

# 饼干中过氧化值的测定初探

曹云

(阳江市质量计量监督检测所, 广东 阳江 529500)

**[摘要]** 文章经过多次实验比对发现, 采用石油醚浸提蛋黄饼干中的油脂, 减压浓缩回收溶剂, 用半微量滴定管滴定蛋黄饼干中微量的过氧化值的方法, 结果准确、可靠, 此法有较好稳定性。

**[关键词]** 饼干; 过氧化值; 测定方法

饼干由于受日晒或高温作用, 会引起脂肪氧化酸败 (这里指过氧化值) 而发生哈喇味, 另外饼干极易受其他物品气味的污染而变味, 长期存放的饼干也会因为其中含有的酥料挥发而失去原有的香味。在氧化酸败过程中, 过氧化物是其第一个中间产物, 通过测定过氧化物的多少, 可以反映油脂酸败程度。

油脂中过氧化值的测定方法是按照 GB/T5009.37-2003《食用植物油卫生标准分析方法》来进行检测, 一直无更好的方法代替, 但此法适用于植物油脂中含量较高的过氧化值的测定。对既有植物油又有动物油的糕点类食品过氧化值的测定, 相关文献中则没有较详细的说明。测定微量过氧化值, 实验时干扰因素很多。本文在经过多次实验比对发现, 采用石油醚浸提蛋黄饼干中的油脂, 减压浓缩回收溶剂, 用半微量滴定管滴定蛋黄饼干中微量的过氧化值的方法, 结果准确、可靠, 有较好稳定性。

## 一、材料与与方法

### (一) 仪器与试剂

安灵牌 RE-52 旋转式蒸发器 (上海安亭电子仪器厂)。

石油醚 (沸程: 30-60): 无过氧化物; 饱和碘化钾溶液: 称取碘化钾 14g, 加水 10ml 溶解, 储存于棕色瓶中; 三氯甲烷—冰乙酸混合溶液: 量取三氯甲烷 40ml, 加冰乙酸 60ml, 混匀待用; 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $CNa_2S_2O_3=2 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ ; 淀粉指示剂 (10g/L): 称取可溶性淀粉 0.50g, 加少许水, 调成糊状, 倒入 50ml 沸水中调匀, 煮沸, 现配现用。

### (二) 方法

#### 1. 供试样品的处理

取混合均匀的蛋黄饼干 (50-300g, 视样品油脂含量而定), 于 500ml 具塞瓶中, 加入适量石油醚浸泡试样, 放置过夜, 用快速滤纸过滤后, 减压回收溶剂, 得到油脂供测定过氧化值用。

#### 2. 样品含量的测定

称取混合好的油脂 (必要时过滤) 样品 5-10g 置于 250ml 碘量瓶中, 加 60ml 三氯甲烷—冰乙酸混合液, 使试样完全溶解。加入 1ml 饱和碘化钾溶液, 紧密塞好瓶盖, 并轻轻振摇 0.5min, 然后在暗处放置 3min。取出加 100ml 水, 摇匀, 立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定至蓝色消失为终点, 取相同量三氯甲烷—冰乙酸溶液、碘化钾溶液、水, 按同一方法, 做试剂空白试验。

## 二、结果

### (一) 提取试剂的确定

在实验中, 我们对使用的试剂 (石油醚和三氯甲烷—冰乙酸) 进行了提纯和筛选, 并同时选取 3 组未处理的试剂对样品进行测定, 比对结果表明: 未处理的比处理过的测定结果偏高 50%-100%。

### (二) 重现性实验

取超市购买蛋黄饼干样品 6 份, 分别按上述试验方法操作, 依法测定。

### (三) 稳定性实验

取同一市售样品分别在 7 天 (1 组), 14 天 (2 组) 不同时间测定其含量 (表 1)

表 1 样品的测定、极差、标准偏差 (n=6)

样品	重视性 /%	再现性 /%	
		1 组	2 组
1	0.0021	0.0027	0.0027
2	0.0018	0.0026	0.0026
3	0.0026	0.0025	0.0025
4	0.0020	0.0024	0.0028
5	0.0020	0.0021	0.0022
6	0.0021	0.0021	0.0022
平均值 X/%	0.0022	0.0024	0.0025
极差 /%	0.0008	0.0006	0.0006
标准偏差 S	0.00029	0.00025	0.00025

表 2 方差分析

变异来源	平方和	自由度	平均平方和	F 值	临界值
因素	$3.0 \times 10^{-7}$	2	$1.5 \times 10^{-7}$	2.12	
误差	$1.06 \times 10^{-6}$	15	$7.1 \times 10^{-8}$		$F_{0.05}(2, 15) = 3.68$
总和	$1.36 \times 10^{-6}$	17			

上表经方差分析, 由于  $F=2.12 < F_{0.05}(2, 15) = 3.68$ , 说明实验条件对实验结果影响不显著, 实验误差属于偶然误差; 此方法有较好的重现性、再现性以及精密性。

## 三、讨论

(一) 油脂中过氧化值的测定方法有碘量法、比色法、Lea 法、Wheeler 法等, 但以在室温下滴定的方法应用较广, 具有操作快速、简单、准确性好等特点。

(二) 本实验对样品处理、试剂要求、试剂用量、操作要点等都作了限定, 明确了实验方法。

(三) 测定样品中微量的过氧化值对实验条件要求比较严格, 控制好实验条件是实验技术的关键。对使用的试剂进行提纯和处理、取尽量低的空白值、选择合适的半微量滴定管

[下转第 77 页]

龄期下马歇尔稳定度无法具有很好的相关性。

其次,劈裂强度对比。劈裂强度反映的是材料的间接抗拉性能,是我国沥青路面结构的设计参数之一。

表 5 两种劈裂强度试验方法对比

劈裂强度试验方法	无机结合料稳定材料试验方法	沥青混合料试验方法
相同点	试验仪器设备	
不同点	试件尺寸 Φ10cm×10cm 圆柱体	Φ101.6mm×63.5mm 圆柱体
	试验温度 标养后直接试验	标养并浸入15℃恒温水箱1.5h后进行试验
	加载速率 1mm/min	50mm/min

两种试验方法的劈裂强度结果对照如表 6。

表 6 两种劈裂强度试验结果对比

水泥掺量 (%)	无机结合料稳定材料试验方法的劈裂强度 IR (MPa)	沥青混合料试验方法的劈裂强度 TR (MPa)
3	0.31	0.66
4	0.36	0.78
5	0.42	0.88

试件尺寸及试验条件的不同造成试验结果的差异性。本文将两种试验方法得到的劈裂强度结果分别与各自相应的常用无机结合料稳定材料和沥青混合料设计参数进行了对比分析,两种方法得到的劈裂强度试验结果都位于常用材料的取值范围内,且无机结合料稳定材料试验方法测得的劈裂强度与无侧限抗压强度有较高的相关关系。

#### (二) 刚度特性对比

抗压回弹模量与劈裂强度一样,也是沥青路面结构设计参数。无机稳定材料与沥青混合料的差异也造成了两种试验方法的不同。

表 7 两种抗压回弹模量试验方法对比

抗压回弹模量试验方法	无机结合料稳定材料试验方法	沥青混合料试验方法
相同点	试验仪器设备	
	试件尺寸都为Φ10cm×10cm 圆柱体	
不同点	试验温度 标养后直接试验	15℃抗压回弹模量需将试件标养后浸入15℃恒温水箱2.5h后进行试验
	加载速率 1mm/min	2mm/min
	加载级数 6级	7级

两种试验方法的抗压回弹模量试验结果列于表 8。

表 8 两种抗压回弹模量试验结果对比

水泥掺量 (%)	无机结合料稳定材料试验方法的抗压回弹模量 (MPa)	沥青混合料试验方法的抗压回弹模量 (MPa)	
		20℃	15℃
3	963	985	1056
4	1126	1143	1215
5	1271	1282	1373

由于两种试验的试件大小、加载速率等试验条件相差较小,因此得出的试验结果差异性也不明显。无机结合料稳定材料试验方法的抗压回弹模量 20 标养后直接进行,与沥青混合料试验方法的 20 抗压回弹模量试验不同的只有加载

[上接第 75 页]

都是保证实验结果准确的必要条件。

(四) 本文介绍的饼干中微量过氧化值的测定方法,消除了影响结果偏高的可能性,实验结果表明:本方法有较好的重现性和稳定性,可广泛应用于糕点类食品中微量过氧化值的测定。

#### [参考文献]

[1] 莫晓玲,张志.关于食品中过氧化值测定的讨论[J].广西轻工

速率和级数,而加载速率相差也很小。

#### (三) 水稳定性对比

水进入路面结构会影响其强度,造成路面过早损坏。沥青混合料用浸水马歇尔稳定度反映材料的水稳定性,但此方法不适合评价水泥稳定废旧沥青混合料的水稳定性。因此,对 10cm×10cm、101.6mm×63.5mm 两种圆柱体试件,28d 标养后,进行相同的干湿循环,再分别测试抗压回弹模量与马歇尔强度,与未经循环的试件对比,得到水稳定系数以评价水稳定性。

表 10 两种水稳定性试验结果对比

水泥掺量 (%)	无机结合料稳定材料试验方法的水稳定系数 (%)	马歇尔稳定度法的水稳定系数 (%)
3	92	90
4	93	91
5	96	93

表 10 为两种试验方法得到的材料水稳定系数对比。两种方法测得的水稳定系数都在 90%以上,显示出材料较高的水稳定性。

#### 四、小结

(一) 进行了试验设计,确定在用无机结合料稳定材料试验方法评定无机稳定废旧沥青混合料实验室性能的同时,并采用沥青混合料的试验方法考察该材料。

(二) 采用无机结合料稳定材料和沥青混合料两种试验方法,对水泥稳定废旧沥青混合料进行技术性能试验,并分析比较了各项试验结果。

(三) 无机结合料稳定材料试验方在抗压强方面主要体现为:抗压强度较低,仅适应沥青路面底基层的适用要求;抗压强度随水泥掺量提高而增加;各水泥掺量试件不同龄期下的抗压强度具有较好的相关性。

(四) 两种试验方法在劈裂强度方面,均处于相应路面材料劈裂强度设计参数的取值范围内,而且随水泥掺量提高而增大。

#### [参考文献]

[1] 肖建祥,裴君.无机稳定废旧沥青混合料的现状与前景分析[J].科技资讯,2008,(8).  
[2] 欧阳伟,刘云全,王连广.高模量沥青混合料的试验研究[J].公路,2008,(1).  
[3] 邵沛劫.废橡胶粉改性沥青混合料的试验研究[J].北方交通,2008,(5).

[作者简介] 欧廷彬 (1974-),男,湖南邵阳人,工程师,研究方向:公路工程施工管理。

业,2007,(2).

[2] 朱加虹.浅谈油脂酸败及其过氧化值测定[J].食品工业,2001,(3).

[3] 肇立春.浅谈食用油脂的氧化及其测定[J].粮食与食品工业,2003,(1).

[4] 王炼,周宁.酸价及过氧化值测定中几个问题的探讨[J].食品研究与开发,2002,(4).