



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.77—2003

---

## 食用氢化油、人造奶油卫生标准的 分析方法

Method for analysis of hygienic standard of  
edible hydrogenated oil

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

---

中华人民共和国卫生部  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由上海市卫生防疫站、湖南省卫生防疫站负责起草。

## 食用氢化油、人造奶油卫生标准的分析方法

### 1 范围

本标准规定了食用氢化油和人造奶油各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于食用氢化油和人造奶油各项卫生指标的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.3—2003 食品中水分的测定

GB/T 5009.6—2003 食品中脂肪的测定

GB/T 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.12—2003 食品中铅的测定

GB/T 5009.13—2003 食品中铜的测定

GB/T 5009.37—2003 食用植物油卫生标准的分析方法

### 3 感官检查

#### 3.1 色泽

##### 3.1.1 仪器

平皿:直径 50 mm。

##### 3.1.2 分析步骤

用洁净玻璃棒挑起试样一小块(约 1 cm<sup>3</sup>)置于平皿中央,在室温下对着自然光四面仔细观察,然后再置于白色背景前借其反射光线观察,并按下列词句记述:白色、灰白色、乳白色、柠檬色、淡黄色、黄色、橙色等。

#### 3.2 外形

##### 3.2.1 分析步骤

3.2.1.1 用洁净玻璃棒轻轻拨动上述平皿中的试样,探试其硬软程度,并按下列词句记录:硬固体、固体、半固体、稠胶体、半流体等。

3.2.1.2 用洁净玻璃棒挑起试样一小块,置于洗净的食指头上,用拇指与食指搓揉,细心体会手指的感觉,然后按粗糙、有小颗粒、细腻等词句记述。

#### 3.3 气味及滋味

##### 3.3.1 仪器

烧杯 50 mL。

水浴。

##### 3.3.2 分析步骤

用洁净玻璃棒挑起试样一小块置于 50 mL 烧杯中,于水浴上加热至 50℃,用玻璃棒迅速搅拌,闻其气味,并用玻璃棒蘸取少许试样置舌尖上品尝其滋味。然后按焦糊气、酸败气、臭气、腥气、霉气、牛奶气、奶油香气等词句记述,滋味则以甜、酸、苦、辣、咸、平淡、可口等词句记述。

4 理化检验

4.1 酸价

4.1.1 试剂

4.1.1.1 酚酞指示剂:0.4%乙醇溶液。

4.1.1.2 乙醚、乙醇混合液:乙醚+乙醇(2+1)混合,用0.100 mol/L 氢氧化钾溶液中和至对酚酞指示液呈中性。

4.1.1.3 0.100 mol/L 氢氧化钾标准溶液。

4.1.2 分析步骤

精密称取试样 10 g,以下操作按 GB/T 5009.37—2003 进行。

4.1.3 结果计算

见式(1)。

$$X = \frac{V \times c \times 56.11}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——酸价;

V——滴定所耗氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——氢氧化钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.11——1 mL 氢氧化钾标准溶液(0.100 mol/L)所含氢氧化钾的毫克数;

m——试样的质量,单位为克(g)。

4.2 过氧化值

按 GB/T 5009.37—2003 中 2.2 操作。

4.3 水分

按 GB/T 5009.3—2003 中的直接干燥法执行。

加糖人造奶油水分的测定按 GB/T 5009.3—2003 中的减压干燥法执行。

4.4 脂肪

减差法。

4.4.1 原理

取测定水分后的试样,用乙醚提取其中的脂肪,由残渣含量求得脂肪量。

4.4.2 仪器设备

电热干燥箱。

3号砂芯漏斗。

抽滤瓶。

干燥器。

4.4.3 分析步骤

取测水分后已恒重的试样,加 10 mL 乙醚,用玻璃棒搅拌,使脂肪溶解,然后抽滤于预先恒重的砂芯漏斗中,再用 100 mL 乙醚分数次洗涤蒸发皿内的残渣,并全部转入砂芯漏斗中,抽滤干净,将砂芯漏斗置于 100℃~105℃干燥箱中烘烤 2 h,冷却,称至恒重。

4.4.4 结果计算

见式(2)。

$$X = 100 - X_1 - \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X$ ——人造奶油中脂肪含量,单位为克每百克(g/100 g);

$X_1$ ——人造奶油中水分含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_1$ ——抽滤后砂芯漏斗质量,单位为克(g);

$m_2$ ——抽滤前砂芯漏斗质量,单位为克(g);

$m$ ——取样质量,单位为克(g)。

如试样为加糖人造奶油时,则按 GB/T 5009.6—2003 中的索氏抽提法执行。

#### 4.5 砷

##### 4.5.1 试剂

均按 GB/T 5009.11—2003 执行。

##### 4.5.2 分析步骤

###### 4.5.2.1 试样处理

称取试样 5.0 g 于瓷蒸发皿或瓷坩埚中,加硝酸镁 10 mL,氧化镁 2 g,在水浴上蒸干,然后移至小火上直接加热,直至皿内物炭化,然后移至马福炉内,在 550℃ 下炭化,灰分呈灰白色,将灰分用 1+1 盐酸 30 mL,分数次移入 150 mL 三角测砷瓶中供银盐法测定用。同时做试剂空白实验。

###### 4.5.2.2 测定方法

按 GB/T 5009.11—2003 中第二法银盐法执行。

#### 4.6 铅

4.6.1 原子吸收分光光度法:按 GB/T 5009.12—2003 中第一法原子吸收分光光度法执行。

4.6.2 双硫脲比色法:按 GB/T 5009.12—2003 中第四法双硫脲比色法执行。

#### 4.7 镍

##### 4.7.1 第一法 原子吸收分光光度法

###### 4.7.1.1 原理

试样经处理后,导入原子吸收分光光度计中,原子化以后,吸收 232.0 nm 共振线,其吸收量与镍量成正比,与标准系列比较定量。

###### 4.7.1.2 试剂

要求使用去离子水,优级纯或高级纯试剂。

4.7.1.2.1 镍标准溶液:精密称取 1.000 0 g 高纯金属镍,溶解于少量硝酸中,再以 1% 盐酸稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 1 mg 镍。

4.7.1.2.2 镍标准使用液:吸取 10.0 mL 镍标准液,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 100 μg 镍。

4.7.1.2.3 0.5 mol/L 盐酸:量取 4.0 mL 盐酸,加水稀释至 96 mL。

4.7.1.2.4 1%(质量分数)盐酸:量取 2.8 mL 盐酸,加水稀释至 100 mL。

4.7.1.2.5 石油醚(沸程 30℃~60℃)。

###### 4.7.1.3 仪器

所有玻璃仪器均以 10%~20% 硝酸浸泡 24 h 以上,用自来水反复冲洗,最后用去离子水冲洗晾干后,方能使用。

4.7.1.3.1 原子吸收分光光度计。

4.7.1.3.2 恒温振荡器(或振荡器)。

4.7.1.3.3 250 mL 具塞锥形瓶。

250 mL 分液漏斗。

100 mL 瓷蒸发皿。

100 mL 容量瓶。

###### 4.7.1.4 操作方法

4.7.1.4.1 试样处理

称取熔化、混匀人造奶油试样 5 g~50 g,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 0.5 mol/L 盐酸 30 mL,置沸水浴中加热 10 min,趁热剧烈振摇 30 min,再置水浴上加热(或置恒温振荡器振摇 30 min),趁热转入 250 mL 分液漏斗中,静置分层后,将水层转入另一分液漏斗中,油层倾回原锥形瓶中,加入 0.5 mol/L 盐酸 10 mL,重复前述操作,再如此萃取两次,合并水层,待冷却后,加石油醚 30 mL 振摇萃取去脂,静置分层,弃去石油醚层,水层备用。将水层置水浴锅上挥发至干(此时如发现有色物质出现,可滴加硝酸数滴,置小火加热,氧化除去)。以 1% 盐酸溶解残渣,定容备用。同时做试剂空白。

4.7.1.4.2 测定

精密吸取 0.00,0.20,0.40,0.60,1.00,1.50,2.00 mL 镍标准使用液,分别置于 100 mL 容量瓶中,以 1% 盐酸稀释至刻度(各容量瓶中每毫升相当于 0.00,0.20,0.40,0.60,1.00,1.50,2.00 μg 镍)。

将处理后的试样液、试剂空白和标准溶液分别导入火焰进行测定。测定条件:灯电流 6.0 mA,波长 232.0 nm,狭缝 0.05 nm,空气流量 6.0 L/min,乙炔流量 1.0 L/min,灯头高度 6.5 mm(也可根据仪器型号,调至最佳条件),以镍含量对应浓度吸光度,绘制标准曲线比较。

4.7.1.4.3 结果计算

见式(3)。

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times V}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- X——试样中镍含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A<sub>1</sub>——测定用试样液中镍的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
- A<sub>2</sub>——试剂空白中镍的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——试样总体积,单位为毫升(mL);
- m——试样质量,单位为克(g)。

4.7.2 第二法 丁二酮肟比色法

4.7.2.1 原理

试样中的镍用稀酸提取后,在强碱性溶液中以过硫酸铵为氧化剂,镍与丁二酮肟形成红褐色络合物,与标准系列比较定量。

4.7.2.2 试剂

- 4.7.2.2.1 0.5 mol/L 盐酸:量取 4 mL 盐酸加水稀释至 96 mL。
- 4.7.2.2.2 石油醚:沸程 30℃~60℃。
- 4.7.2.2.3 100 g/L 柠檬酸钠溶液。
- 4.7.2.2.4 0.01 g/L 酚红指示剂溶液:20%(体积分数)乙醇溶液为溶剂。
- 4.7.2.2.5 氨水。
- 4.7.2.2.6 10 g/L 丁二酮肟(C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)乙醇溶液。
- 4.7.2.2.7 三氯甲烷。
- 4.7.2.2.8 氨水(1+10)。
- 4.7.2.2.9 500 g/L 酒石酸钾钠溶液。
- 4.7.2.2.10 100 g/L 氢氧化钠溶液。
- 4.7.2.2.11 60 g/L 过硫酸铵溶液:临用时现配。
- 4.7.2.2.12 镍标准溶液,同 4.7.1.2.1。
- 4.7.2.2.13 镍标准使用液,同 4.7.1.2.2。

取 100 μg/mL 镍标准溶液 1.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加 0.5 mol/L 盐酸稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1 μg 镍。

#### 4.7.2.3 仪器

所有玻璃仪器均以10%~20%硝酸浸泡24 h以上,用自来水冲洗,最后用去离子水冲洗,晾干后方可使用。

##### 4.7.2.3.1 恒温电动振荡器。

##### 4.7.2.3.2 分光光度计。

#### 4.7.2.4 操作方法

##### 4.7.2.4.1 试样处理

同4.7.1.4.1。

经石油醚去脂的水提取液中加3滴酚红指示剂,5 mL柠檬酸钠溶液,滴加氨水,使溶液由红变黄再变红后,再滴加2滴~4滴,调节溶液pH为8.5~10。再加2 mL丁二酮肟乙醇溶液,振摇1 min后,用三氯甲烷提取3次,每次5 mL,振摇2 min,合并三氯甲烷,置于50 mL分液漏斗中,加10 mL氨水(1+10)振摇1 min,静置分层后弃去氨水,将三氯甲烷分入另一分液漏斗中,用0.5 mol/L盐酸提取2次,每次2.5 mL,振摇2 min,使三氯甲烷中的镍转入酸液中,弃去三氯甲烷,收集酸液于10 mL具塞比色管中。

##### 4.7.2.4.2 测定

精密吸取0.0,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mL镍标准使用液(相当于0.0,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 μg镍),分别置于10 mL具塞比色管中,分别加0.5 mol/L盐酸至5 mL。于试样及标准管中分别依次加入0.5 mL酒石酸钾钠溶液,1.5 mL氢氧化钠溶液,0.5 mL过硫酸铵溶液,混匀,放置3 min。再各加入0.2 mL丁二酮肟乙醇溶液,加水至10 mL,混匀。放置15 min后,用3 cm比色杯,以蒸馏水调节零点,于波长470 nm处测吸光度,绘制标准曲线比较。

##### 4.7.2.4.3 结果计算

见式(4)。

$$X = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$X$ ——试样中镍的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_1$ ——测定用试样镍的质量,单位为微克(μg);

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

#### 4.8 铜

4.8.1 原子吸收分光光度法:按GB/T 5009.13—2003中第一法原子吸收分光光度法执行。

4.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸钠法:按GB/T 5009.13—2003中第二法二乙基二硫代氨基甲酸钠法执行。

试样处理同4.7.1.4.1。