《粮油机械 自动滴定分析仪》
行业标准编制说明

一、工作简况

（一）背景

针对测定粮食脂肪酸值、还原糖、酸度和油脂的过氧化值、酸价品质指标过程中存在的滴定终点判断难，结果重现性和可比性差，仪器落后等问题，成都粮食储藏科学研究所通过承担“十五”国家科技攻关计划课题和农业科技成果转化资金项目，运用机器视觉、嵌入式和DSP等技术自主研制了JDDY型自动滴定分析仪，在多个粮油品质指标测定中实现了自动滴定、自动判定终点和计算输出结果。2010年3月，该仪器通过国家粮食局组织的专家组验收。2011年9月，通过国家粮食局标准质量中心组织的专家测评。2012年制定了相关的检验方法和自动滴定分析仪技术条件与试验方法。经查该产品目前尚无国家、行业和地方产品标准，因此需要制定自动滴定分析仪产品标准。

（二）任务来源

根据《国家粮食局办公厅关于下达2017年第二批行业标准制修订计划的通知》（国粮办发〔2017〕177号），中储粮成都粮食储藏科学研究所（现中储粮成都储藏科学研究院有限公司）承担《粮油仪器 自动滴定分析仪》行业标准的制定任务。

根据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》6.2.1的规定，标准名称中的引导要素表示标准所属的领域。按照全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC270）的工作分类和标准分类，本标准属于机械工作组技术范围，所以更名为《粮油机械 自动滴定分析仪》。

（三）工作过程

2017年10月工作组成立后，首先进行广泛的调查，收集资料，经研究形成了《粮油机械 自动滴定分析仪》行业标准制定的初步工作方案，对自动滴定分析仪检测流程进行分析，对技术要求、试验方法和检验规则进行研究。

2018年4月，在完成各项研究后，统计分析试验数据，为合理制定自动滴定分析仪的技术要求、试验方法和检验规则提供可靠依据。

2018年8月形成《粮油机械 自动滴定分析仪》（草案稿），咨询成都粮食储藏科学研究所学术委员会专家意见，并根据专家意见进行了修改。在《粮油机械 自动滴定分析仪》（草案稿）的基础上，结合多次技术交流的成果，进行了修改，形成了《粮油机械 自动滴定分析仪》（征求意见稿）。

二、标准的编制原则和主要内容

（一）编制原则

本标准的编制原则是按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》的要求进行编写。同时要有利于我国粮油品质检测用自动滴定产品的规范化，注重与现行的国家标准以及我国现有行业标准相衔接。

本标准的适用范围：本标准规定了自动滴定分析仪的术语和定义、工作原理、型号、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存要求。

本标准适用于采用图像分析技术或其他传感器技术，以粮油及制品中脂肪酸值、还原糖、酸度、酸价、过氧化值作为测定对象的自动滴定分析仪。

（二）标准技术要素的制定依据

产品的主要部件要求是按照实际检验需要制定。其中滴定注射泵的要求是依据滴定实验结果精密度的需要制定。

产品的制造性能要求是按照 GB/T 24855《粮油机械 装配通用技术条件》、GB/T 24857《粮油机械 板件、板型钢构件通用技术条件》、GB/T 25218《粮油机械 产品涂装通用技术条件》和实际检验需要制定。

产品的准确性、重复性、稳定性、台间差性能要求是参考现行国标 GB 5009.227《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》、GB 5009.229《 食品安全国家标准 食品中酸价的测定》、GB/T 20569《稻谷储存品质判定规则》、GB/T 20570《玉米储存品质判定规则》、GB 5009.7《食品安全国家标准 食品中还原糖的测定》、GB 5009.239《食品安全国家标准 食品酸度的测定》、LS/T 6402《粮油检验 设备和方法标准适用性验证及结果评价》和验证测评试验结果而制定的。其中滴定速度要求是依据滴定分析实验要求先快后慢，快速 6 mL/min ~8 mL/min ,慢速最小半滴的要求制定。

产品的安全性要求是按照 GB 5226.1《机械电气安全 机

械电气设备 第1部分：通用技术条件》、GB 4706.1《家用和类似用途电器的安全　第1部分：通用要求》和实际检验需要制定。

产品的噪声要求是按照GB/T 3768《声学　声压法测定噪声源声功率级　反射面上方采用包络测量表面的简易法》的要求制定。

产品的正常工作环境温度要求是根据各组成件正常工作环境温度范围制定的，其中电子元件的温度范围是0℃～70℃，定量泵的温度范围是15℃～40℃，所以产品的工作环境温度要求是15℃～40℃。

三、主要试验（或验证）情况

（一）脂肪酸值的测试试验

稻谷脂肪酸值的测试试验：选用脂肪酸值在25（KOH/干基）/（mg /100g）以下、25（KOH/干基）/（mg /100g）～35（KOH/干基）/（mg /100g）之间和大于35（KOH/干基）/（mg /100g）的稻谷样品若干（以实际样品为准）。每个样品按GB/T 20569-2006附录A法称取20份提取，将提取液混合均匀后分别用3台JDDY型自动滴定分析仪各进行6次以上平行测试，评价3台仪器的精密度和台间差，与此同时按照GB/T 20569-2006附录A由检验人员测定每份稻谷样品的脂肪酸值，对比自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果，实验结果见表1。

玉米脂肪酸值的测试试验：选用脂肪酸值在50（KOH/干基）/（mg /100g）以下、50（KOH/干基）/（mg /100g）～

70（KOH/干基）/（mg /100g）之间和大于 70（KOH/干基）/（mg /100g）的玉米样品若干（以实际样品为准），每个样品按 GB/T 20570-2015 附录 A 法称取 20 份提取，将提取液混合均匀后分别用 3 台 JDDY 型自动滴定分析仪各进行 6 次以上平行测试，评价 3 台仪器的精密度和台间差，与此同时按照 GB/T 20570-2015 附录 A 由检验人员测定每份玉米样品的脂肪酸值，对比自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果，实验结果见表 1。

谷物制品脂肪酸值的测试试验：选用大米、营养玉米粉各 1 个，分别按 GB/T 20569-2006 和 GB/T 20570-2015 附录 A 法称取 20 份提取，将提取液混合均匀后分别用 3 台 JDDY 型自动滴定分析仪各进行 6 次以上平行测试，评价 3 台仪器的精密度和台间差，与此同时分别按照 GB/T 20569-2006 和 GB/T 20570-2015 附录 A 由检验人员测定每份样品的脂肪酸值，对比自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果，实验结果见表 1。

回收率测试试验：为了验证采用 JDDY 型自动滴定分析仪测定稻谷、玉米脂肪酸值的准确性，采用已知脂肪酸值的稻谷、玉米样品为基质，分别添加不同量的亚油酸乙醇标准溶液（理论添加脂肪酸值分别为 ≤ 10 mg/100g、20 ~ 30 mg/100g、40 ~ 50 mg/100g、 ≥ 50 mg/100g 4 个水平)，采用 JDDY 型自动滴定分析仪进行滴定环节加标回收试验，并按公式（10 × m 亚油酸 × MKOH/M 亚油酸）换算为理论脂肪酸添加值 S 理论，再分别计算回收率，实验结果见表 2、表

3。

线性曲线测试：将浓度为 24.7946 mg/mL 的亚油酸标准溶液按设置梯度（加标体积：0.10/0.20/0.50/1.00/1.50 mL）分别添加到稻谷、玉米样品提取液中，采用 JDDY 型自动滴定分析仪进行测试，结果见表 4、图 1 和图 2。

表 1　脂肪酸值实验结果

（单位：mg/100g）

样品名称及编号	机号	1#机	2#机	3#机	人工
稻谷 1#	1	22.35	20.27	21.51	21.84
	2	22.36	21.54	22.35	22.35
	3	21.49	21.54	22.35	/
	4	21.93	21.54	22.35	/
	5	21.07	20.27	21.51	/
	6	21.49	21.11	21.07	/
	平 均 值	21.8	21.0	21.9	22.1
	标准偏差	0.52	0.62	0.56	/
	极　　差	1.29	1.28	1.28	/
	变异系数%	2.39	2.96	2.58	/
	重复性限 r	1.46	1.74	1.58	/
	x^2	2.7	3.8	3.1	/
稻谷 2#	1	13.24	14.32	13.60	15.11
	2	13.66	14.32	14.04	15.50
	3	14.09	15.18	14.04	/
	4	13.66	14.75	14.47	/
	5	13.24	14.75	13.60	/
	6	13.66	13.88	14.04	/
	平 均 值	13.6	14.5	14.0	15.3
	标准偏差	0.32	0.45	0.33	/
	极　　差	0.85	1.29	0.87	/
	变异系数%	2.35	3.12	2.35	/
	重复性限 r	0.89	1.27	0.92	/
	x^2	1.0	2.0	1.1	/
稻谷 3#	1	19.57	19.37	17.86	20.15
	2	20.43	20.24	19.15	19.76

	3	21.30	20.67	18.77	/
	4	20.87	19.81	18.73	/
	5	19.57	18.95	18.73	/
	6	20.43	18.95	18.73	/
	平 均 值	20.4	19.7	18.7	20.0
	标准偏差	0.69	0.70	0.43	/
	极　　差	1.73	1.72	1.29	/
	变异系数%	3.40	3.57	2.28	/
	重复性限 r	1.94	1.97	1.19	/
	x^2	4.7	4.8	1.8	/
稻谷 4#	1	32.61	31.44	31.64	32.55
	2	32.61	30.57	32.50	32.42
	3	31.75	31.00	32.50	/
	4	31.75	30.57	31.64	/
	5	31.31	30.57	31.64	/
	6	31.75	30.57	32.07	/
	平 均 值	32.0	30.8	32.0	32.5
	标准偏差	0.53	0.36	0.42	/
	极　　差	1.30	0.87	0.85	/
	变异系数%	1.66	1.18	1.32	/
	重复性限 r	1.48	1.02	1.18	/
	x^2	2.7	1.3	1.8	/
稻谷 5#	1	40.41	41.12	41.08	40.87
	2	39.98	40.70	41.08	40.99
	3	39.55	40.27	41.08	/
	4	40.34	40.70	42.36	/
	5	41.27	40.70	41.08	/
	6	41.27	40.27	42.36	/
	平 均 值	40.5	40.6	41.5	40.9
	标准偏差	0.69	0.32	0.66	/
	极　　差	1.72	0.86	1.28	/
	变异系数%	1.71	0.79	1.59	/
	重复性限 r	1.93	0.90	1.85	/
	x^2	4.7	1.0	4.3	/
玉米 1#	1	54.13	54.57	53.66	53.60
	2	54.58	54.13	53.23	52.57
	3	54.57	54.13	53.02	/

	4	53.28	52.84	54.52	/
	5	54.58	52.84	54.74	/
	6	52.84	53.70	54.52	/
	平 均 值	54.0	53.7	53.9	53.1
	标准偏差	0.76	0.72	0.74	/
	极　　差	1.74	1.73	1.72	/
	变异系数%	1.41	1.34	1.37	/
	重复性限 r	2.12	2.02	2.07	/
	x^2	5.6	5.1	5.4	/
玉米 2#	1	49.57	50.33	50.59	49.85
	2	49.14	49.91	49.30	50.11
	3	50.01	51.20	49.73	/
	4	50.44	50.33	49.08	/
	5	50.84	50.77	49.08	/
	6	50.44	50.33	51.02	/
	平 均 值	50.1	50.5	49.8	50.0
	标准偏差	0.63	0.45	0.83	/
	极　　差	1.69	1.29	1.94	/
	变异系数%	1.26	0.88	1.66	/
	重复性限 r	1.76	1.25	2.31	/
	x^2	3.9	1.9	6.7	/
玉米 3#	1	41.32	40.48	40.36	41.46
	2	40.88	40.90	40.36	42.11
	3	41.74	40.05	42.09	/
	4	42.62	40.48	41.23	/
	5	41.74	40.48	40.58	/
	6	41.32	40.05	40.80	/
	平 均 值	41.6	40.4	40.9	41.8
	标准偏差	0.59	0.32	0.67	/
	极　　差	1.74	0.85	1.73	/
	变异系数%	1.42	0.79	1.63	/
	重复性限 r	1.66	0.90	1.87	/
	x^2	3.4	1.0	4.4	/
玉米 4#	1	77.51	76.63	77.39	77.49
	2	76.33	77.07	78.46	77.49
	3	77.07	76.20	78.24	/
	4	76.64	77.07	77.60	/

	5	76.64	76.63	77.17	/
	6	77.07	77.07	77.60	/
	平 均 值	76.9	76.8	77.7	77.5
	标准偏差	0.42	0.36	0.50	/
	极　　差	1.18	0.87	1.29	/
	变异系数%	0.55	0.46	0.64	/
	重复性限 r	1.18	1.00	1.40	/
	x^2	1.7	1.2	2.5	/
大米	1	11.62	11.51	12.09	11.96
	2	12.32	11.51	11.86	11.32
	3	11.38	12.20	11.86	/
	4	11.16	11.73	12.55	/
	5	11.86	12.20	11.86	/
	6	11.16	11.73	12.09	/
	平 均 值	11.6	11.8	12.1	11.6
	标准偏差	0.45	0.32	0.27	/
	极　　差	1.16	0.69	0.69	/
	变异系数%	3.90	2.67	2.23	/
	重复性限 r	1.26	0.88	0.75	/
	x^2	2.0	1.0	0.7	/
营养 玉米粉	1	6.04	5.45	5.82	5.46
	2	5.34	6.15	5.36	5.61
	3	5.34	5.23	4.88	/
	4	5.80	5.23	5.36	/
	5	5.58	5.45	5.36	/
	6	5.80	5.45	5.58	/
	平 均 值	5.7	5.5	5.4	5.5
	标准偏差	0.28	0.34	0.31	/
	极　　差	0.70	0.92	0.94	/
	变异系数%	4.97	6.18	5.77	/
	重复性限 r	0.79	0.95	0.87	/
	x^2	0.8	1.1	0.9	/

从表 1 试验数据分析可以得出:

① 供试的 5 个稻谷样品检测结果，1#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 13.6 mg/100g ~ 40.5 mg/100g 之间，

标准偏差在 0.32 ~ 0.69 之间，极差在 0.85 mg/100g ~ 1.73 mg/100g 之间，变异系数在 1.66 % ~ 3.40 %之间，重复性限在 0.89 ~ 1.94 之间；2#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 14.5 mg/100g ~ 40.6 mg/100g 之间，标准偏差在 0.32 ~ 0.70 之间，极差在 0.86 mg/100g ~ 1.72 mg/100g 之间，变异系数在 0.79 % ~ 3.57 %之间，重复性限在 0.90 ~ 1.97 之间；3#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 14.0 mg/100g ~ 41.5 mg/100g 之间，标准偏差在 0.33 ~ 0.66 之间，极差在 0.85 mg/100g ~ 1.29 mg/100g 之间，变异系数在 1.32 % ~ 2.58 %之间，重复性限在 0.92 ~ 1.85 之间；按照 x 2 检验评价方法，查表得 x 20.95（5）=11.0705，表 1 计算所有的 x 2<11.0705,3 台设备的重复性标准差不超过国家标准方法给定的标准差。结果表明：1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准的重复性要求。

② 供试的 4 个玉米样品检测结果，1#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 41.6 mg/100g ~ 76.9 mg/100g 之间，标准偏差在 0.42 ~ 0.76 之间，极差在 1.18 mg/100g ~ 1.74 mg/100g 之间，变异系数在 0.55 % ~ 1.42 %之间，重复性限在 1.18 ~ 2.12 之间；2#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 40.4 mg/100g ~ 76.8 mg/100g 之间，标准偏差在 0.32 ~ 0.72 之间，极差在 0.85 mg/100g ~ 1.73 mg/100g 之间，变异系数在 0.46 % ~ 1.34 %之间，重复性限在 0.90 ~ 2.02 之间；3#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 40.9 mg/100g ~ 77.7 mg/100g 之间，标准偏差在 0.50 ~ 0.82 之间，极差在 1.29

mg/100g ~ 1.94 mg/100g 之间，变异系数在 0.64 % ~ 1.66 %之间，重复性限在 1.40 ~ 2.31 之间；按照 x 2 检验评价方法，查表得 x 20.95（5）=11.0705，表 1 计算所有的 x 2<11.0705,3 台设备的重复性标准差不超过国家标准方法给定的标准差。结果表明：1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准的重复性要求。

③供试的 2 个谷物制品检测结果，1#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 5.7 mg/100g ~ 11.6 mg/100g 之间，标准偏差在 0.28 ~ 0.45 之间，极差在 0.70 mg/100g ~ 1.16 mg/100g 之间，变异系数在 3.90 % ~ 4.97 %之间，重复性限在 0.79 ~ 1.26 之间；2#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 5.5 mg/100g ~ 11.8 mg/100g 之间，标准偏差在 0.32 ~ 0.34 之间，极差在 0.69 mg/100g ~ 0.92 mg/100g 之间，变异系数在 2.67 % ~ 6.18 %之间，重复性限在 0.88 ~ 0.95 之间；3#机每个样品 6 平行测定结果的平均值在 5.4 mg/100g ~ 12.1 mg/100g 之间，标准偏差在 0.27 ~ 0.31 之间，极差在 0.69 mg/100g ~ 0.94 mg/100g 之间，变异系数在 2.23 % ~ 5.77 %之间，重复性限在 0.75 ~ 0.87 之间；按照 x 2 检验评价方法，查表得 x 20.95（5）=11.0705，表 1 计算所有的 x 2<11.0705,3 台设备的重复性标准差不超过国家标准方法给定的标准差。结果表明：1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准的重复性要求。

④ 由 3 台仪器对 5 个稻谷样品检测结果的平均值比较，3 台仪器台间差在 0 mg/100g ~ 1.7 mg/100g 之间；由 3 台仪

器对 4 个玉米样品检测结果的平均值比较，3 台仪器台间差在 0.1 mg/100g ~ 1.2 mg/100g 之间；由 3 台仪器对 2 个谷物制品检测结果的平均值比较，3 台仪器台间差在 0.1 mg/100g ~ 0.5 mg/100g 之间符合仪器分析再现性要求，说明 3 台仪器间的一致性较好。

⑤ 供试的 5 个稻谷样品，自动滴定分析仪法与国标方法检测结果的绝对差值 1#机在 0.3 mg/100g ~ 1.7 mg/100g 之间；2#机在 0.3 mg/100g ~ 1.7 mg/100g 之间；3#机在 0.2 mg/100g ~ 1.3 mg/100g 之间。供试的 4 个玉米样品，自动滴定分析仪法与国标方法检测结果的绝对差值 1#机在 0.1 mg/100g ~ 0.9 mg/100g 之间；2#机在 0.5 mg/100g ~ 1.4 mg/100g 之间；3#机在 0.2 mg/100g ~ 0.9 mg/100g 之间。供试的 2 个谷物制品，自动滴定分析仪法与国标方法检测结果的绝对差值 1#机在 0 mg/100g ~ 0.2 mg/100g 之间；2#机在 0 mg/100g ~ 0.2 mg/100g 之间；3#机在 0.1 mg/100g ~ 0.5 mg/100g 之间。结果表明：自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果比较，其绝对差值均没有超过本标准规定的重复性要求。

表 2　稻谷加标回收实验结果

样品名称	序号	加标液体积(mL)	添加亚油酸质量(mg)	理论添加脂肪酸值(mg/100g)	耗标液体积(mL)	实测总脂肪酸值(mg/100g)	扣除本底后实测添加脂肪酸值(mg/100g)	回收率(%)
稻谷	1	0	0	0	1.677	16.98	本底均值 17.07	/
		0	0	0	1.690	17.16		
	2	0.20	4.8814	9.77	3.157	37.19	10.06	103.0
		0.20	4.8814	9.77	3.143	37.01	9.97	102.1
	3	0.50	12.2036	24.42	5.280	66.19	24.56	100.6
		0.50	12.2036	24.42	5.293	66.37	24.65	101.0
	4	1.00	24.4071	48.83	9.009	117.11	50.02	102.4
		1.00	24.4071	48.83	8.953	116.34	49.64	101.6
	5	1.50	36.6107	73.25	12.361	162.88	72.91	99.5
		1.50	36.6107	73.25	12.403	163.45	73.19	99.9
	平均回收率（%）		/	/	/	/	/	101
	标准偏差		/	/	/	/	/	1.23
	变异系数（%）		/	/	/	/	/	1.21
	相对重复性限（%）		/	/	/	/	/	3.39
	95%置信区间		/	/	/	/	/	±1.03

准确称取 610.178 mg 亚油酸标准品于 25 mL 容量瓶中，以无水乙醇溶解并定容，摇匀后（亚油酸标准溶液浓度：24.4071 mg/mL）按设置梯度（加标体积：0.20/0.50/1.00/1.50 mL）进行加标回收试验。碱液浓度 0.01071 mol/L，样品质量 10.000 g，样品水分 12.0%，空白实验体积为 0.433 mL。$M_{亚油酸}$=280.45 g/mol，理论添加脂肪酸值为 $S_{理论}=10\times m_{亚油酸}\times M_{KOH}/M_{亚油酸}$。

表 3　玉米加标回收实验结果

样品名称	序号	加标液体积(mL)	添加亚油酸质量(mg)	理论添加脂肪酸值(mg/100g)	耗标液体积(mL)	实测总脂肪酸值(mg/100g)	扣除本底后实测添加脂肪酸值(mg/100g)	回收率(%)
玉米	1	0	0	0	2.570	29.18	本底均值为29.18	/
		0	0	0	2.570	29.18		
	2	0.20	4.9589	9.92	3.981	48.45	9.64	97.1
		0.20	4.9589	9.92	4.023	49.02	9.92	100.0
	3	0.50	12.3973	24.80	6.328	80.49	25.66	103.4
		0.50	12.3973	24.80	6.411	81.64	26.23	105.7
	4	1.00	24.7946	49.61	10.252	134.08	52.45	105.7
		1.00	24.7946	49.61	10.057	131.41	51.12	103.0
	5	1.50	37.1919	74.41	13.660	180.62	75.72	101.8
		1.50	37.1919	74.41	13.673	180.80	75.81	101.9
	平均回收率（%）		/	/	/	/	/	101
	标准偏差		/	/	/	/	/	2.95
	变异系数（%）		/	/	/	/	/	2.93
	相对重复性限（%）		/	/	/	/	/	8.20
	95%置信区间		/	/	/	/	/	±2.46

准确称取 619.865 mg 亚油酸标准品于 25 mL 容量瓶中，以无水乙醇溶解并定容，摇匀后（亚油酸标准溶液浓度：24.7946 mg/mL）按设置梯度（加标体积：0.20/0.50/1.00/1.50 mL）进行加标回收试验。碱液浓度 0.01071 mol/L，样品质量 10.000 g，样品水分 12.0%，空白实验体积为 0.433 mL。$M_{亚油酸}$=280.45 g/mol，理论添加脂肪酸值为 $S_{理论}=10\times m_{亚油酸}\times M_{KOH}/M_{亚油酸}$。

由表2、表3可见，JDDY型自动滴定分析仪测定稻谷、玉米脂肪酸值平均回收率均为101%，稻谷回收率变异系数为1.21%，回收率相对重复性限为3.39%，玉米回收率变异系数为2.93%，回收率相对重复性限为8.20%。实验结果表明，JDDY型自动滴定分析仪测定稻谷、玉米脂肪酸值结果准确，完全符合方法学方面对回收率一般应达80%~120%的要求；由稻谷、玉米相对重复性限来看，完全符合一般仪器分析方法平行试验结果相对偏差不超过10%的要求。

表 4　线性曲线测试实验结果

样品名称	序号	加标液体积(mL)	添加亚油酸质量(mg)	理论添加脂肪酸值(mg/100g)	耗标液体积(mL)	实测总脂肪酸值(mg/100g)	扣除本底后实测添加脂肪酸值(mg/100g)
稻谷	1	0	0	0	1.715	17.83	本底均值为17.45
		0	0	0	1.658	17.06	
	2	0.10	2.4795	4.96	2.454	27.93	5.24
	3	0.20	4.9589	9.92	3.195	38.04	10.29
	4	0.50	12.3973	24.80	5.528	69.89	26.22
	5	1.00	24.7946	49.61	9.480	123.86	53.21
	6	1.50	37.1919	74.41	12.790	169.06	75.81
玉米	1	0	0	0.00	2.678	30.99	本底均值为31.18
		0	0	0.00	2.706	31.37	
	2	0.10	2.4795	4.96	3.433	41.29	5.05
	3	0.20	4.9589	9.92	4.187	51.59	10.20
	4	0.50	12.3973	24.80	6.533	83.63	26.22
	5	1.00	24.7946	49.61	10.276	134.73	51.78
	6	1.50	37.1919	74.41	14.061	186.42	77.62

准确称取 619.865 mg 亚油酸标准品于 25 mL 容量瓶中，以无水乙醇溶解并定容，摇匀后（亚油酸标准溶液浓度：24.7946 mg/mL）按设置梯度（加标体积：0.10/0.20/0.50/1.00/1.50 mL）进行线性曲线测试。碱液浓度 0.01071 mol/L，稻谷、玉米样品质量为 10.000 样品水分为 12.0%，空白实验体积为 0.409 mL。$M_{亚油酸}$=280.45 g/mol，理论添加脂肪酸值为 $S_{理论}=10\times m_{亚油酸}\times M_{KOH}/M_{亚油酸}$。

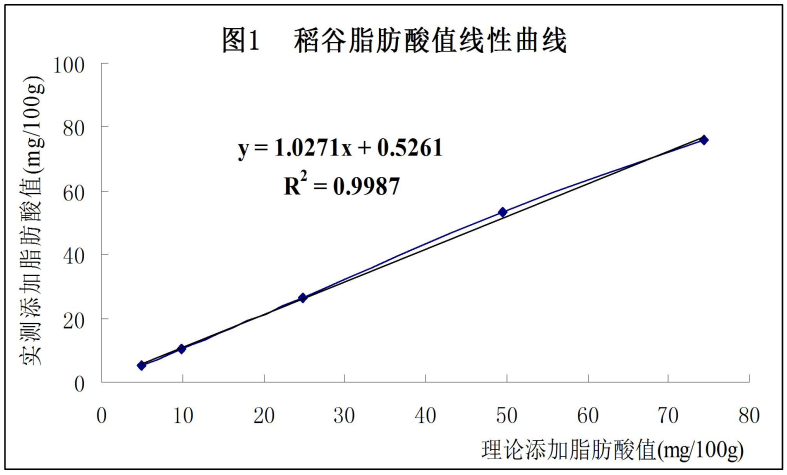

图1　稻谷脂肪酸值线性曲线

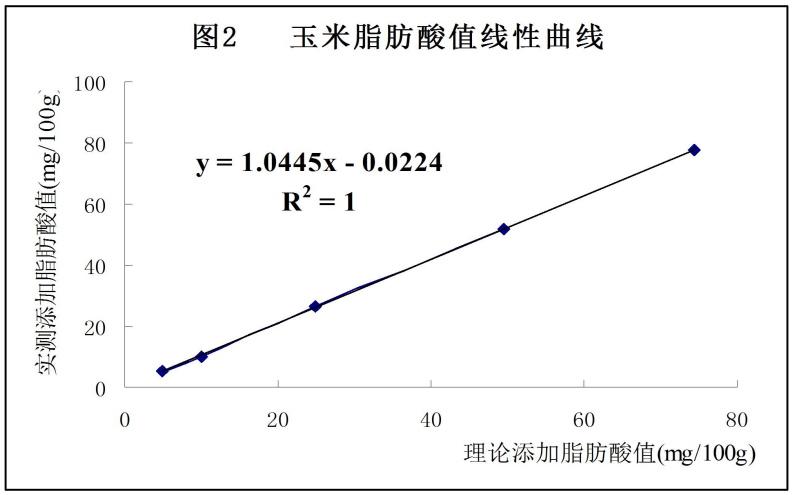

图2　玉米脂肪酸值线性曲线

由表4和图1、图2可见，稻谷、玉米脂肪酸值在5.0 mg/100g ~ 74.4 mg/100g范围内，理论添加脂肪酸值与JDDY型自动滴定分析仪实测值之间有较好的相关性，线性相关系数分别达到0.9993和1.0000，具有较宽的测量范围，符合稻谷、玉米样品储存品质检测要求。

（二）油脂酸价的测试试验

选择酸价在1(mg/g)以下、1(mg/g) ~ 4(mg/g)之间和4(mg/g) ~ 15(mg/g)的油脂样品若干（以实际样品为准）。分别用3台JDDY型自动滴定分析仪对每个样品平行测定4次，评价自动滴定分析仪法检测油脂酸价的精密度，评价仪器的

台间差，与此同时按照GB 5009.229由检验人员测定每份油脂样品的酸价，对比自动滴定分析仪法与国标方法的测定结果，实验结果见表5。

回收率测试试验：为了验证采用JDDY型自动滴定分析仪测定油脂酸价的准确性，采用已知酸价的油脂样品为基质，分别添加不同量的盐酸乙醇标准溶液（理论添加油脂酸价分别为≤2 mg/g、2 ~ 3 mg/g、3 ~ 4 mg/g、≥4 mg/g 4个水平)，按GB/T 5530-2005中冷溶剂滴定仪法与热乙醇滴定仪法分别进行加标回收试验，并按公式（$S_{理论} = 56.1 \times c_{HCl} \times V_{HCl} / m_{油}$）换算为理论酸价添加值，再分别计算回收率，实验结果见表6、表7。

线性曲线测试：将浓度为0.8537 mol/L的盐酸乙醇标准溶液，冷溶剂滴定仪法按设置梯度（加标体积：0.10/0.20/0.50/0.70/1.00 mL）、热乙醇滴定仪法按设置梯度（加标体积：0.10/0.15/0.20/0.30/0.50 mL）分别添加到油脂样品中，采用JDDY型自动滴定分析仪进行测试，结果见表8、图3和图4。

表 5　油脂酸价实验结果

（单位：mg/g）

样品名称及编号	机号	1#机	2#机	3#机	人工
油脂 1#	1	5.35	5.33	5.41	5.38
	2	5.32	5.23	5.31	5.32
	3	5.29	5.36	5.44	/
	4	5.34	5.21	5.31	/
	平 均 值	5.33	5.28	5.37	5.35
	标准偏差	0.03	0.07	0.07	/
	极　　差	0.06	0.15	0.13	/

	变异系数%	0.50	1.39	1.26	/
	重复性限 r	0.07	0.21	0.19	/
	再现性限 R	0.12			/
油脂 2#	1	5.64	5.55	5.70	5.70
	2	5.76	5.53	5.60	5.64
	3	5.78	5.64	5.59	/
	4	5.76	5.56	5.70	/
	平 均 值	5.74	5.57	5.65	5.67
	标准偏差	0.06	0.05	0.06	/
	极　　差	0.14	0.11	0.11	/
	变异系数%	1.12	0.87	1.08	/
	重复性限 r	0.18	0.14	0.17	/
	再现性限 R	0.23			/
油脂 3#	1	1.71	1.70	1.70	1.71
	2	1.71	1.66	1.71	1.68
	3	1.69	1.67	1.74	/
	4	1.70	1.69	1.72	/
	平 均 值	1.70	1.68	1.72	1.70
	标准偏差	0.03	0.05	0.05	/
	极　　差	0.02	0.04	0.04	/
	变异系数%	0.56	1.09	0.99	/
	重复性限 r	0.03	0.05	0.05	/
	再现性限 R	0.05			/
油脂 4#	1	0.78	0.79	0.78	0.80
	2	0.79	0.79	0.80	0.82
	3	0.78	0.80	0.79	/
	4	0.79	0.81	0.78	/
	平 均 值	0.79	0.80	0.79	0.81
	标准偏差	0.01	0.01	0.01	/
	极　　差	0.01	0.02	0.02	/
	变异系数%	0.74	1.20	1.22	/
	重复性限 r	0.02	0.03	0.03	/
	再现性限 R	0.02			/
油脂 5#	1	1.83	1.87	1.89	1.86
	2	1.88	1.85	1.87	1.86
	3	1.85	1.88	1.88	/
	4	1.87	1.85	1.87	/
	平 均 值	1.86	1.86	1.88	1.86
	标准偏差	0.02	0.01	0.01	/
	极　　差	0.05	0.03	0.02	/
	变异系数%	1.19	0.81	0.51	/

	重复性限 r	0.06	0.04	0.03	/
	再现性限 R	0.03			/

从表5试验数据分析可以得出:

① 1#机每个样品4平行测定结果酸价的平均值在0.79 mg/g ~ 5.74 mg/g之间，标准偏差在0.01 ~ 0.06之间，极差在0.01 mg/g ~ 0.14 mg/g之间，变异系数在0.50 %~1.19 %之间，重复性限在0.02~0.18之间；2#机每个样品4平行测定结果酸价的平均值在0.80 mg/g ~ 5.57 mg/g之间，标准偏差在0.01 ~ 0.07之间，极差在0.02 mg/g ~ 0.15 mg/g之间，变异系数在0.81 %~1.39 %之间，重复性限在0.81~1.39之间；3#机每个样品4平行测定结果酸价的平均值在0.79 mg/g ~ 5.65 mg/g之间，标准偏差在0.01 ~ 0.07之间，极差在0.02 mg/g ~ 0.13 mg/g之间，变异系数在0.51 %~1.26 %之间，重复性限在0.03~0.19之间。结果表明：1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准的重复性要求。

② 由3台仪器对5个油脂样品检测结果的平均值比较，3台仪器测定酸价台间差在0 mg/g ~ 0.17 mg/g之间，再现性限在0.02~0.23之间，符合仪器分析再现性要求，说明3台仪器间的一致性较好。

③ 自动滴定分析仪法与国标方法检测结果酸价的绝对差值 1#机在 0 mg/g ~ 0.07 mg/g 之间；2#机在 0mg/g ~ 0.10 mg/g 之间；3#机是 0.02 mg/g。可见，自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果比较，其绝对差值均没有超过本标准规定的重复性要求。

表 6　冷溶剂滴定仪法加标回收实验结果

样品名称	序号	加标液体积(mL)	添加盐酸(mmol)	理论添加酸值(mg/g)	样品质量(g)	耗 KOH 标液体积(mL)	实总测酸值(mg/g)	扣除本底后实测添加酸值(mg/g)	回收率(%)
杰欣一级大豆油（浅色）	1	0	0	0.000	10.004	0.217	0.117	本底均值为 0.117	/
		0	0	0.000	10.024	0.217	0.117		
	2	0.20	0.1707	0.957	10.015	1.933	1.042	0.925	96.7
		0.20	0.1707	0.951	10.070	1.917	1.028	0.911	95.7
	3	0.50	0.4269	2.375	10.085	4.543	2.432	2.315	97.5
		0.50	0.4269	2.387	10.032	4.527	2.436	2.319	97.2
	4	0.70	0.5976	3.354	9.998	6.243	3.371	3.254	97.0
		0.70	0.5976	3.345	10.024	6.251	3.367	3.250	97.2
	5	1.00	0.8537	4.746	10.093	8.733	4.672	4.555	96.0
		1.00	0.8537	4.788	10.004	8.700	4.695	4.578	95.6
	平均回收率（%）		/	/	/	/	/	/	97
	标准偏差		/	/	/	/	/	/	1.13
	变异系数（%）		/	/	/	/	/	/	1.16
	重复性限		/	/	/	/	/	/	3.15
	相对重复性限（%）		/	/	/	/	/	/	3.25

盐酸乙醇标准溶液浓度为 0.8537 mol/L，按设置梯度（加标体积：0.20/0.50/0.70/1.00 mL）进行加标回收试验。氢氧化钾乙醇标准滴定溶液浓度为 0.09624 mol/L，样品质量约为 10 g。理论添加酸值为 $X_{理论} = 56.1 \times c_{HCl} \times V_{HCl} / m_{油}$ 。

表 7　热乙醇滴定仪法加标回收实验结果

样品名称	序号	加标液体积(mL)	添加盐酸(mmol)	理论添加酸值(mg/g)	样品质量(g)	耗 KOH 标液体积(mL)	实总测酸值(mg/g)	扣除本底后实测添加酸值(mg/g)	回收率(%)
杰欣四级菜籽油（深色）	1	0	0	0	2.516	0.517	1.109	本底均值为 1.092	/
		0	0	0	2.513	0.500	1.074		
	2	0.10	0.0854	1.911	2.507	1.317	2.836	1.744	91.3
		0.10	0.0854	1.905	2.515	1.349	2.896	1.804	94.7
	3	0.15	0.1281	2.875	2.499	1.717	3.710	2.618	91.0
		0.15	0.1281	2.863	2.510	1.733	3.728	2.636	92.1
	4	0.20	0.1707	3.817	2.510	2.117	4.554	3.462	90.7
		0.20	0.1707	3.818	2.509	2.133	4.590	3.498	91.6
	5	0.30	0.2561	5.667	2.536	2.967	6.317	5.225	92.2
		0.30	0.2561	5.737	2.505	3.000	6.466	5.374	93.7
	平均回收率（%）		/	/	/	/	/	/	92
	标准偏差		/	/	/	/	/	/	1.39
	变异系数（%）		/	/	/	/	/	/	1.51
	重复性限		/	/	/	/	/	/	3.89
	相对重复性限（%）		/	/	/	/	/	/	4.22

盐酸乙醇标准溶液浓度为 0.8537 mol/L，按设置梯度（加标体积：0.10/0.15/0.20/0.30 mL）进行加标回收试验。氢氧化钾乙醇标准滴定溶液浓度为 0.09624 mol/L，样品质量约为 2.5 g。理论添加酸值为 $\text{酸}_{理论} = 56.1 \times c_{HCl} \times V_{HCl} / m_{油}$ 。

由表6、表7可见，JDDY型自动滴定分析仪测定油脂酸值冷溶剂滴定仪法平均回收率为97%，热乙醇滴定仪法平均回收率为92%。冷溶剂滴定仪法回收率的变异系数为1.16%，回收率重复性限为3.15%；热乙醇滴定仪法回收率的变异系数为1.51%，相对重复性限为3.89%。实验结果表明，JDDY型自动滴定分析仪测定油脂酸值结果准确，完全符合方法学方面对回收率一般应达80%～120%的要求；由相对重复性限来看，完全符合一般仪器分析方法平行试验结果相对偏差不超过10%的要求。相比冷溶剂滴定仪法（平均回收率为97%），热乙醇滴定仪法所得回收率（平均回收率为92%）偏低，这可能是由于盐酸标液加入到煮沸的油脂样品中，部分盐酸分子受热挥发，造成组分损失，从而所得回收率偏低。

表 8　线性曲线测试实验结果

样品名称	序号	加标液体积(mL)	添加盐酸乙醇物质的量(mmol)	理论添加酸值(mg/g)	样品质量(g)	耗标液体积(mL)	实测总酸值(mg/g)	扣除本底后实测添加酸值(mg/g)
杰欣一级大豆油(浅色油，冷溶剂滴定仪法)	1	0	0	0	10.004	0.217	0.117	本底均值为0.117
		0	0	0	10.024	0.217	0.117	
	2	0.10	0.0854	0.478	10.015	1.074	0.579	0.462
	3	0.20	0.1707	0.951	10.070	1.917	1.028	0.911
	4	0.50	0.4269	2.375	10.085	4.543	2.432	2.315
	5	0.70	0.5976	3.345	10.024	6.251	3.367	3.250
	6	1.00	0.8537	4.746	10.093	8.733	4.672	4.555
杰欣四级菜籽油(深色油，热乙醇滴定仪法)	1	0	0	0	2.516	0.517	1.109	本底均值为1.092
		0	0	0	2.513	0.500	1.074	
	2	0.10	0.0854	1.911	2.507	1.317	2.836	1.744
	3	0.15	0.1281	2.863	2.510	1.733	3.728	2.636
	4	0.20	0.1707	3.818	2.509	2.133	4.590	3.498
	5	0.30	0.2561	5.667	2.536	2.967	6.317	5.225
	6	0.50	0.4269	9.573	2.5020	4.567	9.855	8.763

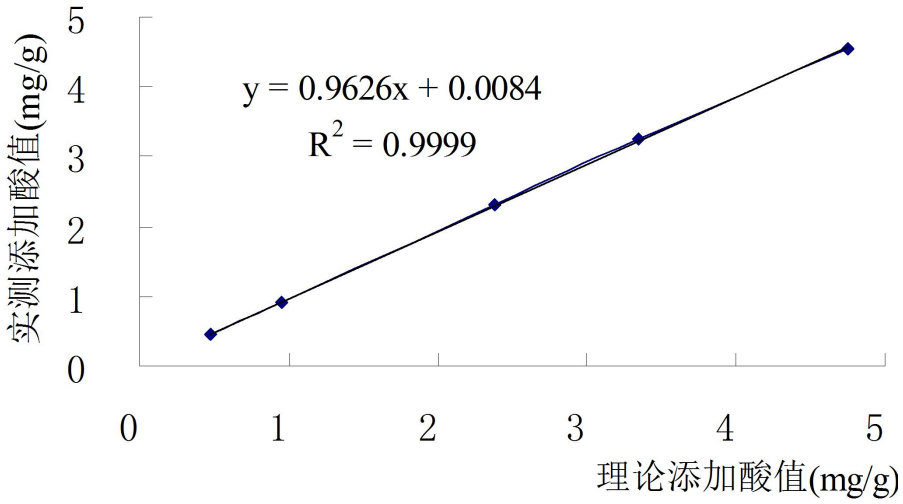

图 3　冷溶剂滴定仪法线性曲线

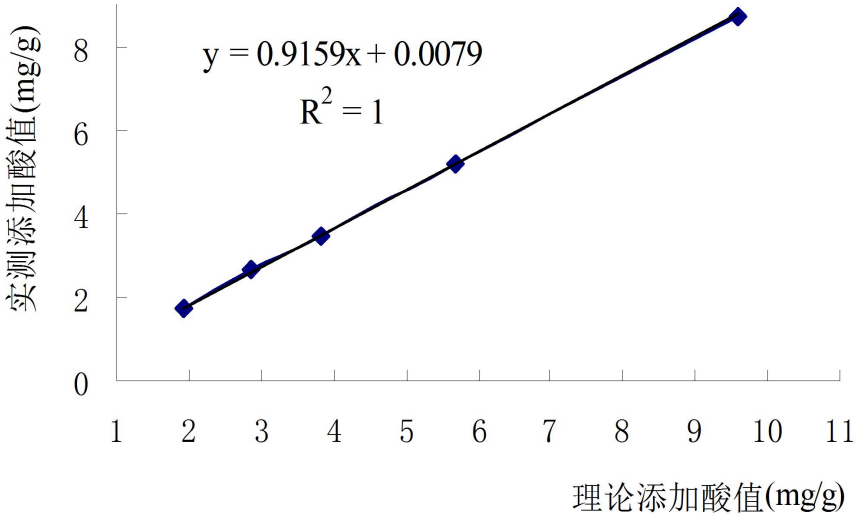

图 4　热乙醇滴定仪法线性曲线

由表 8 和图 3、图 4 可见，冷溶剂滴定仪法酸值在 0.48 mg/g ~ 4.75 mg/g，热乙醇滴定仪法酸值在 1.91 mg/g ~ 9.57 mg/g 范围内，理论添加酸值与 JDDY 型自动滴定分析仪实测值之间有较好的相关性，线性相关系数分别为 0.9999 和 1，具有较宽的测量范围，符合油脂样品储存品质检测要求。

（三）油脂过氧化值的测试试验

选取过氧化值在4(mmol/kg)以下、4(mmol/kg)~6(mmol/kg)、6(mmol/kg)以上的油脂样品若干。分别用3台JDDY型自动滴定分析仪对每个样品平行测定4次，评价自动滴定分析仪法检测油脂过氧化值的精密度，评价仪器的台间差，与此同时按照GB 5009.227由检验人员测定每份油脂样品的过氧化值，对比滴定仪法与国标方法的测定结果，实验结果见表9。

表9　油脂过氧化值实验结果

(单位：mmol/kg)

样品名称及编号	机号	1#机	2#机	3#机	人工
油脂1#	1	3.24	3.20	3.15	3.13
	2	3.24	3.06	3.24	3.08
	3	3.08	3.14	3.27	/
	4	3.04	3.31	3.17	/
	平 均 值	3.15	3.18	3.21	3.11
	标准偏差	0.11	0.11	0.06	/
	极　　差	0.20	0.25	0.12	/
	变异系数%	3.49	3.46	1.87	/
	重复性限r	0.31	0.31	0.17	/
	再现性限R	0.08			/
油脂2#	1	7.75	8.19	7.29	8.29
	2	7.63	7.87	7.30	7.91
	3	7.63	7.82	7.14	/
	4	7.98	8.41	7.57	/
	平 均 值	7.75	8.07	7.32	8.10
	标准偏差	0.17	0.28	0.18	/
	极　　差	0.35	0.61	0.27	/
	变异系数%	2.19	3.47	2.46	/
	重复性限r	0.48	0.78	0.50	/
	再现性限R	1.05			/
油脂3#	1	5.32	5.96	5.67	5.97
	2	5.51	5.85	5.61	5.91
	3	5.61	5.80	5.43	/
	4	5.49	5.53	5.52	/
	平 均 值	5.48	5.78	5.56	5.94

	标准偏差	0.12	0.18	0.10	/
	极　　差	0.29	0.43	0.24	/
	变异系数%	2.19	3.11	1.80	/
	重复性限 r	0.34	0.50	0.28	/
	再现性限 R	0.43			/
油脂 4#	1	21.31	20.02	20.72	20.23
	2	20.06	19.58	19.67	20.47
	3	20.37	20.79	21.00	/
	4	20.82	20.57	20.38	/
	平 均 值	20.64	20.24	20.44	20.35
	标准偏差	0.54	0.55	0.57	/
	极　　差	1.25	1.21	1.33	/
	变异系数%	2.62	2.72	2.79	/
	重复性限 r	1.51	1.54	1.60	/
	再现性限 R	0.56			/
油脂 5#	1	2.38	2.19	2.30	2.46
	2	2.31	2.17	2.24	2.39
	3	2.25	2.28	2.32	/
	4	2.22	2.37	2.13	/
	平 均 值	2.29	2.25	2.25	2.42
	标准偏差	0.07	0.09	0.08	/
	极　　差	0.16	0.20	0.19	/
	变异系数%	3.06	4.00	3.56	/
	重复性限 r	0.20	0.25	0.22	/
	再现性限 R	0.06			/

从表9试验数据分析可以得出：

① 1#机每个样品4平行测定结果过氧化值的平均值在2.29 mmol/kg ~ 20.64 mmol/kg之间，标准偏差在0.07 ~ 0.54之间，极差在0.16 mmol/kg ~ 1.25 mmol/kg之间，变异系数在2.19%~3.49%之间，重复性限在0.20~1.51之间；2#机每个样品4平行测定结果过氧化值的平均值在2.25 mmol/kg ~ 20.24 mmol/kg之间，标准偏差在0.09 ~ 0.55之间，极差在0.20 mmol/kg ~ 1.21 mmol/kg之间，变异系数在2.72%~4.00%之间，重复性限在0.25~1.54之间；3#机每个样品4平行测定结果过

氧化值的平均值在2.25 mmol/kg ~ 20.44 mmol/kg之间，标准偏差在0.06 ~ 0.57之间，极差在0.12 mmol/kg ~ 1.33 mmol/kg之间，变异系数在1.80%~3.56%之间，重复性限在0.17~1.60之间。结果表明：1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准的重复性要求。

② 由3台仪器对5个油脂样品检测结果的平均值比较，3台仪器测定过氧化值台间差在0 mmol/kg ~ 0.75 mmol/kg之间，再现性限在0.06~1.05之间，符合仪器分析再现性要求，表明3台仪器间的一致性较好。

③ 自动滴定分析仪法与国标方法检测结果过氧化值的绝对差值1#机在0.04 mmol/kg ~ 0.46 mmol/kg之间；2#机在0.03 mmol/kg ~ 0.17 mmol/kg之间；3#机在0.09 mmol/kg ~ 0.78 mmol/kg之间。可见，自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果比较，其绝对差值均没有超过本标准规定的重复性要求。

（四）粮食还原糖的测试试验

取3个小麦粉样品各1份，共计3份样品。每个样品按GB 5009.7提取，分别用3台JDDY型自动滴定分析仪各进行4次平行测试，评价自动滴定分析仪法检测小麦粉还原糖的精密度，评价仪器的台间差，与此同时按照GB 5009.7由检验人员测定每份小麦粉样品的还原糖，对比自动滴定分析仪法与国标方法的测定结果，实验结果见表10。

表10　粮食还原糖实验数据

（单位：%）

样品名称及编号	机号	1#机	2#机	3#机	人工
陕西小麦	1	0.30	0.34	0.30	0.30
	2	0.32	0.34	0.29	0.30
	3	0.30	0.33	0.32	/
	4	0.30	0.34	0.30	/
	平 均 值	0.31	0.34	0.30	0.30
	标准偏差	0.010	0.005	0.013	/
	极　　差	0.02	0.01	0.03	/
	变异系数%	3.28	1.48	4.16	/
	重复性限 r	0.03	0.01	0.04	/
特一粉	1	0.32	0.30	0.36	0.34
	2	0.32	0.30	0.35	0.34
	3	0.32	0.30	0.34	/
	4	0.29	0.32	0.35	/
	平 均 值	0.31	0.31	0.35	0.34
	标准偏差	0.015	0.010	0.008	/
	极　　差	0.03	0.02	0.02	/
	变异系数%	4.80	3.28	2.33	/
	重复性限 r	0.04	0.03	0.02	/
麦子香	1	0.31	0.29	0.30	0.32
	2	0.32	0.31	0.32	0.32
	3	0.31	0.29	0.32	/
	4	0.32	0.30	0.30	/
	平 均 值	0.32	0.30	0.31	0.32
	标准偏差	0.006	0.010	0.012	/

	极　　差	0.01	0.02	0.02	/
	变异系数%	1.83	3.22	3.72	/
	重复性限 r	0.02	0.03	0.03	/

从表10试验数据分析可以得出:

①1#机每个样品4平行测定结果还原糖的平均值在0.31 % ~ 0.32 %之间，标准偏差在0.006 ~ 0.015之间，极差在0.01 %　~ 0.03 %之间，变异系数在1.83 %~4.80 %之间，重复性限在0.02~0.04之间；2#机每个样品4平行测定结果还原糖的平均值在0.30 % ~ 0.34 %之间，标准偏差在0.005 ~ 0.010之间，极差在0.01 % ~ 0.02 %之间，变异系数在1.48 %~3.28 %之间，重复性限在0.01~0.03之间；3#机每个样品4平行测定结果还原糖的平均值在0.30 % ~ 0.35 %之间，标准偏差在0.008 ~ 0.013之间，极差在0.02 % ~ 0.03 %之间，变异系数在2.33 %~4.16 %之间，重复性限在0.02~0.04之间。结果表明:1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准的重复性要求。

②由3台仪器对3个小麦样品检测结果的平均值比较，3台仪器测定还原糖台间差在0 % ~ 0.04 %之间,符合仪器分析再现性要求，表明3台仪器间的一致性较好。

③自动滴定分析仪法与国标方法检测结果还原糖的绝对差值1#机在0 % ~ 0.03 %之间；2#机在0.02 % ~ 0.04 %之间；3#机在0 % ~ 0.01 %之间。可见，自动滴定分析仪法与国

标方法的测试结果比较，其绝对差值均没有超过本标准规定的重复性要求。

（五）粮食酸度的测试试验

选用小麦样品3份，稻谷、玉米和挂面样品各1份，每个样品按GB 5009.239称取6份制备、提取，将提取液混合均匀后分别用3台JDDY型自动滴定分析仪各进行6次平行测试，评价自动滴定分析仪法检测粮食及制品酸度的精密度，评价仪器的台间差，与此同时按照GB 5009.239由检验人员测定每份样品的酸度，比对自动滴定分析仪法与国标方法的测定结果，实验结果见表11。

表11　粮食酸度实验数据

（单位：mL/10g）

样品名称及编号	机号	1#机	2#机	3#机	人工
小麦（高筋粉）	1	0.94	0.88	0.97	0.89
	2	0.96	0.87	0.88	0.86
	3	0.99	0.87	0.95	/
	4	0.97	0.92	0.90	/
	5	0.98	0.88	0.92	/
	6	0.99	0.87	0.92	/
	平 均 值	0.97	0.88	0.92	0.88
	标准偏差	0.02	0.02	0.03	/
	极　　差	0.05	0.05	0.09	/
	变异系数%	2.00	2.20	3.54	/
	重复性限r	0.05	0.05	0.09	/
	x^2	1.6	1.9	4.9	/
小麦（水车100）	1	1.46	1.45	1.44	1.41
	2	1.45	1.43	1.46	1.39
	3	1.51	1.42	1.44	/
	4	1.48	1.43	1.49	/

	5	1.43	1.43	1.44	/
	6	1.41	1.37	1.44	/
	平 均 值	1.46	1.42	1.45	1.40
	标准偏差	0.04	0.03	0.02	/
	极　　差	0.10	0.08	0.05	/
	变异系数%	2.44	1.91	1.41	/
	重复性限r	0.10	0.08	0.06	/
	x^2	2.3	1.4	0.8	/
小麦（广玉兰）	1	0.67	0.66	0.65	0.62
	2	0.68	0.68	0.67	0.62
	3	0.65	0.68	0.67	/
	4	0.66	0.68	0.67	/
	5	0.70	0.65	0.67	/
	6	0.65	0.70	0.67	/
	平 均 值	0.67	0.68	0.67	0.62
	标准偏差	0.02	0.02	0.01	/
	极　　差	0.05	0.05	0.02	/
	变异系数%	2.90	2.61	1.22	/
	重复性限r	0.05	0.05	0.02	/
	x^2	3.3	2.7	0.6	/
稻谷	1	0.75	0.80	0.72	0.77
	2	0.73	0.83	0.75	0.77
	3	0.71	0.76	0.72	/
	4	0.73	0.76	0.70	/
	5	0.74	0.78	0.74	/
	6	0.72	0.78	0.72	/
	平 均 值	0.73	0.78	0.72	0.77
	标准偏差	0.01	0.03	0.02	/
	极　　差	0.04	0.07	0.05	/
	变异系数%	1.94	3.39	2.43	/
	重复性限r	0.04	0.07	0.05	/
	x^2	1.5	4.5	2.3	/
玉米	1	2.16	1.99	2.25	2.18
	2	2.14	2.06	2.10	2.13
	3	2.09	2.16	2.15	/
	4	2.16	2.20	2.12	/

	5	2.06	2.06	2.07	/
	6	2.19	2.01	2.22	/
	平 均 值	2.13	2.08	2.15	2.15
	标准偏差	0.05	0.08	0.07	/
	极　　差	0.13	0.19	0.18	/
	变异系数%	2.29	4.00	3.27	/
	重复性限r	0.14	0.23	0.20	/
	x^2	2.1	6.3	4.2	/
挂面	1	1.09	1.08	1.11	1.12
	2	1.12	1.12	1.14	1.14
	3	1.11	1.12	1.14	/
	4	1.14	1.09	1.14	/
	5	1.14	1.06	1.12	/
	6	1.14	1.08	1.11	/
	平 均 值	1.12	1.09	1.13	1.13
	标准偏差	0.02	0.03	0.02	/
	极　　差	0.05	0.06	0.03	/
	变异系数%	1.74	2.36	1.34	/
	重复性限r	0.05	0.07	0.04	/
	x^2	1.3	1.9	0.7	/

从表11试验数据分析可以得出:

① 1#机6平行测定结果酸度的平均值在0.67 mL/10g ~ 2.13 mL/10g之间，标准偏差在0.01 ~ 0.05之间，极差在0.04 mL/10g ~ 0.13 mL/10g之间，变异系数在1.74 %~2.90 %之间，重复性限在0.04~0.14之间；2#机6平行测定结果酸度的平均值在0.67 mL/10g ~ 2.08 mL/10g之间，标准偏差在0.01 ~ 0.08之间，极差在0.05 mL/10g ~ 0.19 mL/10g之间，变异系数在1.91 %~4.00 %之间，重复性限在0.05~0.23之间；3#机6平行测定结果酸度的平均值在0.67 mL/10g ~ 2.15 mL/10g之间，标准偏差在0.01 ~ 0.07之间，极差在0.02 mL/10g ~ 0.18 mL/10g

之间，变异系数在1.22 %~3.54 %之间，重复性限在0.02~0.20之间，按照ｘ2检验评价方法，查表得ｘ20.95（5）=11.0705，表11计算所有的ｘ2<11.0705,3台设备的重复性标准差不超过国家标准方法给定的标准差。结果表明：1#、2#、3#机的测定结果重复性良好，符合本标准重复性的要求。

② 由3台仪器对5个样品检测结果的平均值比较，3台仪器酸度台间差在0 mL/10g ~ 0.09 mL/10g之间，符合仪器分析再现性要求，表明3台仪器间的一致性较好。

③ 自动滴定分析仪法与国标方法检测结果酸度的绝对差值1#机在0.01 mL/10g ~ 0.09 mL/10g之间；2#机在0 mL/10g ~ 0.07 mL/10g之间；3#机在0 mL/10g ~ 0.06 mL/10g之间。可见，自动滴定分析仪法与国标方法的测试结果比较，其绝对差值均没有超过本标准规定的重复性要求。

（六）仪器稳定性试验

使用0.05 mol/L的盐酸溶液，在不改变被测物的情况下，连续开机12小时，每隔1小时测定一次酸度数据。

表 12　稳定性实验数据

序号	碱液浓度 *c*（mol/L）	空白耗标液体积（mL）	样品耗标液体积（mL）	酸 度(mL/10g)
1	0.01022	0.083	4.767	4.79
2	0.01022	0.083	4.750	4.77
3	0.01022	0.083	4.767	4.79
4	0.01022	0.083	4.733	4.75
5	0.01022	0.083	4.717	4.74
6	0.01022	0.083	4.717	4.74
7	0.01022	0.083	4.717	4.74

8	0.01022	0.083	4.700	4.72
9	0.01022	0.083	4.683	4.70
10	0.01022	0.083	4.733	4.75
11	0.01022	0.083	4.767	4.79
12	0.01022	0.083	4.717	4.74
平 均 值	/	/	/	**4.8**
标准偏差	/	/	/	**0.03**
极　　差	/	/	/	**0.09**
变异系数%	/	/	/	**0.60**
重复性限r	/	/	/	**0.08**
x^2	/	/	/	**0.3**

从表12试验数据分析可以得出，测定结果的极差≤平均值的5 %，按照ｘ2检验评价方法，查表得ｘ20.95（11）= 21.0261，表12计算的ｘ2<21.0261,该设备的重复性标准差不超过国家标准方法给定的标准差，满足本标准规定的仪器稳定性要求。

（七）噪声试验

用具: 声级计（国营第四三八〇厂嘉兴分厂，HS5920型，分辨率优于0.1dB）。

检测方法: 参考GB/T 3768 《声学　声压法测定噪声源声功率级　反射面上方采用包络测量表面的简易法》。

测试地点:成都粮食储藏科学研究所仪器开发中心11-06室。

噪声测试: 由检测人员用声级计测量仪器前、后、左、右四个点的噪声，重复测定4次，检测结果记录于表13。

表 13　自动滴定仪分析仪噪声测试记录表

序号	环境噪声值差(dB)	前方(dB)	后方(dB)	左方(dB)	右方(dB)	最大值与环境噪声值差(dB)	标准噪声值要求(dB)
1	51	59	57	59	58	8	≤60
2	52	58.5	56	58	59	7	≤60
3	51.5	59	57	59	58	7.5	≤60
4	52.5	59	57	58	58	6.5	≤60
平均值	51.8	58.9	56.8	58.5	58.3	7.2	≤60
标准偏差	0.65	0.25	0.50	0.58	0.50	/	/

试验结果表明，环境噪声为51.8 dB ，仪器噪声≤60 dB ，符合本标准对噪声的要求。

（八）验证试验

2011年9月3日至5日，国家粮食局标准质量中心（现为国家粮食和物资储备局标准质量中心）组织四川、湖北、辽宁、安徽、河南、陕西等国家粮食质量监测中心的专家，在四川国家粮食质量监测中心对JDDY型自动滴定分析仪使用性能进行了实验测评。采用四川国家粮食质量监测中心提供的稻谷、玉米和油脂样品，在随机抽出的3台测试仪器上进行测评。评审意见及相关资料见附录。

专家组针对仪器的准确性、重复性、稳定性、台间差、回收率、测定的线性范围等指标进行了测试和结果评审后，得出如下结论:

1. 自动滴定分析仪测定结果准确、可靠，与国标方法测定结果有很好的一致性;

2. 仪器测定的精密度高，重现性好，仪器稳定性良好;

3. 自动滴定分析仪测定的台间差完全满足测定的要求测定的线性良好;

4. 仪器外观较好，界面友好，操作简单方便，采用非接触式的检测方式提高了传感器的工作效率与寿命，操作平台与测试平台的分隔，避免了检测人员与有机溶剂的接触。

（九）预期的社会和经济效果

滴定分析作为最基本、最有效的化学分析方法，广泛应用于稻谷、玉米、小麦及其制品和油脂等产品质量的监测分析中。而实际工作中，滴定分析大多采用手工操作，人工滴定，人为因素产生的误差较大。自动滴定分析仪的推广应用，使检验结果的准确性得以提高，检验结果更客观、更科学，结果更具可比性，将大大减少因测试结果而引起的各种纠纷，有效解决我国在储粮油的质量检测和快速检测中遇到的突出问题，为我国国家标准质量检验提供了新的技术手段。

四、与国际、国外对比情况

目前没有粮油检验用自动滴定分析仪产品的国际标准和国外先进标准，国内只制定了检验方法和自动滴定分析仪技术条件与试验方法的行业标准。

五、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

本标准与GB 5009.7《食品安全国家标准 食品中还原糖的测定》、GB 5009.227 《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》、GB 5009.229《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》、GB 5009.239《食品安全国家标准 食品酸度的测定》、GB/T 20569《稻谷储存品质判定规则》、GB/T 20570

《玉米储存品质判定规则》比较，滴定体系一致，不需增加任何试剂和样品处理方法。在滴定环节实现自动滴定，提高检测精密度，降低实验人员的劳动强度，是对现行国标的补充和支撑。LS/T 6105-2012《粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定 自动滴定分析仪法》、LS/T 6106-2012《动植物油脂过氧化值测定 自动滴定分析仪法》、LS/T 6106-2012《动植物油脂 酸值和酸度测定 自动滴定分析仪法》、LS/T 3706-2012《粮油检验仪器 自动滴定分析仪技术条件与试验方法》4个行业标准是制定本标准的基础。

与现行法律、法规和强制性国家或粮油行业标准无抵触。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、标准性质的建议说明

建议将本标准编制为推荐性行业标准。

八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准的制订符合当前我国检化验部门的迫切需要。为切实提高我国粮油品质检测水平，希望国家有关部门在新标准还没有正式实施以前，鼓励、引导广大的检化验部门使用本标准方法进行脂肪酸值等品质指标的测定，为新标准的实施做好充分的准备。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。