

电位滴定法测定玉米中的脂肪酸值

1 前言

粮食在储存过程中会发生一系列化学变化，主要是产生酸性物质，例如脂肪水解成脂肪酸、蛋白质分解为氨基酸等，所以根据酸值的变化可以有效地判断粮食的变化程度，确定粮食品质的好坏。玉米是我国常见的农作物之一，在玉米贮存过程中，通常将玉米脂肪酸值作为玉米贮藏品质判定的重要指标之一。本方法是根据 GB/T 15684-2015 和 GB/T 20570-2015 的国家标准制定的电位滴定方法，相比于手工滴定的方法，该方法不用每次都通过判断终点的颜色来确定终点，进而减少了玉米提取液中颜色对滴定终点颜色判断的影响，使终点判断更为方便，既提高了工作效率，又保证了实验数据的重复性，使实验数据更加准确。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位测定仪，非水 PH 复合电极，10ml 滴定管

2.2 试剂

氢氧化钾-乙醇溶液 (0.01mol/L)，中性无水乙醇。

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1 玉米面脂肪酸值测定

按照 GB/T20570-2015 中 A1.4 操作步骤处理样品，取制备完毕的试样 10g 左右，准确至

0.01g，加入滴定杯中，用移液管加入 50ml 无水乙醇，用封口膜封闭杯口，磁力搅拌 30min，静置 1~2 分钟，在玻璃漏斗上放入折叠式滤纸，弃去最初的几滴滤液，收集 25ml 以上滤液放于滴定杯中，加盖备用。取滤液 25ml，加入 50ml 蒸馏水，用氢氧化钾-乙醇溶液 (0.01mol/l)，滴定至终点。

3.1.2 玉米籽脂肪值测定

按照 GB/T15684-2015 中 8.试样制备中操作步骤处理样品，取制备完毕的试样 5g 左右，准确至 0.01g，加入离心管中，用移液管加入 30ml 无水乙醇，磁力搅拌 1h，离心机 4000r/min 离心 5min，取 20ml 上清液，补充 30 乙醇溶液，用氢氧化钾-乙醇溶液 (0.01mol/l)，滴定至终点。

3.2 仪器参数

保存方法
运行方法
提交方法

滴定类型 终点滴定

滴定管体积 10mL

样品计量单位 mL

搅拌速度 7

预搅拌时间 10 s

滴定速度

滴定前平衡电位 10 mv

预滴定

预滴定添加体积 0 mL

预滴定后搅拌时间 1 s

主滴定剂

试剂名称 氢氧化钾乙醇

理论浓度 0.01 mol/L

方法名 脂肪醇值

工作电极 pH复合电极

参比电极 无

滴定显示单位 pH

补液速度 7

快滴平衡时间 4 s

快滴平衡电位 1 mv

最小添加体积 mL

结束体积 20 mL

慢滴体积 0.02 mL

快滴体积 0.1 mL

慢滴平衡时间 4 s

慢滴平衡电位 1 mv

滴定终点

终点值(pH)	终点时对应范围(pH)	延时(s)	相关系数	结果单位	计算公式
8.7	7.5	10	1	mol/L	C*V1/m*a

辅助试剂

滴定管	试剂名称	试剂浓度	单位	添加体积	添加速度	添加时间

4 结果与讨论

4.1 实验数据

4.1.1 玉米面脂肪酸值

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	样品质量 (g)	取样量 (mL)	滴定体积 (mL)	脂肪酸值 (mg/100g)	脂肪酸值平均值 (mg/100g)
空白	0.0090	20.0158	0	0.620	/	/
玉米面			25	7.683	69.86	70.30
			25	7.642	69.45	
			25	7.860	71.61	

4.1.2 玉米糝脂肪酸测定

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	样品质量	取样量 (mL)	滴定体 积 (mL)	脂肪酸值 (mg /100g)	脂肪酸值平均值 (mg/100g)
空白	0.0090	4.9691	0	0.409	/	/
玉米糝			20	1.642	16.14	16.14
			20	1.642	16.14	
			20	1.642	16.14	

4.2 计算公式

4.2.1 玉米粉：

$$A_k = (V_1 - V_0) \times C \times 56.1 \times \frac{50}{25} \times \frac{100}{m(100-w)} \times 100$$

式中：

A_K -- 脂肪酸值，以中和 100g 干物质试样中游离酸所需氢氧化钾毫克数，表示单位为毫克每百克 (mg/100g) ；

V_1 -- 滴定样品时消耗氢氧化钾标准溶液的量，mL

V_0 -- 滴定空白时消耗氢氧化钾标准溶液的量，mL

C -- 氢氧化钾标准溶液的浓度，mol/L

m -- 样品的质量，g

w -- 100g 样品中含水分的质量，g

4.2.2 玉米糝：

$$A_K = \frac{8415 \times (V_1 - V_0) \times C}{m} \times \frac{100}{100 - w}$$

A_K -- 脂肪酸值，以中和 100g 干物质试样中游离酸所需氢氧化钾毫克数，表示单位为毫克每百克 (mg/100g) ；

V_1 -- 滴定样品时消耗氢氧化钾标准溶液的量，mL

V_0 -- 滴定空白时消耗氢氧化钾标准溶液的量，mL

w -- 100g 样品中含水分的质量，g

8415 -- 用氢氧化钾表示的常数，即 $56.1 \times 1.5 \times 100$

4.3 结论讨论

用电位滴定法检测玉米的脂肪酸值，操作简单，除去了颜色变化对终点判断的影响，使结果重复性更好，提升测量准确度的同时，更加的提升了工作效率。

参考文献

[1] GB/T 15684-2015 谷物研磨制品 脂肪酸值的测定.[S]

[2] GB/T 20570-2015 玉米储存品质判断规则.[S]

注意事项

每个人对于第一次测定时颜色变化的判断是不同的，所以因此所判断的终点 pH 值也是不尽相同的，就会导致实验在不同操作人之间存在着误差，选择一个合适的终点 pH 值对实验的结果准确性有重要意义。