



中华人民共和国国家标准

GB/T 29405—2012

粮油检验 谷物及制品脂肪酸值测定 仪器法

Inspection of grain and oils—Determination of fat acidity of cereal and cereal products—Instrumental analysis method



2012-12-31 发布

2013-06-20 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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。

本标准光度滴定仪法起草单位:中国储备粮管理总公司成都粮食储藏科学研究所、中国储备粮管理总公司。

本标准光度滴定仪法主要起草人:何学超、高素芬、汪喜波、石恒、董德良、肖学彬、杨军、毛根武、郭道林、杨健、兰盛斌、丁建武、张华昌。

本标准智能电位滴定仪法起草单位:北京粮油食品检验所、北京先驱威锋技术开发公司。

本标准智能电位滴定仪法主要起草人:周光俊、范飞、王彩琴、夏吉安、吕琴、刘志刚、王海滨、张明政、尹相龙。

粮油检验 谷物及制品脂肪酸值测定 仪器法

1 范围

本标准规定了光度滴定仪法和智能电位滴定仪法测定谷物及制品脂肪酸值的术语和定义、原理、试剂与材料、仪器和设备、操作步骤、结果计算与表示。

本标准光度滴定仪法适用于稻谷、糙米、大米脂肪酸值的测定,智能电位滴定仪法适用于玉米、稻谷、糙米、大米、小麦粉脂肪酸值的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 5497 粮食、油料检验 水分测定法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

脂肪酸值 fat acidity

试样中游离脂肪酸的含量。以中和 100 g 试样干物质中游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数表示,即以干基 KOH 计单位为 mg/100 g。

4 光度滴定仪法

4.1 原理

在一定温度条件下,用无水乙醇提取试样中的游离脂肪酸,以百里香酚蓝指示液做指示剂,用氢氧化钾标准溶液滴定。采用光学传感器检测透过滴定体系溶液的光能量变化,自动判定滴定终点,人工读数或自动记录提取液消耗氢氧化钾标准溶液的体积。同时,通过微处理器系统,利用内置模式识别系统来控制滴定过程和处理滴定结果。

4.2 试剂与材料

除非另有规定,所有试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规格。

4.2.1 无水乙醇。

4.2.2 95%乙醇。

4.2.3 *N,N*-二甲基甲酰胺。

4.2.4 百里香酚蓝。

4.2.5 中性乙醇:量取 20 mL 95% 的乙醇(4.2.2),滴加 5 滴酚酞指示剂(4.2.8),用氢氧化钾标准滴定溶液(4.2.7)滴定至微红色,并于 30 s 内不褪色,记下所耗氢氧化钾标准滴定溶液毫升数(V_a);量取 500 mL 95% 的乙醇,准确加入 V_b mL($V_b = 25 \times V_a$)氢氧化钾标准滴定溶液,混合均匀备用。

4.2.6 氢氧化钾标准储备液:0.5 mol/L。按 GB/T 601 配制和标定,储于聚乙烯塑料瓶中。

注:氢氧化钾标准储备液在常温(15℃~25℃)下保存时间一般不超过 2 个月。当溶液出现浑浊、沉淀、颜色变化等现象时,应重新配制。

4.2.7 氢氧化钾标准滴定溶液:0.01 mol/L。准确移取 10.0 mL 氢氧化钾标准储备液(4.2.6)于 500 mL 容量瓶中,用中性乙醇(4.2.5)定容,混匀后置于聚乙烯塑料瓶中。临用前配制。

4.2.8 10 g/L 酚酞指示剂:称取 1.0 g 酚酞溶于 100 mL 95% 的乙醇(4.2.2)。

4.2.9 0.02 g/L 百里香酚蓝指示液:称取百里香酚蓝(4.2.4)0.02 g(精确至 0.000 1 g),用 333 mL *N,N*-二甲基甲酰胺(4.2.3)溶解,再用无水乙醇(4.2.1)定容到 1 000 mL,混匀,置于棕色瓶中保存。

4.2.10 滤纸:快速定性滤纸,预先折叠。

4.3 仪器和设备

4.3.1 光度滴定仪:配 75 mL 测量杯和加液装置。加液装置体积精度 0.01 mL。光度滴定仪分为全自动光度滴定仪和半自动光度滴定仪,其原理、技术参数和评价指标参见附录 A。

4.3.2 天平:感量 0.01 g。

4.3.3 振荡器:往返式,振荡频率为 100 次/min。

4.3.4 实验磨谷机。

4.3.5 粉碎机:带 0.8 mm 圆孔筛片的锤式磨,粉碎时应保持样品不发热。

4.3.6 具塞磨口锥形瓶:250 mL。

4.3.7 玻璃短颈漏斗。

4.3.8 移液管:50 mL、25 mL、10 mL。

4.3.9 具塞试管(大于 25 mL)或具塞锥形瓶(50 mL)。

4.4 操作步骤

4.4.1 扦样和分样

按 GB 5491 执行。

4.4.2 试样的制备

4.4.2.1 稻谷试样制备:分取稻谷试样 100 g 以上,用磨谷机(4.3.4)脱壳。再取脱壳后的糙米约 80 g,用粉碎机(4.3.5)粉碎,收集全部粉碎样品,充分混合均匀后装入磨口瓶中备用。

4.4.2.2 糙米、大米试样制备:分取糙米、大米试样约 80 g,同 4.4.2.1 粉碎、装瓶备用。

注:试样制备后,应在 2 h 内进行游离脂肪酸提取,以避免试样中脂肪酶的水解作用。

4.4.3 试样含水量测定

按 GB/T 5497 定温定时烘干法执行。

4.4.4 提取

称取试样(4.4.2)10 g $\pm$ 0.01 g 于 250 mL 具塞磨口锥形瓶(4.3.6)中,用 50 mL 移液管(4.3.8)准确加入 50 mL 无水乙醇(4.2.1),摇匀,置振荡器(4.3.3)上振摇 10 min。

4.4.5 过滤

振荡后静置 1 min~2 min,用玻璃短颈漏斗(4.3.7)和滤纸(4.2.10)过滤,弃去最初几滴滤液,用具塞试管或具塞锥形瓶(4.3.9)收集滤液 25 mL 以上。

4.4.6 滴定

光度滴定仪(4.3.1)的滴定管加满氢氧化钾标准滴定溶液(4.2.7),并自动校正零点。用 25 mL 移液管(4.3.8)准确移取 25.0 mL 滤液至测量杯中,再用另一支移液管准确移取 25.0 mL 百里香酚蓝指示液(4.2.9)至测量杯中,加入搅拌子。将测量杯放入仪器测量池中并盖上盖,启动“滴定”按钮,当“终点”指示灯亮时即为滴定终点,光度滴定仪自动停止滴定。

采用半自动光度滴定仪滴定,人工记下所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_1)。采用全自动光度滴定仪滴定,仪器自动记存所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_1)。

4.4.7 空白试验

用 25.0 mL 无水乙醇(4.2.1)代替滤液,其余操作同 4.4.6。采用半自动光度滴定仪滴定,人工记下所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_0)。采用全自动光度滴定仪滴定,仪器自动记存所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_0)。

4.4.8 平行试验

取两份平行试样,按 4.4.4~4.4.6 分别进行测定。

4.5 结果计算

4.5.1 采用半自动光度滴定仪滴定,试样脂肪酸值(A_K)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 ——试样脂肪酸值(以 KOH 计),单位为毫克每百克(mg/100 g);

11 220 ——换算成氢氧化钾毫克数的常数,即 $56.1 \times 2 \times 100$;

V_1 ——滴定 25 mL 试样提取液所耗氢氧化钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白液所耗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的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

ω ——试样水分质量分数,即 100 g 试样中含水的质量,单位为克(g)。

4.5.2 采用全自动光度滴定仪滴定,输入试样含水量(4.4.3)和试样质量(4.4.4)后,仪器自动计算出试样脂肪酸值(以 KOH 计),以毫克每百克表示(mg/100 g)。

5 智能电位滴定仪法

5.1 原理

在一定温度条件下,用无水乙醇提取稻谷、糙米、大米、玉米中的游离脂肪酸,以苯提取小麦粉中的游离脂肪酸,用氢氧化钾标准溶液滴定,以电极作为指示终点的传感器,在滴定终点附近,被测离子的浓度发生突变,引起电极电位的突跃,采用模糊逻辑控制算法(灰度模型)与反向传播算法(BP 神经网络)控制滴定过程,采集电极的动态信号,根据拟和曲线确定滴定终点,仪器自动计量并计算试样脂肪酸值。

5.2 试剂与材料

除非另有规定,所有试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规格。

- 5.2.1 无水乙醇。
- 5.2.2 95%的乙醇。
- 5.2.3 中性乙醇:同 4.2.5。
- 5.2.4 氢氧化钾标准储备溶液:同 4.2.6。
- 5.2.5 氢氧化钾标准滴定溶液:同 4.2.7。
- 5.2.6 酚酞指示剂:同 4.2.8。
- 5.2.7 滤纸:同 4.2.10。
- 5.2.8 苯

5.3 仪器和设备

除 4.3.2~4.3.9 规定的外,还包括以下仪器设备:

- 5.3.1 智能电位滴定仪或电位滴定仪:配 150 mL 测量杯(杯口可加橡胶密封圈)和馈液装置,最小馈液量 0.000 5 mL,体积精度 0.01 mL。电位滴定仪原理、技术参数和评价指标参见附录 B。
- 5.3.2 pH 复合电极:电极斜率应保证在 90%~105%。
- 5.3.3 磁力搅拌台:搅拌速度可连续调节。

5.4 操作步骤

5.4.1 扦样和分样

按 GB 5491 执行。

5.4.2 试样制备

- 5.4.2.1 稻谷同 4.4.4.1,糙米和大米同 4.4.4.2。
- 5.4.2.2 玉米:分取试样约 80 g,用粉碎机(4.3.5)粉碎,收集全部粉碎样品,充分混合均匀后装入磨口瓶中备用。
- 5.4.2.3 小麦粉:分取试样约 80 g,装入磨口瓶中备用。

注:试样制备后,应在 2 h 内进行游离脂肪酸提取,以避免试样中脂肪酶的水解作用。

5.4.3 试样含水量测定

同 4.4.3。

5.4.4 称样、提取和过滤

- 5.4.4.1 稻米试样:同 4.4.4~4.4.5。
- 5.4.4.2 玉米试样:玉米试样提取时间为 30 min,其他操作同 4.4.4~4.4.5。
- 5.4.4.3 小麦试样:称取小麦粉试样 $20 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ [脂肪酸值(以 KOH 计)高于 60 mg/100 g 时称试样 10 g]于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 苯,加塞摇动几秒钟后,打开塞子放气,再盖紧瓶塞置振荡器振荡 30 min(或用手振荡 45 min),振荡频率为 100 次/min。其他操作同 4.4.5。

5.4.5 滴定

5.4.5.1 仪器准备

按仪器操作说明书进行。

5.4.5.2 滴定

5.4.5.2.1 玉米粉、糙米粉、大米粉试样:用 25 mL 移液管精确移取 25.0 mL 滤液至测量杯中,加入 50 mL 无二氧化碳蒸馏水,放入搅拌子,将测量杯放在磁力搅拌台上,将滴定支架落下,电极与进液管浸入液面下。

5.4.5.2.2 小麦粉试样:用 25 mL 移液管精确移取 25.0 mL 滤液至测量杯(带有橡胶密封圈)中,再用另一支 25 mL 移液管移取 25.0 mL 95%乙醇(5.2.2)至测量杯(带有橡胶密封圈)中,加入搅拌子。将测量杯(带有橡胶密封圈)放在磁力搅拌台上,将带有密闭上盖的滴定支架落下,电极与进液管浸入液面下。

5.4.5.2.3 根据被测试样选择“玉米”、“稻谷”(稻谷、糙米、大米样品均选择“稻谷”)、“小麦”按键后,按“启动”键开始测定,仪器自动判断终点并停止滴定。仪器自动记存所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_1)。

5.4.6 空白试验

测定玉米粉、大米粉试样时用 25.0 mL 无水乙醇(4.2.1)、测定小麦粉试样时用苯(5.2.8)代替滤液,其余操作同 5.4.5.2。仪器自动记存所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_0)。

5.4.7 结果计算

输入试样含水量(5.4.3)和试样质量(5.4.4),仪器自动计算出试样脂肪酸值(以 KOH 计),以毫克每百克表示(mg/100 g)。

6 结果表示

两个平行测定结果之差的绝对值符合重复性(见第 7 章)要求时,以其平均值为测定结果。计算结果保留到小数点后一位。

7 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,在短时间内对同一份被测样品进行两次测定获得的两个独立的测定结果(以 KOH 计)的绝对差值不大于 2 mg/100 g。

附录 A
(资料性附录)
光度滴定仪

A.1 原理

运用光度滴定原理,利用滴定体系的颜色变化,通过光学传感器检测到透过滴定体系溶液的光能量变化,反应滴定体系溶液的颜色变化,再经过微处理器系统,利用内置模式识别系统来控制滴定过程并处理滴定结果。

A.2 一般说明

光度滴定仪由光电检测装置、滴定液馈液系统、信号采集系统、滴定控制、数据处理与分析系统、显示与查询系统、数据网络接口系统和打印系统等组成,基本结构见图 A.1。

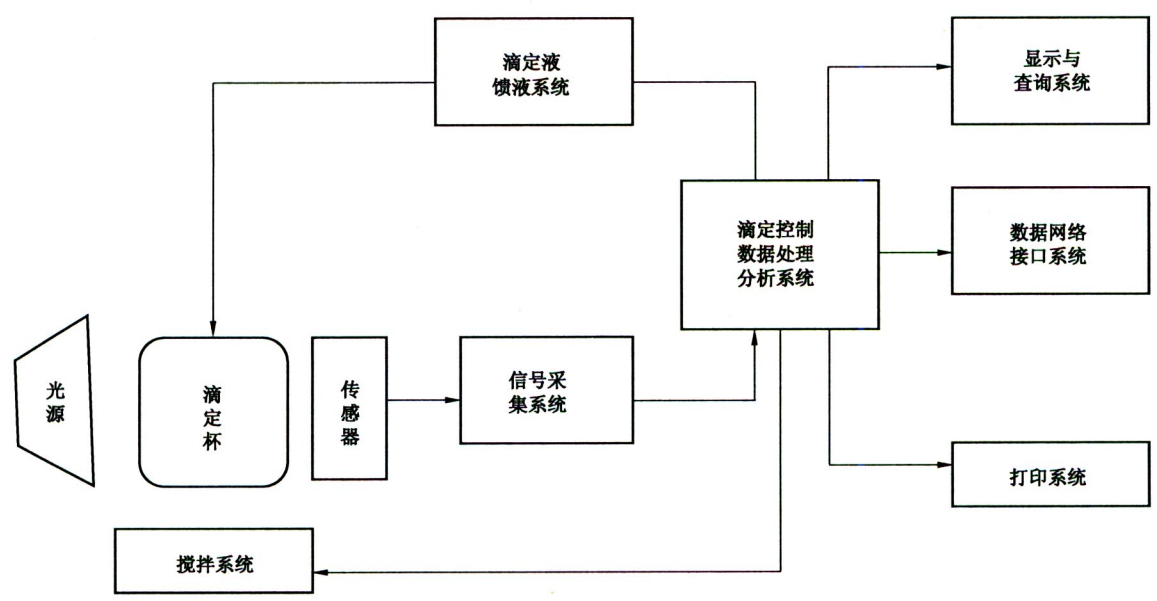


图 A.1 光度滴定仪结构图

A.3 工作条件

- A.3.1 温度:15℃~25℃。
- A.3.1 相对湿度:20%~80%。
- A.3.3 电源:220 V±22 V。
- A.3.4 频率:50 Hz±1 Hz。

A.4 性能参数及评价指标

- A.4.1 单色光源峰值波长: $620\text{ nm} \pm 10\text{ nm}$ 。
- A.4.2 加液装置: 体积精度 0.01 mL 。
- A.4.3 仪器能连续工作时间: 大于 24 h 。
- A.4.4 适用于稻谷、糙米、大米脂肪酸值的测定。
- A.4.5 到达滴定终点时能自动停止滴定。
- A.4.6 测定结果准确度: 与 GB/T 15684—1995 测定值比较, 绝对差值(以 KOH 计)不超过 $2\text{ mg}/100\text{ g}$ 。
- A.4.7 测定结果重复性: 平行测定同一样品, 绝对差值(以 KOH 计)不超过 $2\text{ mg}/100\text{ g}$ 。



附录 B

(资料性附录)

智能电位滴定仪

B.1 原理

运用电位滴定原理,以电极作指示终点的传感器,在滴定终点附近,被测离子的浓度发生突变,引起电极电位的突跃,通过准确测定滴定体系中的电位,利用模糊逻辑控制算法(灰度模型)与反向传播算法(BP神经网络)控制滴定过程并处理滴定结果,根据拟和曲线确定滴定终点并处理滴定结果。

B.2 一般说明

智能电位滴定仪由滴定控制系统、馈液装置、搅拌装置和打印装置组成,基本结构见图 B.1。

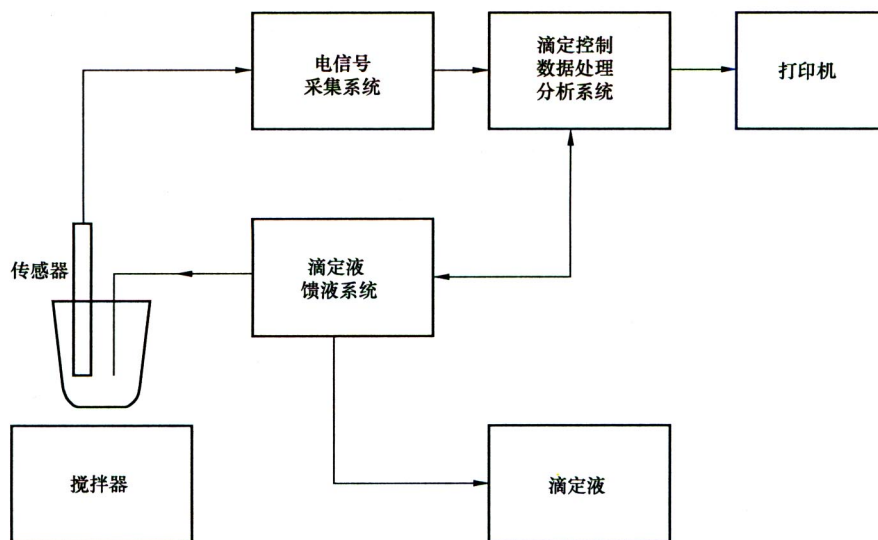


图 B.1 智能电位滴定仪结构示意图

B.3 工作条件

B.3.1 温度:15℃~25℃。

B.3.2 相对湿度:20%~80%。

B.3.3 电源:220 V±22 V。

B.3.4 频率:50 Hz±1 Hz。

B.4 性能参数及评价指标

B.4.1 适用于稻谷、糙米、大米、玉米、小麦粉脂肪酸值的测定。

- B.4.2 测量范围:pH:0~+20.00;电位:0~±2 000 mV。
- B.4.3 分辨率:pH:0.01;电位:0.1 mV。
- B.4.4 输入阻抗: $10^{15} \Omega$ 。
- B.4.5 有效精度:±0.5 mV。
- B.4.6 体积精度:0.01 mL,最小馈液 0.000 5 mL。
- B.4.7 外围接口:打印机接口;RS232C 接口。
- B.4.8 仪器能连续工作时间:大于 24 h。
- B.4.9 到达滴定终点时能自动停止滴定。
- B.4.10 测定结果准确度:与 GB/T 15684—1995 和 GB/T 5510—1985 测定值比较,绝对差值不超过 2 mg/100 g(以 KOH 计)。
- B.4.11 测定结果重复性:平行测定同一样品,绝对差值不超过 2 mg/100 g(以 KOH 计)。

参 考 文 献

- [1] GB/T 5510—1985 粮食、油料检验 脂肪酸测定法
 - [2] GB/T 15684—1995 谷物制品脂肪酸值测定法
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粮油检验 谷物及制品脂肪酸值测定
仪器法

GB/T 29405—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

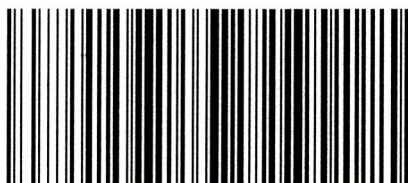
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46944 定价 18.00 元



GB/T 29405-2012

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107