拌饭酱样品中酸值和过氧化值的测定

一、 应用领域

本方法适用于各类拌饭酱、辣椒酱、下饭酱、复合调味酱等油脂含量较高的酱制品质量检测。酸值与过氧化值是关键品质指标，用于评估：

- 油脂新鲜度与酸败程度：酸值升高反映游离脂肪酸增多（水解酸败），过氧化值升高反映初期氧化酸败。
- 原料质量：判断所用油脂或含油原料（如花生、芝麻）的新鲜度
- 生产工艺控制：监控加工、储存过程中油脂的稳定性
- 产品货架期评估与质量控制：确保产品在保质期内符合安全与风味要求

本方法符合《GB 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》和《GB 5009.229 食品安全国家标准 食品中酸价的测定》标准中电位滴定法的相关要求。

二、 方法原理

酸值：中和滴定法。根据酸碱中和反应的原理，用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和试样溶液中的游离脂肪酸，以中和反应所引起的“pH 突跃”确定滴定终点，根据标准滴定溶液的消耗量计算，计为试样的酸价。

过氧化值：碘量法。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 1kg 样品中活性氧的毫摩尔数表示过氧化值的量。

三、 实验仪器及推荐配置

- 雷磁 ZDJ-5D/ZDJ-4D 型自动电位滴定仪/ZDJ-5B 型自动电位滴定仪
- 电极配置：雷磁 982211 pH 滴定电极+982241 铂环 ORP 滴定电极
- 其他配件：防扩散毛细管

四、 滴定类型和方法

- 滴定类型：非水相酸碱滴定（酸值）、氧化还原滴定（过氧化值）
- 样品测定参数设置如下：

滴定模式	动态滴定模式

终点设置	终点个数	3 个 （可根据实际需求进行设置）
	滴定速度	慢速
	平衡电位	1mV
	平衡时间	7s
	最大等待时间	10s
	终点突跃类型	小
	终点突跃值	50mV/mL
添加控制	预加体积	0.00mL
	最小添加体积	0.02mL
	最大添加体积	20mL
搅拌器设置	搅拌类型	下搅拌
	搅拌速度	35rpm
	滴定前搅拌时间	60s

注：参数设置可根据实际情况进行调整

■ 空白测定时参数设置如下：

滴定模式	等量滴定模式	
终点设置	终点个数	1 个
	滴定速度	慢速
	平衡电位	1mV
	平衡时间	8s
	最大等待时间	10s
	终点突跃类型	小
	终点突跃值	50mV/mL
添加控制	预加体积	0.00mL
	每次添加体积	0.01mL
	最大添加体积	2mL
搅拌器设置	搅拌类型	下搅拌
	搅拌速度	35rpm
	滴定前搅拌时间	60s

注：参数设置可根据实际情况进行调整

五、 实验试剂

1. 异丙醇

市售。

2. 无水乙醚

市售。

3. 95%乙醇

市售。

4. 石油醚

市售，沸程为 30°C~60°C。

5. 无水硫酸钠

市售。

6. 冷溶剂

将无水乙醚与异丙醇(或 95%乙醇)按 1∶1 的体积比混合均匀。

7. 氢氧化钾标准滴定溶液 0.1mol/L)

按照 GB/T5009.1 的要求配制和标定，或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

8. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1mol/L)

按照 GB/T5009.1 或 GB/T601 的要求配制和标定，或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。

9. 冰乙酸

市售。

10. 异辛烷

市售。

11. 硫代硫酸钠

市售。

12. 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。

13. 碘化钾饱和溶液

称取约 16g 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品存在，若超过样品中空白体积要求时应重新配制。

14. 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mo1/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。

六、 样品分析及结果计算

1. 酸值测定

- 在称取的油脂试样中加入 100mL 冷溶剂（无水乙醚与异丙醇混合溶液），放入搅拌子，置于滴

定台上搅拌溶解。

- 插入电极，调节搅拌速度，使搅拌剧烈而无液体飞溅，注意应将电极的玻璃球泡和滴定管的防扩散头完全浸没在样品溶液的液面以下，避免碰到烧杯内壁。
- 启动自动电位滴定仪，用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定
- 以同样方法进行空白实验

2. 过氧化值测定

- 称取制备的试样 5 g(精确至 0.001 g)于滴定杯中，加入 50 mL 异辛烷-冰乙酸溶液，轻振摇使试样完全溶解
- 往滴定杯中准确加入 1 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 s。
- 立即向滴定杯中加人 50 mL 水
- 插入电极和滴定头，设置好滴定参数，启动滴定，用硫代硫酸钠滴定至终点
- 以同样方法进行空白实验

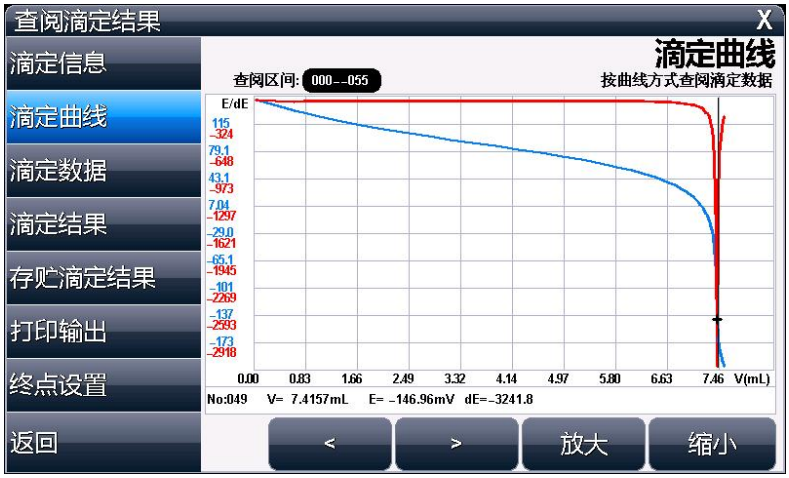
七、 滴定结果

1. 酸值测定

1）氢氧化钠标准溶液标定结果

序号	取邻苯二甲酸氢钾质量 g	加水体积 mL	终点体积 mL
1	0.15207	50	7.4157
2	0.15207	50	7.3892
浓度值 mol/L			0.10059

2）氢氧化钠标准溶液标定曲线



3）样品酸值测定结果

序号	称取样品质量 g	加溶剂体积 mL	滴定终点体积 mL	计算含量 mg/g
1	5.9172	100	1.0505	0.937
2	10.0026	100	1.6847	0.912
3	10.0342	100	1.7127	0.925
4	0（空白）	100	0.0683	/
平均值 mg/g				0.924
重复性%				1.34

4）样品酸值滴定曲线

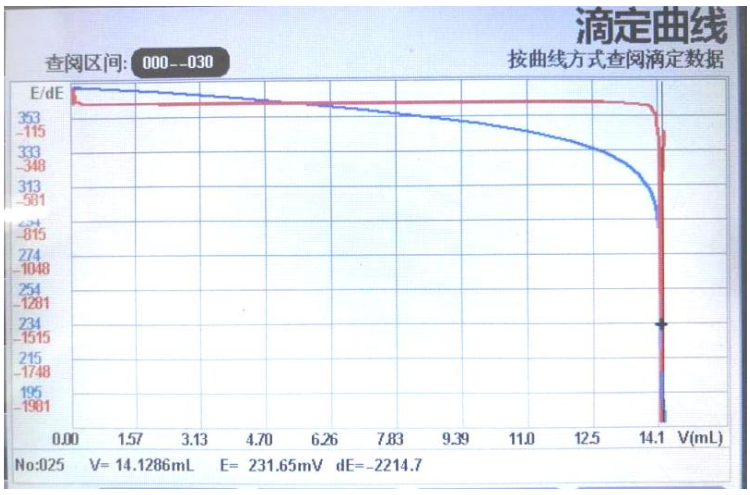


2. 过氧化值测定

1）硫代硫酸钠标定结果

序号	取重铬酸钾质量 g	加 20%硫酸体积 mL	终点体积 mL
1	0.072046	20	14.2186
2	0.072046	20	14.0569
浓度值 mol/L			0.08597

2）硫代硫酸钠标定曲线



3）样品过氧化值测定结果

序号	称取样品质量 g	加溶剂体积	滴定终点体积 mL	计算含量 g/100g
1	5.0114	50	0.0591	0.006487
2	5.0287	50	0.0595	0.006552
3	5.0457	50	0.0595	0.006530
4	0（空白）	50	0.0293	/
平均值 g/100g				0.006523
重复性%				0.50

4）样品过氧化值滴定曲线



八、 注意事项

- 酸值及过氧化值测试时，样品需充分搅拌均匀（特别是含颗粒物时），确保取样代表整体。可加快分散速度，采用中号转子，使搅拌速度加快，利于实验速度及实验精确度
- 醚、石油醚高度易燃易爆！ 远离明火、热源，在通风橱内操作，避免静电。三氯甲烷、冰乙酸有刺激性气味和毒性！全程在通风橱内操作，佩戴防护手套、眼镜和口罩
- 废液处理前请进行妥善处置