

紫外分光光度法测定食用油中磷脂的含量

UV-043

摘要: 本文参考 GB/T 5537-2008《粮油检验磷脂含量的测定》,采用钼蓝比色法测试了食用油中磷脂含量。在 0 ~ 0.08 mg 范围内线性关系良好, r^2 为 0.9995, RSD 为 0.21%, 回收率在 89 ~ 96%, 该法简单, 快速, 灵敏度高, 适用于食用油中磷脂含量的质量检测。

关键词: 紫外分光光度法食用油磷脂

磷脂是一种含磷的类脂化合物。由一个分子的甘油和两个脂肪酸, 一个磷酸核一个氨基醇残基所组成的复杂化合物。适量的磷脂具有良好的修复肝细胞, 对脑有保健作用而广泛用于保健食品中。磷脂能在含水很少的油脂中溶解, 在制油时, 油料中的磷脂会转到油脂中。由于磷脂具有亲水性, 能促使油脂水解, 降低了油脂

贮藏的稳定性, 磷脂在高温时, 容易炭化生成大量黑色沉淀, 甚至成凝胶, 因而磷脂的存在也降低了油脂的食用品质。因此, 检验油品中的磷脂含量, 对于掌握生产操作和保证油脂质量都是不可缺少的。为此, 本文参考 GB/T 5537-2008《粮油检验磷脂含量的测定》, 采用钼蓝比色法测试了食用油中磷脂含量。

实验部分

1.1 实验原理

植物油中的磷脂经灼烧成为五氧化二磷, 与热盐酸反应, 生产磷酸, 遇钼酸钠生产磷钼酸钠, 用硫酸联氨还原成钼蓝络合物, 用分光光度计在波长 650 nm, 测定钼蓝的吸光度, 与标准曲线比较, 计算其含量。

1.2 仪器配置

UV-2600 (岛津)

10mm 石英比色皿

1.3 试剂

磷酸二氢钾: 使用前在 101℃ 下干燥 2 h

2.5% 钼酸钠稀硫酸溶液: 量取 28 mL 浓硫酸, 注入到 60 mL 水中。冷却至室温, 加入 2.5 g 钼酸钠, 融结合用水定容至 100 mL, 充分摇匀, 静置 24 h 备用。

0.015% 硫酸联氨溶液: 将 0.075 g 硫酸联氨溶解在 500 mL 水中。

50% 氢氧化钾溶液: 将 25 g 氢氧化钾溶解在 25 mL 水中。

1:1 盐酸溶液: 将盐酸溶解在等体的水中。

磷酸盐标准储备液: 称取干燥的磷酸二氢钾 0.2193 g, 用水溶解并稀释定容至 500 mL, 此溶液含磷 0.1 mg/mL。

标准曲线用磷酸盐标准溶液: 吸取标准储备液 10 mL 至 100 mL 容量瓶中, 加水稀释并定容, 此溶液含磷 0.01 mg/mL。

测定步骤

2.1 标准曲线绘制

分别加入标准溶液 0、0.5、1、2、3、4 mL, 再按顺序分别加水 5、4.5、4、3、2、1 mL。接着分别加入硫酸联氨溶液 4 mL, 钼酸钠溶液 1 mL。加塞, 振摇 3~4 次, 去塞, 将比色管放入沸水浴中加热 10 min, 取出, 冷却至室温。用水稀释至刻度, 充分摇匀, 静置 10 min。移取该系列溶液于干燥洁净的比色皿中, 用分光光度计在 650 nm 处, 用试剂空白调整零点分别测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 含磷量 (0.00、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08 mg) 为横坐标绘制标准曲线。

2.2 样品前处理

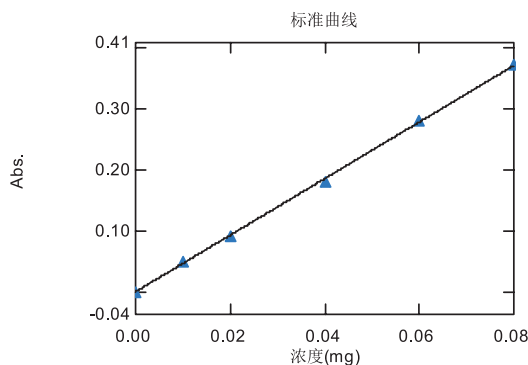
称取市售食用油 10 g, 精确至 0.001 g。加氧化锌 0.5 g, 先在电炉上缓慢加热至样品变稠, 逐渐加热至全部炭化, 将坩埚送至 550 ~ 600℃ 的马弗炉中灼烧至完全灰化 (白色), 加热时间 2 h。取出坩埚冷却至室温, 用 10 mL 盐酸溶液 (1:1) 溶解灰分并加热至微沸, 5 min 后停止加热, 待溶解液温度降至室温, 将溶解液过滤注入 100 mL 容量瓶中, 每次用大约 5 mL 热水冲洗坩埚和滤纸共 3~4 次, 待滤液冷却到室温后, 用氢氧化钾溶液中和至出现浑浊, 缓慢滴加盐酸溶液 (1:1) 使得氧化锌沉淀全部溶解, 再加 2 滴。最后用水稀释定容至刻度, 摇匀。同法制备样品空白。

吸取 5 mL 被测液, 注入 25 mL 比色管中。加入硫

酸联氨溶液 4 mL，钼酸钠溶液 1 mL。加塞，摇震 3~4 次，去塞，将比色管放入沸水中加热 10 min，取出，冷却至室温。用水稀释至刻度，充分摇匀，静置 10 min。移取该溶液至干燥洁净的比色皿中，用分光光度计在 650 nm 下，用试样空白调整零点，测试其吸光度。

实验结果

3.1 标准曲线



$$y = 4.62105x - 0.00007$$

$$\text{相关系数 } r^2 = 0.99950$$

图 1 工作曲线图

在 0 ~ 0.08 mg 浓度范围内，磷脂含量与吸光度值有着良好的线性关系，相关系数 $r^2=0.99950$ 。

3.2 样品测定结果

磷脂含量按下式计算：

$$X = \frac{P}{m} * \frac{V_1}{V_2} * 26.31$$

X：磷脂含量，单位 mg/g；

P：标准曲线查得的被测液的含磷量，单位为 mg；

m：试样质量，单位为 g；

V1：样品灰化后稀释的体积，单位 mL；

V2：比色时所取的被测液的体积，单位 mL；

26.31：每毫克磷相当于磷脂的毫克数。

平行测定 1#、2# 两份样品，测定结果如下：

表 1 样品测定结果

样品名称	组分英文名	CAS号	取样 体积 (mL)	测定值 (μg)	含量 (mg/g)
1# 磷脂	Lecithin	8002-43-5	5	0.73	0.038
2# 磷脂			5	0.81	0.042

3.3 精密度实验

在选定实验条件下对 1# 样品连续测定 11 次，计算 RSD 为 0.21%。

3.4 回收率实验

在 1# 样品中分别加入 1 mL，2 mL 磷酸盐标准工作液（相当于加入 20 μg ，40 μg 磷盐），测试计算回收率。

表 2 样品回收率

样品 名称	本底量 (μg)	加标量 (μg)	测定值 (μg)	回收率 (%)
1#	0.70	20	18.50	89.0
		40	39.11	96.0

结论

本文参考 GB/T 5537-2008《粮油检验磷脂含量的测定》，采用钼蓝比色法测试了食用油中磷脂含量。在 0 ~ 0.08 mg 范围内线性关系良好， r^2 为 0.9995，RSD 为 0.21%，回收率在 89 ~ 96%，该法简单，快速，灵敏度高，适用于食用油中磷脂含量的质量检测。