附件11

食用植物油酸价、过氧化值的快速检测

（征求意见稿）

1. 范围

本方法规定了食用植物油、食用植物调和油和食品煎炸过程中的各种食用植物油的酸价、过氧化值的快速检测方法。

本方法适用于常温下为液态的食用植物油、食用植物调和油和食品煎炸过程中的各种食用植物油的酸价、过氧化值的快速测定。

滴定法

1. 酸价
	1. 原理

食用植物油经异丙醇溶解后，游离脂肪酸与氢氧化钾碱性溶液反应，以每克植物油消耗氢氧化钾的毫克数，即为酸价的数值。

* 1. 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的二级水。

* + 1. 试剂
			1. 异丙醇（C3H8O）。
			2. 氢氧化钾（KOH）。
			3. 酚酞（C20H14O4）。
			4. 氢氧化钾溶液：称取0.08g氢氧化钾，用水定容到100mL。
			5. 酚酞溶液：称取1.0g酚酞，用95%乙醇定容到100mL。
			6. 百里酚酞溶液：称取2.0g百里酚酞，用95%乙醇定容到100mL。
	1. 仪器和设备
		1. 天平：感量为0.01 g。
		2. 环境条件：温度15 ℃～35 ℃，湿度≤80%。
	2. 分析步骤
		1. 试样的提取

称取1g食用植物油试样，置于锥形瓶中，加入5mL异丙醇，振摇使油溶解。必要时可置于热水中，温热促其溶解，再冷却至室温。

* + 1. 测定步骤

在溶解油样的溶液中加入2-3滴酚酞溶液（深色油脂可加入百里酚酞溶液），食用植物油加入氢氧化钾溶液3.74mL，煎炸过程中的食用植物油加入氢氧化钾溶液6.23mL，振摇，观察颜色变化。

* + 1. 质控试验

每次测定应同时进行质控试验。

* + - 1. 质控试样的测定

称取1g质控试样，按照2.4.1和2.4.2步骤与样品同法操作。

* 1. 结果判定

观察样液的颜色，若液体颜色变为粉红色并于30秒内不褪色，说明样品中的酸价值低于标准值（阴性）。若液体颜色不变色或粉红色在30秒内褪色，说明样品中的酸价值高于标准值（阳性）。

* + 1. 质控试验要求

阴性质控样的测定结果应为阴性，阳性质控试验测定结果应均为阳性。

* 1. 结论

当检测结果为阳性时，应采用GB 5009.229-2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》进行确证，进一步确定样品中酸价的含量。

* 1. 性能指标
		1. 检测限：食用植物油3mg KOH/g

煎炸过程中的食用植物油5 mg KOH/g。

* + 1. 灵敏度：灵敏度（p+）≥95%。
		2. 特异性： 特异性（p-）≥90%。
		3. 假阴性率：假阴性率（pf-）≤5%。
		4. 假阳性率：假阳性率（pf+）≤10%。
1. 过氧化值
	1. 原理

植物油经有机溶剂溶解后，加入碘化钾与过氧化物反应生成碘单质，用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘。通过硫代硫酸钠的用量计算样品中过氧化值。

* 1. 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的二级水。

* + 1. 试剂
			1. 异丙醇（C3H8O）。
			2. 冰醋酸（CH3COOH）。
			3. 硫代硫酸钠溶液：称取2.49g 硫代硫酸钠（Na2S2O3·5H2O），溶于1000 mL水中。
			4. 碘化钾（KI）。
			5. 淀粉指示剂（1%）：称取0.5 g可溶性淀粉，加少量水调成糊状，边搅拌边倒入50 mL沸水，再煮沸搅拌均匀后，放冷备用。
	1. 仪器和设备
		1. 天平：感量为0.01 g。
		2. 环境条件：温度15 ℃～35 ℃，湿度≤80%。
	2. 分析步骤
		1. 试样的提取

称取2g食用植物油试样，置于玻璃瓶中，加入18mL异丙醇，振摇使油溶解。必要时可置于热水中，温热促其溶解，再冷却到室温。

* + 1. 测定步骤

加入3mL冰醋酸，1g碘化钾，振荡30秒，置于暗处反应3分钟。加入20mL蒸馏水，再加入硫代硫酸钠溶液3.94mL，观察颜色变化。

* + 1. 质控试验

每次测定应同时进行质控试验。

* + - 1. 质控试样的测定

称取2g质控试样，按照3.4.1和3.4.2步骤与样品同法操作。

* 1. 结果判定

观察样液的颜色，若为无色，说明样品中的过氧化值低于标准值（阴性）。若液体颜色仍为蓝色或棕色，说明样品中的过氧化值高于标准值（阳性）。

* + 1. 质控试验要求

阴性质控样的测定结果应为阴性，阳性质控试验测定结果应均为阳性。

* 1. 结论

当检测结果为阳性时，应采用GB 5009.227-2016《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》进行确证，进一步确定样品中过氧化值的含量。

* 1. 性能指标
		1. 检测限：0.25g/100g。
		2. 灵敏度：灵敏度（p+）≥95%。
		3. 特异性： 特异性（p-）≥90%。
		4. 假阴性率：假阴性率（pf-）≤5%。
		5. 假阳性率：假阳性率（pf+）≤10%。

试纸比色法

1. 原理

酸价：食用植物油酸败后产生了游离脂肪酸，游离脂肪酸与固化在试纸上的复合指示剂反应，试纸的颜色变化反映出食用植物油的酸败程度。

过氧化值：食用植物油中的过氧化物被固化在试纸上的过氧化物酶催化分解出氧，与联苯胺类化合物反应显色，试纸的颜色反映出食用植物油中的过氧化值的量。

1. 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的二级水。

* 1. 固化有复合指示剂的酸价试纸及固化有过氧化物酶的过氧化值试纸。
1. 仪器和设备
	1. 恒温水浴锅。
	2. 环境条件：温度15 ℃～35 ℃，湿度≤80%。
2. 分析步骤
	1. 试样的提取

用清洁、干燥容器量取少量的食用植物油样品，将食用植物油样品的温度调整到20～30℃。

* 1. 测定步骤

用塑料吸管吸取适量待测液，滴至试纸条的反应膜上（或将试纸直接插入到待测液中浸泡5秒钟后取出），静置90秒钟，从试纸侧面将多余的油样用吸水纸吸掉，与色阶卡进行对比。进行平行试验，两次测定结果应一致，即显色结果无肉眼可辨识差异。

* 1. 质控试验

每次测定应同时进行质控试验。

7.3.1 质控试样的测定

取少量质控试样，按照7.1和7.2步骤与样品同法操作。

1. 结果判定

观察试纸条的颜色，与标准色阶卡进行比较，判定检测结果。颜色相同或相近的色块下的数值即是本样品的检测值，如试纸的颜色在两色块之间，则取两者的中间值。按GB2716规定，食用植物油酸价颜色深于3mg/g则为阳性样品，煎炸过程中的食用植物油酸价颜色深于5mg/g则为阳性样品。过氧化值颜色深于0.25g/100g则为阳性样品。其他食用植物油的结果判定以所执行的相应标准为准。色阶卡见图1。



图1 酸价、过氧化值色阶卡

* 1. 质控试验要求

阴性质控样的测定结果应为阴性，阳性质控试验测定结果应为阳性。

1. 结论

当检测结果为阳性时，应采用GB 5009.229-2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》、GB 5009.227-2016《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》确证，进一步确定试样中酸价和过氧化值的含量。

1. 性能指标
	1. 检测限：酸价0.3 mg/g，过氧化值0.06 g/100g。
	2. 灵敏度：灵敏度（p+）≥95%。
	3. 特异性：特异性（p-）≥90%。
	4. 假阴性率：假阴性率（pf-）≤5%。
	5. 假阳性率：假阳性率（pf+）≤10%。

注：性能指标计算方法见附录A。

1. 其他

本方法所述试剂、试剂盒信息及操作步骤是为给方法使用者提供方便，在使用本方法时不作限定。方法使用者在使用替代试剂、试剂盒或操作步骤前，须对其进行考察，应满足本方法规定的各项性能指标。

色阶卡应确保在试剂盒保质期内不出现褪色或变色的情况。

附录A

定性方法性能计算表

表 A.1性能指标计算方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品情况a | 检测结果b | 总数 |
| 阳性 | 阴性 |
| 阳性 | N11 | N12 | N1.=N11+N12 |
| 阴性 | N21 | N22 | N2.=N21+N22 |
| 总数 | N.1=N11+N12 | N.2=N21+N22 | N=N1.+N2.或N.1+N.2 |
| 显著性差异(х2) | χ2=(|N12-N21|-1)2/(N12+N21), 自由度（df）=1 |
| 灵敏度(p+，%) | p+=N11/N1. |
| 特异性(p-，%) | p-=N22/N2. |
| 假阴性率(pf-，%) | pf-=N12/N1.=100-灵敏度 |
| 假阳性率(pf+，%) | pf+=N21/N2.=100-特异性 |
| 相对准确度，%c | (N11+N22)/(N1.+N2.) |
| 注：a由参比方法检验得到的结果或者样品中实际的公议值结果；b由待确认方法检验得到的结果。灵敏度的计算使用确认后的结果。N：任何特定单元的结果数，第一个下标指行，第二个下标指列。例如：N11表示第一行，第一列，N1.表示所有的第一行，N.2表示所有的第二列；N12表示第一行，第二列。c为方法的检测结果相对准确性的结果，与一致性分析和浓度检测趋势情况综合评价。 |

本方法负责起草单位：内蒙古自治区食品检验检测中心。

验证单位：内蒙古产品质量检验研究院、内蒙古出入境检验检疫局食品检验检疫技术中心、中科通标检验检测技术服务(股份)有限公司。

主要起草人：姜莎、郭莉、张彦斌、范鑫、靳志敏。