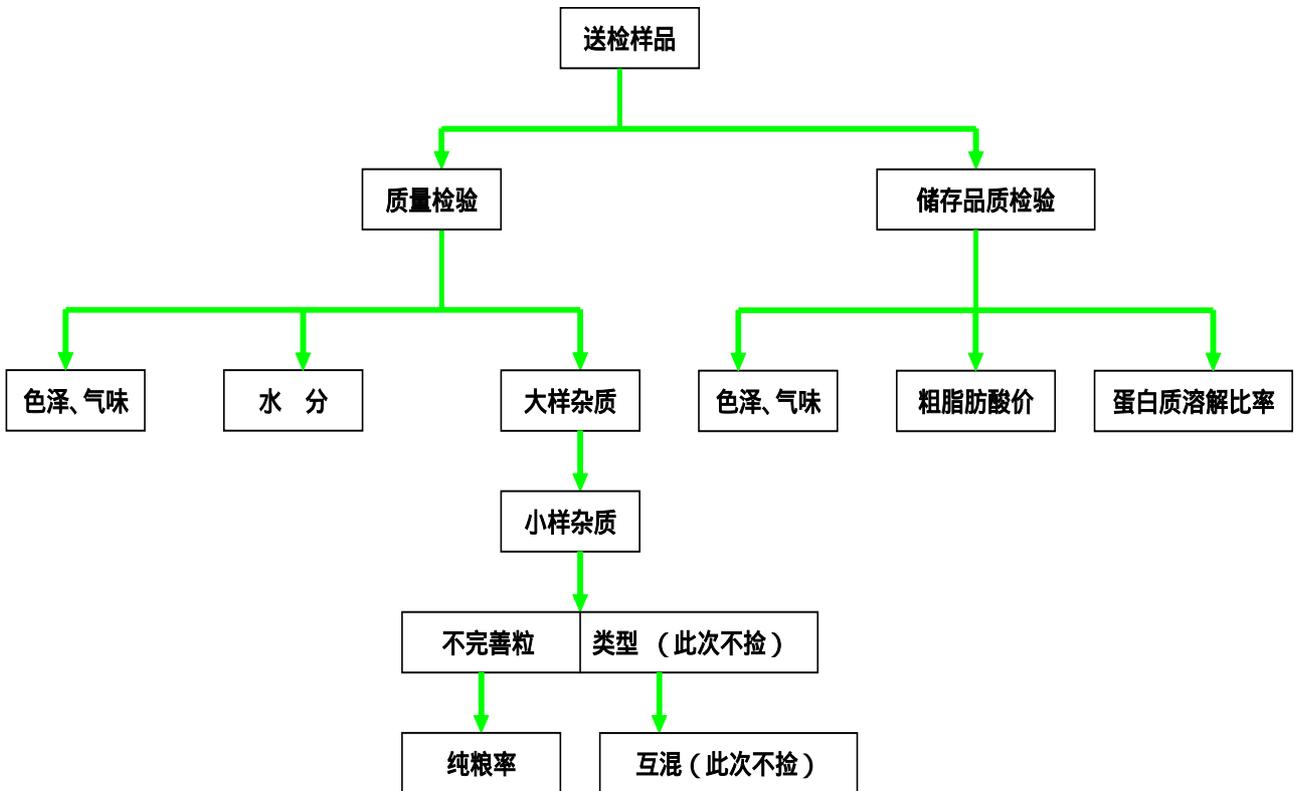


大豆质量及储存品质检验

一、质量及储存品质检验流程：



二、质量检验

执行标准：《大豆》GB 1352—1986。

(一) 混合、分样 按 GB/T 5491—1985 执行。

(二) 色泽、气味检验 按 GB/T 5492—2008 执行。

注意事项：

1. 环境应符合 GB/T10220、GB/T22505 的规定，实验室应符合 GB/T13868 的规定。
2. 试验室应保持通风良好，无异味，避免阳光直射，应在散射光线条件下操作。
3. 检验者色觉、嗅觉应正常，检验前严禁吸烟、喝酒和使用化妆品等。人员搭配应合理，对于色泽、气味不正常的样品，至少应经 5 人以上检验确认。

(三) 水分检验按 GB/T 5497—1985 执行。

注意事项：

1. 水分检验按 GB/T 5497—1985 中规定的 105 恒质法执行，也可以用 130 定温定时法检验，但当检验结果超过本次查库规定的判定标准时，应用 105 恒质法确认。
2. 样品粉碎应使用测水用水分磨，每份样品粉碎前应将磨膛清理干净。样品粉碎过程中磨膛温度明显高于室温时，应停止粉碎，待温度降至室温继续操作。粉碎细度应达到标准规定的要求。称量时应用角匙将样品充分混合。
3. 称量前应将天平调平，称量时应将样品放置于天平托盘中心，天平门应关闭，称量过程中应避免震动，天平、干燥器中的变色硅胶保持蓝色。
4. 选用的烘箱温度均匀性应满足要求。烘盒应围绕烘箱中心位置摆放，一般每次不超过 8~10 个烘

盒并放置在上一层为宜，防止异物掉入烘盒。送取烘盒后应立即关闭烘箱门，放入烘盒后 5 分钟内将烘箱温度升至所需温度。

5. 称样量应尽量一致，烘盒规格应一致。

(四) 杂质检验按 GB/T 5492—2008 执行。

1. 杂质，包括下列几种：

(1) 筛下物：通过直径 3.0mm 圆孔筛的物质。



筛下物（无机杂质）

注意事项：

全部筛下物包括完整或者破碎的大豆均为杂质。

(2) 无机杂质：泥土、砂石、砖瓦块及其他无机物质。



无机杂质

(3) 有机杂质：无使用价值的大豆粒、异种粮粒及其他有机物质。



有机杂质

注意事项：

大豆以外的有机物质包括异种粮粒均为杂质。

严重病害、热损伤、霉变或其它原因造成的变色变质无使用价值的大豆均为杂质。

2. 大样杂质检验

按标准规定，分取试样 500g 分两次进行筛选，然后将从筛上拣出的大型杂质和筛下物合并称量。

注意事项：

(1) 应将豆荚中的豆粒剥离出来，分别归属。

(2) 应将筛底中的筛下物清理干净。

3. 小样杂质检验

从检验过大样杂质的试样中分取试样 100g，按标准规定，拣出其中的杂质并称量。

4. 杂质总量

杂质总量为大样杂质与小样杂质之和，以质量分数表示为 $M(\%)$ 。

(五) 不完善粒检验 按 GB/T 5492—2008 执行：

1. 不完善粒，包括下列尚有使用价值的颗粒：

(1) 未熟粒：籽粒不饱满，瘪缩达粒面 1/2 及以上或子叶青达 1/2 及以上（青仁大豆除外），与正常颗粒显著不同的颗粒。



未熟粒

注意事项：

瘪缩达粒面 1/2 及以上是指瘪缩部分占籽粒表面积的比例。

子叶青达 1/2 及以上是指青色部分占子叶体积的比例。

(2) 虫蚀粒：被虫蛀蚀，伤及子叶的颗粒。



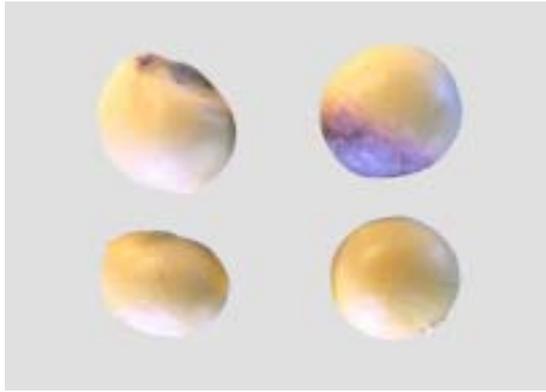
虫蚀粒

注意事项：

应特别注意是否伤及子叶，未伤及子叶的籽粒归属为完善粒。

应细致观察粒面是否有细小蛀孔，以免漏检。

(3) 病斑粒：粒面带有病斑，伤及子叶的颗粒。



病斑粒

注意事项：

应特别注意是否伤及子叶，未伤及子叶的归属为完善粒。

(4) 破碎(损)粒：子叶残缺(包括整半粒)、横断、破裂的颗粒。



破损粒

(5) 生芽、涨大粒：芽或幼根突破种皮或吸湿涨大未复原的颗粒。



涨大粒

注意事项：

应注意观察发芽的痕迹，以免漏检芽已经断落的籽粒。

未复原是指籽粒形状发生了变化与正常籽粒有明显差异。

(6) 霉变粒：粒面生霉或子叶变色变质的颗粒。



霉变粒

注意事项：

子叶变色变质是指与子叶的正常颜色存在明显差异的籽粒。

(7) 冻伤粒：籽粒透明或子叶僵硬呈暗绿色的颗粒。



冻伤粒

注意事项：

籽粒透明是指暗灰黄色角质样的籽粒。

2. 不完善粒检验

从检验过小样杂质的样品中，按质量标准的规定逐项拣出不完善粒，合并称量，以质量分数表示为N(%)。

注意事项：

(1) 未熟粒中子叶青色、冻伤粒中子叶僵硬呈暗绿色须剖粒检验。

(2) 虫蚀粒、病斑粒、生芽粒、霉变粒不能准确鉴别时应剖粒检验。

(六) 纯粮率检验按 GB/T 22725—2008 中毛粮纯粮率检验方法执行。

纯粮率：除去杂质的大豆（其中不完善粒折半计算）占试样重量的百分率。

根据杂质和不完善粒的检验结果按下式计算：

纯粮率(%) = 100 - M - N/2

三、储存品质检验

执行标准：国家粮食局、国家质量技术监督局关于印发《粮油储存品质判定规则》的通知（国粮发[2000]143号）。

（一）色泽、气味检验按 GB/T 5492—2008 执行。

注意事项：参见质量检验部分。

（二）粗脂肪酸价检验按 GB/T 5530—2005 执行。

酸价检测分为两步：

1. 按 GB/T 14488.1 先提取粗脂肪。

注意事项：

（1）试样必须烘干，除去大杂磨细，避免因试样颗粒大或含水多不易被乙醚浸透。另外水分过高会使部分水溶性物质被抽提到脂肪，影响测试结果。

（2）使用石油醚时，瓶塞要随时盖好。实验室内保证空气流通无明火，避免人身中毒或起火。

（3）抽提试样时，要随时检查仪器是否漏气。如漏气不可用凡士林油，只可调磨口。溶剂消耗太大可补加溶剂。

（4）抽提瓶内的油如有浑浊现象时，要重新操作。

（5）干燥箱的温度不宜过高，干燥时间不宜过长。否则，可使低级脂肪酸挥发，不饱和脂肪氧化影响测定结果。

2. 按 GB 5530-2005 中规定的热乙醇法测定粗脂肪的酸价。

（1）试样制备：按照 GB/T 15687 将抽提出的粗脂肪制备为试验样品，样品含有易挥发脂肪酸，不得加热和过滤。

（2）称样：根据样品的颜色和估计的酸值按表所示称样，装入锥形瓶中。

估计酸值价	试样量 (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
>15	0.1	0.0002

（3）测定：将含有 0.5 mL 酚酞指示剂的 50 mL 乙醇溶液置入锥形瓶中，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溶液滴定至溶液变色。并保持溶液 15s 不褪色，即为终点。

将中和后的乙醇转移至装有测试样品的锥形瓶中，充分混合，煮沸。用氢氧化钠或氢氧化钾标准溶液滴定，滴定过程中要充分摇动，至溶液颜色发生变化，并且保持 15s 不褪色，即为滴定终点。

注意事项：

滴定反应中产生的浑浊现象。

样品溶液在滴定反应中产生浑浊现象的主要原因是：在滴定过程中碱液用量过多，同时在滴定反应

中也会生成一部分水,从而使整个样品溶液体系中水的比例过大,乙醇的量相对减少,使油样相与碱水相不能互溶,于是在滴定振荡中产生乳化,再加上中和反应所生成的肥皂在大量水中可产生沉淀,进而加重了样品溶液在滴定反应中浑浊现象,严重影响对滴定终点颜色变化的判断。所以,在滴定中一旦出现浑浊现象,可立即在样品溶液中补加 95%的中性乙醇至浑浊消失,形成均一的液相体系。同时,在滴定之前也要防止将大量水带入样品混合液,为此需要注意:

- a. 三角瓶等用具应先经干燥处理,或用少量乙醇、乙醚洗荡;
- b. 可选用稍大浓度的碱标准液滴定,但要防止增加量的量取误差;
- c. 用无水乙醇配制碱标准溶液滴定。

KOH (NaOH) 试剂浓度对油脂酸价检验结果的影响问题。

a. 如果 KOH (NaOH) 溶液浓度低,而且样品酸价又高,滴定过程中 KOH (NaOH) 溶液用量就会增大,过量使用低浓度的 KOH (NaOH) 溶液,就把大量的水分带进油样中,这就使 KOH (NaOH) 量与乙醇之比超过 1:4,从而造成乙醇量不足。

由于乙醇的油样溶液中是保证碱 KOH (NaOH) 在反应介质中溶解的,乙醇量不足,KOH (NaOH) 溶解就不彻底,从而就出现浑浊现象。KOH (NaOH) 滴定油样滴定最终产物是肥皂。肥皂溶液中如果有乙醇存在时,肥皂溶解较慢,当含有 40%乙醇时,肥皂水解甚弱,如果水与乙醇在 1/4 时,则不会有水解出现;只有当水与乙醇比超过 1/4 时,肥皂才产生水解,使溶液呈乳状浑浊或分层。因此,油脂的酸价呈不稳定现象,且变化范围也大(1.1mgKOH/g 油)。因此 KOH (NaOH) 溶液浓度不能过低,同时在称量样品时,数量要适中。若过多,加之样品本身酸价也高,在滴定过程中就会多耗用 KOH (NaOH),KOH (NaOH) 耗用量大,带进水分多,必然会导致浑浊现象的产生,影响滴定终点判断。

b. KOH (NaOH) 浓度在 0.1mol/L 左右时,滴定结果误差不大(按要求,同一样品用同一试剂测定几个平行试验,结果相差不应超过 0.2mgKOH/g 油,经试验证明,用不同浓度的试剂分别测定平行样品,其结果只相差 0.1mgKOH/g,结果是比较准确的。但浓度偏低或偏高时,结果却相差较大,试验结果相差最高达到 0.6mgKOH/g。

总之,低浓度或高浓度 KOH (NaOH) 试剂对滴定结果都有影响。因此,在油脂检验工作中,要学会正确、熟练地配制化学试剂的浓度。若配制的溶液浓度不达标要求时,一定要调整使其达到要求。不要认为浓度低的就多滴些,浓度高的就少滴些,可得出同样的结果,应明白化学试剂的浓度直接影响被测样品结果的准确性这一现象。

(三)蛋白质溶解比率检验按 GB/T 5511—1985 执行。

按标准规定方法测定粗蛋白质含量和水溶性蛋白质含量,然后按下式计算蛋白质溶解比率:

$$\text{蛋白质溶解比率(\%)} = (\text{水溶性蛋白质含量} / \text{粗蛋白含量}) \times 100$$

1. 粗蛋白质的测定

(1) 试样制备:从送检样品中分取净试样 20g,检验试样水分并将余下试样粉碎使 90%通过 60 目筛。

注意事项:

参见质量检验部分水分检验注意事项。

(2) 消化:按标准规定执行。

注意事项:

消化时不要用强火,应保持缓和沸腾,以免粘附在凯氏瓶内壁上的含氮化合物在无硫酸存在的情况下未消化完全而造成氮损失。另外,消化过程中应注意不时转动凯氏烧瓶,以便利用冷凝酸液将附在瓶壁上的固体残渣洗下,促进其消化完全。

当样品消化液不易澄清透明时,可将凯氏瓶冷却,加入 30%过氧化氢 2~3ml 后再继续加热消化。消化过程中,若硫酸损失过多,可酌量补加硫酸,勿使瓶内干涸。

操作人员应戴橡胶手套、防护镜、口罩等防护用具，勿使酸液腐蚀皮肤或溅入眼中。

操作必须在通风橱内进行。

(3) 蒸馏：按标准规定执行。

注意事项：

硼酸吸收液的温度不应超过 40℃，否则对氨的吸收作用减弱而造成损失，此时可置于冷水中降温。

蒸馏前，加碱要足量，操作要迅速，以免氨发生损失。蒸馏结束后，应先将冷凝管下端提高液面清洗管口，再蒸 1 分钟后关掉热源，否则可能造成吸收液倒吸。

检查蒸馏是否完全时，可用 pH 试纸在冷凝管下端进行。

(4) 滴定：按标准规定执行。

(5) 按照标准规定计算粗蛋白质含量。

2. 水溶性蛋白质测定按 GB 5511-1985 附录 A 规定方法测定。

(1) 称量：称取经大豆粗脂肪检验过程中制备的样品 5g (精确至 0.01g)。

(2) 提取：将试样置于磨口带塞锥形瓶中，加水 200ml，摇混使均匀分散，然后在 25~30℃ 温度下振荡 2 小时，取出后将混合液转移至 250ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀后静置 1~2 分钟，将上层清液倒入离心管中，在每分钟转数 1500 转的离心机中离心 10 分钟，再将离心液用快速滤纸或玻璃纤维过滤，收集清晰滤液于锥形烧瓶中，即为水溶性蛋白质测定液。

(3) 定氮：吸取测定液 10ml 于 50ml 或 100ml 凯式定氮瓶中，按标准正文中 3.1、3.2、3.3 步骤进行消化、蒸馏、滴定。记下滴定样品液及空白液消耗盐酸的数量。

注意事项：

参见粗蛋白质检验注意事项。

(4) 按照标准规定计算水溶性蛋白质含量。