

中华人民共和国国家标准

粮油检验 磷脂中磷脂类化合物含量的测定 高效液相色谱-蒸发光散射法

(征求意见稿)

编制说明

标准起草组

2026 年 9 月

《粮油检验 磷脂中磷脂类化合物含量的测定 高效液相色谱-蒸发光散射法》 编制说明

1. 工作简况

1.1 任务来源

1.1.1 标准任务下达

《国家标准委关于下达 2025 年第十一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2025〕69 号），下达《粮油检验 磷脂中磷脂类化合物含量的测定 高效液相色谱—蒸发光散射法》（国家标准计划号 20256669-T-449）研制计划，牵头起草单位为：武汉食品化妆品检验所。

1.1.2 标准计划项目调整

无

1.2 标准制修订的背景、必要性和重要性

磷脂因其多功能性被广泛应用于食品工业、保健品、医药领域和动物饲料。大豆是磷脂最丰富的植物油料，磷脂含量占大豆干重的 1.0%-3.2%；大豆磷脂因成本低、无胆固醇风险成为磷脂主流来源；全球大豆磷脂年产量超 20 万吨，中国占比约 30%，主要生产商集中于山东、江苏等地。

现行标准 GB/T 35867-2018《粮油检验 卵磷脂中磷脂含量的测定 高效液相色谱蒸发光散射检测法》于 2018 年 2 月 6 日发布，2018 年 9 月 1 日实施，等同采用 ISO 11701:2009 Vegetable fats and oils-Determination of phospholipids content in lecithins by HPLC using a light-scattering detector。

“lecithins”在现行版本被翻译为“卵磷脂”，而油脂行业内习惯性认为卵磷脂指磷脂酰胆碱。此翻译一定程度上产生歧义，对标准的正常使用带来不便。

此外，还有多处对 ISO 标准直接进行引用，不符合国内使用习惯；原 ISO 标准推荐的标准物质已无法获得等问题，需要进行修订。

1.3 起草过程

起草阶段。2026 年 2 月，武汉食品化妆品检验所组织召开启动会，会上就标准主体框架、具体技术内容等进行初步研讨。2026 年 2 月至 3 月，进行材料准备及标准品采购。2026 年 2 月至 3 月，武汉食品化妆品检验所进行方法条件

优化，确定检测参数。2026 年 3 月至 4 月，武汉食品化妆品检验所、武汉检验检测认证发展集团有限公司与上海源本食品质量检验有限公司共同开展实验室内方法验证。2026 年 4 月至 5 月，武汉轻工大学、武汉市储备粮保障中心、武汉检验检测认证发展集团有限公司、南京财经大学、上海源本食品质量检验有限公司、中粮佳悦（天津）有限公司共同协助推进实验室间方法验证工作。2026 年 5 月，完成征求意见稿及编制说明。

征求意见阶段。

审查阶段。

报批阶段。

1.4 标准主要起草人及其所做的工作等

江小明：统筹协调项目实施，项目研究计划制定，推进项目实施；杨永：标准框架把握；卢跃鹏：协助任务推进；毛燕妮、侯靖：方法开发；聂懿：实验室内方法验证；王澍、方慧文：信息收集；涂风琴：验证数据整理；赵康宇、李彭、狄毅、张欣、陆轶明、曾祥辉、姚望：协助实验室间方法验证；王伟：验证样品收集。

2. 标准编制原则、主要内容及其确定依据。修订标准时，还包括修订前后技术内容的对比

2.1 编制原则

本标准是根据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构与编写规则》和 GB/T 20001.4-2009《标准编写规则第 4 部分：化学分析方法》的规定进行编制的。

2.2 主要内容及其确定依据

2.2.1 标准名称及适用对象的确定

“卵磷脂”的中文概念有广义和狭义之分，广义的卵磷脂是包括卵磷脂、脑磷脂、肌醇磷脂及丝氨酸磷脂等在内的所有含磷脂类的统称（磷脂类化合物）。而狭义的卵磷脂是磷脂酰胆碱的俗名。油脂行业内，已习惯性认为卵磷脂指磷脂酰胆碱；且 GB 1886.358-2022《食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂》将“以大豆、葵花籽、油菜籽等植物油籽料或其加工副产物为主要原料，经脱水、脱杂、脱色或脱脂等工序，或以蛋黄为主要原料经提取、精制等工序制得的食物添加剂”定

义为磷脂。因此，需将标准文本名称改为《粮油检验 磷脂中磷脂类化合物含量的测定高效 液相色谱-蒸发光散射法》。

标准适用范围中的“卵磷脂”也一并更改为“磷脂”，即：

“本文件适用于粗制含油磷脂、无油磷脂和从植物油脂中获得的分馏磷脂。

由于溶血磷脂酰乙醇胺、溶血磷脂酰肌醇、溶血磷脂酸分离不完全，本文件不适用于动物磷脂、反刍动物磷脂以及酶解磷脂。”

2.2.2 标准物质的选择

ISO 11701:2009 提供的参考信息显示：标准品 ILPS-LE01 来源于国际磷脂协会(ILPS)。起草小组致函询问了国际磷脂协会(ILPS)，其回复称：ILPS 不提供任何分析标准物质（见图 1）。因此认定此条参考消息无效，在标准修订中予以删除。

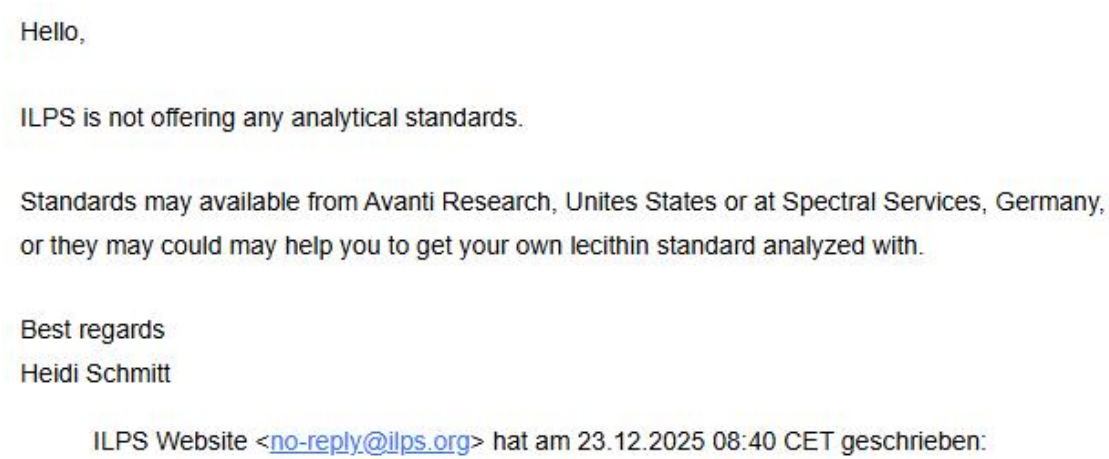


图 1 国际磷脂协会(ILPS)回复截图

起草小组调研了市售多个品牌的卵磷脂类标准物质，综合各品牌标准物质信息（见表 1），最终确定了对标准物质的描述，即：明确各标准物质的化学结构名称、来源和纯度要求。因化合物 CAS 号不明确或缺失，故不提供 CAS 号信息。

表 1 不同品牌标准物质信息汇总

化合物名称	CAS 号	来源	品牌	纯度
N-酰基-磷脂酰乙醇胺	/	大豆	欧洲药典	/
N-酰基-磷脂酰乙醇胺	/	/	阿尔塔	/
磷脂酸	475995-54-1	大豆	阿尔塔	99.0%
磷脂酸	/	大豆	美国药典	95%
磷脂酸	475995-54-1	大豆	臻准生物	98%
磷脂酰肌醇	97281-52-2	/	中检院	87.6%
磷脂酰肌醇	97281-52-2	/	阿尔塔	50.0%
磷脂酰肌醇	97281-52-2	/	源叶生物	50%
磷脂酰胆碱	/	大豆	中检院	97.3%

磷脂酰胆碱	/	大豆	欧洲药典	/
磷脂酰胆碱	8002-43-5	大豆	阿尔塔	97.3%
磷脂酰胆碱	97281-47-5	大豆	源叶生物	98.57%
磷脂酰乙醇胺	97281-51-1	大豆	安谱	99.3%
磷脂酰乙醇胺	97281-51-1	大豆	美国药典	99%
磷脂酰乙醇胺	39382-08-6	/	阿尔塔	99.0%
磷脂酰乙醇胺	97281-51-1	大豆	臻准生物	98%
溶血磷脂酰胆碱	19420-57-6	/	中检院	98.9%
溶血磷脂酰胆碱	9008-30-4	/	阿尔塔	99.9%
溶血磷脂酰胆碱	19420-57-6	/	源叶生物	99.7%

2.2.3 色谱条件验证

使用标准规定的色谱柱（默克、安捷伦、纳谱三个品牌），在标准规定的流动相条件下进行色谱分离，6 种化合物可以完全分离，且峰型对称（图 2）。考察了市场上常见的奥泰、沃特世、安捷伦和岛津的蒸发光散射检测器，均可用于检测。

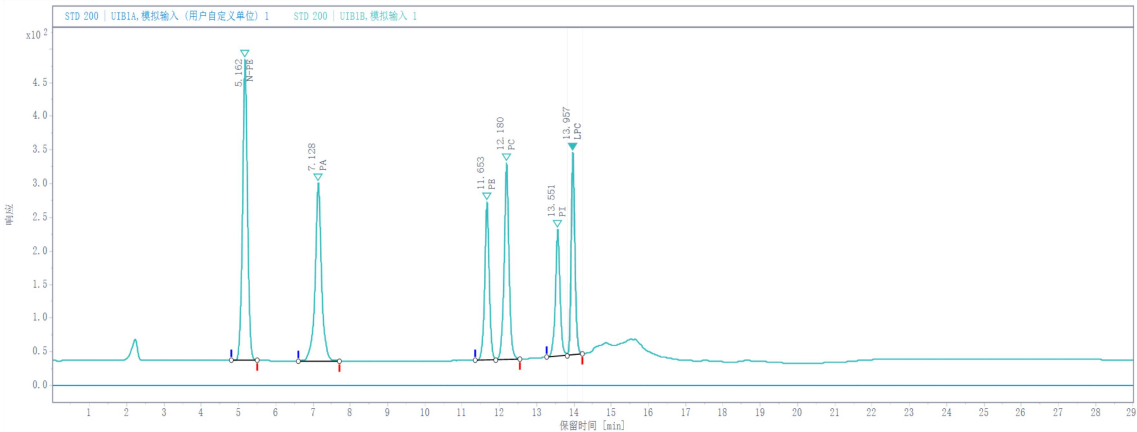


图 2 标准色谱条件下 6 种化合物的色谱图

2.2.4 标准曲线范围的确定

在多个品牌蒸发光散射仪上对不同浓度磷脂类化合物标准品进行测试发现，目标物浓度在 5 mg/L 时，响应较低，部分低端或老旧仪器设备上可能出现目标物信噪比不满足定量要求的情况。目标物浓度在 1000 mg/L 时，灵敏度较高的仪器，即使在分流模式下也会出现平头峰（过载）的情况。因此，将标准曲线范围确定为 10 mg/L-500 mg/L。

直接以 6 种化合物的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标绘制散点图，可以看到其数据点并不成线性关系（见图 3）。以标准溶液浓度的幂函数为横坐标，以峰面积的幂函数为纵坐标绘制散点图，其数据点可成线性（见图 4）。

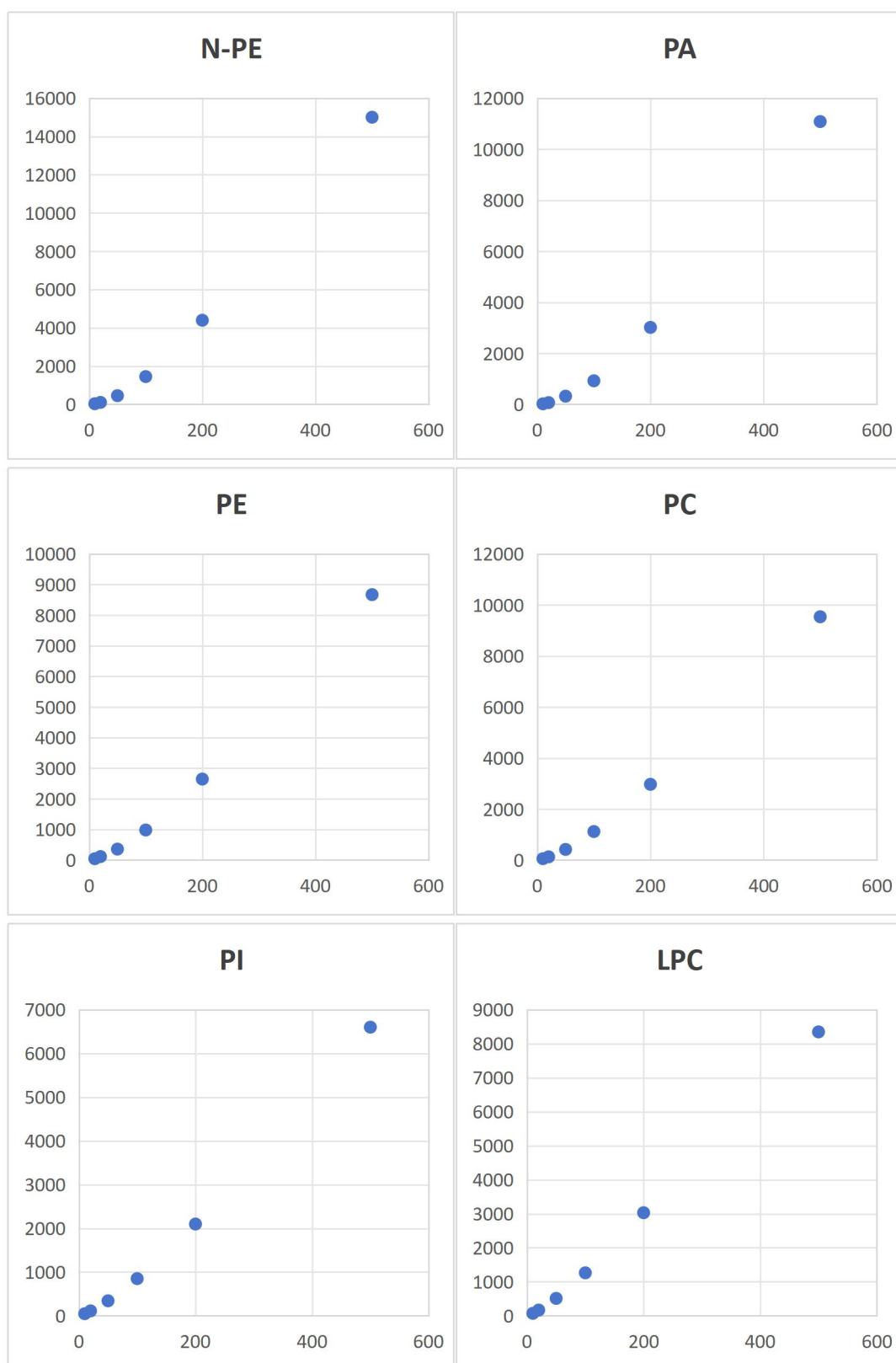


图 3 10 mg/L-500 mg/L 浓度下 6 种化合物浓度与峰面积散点图

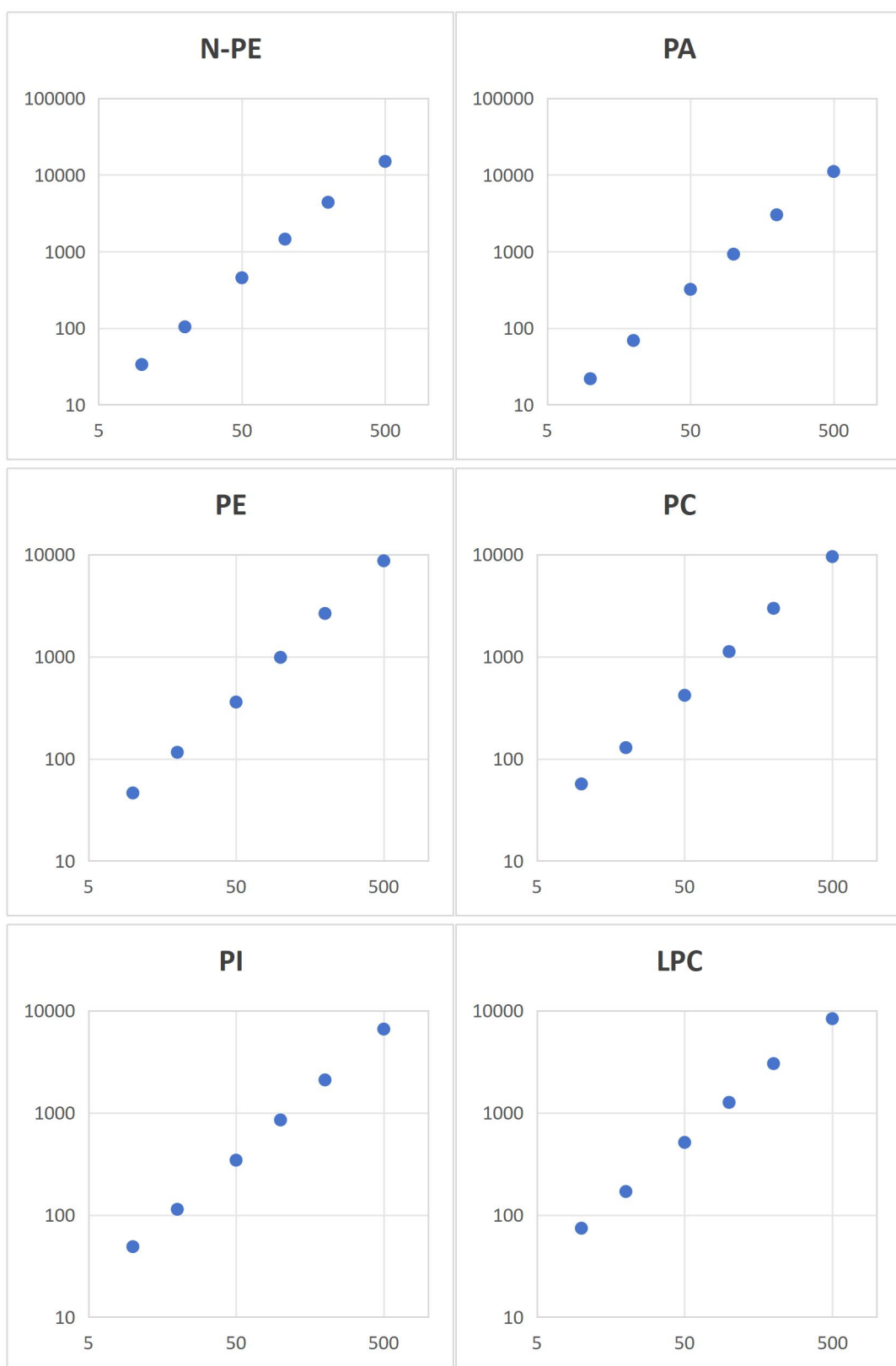


图 4 10 mg/L-500 mg/L 浓度下 6 种化合物浓度的幂函数与峰面积的幂函数散点图

2.2.5 检出限与定量限的确定

根据各化合物线性范围，仪器灵敏度和实际样品目标峰周围干扰峰响应情况，

确定各化合物检出限为 0.3 g/100g，定量限为 0.3 g/100g。

2.3 修订前后技术内容的对比

本文件与 GB/T 35867-2018 相比，主要技术变化如下：

- 1.文件名称修改为“粮油检验 磷脂中磷脂类化合物含量的测定 高效液相色谱-蒸发光散射法”；
- 2.将“1 范围”和“9.1.2 试样溶液”中“卵磷脂”改为“磷脂”；
- 3.将“8 测试样品制备”中“ISO 661”改为“GB/T 15687”；
- 4.更改了标准品和标准溶液制备的描述；
- 5.删除了国际标准中不适用的参考文献

3. 试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

3.1 实验室内方法学考察

3.1.1 专属性验证

对含油磷脂样品、无油磷脂样品和分馏磷脂样品进行分析，各类样品目标物附近均无明显干扰峰（见图 3-图 5）。10 批次磷脂样品，在分析过程中六种化合物保留时间稳定，保留时间相对偏差 $\leq 0.22\%$ （见表 2）。

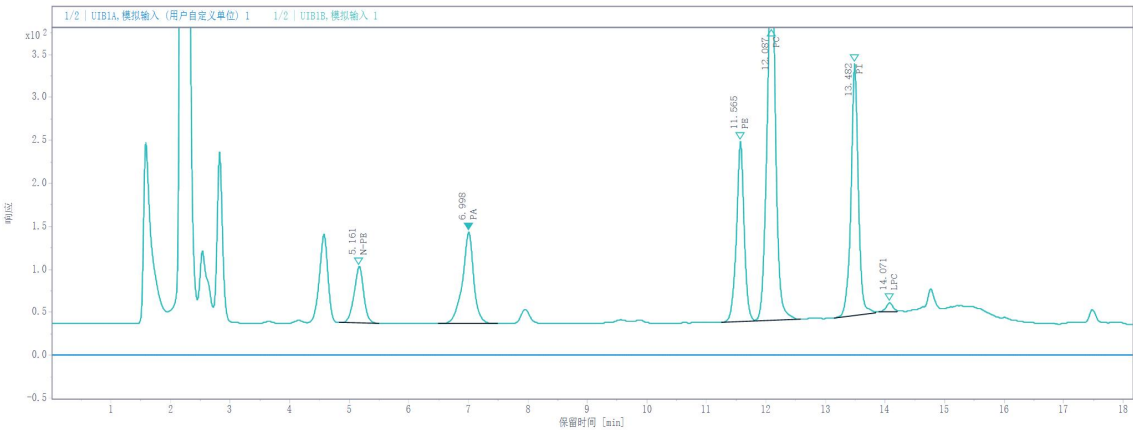


图 3 含油磷脂样品色谱图

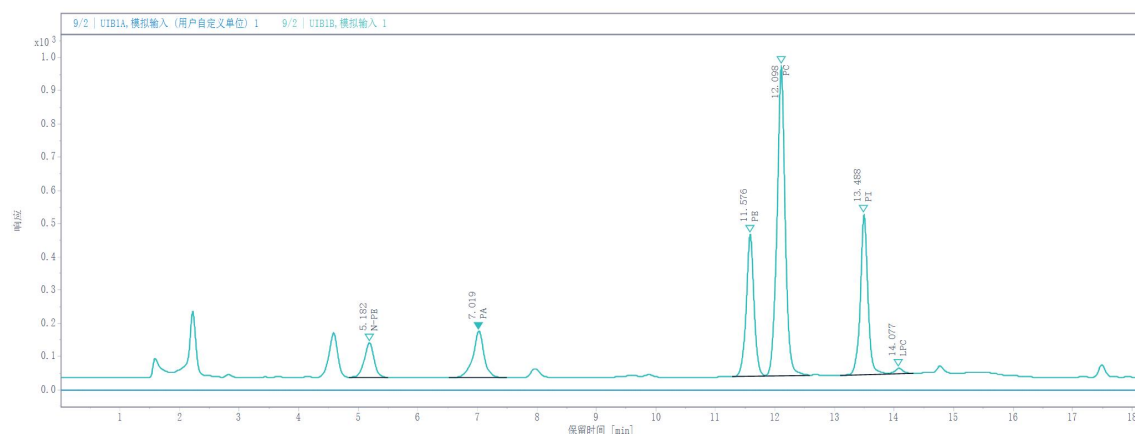


图 4 无油磷脂样品色谱图

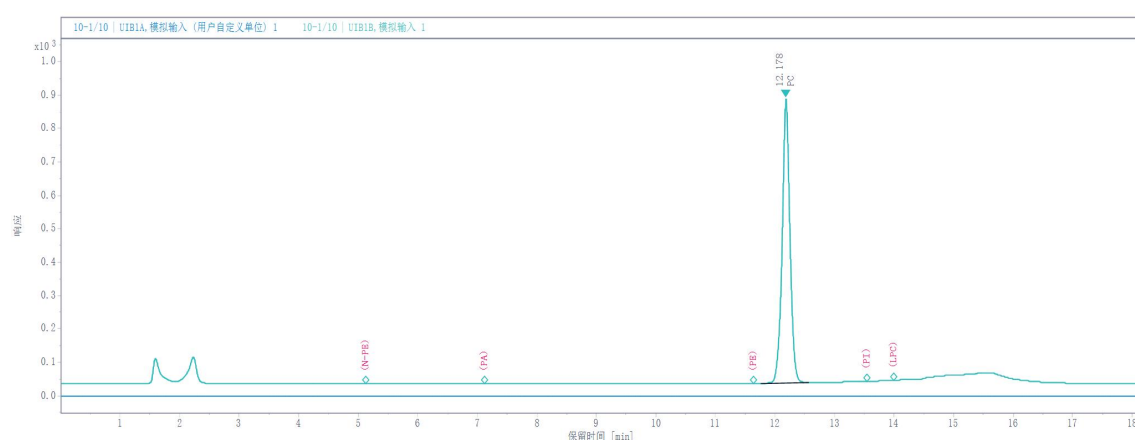


图 5 分馏磷脂样品色谱图

表 2 10 批次不同品种磷脂样品 6 种化合物保留时间偏差

序号	N-酰基-磷脂酰乙醇胺 (N-acyl-PE) /min	磷脂酸 (PA) /min	磷脂酰乙醇胺 (PE) /min	磷脂酰胆碱 (PC) /min	磷脂酰肌醇 (PI) /min	溶血磷脂酰胆碱 (LPC) /min
1	5.161	6.998	11.565	12.087	13.482	14.071
2	5.168	7.005	11.570	12.091	13.485	14.072
3	5.180	7.015	11.573	12.097	13.490	14.079
4	5.170	7.010	11.568	12.090	13.486	14.074
5	5.180	7.017	11.573	12.098	13.492	14.080
6	5.179	7.022	11.582	12.101	13.492	14.080
7	5.187	7.032	11.578	12.104	13.493	14.080
8	5.183	7.020	11.574	12.099	13.489	14.078
9	5.182	7.019	11.576	12.098	13.488	14.077
10	/	/	/	12.178	/	/
RSD %	0.16	0.14	0.045	0.22	0.027	0.025

3.1.2 线性范围验证

按标准文本 9.1.3 节要求配制浓度为 10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 和 500 mg/L 的标准工作溶液，依次上机分析，以标准溶液浓度的幂函数为横坐标，以峰面积的幂函数为纵坐标计算各化合物的线性方程及相关系数。武汉食品化妆品检验所（验证单位 1）、武汉检验检测认证发展集团有限公司（验证单位 2）与上海源本食品质量检验有限公司（验证单位 3）共同对此项目进行验证。在对数坐标系中，各化合物相关系数（ R^2 ）均 >0.99 （见表 3）。

表 3 6 种化合物线性范围

验证单位 1		
N-酰基-磷脂酰乙醇胺（N-acyl-PE）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.5822x-0.0902$, $R^2=0.996$
磷脂酸（PA）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.6593x-0.3485$, $R^2=0.999$
磷脂酰乙醇胺（PE）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.3998x+0.0562$, $R^2=0.999$
磷脂酰胆碱（PC）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.3725x+0.2414$, $R^2=0.999$
磷脂酰肌醇（PI）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.2393x+0.3570$, $R^2=0.998$
溶血磷脂酰胆碱（LPC）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.1405x+0.6847$, $R^2=0.996$
验证单位 2		
N-酰基-磷脂酰乙醇胺（N-acyl-PE）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.4245x-1.3059$, $R^2=0.998$
磷脂酸（PA）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.4776x-1.4995$, $R^2=0.997$
磷脂酰乙醇胺（PE）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.1722x-0.9823$, $R^2=0.999$
磷脂酰胆碱（PC）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.2309x-1.022$, $R^2=1.000$
磷脂酰肌醇（PI）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.274x-1.3078$, $R^2=0.998$
溶血磷脂酰胆碱（LPC）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$y=1.2398x-1.1886$, $R^2=0.999$
验证单位 3		
N-酰基-磷脂酰乙醇胺（N-acyl-PE）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$Y=x^{1.30303} \times e^{12.2509}$, $R^2=0.999$
磷脂酸（PA）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$Y=x^{1.50030} \times e^{11.1373}$, $R^2=0.999$
磷脂酰乙醇胺（PE）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$Y=x^{1.22306} \times e^{12.1051}$, $R^2=0.996$
磷脂酰胆碱（PC）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$Y=x^{1.25871} \times e^{12.1299}$, $R^2=0.997$
磷脂酰肌醇（PI）	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$Y=x^{1.25542} \times e^{11.6528}$, $R^2=0.997$

溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	线性范围	10.0-500 mg/L
	线性方程及相关系数	$Y=x^{1.16063} \times e^{12.3241}$, $R^2=0.998$

3.1.3 方法准确性验证

参照标准文本 9.1.4 节要求，称取准确定值的磷脂样品 5.00 mg，制备样品测试液，上机分析，测定样品中各化合物的含量，并计算结果和给定值的偏差，偏差≤9.66%（见表 4）。

表 4 准确定值的磷脂样品测试结果

序号	N-酰基-磷脂酰乙醇胺 (N-acyl-PE) /min	磷脂酸 (PA) /min	磷脂酰乙醇胺 (PE) /min	磷脂酰胆碱 (PC) /min	磷脂酰肌醇 (PI)/min	溶血磷脂酰胆碱 (LPC) /min
测试值/ (g/100g)	/	6.7	27.8	31.8	16.5	6.6
给定值/ (g/100g)	/	6.68	29.3	35.2	16.4	6.76
相对偏差 /%	/	0.30	5.12	9.66	0.61	2.37

3.1.4 方法精密度验证

按标准文本 9.1.4 节要求制备粗制含油磷脂、无油磷脂和分馏磷脂样品测试液各 6 份，上机分析，测定样品中各化合物的含量，并计算结果平均值和相对标准偏差。武汉食品化妆品检验所（验证单位 1）、武汉检验检测认证发展集团有限公司（验证单位 2）与上海源本食品质量检验有限公司（验证单位 3）共同对此项目进行验证。当目标化合物含量<1 g/100g 时，相对标准偏差(RSD)≤6.46%；当目标化合物含量≥1 g/100g 时，相对标准偏差（RSD）≤4.82%（见表 5）。

表 5 3 种磷脂样品测试精密度

验证单位 1								
粗制含油磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值 / g/100g	相对标准偏差 /%
N-酰基-磷脂酰乙醇胺 (N-acyl-PE)	2.91	2.92	2.92	2.95	2.96	2.97	2.9	0.845
磷脂酸 (PA)	4.92	4.97	4.92	4.97	5.02	4.96	5.0	0.754
磷脂酰乙醇胺 (PE)	7.74	7.72	7.62	7.70	7.80	7.80	7.7	0.877
磷脂酰胆碱 (PC)	11.48	11.52	11.51	11.54	11.64	11.51	11.5	0.483
磷脂酰肌醇 (PI)	11.40	11.53	11.22	11.44	11.60	11.51	11.4	1.16
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.59	0.62	0.56	0.61	0.65	0.67	0.62	6.46

无油磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值 / g/100g	相对标准偏差 /%
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	3.87	3.84	3.86	3.85	3.81	3.84	3.8	0.539
磷脂酸 (PA)	5.80	5.77	5.76	5.86	5.79	5.78	5.8	0.614
磷脂酰乙醇胺 (PE)	13.06	13.02	12.96	13.13	13.00	13.05	13.0	0.446
磷脂酰胆碱 (PC)	19.91	19.70	19.66	19.85	19.64	19.68	19.7	0.567
磷脂酰肌醇 (PI)	16.89	16.83	16.70	16.86	16.58	16.84	16.8	0.710
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.85	0.81	0.88	0.87	0.92	0.81	0.9	4.99
分馏磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值 / g/100g	相对标准偏差 /%
磷脂酰胆碱 (PC)	89.71	89.90	91.34	89.76	91.06	89.93	90.3	0.798
验证单位 2								
粗制含油磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值 / g/100g	相对标准偏差 /%
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	2.88	2.98	2.99	3.00	2.96	2.98	3.0	1.47
磷脂酸 (PA)	4.99	5.02	4.98	5.09	4.99	4.91	5.0	1.17
磷脂酰乙醇胺 (PE)	7.49	7.50	7.39	7.48	7.51	7.42	7.5	0.649
磷脂酰胆碱 (PC)	11.52	11.39	11.43	11.22	11.49	11.54	11.4	1.03
磷脂酰肌醇 (PI)	10.59	10.56	10.55	10.56	10.40	10.62	10.5	0.724
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.79	0.81	0.83	0.80	0.79	0.82	0.8	2.02
无油磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值 / g/100g	相对标准偏差 /%
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	3.95	3.82	3.85	3.82	3.87	3.85	3.9	1.25
磷脂酸 (PA)	5.72	5.55	5.50	5.56	5.41	5.51	5.5	1.85
磷脂酰乙醇胺 (PE)	12.31	12.53	12.42	12.18	12.16	12.03	12.3	1.50
磷脂酰胆碱 (PC)	18.79	18.69	18.80	18.67	18.68	18.72	18.7	0.304
磷脂酰肌醇 (PI)	15.58	15.42	15.39	15.65	15.29	15.40	15.5	0.865
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.90	0.98	0.97	0.95	0.95	0.96	1.0	2.93
分馏磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值 / g/100g	相对标准偏差 /%
磷脂酰胆碱 (PC)	90.67	90.49	90.65	90.80	90.53	90.47	90.6	0.141
验证单位 3								
粗制含油磷脂								
化合物名称	1#/ g/100g	2#/ g/100g	3#/ g/100g	4#/ g/100g	5#/ g/100g	6#/ g/100g	平均值	相对标准偏差

	g/100g	100g	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	/g/100g	准偏差/%
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	2.98	3.15	3.06	2.90	3.11	2.86	3.01	3.86
磷脂酸 (PA)	5.01	5.15	5.00	5.00	5.12	4.97	5.04	1.47
磷脂酰乙醇胺 (PE)	7.35	7.27	7.54	7.40	7.55	7.03	7.36	2.63
磷脂酰胆碱 (PC)	10.1	10.2	10.2	11.3	10.7	9.97	10.4	4.82
磷脂酰肌醇 (PI)	10.6	10.6	10.2	10.1	11.0	11.4	10.6	4.61
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.557	0.596	0.562	0.626	0.567	0.560	0.578	4.75
无油磷脂								
化合物名称	1#/g/100g	2#/g/100g	3#/g/100g	4#/g/100g	5#/g/100g	6#/g/100g	平均值/g/100g	相对标准偏差/%
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	3.94	3.78	3.70	3.58	3.60	3.71	3.72	3.54
磷脂酸 (PA)	5.99	5.89	5.94	5.82	5.95	6.11	5.95	1.64
磷脂酰乙醇胺 (PE)	12.5	12.1	12.0	12.5	11.1	12.4	12.1	4.40
磷脂酰胆碱 (PC)	18.0	17.3	18.2	18.9	16.5	17.9	17.8	4.61
磷脂酰肌醇 (PI)	14.9	14.4	15.1	15.0	13.9	15.8	14.8	4.37
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.692	0.745	0.733	0.726	0.666	0.695	0.710	4.22
分馏磷脂								
化合物名称	1#/g/100g	2#/g/100g	3#/g/100g	4#/g/100g	5#/g/100g	6#/g/100g	平均值/g/100g	相对标准偏差/%
磷脂酰胆碱 (PC)	89.3	92.9	89.0	91.3	90.3	91.4	90.7	1.61

3.1.5 检出限与定量限验证

(1) 检出限的验证

检出限验证采用配置低浓度标准溶液，计算目标物信噪比 (S/N) 的方式进行验证。当 6 种化合物浓度为 5 mg/L 时，信噪比均 > 3 (见表 6)。按取样量 255 mg，定容体积 50 mL 计算，6 种化合物的检出限为 0.1 g/100g。

表 6 6 种化合物检出限信噪比

化合物名称	化合物浓度 (mg/L)	信噪比 (S/N)
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	4.451	17.1
磷脂酸 (PA)	4.096	7.2
磷脂酰乙醇胺 (PE)	6.297	38.6

磷脂酰胆碱 (PC)	5.654	42.8
磷脂酰肌醇 (PI)	3.126	33.7
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	8.940	94.8

(2) 含油磷脂定量限的验证

含油磷脂定量限验证采用实际样品稀释至定量限 (0.3 g/100g) 附近浓度, 计算目标物信噪比 (S/N) 的方式进行验证。武汉食品化妆品检验所 (验证单位 1)、武汉检验检测认证发展集团有限公司 (验证单位 2) 与上海源本食品质量检验有限公司 (验证单位 3) 共同对此项目进行验证。6 种化合物在定量限浓度下的信噪比均 > 10 (见表 7)。

表 7 含油磷脂样品定量限信噪比

验证单位 1		
化合物名称	化合物含量 (g/100g)	信噪比 (S/N)
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (N-acyl-PE)	0.27	623.6
磷脂酸 (PA)	0.23	207.5
磷脂酰乙醇胺 (PE)	0.17	331.5
磷脂酰胆碱 (PC)	0.26	821.3
磷脂酰肌醇 (PI)	0.23	635.7
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.29	331.7
验证单位 2		
化合物名称	化合物含量 (g/100g)	信噪比 (S/N)
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (N-acyl-PE)	0.30	90.2
磷脂酸 (PA)	0.29	39.2
磷脂酰乙醇胺 (PE)	0.29	50.0
磷脂酰胆碱 (PC)	0.30	123.9
磷脂酰肌醇 (PI)	0.30	93.8
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.28	142.9
验证单位 3		
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (N-acyl-PE)	0.29	254.33
磷脂酸 (PA)	0.26	68.05
磷脂酰乙醇胺 (PE)	0.28	131.54
磷脂酰胆碱 (PC)	0.27	47.84
磷脂酰肌醇 (PI)	0.26	35.24
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.28	96.25

(3) 无油磷脂定量限的验证

无油磷脂定量限验证采用分馏磷脂 (只含磷脂酰胆碱) 样品, 加标至定量限 (0.3 g/100g) 附近浓度, 计算目标物信噪比 (S/N) 的方式进行验证, 5 种化合物在定量限浓度下的信噪比均 > 10 (见表 8)。

表 8 无油磷脂样品定量限信噪比

化合物名称	化合物含量 (g/100g)	信噪比 (S/N)
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙醇胺 (<i>N</i> -acyl-PE)	0.31	261.0
磷脂酸 (PA)	0.30	140.9
磷脂酰乙醇胺 (PE)	0.38	280.5
磷脂酰胆碱 (PC)	/	/
磷脂酰肌醇 (PI)	0.31	300.7
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	0.31	609.2

3.2 实验室间协同试验

组织了湖北省食品质量安全监督检验研究院（湖北食品、保健食品、化妆品质量安全检测中心）、湖北省产品质量监督检验研究院、江苏省农业科学院中心实验室、上海科茂粮油食品质量检测有限公司和广州检验检测认证集团有限公司共 5 家机构，对三种类别磷脂样品进行检测，验证了方法的线性范围、精密度和定量限。对验证结果进行统计分析，计算重复性与再现性。

3.2.1 验证实验室仪器设备情况

表 9 实验室间验证机构信息汇总

验证机构编号	验证机构名称	液相色谱仪品牌/型号	蒸发光散射检测器品牌/型号
1	湖北省食品质量安全监督检验研究院（湖北食品、保健食品、化妆品质量安全检测中心）	沃特世 2695	沃特世 2424
2	湖北省产品质量监督检验研究院	沃特世 2695	沃特世 2424
3	江苏省农业科学院中心实验室	安捷伦 1260	安捷伦 1260 Infinity II
4	上海科茂粮油食品质量检测有限公司	岛津 LC-40D	岛津 ELSD-III
5	广州检验检测认证集团有限公司	岛津 LC-30A	岛津 ELSD-LT II

3.2.2 实验室间验证线性情况

各验证单位配备了含量为 10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 和 500 mg/L 的标准溶液，依次上机分析，以标准溶液浓度的幂函数为横坐标，以峰面积的幂函数为纵坐标计算各化合物的线性方程及相关系数，在对数坐标系中，各化合物相关系数（ R^2 ）均 >0.99 （见表 10）。

表 10 实验室间验证线性情况

化合物名称	验证机构编号	线性范围	线性方程及相关系数
<i>N</i> -酰基-磷脂酰乙	1	10.0-500 mg/L	$y=1.42x-1.32$, $R^2=0.998$

醇胺 (N-acyl-PE)	2	10.0-500 mg/L	$y=1.37x+2.98$, $R^2=0.998$
	3	10.0-500 mg/L	$y=1.44x+0.594$, $R^2=0.998$
	4	10.0-500 mg/L	$y=x^{1.32505}\times e^{11.7863}$, $R^2=0.997$
	5	10.0-500 mg/L	$y = x^{1.60859}\times e^{6.37096}$, $R^2=0.997$
磷脂酸 (PA)	1	10.0-500 mg/L	$y=1.46x-1.50$, $R^2=0.999$
	2	10.0-500 mg/L	$y=1.41x+2.71$, $R^2=0.995$
	3	10.0-500 mg/L	$y=1.49x+0.390$, $R^2=0.999$
	4	10.0-500 mg/L	$y=x^{1.50826}\times e^{10.6036}$, $R^2=0.997$
	5	10.0-500 mg/L	$y = x^{1.62766}\times e^{5.82522}$, $R^2=0.998$
磷脂酰乙醇胺 (PE)	1	10.0-500 mg/L	$y=1.20x-1.05$, $R^2=0.998$
	2	10.0-500 mg/L	$y=1.24x+2.54$, $R^2=0.999$
	3	10.0-500 mg/L	$y=1.35x+0.441$, $R^2=0.999$
	4	10.0-500 mg/L	$y=x^{1.25079}\times e^{11.5370}$, $R^2=0.998$
	5	10.0-500 mg/L	$y = x^{1.38666}\times e^{6.56982}$, $R^2=0.996$
磷脂酰胆碱 (PC)	1	10.0-500 mg/L	$y=1.21x-1.00$, $R^2=0.999$
	2	10.0-500 mg/L	$y=1.28x+2.54$, $R^2=0.997$
	3	10.0-500 mg/L	$y=1.11x+1.17$, $R^2=0.991$
	4	10.0-500 mg/L	$y==x^{1.22845}\times e^{11.8136}$, $R^2=0.998$
	5	10.0-500 mg/L	$y = x^{1.36038}\times e^{7.02276}$, $R^2=0.997$
磷脂酰肌醇 (PI)	1	10.0-500 mg/L	$y=1.26x-1.28$, $R^2=0.999$
	2	10.0-500 mg/L	$y=1.10x+2.70$, $R^2=0.997$
	3	10.0-500 mg/L	$y=1.27x+0.555$, $R^2=0.997$
	4	10.0-500 mg/L	$y==x^{1.33958}\times e^{10.7326}$, $R^2=0.996$
	5	10.0-500 mg/L	$y = x^{1.20656}\times e^{7.00214}$, $R^2=0.995$
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	1	10.0-500 mg/L	$y=1.26x-1.2344$, $R^2=0.998$
	2	10.0-500 mg/L	$y=1.11x+2.75$, $R^2=0.999$
	3	10.0-500 mg/L	$y=1.27x+0.710$, $R^2=0.999$
	4	10.0-500 mg/L	$y==x^{1.07375}\times e^{12.3287}$, $R^2=0.998$
	5	10.0-500 mg/L	$y = x^{1.29267}\times e^{7.13093}$, $R^2=0.997$

3.2.3 实验室间验证实际样品检测情况

各验证单位对粗制含油磷脂、无油磷脂和分馏磷脂样品进行检测, 平行测定 6 次, 计算结果平均值和相对标准偏差。当目标化合物含量 <1 g/100g 时, 各验

证单位相对标准偏差（RSD）≤6.82%；当目标化合物含量≥1 g/100g 时，各验证单位相对标准偏差（RSD）≤5.61%（见表 11）。

表 11 实验室间验证实际样品检测情况

化合物名称	验证机构编号	粗制含油磷脂		无油磷脂		分馏磷脂	
		平均值/ g/100g	相对标准偏差 /%	平均值/ g/100g	相对标准偏差 /%	平均值/ g/100g	相对标准偏差 /%
N-酰基-磷脂 酰乙醇胺 (N-acyl-PE)	1	2.9	1.75	3.8	1.05	/	/
	2	2.3	5.61	2.9	0.884	/	/
	3	2.8	2.11	3.5	2.21	/	/
	4	3.2	0.871	4.0	1.56	/	/
	5	2.8	1.86	3.7	2.50	/	/
磷脂酸（PA）	1	4.8	2.65	5.6	2.38	/	/
	2	4.9	1.54	5.5	2.19	/	/
	3	4.5	2.01	4.9	2.00	/	/
	4	5.2	0.526	6.4	1.95	/	/
	5	4.7	2.53	5.2	2.68	/	/
磷脂酰乙醇胺 （PE）	1	7.4	1.82	12.1	1.80	/	/
	2	7.9	3.36	12.8	1.01	/	/
	3	7.0	2.42	11.3	1.78	/	/
	4	7.4	1.36	12.1	2.18	/	/
	5	7.7	2.44	12.4	1.97	/	/
磷脂酰胆碱 （PC）	1	11.2	1.76	18.6	1.06	90.4	0.49
	2	11.9	1.98	19.6	1.71	85.9	1.33
	3	11.4	2.57	18.8	2.02	90.4	1.57
	4	10.8	0.697	18.1	1.94	92.4	2.02
	5	11.7	2.32	19.2	1.43	90.7	0.586
磷脂酰肌醇 （PI）	1	10.4	1.12	15.3	1.31	/	/
	2	12.7	0.823	17.6	2.08	/	/
	3	10.3	1.83	14.9	1.61	/	/

	4	10.0	1.35	15.0	2.15	/	/
	5	11.2	1.06	16.0	0.938	/	/
溶血磷脂酰胆碱（LPC）	1	0.8	1.36	0.9	3.57	/	/
	2	0.6	6.12	0.8	3.57	/	/
	3	0.7	6.82	0.9	2.93	/	/
	4	0.5	4.95	0.7	3.19	/	/
	5	0.9	3.25	1.0	3.85	/	/

3.2.3 实验室间验证定量限情况

各验证单位将粗制含油磷脂样品稀释至定量限（0.3 g/100g）附近浓度，计算目标物信噪比（S/N），6 种化合物在定量限浓度下的信噪比均>10（见表 12）。

表 12 实验室间验证定量限情况

化合物名称	验证机构编号	待测样品含量/（g/100g）	S/N
N-酰基-磷脂酰乙醇胺（N-acyl-PE）	1	0.30	87.4
	2	0.22	90.1
	3	0.14	33.7
	4	0.29	86.2
	5	0.24	20.5
磷脂酸（PA）	1	0.30	37.1
	2	0.19	50.0
	3	0.23	35.5
	4	0.26	16.4
	5	0.25	11.5
磷脂酰乙醇胺（PE）	1	0.30	50.4
	2	0.19	29.7
	3	0.17	46.6
	4	0.29	32.1
	5	0.27	11.9
磷脂酰胆碱（PC）	1	0.30	125.7

	2	0.26	51.5
	3	0.29	95.0
	4	0.27	26.1
	5	0.20	17.2
磷脂酰肌醇 (PI)	1	0.29	92.2
	2	0.23	41.8
	3	0.26	81.7
	4	0.26	17.0
	5	0.25	12.8
溶血磷脂酰胆碱 (LPC)	1	0.27	141.4
	2	0.30	14.4
	3	0.03	11.5
	4	0.28	24.9
	5	0.28	18.2

3.2.4 重复性限与再现性

方法研制单位将粗制含油磷脂、无油磷脂和分馏磷脂共 3 份样品分发给 5 家验证单位。验证单位按所述方法进行检测，平行测定 6 次。对结果进行统计分析，先进行柯克伦检验和格拉布斯检验，以检验是否有离群的数据。检验结果表明没有离群的数据，3 份样品的复性限与再现性信息见表 13-表 18。

表 13 *N*-酰基-磷脂酰乙醇胺重复性限与再现性

参数	样品	
	粗制含油磷脂	无油磷脂
参加实验室数量, N	5	5
排除离群值后的实验室数量, n	5	5
所有实验室对每个样品的测定次数, z	6	6
平均值, /g/100g	2.79	3.58
重复性标准差, S_r	0.072	0.065
重复性限, r	0.20	0.18
重复性相对标准差, /%	2.57	1.80
再现性标准差, S_R	0.34	0.40
再现性限, R	0.96	1.12
再现性相对标准差, /%	12.2	11.2

表 14 磷脂酸重复性限与再现性

参数	样品	
	粗制含油磷脂	无油磷脂
参加实验室数量, N	5	5
排除离群值后的实验室数量, n	5	5
所有实验室对每个样品的测定次数, z	6	6
平均值, /g/100g	4.84	5.53
重复性标准差, S_r	0.094	0.12
重复性限, r	0.26	0.35
重复性相对标准差, /%	1.94	2.26
再现性标准差, S_R	0.29	0.56
再现性限, R	0.81	1.56
再现性相对标准差, /%	5.98	10.1

表 15 磷脂酰乙醇胺重复性限与再现性

参数	样品	
	粗制含油磷脂	无油磷脂
参加实验室数量, N	5	5
排除离群值后的实验室数量, n	5	5
所有实验室对每个样品的测定次数, z	6	6
平均值, /g/100g	7.47	12.1
重复性标准差, S_r	0.18	0.22
重复性限, r	0.50	0.61
重复性相对标准差, /%	2.41	1.79
再现性标准差, S_R	0.41	0.58
再现性限, R	1.15	1.63
再现性相对标准差, /%	5.49	4.80

表 16 磷脂酰胆碱重复性限与再现性

参数	样品		
	粗制含油磷脂	无油磷脂	分馏磷脂
参加实验室数量, N	5	5	5
排除离群值后的实验室数量, n	5	5	5
所有实验室对每个样品的测定次数, z	6	6	6
平均值, /g/100g	11.40	18.89	89.95
重复性标准差, S_r	0.23	0.32	1.39
重复性限, r	0.64	0.88	3.90
重复性相对标准差, /%	2.01	1.67	1.55
再现性标准差, S_R	0.48	0.64	2.72
再现性限, R	1.35	1.78	7.63

再现性相对标准差, /%	4.22	3.37	3.03
--------------	------	------	------

表 17 磷脂酰肌醇重复性限与再现性

参数	样品	
	粗制含油磷脂	无油磷脂
参加实验室数量, N	5	5
排除离群值后的实验室数量, n	5	5
所有实验室对每个样品的测定次数, z	6	6
平均值, /g/100g	10.92	15.76
重复性标准差, S_r	0.14	0.26
重复性限, r	0.38	0.74
重复性相对标准差, /%	1.25	1.68
再现性标准差, S_R	1.06	1.14
再现性限, R	2.97	3.20
再现性相对标准差, /%	9.72	7.26

表 18 溶血磷脂酰胆碱重复性限与再现性

参数	样品	
	粗制含油磷脂	无油磷脂
参加实验室数量, N	5	5
排除离群值后的实验室数量, n	5	5
所有实验室对每个样品的测定次数, z	6	6
平均值, /g/100g	0.69	0.86
重复性标准差, S_r	0.032	0.031
重复性限, r	0.090	0.087
重复性相对标准差, /%	4.68	3.59
再现性标准差, S_R	0.15	0.11
再现性限, R	0.41	0.31
再现性相对标准差, /%	21.3	13.0

3.3 意见汇总

本标准在研制过程中共征求意见条意见,起草小组对所有收集到的意见进行回复,已将汇总见表 19。

表 19 征求意见汇总

序号	标准章条编号	修改建议	修改理由	处理意见
1	引言 c)	将“GB/T15687 替换了 ISO661”修改为“GB/T 15687 替换了 ISO 661”	标准编号规范性	采纳

2	2 规范性引用文件	增加 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法	实验用水的规范性要求	采纳
3	5.7 标准品	建议增加 CAS 号, 并明确具体用哪种 (标准编制说明中 PC、PE、LPC 等物质 CAS 号不统一)	方便标准使用者购入以及标准执行	不采纳, 部分磷脂没有 CAS 号, 已注明各种磷脂的来源。
4	10 结果计算和表述	建议“计算结果保留一位小数。”修改为“计算结果保留两位小数。”	百分含量的结果, 四舍五入保留一位小数时结果偏差容易较大; 附录 B 的表 B.1~B.6 中 “平均值, $\bar{w}$ (质量分数)/ %”均保留至小数点后两位	不采纳, 与 ISO 原文保持一致。
5	附录 B 联合实验室测试结果	建议将“这次研究共有三个样品”修改为“这次研究共有 A 粗制大豆磷脂、B 粗制大豆磷脂、C 大豆磷脂中 PC 馏分等三个样品”	表 B.1~B.6 中只有 B.4 中涉及第三个样品“C: 大豆磷脂中 PC 馏分”, 标准使用者更易懂	不采纳, 与 ISO 原文保持一致。
6	/	在文本后增加与 ISO 11701:2009 相比技术差异的一览表, 作为资料性附录。	本文件为修改采用 ISO 11701:2009, 根据 GB/T 1.2—2020《标准化工作导则 第 2 部分: 以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》的相关要求, 当结构调整、技术差异较多时, 宜将陈述结构调整、技术差异的内容移作资料性附录。	采纳
7	6 仪器和设备	核对修正第 6 章中仪器设备的序号。	仪器设备序号有误。	采纳
8	前言; 6.2; 7	在前言中补充说明与 GB/T 35867—2018 相比, 对规范性引用文件所作的修改情况, 并标注其他条款技术内容的调整之处, 例如文本中 6.2 处、7 处。	部分调整之处未在前言中说明。	采纳
9	5.8 高效液相色谱流动相	“若配置 2.5L 流动相, 则称取 1 646.2 g 异丙	前文已提到为称重, 可以把体积单位删去, 与其他	不采纳, 并非强制采用称重, 给

	5.8.1 A 相和 5.8.2 B 相	醇、350.0 g 水、39.4 g 乙酸和 1.45 g (2.0 mL) 三乙胺。”和“若配制 2.5 L 流动相, 则称取 1 341.4 g 正己烷、331.5 g 异丙醇、39.4 g 乙酸和 1.45 g (2.0 mL) 三乙胺。”中的“(2.0mL)”删除。	流动相溶剂均用重量单位保持一致。	出体积单位方便使用。
10	8 测试样品的制备	“样品应在 60℃以下融化, 避免加热温度过高, 然后剧烈搅拌均匀质。”修改为“熔化”、“均质”。	与 GB15687 中用语保持一致。	采纳
11	9.1.4 试样溶液	“过滤试样溶液得到测试液。”修改为“过滤试样溶液, 待上机测定。”	与 9.1.1-9.1.3 的标题及定语保持一致。	采纳
12	6.4 过滤器	过滤器是否考虑补充滤径和材质等内容。		采纳
13	9.2 高效液相色谱参考条件	“流速: 1.0 mL/min”不恰当。	表 1 中的流速有 1.0ml/min 和 2.0ml/min。	不采纳, 2.0 mL/min 为柱冲洗流速, 一并在高效液相色谱参考条件中给出。
14	前言	增加技术变化对照表, 逐条列出新旧标准在范围、原理、试剂、仪器、结果计算等方面的差异。	内容完整性 未列出与 GB/T 35867-2018 的主要技术变化对照表	采纳
15	附录 B	建议结合编制说明数据更新。	联合实验数据来源于 1996 年, 仪器与方法已有改进, 数据陈旧。	不采纳, 与 ISO 原文保持一致。
16	编制说明	补充完整数据, 或说明机构 5 未参与的原因	实验室间验证数据不完整 表 9 中验证机构 5 的设备信息空白; 表 10、表 11 中验证机构 5 的线性方程和检测结果缺失	采纳, 已补充完整。
17	编制说明	方法准确性验证采用“准确定值的磷脂样品”测试, 未进行加标回收试验, 建议酌情补充加标回收实验。	方法准确性验证采用“准确定值的磷脂样品”测试, 未进行加标回收试验	不采纳, 采用“准确定值的磷脂样品”测试可以有效验证方法的准确性; 该方法前处理为直接溶解

				样品，没有目标物损失，加标回收实验意义不大。
18	4 原理	“与标准物质比较进行定量”修改为“保留时间定性，外标法定量”	原理描述更完整	采纳
19	5 试剂和材料	化学试剂建议增加化学式； 混合溶剂建议使用体积比，如 80：20，不建议使用 80%	溶剂混合后体积因分子间空隙填充和作用力可能发生改变	采纳
20	9.1 标准储备液、中间溶液和工作溶液	建议增加储存温度和有效期限，工作溶液可增加临用现配	便于标准溶液的储存和使用	不采纳，与 ISO 原文保持一致。
21	9.4 测定	建议将进样体积合并到色谱参考条件中，测定部分只进行了定性描述，定量部分缺乏完整描述	明确磷脂类化合物含量测定方法	不采纳，与 ISO 原文保持一致。定量描述在“结果计算和表述”中。
22	5.8.1 5.8.2	1.45 g (2.0 mL) 三乙胺 建议删除 2.0mL	为使流动相配制比例稳定，需考虑溶剂密度，建议将所有溶剂称重。只需要保留重量即可。	不采纳，与 ISO 原文保持一致。
23	6.1 高效液相色谱柱 (250 mm×4.0 mm)	填料为二醇键合的球形硅胶球形微粒 (5 μm) 修改为 二醇键合的球形硅胶微粒	语句表述不通顺	采纳
24	9.2 高效液相色谱参考条件	技术参数后面建议加：不同型号 ELSD 参数设定根据具体 ELSD 型号来调整。	其他品牌 ELSD 和这个都不通用	不采纳，此处为参考条件，使用者可根据实际情况自行调整。
25	9.3 标准曲线	一般用对数函数 (log 函数) 做 ELSD 曲线		不采纳，不同设备工作站可能使用的函数不同。
26	3.1 单组分磷脂含量	补充术语：磷脂、粗制含油磷脂、无油磷脂、分馏磷脂、溶血磷脂等，每条配中英文。		采纳
27	2 规范性引用文件	精密度计算依据 ISO 5725，未在 2 章规		部分采纳，资料性附录中涉及精

		范性引用中列入， GB/T 5524 动植物油脂 扦样也未在规范性引用目录中。		密度计算，计算依据已作为参考文献给出。
28	5.6 混合溶剂	没有规定溶剂混合后静置、脱气、有效期，有机相混合后易分层、挥发，缺少保存条件与使用期限。		采纳
29	9.3 标准曲线	ELSD 为质量型检测器，标准曲线采用幂函数拟合，但未给出拟合方程、相关系数合格判定限值。		不采纳，经调查，不同品牌仪器工作站拟合方程呈现方式不同，故不便直接给出。

4. 与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本方法等同采用 ISO 11701:2009 Vegetable fats and oils-Determination of phospholipids content in lecithins by HPLC using a light-scattering detector。其技术与内容与 AOCS Official Method Ja 7c-07 Determination of Lecithin Phospholipids by HPLC-LSD 一致。

5. 以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本方法等同采用 ISO 11701:2009 Vegetable fats and oils-Determination of phospholipids content in lecithins by HPLC using a light-scattering detector。

6. 与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准为测定方法标准，与现行的法律、法规及国家、强制性国家标准没有矛盾。

7. 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

8. 涉及专利的有关说明

无。

**9. 实施标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议
等措施建议**

（1）实施前标准文本应具有可获得性，包括电子版本和印刷版本。

（2）该标准实施过渡期建议为 6 个月。

10. 其他应当说明的事项

经对标准进行公平竞争审查，未发现存在违反《公平竞争审查条例》相关规定的情况。

《粮油检验 磷脂中磷脂类化合物含量的测定
高效液相色谱-蒸发光散射法》粮食行业标准起草组

2026 年 9 月 1 日