大米和面粉等粮食样品中脂肪酸值的测定

一、 应用领域

脂肪酸值是粮食国储收储的核心指标，超标预示酸败。本方法满足《GB/T 15684 谷物碾磨制品 脂肪酸值的测定》、《GB/T 20569 稻谷储存品质判定规则》、《LS/T 6105 粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定 自动滴定分析仪法》和《GB/T 5510 粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定》标准要求，适用于粮食贮藏品质监控与加工质量控制，包括：

- 储备粮检验：评估稻谷、大米、面粉、小麦等陈化程度
- 粮食制品生产：米粉、米糕、面粉等原料新鲜度控制
- 食品安全检测：识别酸败变质大米和面粉
- 育种研究：筛选耐储性稻米或是小麦品种

二、 方法原理

粮食脂肪酸值是检验粮食中游离脂肪酸含量多少的量值。其检验结果以中和 100g 粮食试样中游离脂肪酸所需氢氧化钠或是氢氧化钾的量来表示。

粮食样品中脂肪酸值的测定基于非水溶液中和反应，脂肪酸与碱生成盐，通过电位突跃判定终点。具体流程如下：

- 大米或是面粉等粮食样品中脂肪在酶或储存条件下水解产生游离脂肪酸
- 将粉碎后的样品过筛后用无水乙醇振荡提取游离脂肪酸
- 提取液用 NaOH-乙醇标准滴定溶液或是 KOH-乙醇标准滴定溶液进行中和滴定

三、 实验仪器及推荐配置

- 雷磁 ZDJ-5D/ZDJ-4D 型自动电位滴定仪
- 电极配置：雷磁 982211 非水 pH 滴定电极

四、 滴定类型和方法

- 滴定类型：非水相酸碱滴定
- 滴定方法：设置如下

滴定模式	动态滴定模式	
终点设置	终点个数	1
	滴定速度	中速

	平衡电位	1mV
	平衡时间	3s
	最大等待时间	5s
	终点突跃类型	大
	终点突跃值	500mV/mL
添加控制	预加体积	0.00mL
	最小添加体积	0.02mL
	最大添加体积	50mL
搅拌器设置	搅拌类型	下搅拌
	搅拌速度	30rpm
	滴定前搅拌时间	10s

五、 实验试剂

1. 1mol/L 氢氧化钠标准溶液

称取 110g 氢氧化钠，溶于 100mL 无二氧化碳的水中，摇匀，注入聚乙烯容器中，密闭放置至溶液清亮，量取上层溶液 54mL，用无二氧化碳的水稀释至 1000mL，摇匀。

2. 0.05mol/L 氢氧化钠-乙醇标准溶液

准确移取 50mL 1mol/L 氢氧化钠标准溶液，用 95%乙醇溶液定容至 1000mL，摇匀。

3. 0.1mol/L 氢氧化钾-乙醇标准溶液

称取约 500g 氢氧化钾，置于烧杯中，加约 420 mL 水溶解，冷却，移入聚乙烯容器中，放置。用塑料管量取 7mL 上层清液，用乙醇(95%)稀释至 1000 mL，密闭避光放置 2d～4d 至溶液清亮后，用塑料管虹吸上层清液至另一聚乙烯容器中(避光保存或用深色聚乙烯容器)。

4. 95%乙醇

市售。

5. 饱和乙醇氯化锂溶液（电极参比液）

称取约 15g LiCl 于烧杯内，倒入 100mL 无水乙醇，磁力搅拌并水浴加热至 40°C（加速溶解，避免乙醇挥发），持续搅拌 1-2 小时，直至溶解平衡。若滤液体积不足 100mL，补加无水乙醇至刻度线，搅拌混合均匀，过滤即可。

六、 样品分析及结果计算

- 取约 50.0g 样品，置于粉碎机内，粉碎后将样品混合均匀后通过 160μm 的筛孔（如果是面粉类样品，可直接混合后过筛）
- 取过筛的样品 5.0g，精密称定，置于离心管内，用移液管移取 30mL 乙醇于离心管中，加塞密封

离心管

- 采用旋转式搅拌器在 20℃±5℃温度下搅拌 1h。取下密封塞，在离心机上离心 5min
- 用移液管吸取 20.0mL 上层清液置于滴定杯中，将滴定杯置于自动滴定仪上
- 插入电极，用氢氧化钠-乙醇标准溶液或氢氧化钾-乙醇标准溶液滴定至终点
- 同等条件下用 20mL 乙醇溶液做空白试验
- 结果计算

$$A_{Na}=\frac{6000\times c\left(V-V_0\right)}{m}\times\frac{100}{100-\omega}$$

式中：

A_{Na} -大米的脂肪酸值（以氢氧化钠计 A_{Na}），单位为毫克每一百克（mg/100g）；

若以氢氧化钾 A_K 计：$A_K=1.4025A_{Na}$；

c – 氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V–试样消耗氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 – 空白消耗氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m–试样取样量，单位为克（g）；

ω–试样的水份含量，%；

6000 –用氢氧化钠表示的常数。

注：以上样品脂肪酸值的测定可以根据实际情况调整称样量、取样量、滴定剂类型（氢氧化钠/氢氧化钾）、滴定剂浓度。

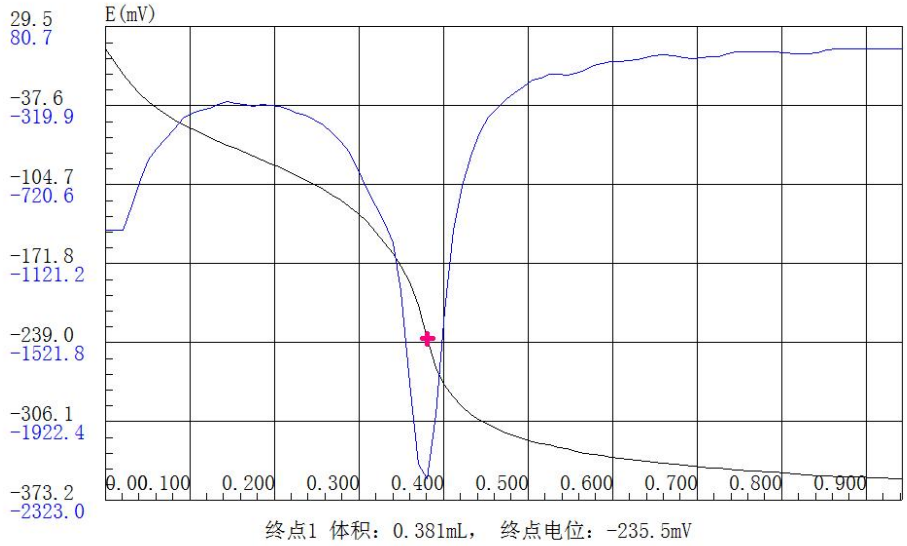
七、 滴定结果

1. 测量结果

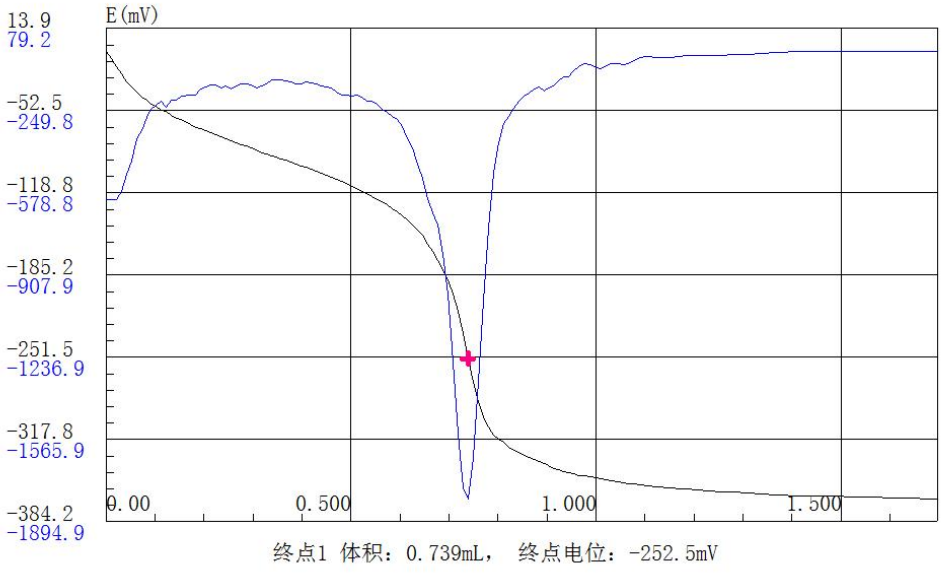
样品名称	序号	样品质量（g）	终点体积（mL）	脂肪酸值（mg/100g）
大米-1	1	5.0748	0.312	8.502
	2	5.1360	0.309	8.201
	3	5.1322	0.303	7.806
	平均值			8.170（A_K:11.458）
	重复性			4.27%
样品名称	序号	样品质量（g）	终点体积（mL）	脂肪酸值（mg/100g）
大米-2	1	5.0007	0.374	24.474
	2	5.0808	0.381	24.645
	3	5.0609	0.379	24.582
	平均值			24.567（A_K:34.455）
	重复性			0.35%

样品名称	序号	样品质量（g）	终点体积（mL）	脂肪酸值（mg/100g）
面粉	1	5.0106	0.727	52.997
	2	5.1235	0.739	52.783
	3	5.0190	0.728	52.989
	平均值			52.923（A_K:74.225）
	重复性			0.23%

2. 滴定曲线



大米中脂肪酸值测定的滴定曲线



面粉中脂肪酸值测定的滴定曲线

八、 注意事项

- 每次实验后需用乙醇溶液冲洗电极，参比电极的外填充液需定期更换，避免电极电位漂移
- 废液处理前请进行中和妥善处置