

《全价烘焙宠物食品分级评价规范》

团体标准编制说明

《全价烘焙宠物食品分级评价规范》标准编制小组

2023年9月

目录

一、 标准制定的目的和意义	1
二、 标准的任务来源及参与单位	2
三、 标准的编制过程	2
四、 标准编制原则	3
五、 标准的整体结构	4
六、 标准的主要内容及解析	4
七、 标准水平分析	8
八、 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性 .	8
九、 专利及涉及的知识产权	8
十、 重大分歧意见的处理经过和依据	8
十一、 标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议	8
十二、 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果	8
附件	10

一、 标准制定的目的和意义

2022 年中国宠物实体市场规模达 1158 亿，宠物食品份额进一步增至 46%，其中宠物主粮更是占比 34%，成为最大的一支细分品类。而烘焙粮又是宠物主粮中增长最快的一类，GMV 同比增长高达 96 倍。干粮市场过去的升级路线主要集中在产品原料、营养指标两方面，然而在未来，更多将发生在工艺和食品安全检测层面。烘焙粮凭借有别于膨化工艺的优势，广受爱宠人士欢迎，细分标准的缺位，导致市场鱼龙混杂，烘焙粮标准的制定迫在眉睫。

京东于 2022 年 5 月 30 日发布《2022 京东宠物消费趋势报告》，根据京东近 6 亿活跃用户的购物清单，爱宠人士用买投票，揭示了宠物烘焙粮、生骨肉、冻干类口粮成最受欢迎的宠物粮品类。烘焙粮产品购买量，同比增长超 8 倍。但截至目前，烘焙工艺生产的全价猫犬粮无标准可依。

近十年来，中国宠物食品市场复合增长率超过 25%，宠物食品高端化和人性化趋势将是市场增长的主要驱动力。高温膨化粮是目前全价宠物食品中的主要形式，之所以被称之为膨化粮是因为其在加工过程中通过高温膨化挤压成型。相对比烘焙粮采用烘焙干燥工艺，具有更低的加工温度，降低了高温膨化过程中营养和风味的流失，同时可能减少高温致癌物质的产生。截至目前，烘焙工艺生产的全价宠物食品无工艺标准可依，市面上出现大量“烘焙粮”名义的产品，实质工艺与大众朴素认知中的“烘焙”相差甚远。这些行业不规范的情况，严重危害了宠物食品行业形象和消费者权益。

解决目前烘焙工艺规范空白，及时响应人民群众对新技术、新产品的需求，同时提高优秀企业产品的竞争力。通过团标的制定，企业自我规范并辅以行业委员会的形式维护消费者和企业的合法权益。在确保产品品质的同时，促进宠物食品行业向更好、更优的方向发展。让已经成为消费新趋势的营养均衡、天然健康理念再向前迈进，让宠物食品行业的转型、升级和发展进一步推动，使我国宠物行业有适用于本土的优质工艺规范可依。

二、 标准的任务来源及参与单位

2022年8月19日，深圳大喆文化传播咨询有限公司向广东省分析测试协会提出了制定团体标准《全价宠物食品烘焙工艺安全检测技术规范》（现已拟更名为《全价烘焙宠物食品分级评价规范》）的项目申请，协会组织评审专家小组，于2022年10月14日召开团体标准立项评审会议，评审小组成员对该项目进行论证并获得通过，并同时开始该标准的研究制定工作，在组织上拟定了相关的措施，确定了本部标准的修订思路。

2023年1月9日，广东省分析测试协会下达了该项目的制定计划任务，详见《广东省分析测试协会关于《全价烘焙宠物食品检测技术规范》团体标准立项的公告》（粤测协字[2023]2号）。

本标准由深圳大喆文化传播咨询有限公司制定。标准主要起草单位为北京京东世纪贸易有限公司、广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、宠控创新科技有限公司、山东帅克宠物用品股份有限公司、重庆快成网络技术有限公司、山东省国宠宠物食品有限责任公司、辽宁海辰宠物有机食品有限公司、浙江朗臻网络科技有限公司、杭州网易严选贸易有限公司、杭州吾尾科技有限公司、德州派得宠物食品有限公司、上海简谟生物技术有限公司、广州清科生物技术有限公司、东莞市京财投资咨询有限公司、广州灵镜宠物科技有限公司、北京萌爪科技有限公司，参与起草单位有佩蒂智创（杭州）宠物科技有限公司、山东路斯宠物食品股份有限公司、西安宠熙宠物用品有限公司，本标准由广东省分析测试协会归口。

三、 标准的编制过程

本单位2023年1月组织成立了标准起草小组，确定了工作进度时间表，并进行了分工。

（1）2023年1月-2023年2月，起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨，确定了制定计划、制定原则、标准框架，标准基本内容。

（2）2023年2月-2023年3月，起草小组对酸价、过氧化值、丙烯酰胺含量测定的方法进行调研，收集相关技术资料。起草小组根据现实需求完成了标准初稿，进行第一次团体

标准的研讨会，并对相关企业及技术单位征求意见。

(3) 2023年3月-2020年5月，起草小组收集相关验证样品，将验证样品寄往验证单位，验证单位根据试验报告对标准方法进行验证。

(4) 2023年5月-2023年6月，起草小组完成对标准涉及的检测项目样品验证报告的收集汇总，对验证数据进行了第一轮分析，根据相关参与单位修改意见，根据试验数据，对标准初稿进行有必要的修改。

(5) 2023年7月召开了第二次团体标准的研讨会议，经过专家评审、起草单位的充分讨论，最终认为团体标准应根据市场、行业最新动向和需求进行合理调整。此外增大样本数据的验证量、减少企业应用标准成本和完善标准的适用性，成为了团体标准修改调整的主要方向。

(6) 2023年8月-2023年9月，起草小组完成了第二轮相关验证样品的收集、检测工作，验证单位根据实验报告，对标准涉及的检测方法进行了充分验证与补充，对不必要的理化指标项目进行了取消。标准由《全价宠物食品烘焙工艺安全检测技术规范》更名为《全价烘焙宠物食品分级评价规范》，以更符合标准实际内容方向，加强市场和行业的适用性，更准确的反应产品品质。

四、 标准编制原则

制定《全价宠物食品烘焙工艺安全检测技术规范》遵循以下原则：

(1) 规范性

按 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的要求进行制定。

(2) 一致性

与现行有效的相关国家法律、法规、标准规范保持一致，对采用烘焙工艺生产加工的全价宠物食品品质安全检测的相关术语和定义、理化指标比值要求、检验规则、试验方法等要求作

出相应的规定。

（3）适用性

充分考虑现状和现实情况，确定产品要求及检验规则，并把标准制定过程中标准物质因素、样品种类因素、含量高低因素等融入其中，适应性比较广泛。

（4）可操作性

充分考虑当前烘焙全价宠物食品的工艺现状，采用已有的方法、指导原则等对标准进行规范，以分级评价的方式强化可操作性和普适性。

（5）先进性

标准创新提出了蛋白灰分比、蛋白丝氨酸比、丝苏氨酸比的指标及计算方式；首次在宠物食品中提出组胺、苯并(a)芘、丙二醛的指标要求；编写设计过氧化值的测定方法，过程中吸收了国内外几年来先进的分析手段、处理过程、反应条件等，对方法中的处理条件、参数调整、数据准确性等进行优化，体现了标准的技术性、科学性和先进性。

五、 标准的整体结构

本标准内容主要 7 个部分：范围、规范性引用文件、术语和定义、烘焙全价宠物食品的分级、试验方法、检验规则、级别标识。

六、 标准的主要内容及解析

1、范围

对标准的目的和适用范围作了描述，明确本标准适用于采用了烘焙、干燥工艺生产加工的宠物配合饲料全价猫粮、宠物配合饲料全价犬粮。

2、规范性引用文件

列出了标准条文制定过程中引用的标准。

3、术语和定义

对全价烘焙宠物食品涉及的工艺和创新指标术语行了定义，其中“烘焙”工艺已在 GB/T 10647 饲料工业术语中涉及，因此未对“烘焙”这一名词进行重复定义。

4、产品要求

明确了全价烘焙宠物食品的三个等级，即特级、一级、二级（“特级”根据国家市场监督管理总局公告 2023 年第 6 号第六条之规定“不适用《广告法》关于绝对化用语的规定”），并制定各等级的分级指标。指标项目涉及蛋白灰分比、过氧化值、挥发性盐基氮等，采取灵活客观的方式对不同质量水平的产品进行等级划分，为消费者提供有效的参考评价维度。产品分级指标验证分析如下：

4.1 蛋白灰分比

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮(37 款烘焙粮、9 款膨化粮、1 款风干粮)进行了粗蛋白质、粗灰分检测，其中实测粗蛋白质含量低于 35%的共 5 款(含 3 款膨化粮、2 款烘焙粮)，蛋白灰分比平均值为 4.05，明显低于本标准的最低水平(二级 ≥ 4.6)，推测实际使用了较多骨粉或肉骨粉原料，因此粗灰分相对粗蛋白质含量处于较高水平；

实测粗蛋白质均高于 35%的产品共 42 款(平均值 47.1%)，对应蛋白灰分比平均值为 5.75，最高值 9.5，中位数 5.64，标准差 0.94，符合该指标特级、一级、二级要求的分别有 37 款、0 款、2 款。

4.2 蛋白丝氨酸比

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了粗蛋白质、丝氨酸检测，其中蛋白丝氨酸比表现最佳值为 24.7，最低值为 16.8(膨化粮)，平均值为 21.14，中位数 21.46，标准差 1.83。

烘焙粮样本中无法达到 ≥ 20.0 共 6 例(平行样均低于 20.0 者)，其余烘焙粮因使用鲜冻肉或优质肉粉原料，丝氨酸含量表现不高。

4.3 丝苏氨酸比

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了丝氨酸、苏氨酸检测，其中丝氨酸比表现最佳值为 0.91，最高值为 1.80，平均值为 1.20，中位数 1.18，标准差 0.21。丝氨酸比表现高于 1.30 的样本共 7 例（3 款膨化、4 款烘焙），膨化粮较烘焙粮的丝氨酸比出现异常的概率更高。

4.4 酸价

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了酸价检测，过程中有专家指出，认为部分样品中添加柠檬酸可能造成酸价偏高的情况。后续开展了柠檬酸影响酸价数据的专项试验验证，从数据结果观察，柠檬酸确实会使酸价表现变高，但影响有限。后经多方讨论，出于对企业产品慎重评价分级的考虑，将酸价指标要求移除。

4.5 过氧化值

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了过氧化值检测，除 3 款样品未检出外，过氧化值表现最低样本值为 0.0082，最高值 0.14，平均值为 0.05，中位数 0.04，标准差 0.03，均符合本标准对过氧化值的最低要求，说明不同样本在保质期内的早期脂肪氧化指标水平较低。

4.6 丙烯酰胺

对市售和内部选送的 27 款猫犬粮进行了丙烯酰胺检测，其中 12 例样品为未检出（定量限 10）。最终因专项设计的检测方法难以剔除宠物食品样本中较为复杂的杂质，可能影响数据结果的客观性，故将丙烯酰胺指标要求移除。

4.7 苯并(a)芘

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了苯并(a)芘检测，全部样品均未检出苯并(a)芘。

4.8 丙二醛

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了丙二醛检测，数据表现最高的前三数据为 5.83、5.65(进口膨化粮)、4.11(进口膨化粮)，总体平均值为 1.84，中位数 1.39，标准差 1.26。符

合该指标特级、一级、二级要求的烘焙粮分别有 31 款、1 款、3 款。

4.9 组胺

市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了组胺检测，其中 34 例样品为未检出(定量限 10mg/kg)，数据表现最高的前三数据为 61.3(进口烘焙)、55.1(进口膨化)、27.5(进口膨化)，检出平均值为 22.38，中位数 15.55，标准差 16.19。根据样品配料信息鱼类原料的占比观察，“鱼类原料”与“组胺数据结果高低”不存在必然关系。含鱼配方存在组胺未检出的样本，不含鱼配方亦存在组胺相对较高的情况。根据实验数据，符合该指标特级、一级、二级要求的烘焙粮分别有 27 款、5 款、3 款。

4.10 挥发性盐基氮

对市售和内部选送的 47 款猫犬粮进行了挥发性盐基氮检测，最低值为 9.06，最高值为 45.9，平均值为 23.17，中位数 21.60，标准差 9.52。指标要求制定时参考了 GB/T 19164 鱼粉白鱼粉 $\leq 70\text{mg}/100\text{g}$ 、NY/T 3969 鸡肉粉 $\leq 100\text{mg}/100\text{g}$ ，考虑到团体规范为优质标准，同时不会出现 100%纯肉粉/鱼粉产品，且基本都采用鲜肉/冻肉/优质肉粉原料，因此该标准按品级分为特级 $\leq 50\text{mg}/100\text{g}$ ，一级、二级 $\leq 70\text{mg}/100\text{g}$ 。

5、检验规则

规定了组批，以相同配方、相同原料、同一班次生产的产品为一批次，每批次产品进行出厂检验。采样按 GB/T 2828.1 的规定执行（因 GB/T 14699 饲料采样中明确表示该方法不适用于宠物食品，故未采用）。判定规则中如检验时出现不合格项目，应重新自同批产品中两倍量的包装中抽样进行复验；如果复验结果中仍有不合格项，则判该批次产品为不合格品。

6、附录

规定了蛋白灰分比、蛋白丝氨酸比、丝苏氨酸比、过氧化值的计算或测定方式。

其中过氧化值为附录测定方法，方法通过了三家专业检测机构方法学验证，结果均为方法

适用于全价烘焙宠物食品中过氧化值的测定。报告详见附件。

七、 标准水平分析

国外目前未对烘焙工艺生产的全价宠物食品提出规范化、标准化的案例，国内宠物食品产品标准主要依据农业部 20 号公告、GB/T 31216 及 GB/T 31217，目前尚未存在全价烘焙宠物食品的相关国家标准。

此前因生产效率低下国内未进行全价烘焙宠物食品的生产，但烘焙宠物食品在 2017 年左右，便已传入我国，因其工艺特殊性，逐渐被我国市场消费者接受，近年来随着国内企业的工艺突破和日趋成熟，全价烘焙宠物食品的消费增长迅猛，为规范行业与市场，有必要对该类宠物食制定相应的评价标准。

八、 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制性标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。

九、 专利及涉及的知识产权

本标准不涉及任何专利或知识产权。

十、 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

十一、 标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准作为行业团体标准发布实施。

十二、 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

本标准与目前行业生产、工艺及管理水平的适应性强，标准化程度高，便于被该类烘焙食品企业所引用。同时，也可作为中小企业生产中质量监控，保证烘焙工艺生产的全价宠物食品

平稳顺利发展。

《全价烘焙宠物食品分级评价规范》标准编制组

2023年9月

附件：

方法验证报告

样品编号：BSYF2300023

项目名称：烘焙全价宠物食品中过氧化值的测定

委托单位：广东省分析测试协会宠物健康产业分析技术专业委员会

验证人员：何羽佳 冯泽群 温楷

验证日期：2023年07月13日至2023年8月22日



广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)

目录

1 实验目的	2
2 依据	2
2.1 验证方法:	2
2.2 验证要求:	2
2.3 比对方法:	2
3 样品及仪器信息	2
3.1 验证样品	2
3.2 仪器设备的品牌及型号	2
3.3 试剂	2
4 分析方法	3
4.1 样品处理:	3
4.2 测定:	3
4.3 结果计算	3
5、方法学验证	5
5.1 精密度试验	5
5.2 可靠性试验	6
6、结论	8

1 实验目的

对烘焙全价宠物食品中过氧化值含量测定方法进行方法学验证,包括精密度(重复性和中间精密度)、可靠性等,确保方法的可行性。

2 依据

2.1 验证方法:

《烘焙全价宠物食品品质分级》附录 D 过氧化值的测定

2.2 验证要求:

参照《中国药典》2020年版 四部 9101 分析方法验证指导原则。

2.3 比对方法:

GB 5009.227-2016 第一法《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》

3 样品及仪器信息

3.1 验证样品

烘焙全价宠物食品(由委托单位提供)

3.2 仪器设备的品牌及型号

25mL 滴定管

电子天平: Sartorius BSA 224S

3.3 试剂

3.3.1 石油醚 I (沸程为 30℃~60℃):分析纯,批号: 20230701, 广州化学试剂厂。

3.3.2 无水硫酸钠,分析纯,批号: 3H1/Y1.4/100/19 CN/C421307, 麦克林。

3.3.3 碘化钾:分析纯,批号: 20230301, 广州化学试剂厂。

3.3.4 三氯甲烷:分析纯,批号: 20230502, 广州化学试剂厂。

- 3.3.5 冰乙酸:分析纯,批号:20230601,广州化学试剂厂。
- 3.3.6 淀粉:分析纯,批号:20210101,广州化学试剂厂。
- 3.3.7 三氯甲烷-冰乙酸混合液(体积比 2+3):量取 40 mL 三氯甲烷,加 60 mL 冰乙酸,混匀,现配现用。
- 3.3.8 饱和碘化钾溶液:称取 20 g 碘化钾,加入 10 mL 三级水,避光处保存,现配现用。
- 3.3.9 1%淀粉指示剂:称取 1 g 淀粉用少量水调成糊状,再加入 100 mL 沸水,搅拌均匀,放冷,现配现用。
- 3.3.10 硫代硫酸钠标准滴定溶液:国家标准物质编号 GBW(E)081130,20℃标准溶液浓度 0.1001 mol/L,批号:20230320H1,深圳市博林达科技有限公司。
- 3.3.11 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液:由 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液稀释 10 倍而成,现配现用。

4 分析方法

4.1 样品处理:

从全部样品中取出具有代表性部分,经高速粉碎机中快速粉碎均匀,将处理后的样品置于广口瓶中,加入 2 倍样品体积的石油醚 I,搅拌,使样品充分分散于石油醚中,常温静置,浸提 12 小时,经装有无水硫酸钠的漏斗过滤,取滤液,采用 60℃水浴蒸干,油脂待用。

4.2 测定:

称取 2.0 g 提取的油脂试样于碘量瓶中,加入 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液振摇使试样充分溶解,再加入 1.0 mL 饱和碘化钾溶液,轻轻摇晃均匀,将碘量瓶置于暗处,紧密盖塞待反应,3 min 后,立即加入 100 mL 三级水,使用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色,再加入 1.0 mL 淀粉指示剂,继续滴至蓝色消失即为终点,记录消耗溶液的体积 V。同时进行空白实验。

4.3 结果计算

试样中过氧化值的量用质量分数 X 表示，单位为克每一百克 (g/100g)，按式 (1) 计算：

$$X = \frac{(V - V_0) \times C \times 0.1269}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m ——称取油脂的质量，单位为克 (g)；

V ——油脂试样所消耗的标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验中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)；

0.1269——与 1.000 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液 1.00 mL 相当的碘的质量；

100——换算系数。

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、方法学验证

5.1 精密度试验

5.1.1 重复性

取 10 份样品粉碎后加入石油醚 I 浸提 12 h 后提取油脂，按 4.2 步骤分别各称取 2 g 提取的油脂于碘量瓶中，测定样品中过氧化值含量，测定结果见表 1，计算样品重复性 RSD 为 2.7%，小于重复性最大可接受数值 $RSD_r=3\%$ （查《中国药典》2020 年版 四部 9101 表 3），满足重复性要求。

表 1 重复性结果

测定编号	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1	0.088		
2	0.092		
3	0.089		
4	0.091		
5	0.091		
6	0.087	0.089	2.7
7	0.089		
8	0.091		
9	0.089		
10	0.084		

5.1.2 中间精密度

由 2 名不同分析人员，在不同时间，对同一批次样品分别进行 10 次过氧化值测定(可使用 5.1.1 重复性前 10 次结果)，共进行 20 次测定，每人 10 次测定的 RSD 不超过 3%。计算 20 次结果的 RSD 值，见表 2，RSD 值为 2.6%，小于 3%（查《中国药典》2020 年版 四部 9101 表 3），满足中间精密度要求。

表 2 人员比对结果

测定编号	检测人员	检测时间	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1	人员 1	2023 年 7 月 13 日	0.088	0.088	2.6
2			0.092		
3			0.089		
4			0.091		
5			0.091		
6			0.087		
7			0.089		
8			0.091		
9			0.089		
10			0.084		
11	人员 2	2023 年 7 月 17 日	0.088	0.088	2.6
12			0.088		
13			0.085		
14			0.087		
15			0.090		
16			0.090		
17			0.087		
18			0.083		
19			0.089		
20			0.089		

5.2 可靠性试验

按国家标准 GB 5009.227-2016 第一法中对同-批次样品分别进行 10 次测定，与 5.1.1 重复性前 10 次结果过氧化值进行比对，检测结果见表 3。

利用 SPSS 软件对两种检测数据进行两独立样本 t 检验，见表 4，方差齐性检验，显著性为 $0.528 > 0.05$ ，认为方差齐性；平均值等同性 t 检验中显著性（双尾）为 $0.715 > 0.05$ ，说明本方法和 GB 5009.227-2016 第一法测定过氧化值检测结果两组数据均数不存在显著的统计差异，方法可靠。

表 3 方法比对结果

测定编号	检测方法	过氧化值 (g/100g)
1	本方法	0.088
2		0.092
3		0.089
4		0.091
5		0.091
6		0.087
7		0.089
8		0.091
9		0.089
10		0.084
11	GB 5009.227-2016 第一法	0.087
12		0.091
13		0.088
14		0.091
15		0.091
16		0.092
17		0.089
18		0.086
19		0.087
20		0.085

表 4 T-检验

组统计

	方法	个案数	平均值	标准差	标准误差平均值
过氧化值	本方法	10	0.0891	0.00238	0.00075
	GB 5009.227-2016 第一法	10	0.0887	0.00245	0.00078

独立样本检验

莱文方差等同性检验		平均值等同性 t 检验								
方法	F	显著性	t	自由度	显著性 (双尾)	平均值 差值	标准误差 差值	差值 95%置信区间		
								下限	上限	
过氧化值	假定 等方差	0.415	0.528	0.370	18	0.715	0.000400	0.001080	-0.001869	0.002669
	不假定 等方差			0.370	17.983	0.715	0.000400	0.001080	-0.001869	0.002669

6、结论

本工作验证了烘焙全价宠物食品中过氧化值含量的分析方法。通过验证，方法的精密度和可靠性均能够满足方法学要求，适用于烘焙全价宠物食品中过氧化值的测定。

审核人： 

批准人： 

日期： 2023.8.22

日期： 2023.8.22

方法验证报告

样品编号：2309W3524

项目名称：全价烘焙宠物食品中过氧化值的测定

委托单位：广东省分析测试协会宠物健康产业分析技术专业委员会

验证人员：刘昭华、黄颖诗

验证日期：2023年09月19日至2023年9月22日

广州检验检测认证集团有限公司



目录

方法验证报告	1
1 实验目的	3
2 依据	3
2.1 验证方法	3
2.2 验证要求	3
3 样品及仪器信息	3
3.1 验证样品	3
3.2 仪器设备的品牌及型号	3
3.3 试剂	3
4 分析方法	4
4.1 样品处理	4
4.2 测定	4
4.3 结果计算	5
5 方法学验证	5
5.1 重复性	5
5.2 中间精密度	6
6 结论	8

1 实验目的

对全价烘焙宠物食品中过氧化值含量测定方法进行方法学验证,包括精密度(重复性和中间精密度)等,确保方法的可行性。

2 依据

2.1 验证方法

《全价烘焙宠物食品品质分级》附录 D 过氧化值的测定

2.2 验证要求

参照《中国药典》2020年版 四部 9101 分析方法验证指导原则。

3 样品及仪器信息

3.1 验证样品

全价烘焙宠物食品(由委托单位提供)

3.2 仪器设备的品牌及型号

25 mL 滴定管

分析天平(英国艾德姆 EAB514i)

3.3 试剂

3.3.1 石油醚 I (沸程为 30℃~60℃):分析纯,批号:20230801,广东广试试剂科技有限公司。

3.3.2 无水硫酸钠,分析纯,批号:20230201,广东广试试剂科技有限公司。

3.3.3 碘化钾:分析纯,批号:20230708,广东光华科技股份有限公司。

3.3.4 三氯甲烷:分析纯,批号:20230802,广东广试试剂科技有限公司。

3.3.5 冰乙酸:分析纯,批号:B230807,西陇科学股份有限公司。

3.3.6 淀粉:分析纯,批号:20220701,广州化学试剂厂。

3.3.7 三氯甲烷-冰乙酸混合液(体积比2+3):量取40 mL三氯甲烷,加60 mL冰乙酸,混匀,现配现用。

3.3.8 饱和碘化钾溶液:称取20 g碘化钾,加入10 mL三级水,避光处保存,现配现用。

3.3.9 1%淀粉指示剂:称取1 g淀粉用少量水调成糊状,再加入100 mL沸水,搅拌均匀,放冷,现配现用。

3.3.10 硫代硫酸钠标准滴定溶液:国家标准物质编号GBW(E)081130,20℃标准溶液浓度0.1001 mol/L,批号:20230602H1,深圳市博林达科技有限公司。

3.3.11 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液:由0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液稀释10倍而成,现配现用。

4 分析方法

4.1 样品处理

从全部样品中取出具有代表性部分,经高速粉碎机中快速粉碎均匀,将处理后的样品置于广口瓶中,加入2倍样品体积的石油醚I,搅拌,使样品充分分散于石油醚中,常温静置,浸提12小时,经装有无水硫酸钠的漏斗过滤,取滤液,采用60℃水浴蒸干,油脂待用。

4.2 测定

称取2.0 g提取的油脂试样于碘量瓶中,加入30 mL三氯甲烷-冰乙酸混合液振摇使试样充分溶解,再加入1.0 mL饱和碘化钾溶液,轻轻摇晃均匀,将碘

量瓶置于暗处，紧密盖塞待反应，3 min 后，立即加入 100 mL 三级水，使用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色，再加入 1.0 mL 淀粉指示剂，继续滴至蓝色消失即为终点，记录消耗溶液的体积 V。同时进行空白实验。

4.3 结果计算

试样中过氧化值的量用质量分数 X 表示，单位为克每一百克 (g/100g)，按式 (1) 计算：

$$X = \frac{(V - V_0) \times C \times 0.1269}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式 (1) 中：

m ——称取油脂的质量，单位为克 (g)；

V ——油脂试样所消耗的标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V₀ ——空白试验中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)；

0.1269——与 1.000 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液 1.00 mL 相当的碘的质量；

100——换算系数。

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 方法学验证

5.1 重复性

取 10 份样品粉碎后加入石油醚 I 浸提 12 h 后提取油脂，按 4.2 步骤分别各

称取 2 g 提取的油脂于碘量瓶中，测定样品中过氧化值含量，测定结果见表 1，计算样品重复性 RSD 为 2.9%，小于重复性最大可接受数值 $RSDr = 3\%$ （查《中国药典》2020 年版 四部 9101 表 3），满足重复性要求。

表 1 重复性结果

测定编号	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1	0.045		
2	0.041		
3	0.043		
4	0.042		
5	0.044	0.043	2.9
6	0.045		
7	0.043		
8	0.043		
9	0.043		
10	0.044		

5.2 中间精密度

由 2 名不同分析人员，在不同时间，对同一批次样品分别进行 10 次过氧化值测定(可使用 5.1 重复性前 10 次结果)，共进行 20 次测定，每人 10 次测定的 RSD 不超过 3%。计算 20 次结果的 RSD 值，见表 2，RSD 值为 2.7%，小于 3%（查《中国药典》2020 年版 四部 9101 表 3），满足中间精密度要求。

表 2 人员比对结果

测定编号	检测人员	检测时间	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1			0.045		
2			0.041		
3			0.043		
4			0.042		
5	刘昭华	2023年9月21日	0.044		
6			0.045		
7			0.043		
8			0.043		
9			0.043		
10			0.044		
11			0.043	0.043	2.7
12			0.041		
13			0.043		
14			0.042		
15	黄颖诗	2023年9月22日	0.043		
16			0.042		
17			0.042		
18			0.043		
19			0.042		
20			0.041		

6 结论

本工作验证了全价烘焙宠物食品中过氧化值含量的分析方法。通过验证，方法的重复性和中间精密度能够满足方法学要求，适用于全价烘焙宠物食品中过氧化值的测定。

验证人：刘雨 魏诗 审核人：郭元
日期：2023.9.19 ~ 2023.9.22 日期：2023.9.22

批准人：李学
日期：2023.9.22



方法验证报告

样品编号：2023XZ098

项目名称：全价烘焙宠物食品中过氧化值的测定

委托单位：广东省分析测试协会宠物健康产业分析技术专业委员会

验证人员：陈颖麟 江家俊

验证日期：2023年09月21日至2023年9月22日



广东省微生物分析检测中心



目录

1 实验目的	3
2 依据	3
2.1 验证方法:	3
2.2 验证要求:	3
3 样品及仪器信息.....	3
3.1 验证样品.....	3
3.2 仪器设备的品牌及型号.....	3
3.3 试剂.....	3
4 分析方法.....	4
4.1 样品处理:	4
4.2 测定:	4
4.3 结果计算.....	4
5、方法学验证.....	5
5.1 重复性.....	5
5.2 中间精密度.....	6
6、结论.....	7

1 实验目的

对全价烘焙宠物食品中过氧化值含量测定方法进行方法学验证,包括精密度(重复性和中间精密度)、可靠性等,确保方法的可行性。

2 依据

2.1 验证方法:

《全价烘焙宠物食品品质分级》附录 D 过氧化值的测定

2.2 验证要求:

参照《中国药典》2020年版 四部 9101 分析方法验证指导原则。

3 样品及仪器信息

3.1 验证样品

全价烘焙宠物食品(由委托单位提供)

3.2 仪器设备的品牌及型号

25mL 滴定管

电子天平: Sartorius BSA 224S

3.3 试剂

3.3.1 石油醚 I (沸程为 30℃~60℃):分析纯,批号: 20190502-22, 广州化学试剂厂。

3.3.2 无水硫酸钠, 化学纯, 批号: 20200202-21, 广州化学试剂厂。

3.3.3 碘化钾:分析纯, 批号: 20160901-1, 广州化学试剂厂。

3.3.4 三氯甲烷:分析纯, 批号: 20171011, 国药集团化学有限公司。

3.3.5 冰乙酸:分析纯, 批号: 20180902-2, 广州化学试剂厂。

3.3.6 淀粉:分析纯, 批号: 20181201-1, 广州化学试剂厂。

3.3.7 三氯甲烷-冰乙酸混合液(体积比 2+3): 量取 40 mL 三氯甲烷, 加 60 mL 冰乙酸, 混匀, 现配现用。

3.3.8 饱和碘化钾溶液：称取 20 g 碘化钾，加入 10 mL 三级水，避光处保存，现配现用。

3.3.9 1%淀粉指示剂：称取 1 g 淀粉用少量水调成糊状，再加入 100 mL 沸水，搅拌均匀，放冷，现配现用。

3.3.10 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液：硫代硫酸钠，批号：20070901-2，广州一厂。称取 16g 无水硫代硫酸钠加 0.2g 无水碳酸钠，溶于 1000mL 水中。

3.3.11 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液：由 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液稀释 10 倍而成，现配现用。

4 分析方法

4.1 样品处理：

从全部样品中取出具有代表性部分，经高速粉碎机中快速粉碎均匀，将处理后的样品置于广口瓶中，加入 2 倍样品体积的石油醚 I，搅拌，使样品充分分散于石油醚中，常温静置，浸提 12 小时，经装有无水硫酸钠的漏斗过滤，取滤液，采用 60℃水浴蒸干，油脂待用。

4.2 测定：

称取 2.0 g 提取的油脂试样于碘量瓶中，加入 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液振摇使试样充分溶解，再加入 1.0 mL 饱和碘化钾溶液，轻轻摇晃均匀，将碘量瓶置于暗处，紧密盖塞待反应，3 min 后，立即加入 100 mL 三级水，使用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色，再加入 1.0 mL 淀粉指示剂，继续滴至蓝色消失即为终点，记录消耗溶液的体积 V 。同时进行空白实验。

4.3 结果计算

试样中过氧化值的量用质量分数 X 表示，单位为克每一百克 (g/100g)，按式 (1) 计算：

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

式中：

m ——称取油脂的质量，单位为克（g）；

V ——油脂试样所消耗的标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V₀ ——空白试验中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）；

0.1269——与 1.000 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液 1.00 mL 相当的碘的质量；

100——换算系数。

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、方法学验证

5.1 重复性

取 10 份样品粉碎后加入石油醚 I 浸提 12 h 后提取油脂，按 4.2 步骤分别各称取 2 g 提取的油脂于碘量瓶中，测定样品中过氧化值含量，测定结果见表 1，计算样品重复性 RSD 为 2.8%，小于重复性最大可接受数值 RSD_r=3%（查《中国药典》2020 年版 四部 9101 表 3），满足重复性要求。

表 1 重复性结果

测定编号	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1	0.067		
2	0.067		
3	0.063		
4	0.066		
5	0.062	0.064	2.9
6	0.062		
7	0.064		
8	0.065		
9	0.064		
10	0.064		

5.2 中间精密度

由 2 名不同分析人员, 在不同时间, 对同一批次样品分别进行 10 次过氧化值测定(可使用 5.1 重复性前 10 次结果), 共进行 20 次测定, 每人 10 次测定的 RSD 不超过 3%。计算 20 次结果的 RSD 值, 见表 2, RSD 值为 2.9%, 小于 3% (查《中国药典》2020 年版 四部 9101 表 3), 满足中间精密度要求。

表 2 人员比对结果

测定编号	检测人员	检测时间	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1			0.067		
2			0.067		
3			0.063		
4			0.066		
5	陈颖麟	2023 年 9 月 22 日	0.062	0.064	2.9
6			0.062		
7			0.064		
8			0.065		
9			0.064		
10			0.064		

测定编号	检测人员	检测时间	过氧化值 (g/100g)	平均值 (g/100g)	RSD%
1			0.063		
2			0.066		
3			0.063		
4			0.066		
5	江家俊	2023年9月22日	0.064	0.064	2.7
6			0.062		
7			0.062		
8			0.064		
9			0.067		
10			0.064		

6、结论

本工作验证了全价烘焙宠物食品中过氧化值含量的分析方法。通过验证，方法的重复性和精密度能够满足方法学要求，适用于全价烘焙宠物食品中过氧化值的测定。

