

中国粮油学会团体标准

**植物油中磷脂含量检测
电感耦合等离子体发射光谱法**
(征求意见)
编制说明

标准起草组

2025 年 10 月

《植物油中磷脂含量检测 电感耦合等离子体发射光谱法》 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〔2025〕4号《关于发布中国粮油学会2024年团体标准立项公告的通知》。

（二）目的意义

目前粮油行业普遍采用《粮油检验 磷脂含量的测定》（GB/T 5537-2008）分光光度法检测磷脂含量，该方法测定磷元素的定量限通常为 $10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ，由于分光光度法检测灵敏度较低，对于磷元素含量在 $10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 以下的样品准确定量检测较为困难，亟待开发出一种灵敏度高、稳定性好的磷脂检测方法为准确测量、适度保留磷脂提供支撑。

随着检测技术的不断发展，相比分光光度法，电感耦合等离子体发射光谱法（Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry, ICP-OES）检测食品中磷元素具有更高的灵敏度、更快的分析速度、更广的分析范围，为建立检测灵敏度更高、更稳定的植物油磷脂检测方法提供了较为理想的路径。

磷脂是人体生物膜中甘油磷脂的主要成分，同时也是乙酰胆碱的前体物质，参与神经反应，有助于提高大脑记忆力，具有保护细胞生物膜，延缓衰老等生理作用。同时，磷脂的稳定性较差，在高温、长时间与氧气接触或光照情况下，油脂中的磷脂容易发生酸败分解，加速油脂颜色变深和回味，尤其是当磷脂含量过高时，这一现象更为明显，影响油脂产品储藏的安全性与稳定性。在粮油行业日趋倡导健康用油和适度加工的背景下，油脂加工过程磷脂含量准确检测并适度保留产品中磷脂含量是为消费者提供营养健康用油的重要途径之一，基于 ICP-OES 方法检测磷脂，检测灵敏度更高、更稳定，该法有望为植物油加工过程中准确测量、适度保留磷脂提供支撑。同时也将推动粮油行业检测方法的不断更新发展。

（三）国内外相关标准情况

国内外现行有效的磷脂检测标准有ISO 10539:2002《动植物油脂-磷脂测定》重量法、AOCS Ja 3-87《磷脂含量测定》、GB/T 5537-2008《粮油检验 磷脂含量的测定》、GB 5009.272-2016《食品安全国家标准 食品中磷脂酰胆碱、磷脂酰乙醇胺、磷脂酰肌醇的测定》等。现有标准的技术方案主要是称重法、分光光度法和高效液相色谱（HPLC）法，称重法、分光光度法检测灵敏度较低，稳定性有待提高。高效液相色谱（HPLC）法仅可检测有限的磷脂种类，无法准确表征植物油中总的磷脂含量。电感耦合等离子体发射光谱法已在《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》（GB 5009.268-2025）等国家标准中得到实践应用。对于植物油而言，磷元素主要来自于磷脂，GB/T 5537-2008分光光度法和ICP-OES法样品前处理均为检测植物油中总磷元素含量。参考国内外文献及现行标准，磷元素和磷脂之间的数量转换关系可视为固定值26.31。综上，基于ICP-OES法，具备探究建立灵敏度更高、更稳定的植物油磷脂检测方法的条件。

（四）主要工作过程

前期工作，提案和立项。2024年5月-2024年10月，由佳格食品（中国）有限公司、河南工业大学、普研（上海）标准技术服务有限公司等相关单位成立标准工作组，启动《植物油中磷脂含量检测电感耦合等离子体发射光谱法》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。2025年5月-2025年10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：佳格食品（中国）有限公司

标准参编单位：河南工业大学、普研（上海）标准技术服务有限公司、国家粮食和物资储备局科学研究院

（六）人员及分工等

刘昌树，佳格食品（中国）有限公司，总经理，负责统筹标准起草、验证、征求意见等工作负责指导标准研制工作。

刘玉兰，河南工业大学，教授，负责研究建立相关规范。

刘建国，佳格食品（中国）有限公司，经理，负责标准起草、验证、征求意见等工作。

王赛，佳格食品（中国）有限公司，高级经理，协助负责标准起草、验证、征求意见等工作。

代立刚, 佳格食品(中国)有限公司, 资深主任, 协助负责标准起草、验证、征求意见等工作。

贾强, 佳格食品(中国)有限公司, 工程师, 协助负责标准起草、验证、征求意见等工作。

蔡志静, 普研(上海)标准技术服务有限公司, 工程师, 负责技术规范验证。

王佳雅, 国家粮食和物资储备局科学研究院, 高级工程师, 负责指导建立相关规范。

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

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定油脂中磷元素的方法, 包含原理、试剂与材料、仪器设备、分析步骤、结果表示和精密度等。

本标准适用于植物油中磷脂的测定。

1.2主要原理

植物油中的磷脂经酸消解后变为磷酸, 由电感耦合等离子体发射光谱仪测定, 以元素的特征谱线波长定性; 待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。仪器检测得出的磷元素含量乘以磷元素与磷脂的换算系数可得磷脂含量。

1.3 性能评价

本标准磷元素的定量限为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

本标准磷元素的线性范围 $0.01 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ - $5.0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

2 试剂和仪器及前处理

2.1 试剂

硝酸(70%, 质量浓度), 电子级超纯试剂; 硝酸溶液(5+95) (取50mL硝酸, 缓慢加入950mL水中, 混匀。); 磷元素标准液: 浓度为 $1000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准贮备液; 氩气(Ar): 液氩或高纯氩(纯度 $\geq 99.995\%$); 去离子水: 一级水。磷元素标准品(P, CAS号: AAP1): 纯度 $\geq 99.0\%$, 采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准贮备液。

2.2 仪器

分析天平，精确至0.001g；微波消解仪；电感耦合等离子体发射光谱仪；可调式控温电热板等。

2.3 样品前处理

称取试样0.5g（精确至0.001g）于微波消解内罐中，加入5mL硝酸，加盖放置1小时，放入微波消解仪中，微波消解炉功率和加热时间参考程序见表1，消解结束后，冷却，将消解液转移至25mL容量瓶中，用去离子水冲洗消化罐内壁3次以上，稀释至刻度，混匀，待测。按上述操作做试剂空白测定。样品准备完毕后电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件按照表2进行设置。

表1 微波消解程序

阶段	功率/W	升温时间/min	消解温度/°C	保持时间/min
1	1 600	5	120	7
2	1 600	5	160	10
3	1 600	5	190	20

表2 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

参数	设置条件
功率/W	1150
等离子气流量/ (L·min ⁻¹)	15
辅助气流量/ (L·min ⁻¹)	0.5
雾化器气体流量/ (L·min ⁻¹)	0.65
重复次数	2

3 标准溶液配制及标准曲线的绘制

标准溶液配制：精确吸取磷元素标准储备液，用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配制成混合标准溶液系列。配制浓度范围分别为：0 mg · L⁻¹，1.0 mg · L⁻¹，2.0 mg · L⁻¹，3.0 mg · L⁻¹，4.0 mg · L⁻¹，5.0 mg · L⁻¹的系列标准品。以系列标准工作液被测组分的浓度为横坐标、以检测器响应值为纵坐标，绘制标准曲线。响应值如表3所示，标准曲线如下图表3所示，得到方法的线性方程为Y=205.5400X-4.7527，R²=0.9999。

表 3 标准曲线不同浓度梯度与响应值

试样浓度mg·L ⁻¹	0	1	2	3	4	5
响应值	-4.753	201.295	412.130	617.585	817.932	1016.675

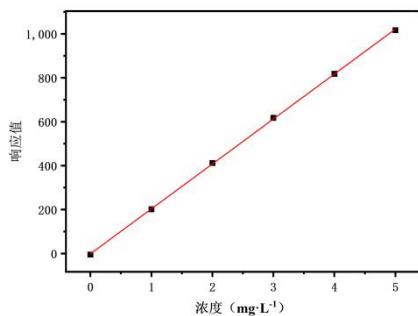


图 1 标准曲线图

3.1 结果计算

植物油中磷脂的计算公式为

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times DF}{m} \times 26.31 \quad (1)$$

式中: X 为植物油样品中磷脂含量, mg·kg⁻¹; C 为上机试样中磷元素的浓度, mg·L⁻¹; C_0 为上机空白液中磷元素的浓度, mg·L⁻¹; V 为植物油消化液定容体积, mL; DF 为消化液上机前稀释倍数; m 为植物油样品实际称样量, g; 26.31 为每毫克磷相当于磷脂的毫克数。注: 本研究中出现的磷含量指未乘以换算系数26.31的数值, 仅为磷元素的含量。

计算结果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, 结果保留三位有效数字。

4 方法性能评估

4.1 检出限和定量限

表4 样品磷元素检出限和定量限评估结果

序号	测试强度	平均值	标准偏差SD	检出浓度 mg • L ⁻¹	定量浓度 mg • L ⁻¹	检出限 mg • kg ⁻¹	定量限 mg • kg ⁻¹
1	-2.995						
2	-2.834						
3	-2.951						
4	-2.465						
5	-2.663						
6	-2.747						
7	-2.765						
8	-2.616						
9	-2.519						
10	-2.999						
11	-2.607						
12	-2.853						
13	-2.501						
14	-2.601						
15	-2.636						
16	-2.930						
17	-2.938						
18	-2.519						
19	-2.662						
20	-2.715						
		-2.7257	0.174182	0.0025	0.0085	0.13	0.43

参考GB 5009.295-2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》有关检出限的描述, 检出限计算见公式(2)

$$L = \frac{X_L - \bar{X}_i}{b} = \frac{Ks}{b} \quad (2)$$

式中:

L ——方法检出限;

X_L ——全试剂空白响应值;

\bar{X}_i ——测定 n 次空白溶液的平均值 ($n \geq 20$);

b ——标准曲线回归方程中的斜率;

s —— n 次空白值的标准偏差;

K ——一般为 3。

标准起草小组通过空白样品检测,以样品空白或加入最低可接受浓度的样品空白,分别对空白样品进行了20次重复实验,检测结果见表4,检测ICP-OES光谱检测器响应值,20次测定结果的标准偏差与标准曲线斜率比的3倍所对应浓度即为检出限,10倍所对应浓度为定量限。通过分析计算样品20次重复测定结果,当称样为0.5g,定容体积为25mL时,本团标法的实际检出限为:0.13 mg·kg⁻¹,定量限为0.43 mg·kg⁻¹。满足磷元素定量限为0.5mg·kg⁻¹的要求。

4.2 正确度测定

表5-1 菜籽油中磷元素正确度测定结果

磷元素检测分组	称样量(g)	添加水平/(mg·L ⁻¹)	实测值/(mg·kg ⁻¹)	回收率/%	平均回收率/%
C1-01	0.5041	0.01	4.42	88.6	89.5
C1-02	0.5162	0.01	4.43	92.9	
C1-03	0.5178	0.01	4.41	89.7	
C1-04	0.5094	0.01	4.42	89.8	
C1-05	0.5069	0.01	4.40	86.1	
C1-06	0.5002	0.01	4.43	90.2	
C1-07	0.5052	0.01	4.42	89.5	
C2-01	0.5086	0.02	4.95	98.4	95.2
C2-02	0.5005	0.02	4.92	93.6	
C2-03	0.5145	0.02	4.93	97.9	
C2-04	0.4847	0.02	4.95	94.1	
C2-05	0.5017	0.02	4.95	97.7	
C2-06	0.4907	0.02	4.94	93.9	
C2-07	0.5024	0.02	4.88	90.8	
C3-01	0.5018	0.1	8.51	91.0	92.7
C3-02	0.5016	0.1	8.53	91.3	
C3-03	0.5122	0.1	8.66	95.8	
C3-04	0.4831	0.1	9.02	97.5	
C3-05	0.4825	0.1	8.68	90.6	
C3-06	0.4814	0.1	8.69	90.6	
C3-07	0.5008	0.1	8.57	92.0	

表5-2 玉米油中磷元素正确度测定结果

磷含量元素分组	称样量(g)	添加水平/(mg • L ⁻¹)	实测值/(mg • kg ⁻¹)	回收率/%	平均回收率/%
Y1-01	0.5017	0.01	2.47	87.9	86.6
Y1-02	0.5083	0.01	2.46	86.6	
Y1-03	0.4847	0.01	2.47	86.0	
Y1-04	0.4968	0.01	2.45	83.2	
Y1-05	0.5021	0.01	2.46	86.8	
Y1-06	0.4933	0.01	2.46	85.0	
Y1-07	0.5021	0.01	2.48	90.9	
Y2-01	0.5014	0.02	3.01	98.6	96.3
Y2-02	0.5084	0.02	2.97	95.8	
Y2-03	0.5028	0.02	3.04	101.7	
Y2-04	0.5017	0.02	2.96	93.5	
Y2-05	0.5004	0.02	2.97	93.6	
Y2-06	0.5018	0.02	2.96	93.1	
Y2-07	0.5022	0.02	3.01	98.0	
Y3-01	0.5285	0.1	7.00	105.1	104.3
Y3-02	0.5382	0.1	6.84	103.5	
Y3-03	0.5387	0.1	6.82	103.2	
Y3-04	0.5344	0.1	6.89	103.9	
Y3-05	0.5447	0.1	6.82	104.3	
Y3-06	0.5425	0.1	6.88	105.3	
Y3-07	0.5387	0.1	6.90	104.9	

表5-3 葵花籽油中磷元素正确度测定结果

磷含量元素分组	称样量(g)	添加水平/(mg•L ⁻¹)	实测值/(mg•kg ⁻¹)	回收率/%	平均回收率/%
K1-01	0.4924	0.01	4.42	88.6	89.5
K1-02	0.4859	0.01	4.43	92.9	
K1-03	0.4859	0.01	4.41	89.7	
K1-04	0.4927	0.01	4.42	89.8	
K1-05	0.4864	0.01	4.40	86.1	
K1-06	0.5023	0.01	4.43	90.2	
K1-07	0.4921	0.01	4.42	89.5	
K2-01	0.5114	0.02	4.95	98.4	95.2
K2-02	0.4848	0.02	4.92	93.6	
K2-03	0.4927	0.02	4.93	97.9	
K2-04	0.4976	0.02	4.95	94.1	
K2-05	0.5008	0.02	4.95	97.7	
K2-06	0.5047	0.02	4.94	93.9	
K2-07	0.5312	0.02	4.88	90.8	
K3-01	0.5064	0.1	8.51	91.0	92.7
K3-02	0.5114	0.1	8.53	91.3	
K3-03	0.5082	0.1	8.66	95.8	
K3-04	0.5017	0.1	9.02	97.5	
K3-05	0.5014	0.1	8.68	90.6	
K3-06	0.5008	0.1	8.69	90.6	
K3-07	0.5006	0.1	8.57	92.0	

正确性评价：结合样本的参考浓度，对结果的正确性进行评价；标准起草小组将磷元素测试样品进行测定，测定结果与参考浓度进行比较，评价方法测定准确度。测试结果如表5所示，回收率在86.6%-104.3%之间，满足GB 5009.295-2023《食品安全国家标
准 化学分析方法验证通则》要求的80%-110%，说明该方法准确度较好。

4.3 实验室内重复性测定

精密度评价：选取同一样本平行重复试验，对结果的精密度进行评价。标准起草小组分别对菜籽油、玉米油、葵花籽油等3种食用油基质样品中3种不同浓度磷元素各进行了7次重复测定，以考查方法的重复性，实验数据见表6。由表数据可见，3种基质相对标准偏差RSD在0.21-2.00%之间，均小于GB 5009.295-2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》规定的当实验室样品浓度p在 $100 \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} < p < 10 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 范围内时，实验室重复性相对标准偏差需 $\leq 10\%$ 的要求，表明方法重复性好，能满足食用油中磷元素测定的重复性要求。

表6-1 菜籽油中磷元素重复性测定结果

磷元素检测分组	称样量 (g)	实测值 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	RSD (%)
C1-01	0.5041	4.42	0.21
C1-02	0.5162	4.43	
C1-03	0.5178	4.41	
C1-04	0.5094	4.42	
C1-05	0.5069	4.40	
C1-06	0.5002	4.43	
C1-07	0.5052	4.42	
C2-01	0.5086	4.95	0.50
C2-02	0.5005	4.92	
C2-03	0.5145	4.93	
C2-04	0.4847	4.95	
C2-05	0.5017	4.95	
C2-06	0.4907	4.94	
C2-07	0.5024	4.88	
C3-01	0.5018	8.51	2.00
C3-02	0.5016	8.53	
C3-03	0.5122	8.66	
C3-04	0.4831	9.02	
C3-05	0.4825	8.68	
C3-06	0.4814	8.69	
C3-07	0.5008	8.57	

表6-2 玉米油中磷元素重复性测定结果

磷元素检测分组	称样量 (g)	实测值 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	RSD (%)
Y1-01	0.5017	2.47	0.46
Y1-02	0.5083	2.46	
Y1-03	0.4847	2.47	
Y1-04	0.4968	2.45	
Y1-05	0.5021	2.46	
Y1-06	0.4933	2.46	
Y1-07	0.5021	2.48	
Y2-01	0.5014	3.01	1.07
Y2-02	0.5084	2.97	
Y2-03	0.5028	3.04	
Y2-04	0.5017	2.96	
Y2-05	0.5004	2.97	
Y2-06	0.5018	2.96	
Y2-07	0.5022	3.01	
Y3-01	0.5285	7.00	0.93
Y3-02	0.5382	6.84	
Y3-03	0.5387	6.82	
Y3-04	0.5344	6.89	
Y3-05	0.5447	6.82	
Y3-06	0.5425	6.88	
Y3-07	0.5387	6.90	

表6-3 葵花籽油中磷元素重复性测定结果

磷元素检测分组	称样量 (g)	实测值/ (mg·kg ⁻¹)	RSD (%)
K1-01	0.4924	4.42	0.61
K1-02	0.4859	4.43	
K1-03	0.4859	4.41	
K1-04	0.4927	4.42	
K1-05	0.4864	4.40	
K1-06	0.5023	4.43	
K1-07	0.4921	4.42	
K2-01	0.5114	4.95	1.23
K2-02	0.4848	4.92	
K2-03	0.4927	4.93	
K2-04	0.4976	4.95	
K2-05	0.5008	4.95	
K2-06	0.5047	4.94	
K2-07	0.5312	4.88	
K3-01	0.5064	8.51	1.46
K3-02	0.5114	8.53	
K3-03	0.5082	8.66	
K3-04	0.5017	9.02	
K3-05	0.5014	8.68	
K3-06	0.5008	8.69	
K3-07	0.5006	8.57	

4.4 实验室间再现性

为验证本标准测定食品中磷元素含量的实验室间再现性, 由国家粮食局西安油脂食品饲料质量监督检验测试中心, 上海交通大学化学化工学院测试中心, 华测检测技

术有限公司等3家实验室（下依次简称实验室1、2、3）对葵花籽油、玉米油、菜籽油等3种食用油样品基质中磷元素进行了比对检测，每种基质按照适当浓度梯度准备5份样品，每份样品按照GB 5009.295-2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》进行6平行检测，3家实验室每种基质的对比统计数据分别见表7，由表中数据可见，3家验证单位的比对验证结果显示，不同基质样品、不同实验室相对标准偏差RSD为2.48% -9.98%，极差在0.039-7.6 mg·kg⁻¹。

根据GB 5009.295-2023规定，当实验室样品浓度p在100 μg·kg⁻¹ < p < 10 g·kg⁻¹范围内时，实验室间相对标准偏差需≤15%，表明方法再现性好，能满足食用油中磷元素测定的再现性要求。

表7-1-1 葵花籽油中磷元素实验室间比对检测结果（单位：mg·kg⁻¹）

葵花籽油	样品编号	重复1	重复2	重复3	重复4	重复5	重复6	平均值	标准偏差	RSD (%)
实验室1	1-1	0.526	0.544	0.494	0.523	0.563	0.537	0.531	0.02	4.4
	1-2	9.19	9.59	9.28	9.74	9.78	9.27	9.47	0.26	2.8
	1-3	25.5	25.6	25.5	25.3	26.5	25.8	25.7	0.43	1.7
	1-4	48.7	48.7	49.9	49.1	49.6	50.0	49.3	0.56	1.1
	1-5	95.5	96.0	95.1	94.5	97.2	96.8	95.8	1.00	1.0
实验室2	1-1	0.664	0.681	0.551	0.639	0.638	0.629	0.634	0.04	7.1
	1-2	10.3	10.1	10.2	10.2	9.85	10.7	10.2	0.27	2.7
	1-3	27.3	27.6	28.8	26.8	26.4	26.2	27.2	0.96	3.5
	1-4	51.4	53.2	53.5	51.3	49.4	50.8	51.6	1.54	3.0
	1-5	97.2	95.3	95.0	93.0	94.6	93.4	94.7	1.51	1.6
实验室3	1-1	0.608	0.554	0.607	0.602	0.586	0.602	0.593	0.02	3.5
	1-2	11.1	10.8	11.4	11.7	10.7	9.92	10.9	0.62	5.7
	1-3	26.0	25.4	26.8	27.0	27.1	27.9	26.7	0.88	3.3
	1-4	53.8	54.0	52.7	51.7	53.3	52.0	52.9	0.94	1.8
	1-5	99.2	100	99.5	98.0	101	98.3	99.3	1.10	1.1

表7-1-2 葵花籽油中磷元素实验室间比对检测结果统计分析表 (单位: $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

项目	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5
平均值	0.586	10.2	26.5	51.3	96.6
RSD (%)	8.81	7.14	2.87	3.52	2.48
最大值	0.634	10.9	27.2	52.9	99.3
最小值	0.531	9.47	25.7	49.3	94.7
极差	0.102	1.4	1.5	3.6	4.6

表7-2-1 玉米油中磷元素实验室间比对检测结果 (单位: $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

玉米油	样品编号	重复1	重复2	重复3	重复4	重复5	重复6	平均值	标准偏差	RSD (%)
实验室1	2-1	0.563	0.561	0.518	0.541	0.528	0.506	0.536	0.02	4.3
	2-2	9.78	9.73	9.64	9.56	9.75	9.91	9.73	0.12	1.2
	2-3	24.8	24.9	24.6	24.1	24.7	24.6	24.6	0.27	1.1
	2-4	49.3	49.1	49.9	50.0	49.8	49.5	49.6	0.35	0.7
	2-5	98.3	98.9	98.2	98.4	98.4	98.0	98.4	0.28	0.3
实验室2	2-1	0.564	0.495	0.610	0.556	0.606	0.622	0.575	0.05	8.3
	2-2	10.3	10.3	10.1	10.3	10.2	10.2	10.2	0.08	0.8
	2-3	25.7	26.9	26.9	26.6	25.4	26.5	26.4	0.64	2.4
	2-4	54.7	53.7	55.4	51.9	53.6	53.4	53.8	1.20	2.2
	2-5	102	105	113	101	102	112	106	5.56	5.3
实验室3	2-1	0.493	0.537	0.558	0.572	0.567	0.636	0.560	0.05	8.4
	2-2	9.69	10.1	9.85	10.2	10.4	9.91	10.0	0.26	2.6
	2-3	26.1	25.5	27.4	25.5	26.1	26.6	26.2	0.73	2.8
	2-4	51.2	48.8	49.2	51.8	51.8	51.9	50.8	1.42	2.8
	2-5	103	106	103	98.2	103	105	103	2.70	2.6

表7-2-2 玉米油中磷元素实验室间比对检测结果统计分析表 (单位: $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

项目	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5
平均值	0.557	10.0	25.7	51.4	102
RSD (%)	3.53	2.57	3.71	4.23	3.64
最大值	0.575	10.2	26.4	53.8	106
最小值	0.536	9.73	24.6	49.6	98.4
极差	0.039	0.47	1.8	4.2	7.6

表7-3-1 菜籽油中磷元素实验室间比对检测结果 (单位: $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

菜籽油	样品编号	重复1	重复2	重复3	重复4	重复5	重复6	平均值	标准偏差	RSD (%)
实验室1	3-1	0.531	0.639	0.536	0.591	0.63	0.595	0.587	0.05	7.7
	3-2	12.1	12.1	12.7	12.3	12.3	12.5	12.3	0.27	2.2
	3-3	27.6	28.0	27.6	28.6	29.7	28.8	28.4	0.82	2.9
	3-4	48.4	49.7	46.2	48.9	47.3	47.2	47.9	1.26	2.6
	3-5	96.2	99.8	97.9	94.9	91.2	99.6	96.6	3.26	3.4
实验室2	3-1	0.666	0.622	0.677	0.611	0.626	0.604	0.634	0.03	4.7
	3-2	11.2	11.2	11.2	11.3	11.8	11.0	11.3	0.28	2.5
	3-3	26.6	24.2	26.5	25.0	24.1	25.0	25.2	1.08	4.3
	3-4	52.0	47.0	44.9	47.8	50.4	45.7	48.0	2.73	5.7
	3-5	95.4	90.6	92.0	91.5	89.2	89.5	91.4	2.27	2.5
实验室3	3-1	0.523	0.497	0.537	0.511	0.523	0.524	0.519	0.01	2.6
	3-2	11.6	11.9	11.7	11.7	11.5	11.7	11.7	0.11	1.0
	3-3	25.9	25.4	25.0	25.7	26.3	24.3	25.4	0.71	2.8
	3-4	51.6	52.1	51.4	50.5	52.0	48.1	51.0	1.50	2.9
	3-5	101	99.0	98.1	97.1	99.0	97.4	98.6	1.37	1.4

表7-3-2 菜籽油中磷元素实验室间比对检测结果统计分析表 (单位: mg • kg⁻¹)

项目	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5
平均值	0.580	11.8	26.3	49.0	95.5
RSD (%)	9.98	4.56	6.72	3.57	3.90
最大值	0.634	12.3	28.4	51.0	98.6
最小值	0.519	11.3	25.2	47.9	91.4
极差	0.115	1.0	3.2	3.1	7.2

4.5 方法等效性验证

为验证电感耦合等离子体发射光谱法（方法一）和GB/T 5537-2008《粮油检验 磷脂含量的测定》分光光度法（方法二）检测结果是否存在显著性差异，根据GB 5009.295-2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》进行方法等效性验证，准备葵花籽油、玉米油、菜籽油3种代表性食用油基质，每种基质按照适当浓度梯度准备6份样品，分别用上述方法一和方法二进行检测，检测结果如表8。表中数据是成对出现的，对于比较同一组样本在两种不同检测方法的均值是否存在显著差异，采用配对样本 *t* 检验，公式如下：

$$\bar{D} = \frac{\sum D_i}{n} \quad (3)$$

$$s_D = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum D_i^2 - (\sum D_i)^2/n}{n-1}} \quad (4)$$

$$t_D = \frac{\bar{D} \times \sqrt{n}}{s_D} \quad (5)$$

D_i——方法一和方法二两组检测结果相差值；

̄D——相差值的平均值；

s_D——相差值的标准差；

t_D——计算所得*t*值；

n——样本数为 6。

表8-1：葵花籽油基质样品检测数据和配对样本 t 检验计算结果

检测方法		1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7
磷元素 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	方法一	10.9	27.0	52.9	98.7	75.3	147
	方法二	11.4	26.7	51.4	99.1	76.6	147
相差值 D_i		-0.5	0.3	1.5	-0.4	-1.3	0
标准差 SD		0.94					
t值		-0.17					
临界值 $t_{0.05, 5}$		2.57					

表8-2：玉米油基质样品检测数据和配对样本 t 检验计算结果

检测方法		2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
磷元素 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	方法一	9.80	26.4	51.5	104	75.2	150
	方法二	10.1	25.9	50.8	102	74.4	151
相差值 D_i		-0.3	0.5	0.7	2	0.8	-1
标准差 SD		1.03					
t值		1.08					
临界值 $t_{0.05, 5}$		2.57					

表8-3：菜籽油基质样品检测数据和配对样本 t 检验计算结果

检测方法		3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7
磷元素 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	方法一	11.6	25.1	49.9	99.1	76.7	151
	方法二	11.0	25.8	51.0	98.3	76.1	152
相差值 D_i		0.6	-0.7	-1.1	0.8	0.6	-1
标准差 SD		0.89					
t值		-0.37					
临界值 $t_{0.05, 5}$		2.57					

当 $f=n-1=5$ 时，置信水平为95%，即显著性水平为 $\alpha=5\%$ ，通过查阅 t 分布手册，临界 t 值为2.57，通过分析葵花籽油、玉米油、菜籽油3种代表性食用油基质所得 t 值，均小于 $t_{0.05, 5}$ ，该结果表明两种检测方法的检测结果不存在显著性差异，即在一定条件下，两种检测方法的检测结果具有一致性。

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

1. 定量限（ LOQ ）

要求： $LOQ \leq 0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。（使用标准品配制并检测）

2. 线性范围

相关系数 $R^2 \geq 0.999$ （覆盖 $0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ - $5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 浓度区间）

3. 精密度

$RSD < 10\%$ （高、中、低不同浓度水平， $n=6$ ，验证基质葵花籽油/玉米油/菜籽油）

4. 正确度

加标回收率：80% - 110%，添加已知浓度磷元素标准品，高、中、低3个不同浓度水平，验证基质葵花籽油/玉米油/菜籽油。

5. 方法等效性验证

GB/T5537-2008《粮油检验 磷脂含量的测定》方法定量限为磷元素含量 $\geq 10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 起草单位选取适当浓度样品，使用GB/T5537-2008《粮油检验 磷脂含量的测定》同步检测，进行显著性差异分析。

3 方法验证结论

1. 定量限（ LOQ ）

经三家实验室分别使用标准品配制样品并进行20次平行实验，检测验测结果符合 $LOQ \leq 0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 要求。

2. 线性范围

通过对标准曲线进行线性拟合，标准曲线符合相关系数 $R^2 \geq 0.999$ （覆盖 $0\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ - $5\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 浓度区间）的要求。

3. 精密度

3家实验室对葵花籽油、玉米油、菜籽油等3种食用油样品基质中磷元素进行了比对检测，3家验证单位的比对验证结果显示，不同基质样品、不同实验室 RSD 为2.48%-9.98%，极差在 $0.039\text{-}7.6\text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。结果符合要求。

4. 正确度

3家实验室进行回收率三浓度水平试验，高、中、低3个不同浓度水平，验证基质葵花籽油/玉米油/菜籽油的测试回收率为90.4%-107.4%。

5. 方法等效性验证

准备葵花籽油、玉米油、菜籽油3种代表性食用油基质，每种基质按照适当浓度梯度准备6份样品，经对检测数据进行分析，GB/T5537-2008《粮油检验 磷脂含量的测定》和团标检测方法的检测结果不存在显著性差异。

（二）预期的经济效果

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，磷脂检测项目作为食用油生产企业日常监测的重要指标，其检测方法的准确性直接影响企业的日常生产，团标方法投入使用后，将为食用油脂行业提供一种更加准确、快速的检测方法，促进油料油脂产业磷脂检测技术发展。同时随着团标方法检测精度的提升，为后续企业适度精准加工保留磷脂提供了更加可靠的检测方法支撑。

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。

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

《植物油中磷脂含量检测电感耦合等离子体发射光谱法》团体标准起草组

2025年10月20日