

基层实验室检测大豆粗脂肪酸值方法优化

王一荣, 吴新连, 黄镇源, 许铎峰, 张昱泉
中储粮广州质检中心有限公司, 广东 广州 510800
DOI: 10.61369/EAE.2025010009

摘 要 : 粗脂肪酸值是判断大豆储存品质的重要指标, 然而检测步骤繁琐, 耗时较长。本文通过通过对称样量、使用的滴定液浓度等方面进行探索, 结果表明, 称样量和滴定溶液浓度均能影响大豆粗脂肪酸值的检测。当称样量为2g, 滴定液浓度为0.02mol/L时, 检测结果与国标法相比差异较小, 且可提高检测效率, 大大方便检验员检测。

关 键 词 : 大豆; 粗脂肪酸值; 方法优化

Optimization of Method for Detecting Crude Fatty Acid Value of Soybeans in Grassroots Laboratories

Wang Yirong, Wu Xinlian, Huang Zhenyuan, Xu Duofeng, Zhang Yuquan
China Grain Reserves Corporation Guangzhou Quality Inspection Center Co., Ltd. Guangzhou, Guangdong 510800

Abstract : The crude fatty acid value is an important indicator for judging the storage quality of soybeans, but the detection steps are cumbersome and time-consuming. This article explores through aspects such as symmetrical sample size and the concentration of the titrant used. The results show that both the sample size and the concentration of the titrant can affect the detection of soybean crude fatty acid value. When the sample size is 2g and the titrant concentration is 0.02mol/L, the difference between the detection results and the national standard method is small, and it can improve the detection efficiency, greatly facilitating the inspector's detection.

Keywords : soybean; crude fatty acid value; method optimization

引言

大豆是中国重要粮食作物之一^[1], 已有五千年栽培历史, 是我国的主要粮食作物。大豆种子含有丰富植物蛋白质和脂肪, 并含有多
种氨基酸^[2], 尤其是人体不能合成的必需氨基酸成分比较平衡, 故有“植物肉”的美称。

大豆营养成分丰富, 在储存期间由于受到微生物、酶等作用, 或被空气中的氧所氧化, 会发生氧化酸败和水解酸败, 造成大豆粗
脂肪酸值增加^[3]。大豆粗脂肪酸值与大豆储藏品质有很好的相关性, 因而我国将其作为储粮劣变指标, 判断大豆的储存品质。在 GB/T
31785-2015中规定: 当粗脂肪酸值 $\leq 3.5\text{mgKOH/g}$ 时, 判定为宜存; 粗脂肪酸值 $\leq 5\text{mgKOH/g}$ 时, 判定为轻度不宜存; 粗脂肪酸值
 $> 5\text{mgKOH/g}$ 时, 判定为重度不宜存^[4]。

按照 GB/T 31785-2015 要求, 大豆粗脂肪酸值应先按 GB/T 14488.1-2008 提取, 再按照 GB 5009.229 进行检测。GB 5009.229
中规定了三种检测方法, 即第一法冷溶剂指示剂滴定法、第二法冷溶剂自动电位滴定法、第三法热乙醇指示剂滴定法和第四法分光光度
法。GB 5009.229-2025 将于 2025 年 9 月 16 日实施, 与 GB 5009.229-2016 相比, GB 5009.229-2025 第一法、第二法和第三法适用范
围完全一致, 因此, 选择适合的检测方法可以大大提高检测效率。四种方法中, 第一法、第二法所需试剂为无水乙醚和异丙醇, 其中无
水乙醚是易制毒试剂, 管理严格、试剂申购保管手续负杂, 且毒性较大, 不适用于基层实验室检测。第三法所用试剂为乙醇, 试剂管理
相对简单, 且毒性较低。因此, 在实际使用过程中, 热乙醇法检测大豆粗脂肪酸值更加便捷, 更适用于基层实验室检测。

然而, 国标法检测酸值所需油样用量较大, 酸值在 (0-1) mg/g 时的最小称样量为 20g, 酸值在 (1-4) mg/g 时的最小称样量为
10g。目前常用的索氏抽提方法提取粗脂肪耗时较长, 且一次提取量有限, 单次提取较难满足国标要求。本实验选用不同的滴定方法,
饼通过对最小称样量、使用的滴定液浓度等方面进行探索, 针对基层实验室实际情况, 进一步优化大豆粗脂肪酸值检测流程, 提高检测
效率, 降低检测成本。

一、材料与方法

（一）原料

所用原料均为美国产高油大豆，预估酸值为0mg/g-4mg/g。

（二）试剂及材料

石油醚，沸点为30℃-60℃；KOH-95%乙醇滴定液，0.1mol/L、0.05mol/L、0.02mol/L；无水乙醇，分析纯；酚酞指示剂，10g/L；乙醚，分析纯；异丙醇，分析纯；滤纸筒、脱脂棉。

（三）仪器

分析天平，感量0.01g及0.0001g；锤式旋风磨；加热板；水浴锅；索氏抽提器；全自动索氏抽提仪；电热鼓风干燥箱；微量滴定管，10mL，最小刻度0.02mL；量筒，50mL。

（四）样品准备

将样品缩分至100g左右，使用锤式旋风磨将样品粉碎，混匀，装入样品袋备用。

（五）试样处理

1.粗脂肪的制备。参照 GB/T 14488.1-2008《植物油料 含油量测定》，用全自动索氏抽提仪提取粗脂肪。

2.无水乙醇的准备。量取所需无水乙醇，每100mL加入酚酞0.5mL，置于电热板上加热至微沸。趁热用滴定液对无水乙醇滴定至微红色，且15s内无明显褪色时，乙醇酸性被中和。将溶液置于电热板上保持微沸，备用。

3.冷溶剂法滴定酸值。称取制备好的油样（m），精确至0.01g，加入乙醚-异丙醇混合液50mL和3滴-4滴的酚酞指示剂，充分振摇溶解试样。用KOH标准滴定液滴定，当出现微红色，且15s不褪色时，为滴定的中点，立刻停止滴定，记录滴定所消耗的毫升数V。

用50mL乙醚-异丙醇混合液，加入3-4滴酚酞指示剂，重复上述步骤，记录滴定所消耗的毫升数V₀。

4.热乙醇法滴定酸值。称取制备好的油样（m），精确至0.01g，加入保持微沸的无水乙醇50mL，用KOH标准滴定液趁热滴定。当出现微红色，且15s不褪色时，为滴定的中点，立刻停止滴定，记录滴定所消耗的毫升数V。

热乙醇指示剂滴定法无需进行空白试验。

（六）结果表示

1.粗脂肪酸值。按下式计算：

$$X=56.1 \times c \times (V-V_0) / m$$

式中，X为酸值(mg/g)；V为油样消耗KOH标准滴定液的体积(mL)；V₀为相应的空白测定所消耗的标准滴定溶液的体积(mL)；c为KOH标准滴定溶液的浓度(mol/L)；m为油样的称样量(g)；56.1为KOH的摩尔质量(g/mol)。

当酸值≤1mg/g，计算结果保留2位小数；1mg/g<酸值≤100mg/g，计算结果保留1位小数；酸值>100mg/g，计算结果保留整数。

2.精密度。根据GB 5009.229精密度要求：当酸值<1mg/g，在重复条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算

数平均值的15%；当酸值≥1mg/g，在重复条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的12%^[3]。

二、结果与分析

（一）不同检测方法对大豆油酸值的影响

选取大豆油样4个，用GB 5009.229中第一法和第三法检测大豆油的酸值，探究不同检测方法对大豆油酸值的影响。

表1 不同滴定方法酸值结果

序号	1	2	3	4	5
第一法 冷溶剂法 / (mg/g)	0.68	1.9	2.7	3.5	4.6
第三法 热乙醇法 / (mg/g)	0.59	1.7	2.5	3.3	4.3
绝对差值 /%	0.09	0.1	0.2	0.2	0.3
相对相差 /%	14.1	11.1	7.7	5.9	6.7

表1可知，与冷溶剂法相比，热乙醇法检测大豆油酸值结果较低，但相对相差满足GB 5009.229要求，热乙醇法与冷溶剂法检测大豆粗脂肪酸值无显著性差别。

（二）称样量对热乙醇法检测粗脂肪酸值的影响

选取粗脂肪酸值大于1mg/g的大豆油样4个，分别称取2g、5g、10g油样，用0.1mol/L的KOH-95%乙醇滴定液对大豆粗脂肪酸值进行检测，探究称样量对酸值的影响。检测结果见表2。

表2 不同称样量酸值结果

称样量 /g	酸值 / (mg/g)			
	1	2	3	4
10	1.7	2.5	3.3	4.3
5	1.6	2.4	3.2	4.3
2	1.3	2.1	2.9	4.0

表2可得，随着称样量的减少，同一样品的粗脂肪酸值逐渐减少，且酸值含量越低，受到的影响越大。这可能是由于称样量的减少，滴定液消耗逐渐减少，滴定过程变短。同时，由于滴定过程中褪色较快，较多的称样量褪色较慢，称样量减少可能导致滴定终点较快到达，检测结果偏低。

（三）滴定液浓度对热乙醇法检测酸值的影响

称取10g油样，分别用0.02mol/L、0.05mol/L、0.1mol/L的KOH-95%乙醇滴定液对大豆粗脂肪酸值进行检测，探究滴定液浓度对酸值的影响。检测结果见表3。

表3 不同滴定液浓度粗脂肪酸值结果

滴定液浓度 / (mol/L)	酸值 / (mg/g)			
	1	2	3	4
0.1	1.7	2.5	3.3	4.3
0.05	1.9	2.6	3.5	4.6
0.02	2.0	2.9	4.0	5.1

表3可得，随着滴定液浓度的减少，同一样品的粗脂肪酸值逐渐增加，且酸值含量越高，受到的影响越大。这可能是由于滴定液浓度的降低，滴定液消耗量较大，滴定过程变长，导致滴定终点延迟，检测结果偏高。

（四）热乙醇法检测粗脂肪酸值方法优化

根据（一）和（二）可以得出，称样量和滴定液浓度对滴定

液消耗量均有不同程度的影响，从而导致滴定过程发生变化，使得检测结果产生偏离。为保证滴定液消耗量基本一致，采用称样量和滴定液同步减少的方式，对上述大豆样品粗脂肪酸值进行检测，优化大豆粗脂肪酸值的检测方法，检测结果见表4。

表4 方法优化后粗脂肪酸值结果

称样量 /g	10	2	相对相差 /%
滴定液浓度 / (mol/L)	0.1	0.02	
1	0.44	0.39	12.0
2	0.59	0.53	10.7
3	0.83	0.73	12.8
4	1.3	1.2	8.0
5	1.5	1.6	6.5
6	1.7	1.6	6.1
7	2.2	2.2	0.0
8	2.5	2.3	8.0
9	2.7	2.9	7.1
10	3.3	3.2	3.1
11	3.4	3.2	6.0
12	3.7	3.9	5.3
13	4.3	4.1	4.8
14	4.5	4.4	2.2
15	4.9	4.8	2.1

表4可得，同步减小油样质量和滴定液浓度后，酸值检测结果略小于国标法检测结果，但整体差异不大。采用2g油样，用0.02mol/L的 KOH-95%乙醇滴定液检测大豆粗脂肪酸值，与国标法要求的10g油样，用0.1mol/L的 KOH-95%乙醇滴定液检测相比，检测结果相近，符合国标规定的精密度要求。因此，可以采用称量2g油样，使用0.02mol/L浓度滴定液的方法检测大豆粗脂肪酸值。

三、基层实验室检测大豆粗脂肪酸值方法优化

作为大豆储存品质指标，在大豆入库过程中需定期开展粗脂肪酸值的检测，确保入库大豆符合国标 GB/T 31785的宜存要求。然而，日常检测过程中，如何高效检测大豆粗脂肪酸值长期困扰着检验员。

（一）大豆脂肪含量与粗脂肪酸值检测结合方法优化

大豆粗脂肪酸值首先需要提取大豆脂肪，之后进行检测。若能将大豆脂肪含量与粗脂肪酸值检测结合起来，可大大提高大豆入库检测效率。

根据脂肪测定仪厂家说明书，脂肪测定仪最大处理量为10g，经抽提可获得大豆脂肪2g。根据前文的实验，可用热乙醇法检测，并同步缩小称样量与滴定液浓度，实现脂肪含量和粗脂肪酸值同步检测，减少检测流程，提高入库效率。优化后的大豆入库检测脂肪含量和粗脂肪酸值的步骤为：称取10g大豆粉，用脂肪抽提仪抽提3h，用2.3中提出的优化后的热乙醇法滴定抽提出的约2g大豆脂肪，计算即可得出脂肪含量和粗脂肪酸值。

（二）优化后检测时间及成本对比

综上所述，若需同时检测大豆脂肪含量及粗脂肪酸值，可采用3.1中优化后的检测方法同步检测脂肪含量与粗脂肪酸值。与国标方法相比，优化后检测时间及成本对比见表5。

表5 检测时间及成本对比

	抽提时间	试剂消耗	场地要求
国标法	10h	2000mL	5个通风橱
优化后的检测方法	3h	100mL	1个通风橱

相较于传统的国标法，采用脂肪测定仪进行大豆脂肪含量的测定以及粗脂肪酸值的检测，不仅实现了两项指标的合并检测，极大地提升了检测效率，而且还显著缩短了抽提所需的时间。此外，在测定粗脂肪酸值时，优化后的方法仅需2克的油样，有效降低了因多次抽提而产生的石油醚的消耗量。同时，由于抽提次数及时间的减少，通风橱的使用频率也相应降低。最后，优化后的方法采用了热乙醇法，而不使用冷溶剂法，这样可无需再采购乙醚这一特殊试剂，从而大大缩短了采购周期，降低了采购成本。

四、结论

在大豆粗脂肪酸值的检测过程中，需先采用索氏抽提的方法对大豆的脂肪进行提取，之后检测大豆粗脂肪含量。按照国标要求，称取10g或20g的油样检测大豆粗脂肪酸值，则需抽提较长时间，并抽提多次后进行混合，提取耗时长，样品集并操作复杂。

实际检测过程中，可采用全自动索氏抽提仪抽提10g大豆粉，提出油样2g，用0.02mol/L的 KOH-95%乙醇滴定液进行检测。采用优化后的大豆粗脂肪酸值检测方法，用于提取大豆脂肪的石油醚仅需150mL，检测时间由10h缩短为4h，且检测结果与国标基本一致。综上所述，优化后的检测方法可用于大豆粗脂肪酸值的检测，可为大豆粗脂肪酸值快速检测提供参考。

参考文献

[1] 张来林, 金文, 周杰生, 等. 充氮气调对大豆制油品质的影响 [J]. 河南工业大学学报 (自然科学版), 2010, 31(6): 11-14.
[2] 张玉荣, 寇含笑, 吴琼, 等. 高油大豆储藏过程中的营养品质变化研究 [J]. 食品科技, 2022, 47(02): 207-214.
[3] 郑有涛, 曾剑豪, 孙玉萍, 进口大豆储存期间品质变化研究 [J/OL]. 中国油脂 .
[4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 大豆储存品质判定规则: GB/T 31785—2015 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
[5] 王宇, 李建鹏, 赵德柱, 等. 热乙醇法和冷溶剂法测定大豆油酸值比较研究 [J]. 中国食品工业, 2022 (07): 101-104.
[6] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品中酸价的测定: GB 5009. 229—2016 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.