



中华人民共和国国家标准

GB/T 15684—2015/ISO 7305:1998
代替 GB/T 15684—1995

谷物碾磨制品 脂肪酸值的测定

Milled cereal products—Determination of fat acidity

(ISO 7305:1998, IDT)

2015-07-03 发布

2015-11-02 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009、GB/T 20000.2—2009、GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15684—1995《谷物制品脂肪酸值测定法》。与 GB/T 15684—1995 相比,主要技术差异如下:

- 称样量由 10 g 改为 5 g,提取溶剂由 50 mL 无水乙醇改为 30 mL 95%乙醇;
- 提取方式由振荡器振摇 10 min 改为旋转搅拌器搅拌 1 h,提取液的过滤改为离心分离;
- 用于滴定的滤液由 25 mL 改为 20 mL,不加 50 mL 无 CO₂ 蒸馏水;
- 标准滴定用液由 0.01 mol/L KOH 95%乙醇溶液改为 0.05 mol/L NaOH 95%乙醇溶液。

本标准使用翻译法等同采用国际标准 ISO 7305:1998《谷物碾磨制品 脂肪酸值的测定》。

为便于使用,本标准对 ISO 7305:1998 进行了编辑性修改。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

- GB/T 21305—2007 谷物及谷物制品水分的测定 常规法(ISO 712:1998,IDT)。

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。

本标准起草单位:南京财经大学食品科学与工程学院。

本标准主要起草人:杨慧萍、袁建、杨晓蓉、孙明、曹玉华、王素雅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15684—1995。

谷物碾磨制品 脂肪酸值的测定

1 范围

本标准规定了一种测定谷物研磨制品脂肪酸值的方法。

本标准适用于由小麦和杜伦麦碾磨得到的面粉和颗粒粉,也适用于面条、通心粉等面制品。

注:本标准也适用于原粮、玉米粉和玉米颗粒粉,以及黑麦粉和燕麦片;但在扩大使用范围之前,应进行更广泛的实验室之间的试验。

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。

ISO 712 谷物及谷物制品 水含量的测定 常规法(Cereals and cereal products—Determination of moisture content—Routine reference method)

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

按照本标准规定的测定方法所提取的各种脂肪酸的量,尤指被提取的各种非酯化脂肪酸的量。

注:脂肪酸值用 mg/100 g 表示(以 KOH 计)。也可以用 mg/100 g 表示(以 NaOH 计)(详见第 11 章)。

4 原理

在室温下用乙醇溶解各种脂肪酸,然后进行离心分离,用 NaOH 滴定上清液,计算脂肪酸值,结果用消耗的 KOH 量表示。

5 试剂

本标准所使用的试剂均为分析纯,水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 95%乙醇。

5.2 标准滴定溶液:0.05 mol/L NaOH 95%乙醇溶液,应不含 CO₂。

上述溶液在使用前应标定其浓度,标定后尽快使用。

上述溶液应至少提前 5 天制备,装于棕色玻璃瓶中,用橡皮塞塞紧。溶液应无色或呈淡黄色。

如商品乙醇不符合要求,可按下述方法提纯乙醇和配制 NaOH 乙醇溶液:将 5 g~10 g NaOH 溶解于 1 L 乙醇中,并加入 0.5 g 铝屑。回流煮沸 1 h 后,蒸馏该乙醇。将所需量的 NaOH(例如,给定浓度为 2 g/L)溶解于馏出液中。静置 5 天,以沉析不溶性 Na₂CO₃,上清液备用。

5.3 1%酚酞指示剂溶液:称取 1 g 酚酞溶于 100 mL 95%乙醇(5.1)中。

6 仪器

- 6.1 筛子:金属网筛,常用孔径 160 μm 、500 μm (用于颗粒粉、面条和通心粉等)和 1 mm(在必要时,用于打碎小麦粉中的团块)。
- 6.2 离心管:硼硅玻璃或中性玻璃,容量 45 mL,配有密封塞。
- 6.3 离心机:离心加速度 2 000g。
- 6.4 移液管:容量 20 mL 和 30 mL。
- 6.5 锥形瓶:容量 250 mL。
- 6.6 微量滴定管:分度值为 0.01 mL。
- 6.7 旋转式搅拌器:工作转速 30 r/min~60 r/min。
- 6.8 分析天平:称量精度 ± 0.01 g。
- 6.9 粉碎机:粉碎时样品无明显发热现象(用于颗粒粉和面条、通心粉等的测定)。
- 6.10 橙色滤色镜:照相用乙酸纤维素滤色镜,具有蓝色吸收性能(波长为 440 nm)。

7 取样

取样方法不在本标准规定方法之内。推荐采用 ISO 13690。

实验室所接收的样品应当确实具有代表性,且在其运送和存放期间未损坏和变质。

样品在存放期间酸度会增大,因此,样品应置于密闭瓶内并存放在 4 $^{\circ}\text{C}$ 左右的环境中。从密闭瓶内取出试样之前,样品应先复温至实验室温度。

8 试样制备

- 8.1 测定小麦粉样品时,样品应全部通过 500 μm 筛孔(6.1),且至少 80%通过 160 μm 筛孔(6.1)。当样品中存在团块时,可取该小麦粉样品约 50 g,用孔径 1 mm 筛子(6.1)进行筛理,以便打碎团块。称取试样之前,应将样品混和均匀。
- 8.2 测定其他谷物粉、颗粒粉和面条、通心粉等样品时,取约 50 g 样品,置于粉碎机(6.9)内,粉碎至达到 8.1 规定的细度要求。称取试样之前,应将样品混和均匀。

9 试样水分含量的测定

按照 ISO 712 测定样品的水分含量。

10 分析步骤

注:如需检查是否符合重复性限(12.2),按照 10.1 和 10.2 进行两组单独的测定。

10.1 称样

称取制备好的样品(第 8 章)5 g 作为试样,精确至 0.01 g,置于离心管(6.2)内。

10.2 测定

- 10.2.1 用移液管(6.4)移取 30 mL 乙醇(5.1)于离心管(6.2)中,加塞密封离心管。采用旋转式搅拌器

(6.7),在 20℃±5℃温度下搅拌 1 h。取下密封塞,在离心机(6.3)上以 2 000g 离心加速度离心 5 min。

10.2.2 用移液管(6.4)将 20 mL 上清液转移至锥形瓶(6.5),加入 5 滴酚酞溶液(5.3)。

采用微量滴定管(6.6),用 NaOH 乙醇溶液(5.2)滴定至淡粉红色,持续约 3 s。用橙色滤色镜(6.10)消除黄色干扰,更准确地观察指示剂颜色变化。操作者配戴橙色滤色镜后,消除了乙醇浸出液中黄色的影响,观察指示剂的颜色变化更加准确。

10.3 空白试验

从 10.2.2 开始,用 20 mL 乙醇(5.1)替代 20 mL 上清液,进行空白试验测定。

11 测定结果的表示

11.1 以 KOH 计算脂肪酸值

按式(1)计算脂肪酸值 A_K ,以 mg/100 g 表示(以 KOH 计):

$$A_K = \frac{8\,415 \times (V_1 - V_0) \times c}{m} \times \frac{100}{100 - w} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——NaOH 乙醇标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样(10.1)的质量,单位为克(g);

V_1 ——测定试样(10.2)所用 NaOH 乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验(10.3)所用 NaOH 乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

w ——试样的水分含量(第 9 章),%;

8 415——用 KOH 表示的常数,即 $56.1 \times 1.5 \times 100$ 。

测定结果精确到毫克(mg)。

11.2 以 NaOH 计算脂肪酸值

按式(2)计算脂肪酸值 A_{Na} ,以 mg/100 g 表示(以 NaOH 计):

$$A_{Na} = \frac{6\,000 \times (V_1 - V_0) \times c}{m} \times \frac{100}{100 - w} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——NaOH 乙醇溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样(10.1)的质量,单位为克(g);

V_1 ——测定试样(10.2)所用 NaOH 乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验(10.3)所用 NaOH 乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

w ——试样的水分含量(第 9 章),%;

6 000——用 NaOH 表示的常数,即 $40 \times 1.5 \times 100$ 。

测定结果精确到毫克(mg)。

11.3 测定结果的换算

11.3.1 如将测定结果从用 KOH 表示换算到用 NaOH 表示,可将 11.1 计算出的测定结果乘以 0.713 0。

11.3.2 如将测定结果从用 NaOH 表示换算到用 KOH 表示,可将 11.2 计算出的测定结果乘以 1.402 5。

12 精密度

12.1 联合实验室测试

有关本方法精密度的联合实验室测试结果汇总于附录 A。对于其他的浓度范围和测试对象来说,这些试验数据可能是不适用的。

12.2 重复性

在很短的时间间隔内、由同一操作者、采用相同的测试方法、对于同一份被测样品、在同一实验室、使用相同的仪器,获得两个独立的测定结果。这两个独立测定结果的绝对差值大于 4 mg KOH 或 3 mg NaOH 的事例,不得超过 5%。

12.3 再现性

由不同的操作者、采用相同的测试方法、对于同一份被测样品、在不同的实验室、使用不同的仪器,获得两个独立的测定结果。这两个独立测定结果的绝对差值大于 17 mg KOH 或 12 mg NaOH 的事例,不得超过 5%。

13 实验报告

实验报告需说明:

- 完整地识别样品所需的所有信息;
- 扦样方法;
- 检验方法;
- 所有在本标准中未规定或视为任选的操作细节,以及其他可能影响了实验结果的事件;
- 获得的实验结果;
- 如进行了重复性实验,列出实验结果。

附录 A
(资料性附录)
联合实验室测试结果

由法国跨行业化验比对网络(BIPEA)组织的两次联合实验室的试验,分别有 24 个实验室(第 1 次试验)和 21 个实验室(第 2 次试验)参加,每个实验室完成两次测定,取得的统计结果(按照 ISO 5725 鉴定)¹⁾列于表 A.1。

表 A.1 统计结果

样品	小麦颗粒粉 第 1 次试验	小麦粉 A 第 1 次试验	小麦粉 第 2 次试验	小麦粉 B 第 1 次试验	杜伦麦颗粒粉 第 2 次试验
除去了极端值的实验室数目	19	20	21	20	21
脂肪酸值平均值 ^a	17.2	29.4	44.7	73.3	45.8
重复性标准偏差, s_r ^a	0.8	1.49	1.15	1.49	1.72
重复性变异系数, %	4.7	5.0	2.6	2	3.7
重复性极限值, r ($2.83 s_r$) ^a	2.26	4.22	3.25	4.22	4.87
再现性标准偏差, s_R ^a	4.81	4.24	6.67	7.33	5.73
再现性变异系数, %	28	14	15	10	14
再现性极限值, R ($2.83 s_R$) ^a	13.61	11.99	19.12	20.74	16.22
^a 以 mg/100 g 表示(以 KOH 计)。					

1) ISO 5725:1986(现已撤销),被用来获得精密度数据。

参 考 文 献

- [1] ISO 5725:1986 *Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility by interlaboratory tests*
- [2] ISO 13690 *Cereals, pulses and milled products—Sampling of static batches*
-