

ICS XXX

CCS XXX

团 标 准

T/CCOA XXX—XXXX

植物油中磷脂含量检测 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of phospholipid content in vegetable oil

-- Inductively coupled plasma optical emission spectrometric method

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国粮油学会 发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国粮油学会提出。

本文件起草单位：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、国家粮食和物资储备局科学研究院。

本文件主要起草人：刘昌树、刘玉兰、刘建国、王赛、代立刚、贾强、蔡志静、王佳雅

植物油中磷脂含量检测电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件根据 GB/T1.1 规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定植物油中磷脂含量的原理、试剂、仪器、试样制备、操作步骤、结果表示和精密度等。

本文件适用于植物油中磷脂的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5524 动植物油脂 扪样

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

磷脂 phosphatide

由甘油、脂肪酸、磷酸、氨基醇和环醇等构成的化合物。

4 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，以磷元素的特征谱线波长定性；待测磷元素谱线信号强度与磷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。

5 试剂

5.1 硝酸（70%，质量浓度），电子级超纯试剂。

5.2 硝酸溶液（5+95）。取50mL硝酸，缓慢加入950mL水中，混匀。

5.3 磷元素标准液：浓度 1000mg/L，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。

5.4 氩气（Ar）：液氩或高纯氩（纯度≥99.995%）。

6 仪器

6.1 分析天平，精确至0.001g。

6.2 微波消解仪。

6.3 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

6.4 可调式控温电热板。

7 操作步骤

7.1 油脂样品预处理

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1h，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。将试样和空白溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线的强度信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

表1 微波参数参考条件：

阶段	功率W		升温时间min	消解温度°C	保持时间min
1	1600	100%	5	120	7
2	1600	100%	5	160	10
3	1600	100%	5	190	20

7.2 仪器测定参数

电感耦合等离子体发射光谱仪测定参考条件：

- a) 功率：1150W
- b) 等离子气流量：15L/min
- c) 辅助气流量：0.5 mL/min
- d) 雾化器气体流量：0.65 L/min
- e) 分析泵速：50 r/min
- f) 重复次数：2

7.3 标准曲线配制

配置磷元素标准工作液，精确吸取适量磷元素标准贮备液，用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配成标准工作溶液系列，各元素质量浓度为0mg/L, 1.0mg/L, 2.0mg/L, 3.0mg/L, 4.0mg/L, 5.0mg/L。将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线的强度信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，其分析谱线强度响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

8 结果表示

待测样品磷脂含量按下列公式计算：

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

式中：

X —试样中磷脂的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C —测定用试样液中待测元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 —测定用空白液中待测元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；

DF —试样消化液稀释倍数；

m —试样质量，单位为克（g）。

26.31——每毫克磷相当于磷脂的毫克数。

9 结果表示

同一试样取两个平行样测定其算术均值作为测定结果，计算结果保留三位有效数字。

10 定量限

量当称样为0.5g，定容体积为25mL时，磷元素定量限为0.5mg/kg。

11 精密度

样品中磷元素含量大于1mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%；小于或等于 1mg/kg 且大于0.5mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。
