.3.8 方法测定。

5.3.4 苯不溶物(杂质)测定

按 SB/T 10190—1993 中 5.3.2 方法测定。

5.3.5 密度(比重)测定

按 SB/T 10190—1993 中 5.3.3 方法测定。

5.3.6 碘值测定

按 SB/T 10190—1993 中 5.3.7 方法测定。

5.3.7 碳氢化合物的测定

5.3.7.1 方法一

按 SN/T 0621 测定。在操作过程中,将层析柱加热至 50℃~55℃,并保持温度,除去柱内的空气,过柱时应控制调节活塞,滴速为 20~25 滴/min,不使液面低于硅胶表面。测定装置见图 1。

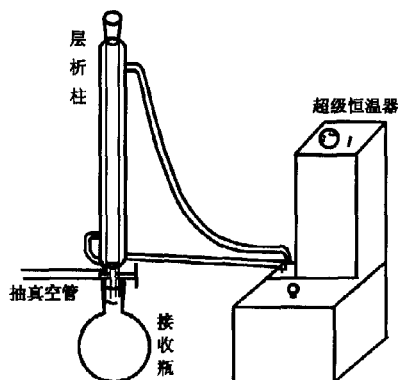


图1 碳氢化合物测定装置图

5.3.7.2 方法二

本方法等效采用 ASTM D 1342—1992;1996。

5.3.7.2.1 仪器及试剂

仪器:长 50 cm、内径 2 cm 可控滴速可保温层析柱;250 mL 标准口接收瓶;超级恒温器;烘箱;烧杯;马福炉;水捕真空器(或真空旋转蒸发器);恒温水浴锅;分析天平(感量 0.1 mg)。

试剂:三氧化二铝(博克曼级活性 2 级以上, Brokmann Classification I up),正庚烷(化学级, CR)。0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液(称取 28.06 g 氢氧化钾,用无水乙醇定容至 1 000 mL)、0.5 mol/L 盐酸标准溶液(用量筒取相对密度(20℃)为 1.18 g/mL 的盐酸 45 mL,于试剂中加入 955 mL 水摇匀,按 GB 601 中 4.2 配制、标定和计算)、1% 酚酞指示剂。

5.3.7.2.2 试剂的制备

将 40 g 三氧化二铝放入坩埚内,置于马福炉内用 300℃ 活化 3 h~4 h,取出放入干燥器中冷却备用。

5.3.7.2.3 操作步骤

将干净的接收瓶置于烘箱内,用 105℃~110℃ 烘至恒重,并称重,精确至 1 mg。

将层析柱与接收瓶连接,层析柱内用一小团玻璃棉置于底部,倒入活化经冷却过的三氧化二铝约 35 g,盖上一小团玻璃棉;将层析柱加热至 50℃~55℃,用 80 mL~100 mL 热的正庚烷过柱,调节活塞使达到最大流速,轻拍柱体以除去柱内的空气,可适当抽真空(不能使正庚烷的液面低于三氧化二铝表面,保证层析柱的三氧化二铝内没有空气),当正庚烷与层析柱上层尚存约 10 mm 时,关闭活塞;倒掉接收瓶中正庚烷,再连接好接收瓶。测定装置见图 1。

称取试样 0.5 g~1 g 精确至 1 mg,于 150 mL 烧杯中,加入 40 mL 正庚烷,在 70℃ 左右水浴上加热使其完全溶解,备用。

在层析柱内加入上述备用热的蜂蜡正庚烷溶液,调整层析柱的滴速为 30~35 滴/min,当液面降至三氧化二铝表面时,用热正庚烷 25 mL 分两次洗涤烧杯和搅拌棒,倒入层析柱内,再用 100 mL 洗柱,并将柱内的残留正庚烷抽真空吸出。

不取下层析柱,直接用水浴加热接收瓶,用水捕真空器适当抽真空(以正庚烷不剧烈沸腾为度),蒸发至近干,也可在 90℃~95℃ 水浴上真空旋转蒸发回收正庚烷,蒸发至近干,取下并擦干接收瓶外的水迹;将接收瓶放入 105℃~110℃ 的烘箱内烘 2 h 以上,取出后放入干燥器内冷却至室温称重,直至恒重,并计算结果。

注:在蒸干接收瓶中的正庚烷过程中,不应使瓶中液体爆沸,以防止碳氢化合物的损失。

5.3.7.2.4 验证试验

测定接收瓶内烘干的碳氢化合物的皂化值(方法见 5.3.3),皂化值不应的大于 2(KOHmg/g),否则

重新取样测定。

5.3.7.2.5 碳氢化合物的计算见式(3):

$$X(\%) = \frac{G - G_1}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: X ——碳氢化合物含量, %;

G_1 ——接收瓶的重量, g;

G ——接收瓶和瓶内的提取物(碳氢化合物)的重量, g;

W ——试样重量, g。

注 计算结果取小数点后两位。

5.4 检验结果的判定

根据检验结果,对照合约的要求判定合格与否。合约没有规定的,按 SB/T 10190—1993 第 4 章判定。

6 检验有效期

检验有效期为 12 个月。

附 录 A
(标准的附录)
酯值、酯值与酸值的比值

A1 酯值的计算见式 A1。

$$\text{酯值(Ester Value)} = \text{皂化值} - \text{酸值} \quad \cdots\cdots\cdots(\text{A1})$$

A2 酯值与酸值的比值见式 A2。

$$\text{酯值与酸值的比值(Ratio Number)} = \frac{\text{酯值}}{\text{酸值}} \quad \cdots\cdots\cdots(\text{A2})$$
