

电位滴定法测定稻米中的脂肪酸值

方案编号: HM-DW-004

适用仪器: HM-D 系列电位滴定仪 (D1-D4 通用, HM-DZF 谷物脂肪酸值专用型)

发布日期: 2026 年 2 月 14 日

1 前言

脂肪酸值是评价谷物及制品新鲜程度和储藏稳定性的重要指标,反映粮食中游离脂肪酸的含量。稻米在储藏过程中,由于脂肪酶的作用,脂肪逐渐水解产生游离脂肪酸,导致脂肪酸值升高,进而影响稻米的食用品质和加工性能。脂肪酸值是我国粮食行业衡量稻谷新陈度的关键指标,在粮食收购、储存、加工等环节具有重要的质量控制意义。

传统的脂肪酸值测定采用手工滴定法,依靠指示剂颜色变化判定终点,操作繁琐且易受人为因素影响。本方案依据《GB/T 5510-2024 粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定》中第二法(自动电位滴定仪法),采用自动电位滴定仪测定稻米中的脂肪酸值。该方法以 pH 预设终点滴定模式自动判定终点,具有操作简便、结果准确、重复性好的特点,适用于稻谷、糙米、大米等稻类谷物及其碾磨制品中脂肪酸值的快速、批量检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

HM-D 系列电位滴定仪 (D1-D4 任一型号,或 HM-DZF 脂肪酸值专用型);水相酸碱滴定专用复合 pH 电极;分析天平(感量 0.01 g);粉碎机(锤式旋风磨,具有风门可调节和自清理功能,避免磨膛发热);实验砬谷机(用于稻谷脱壳);振荡器(往返式,振幅 20 mm,频率 100 次/min);离心机(可选,离心加速度 2000 g 或 4000 g);具塞磨口锥形瓶(250 mL);具塞比色管(25 mL);滴定杯;移液管(50.0 mL、25.00 mL);量筒;短颈玻璃漏斗;快速定性滤纸等。



图 1: HM-D 系列电位滴定仪及前处理设备

2.2 试剂

无水乙醇(分析纯);95%乙醇(分析纯);氢氧化钾(分析纯);百里香酚蓝指示剂;0.5%百里香酚蓝指示剂(称取 0.5 g 百里香酚蓝,先用少量 95%乙醇溶解,再用 95%乙醇定容至 100 mL,密闭放置 24 h 后备用);不含二氧化碳的水(将水煮沸 10 min 左右,加盖冷却,

密闭存放)；0.2 mol/L 氢氧化钾标准储备溶液(按 GB/T 601 配制和标定，储存于聚乙烯塑料瓶中)；0.01 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液(移取 50.00 mL 0.2 mol/L 氢氧化钾标准储备溶液于 1000 mL 容量瓶中，用不含二氧化碳的水稀释至刻度，混匀，储存于聚乙烯塑料瓶中)。

3 实验方法

3.1 试样制备

稻谷脱壳：取混合均匀的稻谷适量，除去矿物质及大型杂质，用实验砻谷机脱壳，去净谷壳、稗粒、瘪谷等，得到净糙米。脱壳后的糙米应当天使用。

粉碎：取约 100 g 糙米(或大米、米粉等样品)，用粉碎机碾磨，使粉碎样品一次通过 CQ16 筛网的比例在 95%以上。将粉碎样品(含筛上、筛下全部)充分混合后装入密闭容器中备用。若样品为米粉等粉状制品，可直接分取约 80 g 备用。

水分测定：用同一粉碎样品，按 GB/T 5497 测定水分含量。



图 2：样品制备过程

3.2 试样前处理

称取制备好的试样约 10 g(精确至 0.01 g)于 250 mL 具塞磨口锥形瓶中，用移液管准确加入 50.0 mL 无水乙醇，盖塞，置振荡器上振荡提取。稻类谷物及其碾磨制品振荡 10 min，静置 1 min~2 min。

在短颈玻璃漏斗中放入折叠式快速定性滤纸过滤，弃去最初几滴滤液，收集滤液 25 mL 以上于 25 mL 具塞比色管中，作为待测液。也可将提取液转移至离心管中，以 2000 g 离心 5 min 或 4000 g 离心 3 min，取上清液作为待测液。



图 3：脂肪酸提取过程

3.3 电极准备

实验前, 用 pH 4.0、7.0、9.0 的标准缓冲液校正 pH 电极, 确保电极线性在 98%~102% 之间。电极状态良好后方可进行后续测定。

3.4 空白试验与终点 pH 设定

移取 25.00 mL 无水乙醇于滴定杯中, 加入 50.0 mL 水, 滴加 3 滴~5 滴 0.5% 百里香酚蓝指示剂, 作为空白液。

将滴定杯置于滴定仪上, 插入已校正的电极和滴定管 (确保电极玻璃泡和滴定管防扩散头完全浸没在液面下, 且不碰壁), 启动预设终点滴定模式。用 0.01 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液滴定空白液, 观察百里香酚蓝指示剂由黄色变为微蓝色 (30 s 不消退) 时的 pH 值, 记录此 pH 值作为预设终点 pH (一般在 9.15~9.45 之间)。同时记录空白试验消耗的氢氧化钾标准滴定溶液体积 V_0 。

3.5 样品测定步骤

移取 25.00 mL 试样提取液于滴定杯中, 加入 50.0 mL 水, 滴加 3 滴~5 滴 0.5% 百里香酚蓝指示剂 (用于监测终点, 但不作为判定依据)。将滴定杯置于滴定仪上, 插入电极和滴定管, 将 3.4 节确定的预设终点 pH 值输入滴定仪参数设置中。滴定仪自动用 0.01 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液滴定至预设终点 pH, 记录消耗的体积 V_1 。

每个样品滴定结束后, 用水充分冲洗电极和滴定管, 再进行下一个样品测定。



图 4: 样品三次平行测试

3.6 电位滴定仪参数设置

参数项	设置值	说明
滴定类型	酸碱	酸碱滴定
终点方法	预设	以空白滴定确定的值为准
滴定方式	动态	自动控制滴定速度
最小添加体积	0.005mL	精细控制
最大添加体积	0.1mL	滴定效率
推挤等待	1000ms	系统平衡, 数据稳定
突跃量	0.2	灵敏度调节

参数项	设置值	说明
预加滴定体积	0	未知样品, 避免偏差
搅拌速度	中速 (9~10)	混合均匀, 防气泡
预搅拌时间	15 s	体系均一性
电极类型	水相酸碱复合电极	酸碱反应体系

4 结果与讨论

4.1 计算公式

脂肪酸值以中和 100 g 干物质试样中游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数表示, 按下式计算:

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

式中:

S: 脂肪酸值, 单位为毫克每百克 (mg/100g)

V₁: 滴定试样液所耗氢氧化钾标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL)

V₀: 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)

56.1: 氢氧化钾的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)

50: 试样提取用无水乙醇的体积, 单位为毫升 (mL)

25: 用于滴定的试样提取液体积, 单位为毫升 (mL)

100: 换算为 100 g 干试样的质量系数

m: 试样质量, 单位为克 (g)

w: 试样水分质量分数, 即每 100 g 试样中含水分的质量, 单位为克 (g)

4.2 测试结果

样品名称	取样量 (g)	水分 (%)	V ₁ (mL)	V ₀ (mL)	脂肪酸值 (mg/100 g)	平均值 (mg/100 g)
稻谷样品-1	9.9973	11.4	1.218	0.245	12.35	12.15
稻谷样品-2	9.9960		1.251		12.71	
稻谷样品-3	9.9980		1.159		11.40	

注: 氢氧化钾标准滴定溶液浓度 c = 0.01002 mol/L。



图 5: 三次平行测定结果

4.3 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应大于 2.0 mg/100 g，符合 GB/T 5510-2024 标准要求。

5 方案特点与优势

5.1 方案合规性与权威性

标准完备: 严格遵循 GB/T 5510-2024《粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定》中第二法（自动电位滴定仪法），测定结果具有权威性和可比性。

限量明确: 脂肪酸值是粮食行业评价稻谷新陈度的核心指标，本方案为稻谷收购、储存、加工等环节的质量控制提供了可靠的技术支持。

5.2 针对稻米类样品的提取优势

提取方法标准: 采用国标规定的无水乙醇振荡提取法，针对稻类谷物设定 10 min 优化提取时间，确保游离脂肪酸提取完全。

适用性广泛: 本方法不仅适用于稻谷，也适用于糙米、大米、米粉等所有稻类谷物及其碾磨制品。

5.3 HM-D 系列仪器核心优势

终点判断客观: 以 pH 预设终点模式自动判定终点，彻底消除手工滴定中指示剂颜色判断的人为误差。

自动化程度高: 滴定过程由仪器自动控制，大幅提升检测效率，尤其适合批量样品分析。

数据可追溯: 完整记录滴定曲线与结果，满足质量管理体系对检测数据溯源性的要求。

HM-DZF 专用型号针对脂肪酸值测定进行了参数优化，预设终点 pH 自动匹配，操作更便捷。

5.4 关键操作要点

样品粉碎: 必须使用锤式旋风磨，避免磨膛发热导致脂肪酸值变化；粉碎后样品放置时间不应超过 2 h，应立即提取。

提取条件: 振荡频率、时间严格按标准执行（稻类 10 min），确保结果准确性和可比性。

温度控制: 实验环境温度应控制在 15~25℃，以保证滴定稳定性和电极响应性能。

电极维护: 每次实验前校正 pH 电极，保持电极清洁，测定后及时清洗。

提取液保存: 若未能及时滴定，应将分离后的提取液密闭放置于 4℃冰箱冷藏，放置时间不应超过 24 h。

6 结论

本方案为稻米中脂肪酸值的测定提供了从标准依据、样品前处理、仪器测定到结果计算的完整解决方案。方法严格遵循 GB/T 5510-2024 国家标准，结合 HM-D 系列电位滴定仪的自动化优势，能够准确、高效地评估稻谷及其制品的新鲜度和储藏品质，是粮食收储企业、质检机构及科研单位进行质量控制的可靠工具。

7 参考文献

- [1] GB/T 5510-2024 粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定[S].
- [2] GB/T 5497 粮食、油料检验 水分测定法[S].
- [3] GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备[S].

本文档为通用技术方案，具体仪器操作请参考对应仪器说明书。