



中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6105—2012

粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定 自动滴定分析法

Inspection of grain and oils—Determination of fat acidity value of cereal and products—Method of automatic titration analyzer

2012-10-25 发布

2012-12-01 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。

本标准由国家粮食局标准质量中心提出并归口。

本标准起草单位：中国储备粮管理总公司成都粮食储藏科学研究所。

本标准主要起草人：石恒、岳寰、张华昌、董德良、毛根武、王柯、郭道林、丁建武、何学超。

粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定

自动滴定分析法

1 范围

本标准规定了自动滴定分析法测定谷物及制品脂肪酸值的原理、试剂和材料、仪器和用具、扦样、分析步骤、结果计算与表示和精密度。

本标准适用于稻谷、糙米、大米、玉米及制品脂肪酸值的测定。

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 5490—2010 粮油检验 一般规则

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB 5497 粮食、油料检验 水分测定法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

LS/T 3706 粮油检验仪器 自动滴定分析仪技术条件与试验方法

3 原理

在一定温度条件(15 ℃~25 ℃)下,以无水乙醇提取谷物或制品中的游离脂肪酸,在提取液中加入酚酞溶液指示剂,用氢氧化钾标准滴定溶液通过自动滴定分析仪(以下简称滴定仪)滴定至微红色,根据耗用的氢氧化钾标准滴定溶液的体积自动计算样品的脂肪酸值。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

4.1 无水乙醇。

4.2 95%的乙醇。

4.3 不含二氧化碳的蒸馏水:将蒸馏水煮沸 10 min 左右,加盖冷却。

4.4 酚酞指示剂:称取 1.0 g 酚酞溶于 100 mL 95%(体积分数)的乙醇(4.2)。

4.5 氢氧化钾标准储备液: $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。按 GB/T 20569 或 GB/T 20570 配制和标定,储于聚乙烯塑料瓶中。

4.6 氢氧化钾标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。按 GB/T 20569 或 GB/T 20570 配制,存放于聚乙烯塑料瓶中。

5 仪器和用具

- 5.1 自动滴定分析仪(以下简称滴定仪):应符合 LS/T 3706 的要求。
- 5.2 具塞磨口锥形瓶:250 mL。
- 5.3 移液管:50.0 mL,25.0 mL。
- 5.4 振荡器:往返式,振荡频率为 100 次/min。
- 5.5 短颈玻璃漏斗。
- 5.6 定性滤纸:快速,预先折叠。

6 扦样

- 6.1 样品应具有真实性和代表性,在运输和储存过程中不应发生品质变化。
- 6.2 采用 GB 5491 规定的方法扦样。
- 6.3 样品应密闭并在约 4 ℃ 条件下保存。使用前,先将样品取出并回温至室温。

7 分析步骤

7.1 仪器准备

按仪器使用说明书的规定开机、预热。

仪器分析条件:

- a) 滴定速度:8 mL/min~1 mL/min;
- b) 搅拌速度:200 r/min;
- c) 滴定时间:当样品脂肪酸值小于 45 mg/100 g 时,滴定时间小于 1 min。

7.2 样品制备

稻谷、糙米、大米及其制品按 GB/T 20569 制备。玉米及其制品按 GB/T 20570 制备。

7.3 样品水分含量测定

按 GB/T 5497 执行,测定结果计为 ω 。

7.4 样品处理

称取制备好的样品(7.2)约 10 g(m),精确至 0.01 g,置于 250 mL 具塞磨口锥形瓶(5.2)中,用移液管(5.3)加入 50.0 mL 无水乙醇(4.1),盖上瓶塞,置于振荡器(5.4)上振摇提取 10 min(玉米及其制品提取 30 min),取下锥形瓶,倾斜静置 1 min~2 min,在玻璃漏斗(5.5)中放入滤纸(5.6)过滤。弃去最初几滴滤液,收集滤液 25 mL 以上。

注:滤液应立刻进行测定,否则应盖紧瓶塞,放置于 4 ℃~10 ℃ 条件下保存,放置时间不能超过 24 h。

7.5 滴定

7.5.1 样品测定

用移液管(5.3)移取 25.0 mL 滤液,转移至滴定仪(5.1)的滴定杯中,加入 50 mL 不含二氧化碳的蒸馏水,滴加 5 滴酚酞指示剂(4.4)。按照滴定仪操作说明书要求将滴定杯放入滴定仪(5.1)中,用氢氧

化钾标准滴定溶液(4.6)自动滴定到终点,记录耗用的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_1)。

7.5.2 空白试验

用 25.0 mL 乙醇(4.1)代替 25.0 mL 样品提取液,按 7.5.1 进行操作,记录耗用的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_0)。

注:提取、滴定过程的环境温度应控制在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

滴定仪自动计算脂肪酸值(A_K)或按式(1)计算:

$$A_K = \frac{11\ 220(V_1 - V_0)c}{m} \times \frac{100}{100 - \omega} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_K ——样品脂肪酸值,以中和 100 g 干物质试样中游离脂肪酸所需氢氧化钾毫克数计,单位为毫克每 100 克(mg/100 g);

11 220——用氢氧化钾表示的常数,即 $56.1 \times 2 \times 100$;

V_1 ——滴定试样液所用氢氧化钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白液所用氢氧化钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

ω ——100 g 试样中含水分的质量,单位为克(g)。

若测定结果以氢氧化钠表示时,可将式(1)计算结果乘以 0.713 0。

8.2 结果表示

每个样品取两个平行样进行测定,两个测定结果之差的绝对值符合精密度要求时,以其平均值为测定结果,保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下所得的两次独立测定结果的绝对差值不超过 2 mg/100 g(氢氧化钾/干基)。如果两次测定结果符合要求,则取结果的平均值。不符合要求的,按照 GB/T 5490—2010 的第 11 章处理。