

电位滴定法测定辣条中的过氧化值

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 6 日

1 前言

辣条作为一种广受欢迎的调味面制素食, 通常归类于油炸小食品范畴。根据《GB 16565-2003 油炸小食品卫生标准》, 此类食品需检测以脂肪计的理化指标, 其中过氧化值 (以脂肪计) 的限量要求为 $\leq 0.25 \text{ g/100g}$ 。该标准为全文强制性标准, 是产品质量合格判定的核心依据。

与纯油脂样品不同, 辣条中的油脂被包裹在由面粉、蛋白质、调味料等组成的复杂食品基质中, 无法直接测定。其检测需遵循先提取脂肪, 后分析测定的原则。

本方案依据《GB 5009.227-2023 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》与《GB/T 5009.56-2003 糕点卫生标准的分析方法》中关于脂肪提取的规定, 详细制定了以石油醚为溶剂提取辣条中脂肪, 并采用 HM-D 系列电位滴定仪测定提取脂肪中过氧化值的方法。本方案为辣条及其他油炸小食品的合规性检测与质量控制提供了准确、高效的完整解决方案。

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); 旋转蒸发仪 (配棕色旋蒸瓶); 恒温水浴振荡器 (或具塞锥形瓶与振荡器); 高速冷冻离心机 (可选, 用于处理乳化层); 分液漏斗、布氏漏斗、抽滤瓶; 广口瓶 (具塞)、快速定性滤纸; 滴定杯、量筒、移液器等。

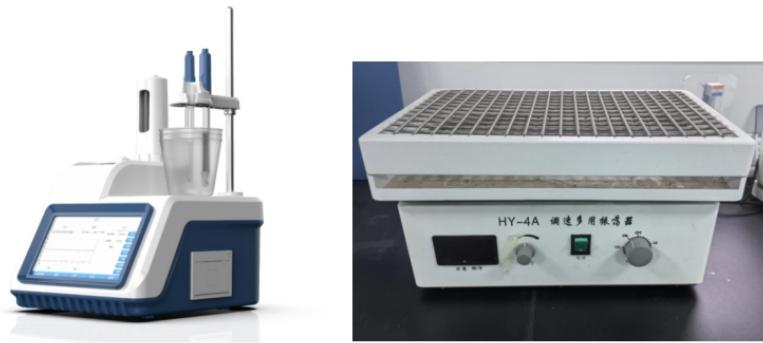


图 1: 仪器及提取设备

2.2 试剂

硫代硫酸钠标准滴定溶液 (0.002 mol/L 或 0.01 mol/L); 石油醚 (沸程 30-60°C, 必须验证无氧化性, 验证方法见备注); 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, 用于脱水); 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提取脂肪中过氧化值的预估范围进行选择: 预估过氧化值 $\leq 0.15 \text{ g}/100\text{g}$ 时, 使用 0.002 mol/L 溶液。预估过氧化值 $> 0.15 \text{ g}/100\text{g}$ 时, 使用 0.01 mol/L 溶液。

备注: 石油醚的验证 (依据 GB 5009.227-2023)

取 100 mL 石油醚于旋蒸瓶中, 在 $\leq 40^\circ\text{C}$ 水浴中减压蒸干。用 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸溶液 (2+3) 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, 摆匀后于暗处放置 3 min , 加入 1 mL 淀粉指示剂。若溶液无蓝色出现, 则该石油醚可用于提取; 若出现蓝色, 必须更换试剂。

3 实验方法

3.1 样品前处理: 脂肪提取 (核心步骤)

样品制备: 取具有代表性的辣条样品, 用剪刀或粉碎机将其剪碎或初步破碎至小块, 置于广口瓶中。

溶剂浸提:

向广口瓶中加入 2-3 倍样品体积的石油醚。

盖紧瓶塞, 充分振摇使样品与溶剂混合均匀。

将广口瓶置于暗处, 室温下浸提 12 小时以上 (或过夜)。为提高提取效率, 可期间振摇数次, 或使用恒温水浴振荡器在室温下振荡 30-60 分钟。

过滤分离:

将浸提后的混合液通过铺有快速定性滤纸和适量无水硫酸钠的布氏漏斗进行减压过滤, 收集滤液于抽滤瓶中。

再用少量石油醚洗涤残渣 2~3 次, 洗涤液一并过滤合并。

溶剂去除:

将合并的滤液转移至棕色旋蒸瓶中。

在不高于 40°C 的水浴中, 用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚。

脂肪获得: 旋蒸瓶中的残留物即为从辣条中提取的脂肪。将其密封, 避光、低温保存, 并尽快进行测定。提取的脂肪量应不少于 5g 。



图 2: 辣条脂肪提取

3.2 样品测定步骤

样品称取: 准确称取制备好的辣条提取脂肪约 5.0g (精确至 0.001g) 于滴定杯中。

溶解样品: 加入 20mL 异辛烷, 轻轻振摇至脂肪完全溶解。

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 60s±1s。

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。

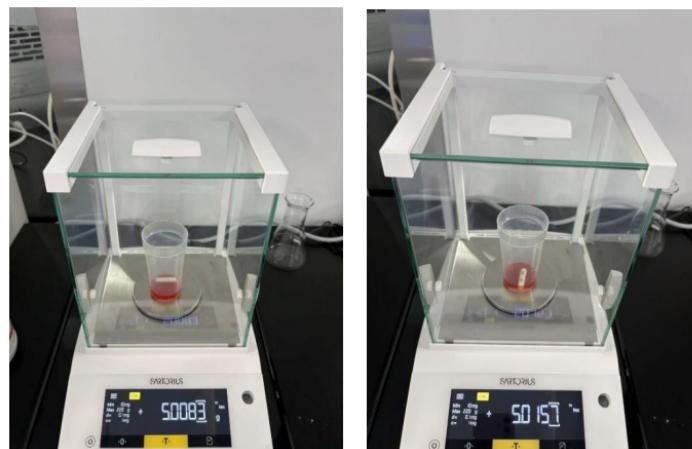


图 3: 提取脂肪称重

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 (仅不加提取的脂肪样品), 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: 辣条提取脂肪的过氧化值, 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) ;

V₀: 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(Na₂S₂O₃)=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。

报告与判定: 结果报告中应明确注明“以脂肪计”。最终产品是否合格, 应依据《GB 16565-2003 油炸小食品卫生标准》进行判定, 即过氧化值 (以脂肪计) ≤ 0.25 g/100g。

4.2 测试结果

V₀: 0.758mL

样品名称	滴定剂浓度 (mol/L)	提取脂肪取样量 (g)	滴定体积 (mL)	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g, 以脂肪计)
辣条样品提取脂肪-1	0.002002	5.0158	2.818	0.011	0.010 (结果保留两位有效数字)
辣条样品提取脂肪-2		5.0083	2.809	0.010	
辣条样品提取脂肪-3		5.0157	2.749	0.010	

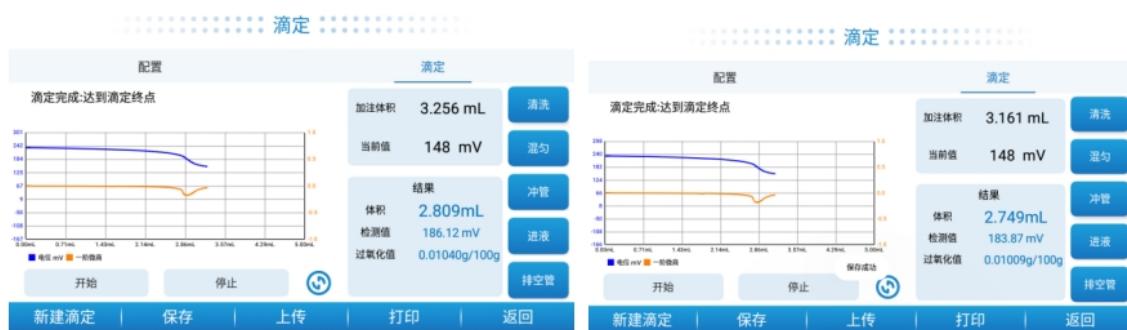


图 4: 辣条提取脂肪典型滴定曲线图

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 方案合规性与权威性

标准完备: 前处理严格遵循 GB/T 5009.56, 分析检测严格遵循 GB 5009.227, 判定依据强制国标 GB 16565, 形成从提取、检测到判定的完整、合规链条。

限量明确: 直接引用产品标准中的具体限量值 (0.25 g/100g), 使检测目的与质量判定一目了然。

5.2 针对油炸小食品的前处理优势

提取方法标准: 采用国标规定的石油醚浸提法, 能有效、完全地提取出包裹在复杂基质中的脂肪, 确保检测对象的准确性

适用性广泛: 本方法不仅适用于辣条, 也完全适用于 GB 16565 标准所涵盖的所有以面粉、米粉、豆类、薯类等为原料的油炸小食品。

5.3 HM-D 系列仪器核心优势

终点判断客观: 电位法判定终点, 彻底解决因提取脂肪可能带有颜色 (如辣椒红) 或微量杂质而导致的目视终点判断困难问题。

效率与准确性兼备: 自动化滴定与智能终点识别, 大幅提升检测效率, 同时减少人为误差, 保证批量检测结果的一致性。

数据可追溯: 完整记录滴定过程曲线与结果, 满足质量管理体系对检测数据溯源性的要求。

5.4 关键操作要点

提取完全性: 确保足够的浸提时间和溶剂用量, 是结果准确反映产品中脂肪真实氧化状况的前提。

全程避光: 从样品制备、脂肪提取到滴定分析, 全程应尽可能避光操作, 防止脂肪在分析过程中发生光氧化。

溶剂验证: 石油醚的氧化性验证是保证方法空白合格、结果准确的基石, 不可省略。

低温浓缩: 旋蒸时水浴温度务必控制在 40°C 以下, 防止不饱和脂肪在高温下发生氧化, 导致测定值偏高。

6 结论

本方案为辣条及其他油炸小食品中过氧化值的测定提供了从标准依据、脂肪提取、仪器测定到合格判定的完整解决方案。方法严格遵循国家强制标准, 结合 HM-D 系列电位滴定仪的自动化优势, 能够准确、高效地评估产品的氧化劣变程度, 是生产企业、质检机构及市场监管部门进行产品质量控制与合规性验证的可靠工具。

7 参考文献

- [1] GB 16565-2003 油炸小食品卫生标准[S].
- [2] GB 5009.227-2023 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定[S].
- [3] GB/T 5009.56-2003 糕点卫生标准的分析方法[S].

山东恒美电子科技有限公司 应用研究部