



中华人民共和国国家标准

GB 5009.229—2016

食品安全国家标准 食品中酸价的测定

2016-08-31 发布

2016-09-20 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.37—2003《食用植物油卫生标准的分析方法》中“4.1”，同时还代替 GB/T 5009.44—2003《肉与肉制品卫生标准的分析方法》中“14.3”、GB/T 5009.56—2003《糕点卫生标准的分析方法》中“4.1”“4.2”“4.3”、GB/T 5009.77—2003《食用氢化油、人造奶油卫生标准的分析方法》中的“4.1”、GB/T 15689—2008《植物油料 油的酸度测定》、GB/T 14489.3—1993《油料中油的游离脂肪酸含量测定法》和 GB/T 5530—2005《动植物油脂 酸值和酸度的测定》。

本标准与 GB/T 5009.37—2003 中的“4.1”相比，主要变化如下：

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中酸价的测定”；
- 修改了标准的适用范围；
- 修改了酚酞指示剂的滴定方法为第一法，即冷溶剂指示剂滴定法；
- 增加了冷溶剂自动电位滴定法为第二法；
- 增加了热乙醇指示剂滴定法为第三法；
- 增加了食品样品的试样制备规范；
- 增加了试样称样量的要求；
- 修改了精密度的要求。

食品安全国家标准

食品中酸价的测定

1 范围

本标准规定了各类食品中酸价的三种测定方法——冷溶剂指示剂滴定法(第一法)、冷溶剂自动电位滴定法(第二法)和热乙醇指示剂滴定法(第三法)。

第一法适用于常温下能够被冷溶剂完全溶解成澄清溶液的食用油脂样品,适用范围包括食用植物油(辣椒油除外)、食用动物油、食用氢化油、起酥油、人造奶油、植脂奶油、植物油料共计7类。

第二法适用于常温下能够被冷溶剂完全溶解成澄清溶液的食用油脂样品和含油食品中提取的油脂样品,适用范围包括食用植物油(包括辣椒油)、食用动物油、食用氢化油、起酥油、人造奶油、植脂奶油、植物油料、油炸小食品、膨化食品、烘炒食品、坚果食品、糕点、面包、饼干、油炸方便面、坚果与籽类的酱、动物性水产干制品、腌腊肉制品、添加食用油的辣椒酱共计19类。

第三法适用于常温下不能被冷溶剂完全溶解成澄清溶液的食用油脂样品,适用范围包括食用植物油、食用动物油、食用氢化油、起酥油、人造奶油、植脂奶油共计6类。

第一法 冷溶剂指示剂滴定法

2 原理

用有机溶剂将油脂试样溶解成样品溶液,再用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定样品溶液中的游离脂肪酸,以指示剂相应的颜色变化来判定滴定终点,最后通过滴定终点消耗的标准滴定溶液的体积计算油脂试样的酸价。

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 异丙醇(C_3H_8O)。

3.1.2 乙醚($C_4H_{10}O$)。

3.1.3 甲基叔丁基醚($C_5H_{12}O$)。

3.1.4 95%乙醇(C_2H_6O)。

3.1.5 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$),指示剂,CAS:77-09-8。

3.1.6 百里香酚酞($C_{28}H_{30}O_4$),指示剂,CAS:125-20-2。

3.1.7 碱性蓝6B($C_{37}H_{31}N_3O_4$),指示剂,CAS:1324-80-7。

3.1.8 无水硫酸钠(Na_2SO_4),在105℃~110℃条件下充分烘干,然后装入密闭容器冷却并保存。

3.1.9 无水乙醚($C_4H_{10}O$)。

3.1.10 石油醚,30℃~60℃沸程。

3.2 试剂配制

3.2.1 氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定水溶液,浓度为 0.1 mol/L 或 0.5 mol/L,按照 GB/T 601 标准要求配制和标定,也可购买市售商品化试剂。

3.2.2 乙醚-异丙醇混合液:乙醚+异丙醇=1+1,500 mL 的乙醚与 500 mL 的异丙醇充分互溶混合,用时现配。

3.2.3 酚酞指示剂:称取 1 g 的酚酞,加入 100 mL 的 95%乙醇并搅拌至完全溶解。

3.2.4 百里香酚酞指示剂:称取 2 g 的百里香酚酞,加入 100 mL 的 95%乙醇并搅拌至完全溶解。

3.2.5 碱性蓝 6B 指示剂:称取 2 g 的碱性蓝 6B,加入 100 mL 的 95%乙醇并搅拌至完全溶解。

4 仪器和设备

4.1 10 mL 微量滴定管:最小刻度为 0.05 mL。

4.2 天平:感量 0.001 g。

4.3 恒温水浴锅。

4.4 恒温干燥箱。

4.5 离心机:最高转速不低于 8 000 r/min。

4.6 旋转蒸发仪。

4.7 索氏脂肪提取装置。

4.8 植物油料粉碎机或研磨机。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 食用油脂试样的制备

若食用油脂样品常温下呈液态,且为澄清液体,则充分混匀后直接取样,否则按照附录 A 的要求进行除杂和脱水干燥处理;若食用油脂样品常温下为固态,则按照附录 B 制备;若样品为经乳化加工的食用油脂,则按照附录 C 制备。

5.1.2 植物油料试样的制备

先用粉碎机或研磨机把植物油料粉碎成均匀的细颗粒,脆性较高的植物油料(如大豆、葵花籽、棉籽、油菜籽等)应粉碎至粒径为 0.8 mm~3 mm 甚至更小的细颗粒,而脆性较低的植物油料(如椰干、棕榈仁等)应粉碎至粒径不大于 6 mm 的颗粒。其间若发热明显,应按照附录 D 中 D.3 进行粉碎。

取粉碎的植物油料细颗粒装入索氏脂肪提取装置中,再加入适量的提取溶剂(3.1.9 或 3.1.10),加热并回流提取 4 h。最后收集并合并所有的提取液于一个烧瓶中,置于水浴温度不高于 45 ℃的旋转蒸发仪内,0.08 MPa~0.1 MPa 负压条件下,将其中的溶剂彻底旋转蒸干,取残留的液体油脂作为试样进行酸价测定。

若残留的液态油脂浑浊、乳化、分层或有沉淀,应按照附录 A 的要求进行除杂和脱水干燥的处理。

5.2 试样称量

根据制备试样的颜色和估计的酸价,按照表 1 规定称量试样。

表 1 试样称样表

估计的酸价 mg/g	试样的最小称样量 g	使用滴定液的浓度 mol/L	试样称重的精确度 g
0~1	20	0.1	0.05
1~4	10	0.1	0.02
4~15	2.5	0.1	0.01
15~75	0.5~3.0	0.1 或 0.5	0.001
>75	0.2~1.0	0.5	0.001

试样称样量和滴定液浓度应使滴定液用量在 0.2 mL~10 mL 之间(扣除空白后)。若检测后,发现样品的实际称样量与该样品酸价所对应的应有称样量不符,应按照表 1 要求,调整称样量后重新检测。

5.3 试样测定

取一个干净的 250 mL 的锥形瓶,按照 5.2 的要求用天平称取制备的油脂试样,其质量 m 单位为克。加入乙醚-异丙醇混合液 50 mL~100 mL 和 3 滴~4 滴的酚酞指示剂,充分振摇溶解试样。再用装有标准滴定溶液(3.2.1)的刻度滴定管对试样溶液进行手工滴定,当试样溶液初现微红色,且 15 s 内无明显褪色时,为滴定的终点。立刻停止滴定,记录下此滴定所消耗的标准滴定溶液的毫升数,此数值为 V 。

对于深色泽的油脂样品,可用百里香酚酞指示剂或碱性蓝 6B 指示剂取代酚酞指示剂,滴定时,当颜色变为蓝色时为百里香酚酞的滴定终点,碱性蓝 6B 指示剂的滴定终点为由蓝色变红色。米糠油(稻米油)的冷溶剂指示剂法测定酸价只能用碱性蓝 6B 指示剂。

5.4 空白试验

另取一个干净的 250 mL 的锥形瓶,准确加入与 5.3 中试样测定时相同体积、相同种类的有机溶剂混合液(3.2.2)和指示剂(3.2.3、3.2.4 或 3.2.5),振摇混匀。然后再用装有标准滴定溶液(3.2.1)的刻度滴定管进行手工滴定,当溶液初现微红色,且 15 s 内无明显褪色时,为滴定的终点。立刻停止滴定,记录下此滴定所消耗的标准滴定溶液的毫升数,此数值为 V_0 。

对于冷溶剂指示剂滴定法,也可配制好的试样溶解液(3.2.2)中滴加数滴指示剂(3.2.3、3.2.4 或 3.2.5),然后用标准滴定溶液(3.2.1)滴定试样溶解液至相应的颜色变化且 15 s 内无明显褪色后停止滴定,表明试样溶解液的酸性正好被中和。然后以这种酸性被中和的试样溶解液溶解油脂试样,再用同样的方法继续滴定试样溶液至相应的颜色变化且 15 s 内无明显褪色后停止滴定,记录下此滴定所消耗的标准滴定溶液的毫升数,此数值为 V ,如此无需再进行空白试验,即 $V_0=0$ 。

6 分析结果的表述

酸价(又称酸值)按照式(1)的要求进行计算:

$$X_{AV} = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.1}{m}$$

.....(1)

式中:
 X_{AV} ——酸价,单位为毫克每克(mg/g);
 V ——试样测定所消耗的标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——相应的空白测定所消耗的标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.1——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——油脂样品的称样量,单位为克(g)。

酸价 ≤ 1 mg/g,计算结果保留 2 位小数;1 mg/g $<$ 酸价 ≤ 100 mg/g,计算结果保留 1 位小数;酸价 > 100 mg/g,计算结果保留至整数位。

7 精密度

当酸价 < 1 mg/g 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值 15%;当酸价 ≥ 1 mg/g 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值 12%。

第二法 冷溶剂自动电位滴定法

8 原理

从食品样品中提取出油脂(纯油脂试样可直接取样)作为试样,用有机溶剂将油脂试样溶解成样品溶液,再用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定样品溶液中的游离脂肪酸,同时测定滴定过程中样品溶液 pH 的变化并绘制相应的 pH-滴定体积实时变化曲线及其一阶微分曲线,以游离脂肪酸发生中和反应所引起的“pH 突跃”为依据判定滴定终点,最后通过滴定终点消耗的标准溶液的体积计算油脂试样的酸价。

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

液氮(N_2),纯度 $> 99.99\%$ 。

9.2 材料

中速定性滤纸。

10 仪器和设备

10.1 自动电位滴定仪:具备自动 pH 电极校正功能、动态滴定模式功能;由微机控制,能实时自动绘制和记录滴定时的 pH-滴定体积实时变化曲线及相应的一阶微分曲线;滴定精度应达 0.01 mL/滴,电信号测量精度达到 0.1 mV;配备 20 mL 的滴定液加液管;滴定管的出口处配备防扩散头。

10.2 非水相酸碱滴定专用复合 pH 电极:采用 Ag/AgCl 内参比电极,具有移动套管式隔膜和电磁屏蔽功能。内参比液为 2 mol/L 氯化锂乙醇溶液。

10.3 磁力搅拌器,配备聚四氟乙烯磁力搅拌子。

10.4 食品粉碎机或捣碎机。

10.5 全不锈钢组织捣碎机,配备 1 L~2 L 的全不锈钢组织捣碎杯,转速至少达 10 000 r/min。

10.6 瓷研钵。

10.7 圆孔筛:孔径为 2.5 mm。

11 分析步骤

11.1 试样制备

11.1.1 食用油脂试样的制备

同 5.1.1。

11.1.2 植物油料试样的制备

同 5.1.2。

11.1.3 含油食品试样的制备

11.1.3.1 样品不同部分的分离和去除

对于含有馅料和涂层的食品(如某些种类的面包、糕点、饼干等),先应将馅料和涂层与食品的其他可食用部分分离,分别进行油脂试样的制备。若馅料和涂层仅由食用油脂组成,则按照 5.1.1 进行试样的制备,其他种类的馅料、涂层和食品的其他含油可食用部分按照 11.1.3.2 和 11.1.3.3 的要求进行试样的制备,且样品中不含油的部分(如水果、果浆、糖类等)和不可食用的部分(如壳、骨头等)应去除。若含有少量的涂层或馅料,只要其不影响对样品的粉碎和有机溶剂对油脂的提取,可以不做分离处理,一同与食品进行粉碎和油脂提取。

11.1.3.2 样品的粉碎

根据样品的硬度的大小,选择附录 D 中适应的方法进行粉碎。一般对于硬度较小的样品(如油炸食品、膨化食品、面包、糕点等)按照 D.1 的要求粉碎;对于松软或有一定流动性的样品(如馅料、花生酱、芝麻酱等)按照 D.2 的要求粉碎;对于硬度较大的样品(如动物性水产干制品、腌腊肉制品等)按照 D.3 的要求粉碎;对于含有调味油包的预包装食品(如油炸方便面等)按照 D.4 的要求粉碎。

11.1.3.3 油脂试样的提取、净化和合并

取粉碎的样品(其中油脂的含量能够满足表 1 的要求),加入样品体积 3 倍~5 倍体积的石油醚,并用磁力搅拌器充分搅拌 30 min~60 min,使样品充分分散于石油醚中,然后在常温下静置浸提 12 h 以上。再用滤纸过滤,收集并合并滤液于一个烧瓶内,置于水浴温度不高于 45 °C 的旋转蒸发仪内,0.08 MPa~0.1 MPa 负压条件下,将其中的石油醚彻底旋转蒸干,取残留的液体油脂作为试样进行酸价测定。

若残留的液态油脂浑浊、乳化、分层或有沉淀,应按照附录 A 的要求进行除杂和脱水干燥的处理。

对于经过 11.1.3.1 的分离而分别提取获得的食物不同部分的油脂试样,最后按照原始单个单位食品或包装的组成比例,将从食品不同部分提取的油脂试样合并为该食品样品酸价检测的油脂试样。

11.2 试样称量

按 5.2 的要求,对 11.1 中制备的油脂试样进行称量。

11.3 试样测定

取一个干净的 200 mL 的烧杯,按照 11.2 的要求用天平称取的制备的油脂试样,其质量 m 单位为

克。准确加入乙醚-异丙醇混合液(3.2.2)50 mL~100 mL,再加入1颗干净的聚四氟乙烯磁力搅拌子,将此烧杯放在磁力搅拌器上,以适当的转速搅拌至少20 s,使油脂试样完全溶解并形成样品溶液,维持搅拌状态。然后,将已连接在自动电位滴定仪上的电极和滴定管插入样品溶液中,注意应将电极的玻璃泡和滴定管的防扩散头完全浸没在样品溶液的液面以下,但又不可与烧杯壁、烧杯底和旋转的搅拌子触碰,同时打开电极上部的密封塞。启动自动电位滴定仪,用标准滴定溶液(3.2.1)进行滴定,测定时自动电位滴定仪的参数条件如下:

- 滴定速度:启用动态滴定模式控制;
- 最小加液体积:0.01 mL/滴~0.06 mL/滴(空白试验:0.01 mL/滴~0.03 mL/滴);
- 最大加液体积:0.1 mL~0.5 mL(空白试验:0.01 mL~0.03 mL);
- 信号漂移:20 mV~30 mV;
- 启动实时自动监控功能,由微机实时自动绘制相应的pH-滴定体积实时变化曲线及对应的一阶微分曲线,如附录E中图E.1所示;
- 终点判定方法:以游离脂肪酸发生中和反应时,其产生的“S”型pH-滴定体积实时变化曲线上的“pH突跃”导致的一阶微分曲线的峰顶点所指示的点为滴定终点(如附录E中图E.1所示)。过了滴定终点后自动电位滴定仪会自动停止滴定,滴定结束,并自动显示出滴定终点所对应的消耗的标准滴定溶液的毫升数,即滴定体积 V ;若在整个自动电位滴定测定过程中,发生多次不同pH范围“pH突跃”的油脂试样(如米糠油等),则以“突跃”起点的pH最符合或接近于pH 7.5~9.5范围的“pH突跃”作为滴定终点判定的依据(如附录E中图E.2所示);若产生“直接突跃”型pH-滴定体积实时变化曲线,则直接以其对应的一阶微分曲线的顶点为滴定终点判定的依据(如附录E中图E.3所示);若在一个“pH突跃”上产生多个一阶微分峰,则以最高峰作为滴定终点判定的依据(如附录E中图E.4所示)。

每个样品滴定结束后,电极和滴定管应用溶剂冲洗干净,再用适量的蒸馏水冲洗后方可进行下一个样品的测定;搅拌子先后用溶剂和蒸馏水清洗干净并用纸巾拭干后方可重复使用。

11.4 空白试验

另取一个干净的200 mL的烧杯,准确加入与11.3中试样测定时相同体积、相同种类有机溶剂混合液(3.2.2),然后按照11.3中相关的自动电位滴定仪参数进行测定。获得空白测定的“直接突跃”型pH-滴定体积实时变化曲线及对应的一阶微分曲线,以一阶微分曲线的顶点所指示的点为空白测定的滴定终点(如附录E中图E.3所示),获得空白测定的消耗标准滴定溶液的毫升数为 V_0 。

12 分析结果的表述

同第6章的要求。

13 精密度

同第7章的要求。

第三法 热乙醇指示剂滴定法

14 原理

将固体油脂试样同乙醇一起加热至70℃以上(但不超过乙醇的沸点),使固体油脂试样熔化为液

态,同时通过振摇形成油脂试样的热乙醇悬浊液,使油脂试样中的游离脂肪酸溶解于热乙醇,再趁热用氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定热乙醇悬浊液中的游离脂肪酸,以指示剂相应的颜色变化来判定滴定终点,然后通过滴定终点消耗的标准溶液的体积计算样品油脂的酸价。

15 试剂和材料

同第 3 章的要求。

16 仪器和设备

同第 4 章的要求。

17 分析步骤

17.1 试样制备

按照附录 B 或附录 C 的要求进行。

17.2 试样称量

根据 5.2 的要求,对 17.1 中制备的油脂试样进行称量。

17.3 试样测定

取一个干净的 250 mL 的锥形烧瓶,按照 17.2 的要求用天平称取制备的油脂试样,其质量 m 单位为克。

另取一个干净的 250 mL 的锥形烧瓶,加入 50 mL~100 mL 的 95%乙醇,再加入 0.5 mL~1 mL 的酚酞指示剂。然后,将此锥形烧瓶放入 90 °C~100 °C 的水浴中加热直到乙醇微沸。取出该锥形烧瓶,趁乙醇的温度还维持在 70 °C 以上时,立即用装有标准滴定溶液(3.2.1)的刻度滴定管对乙醇进行滴定。当乙醇初现微红色,且 15 s 内无明显褪色时,立刻停止滴定,乙醇的酸性被中和。将此中和乙醇溶液趁热立即倒入装有试样的锥形烧瓶中,然后放入 90 °C~100 °C 的水浴中加热直到乙醇微沸,其间剧烈振摇锥形烧瓶形成悬浊液。最后取出该锥形烧瓶,趁热,立即用装有标准滴定溶液(3.2.1)的刻度滴定管对试样的热乙醇悬浊液进行滴定,当试样溶液初现微红色,且 15 s 内无明显褪色时,为滴定的终点,立刻停止滴定,记录下此滴定所消耗的标准滴定溶液的毫升数,此数值为 V 。

对于深色泽的油脂样品,可适当加大乙醇和指示剂的用量,可用百里香酚酞指示剂(或碱性蓝 6B 指示剂)取代酚酞指示剂,滴定时,当其颜色变为蓝色时为百里香酚酞的滴定终点,碱性蓝 6B 指示剂的滴定终点为由蓝色变红色。

热乙醇指示剂滴定法无需进行空白试验,即 $V_0=0$ 。

18 分析结果的表述

同第 6 章的要求。

19 精密度

同第 7 章的要求。

附录 A

油脂试样的除杂和干燥脱水

A.1 除杂

作为试样的样品应为液态、澄清、无沉淀并充分混匀。如果样品不澄清、有沉淀,则应将油脂置于 50 ℃ 的水浴或恒温干燥箱内,将油脂的温度加热至 50 ℃ 并充分振摇以熔化可能的油脂结晶。若此时油脂样品变为澄清、无沉淀,则可作为试样,否则应将油脂置于 50 ℃ 的恒温干燥箱内,用滤纸过滤不溶性的杂质,取过滤后的澄清液体油脂作为试样,过滤过程应尽快完成。

若油脂样品中的杂质含量较高,且颗粒细小难以过滤干净,可先将油脂样品用离心机以 8 000 r/min~10 000 r/min 的转速离心 10 min~20 min,沉淀杂质。

对于凝固点高于 50 ℃ 或含有凝固点高于 50 ℃ 油脂成分的样品,则应将油脂置于比其凝固点高 10 ℃ 左右的水浴或恒温干燥箱内,将油脂加热并充分振摇以熔化可能的油脂结晶。若还需过滤,则将油脂置于比其凝固点高 10 ℃ 左右的恒温干燥箱内,用滤纸过滤不溶性的杂质,取过滤后的澄清液体油脂作为试样,过滤过程应尽快完成。

A.2 干燥脱水

若油脂中含有水分,则通过 A.1 的处理后仍旧无法达到澄清,应进行干燥脱水。对于无结晶或凝固现象的油脂,以及经过 A.1 的处理并冷却至室温后无结晶或凝固现象的油脂,可按每 10 g 油脂加入 1 g~2 g 的比例加入无水硫酸钠,并充分搅拌混合吸附脱水,然后用滤纸过滤,取过滤后的澄清液体油脂作为试样。

若油脂样品中的水分含量较高,可先将油脂样品用离心机以 8 000 r/min~10 000 r/min 的转速离心 10 min~20 min,分层后,取上层的油脂样品再用无水硫酸钠吸附脱水。

对于室温下有结晶或凝固现象的油脂,以及经过 A.1 的处理并冷却至室温后有明显结晶或凝固现象的油脂,可将油脂样品用适量的石油醚,于 40 ℃~55 ℃ 水浴内完全溶解后,加入适量无水硫酸钠,在维持加热条件下充分搅拌混合吸附脱水并静置沉淀硫酸钠使溶液澄清,然后收集上清液,将上清液置于水浴温度不高于 45 ℃ 的旋转蒸发仪内,0.08 MPa~0.1 MPa 负压条件下,将其中的石油醚彻底旋转蒸干,取残留的液体油脂作为试样。若残留油脂有浑浊显现,将油脂样品按照 A.1 中相关要求再进行一次过滤除杂,便可获得澄清油脂样品。

对于由于凝固点过高而无法溶解于石油醚的油脂样品,则将油脂置于比其凝固点高 10 ℃ 左右的水浴或恒温干燥箱内,将油脂加热并充分振摇以熔化可能的油脂结晶或凝固物,然后加入适量的无水硫酸钠,在同样的温度环境下,充分搅拌混合吸附脱水并静置沉淀硫酸钠,然后仍在相同的加热条件下过滤上层的液态油脂样品,获得澄清的油脂样品,过滤过程应尽快完成。

附 录 B

固态油脂试样的处理

按表 1 的要求,称取固态油脂样品,置于比其熔点高 10 ℃左右的水浴或恒温干燥箱内,加热完全熔化固态油脂试样,若熔化后的油脂试样完全澄清,则可混匀后直接取样。若熔化后的油脂样品浑浊或有沉淀,则应按附录 A 的相关要求再进行除杂和脱水处理。

附 录 C

乳化类油脂试样的处理

称取的乳化油脂样品(含油量应符合表 1 的要求),加入试样体积 5 倍~10 倍的石油醚,然后搅拌直至样品完全溶解于石油醚中(若油脂样品凝固点过高,可置于 40℃~55℃ 水浴内搅拌至完全溶解),然后充分静置并分层后,取上层有机相提取液,置于水浴温度不高于 45℃ 的旋转蒸发仪内,0.08 MPa~0.1 MPa 负压条件下,将其中的石油醚彻底旋转蒸干,取残留的液体油脂作为试样。若残留的油脂浑浊、乳化、分层或有沉淀,则应按照附录 A 的要求进行除杂和脱水干燥的处理。

对于难于溶解的油脂可采用以下溶剂为浸提液:石油醚+甲基叔丁基醚=1+3,250 mL 的石油醚与 750 mL 的甲基叔丁基醚充分互溶混合。

若油脂样品能完全溶解于石油醚等溶剂中,成为澄清的溶液或者只是成为悬浮液而不分层,则直接加入适量的无水硫酸钠,在同样的温度条件下,充分搅拌混合吸附脱水并静置沉淀硫酸钠,然后取上层清液置于水浴温度不高于 45℃ 的旋转蒸发仪内,0.08 MPa~0.1 MPa 负压条件下,将其中的石油醚彻底旋转蒸干,取残留的液体油脂作为试样。若残留的油脂浑浊、乳化、分层或有沉淀,则应按照附录 A 的要求进行除杂和脱水干燥的处理。

附 录 D

样品的粉碎

D.1 普通粉碎

先将样品切割或分割小片或小块,再将其放入食品粉碎机中粉碎成粉末,并通过圆孔筛(若粉碎后样品粉末无法完全通过圆孔筛,可用研钵进一步研磨研细再过筛)。取筛下物进行油脂的提取。

D.2 普通捣碎

先将样品切割或分割小片或小块,再将其放入研钵中,然后不断研磨,使样品充分的捣碎、捣烂和混合。也可使用食品捣碎机将样品捣碎、捣烂和混合。对于花生酱、芝麻酱、辣椒酱等流动性样品,直接搅拌并充分混匀即可。

D.3 冷冻粉碎

先将样品剪切成小块、小片或小粒,然后放入研钵中,加入适量的液氮,趁冷冻状态进行初步的捣烂并充分混匀。然后,趁未解冻,将捣烂的样品倒入组织捣碎机的不锈钢捣碎杯中,此时可再向捣碎杯中加入少量的液氮,然后以 10 000 r/min~15 000 r/min 的转速进行冷冻粉碎,将样品粉碎至大部分粒径不大于 4 mm 的颗粒。

D.4 含有调味油包的预包装食品的粉碎

先按照 D.1~D.3 相应的粉碎技术,将预包装食品中含油的、非调味油包的食用部分粉碎,然后依据预包装食品原始最小包装单位中的比例,将调味油包中的油脂同粉碎的含油食用部分一起充分混合。

附录 E

自动电位滴定法的滴定终点判定示意图

- E.1 典型“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线, 见图 E.1。
- E.2 多次“pH 突跃”的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线, 见图 E.2。
- E.3 “直接突跃”型 pH-滴定体积实时变化曲线, 见图 E.3。
- E.4 “pH 突跃”中多个一阶微分峰的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线, 见图 E.4。

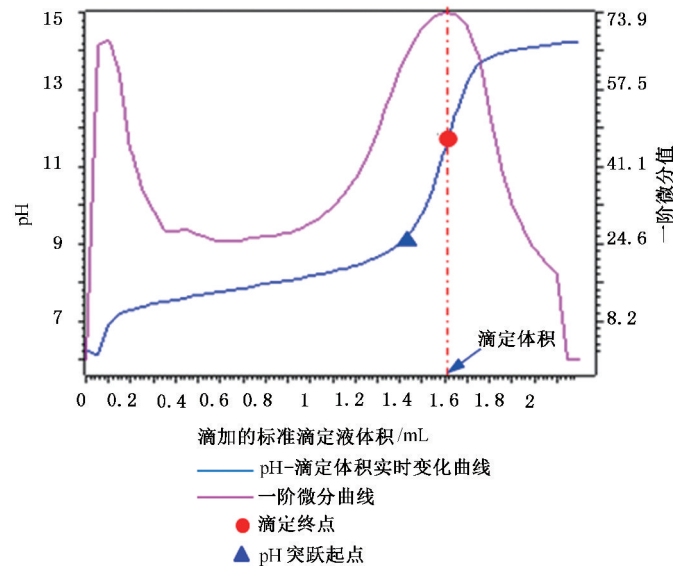


图 E.1 典型“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线

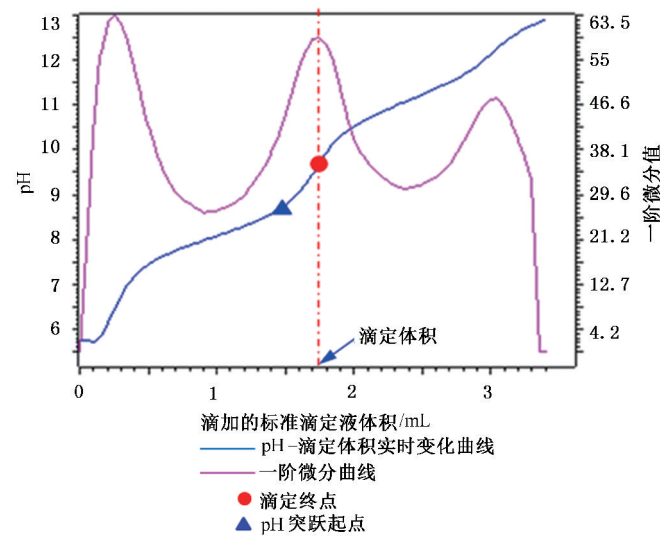


图 E.2 多次“pH 突跃”的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线

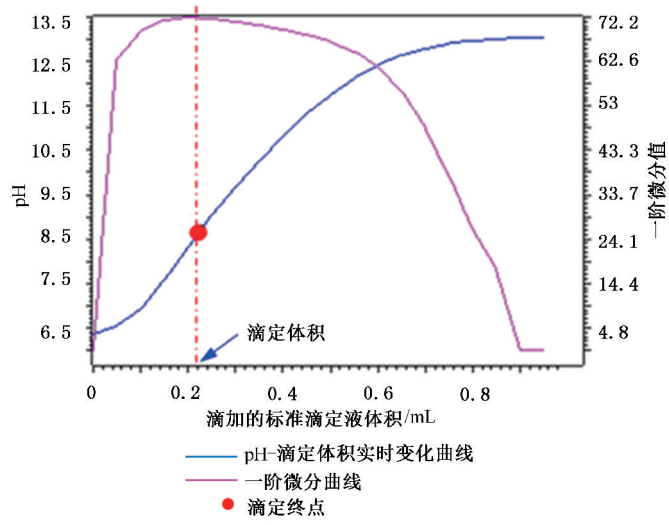


图 E.3 “直接突跃”型 pH-滴定体积实时变化曲线

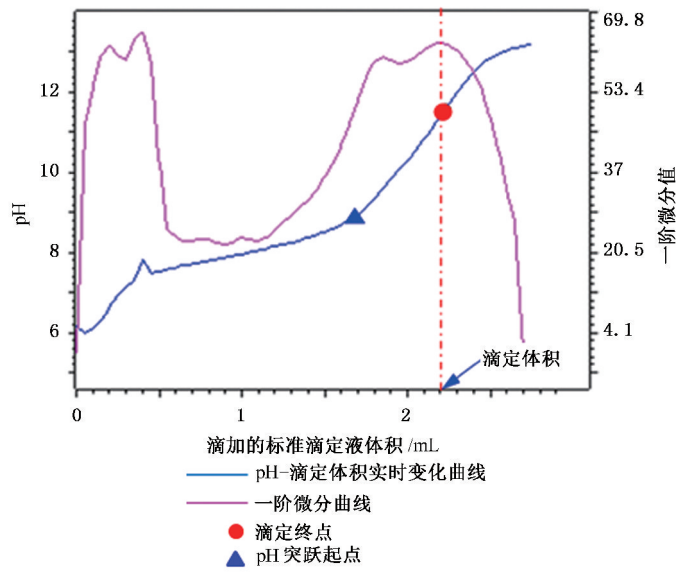


图 E.4 “pH 突跃”中多个一阶微分峰的“S”型 pH-滴定体积实时变化曲线