

# 电位滴定法测定牛油中的过氧化值

方案编号：HM-DW-002

适用仪器：HM-D 系列电位滴定仪（D1-D4 通用）

发布日期：2026 年 2 月 5 日

## 1 前言

过氧化值是评价油脂氧化程度的关键指标。牛油作为常见的动物油脂，广泛用于火锅底料、糕点、烹饪等。由于其饱和脂肪酸含量较高，在储存过程中容易发生氧化酸败，导致品质下降。我国《GB 10146-2015 食品安全国家标准 食用动物油脂》中明确规定，食用动物油脂的过氧化值限量不得超过 0.20 g/100g。

牛油在常温下呈固态，且可能含有水分、蛋白质等杂质，因此在检测前需要进行适当的前处理以获得纯净的油样。本方案依据《GB 5009.227-2023 食品中过氧化值的测定》第二法（电位滴定法），结合牛油的特性，详细规定了样品前处理及测定步骤，确保检测结果准确可靠，满足产品质量控制与合规性评价需求。本方法也适用于其他动物油脂（如猪油、羊油、黄油等）的过氧化值测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

HM-D 系列电位滴定仪（D1-D4 任一型号）；铂复合电极；分析天平（感量 0.001g）；电热恒温干燥箱或恒温水浴锅；快速定性滤纸、漏斗、分液漏斗；烧杯、锥形瓶、量筒、移液器等。



图 1 电位滴定仪及前处理设备

### 2.2 试剂

硫代硫酸钠标准滴定溶液（0.002 mol/L 或 0.01 mol/L）；异辛烷（分析纯）；冰乙酸（分析纯）；碘化钾饱和溶液（现配现用，避光保存）；无水硫酸钠（分析纯）；三级水（符合 GB/T 6682）。

试剂选择说明：硫代硫酸钠标准溶液的浓度应根据样品过氧化值的预估范围进行选择：预估过氧化值  $\leq 0.15$  g/100g 时，使用 0.002 mol/L 溶液。预估过氧化值  $> 0.15$  g/100g 时，使用 0.01 mol/L 溶液。

### 3 实验方法

#### 3.1 样品前处理（关键步骤）

样品制备：取具有代表性的固态牛油样品，置于密闭容器中。

加热融化：将容器置于 60-70°C 的电热恒温干燥箱或水浴中，加热至样品完全融化。注意：加热温度不宜过高，以防油脂氧化。

混匀：振摇容器，使融化后的牛油混合均匀。

过滤纯化：

准备一个干燥的漏斗，内垫快速定性滤纸，滤纸上铺加约 5g 无水硫酸钠。

将融化的牛油趁热过滤到干燥的烧杯中。过滤过程中应保持温度，防止牛油凝固堵塞滤纸。

如牛油中含水量较高，可适当增加无水硫酸钠的用量，并重复过滤一次。

备用：将过滤后得到的澄清牛油样品密闭、避光保存，并尽快进行测定。如不能立即测定，可置于冰箱冷藏，测定前重新融化并混匀。



图 2 样品制备过程

#### 3.2 样品测定步骤

样品称取：准确称取制备好的牛油样品约 5.0g（精确至 0.001g）于滴定杯中。如样品在称量过程中凝固，可适当温热滴定杯使其融化。

溶解样品：加入 20mL 异辛烷，轻轻振摇或置于温水浴中（ $\leq 40^{\circ}\text{C}$ ）助溶，直至牛油完全溶解。

注：牛油在异辛烷中溶解可能较慢，可适当延长振摇时间或轻微加热。

加入冰乙酸：加入 30mL 冰乙酸，混匀。

添加反应剂：准确加入 1.00mL 碘化钾饱和溶液。

反应：立即启动搅拌器，中速搅拌反应  $60\text{s} \pm 1\text{s}$ 。

稀释：加入 50mL 水。

滴定：插入电极，设置参数后启动自动滴定程序。

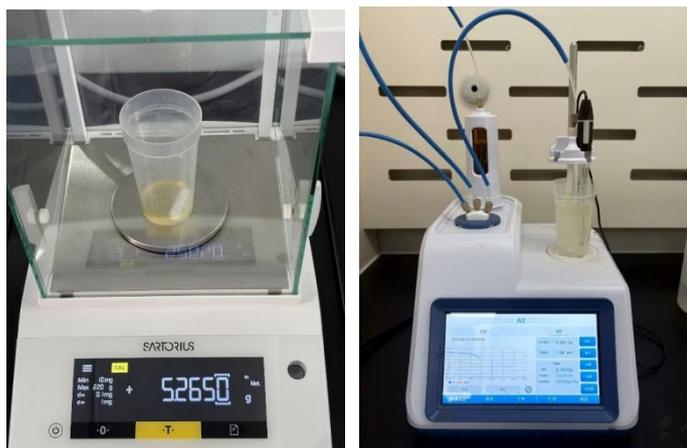


图3 样品测试

### 3.3 HM-D 仪器参数设置

参数项	设置值	说明
滴定类型	电位	氧化还原反应
终点方法	自动（电位突跃）	自动识别终点
滴定方式	动态	自动控制滴定速度
最小添加体积	0.005mL	精细控制
最大添加体积	0.1mL	滴定效率
推挤等待	1000ms	系统平衡，数据稳定
突跃量	10	灵敏度调节
终点索引	1	单一终点（第一个突跃点）
变化量	20	终点判断阈值
预加滴定体积	0	未知样品，避免偏差
搅拌速度	中速（7-8）	混合均匀，防气泡
预搅拌时间	60s	体系均一性
电极类型	铂复合电极	氧化还原体系，响应快

### 3.4 空白试验

在相同条件下进行空白试验（仅不加牛油样品），记录消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积  $V_0$ 。

## 4 结果与讨论

### 4.1 计算公式

过氧化值（以碘计，g/100g）：

$$POV = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.1269}{m} \times 100$$

POV: 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<sub>0</sub>: 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) ;

0.1269: 与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[c(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=1.000 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。

### 4.2 测试结果

V<sub>0</sub>:0.603mL

样品名称	滴定剂浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)
牛油-1	0.002002	5.265	3.231	0.01268	0.013 (结果保留两位有效数字)
牛油-2		5.1965	3.231	0.01285	



图 4 牛油滴定曲线图

### 4.3 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 10%，符合 GB 5009.227-2023 标准要求。

## 5 方案特点与优势

### 5.1 针对牛油的前处理优势

方法合规：前处理步骤严格遵循 GB 5009.227-2023 中对固态动物油脂的规定。

有效脱水除杂：通过加热融化、过滤及无水硫酸钠脱水，有效去除牛油中的水分和固体杂质，避免干扰。

适用性广：本方法同样适用于其他动物油脂（如猪油、羊油、黄油等）及人造奶油，解决了固态动物油脂直接检测的难点，将国标方法成功转化为高效、可靠的仪器解决方案。

### 5.2 HM-D 系列仪器核心优势

智能终点判断：不受样品颜色、浊度影响，尤其适合颜色较深的牛油。

高效稳定：自动化滴定，单个样品检测时间短，重复性好。

数据管理便捷：自动保存完整实验数据与图谱，支持溯源与报告生成。

### 5.3 质量控制要点

前处理彻底：确保牛油完全融化、均匀，并充分去除水分，否则水分可能导致结果偏高。

环境控制：整个前处理及测定过程应避免强光照射，防止油脂光氧化。

温度控制：加热温度不宜过高，建议在 60-70°C，防止油脂氧化。

## 6 结论

本方案针对牛油的物理特性，提供了标准化的前处理方法，结合 HM-D 系列电位滴定仪，可准确、高效地测定牛油中的过氧化值。方法完全满足《GB 5009.227-2023 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》的检测要求，适用于判断产品是否符合《GB 10146-2015 食品安全国家标准 食用动物油脂》中限量规定的判定。本方法也适用于其他动物油脂（如猪油、羊油、黄油等）的过氧化值测定。

## 7 参考文献

[1] GB 5009.227-2023 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定[S].

[2] GB 10146-2015 食品安全国家标准 食用动物油脂[S].

---

本文档为通用技术方案，具体仪器操作请参考对应仪器说明书。