

电位滴定法测定谷物中脂肪酸值含量

一、前言

脂肪酸值是评价谷物及其制品储存品质和新鲜度的重要指标，反映了脂肪水解生成游离脂肪酸的程度。在粮食储藏、加工及流通环节中，脂肪酸值升高往往意味着谷物发生劣变，影响其食用品质和加工性能。因此，准确测定谷物中的脂肪酸值，对于粮食质量安全控制、仓储管理及产品研发具有重要意义。然而光度法和自动图像分析自动电位滴定仪法易受样品颜色、杂质干扰等因素而导致结果判断不准确。而**电位滴定法**通过监测滴定过程中 pH 来确定终点，避免了主观误差，尤其适用于深色谷物（如黑米、糙米）或成分复杂的样品。该方法具有灵敏度高、重复性好、抗干扰能力强等优势，已逐步成为脂肪酸值测定的重要技术手段。

为规范电位滴定法在谷物脂肪酸值检测中的应用，提升检测数据的准确性和可比性，本实验依据 **GB/T 5510-2024《粮油检测 谷物及其制品脂肪酸值测定》**，结合 Hanon T960 自动电位滴定仪，建立了适用于玉米、大米、燕麦等常见谷物的分析方法。通过优化滴定条件及数据处理流程，旨在为粮食行业提供一种高效、可靠的脂肪酸值检测方案，为谷物品质评价与质量控制提供技术支撑。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，9112PH PH 非水复合电极，10mL 滴定管、恒温水浴振荡器，磁力搅拌器、万分之一分析天平等

2.2、试剂

无水乙醇（分析纯）、95%乙醇（分析纯）、0.2mol/L 氢氧化钾滴定液、0.01 mol/L 氢氧化钾滴定液、0.5%百里香酚蓝指示剂

三、实验方法

3.1、实验过程

3.1.1、试剂的配置

1) 0.2mol/L 氢氧化钾滴定液：称取约 500g 氢氧化钾置于烧杯中，加约 420mL 水溶解，冷却，移入聚乙烯容器中。量取 10.8mL 上清液，用无 CO₂ 水稀释至 1000mL 容量瓶，使用邻苯二甲酸氢钾标定。

2) 0.01 mol/L 氢氧化钾滴定液：准确量取 50mL 上述标定好的氢氧化钾滴定液于 1000mL 容量瓶中，用无 CO₂ 水稀释至 1000mL 容量瓶，备用。

3) 0.5%百里香酚蓝指示剂：称取 0.5g 百里香酚蓝，先用 95%乙醇溶解，再定容至 100mL 容量瓶，密闭放置 24h，备用。

3.1.2、试样预处理

方案一：

混合均匀的样品约 100g，用粉碎机碾磨，后装入密闭容器中备用。

称取上述制备好的试样 10g（精确至 0.01g）于具塞磨口锥形瓶中，加入 50.0mL 无水乙醇置振荡器上振荡，达到规定的提取和静置时间，在短颈玻璃漏斗中放入折叠式快速定性滤纸过滤（也可用离心机离心 3min，取其上清液）。弃去最初几滴滤液，收集滤液 25mL 以上作为待测液。

注：玉米振荡 30min，静置 2-3min；燕麦振荡 40min，静置 2-3min；大米振荡 10min，静置 1-2min。

方案二：

混合均匀的样品约 100g，用粉碎机碾磨，后装入密闭容器中备用。

称取制备好的试样 10g(精确至 0.01g)于 100mL 离心管中，加入 50.0mL 无水乙醇，置磁力搅拌器上搅拌，到达规定的搅拌和静置时间，通过中速定量滤纸将样液抽滤至滴定仪样液接收瓶中。

注：玉米搅拌 25min，静置 2-3min；燕麦搅拌 30min，静置 2-3min；大米搅拌 8min，静置 1-2min。

3.1.3、上机测试

1) 使用 PH=4.00、6.86、9.18 的缓冲溶液标定 PH 电极，确保电极斜率在 98%-102%。

2) 空白实验：移取 25.00mL 无水乙醇于滴定杯中，加入 50mL 水，滴加 3 滴 0.5%百里香酚蓝指示剂的上清液，启动滴定程序，用 0.01mol/L 的 KOH 滴定液滴定至 PH=9.8。

3) 试样测定：移取 25.00mL 试样提取液于滴定杯中，加入 50mL 水，将电极和滴定管插入样品溶液中，应将电极的玻璃泡和滴定管的防扩散头完全浸没在样品溶液的液面以下，且不可触碰滴定杯杯壁和底部，同时打开电极上部的密封塞。启动方法，用 0.01mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液进行滴定，滴定至终点 pH=9.8 滴定自动停止，获得滴定结果。

注：选用终点滴定模式滴定，终点 pH 设定需要以空白滴定作为参考，当滴定空白液时百里香酚蓝指示剂出现微蓝色 30s 不消失，记录溶液的 PH 值，以此 pH 设定为终点 pH。

3.2、仪器参数

脂肪酸值测定过程 T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 和表 2 所示：

滴定类型：	终点滴定	方法名：	脂肪酸值空白测定
-------	------	------	----------

表 1
脂肪
值
白
验
定
参

滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	pH 复合电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
快滴平衡时间:	6s	快滴平衡电位:	1mv
慢滴平衡时间:	6s	慢滴平衡电位:	1mv
慢滴体积:	0.02mL	快滴体积:	0.02mL
滴定前平衡电位:	10mV	结束体积:	20mL
终点值 (pH):	9.8 (延时 30s)	预控值:	8
结果单位:	mg/100g	计算公式:	$(V_1 - V_0) * 56.1 * C * 200 / m$
滴定剂名称:	KOH	理论浓度:	0.01

脂
酸
空
实
滴
仪
数

设置

滴定类型:	终点滴定	方法名:	脂肪酸值含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	pH 复合电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
快滴平衡时间:	6s	快滴平衡电位:	1mv
慢滴平衡时间:	6s	慢滴平衡电位:	1mv
慢滴体积:	0.02mL	快滴体积:	0.2mL
滴定前平衡电位:	10mV	结束体积:	20mL
终点值 (pH):	9.8 (延时 30s)	预控值:	8
结果单位:	mg/100g	计算公式:	$(V_1 - V_0) * 56.1 * C * 200 / m$
滴定剂名称:	KOH	理论浓度:	0.01

表 2 样品脂肪酸值实验滴定仪参数设置

四、结果与讨论

4.1、实验结果

1、经过分析检测，燕麦、玉米、大米脂肪酸值数据如下表：

样品名称	c(KOH) (mol/L)	称样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	脂肪酸值 (mg/100g)	平均值 (mg/100g)	精密度 (mg/100g)
燕麦	0.01133	9.2567	5.897	0.86	64.026	64.366	0.680
		9.9002	5.951		64.706		

玉米		10.1291	3.473		36.308	35.961	0.695
		10.3267	3.753		35.613		
大米		10.0000	1.660		10.169	10.372	0.407
		10.0008	1.692		10.576		
备注：三个样品在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值均满足不大于 2.0mg/100g。							

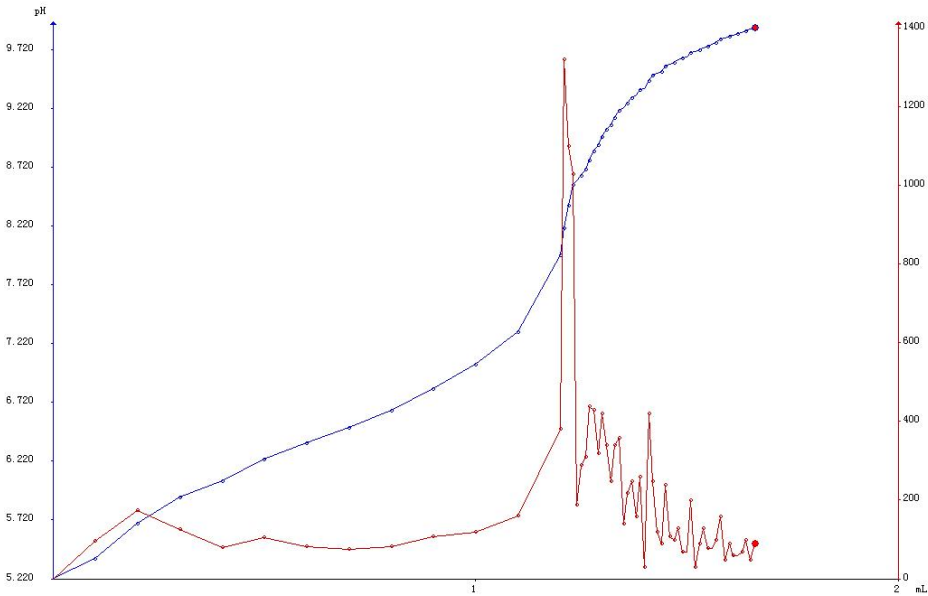
表 3 脂肪酸值测试结果

2、经过分析检测，燕麦振荡和磁力搅拌处理下的脂肪酸值数据如下表：

前处理方式	c(KOH) (mol/L)	称样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	脂肪酸值 (mg/100g)	平均值 (mg/100g)	精密度 (mg/100g)
振荡	0.01133	9.2567	5.897	0.86	64.026	64.366	0.68
		9.9002	5.951		64.706		
磁力搅拌		9.8666	5.788		63.493	63.211	0.57
		9.6782	5.651		62.928		
注：在无振荡器的情况下，开启磁力搅拌到规定时间的前处理方案也可行。							

表 4 燕麦不同前处理方式下脂肪酸值测试结果

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本研究基于 GB/T 5510-2024《粮油检测 谷物及其制品脂肪酸值测定》，采用电位滴定法对玉米、大米、燕麦谷物样品的脂肪酸值进行了准确测定。通过优化样品前处理（振荡和磁力搅拌对比）及滴定条件，建立了稳定可靠的检测方法，为谷物储存品质评价提供了科学依据。

参考文献

[1] GB/T 5510-2024 粮油检测 谷物及其制品脂肪酸值检测

注意事项

1、脂肪酸值的测定中，需要按照样品的干基质量计算，因此在测试之前需要先测试样品中的水分计算干基质量。

2、选用终点滴定模式滴定，终点 pH 设定需要以空白滴定作为参考，当滴定空白液时百里香酚蓝指示剂出现微蓝色 30s 不消失，记录溶液的 PH 值，以此 pH 设定为终点 pH。国标 GB/T 5510-2024 粮油检测 谷物及其制品脂肪酸值检测中提供的终点范围 9.15-9.45 仅供参考，因为电极性能和溶剂影响，每次实验前需要先校准电极，再根据指示剂确定终点的 PH 值。

3、测试脂肪酸值前需要使用缓冲溶液标定电极，电极斜率需要在 98%-102%之间，如果电极斜率不满足要求，请更换电极。

4、由于样品所属种类不同，提取和静置时间会不同，如玉米振荡 30min，静置 2-3min；燕麦振荡 40min，静置 2-3min；大米振荡 10min，静置 1-2min。