

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF xxxx—202x

食用油品质检测仪校准规范

Calibration Specification for Edible oil Quality Detectors

(征求意见稿)

202x—xx—xx 发布

202x—xx—xx 实施

国家市场监督管理总局 发布

食用油品质检测仪校准规范

Calibration Specification for Edible oil Quality

Detectors

JJF xxxx—202x

归口单位：全国生物计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：

本规范委托全国生物计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国生物计量技术委员会

目 录

引言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语和计量单位	1
3.1 食用油极性组分	1
4 概述	1
5 计量特性	2
6 校准条件	2
6.1 环境条件	2
6.2 测量标准及其他设备	2
7 校准项目和校准方法	3
7.1 食用油极性示值误差	3
7.2 食用油极性重复性	3
7.3 线性和线性范围	4
7.4 温度示值误差	4
7.5 温度波动度	5
8 校准结果表达	5
9 复测时间间隔	5
附录 A 极性组分示值误差结果的不确定度评定模型	6
附录 B 温度示值误差校准结果的不确定度评定模型	8
附录 C 校准原始记录参考格式	10
附录 D 校准证书(内页)参考格式	11
附录 E 参考文献	12

引 言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。校准方法及计量特性等主要参考了GB 7102.1-2003《食用植物油煎炸过程中的卫生标准》，GB 5009.202-2016《食品安全国家标准 食用油中极性组分(PC)的测定》的要求编制。

本规范为首次发布。

全国生物计量技术委员会

食用油品质检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于电容法（介电常数法）食用油品质检测仪的校准，对于其它原理的食用油品质检测仪，可参照本规范执行。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB 5009.202-2016 食品安全国家标准 食用油中极性组分(PC)的测定

GB 7102.1-2003 食用植物油煎炸过程中的卫生标准

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修订单）适用于本规范。

3 术语

3.1 食用油极性组分 Polar Components in Edible Oil

食用油极性组分是食用油经过热氧化反应、热聚合反应、热氧化聚合反应、热裂解反应和水解反应后，产生的比甘油三酸酯极性更大的一些成分，是甘油三酸酯的热氧化产物（含有酮基、羟基、过氧化氢基和羰基的甘油三酸酯）、热聚合产物、热氧化聚合产物、水解产物（游离脂肪酸、一酸甘油酯和二酸甘油酯）的总称。

4 概述

食用油品质检测仪，利用电容传感器测量，将介电常数大小转换成电容传感器电容的大小，判断食用油极性组分含量。极性组分含量影响了食用油的介电常数，具体表现就是煎炸时间越长，极性组分含量越大，其介电常数就越大，介电常数的变化与极性组分总含量的变化一致。可以在几秒钟时间内准确计算极性物质的含量，具有操作简单快速，非破坏性，不使用溶剂等优点。

食用油品质检测仪由电容传感器、温度传感器、微处理器、显示器组成，其结构框图见图1。

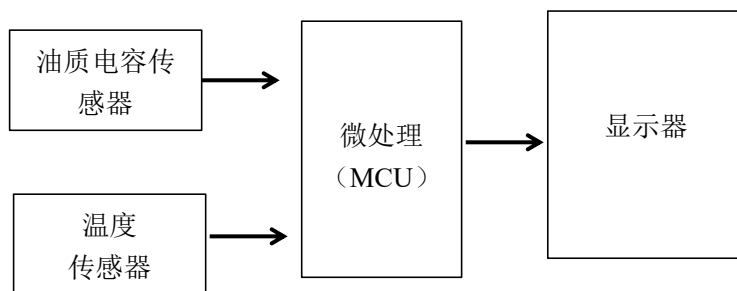


图1 食用油品质检测仪结构框图

5 计量特性

食用油品质检测仪的各项计量特性指标见表 1。

表 1 食用油品质检测仪的主要计量特性指标

计量特性	计量特性指标
极性示值误差	$\pm 2\%$
极性测量重复性	当极性组分含量 $\leq 20\%$ 时, $RSD \leq 8\%$
	当极性组分含量 $> 20\%$ 时, $RSD \leq 4\%$
温度示值误差	$\pm 2^{\circ} \text{C}$

注：以上技术指标不用于合格判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件：

6.1.1 环境温度： $(15 \sim 40)^{\circ} \text{C}$ ；

6.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

注：上述条件与制造商的产品规定不一致时，以产品规定为准。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 标准物质

校准时应采用有证标准物质，食用油极性标准物质，其特性量值极性值为 $4\% \sim 10\%$ 时，相对扩展不确定度 $\leq 26\% (k=2)$ ；为 $10\% \sim 35\%$ 时，相对扩展不确定度 $\leq 16\% (k=2)$ 。

6.2.2 校准用标准装置

6.2.2.1 标准铂电阻温度计

准确度等级：二级及以上；测量范围(10~120)°C

6.2.2.2 恒温槽及配件

温度范围：(10~120)°C；温度均匀性：≤0.1°C；温度波动度：0.1°C/10min

7 校准项目和校准方法

按仪器使用说明书要求，打开仪器电源开关，待仪器自检完成，显示正常后开始校准。

选择食用油极性标准物质,极性值约为：5%，10%，20%，33%；将选择的油品极性标准物质置于水浴或其他加热环境内，60°C恒温 10min 后开始校准。

7.1 食用油极性示值误差

取下食用油品质检测仪保护套，分别置于 5%，10%，20%，33%的食用油极性组分标准物质中，待示值稳定后，记录数据，连续测量 6 次。按式（1）计算其示值误差。

$$\delta X = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} - X_0 \text{ -----式 (1)}$$

式中：

δX -----示值误差（%）；

X_0 ----- 标准值（%）；

X_i -----测定值（%）；

n -----测定次数。

7.2 食用油极性重复性

取下食用油品质检测仪保护套，分别置于约 5%，10%，20%，33%的食用油极性组分标准物质中，待示值稳定后，记录数据，连续测量 6 次。按式（2）计算含量值标准偏差，作为食用油品质检测仪的测量重复性。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \text{ -----式 (2)}$$

式中：

s -----标准偏差；

\bar{X} -----6次含量测定值的算术平均值；

X_i -----每次的含量测定值；

n -----测定的次数；

i -----测定的序号， $i=1\sim 6$ 。

7.3 温度示值误差

取下食用油品质检测仪保护套，将食用油品质检测仪传感器置于60℃的恒温槽中，待示值稳定后，测量6次，记录数据，按公式（3）和（4）计算：

$$\Delta T_d = T_s - \bar{T}_c \quad (3)$$

$$\bar{T}_c = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n T_i \quad (4)$$

式中：

ΔT_d —食用油品质检测仪温度示值误差，℃；

T_s —铂电阻温度值，℃；

\bar{T}_c —6次测量值的平均值，℃；

T_i —第*i*次测定值，℃。

8 校准结果表达

经校准的食用油品质检测仪出具校准证书，校准证书应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求，测量不确定度按 JJF 1059.1—2012 的要求评定，测量不确定度评定示例见附录 A 和附录 B，校准记录格式见附录 C，校准报告内容见附录 D。

9 复测时间间隔

由于复测时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，送检单位可根据实际使用情况自主决定复测时间间隔，建议不超过1年。

附录 A

极性组分示值误差结果的不确定度评定示例

A.1、数学模型

$$\delta X = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} - X_0 \text{-----式 (1)}$$

式中：

δX -----示值误差 (%)；

X_0 -----标准值 (%)；

X_i -----测定值 (%)；

n -----测定次数。

A.2、不确定度来源

- (1) 重复性引入的不确定度。
- (2) 标准物质引入的不确定度。

A.3、不确定度分量的计算

- (1) 重复性引入的不确定度分量 $u_1(\bar{C}_i)$

用重复性实验数据计算其引入的不确定度分量标准偏差 $u_1(\bar{C}_i)$ ，测量数据及计算结果见表 A. 1。

表 A. 1 重复性引入的不确定度

标准值	测量值						平均值	%
	1	2	3	4	5	6		
4.6	6.6	6.7	6.6	6.7	6.6	6.6	6.6	0.05
11.1	13.0	13.1	12.9	13.0	13.0	12.9	13.0	0.08
21.0	21.7	21.8	21.7	21.8	21.7	21.7	21.7	0.05
33.1	34.5	34.4	34.4	34.7	34.6	34.6	34.5	0.12

$$u_1(\bar{C}_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}$$

- (2) 标准物质引入的不确定度。

标准物质引入的不确定度由标准物质证书得到， $u_2(\overline{C}_s) = U_s/k$ ， $k=2$ ，见表 A.2。

表 A.2 标准物质引入的不确定度

标准值 (%)	扩展不确定度 U_s (%)	标准不确定度 $u_2(\overline{C}_s)$ (%)
4.6	1.20	0.60
11.1	1.78	0.89
21.0	3.36	1.68
33.1	5.30	2.65

A.4 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 A.3。

表 A.3 标准不确定度一览表

标准值 (%)	$u_1(\overline{C}_i)$ (%)	$u_2(\overline{C}_s)$ (%)
4.6	0.05	0.60
11.1	0.08	0.89
21.0	0.05	1.68
33.1	0.12	2.65

A.5、合成标准不确定度

合成标准不确定度用公式 $u(\Delta C) = \sqrt{u_1^2(\overline{C}_i) + u_2^2(\overline{C}_s)}$ 计算得到，结果见表 A.4。

A.6、扩展标准不确定度

扩展不确定度用公式 $U = 2u(\Delta C)$ 计算得到，结果见表 A.4。

表 A.4 合成和扩展不确定度结果

标准值 (%)	合成不确定度 $u(\Delta C)$ (%)	扩展不确定度 U (%)	包含因子 k
4.6	0.60	1.2	2
11.1	0.89	1.8	2
21.0	1.68	3.4	2
33.1	2.65	5.3	2

附录 B

温度示值误差校准结果的不确定度评定示例

B.1、数学模型

$$\Delta T_d = \bar{T}_c - T_s$$

ΔT_d —温度示值误差, °C;

\bar{T}_c —油品极性测试仪温度显示值的平均值, °C;

T_s —标准铂电阻温度计温度显示值, °C。

B.2、不确定度来源

- (1) 测量重复性引入的不确定度。
- (2) 标准铂电阻温度计引入的不确定度。

B.3、不确定度分量的计算

- (1) 重复性引入的不确定度分量 $u_1(\bar{T}_i)$

在各个温度测量点温度后, 读取油品极性测试仪的 6 个温度显示值, 见表 B. 1, 计算重复性引入的不确定度分量 $u_1(\bar{T}_i)$ 。

表 B. 1 重复性引入不确定度数据(°C)

项目	1	2	3	4	5	6	$u_1(\bar{T}_i)$
60.0	60.4	60.4	60.5	60.4	60.4	60.3	0.06

根据测量结果计算,

$$u_1(\bar{T}_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_i - \bar{T})^2}{n-1}}$$

- (2) 标准铂电阻温度计引入的不确定度。

标准铂电阻温度计引入的不确定度由标准铂电阻温度计校准证书得到。

$$u_2(\bar{T}_s) = u_c / k = 0.070/2 = 0.035 \text{ °C}$$

B.4 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 B. 2。

表 B. 2 标准不确定度一览表

项目	来源	
	$u_1(\bar{T}_i)$ (°C)	$u_2(\bar{T}_s)$ (°C)
60.0 °C	0.06	0.035

B.5、合成不确定度

合成不确定度用公式 $u(\Delta) = \sqrt{u_1^2(\bar{T}_i) + u_2^2(T_s)}$ 计算得到，结果见表 B. 3。

B.6、扩展不确定度

取 $k=2$ ，则仪器示值误差的扩展不确定度用 $U = 2u(\Delta)$ 计算，结果见表 B. 3。

表 B. 3 合成和扩展不确定度结果

项目	合成不确定度 $u(\Delta)$ (°C)	扩展不确定度 U (°C)	包含因子 k
60.0 °C	0.15	0.3	2

校准原始记录参考格式

送检单位：_____ 校准日期：_____ 年 _____ 月 _____ 日

仪器名称：_____ 制造厂：_____

型 号：_____ 出厂编号：_____

证书编号：_____

环境温度：_____ °C 相对湿度：_____ %

1. 仪器外观

2、极性示值误差、重复性

标准值	测量值						平均值	示值误差	SD	RSD
	1	2	3	4	5	6				
4.6										
11.1										
21.0										
33.1										

3、温度示值误差(°C)

项目	1	2	3	4	5	6	SD
60							

校准员：_____ 核验员：_____

附录 D

校准证书(内页)参考格式

1、油品极性示值误差

标准值(%)	测量值(%)	示值误差(%)	不确定度(%) ($k=2$)

2、油品极性重复性

3、温度示值误差

标准值(°C)	测量值(°C)	示值误差(°C)	不确定度(°C) ($k=2$)

以下空白。

校准员：_____ 核验员：_____

附录 E

参考文献

[1] ISO 8420:2002 Animal and vegetable fats and oils Determination of content of polar compounds

[2] AOAC 982.27 《Polar compounds in frying fats》

[3] AOCS Cd 20-91 《Polar compounds in frying oils》

[4] IUPAC 2.507 《Determination of polar compounds in frying oils

[5] DGF C-III 3b(13) 《Polar compounds》

全国生物计量技术委员会