食用油脂（植物油、动物油、调和油、煎炸油等）中过氧化值的测定

一、 应用领域

本方法适用于各类食用油脂（植物油、动物油、调和油、煎炸油等）中过氧化值（POV）的快速、准确测定，广泛应用于食品安全监管、油脂加工企业、食品厂、第三方检测实验室的质量控制与品质评价。

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》标准中电位滴定法的相关要求。

二、 方法原理

样品油脂中的过氧化物（主要是氢过氧化物，ROOH）在酸性环境下与碘化钾(KI)反应，定量释放出碘(I_2)。释放出的碘用硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)标准溶液滴定。通过消耗的标准硫代硫酸钠溶液体积计算 1 公斤油脂中活性氧的毫摩尔数（或换算成特定单位）。

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 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：氧化还原滴定
- 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	1 个 （可根据实际需求进行设置）
	滴定速度	慢速
	平衡电位	0.5mV
	平衡时间	3s
	最大等待时间	6s
	终点突跃类型	中
	终点突跃值	100mV/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

■ 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	0.5mV
	平衡时间	3s
	最大等待时间	6s
	终点突跃类型	中
	终点突跃值	100mV/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

五、 实验试剂

1. 冰乙酸

市售。

2. 异辛烷

市售。

3. 硫代硫酸钠

市售。

4. 重铬酸钾

基准物质，市售。

5. 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。

6. 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。

7. 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.01 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

- 称取制备的试样 1 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。

  注：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 30mL 冰乙酸后混匀。

- 往滴定杯中准确加入 0.5mL 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 60 mL 水
- 插入电极和滴定头，设置好滴定参数，启动滴定，在滴定仪上使用硫代硫酸钠滴定至终点，记录滴定体积。
- 以同样方法进行空白实验

七、 滴定结果

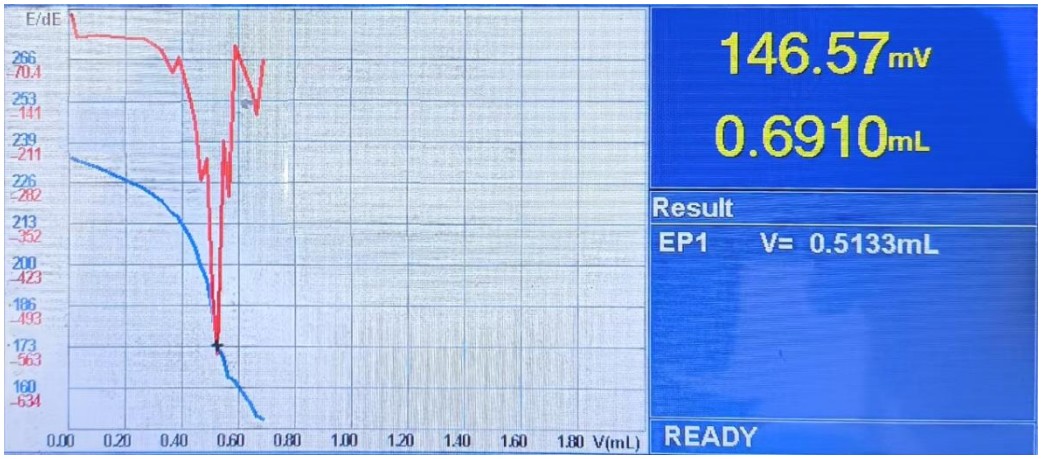
1. 硫代硫酸钠标定结果

序号	重铬酸钾质量(g)	消耗硫代硫酸钠体积 (mL)	滴定剂浓度（mol/L）
1	0.005214	10.462	0.01016
2	0.005214	10.486	0.01014
浓度值（mol/L）			0.01015

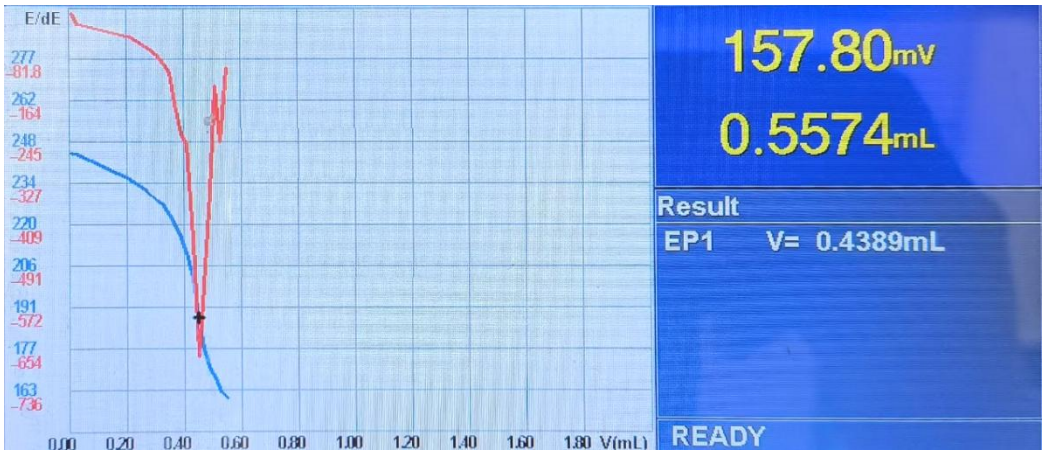
2. 样品测定结果

样品	序号	称取样品质量 g	加溶剂体积 mL	电位滴定终点体积 mL	过氧化值 g/100g
大豆油	1	1.0234	50	0.5133	0.065
	2	1.0318	50	0.4498	0.056
	平均值 g/100g				0.061
样品	序号	称取样品质量 g	加溶剂体积 mL	电位滴定终点体积 mL	过氧化值 g/100g
菜籽油 1	1	1.0155	50	0.4389	0.056
	2	1.0330	50	0.4331	0.054
	平均值 g/100g				0.055
样品	序号	称取样品质量 g	加溶剂体积 mL	电位滴定终点体积 mL	过氧化值 g/100g
菜籽油 2	1	1.0986	50	0.6406	0.075
	2	1.0710	50	0.6518	0.078
	平均值 g/100g				0.076

3. 样品滴定曲线



大豆油中过氧化值滴定曲线



菜籽油 1 中过氧化值滴定曲线



菜籽油 2 中过氧化值滴定曲线

八、 注意事项

- 滴定时要注意样品前处理的时间和处理步骤，搅拌时间过长会导致更多碘化钾转换为碘单质，导致滴定结果变大

- 过氧化值滴定时，由于油水分层，因此在滴定过程中转子搅拌速度要尽可能快，使油水混合达到乳浊状态再进行滴定，否则有可能会因滴定不充分使滴定结果偏小
- 滴定时不能取样过多，油品过多可能会导致溶解不充分，对滴定结果造成影响
- 废液处理前请进行妥善处置