

小麦粉中脂肪酸值测定提取条件优化

王 涛^{1*}, 王文鹏¹, 吴晓云²

(1. 延安市食品质量安全检验检测中心, 延安 716000; 2. 焦作市解放区市场监督管理局, 焦作 454000)

摘 要: **目的** 优化测定小麦粉中脂肪酸值的提取条件。**方法** 采用 GB/T 5510-2011《粮油检验 粮食、油料脂肪酸值测定》中苯提取法测定, 后分别使用 95%乙醇、无水乙醇作为提取试剂, 振荡提取时间为 30、20、10 min。**结果** 用 50.0 mL 无水乙醇代替苯, 在环境温度 20 °C, 频次为 100 次/min 振荡器振摇 10 min, 提取液静置 3 min 的条件下, 测定小麦粉中脂肪酸值数值分别为 31.14、26.32 和 34.98 (KOH) mg/100 g, 用苯提取法测定数值为 30.47、25.93 和 34.84 (KOH) mg/100 g, 二者差值均在精密度范围内。**结论** 可以采用无水乙醇代替苯用于测定小麦粉的脂肪酸值。

关键词: 小麦粉; 脂肪酸值; 苯; 乙醇

Optimization of extraction conditions for determination of fatty acid value in wheat flour

WANG Tao^{1*}, WANG Wen-Peng¹, WU Xiao-Yun²

(1. Yan'an Center for Food Quality and Safety Control, Yan'an 716000, China; 2. Administration for Market Regulation of Jiaozuo City Jiefang Area, Jiaozuo 454000, China)

ABSTRACT: Objective To find safe and economical extraction reagents and experimental conditions, different extracts and experimental conditions are used to determine the fatty acid values of wheat flour high-gluten wheat flour and low-gluten wheat flour. **Methods** Adopting benzene extraction method in GB/T 5510-2011 *Determination of fatty acid value of grain and oil inspection* determining fatty acid value in wheat flour, after that, 95% ethanol and anhydrous ethanol were used as extraction reagents respectively, and the oscillating extraction time was 30, 20, 10 min. **Results** The 50.0 mL of absolute ethanol was used instead of benzene, with temperature 20 °C, the frequency 100 times/min, the shaker for 10 min, and the extract was allowed to stand for 3 min, the value of fatty acid in wheat flour was 31.14, 26.32, 34.98 (KOH) mg/100 g, and the value of benzene extraction method was 30.47, 25.93 and 34.84 (KOH) mg/100 g. The difference between the two method was in the precision range. **Conclusion** Anhydrous ethanol can be used instead of benzene to determine the fatty acid value of wheat flour.

KEY WORDS: wheat flour; fat acidity value; benzene; ethanol

1 引 言

脂肪酸值是检验粮食中游离脂肪酸含量多少的量值, 脂肪酸值的变化反映了粮食的品质劣变程度。脂肪酸值的测定采用适当的有机溶剂提取样品中的脂肪酸, 后用氢氧

化钾进行滴定, 用中和 100 g 试样中游离脂肪酸所需氢氧化钾的量来表示^[1]。

现行 GB/T 1355-1986《小麦粉》^[2]、GB/T 8607-1988《高筋小麦粉》^[3]和 GB/T 8608-1988《低筋小麦粉》^[4]等小麦粉产品标准规定都需要测定脂肪酸值, 而这些小麦粉

*通讯作者: 王涛, 工程师, 主要研究方向为粮油、食品质量与安全检测。E-mail: 234365438@qq.com

*Corresponding author: WANG Tao, Engineer, Yan'an Center for Food Quality and Safety Control, Yan'an New District, No. 22 Zunyi Street, Yan'an 716000, China. E-mail: 234365438@qq.com

产品标准所推荐的检测标准方法为 GB/T 5510-2011《粮油检验 粮食、油料脂肪酸值测定》^[5]。GB/T 5510-2011《粮油检验 粮食、油料脂肪酸值测定》^[5]中有苯提取法和石油醚提取法,其中苯提取法适用于小麦粉等粮食脂肪酸值的测定,而石油醚提取法适用于大豆、花生、油菜籽、核桃、芝麻、葵花籽、玉米胚芽脂肪酸值的测定^[5],所以小麦粉中脂肪酸值的测定需要采用苯提取法。

苯具有易挥发、易燃的特点,其蒸气有爆炸性。高浓度苯对中枢神经系统有麻醉作用,可引起急性中毒^[5]。2015年2月27日,国家安全生产监督管理局等10个部门制定并发布了《危险化学品名录(2015版)》^[6],苯在目录内,属于危险化学品。2017年10月27日,世界卫生组织国际癌症研究机构公布的致癌物清单初步整理参考,苯在一类致癌物清单中^[7],属于致癌物。GB 12268-2012《危险货物物品名表》^[8]规定,苯属第3类危险货物易燃液体中的中闪点液体,在贮存、运输时要求远离火源和热源,防止静电。

近年来,学者们为了能找到一种相对安全、经济和适用的试剂来代替苯作为提取试剂和优化实验条件而进行不懈努力。金秀娟等^[9]通过研究发现苯提取与无水乙醇提取存在某种线性关系,熊素敏等^[10]仅以无水乙醇作为提取试剂,优化试验条件。这些研究存在实验材料品种类型少、代表性不强和提取试剂单一等不足,本研究在前人的研究基础上,通过增加实验材料品种类型、采用多种提取试剂和在不同振荡提取时间等条件下测定小麦粉中脂肪酸值,探究替代苯的最佳提取试剂和实验条件,以期为机构自制方法^[11]提供参考,同时为减少对实验人员的危害和降低机构检测运营成本做贡献。

2 材料与方法

2.1 材 料

普通小麦粉(特制一等,10 kg)、高筋小麦粉(一等,25 kg)和低筋小麦粉(一等,5 kg)购于延安市某大型超市。使用前,从包装中4处以上位置取试验样约500 g,放入密封袋中备用。

2.2 仪器与试剂

ME802E/02 电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];KS4000 i control 可控温振荡箱(德国 IKA 公司)。

苯、95%乙醇、无水乙醇(分析纯,国药集团试剂有限公司);氢氧化钾溶液标准物质(产品编号:BWZ8012-2016,标定值:0.1000 mol/L,北京北方伟业计量技术研究院,临用前用95%乙醇稀释10倍使浓度至0.01000 mol/L);0.04%酚酞乙醇溶液(称取0.2 g酚酞溶于500 mL 95%的乙醇中)。

2.3 测定方法

2.3.1 苯提取法

参照 GB/T 5510-2011《粮油检验 粮食、油料脂肪酸值测定》^[5]中规定小麦粉中脂肪酸值的测定用苯提取法。并

加以改进^[10]。

2.3.2 95%乙醇提取法

参照 GB/T 15684-2015《谷物碾磨制品 脂肪酸值的测定》^[12]和 NY/T 2333-2013《粮食、油料检验 脂肪酸值测定》^[13],提取试剂由苯换成95%乙醇,其他试验条件同2.3.1。

2.3.3 无水乙醇提取法

参照 GB/T 20570-2015《玉米储存品质判定规则》^[14]、GB/T 20569-2006《稻谷储存品质判定规则》^[15]和 LS/T 6105-2012《粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定 自动滴定分析法》^[16],提取试剂换成无水乙醇,其他实验条件同2.3.1。

2.3.4 不同提取时间提取法

提取试剂分别用50.0 mL无水乙醇和50.0 mL 95%乙醇,分别在频次为100次/min振荡器振摇20和10 min,其他实验条件同2.3.1。

2.4 结果计算

结果按 GB/T 5510-2011《粮油检验 粮食、油料脂肪酸值测定》^[5]中公式计算,标准差按 GB/T 3358.1-2009《统计学词汇及符号 第1部分:一般统计术语与用于概率的术语》^[17]中公式计算。

3 结果与分析

3.1 不同提取试剂测定不同小麦粉中脂肪酸值分析

分别使用50.0 mL苯、95%乙醇和无水乙醇作为提取试剂,在频次为100次/min振荡器振摇30 min的实验条件下,测定普通小麦粉、高筋小麦粉和低筋小麦粉样品中脂肪酸值,见表1-3。从提取液来看,苯提取液清澈便于过滤收集;95%乙醇和无水乙醇提取液略带浑浊,过滤时间稍微偏长。

从普通小麦粉(表1)、高筋小麦粉(表2)和低筋小麦粉(表3)3种小麦粉测定脂肪酸值的结果来看,提取试剂苯、无水乙醇和95%乙醇测定值呈增大趋势。无水乙醇提取试剂测定值比苯提取试剂测定值分别增大了6.36、5.02和5.94 (KOH) mg/100 g,增大幅度为20.87%、19.36%和17.05%。因为无水乙醇在提取脂肪酸时,小麦粉中的醇溶性蛋白也溶于其中,醇溶蛋白属于酸性蛋白,所以测得的脂肪酸值较苯提取法偏高。

95%乙醇提取试剂测定值比苯提取试剂测定值分别增大了11.04、8.68和8.96(KOH) mg/100 g,增大幅度为36.23%、25.89%和25.72%。因为小麦粉中所含酸性物质除脂肪酸外,还有磷酸、酸性磷酸盐、乳酸、氨基酸等酸性物质,此外95%乙醇中还有水分,提取时提取了一定量的水溶性酸性物质,所以测得的脂肪酸值较苯提取法显著偏高。

表 1 普通小麦粉在不同提取试剂测定脂肪酸值($n=5$)Table 1 Fatty acid value of ordinary wheat flour by different extraction reagents ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
苯	30	30.47	1.79
无水乙醇	30	36.83	1.10
95%乙醇	30	41.51	0.68

表 2 高筋小麦粉在不同提取试剂测定脂肪酸值($n=5$)Table 2 Fatty acid value of high gluten wheat flour in different extracts ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
苯	30	25.93	0.97
无水乙醇	30	30.95	1.11
95%乙醇	30	34.61	2.10

表 3 低筋小麦粉在不同提取试剂测定脂肪酸值($n=5$)Table 3 Fatty acid value of low gluten wheat flour by different extraction reagents ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
苯	30	34.84	1.08
无水乙醇	30	40.78	1.24
95%乙醇	30	43.80	1.53

从以上数据看出, 95%乙醇提取试剂、无水乙醇提取试剂与苯提取试剂测定脂肪酸值相差均大于 2 (KOH) mg/100 g。

3.2 不同提取时间测定不同小麦粉中脂肪酸值

3.2.1 无水乙醇作为提取试剂测定脂肪酸值

50.0 mL 无水乙醇作为提取试剂, 分别在频次为 100 次/min 振荡器振摇 30、20 和 10 min 的实验条件下, 测定普通小麦粉、高筋小麦粉和低筋小麦粉样品中脂肪酸值, 见表 4-6。

从 3 种小麦粉测定脂肪酸值的结果(表 4、表 5、表 6)来看, 随着振荡提取时间的缩短, 无水乙醇提取试剂测定脂肪酸值呈减小趋势。在振荡提取时间为 20 min 时, 无水乙醇提取试剂测定值较苯提取试剂测定值增大了 3.21、1.99 和 3.73 (KOH) mg/100 g, 增大幅度为 10.53、7.67 和 10.71%; 而在振荡提取时间为 10 min 时, 无水乙醇提取试剂测定值较苯提取试剂测定值增大了 0.67、0.39 和 0.14 (KOH) mg/100 g, 增大幅度为 2.20、1.50 和 0.40%。从以上数据分析得出, 无水乙醇作为提取试剂, 在振摇提取时间 10 min 时, 与苯提取法测定脂肪酸值的相差均在 1.0 (KOH) mg/100 g 内, 在标准允许的绝对差值不大于 2 mg/100 g^[4]误差范围内。

表 4 普通小麦粉在不同提取时间测定脂肪酸值($n=5$)Table 4 Fatty acid value of wheat flour at different extraction time ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
无水乙醇	30	36.83	1.10
无水乙醇	20	33.68	1.51
无水乙醇	10	31.14	0.77

表 5 高筋小麦粉在不同提取时间测定脂肪酸值($n=5$)Table 5 Fatty acid value of wheat flour at different extraction time ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
无水乙醇	30	30.95	2.10
无水乙醇	20	27.92	1.78
无水乙醇	10	26.32	2.78

表 6 低筋小麦粉在不同提取时间测定脂肪酸值($n=5$)Table 6 Fatty acid value of low gluten wheat flour at different extraction time ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
无水乙醇	30	40.78	1.52
无水乙醇	20	37.57	1.14
无水乙醇	10	34.98	1.06

3.2.2 95%乙醇作为提取试剂测定脂肪酸值

50.0 mL 95%乙醇作为提取试剂, 分别在频次为 100 次/min 振荡器振摇 30、20 和 10 min 的实验条件下, 测定普通小麦粉、高筋小麦粉和低筋小麦粉样品中脂肪酸值, 见表 7-9。

表 7 普通小麦粉在不同提取时间测定脂肪酸值($n=5$)Table 7 Fatty acid value of wheat flour at different extraction time ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
95%乙醇	30	41.51	0.68
95%乙醇	20	35.63	2.02
95%乙醇	10	33.50	1.70

表 8 高筋小麦粉在不同提取时间测定脂肪酸值($n=5$)Table 8 Fatty acid value of wheat flour at different extraction time ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[(KOH) mg/100 g]	RSD/%
95%乙醇	30	34.61	2.10
95%乙醇	20	31.48	2.08
95%乙醇	10	29.42	1.64

表 9 低筋小麦粉在不同提取时间测定脂肪酸值($n=5$)
Table 9 Fatty acid value of low gluten wheat flour at different extraction time ($n=5$)

提取试剂	提取时间/min	脂肪酸值平均值 /[KOH] mg/100 g	RSD/%
95%乙醇	30	43.80	1.53
95%乙醇	20	40.06	1.02
95%乙醇	10	37.53	1.15

从表 7、表 8、表 9 来看,随着振荡提取时间的缩短,95%乙醇提取试剂测定脂肪酸值呈减小趋势。在振荡提取时间为 20 min 时,95%乙醇提取试剂测定值较苯提取试剂测定值增大了 5.16、5.55 和 5.22 (KOH) mg/100 g, 增大幅度为 16.93%、21.40%和 14.98%;而在提取时间为 10 min 时,95%乙醇提取试剂测定值较苯提取试剂测定值增大了 3.03、3.49 和 2.69 (KOH) mg/100 g, 增大幅度为 9.94%、13.46%和 7.72%。从以上数据分析看,95%乙醇提取试剂与苯提取法测定脂肪酸值的相差均大于 2 mg/100 g^[4]。

4 结 论

本研究表明,用 50.0 mL 无水乙醇提取试剂,在环境温度 20 °C, 频次为 100 次/min 振荡器振摇 10 min, 提取液静置 3 min^[10]的条件下测定小麦粉中脂肪酸值数据,与苯提取法^[5]测定数据差值均在标准允许的绝对差值不大于 2 mg/100 g^[4]误差范围内。因此,本研究方法可以用无水乙醇代替苯,在环境温度 20 °C, 频次为 100 次/min 振荡器振摇 10 min, 提取液静置 3 min^[10], 其他条件同苯提取法^[5]下测定小麦粉中的脂肪酸值。当检验结果出现临界值或者需要仲裁检验时,仍采用苯提取法^[5]。此外,无水乙醇是一般试剂,既对实验人员无毒无害,又可以降低机构在购买、储存、运输试剂的成本费用。

参考文献

- [1] 粮油质量检验员(第三版)[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2014. Grain and oil quality examiner (3rd Edition) [M]. Beijing: China Light Industry Press, 2014.
- [2] GB/T 1355-1986 小麦粉[S]. GB/T 1355-1986 Wheat flour [S].
- [3] GB/T 8607-1988 高筋小麦粉[S]. GB/T 8607-1988 High gluten wheat flour [S].
- [4] GB/T 8608-1988 低筋小麦粉[S]. GB/T 8608-1988 Low gluten wheat flour [S].
- [5] GB/T 5510-2011 粮油检验 粮食、油料脂肪酸值测定[S]. GB/T 5510-2011 Inspection of grain and oil-Determination of fat acidity value of grain and oilseeds [S].
- [6] 国家安全生产监督管理总局中华人民共和国工业和信息化部中华人民共和国公安部中华人民共和国环境保护部中华人民共和国交通运输部中华人民共和国农业部中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局国家铁路局中国民用航空局公告(2015 年第 5 号) [EB/OL]. [2015-02-27]. <http://www.nrcc.com.cn/Content/f73c5440-77bf-478a-94af-258a646c00e4> State Administration of Work Safety Ministry of Industry and Information

- Technology People's Republic of China Ministry of Public Security People's Republic of China Ministry of Public Security People's Republic of China Ministry of Environmental Protection People's Republic of China Ministry of Agriculture People's Republic of China National Health and Family Planning Commission People's Republic of China State Quality Supervision, Inspection and Quarantine Administration State Railway Bureau China Civil Aviation Administration Announcement (No. 5 of 2015) [EB/OL]. [2015-02-27]. <http://www.nrcc.com.cn/Content/f73c5440-77bf-478a-94af-258a646c00e4>
- [7] 国家食品药品监督管理总局. 世界卫生组织国际癌症研究机构致癌物清单 [EB/OL]. [2017-10-30]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1991/215896.html>. State Food and Drug Administration. WHO international agency for research on cancer list of carcinogens [EB/OL]. [2017-10-30]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1991/215896.html>.
- [8] GB 12268-2012 危险货物物品名表[S]. GB 12268-2012 Dangerous goods list [S].
- [9] 金秀娟, 路峰, 于永华. 关于小麦粉脂肪酸值检测方法的探讨[J]. 粮食加工, 2014, (4): 74-75. Jin XJ, Lu F, Yu YH. Discussion on the detection method of fatty acid value of wheat flour [J]. Grain Process, 2014, (4): 74-75.
- [10] 熊素敏, 任秀娟, 邵珍美. 小麦粉脂肪酸值测定条件的优化[J]. 农业与技术, 2013, (7): 4. Xiong SM, Ren XJ, Shao ZM. Optimization of conditions for determination of aliphatic acid value of wheat flour [J]. Agric Technol, 2013, (7): 4.
- [11] RB/T 214-2017 检验检测机构资质认定能力评价 检验检测机构通用要求[S]. RB/T 214-2017 Qualification evaluation of inspection and testing institutions-General requirements for inspection and testing institutions [S].
- [12] GB/T 15684-2015 谷物碾磨制品 脂肪酸值的测定[S]. GB/T 15684-2015 Grain milling products-Determination of fatty acid value [S].
- [13] NY/T 2333 -2013 粮食、油料检验 脂肪酸值测定[S]. NY/T 2333-2013 Inspection of grain and oil-Determination of fatty acid value [S].
- [14] GB/T 20570 -2015 玉米储存品质判定规则[S]. GB/T 20570-2015 Corn storage quality determination rules [S].
- [15] GB/T 20569 -2006 稻谷储存品质判定规则[S]. GB/T 20569-2006 Rice storage quality determination rules [S].
- [16] LS/T 6105 -2012 粮油检验 谷物及制品脂肪酸值的测定 自动滴定分析法[S]. LS/T 6105-2012 Inspection of grain and oils-Determination of fatty acid value in cereals and products-Automatic titration analyzer method [S].
- [17] GB/T 3358.1-2009 统计学词汇及符号 第 1 部分: 一般统计术语与用于概率的术语[S]. GB/T 3358.1-2009 Statistical vocabulary and symbols Part 1: General statistical terms and terms used for probability [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



王 涛, 工程师, 主要研究方向为粮油、食品质量与安全检测。
E-mail: 234365438@qq.com