



中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6107—2012

动植物油脂 酸值和酸度测定 自动滴定分析仪法

Animal and vegetable fats and oils—Determination of acid value and acidity—
Method of automatic titration analyzer

2012-10-25 发布

2012-12-01 实施

国家粮食局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局标准质量中心提出并归口。

本标准起草单位：中国储备粮管理总公司成都粮食储藏科学研究所。

本标准主要起草人：岳寰、石恒、张华昌、董德良、毛根武、王柯、郭道林、丁建武、何学超。

动植物油脂 酸值和酸度测定

自动滴定分析法

1 范围

本标准规定了自动滴定分析法测定动植物油脂中酸值和酸度的热乙醇滴定仪法、冷溶剂滴定仪法、结果计算和表示及精密度。

本标准中热乙醇滴定仪法为基准方法,适用于所有油脂;冷溶剂滴定仪法仅适用于浅色油脂。

本标准不适用于蜡的酸值和酸度测定。

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。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 5490—2010 粮油检验 一般规则

GB/T 5524 动植物油脂 扦样

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

LS/T 3706 粮油检验仪器 自动滴定分析仪技术条件与试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

酸值 acid value

按照本标准规定的方法测定,中和 1 g 油脂中游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数,用毫克每克(mg/g)表示。

3.2

酸度 acidity

按照本标准规定的方法测定出的游离脂肪酸含量,用质量分数表示。

注 1: 当结果写的是“酸度”而又无详细说明时,这个“酸度”通常是用油酸来表示。

注 2: 当样品含有矿物酸时通常按脂肪酸测定。

4 热乙醇滴定仪法

4.1 总则

本方法适用于脂的酸值测定。

注: 在本方法规定的条件下,短碳链的脂肪酸易挥发。

4.2 原理

将样品溶解在热乙醇中并加入酚酞指示剂,使用自动滴定分析仪(以下简称滴定仪),采用氢氧化钾乙醇标准溶液与样品溶解液中的游离脂肪酸发生酸碱中和反应,自动滴定至样品溶液变色,根据耗用的氢氧化钾乙醇标准溶液的体积自动计算样品的酸值和酸度。

4.3 试剂

除另有说明外,仅使用分析纯的试剂。所用的水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.3.1 无水乙醇。

4.3.2 95%乙醇。

4.3.3 氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液: $c(\text{NaOH}$ 或 $\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

4.3.4 氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液: $c(\text{NaOH}$ 或 $\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

4.3.5 酚酞指示剂:10 g/L,将 10 g 酚酞溶解于 1 L 的 95%乙醇溶液中。

4.4 仪器

4.4.1 实验室常规仪器。

4.4.2 滴定仪:符合 LS/T 3706 的要求。

4.4.3 分析天平:精确度参见表 1。

4.5 扦样

所扦取的样品应具有代表性,且在运输和储存的过程中不发生品质变化。

采用 GB/T 5524 规定的方法。

4.6 试样制备

按照 GB/T 15687 制备实验样品,若样品含有易挥发脂肪酸,则不得加热和过滤。

4.7 步骤

4.7.1 仪器准备

按照仪器使用说明书进行开机、预热。

仪器分析条件:

a) 滴定速度:6 mL/min~0.5 mL/min;

b) 搅拌速度:200 r/min~240 r/min。

4.7.2 称样

根据试样的颜色和估计的酸值,按表 1 在滴定仪(4.4.2)的滴定杯中直接称取一定质量(m)的试样。试样的质量和滴定液的浓度应使得滴定液的用量不超过 10 mL。

表 1 试样称样表

估计的酸值/(mg/g)	试样质量/ g	试样称重的精确度/ g
<1	20	0.05
1~4	10	0.02
4~15	2.5	0.01
15~75	0.5	0.001
>75	0.1	0.000 2

4.7.3 测定

将含有 0.5 mL 酚酞指示剂(4.3.5)的 50 mL 无水乙醇(4.3.1)溶液置于锥形瓶中,加热至沸腾,当乙醇的温度高于 70 ℃时,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液(4.3.3)滴定至溶液变色,并保持溶液 15 s 不褪色,即为终点。当油脂颜色较深时或出现浑浊现象,需加入更多量的乙醇和指示剂。

将中和后的乙醇转移至装有测试样品的滴定仪(4.4.2)的滴定杯中,充分混合,煮沸。按滴定仪操作说明书的要求将滴定杯放入滴定仪(4.4.2)中,启动滴定仪。用氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液(4.3.3 或 4.3.4,取决于样品估计的酸值)自动滴定到终点,仪器自动记录所消耗的氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液(4.3.3 或 4.3.4)的毫升数(V)。

5 冷溶剂滴定仪法

5.1 总则

本方法适用于浅色油脂。

5.2 原理

将样品溶解在乙醚和 95%乙醇混合并加入了酚酞指示剂的混合溶液中,使用自动滴定分析仪(以下简称滴定仪),采用氢氧化钾乙醇标准溶液与样品溶解液中的游离脂肪酸发生酸碱中和反应,自动滴定至样品溶解液变色,根据耗用的氢氧化钾乙醇标准溶液的体积自动计算样品的酸值和酸度。

5.3 试剂

除另有说明外,仅使用分析纯的试剂。所用的水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

5.3.1 乙醚和 95%乙醇混合溶液:1:1 体积混合。

警告:乙醚极易燃,并能生成爆炸性过氧化物,使用时必须特别谨慎。

临使用前,准确中和混合溶剂。方法:每 100 mL 混合溶剂中加入 0.3 mL 酚酞溶液(4.3.5),用氢氧化钾乙醇标准溶液(5.3.2)准确中和(参见 4.7.3)。

测定原油和精炼植物脂时,可用浓度为 99%异丙醇替代混合溶剂。

5.3.2 氢氧化钾乙醇标准溶液: $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ (溶液 A)或 $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ (溶液 B)。按照 GB/T 601 的规定配制和标定。

5.3.3 酚酞指示剂:见 4.3.5。

5.4 仪器

与 4.4 相同。

5.5 扦样

与 4.5 相同。

5.6 试样制备

与 4.6 相同。

5.7 步骤

5.7.1 仪器准备

按仪器使用说明书的规定进行开机、预热。

仪器分析条件：

a) 滴定速度：6 mL/min~0.5 mL/min；

b) 搅拌速度：200 r/min~240 r/min。

5.7.2 称样

根据估计的酸值，按表 1 在滴定仪的滴定杯中直接称取一定质量(*m*)的试样。

5.7.3 测定

将试样(5.7.2)溶解在 50 mL~150 mL 预先中和过的混合溶液(5.3.1)中。按滴定仪操作说明书要求将滴定杯放入滴定仪(4.4.2)中，启动滴定仪。用氢氧化钾乙醇标准溶液(5.3.2)自动滴定到终点，仪器自动记录所消耗的氢氧化钾乙醇标准溶液的毫升数(*V*) (参见 4.7.3)。

在酸值<1 时，溶液中需缓缓通入氮气流。

滴定所需 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液(溶液 A)体积超过 10 mL 时，改用 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液(溶液 B)。

滴定中溶液发生浑浊可加入适量混合溶液(5.3.1)至澄清。

6 结果计算和表示

6.1 酸值

滴定仪自动计算酸值 *S* 或按照式(1)计算：

$$S = \frac{56.1 \times V \times c}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- S* ——样品的酸值，单位为毫克每克(mg/g)；
- 56.1 ——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；
- V* ——所用氢氧化钾乙醇标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- c* ——所用氢氧化钾乙醇标准溶液的准确浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- m* ——试样的质量，单位为克(g)。

注：氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液的浓度，随温度而发生变化，用式(2)来校正。

$$V' = V_t[1 - 0.0011(t - t_0)] \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V' ——校正后氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_t ——在温度 t 时测得的氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 t ——测量时的摄氏温度;
 t_0 ——标定氢氧化钠或氢氧化钾乙醇标准溶液的摄氏温度。

6.2 酸度

滴定仪自动计算酸度 S' 或按式(3)计算:

$$S' = V \times c \times \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{V \times c \times M}{10 \times m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- S' ——样品的酸度,以质量分数显示,数值以 10^{-2} 或 % 计;
 V ——所用氢氧化钾乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c ——所用氢氧化钾乙醇标准溶液的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——表示结果所用脂肪酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),具体数值见表 2;
 m ——试样的质量,单位为克(g)。

表 2 表示酸度的脂肪酸类型

油脂的种类	表示的脂肪酸	
	名称	摩尔质量/(g/mol)
椰子油、棕榈仁油及类似的油	月桂酸	200
棕榈油	棕榈酸	256
从某些十字花科植物得到的油	芥酸	338
所有其他油脂*	油酸	282

* 芥酸含量低于 5% 的菜籽油,酸度仍用油酸表示。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下,两个独立测试的结果,当酸度小于或等于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 3%;当酸度大于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 1%。不符合要求的,按照 GB/T 5490—2010 的第 11 章处理。

7.2 再现性

在再现性条件下,两个独立测试的结果,当酸度小于或等于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 15%;当酸度大于 3% 时,两次测试结果的绝对差值不应大于其平均值的 5%。不符合要求的,按照 GB/T 5490—2010 的第 11 章处理。