

特殊用途配方食品用脂肪粉

1 范围

本标准规定了脂肪粉的相关术语和定义、原料要求、感官要求、理化指标、污染物限量、真菌毒素限量、微生物限量等相关要求。

本标准适用于为特殊医学用途配方食品、特殊医学用途婴儿配方食品、婴儿配方食品、较大婴儿配方食品和幼儿配方食品提供脂肪的脂肪粉。

2 规范性引用文件

下列文件的内容通过文中的规范性引用而构成文件必不可少的条款。所有引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 2716 食品安全国家标准 食用植物油

GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准

GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量

GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 4789.40 食品安全国家标准 食品微生物学检验 克罗诺杆菌属（阪崎肠杆菌）检验

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.24 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定

GB 5009.27 食品安全国家标准 食品中苯并（a）芘的测定

GB 5009.33 食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

GB 5009.168 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定
GB 5009.191 食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定
GB 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
GB 5009.229 食品安全国家标准 食品中酸价的测定
GB 5009.257 食品安全国家标准 食品中反式脂肪酸的测定
GB 5413.30 食品安全国家标准 乳和乳制品杂质度的测定
GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB 10765 食品安全国家标准 婴儿配方食品
GB 10766 食品安全国家标准 较大婴儿配方食品
GB 10767 食品安全国家标准 幼儿配方食品
GB 11674 食品安全国家标准 乳清粉和乳清蛋白粉
GB 14880 食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准
GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
GB 15196 食品安全国家标准 食用油脂制品
GB 15203 食品安全国家标准 淀粉糖
GB 19646 食品安全国家标准 稀奶油、奶油和无水奶油
GB/T 20884 麦芽糊精
GB/T 20885 葡萄糖浆
GB 25596 食品安全国家标准 特殊医学用途婴儿配方食品通则
GB 29922 食品安全国家标准 特殊医学用途配方食品通则
GB 31638 食品安全国家标准 酪蛋白
QB/T 4791 植脂末
QB/T 5631 花生四烯酸油脂粉
QB/T 5632 二十二碳六烯酸油脂
SC/T 3505 鱼油微胶囊

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 特殊用途配方食品用脂肪粉

以食用油脂为主要原料，添加包囊材料、乳化剂、抗氧化剂等食品添加剂，经混合、均质、杀菌、喷雾干燥、造粒等主要工艺加工制成的脂肪粉，用于为特殊医学用途配方食品、特殊医学用途婴儿配方食品、较大婴儿配方食品和幼儿配方食品提供脂肪的脂肪粉。

4 基本要求

4.1 原辅料要求

4.1.1 食用油脂

食用油脂来源于植物油脂、动物油脂、其他油脂的一种或几种油脂组合，不得使用氢化油脂。

食用油脂应符合 GB 15196 的规定。

本团标允许使用的具体油脂种类见附录 A。

4.1.2 包囊材料

包囊材料是脂肪粉的微囊化壁材，应以满足生产工艺要求为基准，非必要不使用。包囊材料一般分为碳水化合物类和蛋白质类。常用碳水化合物类包囊材料包括麦芽糊精、低聚异麦芽糖、葡萄糖浆（粉）、乳糖等。常用蛋白质类包囊材料包括酪蛋白、乳清蛋白（含乳清粉和乳清蛋白粉）、大豆分离蛋白等优质蛋白质。

4.1.3 食品添加剂

食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定，同时应以满足生产工艺要求为基准，非必要不使用。

食品添加剂的质量应符合相应的标准和（或）有关规定。

4.2 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	具有产品应有的色泽	取适量样品于白色托盘中，在自然光下用肉眼观察色泽和组织状态，闻其气味。将样品置于 50mL 烧杯中，用温开水溶解，品尝滋味。
滋味和气味	具有本产品应有的气味和滋味，无异味	
组织状态	均匀粉末或颗粒状，疏松、无结块，无正常视力可见外来异物	

4.3 理化指标

4.3.1 脂肪（酸）含量

应符合表 2 的规定。

表 2 脂肪（酸）含量要求

种类		脂肪（酸）含量 /(g/100g)	检验方法
脂肪粉（混合油、单一植物油）		≥ 50	GB 5009.6 或 GB5009.168
低蛋白脂肪粉		≥ 30	GB 5009.6 或 GB5009.168
其他	二十二碳六烯酸油脂粉	脂肪 ≥ 20 ，其中 DHA ≥ 10	GB 5009.6
	花生四烯酸油脂粉	脂肪 ≥ 20 ，其中 ARA ≥ 10	GB5009.168
	中链甘油三酯	≥ 65	GB5009.168

4.3.2 其他

应符合表 3 的规定。

表 3 其他指标要求

项 目	指 标	检验方法
水分/(g/100g)	≤ 5.0	GB 5009.3
表面油含量/%	≤ 4	附录 B
酸价(以脂肪计)(KOH)/(mg/g) ^a	≤ 1	附录 C
过氧化值(以脂肪计)/(g/100g)	≤ 0.13	附录 D
反式脂肪酸占总脂肪酸(%)	≤ 1	GB 5009.257 或 GB5009.168
杂质度/(mg/kg) ^b	≤ 12	GB 5413.30

^a 不适用于直接添加脂肪酸的脂肪粉。
^b 仅适用于特殊医学用途婴儿配方食品和婴儿配方食品、较大婴儿配方食品、幼儿配方食品用脂肪粉。

4.4 污染物限量

污染物限量应符合表 4 的规定。

表 4 污染物限量

项 目	指 标	检验方法
铅/(mg/kg) ≤	0.1	GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	0.1	GB 5009.11
硝酸盐(以 NaNO ₃ 计)/(mg/kg) ≤	100	GB 5009.33
亚硝酸盐(以 NaNO ₂ 计)/(mg/kg) ^a ≤	2	GB 5009.33
苯并[a]芘/(μg/kg) ≤	10	GB 5009.27
缩水甘油酯 ^b /(mg/kg) ≤	0.75	GB 5009.191
3-氯丙醇及其酯类(以 3-氯丙醇计) ^c /(mg/kg) ≤	0.5	

^a适用于为特殊医学用途婴儿配方食品提供脂肪的脂肪粉,以及含有乳基的脂肪粉。
^b^c3-氯丙醇及其酯类、缩水甘油三酯的限量为原油中 3-氯丙醇及其酯类和缩水甘油酯的含量。折算公式为:原油中 3-氯丙醇及其酯类的含量=脂肪粉中 3-氯丙醇及其酯类÷载油量;原油中缩水甘油酯的含量=脂肪粉中缩水甘油酯÷载油量。

4.5 真菌毒素限量

真菌毒素限量应符合表 5 的规定。

表 5 真菌毒素限量

项 目	指 标	检验方法
黄曲霉毒素 M ₁ /(μg/kg) ^a ≤	0.5	GB 5009.24
黄曲霉毒素 B ₁ /(μg/kg) ^b ≤	0.5	

^a适用于含乳类及乳蛋白制品的脂肪粉。
^b适用于含豆类及大豆蛋白制品的脂肪粉。

4.6 微生物限量

微生物限量应符合表 6 的规定。

表 6 微生物限量

项目	采样方案 ^a 及限量要求(均以 CFU/g 表示)				检测方法
	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	1000	10000	GB4789.2
大肠菌群	5	2	10	100	GB4789.3 平板计数法
金黄色葡萄球菌	5	2	10	100	GB4789.10 平板计数法
阪崎肠杆菌 ^b	3	0	0/100g	—	GB4789.40
沙门氏菌	5	0	0/25g	—	GB4789.4

霉菌和酵母	≤50	GB4789.15
^a 样品的分析及处理按 GB4789.1 执行。 ^b 仅适用于为特殊医学用途婴儿配方食品及婴儿配方食品提供脂肪的脂肪粉。		

5 生产加工卫生要求

生产环境卫生要求应符合 GB 14881 的规定。

6 其他

6.1 产品标签应符合 GB 7718 的规定。

6.2 产品包装要完整、牢固、整洁、无破损、无异气味，便于装卸、仓储和运输。

6.3 产品应贮存在阴凉、通风、干燥的成品库中，离地离墙存放。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

6.4 产品运输工具应清洁无污染，运输时应防晒、防潮，不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装混运。搬运时应轻拿轻放，严禁摔撞、挤压，防止包装破损。

附录 A 脂肪粉的脂肪来源名单

脂肪粉的脂肪来源名单见表 A.1。

表 A.1 脂肪粉的脂肪来源名单

脂肪来源	油脂名称
植物油	菜籽油、低芥酸菜籽油 玉米油 大豆油 葵花籽油、高油酸葵花籽油 花生油、高油酸花生油 棕榈油、棕榈液油、棕榈仁油 橄榄油 椰子油 其他小品种油：亚麻籽油，红花籽油
动物油	鱼油 无水奶油
其他	二十二碳六烯酸油脂（来源：裂壶藻、吾肯氏壶藻、寇氏隐甲藻、金枪鱼油） 花生四烯酸油脂（来源：高山被孢霉） 中链甘油三酯（MCT） 1, 3-二油酸-2-棕榈酸甘油三酯（OPO）

附录 B 表面油含量的测定（方法来自于 QB/T 4791-2015 植脂末）

B.1 原理

用石油醚溶剂充分提取脂肪粉样品后进行蒸发，去除溶剂石油醚后所得的物质为脂肪粉的表面油脂，通过称重、计算得出表面油脂含量。

B.2 试剂

试验用试剂如下：

- 2.1 石油醚：沸程 30°C~60°C；
- 2.2 氯气：纯度不应小于 99.99%。

B.3 仪器和设备

试验用仪器和设备如下：

- 3.1 电热干燥箱：控温精度±1°C；
- 3.2 分析天平：感量 0.0001g；
- 3.3 圆底烧瓶：容量 100 mL；
- 3.4 锥形瓶；
- 3.5 旋转蒸发仪。

B.4 操作步骤

称取样品 8g (精确至 0.0001 g)，置于锥形瓶中，加入石油醚 30 mL，充分振摇 5 min 后，用滤纸将滤液过滤至预先在 105°C 电热干燥箱中烘干至恒重的 100 mL 圆底烧瓶中，滤渣再转入原锥形瓶中，用 30 mL 石油醚振摇提取两次，滤液合并至 100 mL 圆底烧瓶中。将圆底烧瓶置于旋转蒸发仪内，在 35°C~40°C 水温减压蒸发 15 min；用滤纸擦干瓶外水分，用氮气吹干 30 min 以除去溶剂。溶剂除尽后称量圆底烧瓶和表面油脂总质量，再用氮气吹干直至圆底烧瓶和表面油脂总质量至恒重。

B.5 结果计算

按公式 (A.1) 计算表面油脂含量：

$$X = \frac{W_2 - W_1}{G} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

X——样品表面油脂含量，单位为克每百克 (g/100g)；

W₁——圆底烧瓶质量，单位为克 (g)；

W₂——圆底烧瓶和表面油脂总质量，单位为克 (g)；

G—样品质量，单位为克（g）。

计算结果保留 1 位小数。

附录 C 酸价的测定（在 GB5009.229-2016 第一法的基础上修订）

C.1 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。

C.2 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/T6682 规定的三级水。

2.1 试剂

2.1.1 异丙醇(C₃H₈O)。

2.1.2 乙醚(C₄H₁₀O)。

2.1.3 甲基叔丁基醚(C₅H₁₂O)。

2.1.4 95%乙醇(C₂H₆O)。

2.1.5 酚酞(C₂₀H₁₄O₄),指示剂,CAS:77-09-8。

2.1.6 百里香酚酞(C₂₈H₃₀O₄),指示剂,CAS:125-20-2。

2.1.7 碱性蓝 6B(C₃₇H₃₁N₃O₄),指示剂,CAS:1324-80-7。

2.1.8 无水硫酸钠(Na₂SO₄),在 105℃~110℃条件下充分烘干,然后装入密闭容器冷却并保存。

2.1.9 无水乙醚(C₄H₁₀O)。

2.1.10 石油醚,30℃~60℃沸程。

2.2 试剂配制

2.2.1 氢氧化钾或氢氧化钠标准滴定水溶液,浓度为 0.1mol/L 或 0.5mol/L,按照 GB/T601 标准要求配制和标定,也可购买市售商品化试剂。

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

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

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

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

C.3 仪器和设备

3.1 10mL 微量滴定管:最小刻度为 0.05mL。

3.2 天平:感量 0.001g。

3.3 恒温水浴锅。

- 3.4 恒温干燥箱。
- 3.5 离心机:最高转速不低于 8000r/min。
- 3.6 旋转蒸发仪。
- 3.7 索氏脂肪提取装置。
- 3.8 植物油料粉碎机或研磨机。

C.4 分析步骤

4.1 试样制备

样品制备过程应避免强光，并尽可能避免带入空气。

称取约 50 g 样品于 500 mL 棕色碘量瓶中，加入 1 g 木瓜蛋白酶和 1 g 淀粉酶，加入约 3~4 倍水混匀，盖塞。将碘量瓶于 50°C 恒温水浴振荡器恒温振荡 30 min (60~100 次/min)，取出冷却。加入约 50 mL 丙酮，振摇均匀，加入约 150 mL 石油醚振摇提取 1min，提取过程若出现乳化现象，可以使用高速冷冻离心分离提取 (5000 r/min, 4 °C, 5 min)。将其转入透明分液漏斗静止 30 min 分层，弃去下层，将上层有机相转入装有无水硫酸钠漏斗进行过滤。将滤液转入棕色旋蒸瓶中，在低于 40°C 的水浴中，用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚，残留物即为待测试样。

注：可以根据壁材组成选择性加入酶试剂：仅含蛋白质壁材样品可只加木瓜蛋白酶，仅含碳水化合物壁材样品可只加淀粉酶，不确定壁材或两种壁材均含的样品，两种酶均需添加。以食用氢化油为原料的脂肪粉样品，水解破壁后，需在油脂凝固前提取。

4.2 试样称量

根据制备试样的颜色和估计的酸价，按照表 C.1 规定称量试样。

表 C.1 试样称样量

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 0.2mL~10mL 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。

4.3 试样测定

取一个干净的 250mL 的锥形瓶,按照 4.2 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 50mL~100mL 和 3~4 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 15s 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

4.4 空白试验

另取一个干净的 250mL 的锥形瓶,准确加入与 4.3 中试样测定时相同体积、相同种类的有机溶剂混合液(2.2.2)和指示剂(2.2.3、2.2.4 或 2.2.5),振摇混匀。然后再用装有标准滴定溶液(2.2.1)的刻度滴定管进行手工滴定,当溶液初现微红色,且 15s 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(2.2.2)中滴加数滴指示剂(2.2.3、2.2.4 或 2.2.5),然后用标准滴定溶液(2.2.1)滴定试样溶解液至相应的颜色变化且 15s 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 15s 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 $V_0=0$ 。

C.5 分析结果的表述

酸价(又称酸值)按照式(1)的要求进行计算:

$$X_{AV} = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

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 一油脂样品的称样量，单位为克(g)。

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

C.6 精密度

当酸价 $<1\text{mg/g}$ 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 $\geq 1\text{mg/g}$ 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%。

附录 D 过氧化值的测定（在 GB5009.227-2016 第一方法的基础上修订）

D.1 原理

制备的油脂试样在三氯甲烷和冰乙酸中溶解，其中的过氧化物与碘化钾反应生成碘，用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘。用过氧化物相当于碘的质量分数或1 kg样品中活性氧的毫摩尔数表示过氧化值的量。

D.2 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。

2.1 试剂

- 2.1.1 冰乙酸(CH₃COOH), CAS: 64-19-7。
- 2.1.2 三氯甲烷(CHCl₃), CAS: 67-66-3。
- 2.1.3 碘化钾(KI), CAS: 7681-11-0。
- 2.1.4 硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃·5H₂O), CAS: 7772-98-7。
- 2.1.5 石油醚：沸程为 30°C~60°C, CAS: 8032-32-4。
- 2.1.6 无水硫酸钠 (Na₂SO₄), CAS: 7757-82-6。
- 2.1.7 可溶性淀粉, CAS: 9005-84-9。
- 2.1.8 丙酮 (CH₃COCH₃), CAS: 67-64-1。
- 2.1.9 淀粉酶：酶活力≥2000 U/g, CAS: 9000-92-4。
- 2.1.10 木瓜蛋白酶：酶活力≥6000 U/mg, CAS: 9001-73-4。

2.2 试剂配制

2.2.1 三氯甲烷-冰乙酸混合液(体积比 40+60)：量取 40 mL 三氯甲烷，加 60 mL 冰乙酸，混匀。

2.2.2 碘化钾饱和溶液：称取 20 g 碘化钾，加入 10 mL 新煮沸冷却的水，摇匀后贮于棕色瓶中，盖塞，存放于避光处备用。要确保溶液中有饱和碘化钾结晶存在。宜在临用前配制。使用前检查：在 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液中添加 1.00 mL 碘化钾饱和溶液和 2 滴淀粉指示剂，若出现蓝色，并需用 1 滴以上的 0.01 mol/L 硫代硫酸钠溶液才能消除，此碘化钾溶液不能使用，应重新配制。

2.2.3 淀粉指示剂 (10 g/L)：称取 1 g 可溶性淀粉，加 5 mL 水使其呈糊状，在搅拌下将糊状物加到 90 mL 沸水中，再煮沸 1~2 min，冷却，稀释至 100 mL。临用前配制。

2.2.4 石油醚的处理：取 100 mL 石油醚于蒸馏瓶中，在低于 40°C 的水浴中，用旋转蒸发仪减压蒸干。用 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液分次洗涤蒸馏瓶，合并洗涤液于 250 mL 碘

量瓶中。准确加入 1.00 mL 饱和碘化钾溶液，塞紧瓶盖，并轻轻振摇 0.5 min，在暗处放置 3 min，加 1.0 mL 淀粉指示剂后混匀，若无蓝色出现，此石油醚用于试样制备；如加 1.0 mL 淀粉指示剂混匀后有蓝色出现，则需更换试剂。

2.3 标准溶液配制

2.3.1 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液：按照GB/T 601标准配制并标定。也可使用市售有证标准溶液。

2.3.2 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液：由4.3.1以新煮沸冷却的水稀释而成。临用前配制。

2.3.3 0.002 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液：由4.3.1以新煮沸冷却的水稀释而成。临用前配制。

D.3 仪器和设备

3.1 天平：感量为1 mg、0.01 g。

3.2 电热恒温干燥箱。

3.3 旋转蒸发仪。

3.4 恒温水浴振荡器。

3.5 高速冷冻离心机：转速 \geq 5000 r/min。

3.6 滴定管。

3.7 碘量瓶（棕色、无色）。

注：本方法中使用的所有器皿不得含有还原性或氧化性物质。磨砂玻璃表面不得涂油。

D.4 分析步骤

4.1 试样制备

样品制备过程应避免强光，并尽可能避免带入空气。

称取约 50 g 样品于 500 mL 棕色碘量瓶中，加入 1 g 木瓜蛋白酶和 1 g 淀粉酶，加入约 3~4 倍水混匀，盖塞。将碘量瓶于 50°C 恒温水浴振荡器恒温振荡 30 min（60~100 次/min），取出冷却。加入约 50 mL 丙酮，振摇均匀，加入约 150 mL 石油醚振摇提取 1min，提取过程若出现乳化现象，可以使用高速冷冻离心分离提取（5000 r/min，4 °C，5 min）。将其转入透明分液漏斗静止 30 min 分层，弃去下层，将上层有机相转入装有无水硫酸钠漏斗进行过滤。将滤液转入棕色旋蒸瓶中，在低于 40°C 的水浴中，用旋转蒸发仪减压蒸干石油醚，残留物即为待测试样。

注：可以根据壁材组成选择性加入酶试剂：仅含蛋白质壁材样品可只加木瓜蛋白酶，仅含碳水化合物壁材样品可只加淀粉酶，不确定壁材或两种壁材均含的样品，两种酶均需添加。以食用氢化油为原料的脂肪粉样品，水解破壁后，需在油脂凝固前提取。

4.2 试样的测定

应避免在阳光直射下进行试样测定。称取“6.1.1~6.1.4”中制备的试样 2 g~3 g(精确至 0.001 g)，置于 250 mL 碘量瓶中，加入 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液，轻轻振摇使试样完全溶解。准确加入 1.00 mL 饱和碘化钾溶液，塞紧瓶盖，并轻轻振摇 0.5 min，在暗处放置 3 min。取出加 100 mL 水，摇匀后立即用硫代硫酸钠标准溶液（过氧化值估计值在 0.15 g/100 g 及以下时，用 0.002 mol/L 标准溶液；过氧化值估计值大于 0.15 g/100 g 时，用 0.01 mol/L 标准溶液）滴定析出的碘，滴定至淡黄色时，加 1 mL 淀粉指示剂，继续滴定并强烈振摇至溶液蓝色消失为终点。同时进行空白试验。空白试验所消耗硫代硫酸钠溶液体积 V_0 不得超过 0.1 mL。

D.5 分析结果的表述

5.1 用过氧化物相当于碘的质量分数表示过氧化值时，按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.1269}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 ——过氧化值，单位为克每百克(g/100g)；

V ——试样消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，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[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的碘的质量；

m ——试样质量，单位为克(g)；

100——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

5.2 用 1kg 样品中活性氧的毫摩尔数表示过氧化值时，按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times 1000}{2 \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_2 ——过氧化值，单位为毫摩尔每千克(mmol/kg)；

V ——试样消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样质量，单位为克(g)；

1000——换算系数。

2——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

D.6 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算术平均值的 10%。