中国粮油学会团体标准

食用植物油酸价快速试纸显色测定法

编制说明

起草小组

2024 年 2 月

《食用植物油酸价快速试纸显色测定法》编制说明

一、工作简况：任务来源、目的意义、国内外相关标准情况、主要工作过程、标准主编单位和参编单位、人员及分工等。

（一）任务来源

任务来源于中粮油学发〔2023〕90 号《关于发布中国粮油学会 2023 年团体标准立项公告的通知》

（二）目的意义

食用植物油是人类三大营养素之一，为人体提供热量及人体必需脂肪酸(亚油酸、α-亚麻酸), 同时还是脂溶性维生素(VA、VD、VE 和 VK)的重要载体。油脂在长期保存过程中, 由于酶、热和微生物的作用发生水解, 生成游离脂肪酸, 这与油脂的质量紧密相关, 油脂中游离脂肪酸含量的多少, 是油脂品质好坏的重要指标, 而酸价是脂肪中游离脂肪酸含量的重要标志, 可作为油脂变质程度的指标。油脂氧化是一个复杂的自由基反应过程, 油脂与空气中的氧发生氧化作用所产生的中间产物过氧化物, 具有高度的活性, 继续分解生成具有挥发性的醛类、酮类和低分子的脂肪酸等, 使得油脂散发出一种特殊的臭味和带有刺激性的气味(俗称“哈喇味”)，降低油脂品质, 酸败严重时甚至不能食用。

酸价表示中和 1 克化学物质所需的氢氧化钾（KOH）的毫克数，如果食用酸败油脂也可能引发中毒症状。其中脂质氧化过程中产生的各种醛类物质不仅在体内代谢过程中与蛋白质和 DNA 反应,造成多种心血管疾病, 如帕金森、阿尔兹海默病、肝硬化等, 因此, 准确测定油 脂酸价尤为重要。

GB2716《食品安全国家标准 植物油》中对食用油酸价含量进行了限定，但是近年来食品、农产品等产品中酸价超标事件频发，严重威胁食用油消费安全。如 2010 年 6 月，安徽铜陵市某乡发生一起学生食用酸败变质猪油引起的食物中毒事件，2018 年 5 月，辽宁省市场监督管理局公布第 19 期食品安全监督抽检信息，3 家企业生产的 5 批次食用油因检出过氧化值或酸值超标被通报，2015 年 10 月至 2020 年 10 月期间关于菜籽油的质量抽检情况结果显示，近 5 年监管部门抽检中发现不合格菜籽油 439 批次，主要涉及酸值/酸价、过氧化值、苯并[α]芘、溶剂残留量等项目，2021 年 03 月，国家食品药品监督管理局对花生油开展了专项监督抽检，公布了 20 批因苯并芘、溶剂残留量、黄曲霉毒素、过氧化值、酸价超标，被列为不合格名单的食用油。

制定《食用植物油酸价快速试纸显色测定法》中国粮油学会团体标准，为保障消费安全和食用油安全监管提供关键技术支撑，是从源头上实现高效监管的基础和有效抓

手，保证农产品及食品消费安全的重要技术支撑。

（三）国内外相关标准情况

目前，食用油中酸价的检测方法主要包括：滴定法（GB5009.229-2016）、显色法和试纸比色法（KJ201911）,滴定法是使用最广泛的分析方法，检测结果准确可靠，但是检测过程中需要使用化学试剂且仅能在实验室检测，检测过程操作繁琐，耗时长；KJ201911 中的显色法与也是通过滴定实现食用油中酸价的检测，KJ201911 中的试纸比色法与显色法相比，利用快速试纸实现了食用油中酸价的快速检测，但其操作步骤繁琐、结果重复性差，无法实现现场快速检测。因此，研究建立食用油中酸价快速试纸显色法，能提高食用植物油中酸价的检测效率，解决食用油加工企业在收储、加工等环节中品质检测，提升产品质量，保障消费安全。

经项目查新，未见与本标准内容相同或相似标准颁布或项目立项。

（四）主要工作过程

前期工作，提案和立项。2023 年 5 月-2023 年 12 月，由中国农业科学院油料作物研究所、武汉轻工大学、武汉华美维士康生物工程有限公司成立标准工作组，启动《食用植物油酸价快速试纸显色测定法》制定工作。工作组通过调查研究，收集相关技术资料，确定标准框架和编写原则，完成标准初稿。向归口单位提交立项申请，并开展项目立项专家论证。开展征求意见。2024 年 1 月-2024 年 3 月，工作组就标准草案进行讨论完善后形成征求意见稿，并向相关单位征求意见。

（五）标准主编单位和参编单位

标准主编单位：中国农业科学院油料作物研究所

标准参编单位：武汉轻工大学、武汉华美维士康生物工程有限公司

（六）人员及分工等

李培武，中国农业科学院油料作物研究所，研究员，负责指导标准研制工作；

王　督，中国农业科学院油料作物研究所，副研究员，负责技术，起草标准、验证、征求意见等工作；

张兆威，中国农业科学院油料作物研究所，研究员，负责统筹标准起草、验证、征求意见等工作；

张良晓，中国农业科学院油料作物研究所，研究员，负责研究快速检测质量关键控制点；

何东平，武汉轻工大学，教授，负责研究建立相关规范；

华权高，武汉华美维士康生物工程有限公司，董事长，负责技术规范验证；

张　奇，中国农业科学院油料作物研究所，研究员，负责指导验证、征求意见等工作；

张　文，中国农业科学院油料作物研究所，推广研究员，负责协助验证、征求意见等工作；

胡小风，中国农业科学院油料作物研究所，助理研究员，负责研究快速检测质量关键控制点；

吴文琴，中国农业科学院油料作物研究所，助理研究员，负责研究快速检测质量关键控制点；

白艺珍，中国农业科学院油料作物研究所，　　助理研究员，负责研究快速检测质量关键控制点；

姜　俊，中国农业科学院油料作物研究所，副研究员，，负责研究快速检测质量关键控制点；

马　飞，中国农业科学院油料作物研究所，副研究员，负责研究快速检测质量关键控制点；

唐晓倩，中国农业科学院油料作物研究所，副研，负责研究快速检测质量关键控制点；

汪雪芳，中国农业科学院油料作物研究所，副研究员，负责研究快速检测质量关键控制点；

二、标准编制原则和确定标准的主要内容(如技术指标、参数公式、性能、要求、实验方法、检验规则等)的论据:

（一）标准编制原则

本标准按照 GB/T 1.1—2020 给出的规则起草。

（二）确定标准的主要内容

1 主要内容

1.1 适用范围

本文件规定了食用植物油和食用植物调和油中酸价快速试纸显色法的测定。

本文件适用于常温下为液态的食用植物油和食用植物调和油中酸价的快速测定

1.2 主要原理

食用植物油酸败后产生游离脂肪酸，游离脂肪酸与固化在试纸上的显色剂反应，试纸的颜色差异反映食用植物油中酸价的量。

1.3 性能及评价

酸价检测试纸：固化有四溴酚绿和甲基橙等显色剂，检测限：0.1 (KOH) mg/g，线性范围：0.20 - 4.5 (KOH) mg/g。

2 酸价检测试纸制备条件优化

2.1 酸价试纸溶液条件优化：

试纸显色法原理是在试纸检测膜垫上包被四溴酚绿和甲基橙等显色剂，经过前期实验研究探索，联苯胺类化合物为：3 ,3 〃，5 ,5 〃 四甲基联苯胺，辣根过氧化物酶浓度为0.15%溶解在 0.01mol/L pbs 缓冲液中。催化反应条件为：曲拉通 X 100(Triton X 100)、聚甲基丙烯酸酯和聚乙烯吡咯烷酮复合物。其详细配制方法如下：

1、溶液 A：将聚山梨醇酯 10 g、聚甲基丙烯酸酯 10 g 及聚丙二醇 10 g 混合于烧杯中，加入 1000 mL 无水乙醇，充分搅拌溶解即得喷雾溶液 A。

2、溶液 B：将曲拉通 X 100(Triton X 100)15 g、聚氧乙烯月桂醚 10 g 和显色增敏剂氯化铕 0.05 g 混合物于烧杯中，加入 1000 mL 无水乙醇，充分搅拌溶解即得溶液 B。

3、溶液 C：取显色溴甲酚绿 0.5 g 和甲基橙 0.25 g 两者的混合物于烧杯中，分别加入上述溶液 B 至 1000 mL，充分搅拌溶解即得溶液 C。

4、取玻璃纤维素膜 200*300 mm 浸入溶液 C 中，浸泡 30 秒钟后取出，将纸条于室温通风条件下干燥后；再将溶液 A 用喷雾方式喷渍在干燥好的玻璃纤维素膜上；然后再室温通风干燥，干燥后将纤维素膜裁成 6*300 mm 的试纸片，得检测膜垫。

显色剂筛选，常见显色剂有甲基红、甲基橙、甲基黄、酚酞、百里溴酚蓝、四溴酚蓝、溴甲酚绿、刚果红，经过梯度样品筛选最终选取溴甲酚绿和甲基橙作为显色剂。

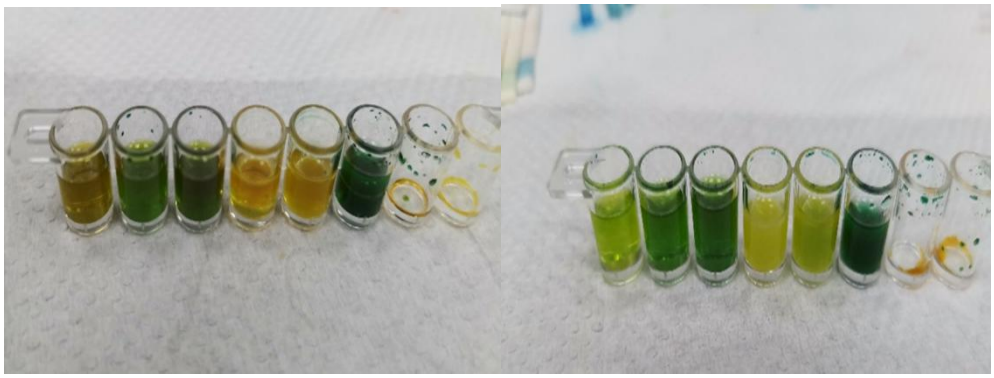

图 1 不同酸价检测试纸显色剂筛选

图 2 不同酸价检测试纸显色剂筛选

2.2 酸价试纸组装

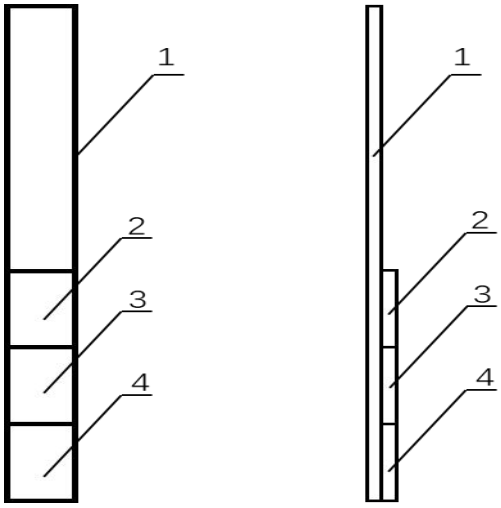

图 3 试纸条结构图 1. 底板，2. 吸油垫，3. 检测膜垫，4. 吸油垫

取检测膜垫玻璃纤维素膜 200*300mm 浸入溶液 D 中，浸泡 30 秒钟后取出，待浸泡完成后，将检测膜垫和吸油垫粘贴于 PVC 底板上(PVC 条的规格 300*60mm) ，分切成 5*60mm 的长方形试纸条，分装密封在真空铝箔袋在密闭真空包装中，制得速测试纸条；检测膜垫上固载有显色剂、过氧化物酶等，当样品加入到检测膜垫区域，样品中的过氧化值与过氧化物酶反应，在催化材料促进下与 3 ,3 〃, 5 ,5 〃 四甲基联苯胺反应显色，吸油垫上未固载化合物，在其材料特性差异下，食用植物油仅在检测膜垫区反应，多余的油脂会被吸油垫吸走，保证反应的完全充分。

2.3 检测步骤条件优化

在环境温度较低时，食用植物油可能会凝固成固体，从而影响其流动性和样品代表性。为了提高检测结果代表性，建议用清洁、干燥容器量取 5-15 g 的食用植物油样品，用水浴锅将样品温度调整到 20～30° C。

2.4 标准色阶卡制备

采用酸价标准样品和食用油（花生油、大豆油、玉米油、菜籽油）空白基质样品配

制梯度标准样品（0.20 (KOH) mg/g、0.50 (KOH) mg/g、1.50 (KOH) mg/g、3.0 (KOH) mg/g、4.5 (KOH) mg/g

用微量滴管吸取适量食用油，在酸价检测试纸检测膜垫滴加样品，反应后，采集不同食用油不同梯度浓度条件下 RGB 值。

为了确定酸价检测试纸上样品滴加量和反应时间，分别比较了用微量滴管滴一滴、滴 2 滴条件下反应 60s 同一样品的显色情况，从图 4 中可以看出，在反应 60s 条件下，两组实验结果一致，并且重复性较好，在用微量滴管滴加 1-2 滴样品的条件下，均可以满足检测需要不影响检测结果；并且由于检测膜垫和吸油垫材料差异，检测膜垫反应后的颜色不会扩散到吸油垫区域。

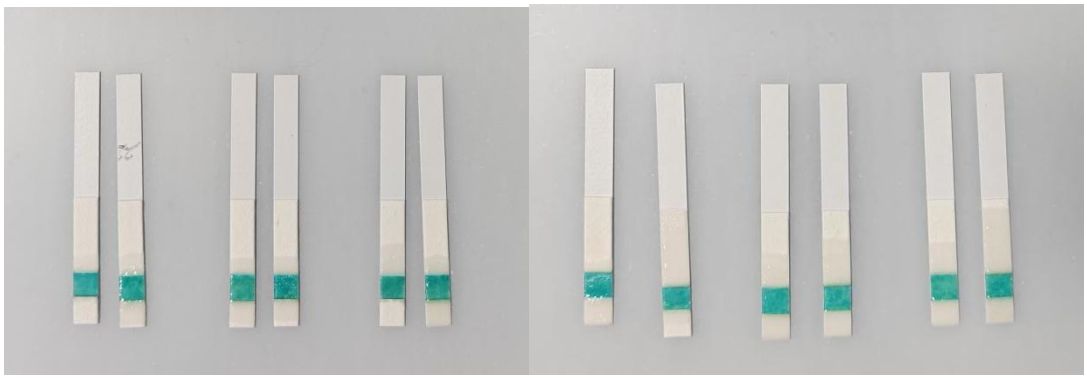

图 4 左图为加样量 1 滴显色，右图为加样量 2 滴显色

每个浓度点数据重复测试 5 次，统计汇总各个浓度点对应的 RGB 值，用软件生成对应的颜色色块，用于后期比对分析。

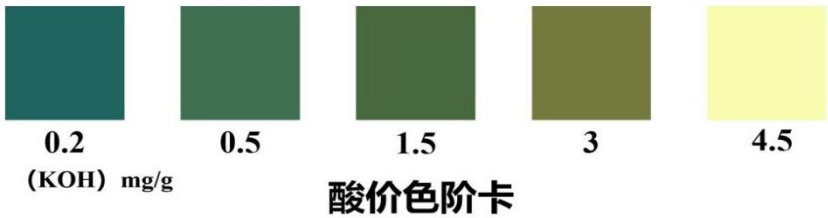

图 5 酸价检测标准色卡

2.5 结果判读

观察试纸检测膜垫颜色，与标准色阶卡比较判读结果。颜色相同或相近的色块下的数值即是本样品的检测值，如试纸检测膜垫的颜色在两色块之间，则取两者的中间值。当检测结果超过 GB 2716《食品安全国家标准 植物油》要求规定，应采用 GB 5009.229-2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》进一步确证。

2.6 比对验证

分别选取梯度的花生油、大豆油、菜籽油、玉米油进行试纸条灵敏度（4 个浓度点）测试，由图中可以看出，不同样品基质浓度显色对应的颜色区间数值均一致，其显色色

块对应酸价含量为：<0.2(KOH) mg/g、0.5-1.0(KOH)mg/g、

0.5-1.0(KOH) mg/g、1.5-3.0(KOH) mg/g。在试纸检测区域上端我们预留了颜色对照区，从对照区可以看出四种食用油颜色差异显著，但是在检测膜垫区域样品反应后的色块颜色一致，由此可见食用油样品颜色对显色反应无干扰。

为了进一步确认方法的重复性，我们比较了不同批次酸价试纸的检测结果一致性。由图 10、图 11 和图 12 可以看出，三个不同批次的酸价检测试纸检测相同样品，其显色结果均一致。

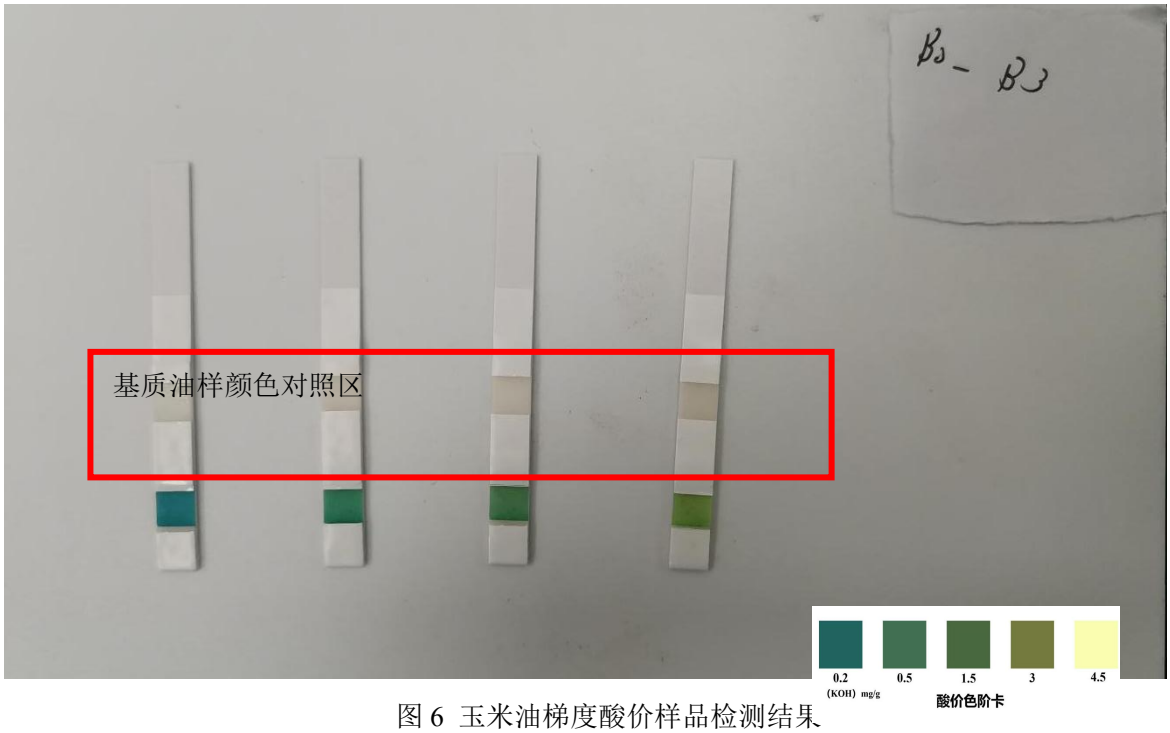

图 6 玉米油梯度酸价样品检测结果

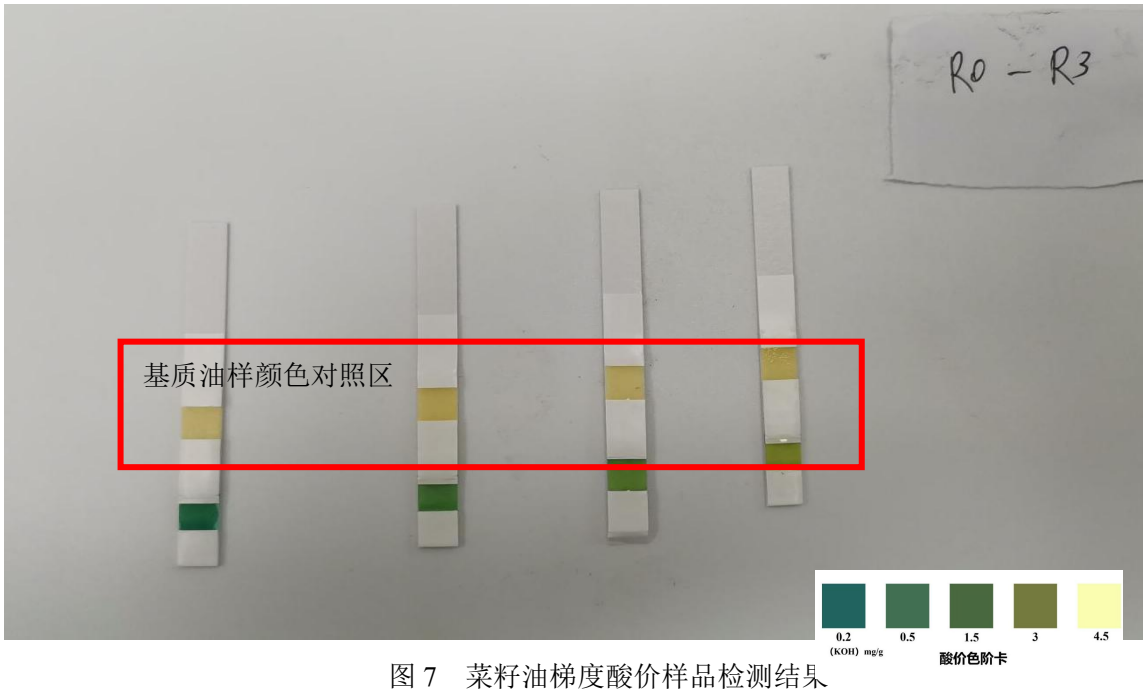

图 7 菜籽油梯度酸价样品检测结果

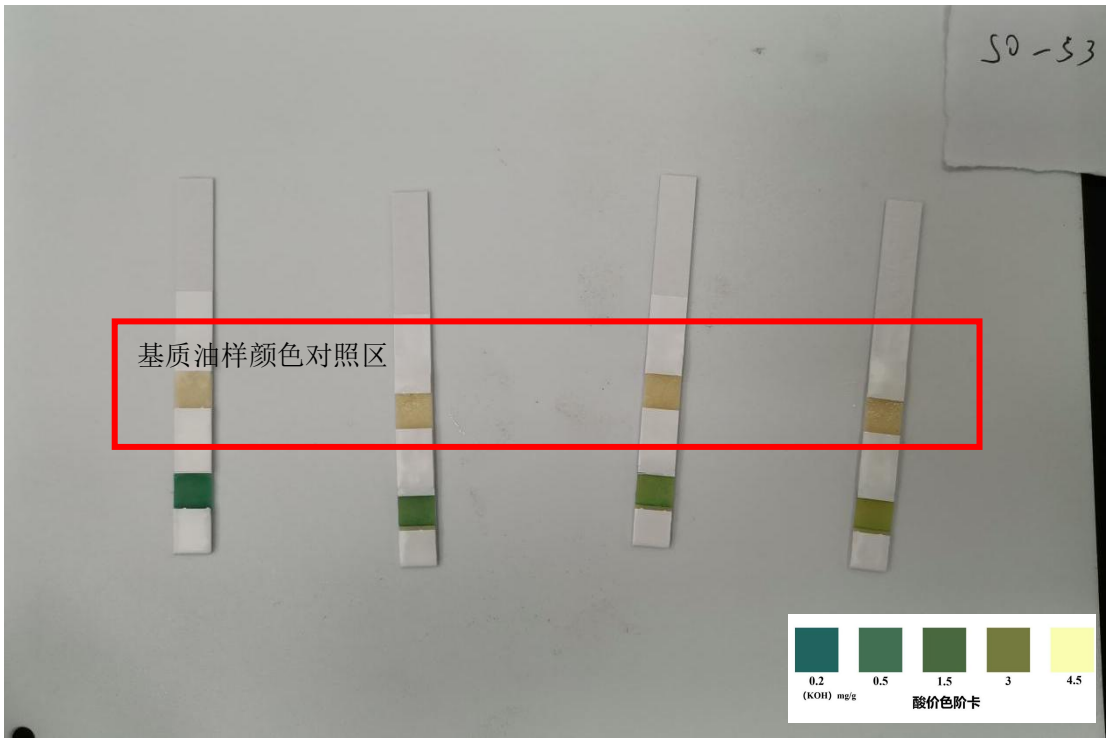

图 8 大豆油梯度酸价样品检测结果

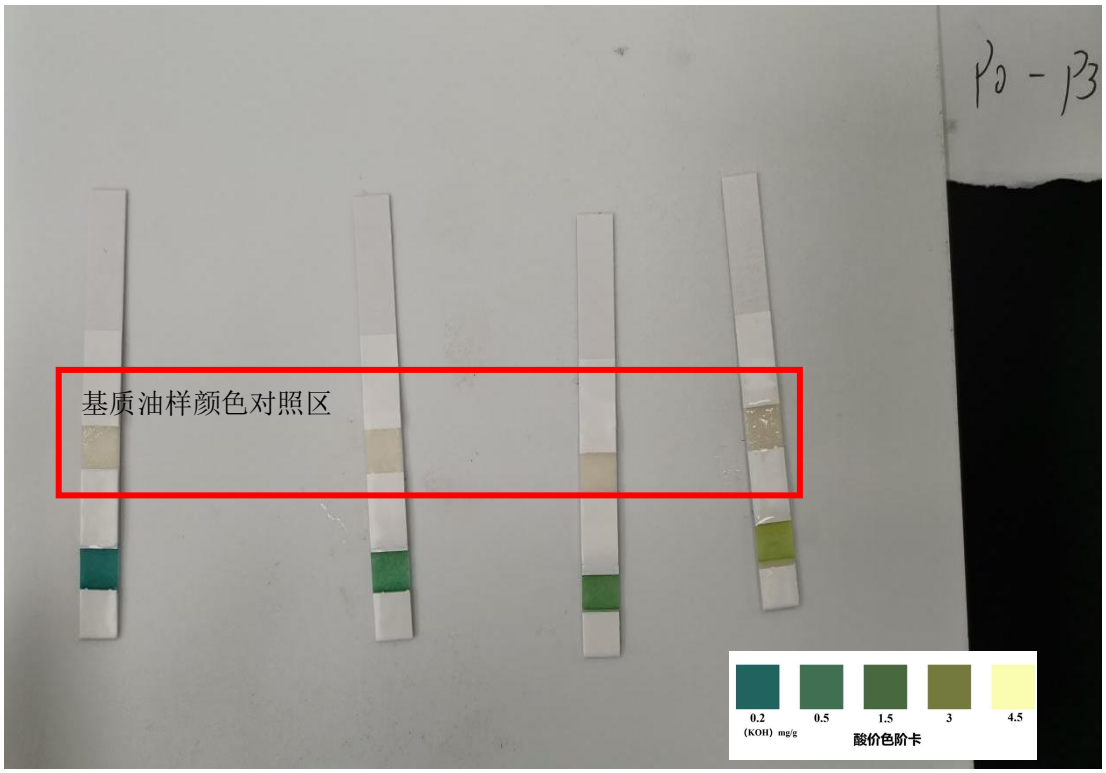

图 9 玉米油梯度酸价样品检测结果

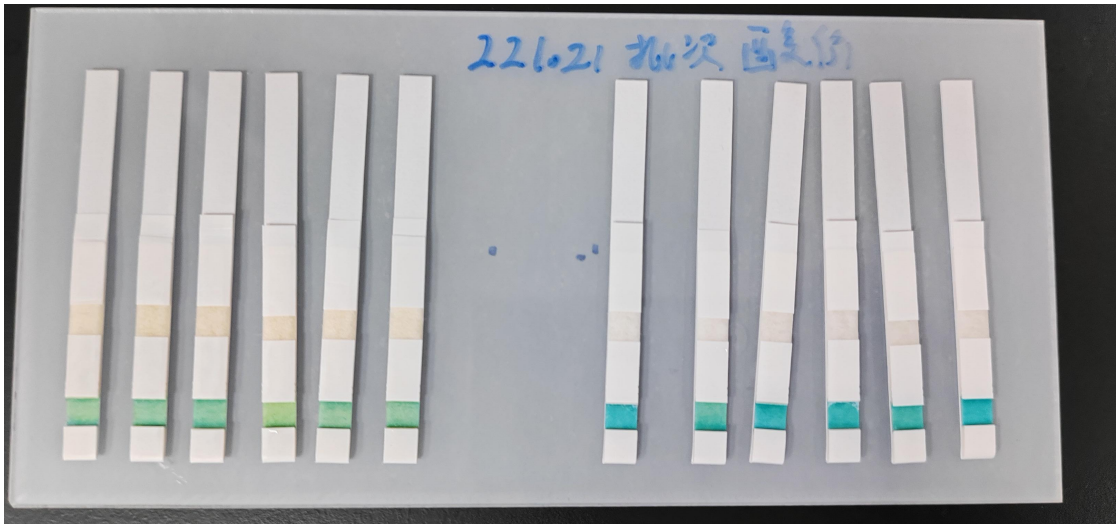

图 10　221021 批次酸价试纸检测结果

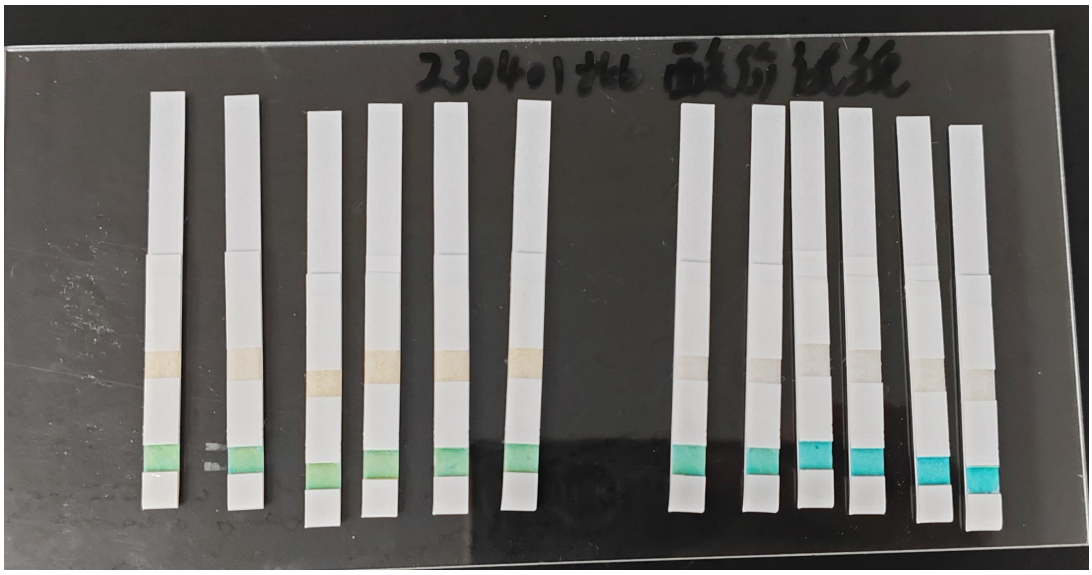

图 11　230401 批次酸价检测结果

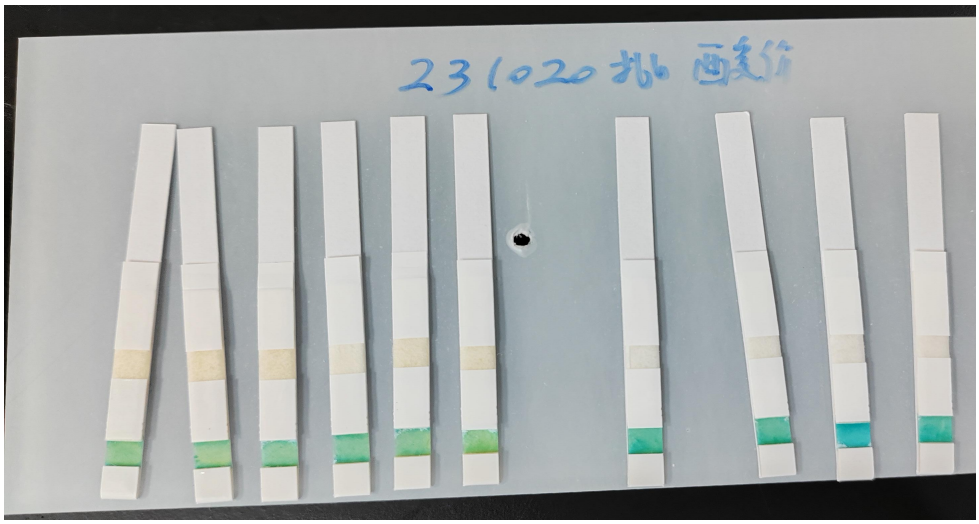

图 12　231020 批次酸价检测结果

5.5 实验室内比对验证

标准起草小组在不同时间对大豆油、花生油、菜籽油、芝麻油、葵花籽有、玉米油和茶籽油进行酸价检测，比较不同时间相同样品的检测结果，以考查方法的再现性，实验数据见表 1。

表 1 实验室内比对验证结果

检测时间	样品种类		样品含量/ (KOH) mg/g		
		重复 1	重复 2	重复 3	平均值
2023 年 11 月 20 日	大豆油	<0.2	<0.2	<0.2	/
	花生油	0.2	0.35	0.2	0.25
	菜籽油	1.5	1.5	1	1.33
	芝麻油	0.35	0.35	0.35	0.35
	葵花籽油	3	2.25	2.25	2.5
	玉米油	0.2	0.35	0.2	0.25
	茶籽油	0.5	0.5	0.35	0.45
2023 年 12 月 21 日	大豆油	<0.2	<0.2	<0.2	/
	花生油	0.2	0.35	0.35	0.3
	菜籽油	1.5	1.5	0.5	1.17
	芝麻油	0.35	0.35	0.35	0.35
	葵花籽油	2.25	2.25	2.25	2.25
	玉米油	0.2	0.2	0.2	0.2
	茶籽油	0.5	0.5	0.35	0.45
2024 年 01 月 19 日	大豆油	<0.2	<0.2	<0.2	/
	花生油	0.2	0.35	0.35	0.3
	菜籽油	1.5	1	1.5	1.33
	芝麻油	0.35	0.5	0.35	0.4
	葵花籽油	2.25	2.25	2.25	2.25
	玉米油	0.2	0.2	0.2	0.2
	茶籽油	0.5	0.2	0.35	0.35

由表数据可见，三个不同时间检测同批次样品，其变异系数为 7.22-13.75%,回收率为 91.43%-115.63%，能够满足食用油中酸价的再现性要求。

表 2 实验室内比对验证结果变异系数

样品种类	三个不同时间检测平均值/（KOH）mg/g	回收率/%	变异系数/%
大豆油	<0.2	/	/
花生油	0.28	112	10.31
菜籽油	1.28	91.43	7.22
芝麻油	0.37	115.63	7.8
葵花籽油	2.33	108.37	6.19
玉米油	0.22	110	13.12
茶籽油	0.42	110.53	13.75

5.6 实验室间再现性

为检验本标准测定食用油中酸价的实验室间再现性，由湖北省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、湖北省粮油食品质量监督检测中心等 3 家实验室对大豆油、菜籽油和花生油等七种食用油进行了比对检测，检测结果汇总见表 3；由表数据可见，3 家验证单位验证结果的变异系数（%）为 7.8%-17.32%,回收率 90.91%-112.12%，方法稳定性好，能满足食用油中酸价测定的再现性要求。

表 3 实验室间比对验证结果

验证单位 / 样品名称	验证单位 1 / (KOH) mg/g	验证单位 2 / (KOH) mg/g	验证单位 3 / (KOH) mg/g	平均含量 / (KOH) mg/g	回收率 /%	变异系数 /%
大豆油	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	/	/
花生油	0.35	0.3	0.28	0.31	103.33	11.63
菜籽油	1.5	1.33	1.28	1.37	109.6	8.42
芝麻油	0.35	0.4	0.35	0.37	112.12	7.8
葵花籽油	2.25	2.25	3	2.5	92.59	17.32
玉米油	0.2	0.2	0.2	0.2	90.91	0
茶籽油	0.45	0.35	0.35	0.38	108.57	15.19

三、主要试验、验证结果，预期的经济效果

（一）主要试验、验证结果

1、方法验证方案

选择有资质的验证单位，向单位提供方法草案、验证方案、标准溶液和验证报告格式。验证单位按照方法草案在规定时间内完成验证工作并反馈验证结果。

2、验证方案

重复性：分别选取大豆油、菜籽油、花生油、玉米油等样品用试纸法进行酸价检测、计算检测结果的平均值和相对标准偏差。

准确度：分别选取已知浓度的大豆油、菜籽油、花生油、玉米油等样品用试纸法进行酸价检测，计算平均值、回收率和相对标准偏差。

3 方法验证结论

重复性：三个不同时间测定相同样品，大豆油、菜籽油、花生油、玉米油 6 种样品的变异系数为 7.22-13.75%,回收率为 91.43%-115.63%;

准确度：三个不同实验室测定相同样品，大豆油、菜籽油、花生油、玉米油 6 种样品的变异系数为 7.8%-17.32%,回收率为 90.91%-112.12%。

（二）预期的经济效果

1、《食用植物油酸价快速试纸显色测定法》标准的颁布实施，将提高食用植物油中酸价的检测效率，解决食用油加工企业在收储、加工等环节中品质快速检测难题，提升产品质量，保障消费安全具有重要意义，从源头上实现高效监管的基础和有效抓手，保证食用油消费安全的重要技术支撑。

2、为食用油政府监管提供关键技术支撑，保护消费者利益。该标准及检测技术的建立可实时检测食用植物油污染状况，可在食用油流通的各个环节随时随地进行酸价监控，将极大降低超标的食用油流向市场。

四、标准涉及的相关知识产权说明

不涉及专利，不是由地标或其他标转化。

五、采用国际标准的程度及水平，与现行有关法律法规和强制性标准的关系

不采用国际标准，本标准是现有标准的有效补充，提供了食用植物油酸价的快速检测方法，对保障消费安全具有重大意义。

六、重大意见分歧的处理（包括处理过程、依据和结果。）

无重大意见分歧。

七、其它应予说明的事项。

无

《食用植物油酸价快速试纸显色测定法》团体标准起草组

2024 年 2 月 20 日