

# 中国粮油学会团体标准

## 食用油中辣椒素的测定 时间分辨荧光免疫层析 法

编制说明

起草小组

2024 年 2 月

# 《食用油中苯并[α]芘的测定 酶联免疫吸附定量法》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

近年来我国食用油质量安全事件频发，2010年曝光的“地沟油”事件引起了全社会对废弃油脂重回餐桌的高度关注，不法商贩受利益驱使，以次充好、以假乱真现象仍屡禁不止。辣椒素是食用油真伪识别的关键因子，已经被广泛应用于食用油真伪鉴别中，但缺乏相应的标准规范。

项目申请团队前期已经研制出辣椒素免疫快速检测核心试剂，包括辣椒素半抗原、人工抗原、多克隆及单克隆抗体，尤其是辣椒素通用抗体的研制成功，覆盖了辣椒素的主要化合物种类，为食用油等复杂基质辣椒素类化合物准确定量检测提供了关键物质基础。团队在油脂中辣椒素的检测技术方面也取得了系列进展，研究建立了固相萃取小柱/免疫亲和柱-液相色谱串联质谱检测油脂中辣椒素成分的精准方法，为快速检测方法提供了标准方法比对、验证的技术支撑；研究建立了胶体金、荧光免疫和酶联免疫检测油脂中辣椒素的速测方法，前处理简单、检测时间短、试剂消耗量小和成本低的特点，为油脂辣椒素快速检测标准研制提供了配套的产品及技术支持。

研究建立食用油中辣椒素的检测标准，是食用油生产、监管的急需要求，为食用油的掺伪鉴别，特别是餐厨废弃油脂的非法利用等，提供关键技术支持和标准支撑。

## （三）国内外相关标准情况

现行有效的辣椒素检测标准有GB/T 21266-2007《辣椒及辣椒制品中辣椒素类物质测定及辣度表示方法》、NY/T 1381-2007《辣椒素的测定 高效液相色谱法》、NY/T 3109-2017《植物油脂中辣椒素的测定-免疫分析法》和BJS 201801《食用油脂中辣椒素的测定》。现有标准的技术方案主要是高效液相色谱法，测定结果准确、稳定。但需要大型精密仪器设备，程序繁、耗时长、费用高，对操作人员要求较高，不能满足现场高灵敏、快速、低成本的检测需求。免疫分析法具有高灵敏度、高特异性、快速、成本低、检测时间短、绿色环保等优点，但目前尚未制定统一的检测方法标准，导致植物油脂企业生产、政府监管中无标可依，结果可比性差。建立油脂中辣椒素免疫快速检测方

法，对保障食用油消费安全具有重要意义。

#### **（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《食用油中辣椒素的测定 时间分辨荧光免疫层析法》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。

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。

胡小风，中国农业科学院油料作物研究所，助理研究员，负责研究相关技术，起草标准、验证、征求意见等工作。

吴文琴，中国农业科学院油料作物研究所，助理研究员，负责协助验证、征求意见等工作。

王督，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。

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、征求意见等相关工作。

唐晓倩，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。

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。

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

本标准规定了时间分辨荧光免疫层析法测定食用油中辣椒素的方法。

本标准适用于大豆油、菜籽油、花生油等食用油中辣椒素的测定。。

1.2 主要原理

试样中辣椒素与钨乳胶标记的特异性抗体发生结合后，抑制了层析过程中抗体与硝酸纤维素膜检测线上辣椒素-BSA 偶联物的免疫反应，使检测线时间分辨荧光强度降低，通过检测时间分辨荧光强度变化进行定量测定。

1.3 性能及评价

本标准辣椒素的检出限为 0.40 μg/kg。

本标准辣椒素的线性范围 0.4-12.5 μg/kg。

2 前处理条件的优化

2.1 取样量的优化

选取大豆油、菜籽油、玉米油等代表性食用油样品，对前处理的取样量优化。分别称取 0.2g、0.5g、1.0g， 2.0g 和 5.0g 样品进行前处理，用时间分辨荧光免疫层析测定方法检测，并以试纸条信号值（T/C）作为评价参数，部分实验结果见表 1。

取样量为 1.0 g 时，5 次重复检测结果的相对标准偏差(RSD%)分别为：花生油 9.5%、大豆油 6.3%、菜籽油 6.7%，显著低于取样量为 0.2 g 和 0.5 g 时 5 次重复检测结果的相对标准偏差，与取样量为 2.0 g 和 5.0 g 时 5 次重复检测结果的平均值和相对标准偏差均无显著差异，相对标准偏差在 15%以内，重复性符合检测要求。综合考虑取样的代表性、前处理时间和试剂用量等因素，选择最佳取样量为 1.0 g。

表 1 食用油取样量对样品检测结果重复性的影响

| 样<br>品 | 取 样<br>量<br>， | 检测结果， μg/kg |   |   |   |   | 平均值<br>μg/kg | RSD<br>% |
|--------|---------------|-------------|---|---|---|---|--------------|----------|
|        |               | 1           | 2 | 3 | 4 | 5 |              |          |

| 样<br>品 | 取 样<br>量<br>，<br>g | 检测结果， $\mu\text{g/kg}$ |       |       |       |       | 平均值<br>$\mu\text{g/kg}$ | RSD<br>% |
|--------|--------------------|------------------------|-------|-------|-------|-------|-------------------------|----------|
|        |                    | 1                      | 2     | 3     | 4     | 5     |                         |          |
| 花生油    | 0.2                | 39.00                  | 27.00 | 22.05 | 19.20 | 20.85 | 25.62                   | 31.33    |
|        | 0.5                | 28.50                  | 30.15 | 20.55 | 25.20 | 27.45 | 26.37                   | 14.09    |
|        | 1.0                | 25.35                  | 21.15 | 20.25 | 21.15 | 23.70 | 22.32                   | 9.53     |
|        | 2.0                | 23.85                  | 21.00 | 19.65 | 19.35 | 22.95 | 21.36                   | 9.31     |
|        | 5.0                | 19.05                  | 19.50 | 20.40 | 16.20 | 17.25 | 18.48                   | 9.28     |
| 大豆油    | 0.2                | 6.46                   | 9.07  | 11.05 | 8.94  | 9.34  | 8.97                    | 18.29    |
|        | 0.5                | 11.65                  | 8.02  | 11.01 | 9.80  | 9.61  | 10.02                   | 13.99    |
|        | 1.0                | 9.34                   | 9.60  | 9.56  | 9.84  | 9.30  | 9.33                    | 6.27     |
|        | 2.0                | 11.61                  | 9.35  | 9.96  | 10.93 | 10.08 | 10.39                   | 8.53     |
|        | 5.0                | 10.16                  | 12.05 | 9.35  | 9.76  | 10.07 | 10.28                   | 10.12    |
| 菜籽油    | 0.2                | 5.60                   | 5.05  | 8.20  | 5.80  | 4.75  | 5.88                    | 23.18    |
|        | 0.5                | 4.30                   | 5.45  | 6.40  | 4.80  | 5.65  | 5.32                    | 15.16    |
|        | 1.0                | 6.45                   | 5.90  | 6.20  | 5.45  | 5.70  | 5.94                    | 6.67     |
|        | 2.0                | 4.99                   | 5.57  | 5.68  | 5.68  | 6.26  | 5.64                    | 8.01     |
|        | 5.0                | 5.80                   | 5.68  | 5.34  | 4.93  | 6.09  | 5.57                    | 8.02     |

## 2.2 助溶剂优化筛选

辣椒素脂溶性强，食用油与水溶液难以互溶，影响碱水解的提取。为了提高辣椒素的提取效率，选择极性较大的有机溶剂（如石油醚、正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯和甲基叔丁醚）提高食用油样品的溶解性。结果表明，石油醚（0.64~0.66g/mL）、正己烷（0.658~0.661 g/mL）、乙酸乙酯（0.902 g/mL）、甲基叔丁基醚（0.74 g/mL）等密度低有机溶剂为助溶剂，食用油样品在上层、水相在下层，移取水溶液的过程中会被食用油层污染，操作步骤繁琐。当二氯甲烷（密度为 1.320-1.330 g/mL）为助溶剂，静置后水相在上层，便于辣椒素溶液的移取。在加入 2mL 2% 氢氧化钠条件下，2g 食用油样品加入 1mL、2 mL 和 4mL 二氯甲烷条件下，2 mL 和 4 mL 二氯甲烷提取效率优于 1mL 提取效果，且 2mL 和 4 mL 结果无明显差异，为减少试剂用量和环境友好，因此，助溶剂是 2mL 二氯甲烷。由于实际操作过程中，二氯甲烷体积不易量取准确，因此采用重量计。二氯甲烷密度为 1.325g/cm<sup>3</sup>，因此称取 2.65g 二氯甲烷。

## 2.2 提取液浓度和用量优化

选择不同体积（1mL、2mL、4mL）、浓度（2%、4%）的氢氧化钠溶液作为提取液进行优化。结果表明，当氢氧化钠溶液体积为 2mL，随着 NaOH 浓度的增加至 4%，检测梯度范围与 2%氢氧化钠结果相当，检测限降低，部分低浓度样品未检出；当氢氧化钠溶液的浓度为 2%，随着体积的增加至 4mL，灵敏度下降，2mL 2%NaOH 的 $\Delta T/C$

值（阳性样本信号值与阴性信号值差值）最大，抑制效果好，灵敏度高。因此，提取液为 2 mL 2%NaOH。

2.3 提取方式优化

常用的提取方式为漩涡混匀仪和摇床剧烈振摇提取，分别选用不同时间的漩涡混合和摇床振摇优化提取方式。比较涡旋混合和剧烈振摇两种方式提取的效率，结果表明，大豆油涡旋混合和剧烈振摇的提取结果分别为 4.65 μg/kg 和 4.87 μg/kg，玉米油结果分别为 11.25μg/kg 和 11.32μg/kg，提取方式对检测结果无显著性影响。考虑快速检测方法的适用性，因此，提取方式为 5 min 漩涡混合提取。

2.4 pH 值优化

选用梯度阳性样本优化 pH 值条件，比较不同 pH 值条件下试纸条检测信号差异，pH 值调节采用稀硫酸进行调制，过程中始终采用精密试纸监测 pH 值变化。表 2 中结果表明，碱性水解食用油样品直接用石油醚萃取（pH 值为 13~14），梯度样品检测结果信号值无差异，主要原因是碱性环境下形成的辣椒素盐，不能与标记抗体识别，免疫试纸检测无任何梯度；当稀硫酸调至 pH 值为 7~8、5~6、2~3 时，阴性样本、4.53μg/kg、8.12μg/kg 样品检测信号间梯度差分别是 0.92、0.43，1.67、0.47，1.57、0.49，pH 值调节至中性与 5~6、2~3 相比，检测信号梯度差较小，主要原因是辣椒素钠盐未完全解离，检测结果偏低，当 pH 值分别是 5~6 和 2~3，检测结果基本一致，考虑到操作步骤及试剂用量，因此，pH 值条件是 5~6。

表 2 不同 pH 值条件下梯度样品检测信号值

| 加标<br>浓度      | pH 值  | 检测信号（T/C） |      |      |      |      |      |      |
|---------------|-------|-----------|------|------|------|------|------|------|
|               |       | 重复 1      | 重复 2 | 重复 3 | 重复 4 | 重复 5 | 重复 6 | 平均   |
| 空白<br>样品      | 13-14 | 2.59      | 2.71 | 2.76 | 2.38 | 2.65 | 2.65 | 2.59 |
|               | 7-8   | 2.45      | 2.49 | 2.59 | 2.71 | 2.57 | 2.65 | 2.45 |
|               | 5-6   | 2.51      | 2.76 | 2.49 | 2.78 | 2.62 | 2.56 | 2.51 |
|               | 3-4   | 2.76      | 2.55 | 2.49 | 2.61 | 2.59 | 2.65 | 2.76 |
| 4.53<br>μg/kg | 13-14 | 2.29      | 2.47 | 2.52 | 2.39 | 2.43 | 2.34 | 2.29 |
|               | 7-8   | 1.53      | 1.61 | 1.59 | 1.62 | 1.56 | 1.56 | 1.53 |
|               | 5-6   | 0.96      | 1.03 | 1.07 | 1.09 | 1.00 | 0.89 | 0.96 |
|               | 3-4   | 0.87      | 0.99 | 1.09 | 1.04 | 0.99 | 0.94 | 0.87 |
| 8.12<br>μg/kg | 13-14 | 2.22      | 2.25 | 2.19 | 2.01 | 2.15 | 2.09 | 2.22 |
|               | 7-8   | 1.19      | 0.99 | 0.93 | 1.03 | 1.05 | 1.11 | 1.19 |
|               | 5-6   | 0.51      | 0.57 | 0.47 | 0.62 | 0.52 | 0.49 | 0.51 |
|               | 3-4   | 0.54      | 0.53 | 0.58 | 0.49 | 0.52 | 0.55 | 0.54 |

2.5 萃取剂优化

调节 pH 可以把辣椒素钠盐解离出辣椒素，此时水溶液酸性，不能满足免疫试层析试纸条检测的要求。利用辣椒素易溶于有机溶剂的特性，选择石油醚、正己烷、乙酸乙酯、甲基叔丁醚等有机溶剂比较萃取的效率。

**表 3 萃取溶剂优化实验结果分析**

| 加标浓度<br>/μg/kg | 检测结果信号值 (T/C)   |                 |      |      |       |
|----------------|-----------------|-----------------|------|------|-------|
|                | 石油醚<br>(30-60℃) | 石油醚<br>(60-90℃) | 正己烷  | 乙酸乙酯 | 甲基叔丁醚 |
| 空白样品           | 2.21            | 2.06            | 2.03 | 1.72 | 2.59  |
| 0.5            | 1.75            | 1.71            | 1.81 | 1.53 | 2.01  |
| 2.54           | 1.21            | 1.27            | 1.36 | 1.04 | 1.46  |
| 5.43           | 0.89            | 0.87            | 0.93 | 0.69 | 1.03  |
| 10.86          | 0.67            | 0.65            | 0.57 | 0.34 | 0.70  |
| 20.16          | 0.22            | 0.26            | 0.21 | 0.19 | 0.47  |

表 3 的结果表明，植物油梯度样品均存在差异且不同萃取溶剂间梯度无明显差异。与其他的有机试剂相比，石油醚（60-90℃）操作简便、成本低，方法重现性好、结果准确，因此，萃取剂为石油醚（60-90℃）。

### 2.3 复溶体积优化

食用油中辣椒素免疫检测采用荧光试纸进行检测，常见的试纸检测需要反应体积为 100μL。为了保证挥干反应的全部复溶和操作可行性，选用 150 μL 为最佳反应体积，并且保证了高的浓缩倍数，可以提高灵敏度。

## 3 孵育温度优化

反应温度和时间是影响辣椒素与钡标记的特异性单克隆抗体发生抗原抗体反应的重要因素。抗原抗体反应一般在 15℃~40℃范围内进行，在此范围内，温度越高，分子运动速度加快，增加抗原抗体接触机会，反应速度越快；温度越低，反应速度缓慢，但抗原抗体结合牢固，易于观察。为规范辣椒素现场筛查检测技术，保证反应温度的一致性，选择了最适合抗原抗体反应的温度 37℃。

## 4 标准曲线

建立的油脂中辣椒素免疫快速检测方法是基于辣椒碱的酚羟基具有弱酸性，能与强碱发生反应生成盐，在酸性环境下可解离的特性，结合特异性抗体来实现辣椒素的免疫检测。用制备好的辣椒素加标的食用油系列梯度阳性样本（0.5 μg/kg，1.5 μg/kg，2.5 μg/kg，5 μg/kg，7.5 μg/kg，10 μg/kg，12.5 μg/kg）作为标准曲线建立的样本。由低浓度到高浓度进行检测，根据检测线 T 信号值与质控线 C 信号值的比值 (T/C) 和标准工作溶液浓度的自然对数值 (Inc) 建立标准曲线，每个浓度点重复 5 次。标准曲线如图 1 所

示，其线性回归方程为：

$$Y = -0.6691 \times \ln(\text{浓度}) + 1.7809 \quad R^2 = 0.9927$$

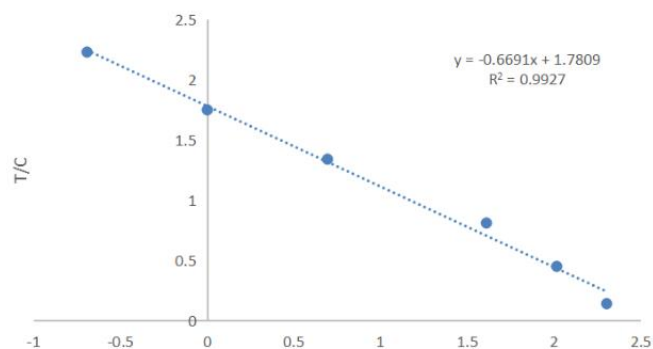


图 4 辣椒素的标准工作曲线

## 5 检出限

根据 GB/T 5009.1—2003（附录 A 检验方法中技术参数和数据处理），检出限计算见公式（2）：

$$\frac{X_1 \times \overline{X_i}}{b} \times \frac{k_s}{b} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

L—方法检出限；

XL—全试剂空白响应值；

$\overline{X_i}$ —测定 n 次空白溶液的平均值（n≥20）；

b—单位标准溶液峰面积响应值；

S—n 次空白值的标准偏差；

Ks—一般为 3。

标准起草小组分别对花生油、大豆油、菜籽油空白样品进行了 21 次重复实验，用时间分辨荧光检测仪检测读取辣椒素免疫层析装置中 C 线和 T 线的时间分辨荧光信号强度值，带入标准曲线方程  $Y = a \cdot X + b$ （其中：Y—T 线荧光信号强度值/C 线荧光信号强度值，T/C；X—标准系列浓度值自然对数， $\ln c$ ），21 次测定结果的标准偏差的 3 倍所对应的浓度即为检出限。

花生油、大豆油、菜籽油样品 21 次重复测定结果中辣椒素时间分辨荧光免疫层析法的检出限均低于 0.4 μg/kg。

## 6 方法的重复性和再现性

### 6.1 重复性

同一时间对花生油、大豆油、菜籽油阳性加标和阴性空白样品进行 11 次重复检测，

评价方法的重复性。实验结果表明，花生油、大豆油、菜籽油阳性样本变异系数小，表明方法重复性好，能满足油脂中辣椒素免疫快速检测重复性要求。

由此确定本标准重复性要求为：在重复性条件下辣椒素含量不大于 10.0 µg/kg 时，两次独立测定结果的绝对差不得超过算数平均值的 20%；辣椒素含量大于 10.0 µg/kg 时，两次独立测定结果的绝对差不得超过算数平均值的 15%。

**表 4 花生油、大豆油和菜籽油样品重复测定结果**

| 样品名称   | 含量, µg/kg |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |      |        |
|--------|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|--------|
|        | 1         | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    | 平均值  | 相对相差 % |
| 花生油-阳性 | 3.18      | 3.18  | 3.12  | 3.16  | 3.02  | 3.19  | 3.26  | 3.22  | 3.26  | 3.33  | 3.58  | 3.2  | 17.4   |
| 大豆油-阳性 | 6.26      | 6.97  | 6.33  | 6.25  | 6.84  | 6.87  | 6.49  | 5.95  | 6.12  | 6.25  | 6.53  | 6.4  | 15.8   |
| 菜籽油-阳性 | 13.29     | 13.59 | 13.47 | 14.29 | 14.25 | 12.69 | 13.66 | 13.54 | 13.97 | 13.78 | 13.89 | 13.7 | 11.7   |
| 花生油-阴性 | ND        | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | /    | /      |
| 大豆油-阴性 | ND        | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | 0.42  | ND    | ND    | /    | /      |
| 菜籽油-阴性 | ND        | ND    | ND    | ND    | ND    | ND    | 0.41  | ND    | ND    | ND    | ND    | /    | /      |

## 6.2 实验室内再现性

不同时间进行重复性测定花生油、大豆油和菜籽油样品，每个样本独立测试 3 次，以检测含量作为重复性评价指标。结果表明，重复分析结果稳定，满足免疫快速检测方法的要求。

由此确定本标准再现性要求为：在再现性条件下，辣椒素含量不大于 10.0 µg/kg 时，两次独立测定结果的绝对差不得超过算数平均值的 30%；辣椒素含量大于 10.0 µg/kg 时，两次独立测定结果的绝对差不得超过算数平均值的 20%。

**表 5 花生油、大豆油和菜籽油样品实验室内测定结果**

| 样品名称 | 辣椒素含量, µg/kg     |                  |                  |     |        |
|------|------------------|------------------|------------------|-----|--------|
|      | 2023 年 09 月 11 日 | 2023 年 10 月 18 日 | 2023 年 11 月 25 日 | 平均值 | 相对相差 % |
| 花生油  | 2.21             | 1.95             | 2.49             | 2.2 | 24.4   |
| 大豆油  | 6.66             | 5.53             | 6.89             | 6.4 | 21.4   |

| 样品名称 | 辣椒素含量, $\mu\text{g/kg}$ |                  |                  |      |         |
|------|-------------------------|------------------|------------------|------|---------|
|      | 2023 年 09 月 11 日        | 2023 年 10 月 18 日 | 2023 年 11 月 25 日 | 平均值  | 相 对 相差% |
| 菜籽油  | 14.22                   | 12.34            | 13.73            | 13.4 | 14.0    |

### 6.3 实验室间方法验证

为检验本标准测定食用油中辣椒素含量的实验室间再现性,由 4 个实验室对 4 个食用油样品中辣椒素进行了比对检测,检测结果汇总见表 6;对结果统计分析表(见表 7)显示:实验室间检测结果变异系数在 3.4%-9.0%间,极差在  $1.0\mu\text{g/kg}$  - $2.5\mu\text{g/kg}$  间。

验证汇总结果表明,制定的辣椒素时间分辨荧光检测方法重复性好,再现性强,不同单位(操作环境)和不同操作人员应用,均能得到抑制的检测结果,可用于现场食用油中辣椒素筛查检测。

表 6 食用油中辣椒素实验室间比对检测结果

| 单位    | 样品    | 重复 1<br>$\mu\text{g/kg}$ | 重复 2<br>$\mu\text{g/kg}$ | 重复 3<br>$\mu\text{g/kg}$ | 重复 4<br>$\mu\text{g/kg}$ | 重复 5<br>$\mu\text{g/kg}$ | 平均值<br>$\mu\text{g/kg}$ | 变异系数<br>% |
|-------|-------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|-------------------------|-----------|
| 实验室 1 | 1 号油样 | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | -                       | -         |
|       | 2 号油样 | 3.8                      | 3.1                      | 3.4                      | 3.8                      | 3.5                      | 3.5                     | 8.4       |
|       | 3 号油样 | 6.6                      | 5.9                      | 5.8                      | 6.5                      | 5.5                      | 6.1                     | 7.8       |
|       | 4 号油样 | 9.6                      | 9.3                      | 9.9                      | 8.8                      | 9.6                      | 9.4                     | 4.4       |
| 实验室 2 | 1 号油样 | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | -                       | -         |
|       | 2 号油样 | 3.1                      | 3.3                      | 3.3                      | 3.9                      | 3.5                      | 3.4                     | 8.9       |
|       | 3 号油样 | 5.5                      | 6.1                      | 6.6                      | 5.7                      | 6.2                      | 6.0                     | 7.2       |
|       | 4 号油样 | 8.7                      | 8.5                      | 9.6                      | 9.4                      | 9.3                      | 9.1                     | 5.2       |
| 实验室 3 | 1 号油样 | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | -                       | -         |
|       | 2 号油样 | 3.2                      | 3.5                      | 2.9                      | 3.1                      | 3.5                      | 3.2                     | 8.0       |
|       | 3 号油样 | 6.8                      | 6.6                      | 6.9                      | 6.2                      | 6.1                      | 6.5                     | 5.5       |
|       | 4 号油样 | 9.9                      | 9.5                      | 9.6                      | 9.1                      | 9.2                      | 9.5                     | 3.4       |
| 实验室 4 | 1 号油样 | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | ND                       | -                       | -         |
|       | 2 号油样 | 3.1                      | 3.5                      | 3.3                      | 3.9                      | 3.7                      | 3.5                     | 9.0       |
|       | 3 号油样 | 6.9                      | 6.2                      | 6.1                      | 6.2                      | 5.8                      | 6.2                     | 6.8       |
|       | 4 号油样 | 9.6                      | 8.9                      | 9.5                      | 9.9                      | 9.8                      | 9.5                     | 3.9       |

表 7 食用油中辣椒素实验室间比对检测结果统计分析表

| 项目                   | 1 号油样 | 2 号油样 | 3 号油样 | 4 号油样 |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|
| 平均值 $\mu\text{g/kg}$ | ND    | 3.4   | 6.2   | 9.4   |
| 变异系数%                | —     | 8.5   | 7.1   | 4.3   |
| 最大值 $\mu\text{g/kg}$ | ND    | 3.9   | 6.9   | 9.9   |
| 最小值 $\mu\text{g/kg}$ | ND    | 2.9   | 5.5   | 8.5   |

|                     |   |     |     |     |
|---------------------|---|-----|-----|-----|
| 极差 $\mu\text{g/kg}$ | — | 1.0 | 1.4 | 1.4 |
|---------------------|---|-----|-----|-----|

### 三、主要试验、验证结果，预期的经济效益

#### （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

定量限：分别取 6 份大豆油、菜籽油和花生油空白样品，加入  $1.0 \mu\text{g/kg}$  标样，经前处理后时间分辨荧光法测定并计算平均值和相对标准偏差。

精密度：分别取 6 份大豆油、菜籽油和花生油空白样品，加入  $1.0 \mu\text{g/kg}$ 、 $5.0 \mu\text{g/kg}$  标样，进行精密度测定，经前处理后时间分辨荧光法测定并计算平均值和相对标准偏差。

准确度：分别取 6 份大豆油、菜籽油和花生油空白样品，加入  $1.0 \mu\text{g/kg}$ 、 $5.0 \mu\text{g/kg}$  标样，进行准确度测定，经前处理后时间分辨荧光法测定并计算回收率。

##### 3 方法验证结论

定量限： $1.0 \mu\text{g/kg}$  加标样品,经处理后进行测定，大豆油、菜籽油和花生油的平均回收率为 89.6%、104.2%、96.2%；相对标准偏差为 9.2%，9.1%，8.4%。

精密度： $1.0 \mu\text{g/kg}$ 、 $5.0 \mu\text{g/kg}$  加标样品,经处理后测试大豆油、菜籽油和花生油时的相对标准偏差分别为 6.2%、5.9%、5.8%。

准确度： $1.0 \mu\text{g/kg}$ 、 $5.0 \mu\text{g/kg}$  加标样品,经处理后测定大豆油、菜籽油和花生油时的平均回收率分别为 89.6%、95.3%、97.7%。

#### （二）预期的经济效益

1、促进油料油脂产业发展。我国现有油脂生产经营企业 2.7 万家，其中规模化生产企业 1600-1800 家，每家规模化企业相关检测设备成本约 300-500 万元，据专家预测，通过该标准及技术的实施，仅配套仪器设备实现 30%的迭代，产值可达 78 亿元，给企业节约成本，促进了油脂企业行业发展。

2、为食用油辣椒素等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监测食用油辣椒素污染状况，可在食用油流通的各个环节随时随地进行监控，将极大降低辣椒素超标的食用油流向市场。实现早预警、早阻控对保障粮油安全以及人民生命健康具有重要意义。

### 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。

参考国家标准：GB2762—2022《食品安全国家标准 食品中污染物限量》中食用油中辣椒素的限量值选择设置加标浓度点。

## 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。

《食用油中辣椒素的测定 时间分辨荧光免疫层析法》团体标准起草组

2024年2月20日