

中华人民共和国国家标准

GB 5009.229—2025

食品安全国家标准 食品中酸价的测定

2025-03-16 发布

2025-09-16 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前　　言

本标准代替 GB 5009.229—2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》。

本标准与 GB 5009.229—2016 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的适用范围;
- 修改了称样量;
- 增加了第四法 分光光度法;
- 删除了原附录 B、附录 C、附录 D。

食品安全国家标准

食品中酸价的测定

1 范围

本标准规定了食品中酸价的测定方法。

第一、第二、第三法适用于食品[植脂奶油、粉末油脂、人造奶油、复合调味料(蛋黄酱、沙拉酱、油基辣椒酱、坚果与籽类的酱、火锅底料和其他半固体调味料)除外]中酸价的测定。

第四法适用于植脂奶油、粉末油脂、人造奶油、复合调味料(蛋黄酱、沙拉酱、油基辣椒酱、坚果与籽类的酱、火锅底料和其他半固体调味料)中酸价的测定。

第一法 冷溶剂指示剂滴定法

2 原理

根据酸碱中和反应的原理,用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和试样溶液中的游离脂肪酸,以酸碱指示剂确定滴定终点,根据标准滴定溶液的消耗量计算,计为试样的酸价。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 异丙醇(C_3H_8O)。
- 3.1.2 无水乙醚($C_4H_{10}O$)。
- 3.1.3 95%乙醇(C_2H_5OH)。
- 3.1.4 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$, CAS 号:77-09-8)。
- 3.1.5 百里香酚酞($C_{28}H_{30}O_4$, CAS 号:125-20-2)。
- 3.1.6 碱性蓝 6B($C_{37}H_{29}N_3O_3S$, CAS 号:1324-76-1)。
- 3.1.7 液氮(N_2):纯度 $>99.99\%$ 。
- 3.1.8 石油醚:沸程为 30 ℃~60 ℃。
- 3.1.9 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
- 3.1.10 氢氧化钾(KOH)。
- 3.1.11 氢氧化钠(NaOH)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 冷溶剂:将无水乙醚与异丙醇(或 95%乙醇)按 1:1 的体积比混合均匀。
- 3.2.2 酚酞指示剂(10 g/L):称取 1 g 酚酞,用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL。

3.2.3 百里香酚酞指示剂(20 g/L):称取 2 g 百里香酚酞,用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL。

3.2.4 碱性蓝 6B 指示剂(20 g/L):称取 2 g 碱性蓝 6B,用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 氢氧化钾标准滴定溶液(0.5 mol/L 和 0.1 mol/L):按照 GB/T 5009.1 的要求配制和标定,或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

3.3.2 氢氧化钾标准滴定溶液(0.05 mol/L):临用前,用氢氧化钾标准滴定溶液(0.5 mol/L 或 0.1 mol/L)稀释获得,或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

3.3.3 氢氧化钠标准滴定溶液(0.5 mol/L 和 0.1 mol/L):按照 GB/T 5009.1 或 GB/T 601 的要求配制和标定,或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

3.3.4 氢氧化钠标准滴定溶液(0.05 mol/L):临用前,用氢氧化钠标准滴定溶液(0.5 mol/L 或 0.1 mol/L)稀释获得,或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

4 仪器和设备

4.1 滴定管:容量 10 mL,最小分度值 0.05 mL。

4.2 滴定管:容量 25 mL 或 50 mL,最小分度值 0.1 mL。

4.3 天平:感量分别为 0.01 g、0.001 g。

4.4 食品粉碎机或捣碎机。

4.5 实验室榨油机:螺旋压榨、非加热式。

4.6 瓷研钵。

4.7 恒温水浴锅。

4.8 恒温鼓风干燥箱。

4.9 离心机:转速 $\geq 8\,000\text{ r/min}$ 。

4.10 旋转蒸发仪或等效的设备。

4.11 索氏抽提装置。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 动植物油脂、食用氢化油、起酥油、代可可脂

常温下,液态样品充分混匀后直接取样检测;固态(或半固态)样品取具有代表性的样品置于温水浴或恒温鼓风干燥箱内加热熔化,混匀后取油脂检测;若油脂试样有明显浑浊、乳化、分层或沉淀现象,应按附录 A 进行除杂和脱水处理。

5.1.2 植物油料、坚果与籽类食品

生干芝麻等易受脂肪酶影响的样品采用直接压榨法:取具有代表性的样品,使用实验室榨油机在常温下压榨,收集榨出物立即用滤纸过滤后取油脂进行测定。

其他样品采用索氏抽提法:带壳样品,先剥去外壳,保留可食部分。其中带绿色内膜的籽仁(如南瓜籽、瓜蒌籽等)还要去除籽仁表面黏附的绿色内膜(去除绿色内膜的方法:将去壳后的籽仁用实验室用水喷洒其表面,使其湿润后,搓去绿色内膜,再将去除干净绿色内膜的籽仁置于 50 °C 恒温鼓风干燥箱内烘 45 min 使其干燥)。将样品用食品粉碎机、捣碎机或瓷研钵充分粉碎,粉碎过程若试样明显发热,则应

加入适量的液氮,在冷冻状态下进行粉碎处理。样品制备好后,应立即将粉碎后的样品用滤纸筒装好后放入索氏抽提装置中,由抽提装置冷凝管上端加入无水乙醚或石油醚至瓶内容积的三分之二处,于水浴上加热抽提 4 h。回收提取液于烧瓶中,置于水浴温度不高于 40 ℃的旋转蒸发仪内,减压蒸干有机溶剂,残留物作为油脂试样进行酸价测定。

若残留物有明显浑浊、乳化、分层或沉淀,应按附录 A 进行除杂和脱水处理。

5.1.3 其他含油脂食品

取具有代表性样品的可食部分(含水分较多的样品可先用纱布将水沥干),用食品粉碎机、捣碎机或瓷研钵将样品充分粉碎(使样品中的游离脂肪能被石油醚充分提取),粉碎过程若试样明显发热,则应加入适量的液氮,在冷冻状态下进行粉碎处理。

将粉碎后的试样置于广口瓶中(含水分较多的样品可先加入适量无水硫酸钠脱水),加入 2 倍~3 倍样品体积的石油醚搅拌混合,密封后浸提 12 h 以上。搅拌后静置片刻,经装有无水硫酸钠的漏斗过滤,取滤液,在不高于 40 ℃的水浴中,用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚,残留物作为油脂试样进行酸价测定。

若残留物有明显浑浊、乳化、分层或沉淀,应按附录 A 进行除杂和脱水处理。

5.2 试样称量

根据试样估计的酸价,按照表 1 规定的称样量称取油脂试样,置于 250 mL 锥形瓶中。

表 1 油脂试样称样量及使用标准滴定溶液的浓度

估计的酸价/(mg/g)	试样的最小称样量/g	使用标准滴定溶液的浓度/(mol/L)	试样称重的精确度/g
0~1	20(动植物油脂) 5(动植物油脂除外)	0.05 或 0.1	0.001
1~4	10(动植物油脂) 5(动植物油脂除外)	0.05 或 0.1	0.001
4~15	2.5	0.1	0.001
15~75	0.5~3.0	0.1 或 0.5	0.001
>75	0.2~1.0	0.5	0.001

5.3 试样测定

在称取的油脂试样中加入 50 mL~100 mL 冷溶剂,轻轻振摇试样至完全溶解,加入 3 滴~4 滴酚酞指示剂,立即用表 1 规定浓度的氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定,直至溶液出现微红色,且 15 s 不褪色为终点。同时进行空白试验(若试样测定前先用标准滴定溶液将冷溶剂调至中性,则 $V_0=0$ mL)。

注:当油脂试样的颜色影响终点判断时,可用百里香酚酞指示剂或碱性蓝 6B 指示剂替代酚酞指示剂。使用百里香酚酞指示剂时,溶液颜色变为蓝色即为滴定终点;使用碱性蓝 6B 指示剂时,溶液颜色由蓝色褪去,微红色出现即为滴定终点;米糠油(稻米油)、含米糠油(稻米油)的油脂及油脂制品的酸价测定采用碱性蓝 6B 指示剂。

6 分析结果的表述

试样中酸价(以 KOH 计)按公式(1)计算:

式中：

X ——酸价,单位为毫克每克(mg/g);

V ——滴定试样溶液所消耗的标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——所用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);

m ——油脂试样的质量,单位为克(g)。

酸价 $\leq 1 \text{ mg/g}$ 时,计算结果保留2位小数;1 $\text{mg/g} <$ 酸价 $\leq 100 \text{ mg/g}$ 时,计算结果保留1位小数;酸价 $>100 \text{ mg/g}$ 时,计算结果保留至整数位。

7 精密度

当酸价 $\leqslant 1 \text{ mg/g}$ 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%;当酸价 $>1 \text{ mg/g}$ 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的12%。

第二法 冷溶剂自动电位滴定法

8 原理

根据酸碱中和反应的原理,用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和试样溶液中的游离脂肪酸,以中和反应所引起的“pH突跃”确定滴定终点,根据标准滴定溶液的消耗量计算,计为试样的酸价。

9 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

9.1 试剂

- 9.1.1 异丙醇(C_3H_8O)。
 - 9.1.2 无水乙醚($C_4H_{10}O$)。
 - 9.1.3 95%乙醇(C_2H_5OH)。
 - 9.1.4 液氮(N_2):纯度>99.99%。
 - 9.1.5 石油醚:沸程为 30 ℃~60 ℃。
 - 9.1.6 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
 - 9.1.7 氢氧化钾(KOH)。
 - 9.1.8 氢氧化钠(NaOH)。

9.2 试剂配制

冷溶剂：将无水乙醚与异丙醇（或 95% 乙醇）按 1 : 1 的体积比混合均匀。

9.3 标准溶液配制

同 3.3。

10 仪器和设备

10.1 自动电位滴定仪:具备自动 pH 电极校正功能、动态滴定模式功能;由微机控制,能实时自动绘制和记录滴定时的 pH-滴定体积实时变化曲线及相应的一阶微分曲线;滴定精度 0.01 mL/滴,电信号测量精度 0.1 mV;滴定口配备防扩散头。

10.2 非水相酸碱滴定专用复合 pH 电极:采用 Ag/AgCl 内参比电极,具有移动套管式隔膜和电磁屏蔽功能。

10.3 磁力搅拌器或具有搅拌功能的装置。

其余同 4.3~4.11。

11 分析步骤

11.1 试样制备

同 5.1。

11.2 试样称量

根据试样估计的酸价,按照表 1 规定的称样量称取油脂试样,置于 200 mL 烧杯中。

11.3 试样测定

在称取的油脂试样中加入 50 mL~100 mL 冷溶剂,再加入 1 颗聚四氟乙烯磁力搅拌子,将试样置于磁力搅拌器上搅拌溶解。然后,将已连接在自动电位滴定仪上的电极和滴定管插入试样溶液中,注意应将电极的玻璃球泡和滴定管的防扩散头完全浸没在样品溶液的液面以下,避免碰到烧杯内壁。启动自动电位滴定仪,用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

自动电位滴定仪的参考条件如下。

——最小加液体积:0.01 mL~0.06 mL。

——最大加液体积:0.1 mL~0.5 mL。

——信号漂移:20 mV~30 mV。

——启动自动监控功能,实时自动绘制相应的 pH-滴定体积变化曲线及对应的一阶微分曲线,如附录 B 所示。

——终点判定方法:以游离脂肪酸发生中和反应时,其产生的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线上的“pH 突跃”导致的一阶微分曲线的峰顶点所指示的点为滴定终点(如附录 B 中图 B.1 所示)。过了滴定终点后自动电位滴定仪会自动停止滴定,滴定结束,并自动显示消耗的标准滴定溶液的体积。若在滴定过程中,出现多次“pH 突跃”的油脂试样(如米糠油等),则以“突跃”起点的 pH 最符合或接近于 pH 7.5~9.5 范围的“pH 突跃”作为滴定终点(如图 B.2 所示);若产生“直接突跃”型 pH-滴定体积变化曲线,则直接以对应的一阶微分曲线的顶点为滴定终点(如图 B.3 所示);若在一个“pH 突跃”上产生多个一阶微分峰,则以最高峰作为滴定终点(如图 B.4 所示)。

每个试样滴定结束后,电极、滴定管和搅拌子应先用溶剂冲洗,再用水冲洗后方可进行下一个试样的测定,同时做空白试验。

12 分析结果的表述

同第 6 章。

13 精密度

同第 7 章。

第三法 热乙醇指示剂滴定法

14 原理

根据酸碱中和反应的原理,用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和试样溶液中的游离脂肪酸,以酸碱指示剂确定滴定终点,根据标准滴定溶液的消耗量计算,计为试样的酸价。

15 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

15.1 试剂

- 15.1.1 95% 乙醇(C_2H_5OH)。
- 15.1.2 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$, CAS 号:77-09-8)。
- 15.1.3 百里香酚酞($C_{28}H_{30}O_4$, CAS 号:125-20-2)。
- 15.1.4 碱性蓝 6B($C_{37}H_{29}N_3O_3S$, CAS 号:1324-76-1)。
- 15.1.5 液氮(N_2):纯度>99.99%。
- 15.1.6 石油醚:沸程为 30 °C~60 °C。
- 15.1.7 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
- 15.1.8 氢氧化钾(KOH)。
- 15.1.9 氢氧化钠(NaOH)。

15.2 试剂配制

- 15.2.1 酚酞指示剂(10 g/L):称取 1 g 酚酞,用 95% 乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 15.2.2 百里香酚酞指示剂(20 g/L):称取 2 g 百里香酚酞,用 95% 乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 15.2.3 碱性蓝 6B 指示剂(20 g/L):称取 2 g 碱性蓝 6B,用 95% 乙醇溶解并稀释至 100 mL。

15.3 标准溶液配制

同 3.3。

16 仪器和设备

同第 4 章。

17 分析步骤

17.1 试样制备

同 5.1。

17.2 试样称量

同 5.2。

17.3 试样测定

另取一个 250 mL 锥形瓶,加入 50 mL~100 mL 95% 乙醇,再加入 0.5 mL~1 mL 酚酞指示剂,摇匀后置于水浴中加热至微沸。取出该锥形瓶,趁乙醇溶液的温度还在 70 ℃以上时,用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色,且 15 s 不褪色。将该溶液趁热倒入装有试样的锥形瓶中,然后置于水浴中加热至微沸,轻轻振摇试样至完全熔化。取出该锥形瓶,趁溶液的温度还在 70 ℃以上时,用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色,且 15 s 不褪色为滴定终点。本方法无须再进行空白试验,取 $V_0=0$ mL。

注:当油脂试样的颜色影响终点判断时,可用百里香酚酞指示剂或碱性蓝 6B 指示剂替代酚酞指示剂。使用百里香酚酞指示剂时,溶液颜色变为蓝色即为滴定终点;使用碱性蓝 6B 指示剂时,溶液颜色由蓝色褪去,微红色出现即为滴定终点;米糠油(稻米油)、含米糠油(稻米油)的油脂及油脂制品的酸价测定采用碱性蓝 6B 指示剂。

18 分析结果的表述

同第 6 章。

19 精密度

同第 7 章。

第四法 分光光度法

20 原理

油脂试样用环己烷溶解,游离脂肪酸与铜离子形成蓝色的络合物,在 710 nm 处有特征吸收峰,且在一定测量范围内,其吸光度与游离脂肪酸含量成正比,以油酸标准曲线对游离脂肪酸进行定量,换算为试样的酸价。

21 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

21.1 试剂

21.1.1 环己烷(C_6H_{12})。

- 21.1.2 吡啶(C_5H_5N)。
- 21.1.3 一水合乙酸铜[$Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$]。
- 21.1.4 异丙醇(C_3H_8O)。
- 21.1.5 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
- 21.1.6 石油醚:沸程为 $30\text{ }^\circ C \sim 60\text{ }^\circ C$ 。
- 21.1.7 甲基叔丁基醚($C_5H_{12}O$)。
- 21.1.8 液氮(N_2):纯度 $>99.99\%$ 。

21.2 试剂配制

- 21.2.1 乙酸铜溶液(50 g/L):称取 25 g(精确至 0.001 g)一水合乙酸铜,加入 450 mL 水搅拌至完全溶解,用吡啶调节溶液 pH 至 6.10~6.20,最后用水定容至 500 mL。
- 21.2.2 环己烷-异丙醇溶液(98+2):将环己烷与异丙醇按 98 : 2 的体积比混合均匀。
- 21.2.3 石油醚-甲基叔丁基醚溶液(1+3):将石油醚与甲基叔丁基醚按 1 : 3 的体积比混合均匀。

21.3 标准品

油酸标准品($C_{18}H_{34}O_2$, CAS 号: 112-80-1):纯度 $\geq 98\%$, 经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

21.4 标准溶液配制

- 21.4.1 油酸标准储备液(10 mg/mL):准确称取 1 g(精确至 0.000 1 g)油酸标准品,用适量环己烷溶解后,转移至 100 mL 棕色容量瓶中,并用环己烷定容。于 $2\text{ }^\circ C \sim 8\text{ }^\circ C$ 下避光保存,有效期 3 个月。
- 21.4.2 油酸标准系列工作液:分别移取不同体积的油酸标准储备液,用环己烷将其稀释成质量浓度为 0.0 mg/mL、0.1 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、3.0 mg/mL 和 5.0 mg/mL 的油酸标准工作溶液,临用现配。

21.5 材料

- 21.5.1 10 mL 具塞刻度试管。
- 21.5.2 15 mL 离心管。
- 21.5.3 50 mL 离心管。
- 21.5.4 $0.22\text{ }\mu m$ 或 $0.45\text{ }\mu m$ 尼龙滤膜。
- 21.5.5 固相萃取柱(硅胶)或等效净化柱:6 mL,500 mg。

22 仪器和设备

- 22.1 天平:感量分别为 0.001 g、0.000 1 g。
- 22.2 分光光度计:配备 1 cm 比色皿,最大检测波长不低于 800 nm。
- 22.3 涡旋振荡混合器:转速 $\geq 3\,000\text{ r/min}$ 。
- 22.4 离心机:转速 $\geq 8\,000\text{ r/min}$ 。
- 22.5 pH 计。
- 22.6 固相萃取装置:配隔膜真空泵。
- 22.7 旋转蒸发仪或等效的设备。
- 22.8 恒温水浴锅。
- 22.9 恒温鼓风干燥箱。
- 22.10 食品粉碎机或捣碎机。

22.11 瓷研钵。

23 分析步骤

23.1 油脂试样提取

23.1.1 植脂奶油、人造奶油

取具有代表性的样品于广口瓶中,加入适量无水硫酸钠充分搅拌脱水,再加入样品体积2倍~5倍的石油醚充分搅拌(可置于不高于40℃的水浴内加热并搅拌),然后静置使混合液分层,将上清液转移至烧瓶中,置于水浴温度不高于40℃的旋转蒸发仪内,减压蒸干有机溶剂,残留物作为油脂试样进行酸价测定。

若样品难以溶解在石油醚中,可用石油醚-甲基叔丁基醚溶液(1+3)替代石油醚。

若残留物有明显浑浊、乳化、分层或沉淀,应按附录A进行除杂和脱水处理。

23.1.2 粉末油脂

取具有代表性的样品于烧杯中,加入适量水并搅拌成糊状,再加入适量异丙醇继续搅拌,直至样品状态为糊状且不黏稠,加入约2倍样品体积的石油醚搅拌均匀,然后静置使混合液分层,将上清液转移至分液漏斗中,加入与石油醚等体积的水,充分振摇后静置,弃去下层溶液,然后将上清液经加有无水硫酸钠的漏斗进行过滤,将滤液转移至烧瓶中,置于水浴温度不高于40℃的旋转蒸发仪内,减压蒸干有机溶剂,残留物作为油脂试样进行酸价测定。

若残留物有明显浑浊、乳化、分层或沉淀,应按附录A进行除杂和脱水处理。

23.1.3 复合调味料(蛋黄酱、沙拉酱、油基辣椒酱、坚果与籽类的酱、火锅底料和其他半固体调味料)

取具有代表性样品的可食部分(含水分较多的样品可先用纱布将水沥干),用食品粉碎机、捣碎机或瓷研钵将样品充分粉碎(使样品中的游离脂肪能被石油醚充分提取),粉碎过程若试样明显发热,则应加入适量的液氮,在冷冻状态下进行粉碎处理。

将粉碎后的试样置于广口瓶中(含水分较多的样品可先加入适量无水硫酸钠脱水),加入2倍~3倍样品体积的石油醚搅拌混合,密封后静置浸提12 h以上。搅拌后静置片刻,经装有无水硫酸钠的漏斗过滤,取滤液,在不高于40℃的水浴中,用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚,残留物作为油脂试样进行酸价测定。

若残留物有明显浑浊、乳化、分层或沉淀,应按附录A进行除杂和脱水处理。

23.2 油脂试样净化

为排除可能存在的硬脂酰乳酸盐类乳化剂干扰,需先按照以下步骤对试样进行净化。

用10 mL环己烷-异丙醇溶液(98+2)冲洗湿润固相萃取柱,并连接在固相萃取装置上备用。

称取1 g(精确至0.001 g)油脂试样于15 mL离心管中,加入4 mL环己烷-异丙醇溶液(98+2)溶解(若油脂样品凝固,应先置于温水浴中充分溶解,然后冷却至室温),将全部试样溶液转移至固相萃取柱,打开真空泵并调节流速,以1滴/s~2滴/s的速度过柱,收集流出液,然后再用6 mL环己烷-异丙醇溶液(98+2)冲洗离心管并过柱,合并流出液,转移至烧瓶中,用旋转蒸发仪60℃减压蒸干有机溶剂,残留物作为净化后的油脂试样,按23.3进行处理。

23.3 油脂试样溶液的制备

23.3.1 液态油脂的试样溶液制备

称取 1 g(精确至 0.001 g)液态油脂试样于 10 mL 具塞刻度试管中,用环己烷溶解并定容至 5 mL,然后全部转移至 50 mL 离心管中,加入 3 mL~5 mL 水,加盖密封后,于涡旋振荡混合器上充分振荡混合 40 s~60 s,静置分层(或用离心机离心分层),取上层溶液按 23.4.2 步骤测定。

23.3.2 固态(半固态)油脂的试样溶液制备

将固态(或半固态)油脂试样置于温水浴或恒温鼓风干燥箱内加热熔化,混匀后称取1 g(精确至0.001 g)油脂试样于10 mL具塞刻度试管中,用环己烷溶解并定容至10 mL,然后全部转移至50 mL离心管中,加入3 mL~5 mL水,加盖密封后,于涡旋振荡混合器上充分振荡混合40 s~60 s,静置分层(或用离心机离心分层),取上层溶液按23.4.2步骤测定。

23.4 测定

23.4.1 标准曲线的制作

取 6 支 50 mL 离心管, 分别加入 5 mL 质量浓度为 0.0 mg/mL、0.1 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、3.0 mg/mL 和 5.0 mg/mL 的油酸标准工作液, 各加入 2 mL 的乙酸铜溶液, 加盖后置于涡旋振荡混合器上振荡混合 30 s, 然后静置使溶液分层, 取上层清液经滤膜过滤后, 用 1 cm 比色皿, 以质量浓度为 0.0 mg/mL 的油酸标准工作液为参比, 于波长 710 nm 处测量吸光度, 绘制标准曲线。

23.4.2 试样的测定

取 4 mL~5 mL 油脂试样溶液(23.3)于 50 mL 离心管中,加入 2 mL 乙酸铜溶液,加盖后置于涡旋振荡混合器上振荡混合 30 s,然后静置使溶液分层(若出现乳化现象,用离心机使溶液分层),取上层清液经滤膜过滤,用 1 cm 比色皿,以质量浓度为 0.0 mg/mL 的油酸标准工作液为参比,于波长 710 nm 处测量吸光度,根据标准曲线得到试样溶液中总游离脂肪酸浓度(以油酸计),换算为试样的价酸。

若油脂试样溶液的色泽较深,应取等量油脂试样进行空白试验(除了不加乙酸铜溶液,其余操作与试样的测定步骤相同),试样溶液上机结果扣除空白试验后得到总游离脂肪酸浓度(以油酸计),换算为试样的酸价。

24 分析结果的表述

试样中的酸价(以 KOH 计)按公式(2)计算:

式中：

X —— 酸价, 单位为毫克每克(mg/g);

ρ ——由标准曲线得到的试样溶液中总游离脂肪酸质量浓度(以油酸计),单位为毫克每毫升(mg/mL);

V —— 油脂试样溶液的定容体积, 单位为毫升(mL);

56.1 ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——油脂试样的取样量,单位为克(g);

282.46——油酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示。酸价 $\leqslant 1 \text{ mg/g}$ 时,计算结果保留2位小数; $1 \text{ mg/g} < \text{酸价} \leqslant 100 \text{ mg/g}$ 时,计算结果保留1位小数;酸价 $>100 \text{ mg/g}$ 时,计算结果保留至整数位。

25 精密度

当酸价 $\leqslant 1 \text{ mg/g}$ 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%;当酸价 $>1 \text{ mg/g}$ 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的12%。

26 其他

当液态油脂试样称样量为1 g,定容体积为5 mL时,本方法定量限为0.1 mg/g;固态(或半固态)油脂试样称样量为1 g,定容体积为10 mL时,本方法定量限为0.2 mg/g。

附录 A

油脂试样的除杂和干燥脱水

A.1 油脂试样的除杂

油脂试样出现明显浑浊、乳化、分层或沉淀，则应进行除杂处理。先将油脂试样置于 50 ℃的水浴或恒温干燥箱内，将油脂的温度加热至 50 ℃并充分振摇熔化可能的油脂结晶。若此时油脂样品变为澄清、无沉淀，则可作为试样，否则应趁热用滤纸过滤不溶性杂质，取滤液作为试样，过滤过程应尽快完成。

若油脂样品中的杂质含量较高，且颗粒细小难以过滤干净，可先将油脂样品用离心机以 8 000 r/min 的转速离心 10 min～20 min，去除杂质。

对于凝固点高于 50 ℃或含有凝固点高于 50 ℃油脂成分的样品，则应将油脂置于比其凝固点高 10 ℃左右的水浴或恒温干燥箱内，将油脂加热并充分振摇熔化油脂结晶。若还需过滤，则将油脂置于比其凝固点高 10 ℃左右的恒温干燥箱内，用滤纸过滤不溶性的杂质，取过滤后的澄清液体油脂作为试样，过滤过程应尽快完成。

A.2 油脂试样的干燥脱水

若油脂试样中含有水分，通过 A.1 的处理后仍旧无法达到澄清，应进行干燥脱水。对于无结晶或凝固现象的油脂试样，以及经过 A.1 的处理并冷却至室温后无结晶或凝固现象的油脂试样，可按每 10 g 油脂试样添加 1 g～2 g 的比例加入无水硫酸钠，并充分搅拌混合，然后用滤纸过滤，取过滤后的澄清液体油脂作为试样。

若油脂样品中的水分含量较高，可先将油脂样品用离心机以 8 000 r/min 的转速离心 10 min～20 min，分层后，取上层的油脂试样用无水硫酸钠吸附脱水。

对于室温下有结晶或凝固现象的油脂试样，以及经过 A.1 的处理并冷却至室温后有明显结晶或凝固现象的油脂试样，可将油脂试样用适量的石油醚，于 40 ℃～55 ℃水浴内完全溶解后，加入适量无水硫酸钠，在维持加热条件下充分搅拌混合，静置后收集上清液，置于水浴温度不高于 40 ℃的旋转蒸发仪内，减压蒸干，取残留的液体油脂作为试样。

对于由于凝固点过高而无法溶解于石油醚的油脂试样，则将试样置于比其凝固点高 10 ℃左右的水浴或恒温干燥箱内，加热并充分振摇熔化，然后加入适量无水硫酸钠，在同样的温度环境下，充分搅拌混合，然后趁热过滤，取过滤后的澄清液体油脂作为试样。

附录 B

自动电位滴定法的滴定终点判定示意图

B.1 典型“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线见图 B.1。

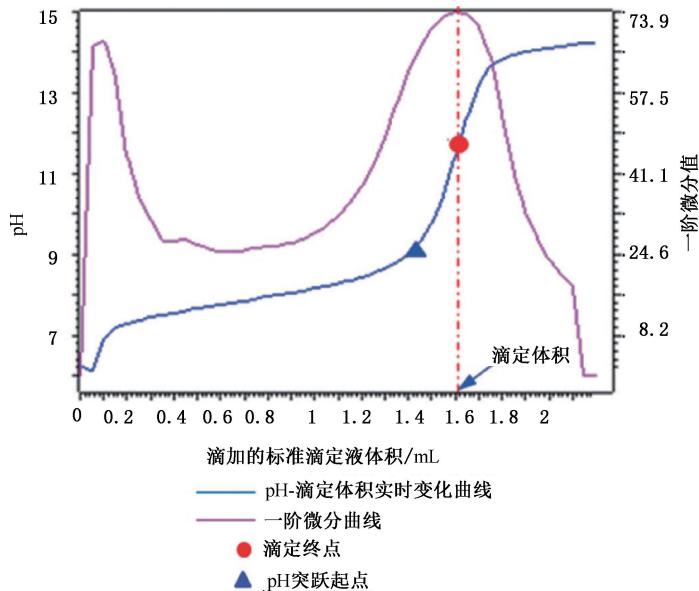


图 B.1 典型“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线

B.2 多次“pH 突跃”的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线见图 B.2。

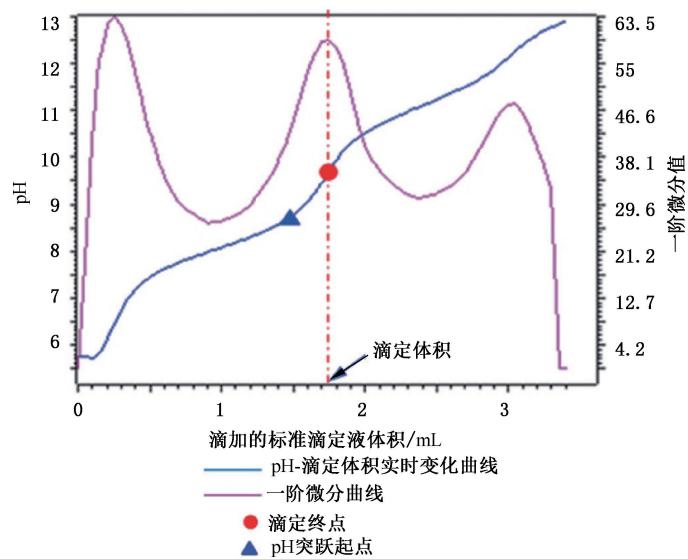


图 B.2 多次“pH 突跃”的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线

B.3 “直接突跃”型 pH-滴定体积实时变化曲线见图 B.3。

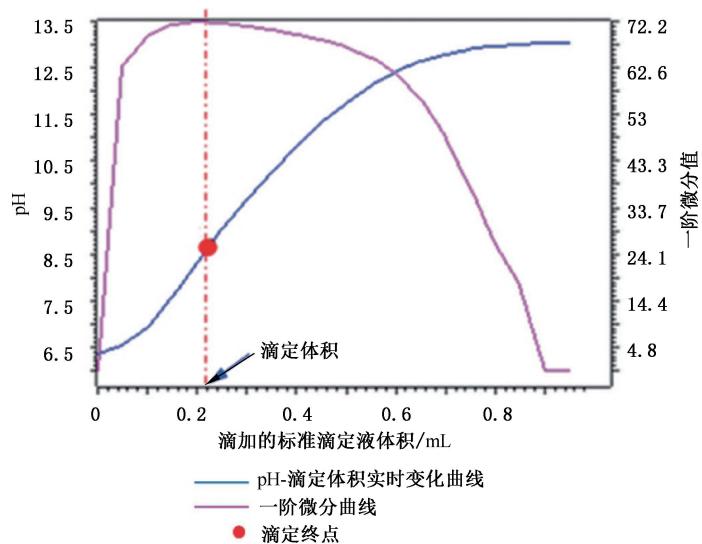


图 B.3 “直接突跃”型 pH-滴定体积实时变化曲线

B.4 “pH 突跃”中多个一阶微分峰的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线见图 B.4。

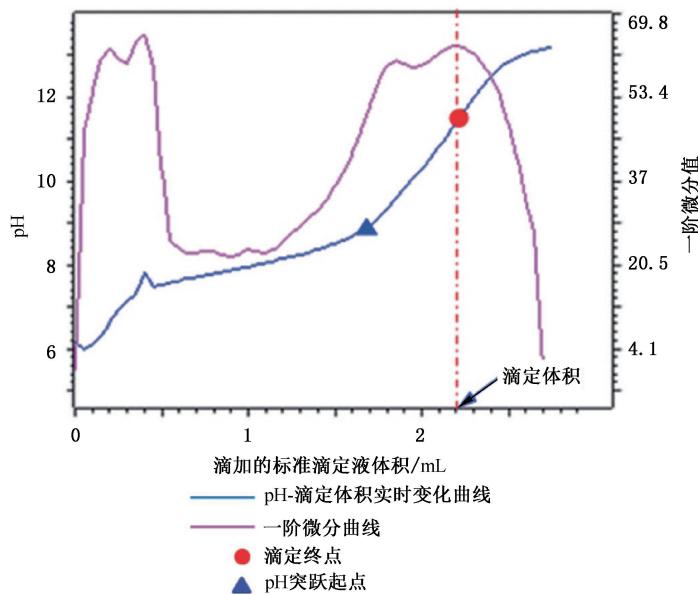


图 B.4 “pH 突跃”中多个一阶微分峰的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线