



# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.227—2023

## 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 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 5009.227—2016《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》。

本标准与 GB 5009.227—2016 相比,主要变化如下:

- 修改了第一法“指示剂滴定法”的范围;
- 增加了植脂奶油和粉末油脂制品的试样制备。

# 食品安全国家标准

## 食品中过氧化值的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中过氧化值的测定方法。

第一法适用于食品中过氧化值的测定。

第二法适用于食用动植物油脂和人造奶油中过氧化值的测定。

### 第一法 指示剂滴定法

### 2 原理

经制备的油脂试样在三氯甲烷-冰乙酸溶液中溶解,其中的过氧化物与碘化钾反应生成碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。用过氧化物相当于碘的质量分数或 1 kg 样品中活性氧的毫摩尔数表示过氧化值的量。

### 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 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )。

3.1.2 三氯甲烷( $\text{CHCl}_3$ )。

3.1.3 碘化钾(KI)。

3.1.4 石油醚;沸程为 30 °C~60 °C。

石油醚的确认:取 100 mL 石油醚于旋蒸瓶中,在不高于 40 °C 的水浴中,用旋转蒸发器减压蒸干。用 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸溶液分次洗涤旋蒸瓶,合并洗涤液于 250 mL 碘量瓶中。准确加入 1.00 mL 碘化钾饱和溶液,塞紧瓶盖,并轻轻振摇 0.5 min,在暗处放置 3 min,加 1.0 mL 淀粉指示剂后混匀,若无蓝色出现,此石油醚可用于试样制备;如加 1.0 mL 淀粉指示剂混匀后有蓝色出现,则需更换试剂。

3.1.5 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。

3.1.6 可溶性淀粉。

3.1.7 丙酮( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ )。

3.1.8 淀粉酶(CAS 号:9000-92-4):酶活力 $\geq 2\ 000$  U/g。

3.1.9 木瓜蛋白酶(CAS 号:9001-73-4):酶活力 $\geq 6\ 000$  U/mg。

3.1.10 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。

#### 3.2 试剂配制

3.2.1 三氯甲烷-冰乙酸溶液(2+3):将三氯甲烷和冰乙酸按 2:3 的体积比混合均匀。

3.2.2 淀粉指示剂(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉,加入约 5 mL 水使其呈糊状,在搅拌下将 95 mL 沸水加到糊状物中,再煮沸 1 min~2 min,冷却。临用现配。

3.2.3 碘化钾饱和溶液:称取约 16 g 碘化钾,加入 10 mL 适量新煮沸冷却的水,摇匀后贮于棕色瓶中,盖塞,于避光处保存备用,应确保溶液中有饱和碘化钾结晶存在,若超过 5.2 中空白体积要求时应重新配制。

### 3.3 标准溶液配制

3.3.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L):按照 GB/T 5009.1 要求进行配制和标定,或经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

3.3.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.01 mol/L):由 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液以新煮沸冷却的水稀释而成。临用现配。

3.3.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.002 mol/L):由 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液以新煮沸冷却的水稀释而成。临用现配。

## 4 仪器和设备

4.1 天平:感量分别为 0.01 g、0.001 g、0.000 1 g。

4.2 电热恒温干燥箱。

4.3 旋转蒸发仪:配棕色旋蒸瓶。

4.4 恒温水浴振荡器。

4.5 高速冷冻离心机:转速 $\geq$ 5 000 r/min。

4.6 顶置搅拌器。

4.7 滴定管:容量 10 mL,最小刻度 0.05 mL。

4.8 滴定管:容量 25 mL 或 50 mL,最小刻度 0.1 mL。

注:本方法中使用的所有器皿不得含有还原性或氧化性物质。磨砂玻璃表面不得涂油。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

样品制备过程应避免强光,制备后油脂密闭保存,尽快测定。

#### 5.1.1 动植物油脂

对液态样品,振摇装有试样的密闭容器,充分混匀后直接取样;对固态样品,选取有代表性的试样置于密闭容器中混匀后取样。如有必要,将盛有固态试样的容器置于恒温水浴中,加热至开始融化,在该温度下待其全部融化后,振摇混匀,趁试样为液态时立即取样测定。

#### 5.1.2 油脂制品

##### 5.1.2.1 食用氢化油、起酥油、代可可脂

同 5.1.1。

##### 5.1.2.2 人造奶油

将样品置于密闭容器中,于 60 °C~70 °C 的电热恒温干燥箱中加热至融化,振摇混匀后,继续加热

至破乳分层并将油层通过快速定性滤纸过滤到烧杯中,烧杯中滤液为待测试样,待测试样应澄清。趁待测试样为液态时立即取样测定。

### 5.1.2.3 植脂奶油

取有代表性样品于烧杯中,加入约5倍样品体积的石油醚,使用顶置搅拌器搅拌2 min使混合均匀。边搅拌边加入约样品1.6倍质量的无水硫酸钠,继续搅拌混合5 min,取下静置5 min使石油醚分层(如发生乳化现象,将烧杯顶部覆盖一层保鲜膜,置于不高于40℃水浴保温10 min,使石油醚分层)。将上清液倒出,向烧杯中加入约2倍样品体积的石油醚,重复以上搅拌、静置操作,将石油醚合并,过滤,将滤液转入棕色旋蒸瓶中,在不高于40℃的水浴中,用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚,残留物即为待测试样,提取量不少于5 g。

### 5.1.2.4 粉末油脂制品

称取代表性样品于棕色碘量瓶中,每1 g样品加入0.02 g木瓜蛋白酶和0.02 g淀粉酶。加入2倍样品体积的水混匀,盖塞。将碘量瓶置于50℃恒温水浴振荡器,60次/min~100次/min振荡30 min,取出冷却。加入与水等体积的丙酮,混匀。加入3倍样品体积的石油醚振摇提取1 min,将其转入分液漏斗静置30 min分层,弃去下层。若出现乳化现象,可高速冷冻离心分层(5 000 r/min,15℃,3 min),再将有机相转入分液漏斗。加入与石油醚等体积的水洗涤有机相,弃去下层,将上层有机相转入装有无水硫酸钠漏斗进行过滤。将滤液转入棕色旋蒸瓶中,在不高于40℃的水浴中,用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚,残留物即为待测试样,提取量不少于5 g。

注:仅含蛋白质壁材样品可只加木瓜蛋白酶;仅含碳水化合物壁材样品可只加淀粉酶。

### 5.1.3 植物性食品及其制品(经油炸、膨化、烘烤、调制、炒制、蒸煮等加工工艺制成)及动物性食品制品(经速冻、干制、腌制、油炸等加工工艺制成)

从所取全部样品中取出有代表性样品的可食部分,除去其中不含油脂部分,含水分较多的速冻调理肉样品可用纱布将水沥干再进行制备。破碎并充分混匀,置于广口瓶中,加入2倍~3倍样品体积的石油醚,摇匀,充分混合,封口后静置浸提12 h以上,必要时超声5 min~10 min。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,残留物即为待测试样,提取量不少于5 g。

## 5.2 试样的测定

应避免在阳光直射下进行试样测定。称取制备的试样2 g~3 g(精确至0.001 g),置于250 mL碘量瓶中,加入30 mL三氯甲烷-冰乙酸溶液,轻轻振摇试样至完全溶解。准确加入1.00 mL碘化钾饱和溶液,塞紧瓶盖,并轻轻振摇0.5 min,在暗处放置3 min。取出加100 mL水,摇匀后立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(过氧化值估计值在0.15 g/100 g及以下时,用0.002 mol/L标准滴定溶液;过氧化值估计值大于0.15 g/100 g时,用0.01 mol/L标准滴定溶液)滴定析出的碘,滴定至淡黄色时,加1 mL淀粉指示剂,继续滴定并强烈振摇至溶液蓝色消失为终点。同时进行空白试验。空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 $V_0$ 。不得超过0.1 mL。

## 6 分析结果的表述

6.1 用过氧化物相当于碘的质量分数表示过氧化值时,按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.1269}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $X_1$  ——过氧化值,单位为克每百克(g/100 g)；
- $V$  ——试样消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)；
- $V_0$  ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)；
- $c$  ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- 0.126 9 ——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的碘的质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)；
- $m$  ——试样质量,单位为克(g)；
- 100 ——折算为 100 g 试样的换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留 2 位有效数字。

6.2 用 1 kg 样品中活性氧的毫摩尔数表示过氧化值时,按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times 1\,000}{2 \times m} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $X_2$  ——过氧化值,单位为毫摩尔每千克(mmol/kg)；
- $V$  ——试样消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)；
- $V_0$  ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)；
- $c$  ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- 1 000 ——物质的量由摩尔折算为毫摩尔的换算系数；
- 2 ——硫代硫酸钠和活性氧之间的转换系数；
- $m$  ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留 2 位有效数字。

### 7 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 第二法 电位滴定法

### 8 原理

经制备的油脂试样在异辛烷-冰乙酸溶液中溶解,试样中过氧化物与碘化钾反应生成碘,反应后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘,用电位滴定仪确定滴定终点。用过氧化物相当于碘的质量分数或 1 kg 样品中活性氧的毫摩尔数表示过氧化值的量。

### 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 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )。
- 9.1.2 异辛烷( $\text{C}_8\text{H}_{18}$ )。

9.1.3 碘化钾(KI)。

9.1.4 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。

## 9.2 试剂配制

9.2.1 异辛烷-冰乙酸溶液(2+3):将异辛烷和冰乙酸按 2 : 3 的体积比混合均匀。

9.2.2 碘化钾饱和溶液:同 3.2.3。

## 9.3 标准溶液配制

同 3.3。

## 10 仪器和设备

10.1 天平:感量分别为 0.01 g、0.001 g、0.000 1 g。

10.2 电热恒温干燥箱。

10.3 电位滴定仪:精度为 $\pm 2$  mV。

10.4 磁力搅拌器。

注:本方法中使用的所有器皿不得含有还原性或氧化性物质。磨砂玻璃表面不得涂油。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样制备

同 5.1.1 与 5.1.2.2。

### 11.2 试样的测定

称取制备的试样 5 g(精确至 0.001 g)于电位滴定仪的滴定杯中,加入 50 mL 异辛烷-冰乙酸溶液,轻轻振摇使试样完全溶解。如果试样溶解性较差(如硬脂或动物脂肪),可先向滴定杯中加入 20 mL 异辛烷,轻轻振摇使样品溶解,再加入 30 mL 冰乙酸后混匀。

向滴定杯中准确加入 1.00 mL 碘化钾饱和溶液,开动磁力搅拌器,在合适的搅拌速度下反应  $60\text{ s} \pm 1\text{ s}$ 。立即向滴定杯中加入 30 mL~100 mL 水,插入电极和滴定头,设置好滴定参数,运行滴定程序,进行滴定并观察滴定曲线和电位变化,硫代硫酸钠标准滴定溶液加液量一般控制在 0.05 mL/滴~0.2 mL/滴。到达滴定终点后,记录滴定终点消耗的标准溶液体积。每完成一个样品的滴定后,需将搅拌器或搅拌磁子、滴定头和电极浸入异辛烷中清洗表面的油脂。

同时进行空白试验。进行滴定并观察滴定曲线和电位变化,硫代硫酸钠标准滴定溶液加液量一般控制在 0.005 mL/滴。到达滴定终点后,记录滴定终点消耗的标准溶液体积  $V_0$ 。空白试验所消耗 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液体积  $V_0$  不得超过 0.1 mL。

注 1: 要保证样品混合均匀又不会产生气泡影响电极响应,可根据仪器说明书的指导,选择一个合适的搅拌速度。

注 2: 可根据仪器进行加水量的调整,加水量会影响起始电位,但不影响测定结果。被滴定相位于下层,大量的水有利于相转化,加水量越大,滴定起点和滴定终点间的电位差异越大,滴定曲线上的拐点更明显。

注 3: 应避免在阳光直射下进行试样测定。

## 12 分析结果的表述

同第 6 章。

### 13 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

---