

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240528001

油脂加工中磷脂检测方法研究进展

李七雄¹, 陈希¹, 曹利岗², 田原², 毕艳兰³, 张林尚^{3*}

(1. 中信建设有限责任公司, 北京 100000; 2. 河南工大设计研究院有限公司, 郑州 450001;
3. 河南工业大学粮油食品学院, 郑州 450001)

摘要: 精准适度加工已经成为油脂加工工业的重要共识, 其控制的前提是有快速、便捷、准确的检测方法。而如何精准适度控制磷脂在油脂中的含量成为新的行业方向。传统方法中薄层色谱法只能用于定性分析。重量法、浊度法、硫氰亚铁胺比色法、棒状薄层色谱法测定检出限高, 适用于测定磷脂总含量。钼蓝比色法是经典方法, 但是操作相对费时费力, 只能测磷脂的总含量。液相色谱法相对更为便捷, 适用于测磷脂的总含量和组分。新兴方法中红外法只能测磷脂总含量, 检出限较高。核磁共振法具有无损、快速、检出限低等优点, 但是设备昂贵。酶免疫荧光法操作相对复杂, 但是检出限最低。本文对不同时期的油脂加工中磷脂检测方法进行了总结, 并对其优点和缺点进行了归纳概括。通过对这些方法的总结表明当下仍然缺乏操作便捷、灵敏度高、成本低的磷脂检测方法, 为开发磷脂检测方法提供参考。

关键词: 磷脂; 油脂加工; 检测方法

Advance of phospholipid detection methods of edible oil processing

LI Qi-Xiong¹, CHEN Xi¹, CAO Li-Gang², TIAN Yuan², BI Yan-Lan³, ZHANG Lin-Shang^{3*}

(1. CITIC Construction Co., Ltd., Beijing 100000, China; 2. Zhengzhou Cereal & Oil Foodstuff Engineering Construction Research Institute, Zhengzhou 450001, China; 3. College of Food Science and Engineering, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China)

ABSTRACT: Precision and moderate processing has become a significant consensus of the edible oil processing industry, and the prerequisite of its control is the availability of a rapid, convenient, and precise detection method. How to effectively and properly manage the content of phospholipids in oils and fats has emerged as a new focus in the industry. In traditional methods, thin-layer chromatography (TLC) can only be used for qualitative analysis. Gravimetric method, turbidity method, ferrous thiocyanide colorimetric method and rod thin layer chromatography are suitable for the determination of total phospholipid content with a high detection limit. Molybdenum blue colorimetry is a classic method, but the operation is relatively time-consuming and laborious, can only measure the total content of phospholipids. Liquid chromatography is relatively more convenient and suitable for the determination of the total content and composition of phospholipids. In the emerging methods, the infrared method can only measure the total

基金项目: 郑州市科技局自然科学基金项目(22ZZRDZX25)、河南工业大学粮油食品学院省部级科研平台项目(GO202316)、河南工业大学博士基金项目(2021BS015)

Fund: Supported by the Zhengzhou Research and Development Special Fund (22ZZRDZX25), the Food Engineering Technology Research Center/Key Laboratory of Henan Province, Henan University of Technology (GO202316), and the Doctoral Scientific Research Start-up Foundation from Henan University of Technology (2021BS015)

*通信作者: 张林尚, 博士, 讲师, 主要研究方向为脂质加工与营养、食品生物技术。E-mail: lszhang@haut.edu.cn

*Corresponding author: ZHANG Lin-Shang, Ph.D, Lecturer, College of Food Science and Engineering, Henan University of Technology, No.100 Lianhua Road, Hi-Tech Development Zone, Zhengzhou 450001, China. E-mail: lszhang@haut.edu.cn

学家协会相应方法为 AOCS official method Ja-46。刘黔霞等^[19]对比了钼蓝比色法和重量法所得实验数据, 认为重量法所测磷脂数值偏高。

1.2.2 浊度法

浊度法的实验原理是基于磷脂在丙酮中的不溶性, 根据油类样品在溶剂中分散时产生的浊度来确定。该方法操作简单, 耗时短, 缺陷是检出限低, 准确度差, 容易受到皂的影响。一般适用于毛油、脱胶油、脱色油和脱臭油中磷脂的测定。美国油脂化学家协会会有推荐的操作法(AOCS recommended practice Ca 19-86)。梁建华等^[20]通过采用浊度法对大豆毛油中的磷脂含量进行快速测定, 有效的检测范围在 0~300 mg/kg 之间, 这对于车间的工艺调整以及后续的精炼加工是非常重要的。张祎^[21]设计了浊度法测定磷脂含量的检测仪, 由控制盒、激光发射单元、光线检测单元、反光单元等组成, 检测仪可以自动将光信号转化为磷脂含量, 实现对含磷量的快速检测。

1.2.3 硫氰亚铁胺比色法

红色硫氰亚铁胺化合物不溶于氯仿, 但与磷脂形成的复合物可溶于氯仿, 磷脂和硫氰亚铁胺形成的复合物所产生的颜色于 470 nm 测定吸光度, 从而测定出磷脂含量。此方法较之于钼蓝比色法耗时更短, 具有快速、灵敏、操作简便等优点。龚金炎等^[22]采用硫氰亚铁胺比色法测定了蛋黄中卵磷脂的总含量, 结果表明此方法在 0.021~0.105 mg/mL 范围内具有较好的线性关系, 可以满足蛋黄卵磷脂含量的粗略测定。

1.2.4 棒状薄层色谱法

棒状薄层色谱法的实验原理是通过棒状薄层析柱将磷脂进行分离, 然后用氢火焰燃烧谱带, 根据燃烧的离子响应值确定磷脂含量^[23]。该方法可以分析油脂中总磷脂的含量, 也可以分析磷脂的组成。需要根据样品不同使用不同的展开剂。SINANOGLOU 等^[24]采用棒状薄层色谱分析仪建立了脂质分析方法, 检出限为 20 mg/L, 定量限为 50 mg/L。NAHAR 等^[25]采用棒状薄层色谱-氢火焰电离检测法成功定量并分离不同菌属中的甘三酯、磷脂等脂质种类。

1.2.5 钼蓝比色法

钼蓝比色法是 GB/T 5537—2008 中的第一法, 属于经典方法, 方法实质等同与美国油脂化学家协会的方法(AOCS official method Ca 12-55), 优点是仪器简单、成本低、准确, 缺点是操作烦琐复杂, 需要高温、强酸强碱条件, 耗时较多。杨玉琼等^[26]采用钼蓝比色法测定了橄榄油中磷脂含量, 方法检出限为 0.42 mg/kg, 定量限为 1.28 mg/kg, 橄榄油中磷脂含量为 120~139 mg/kg。晏凯等^[27]对钼蓝比色法进行了改进, 采用硝酸微波消解, 氯化亚锡-硫酸肼溶液显色, 方法的回收率为 98%, 加标样品相对标准偏差为 2.65%, 改进后的方法实验步骤少, 耗时较少。

1.2.6 液相色谱法

液相色谱法是目前磷脂定性定量分析中最常用的方法。紫外检测器^[28]、蒸发光散射检测器^[29-30]、折光检测器是常用检测器。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》中采用的是紫外检测器, 检测波长 205 nm。此方法与 AOCS Official Method Ja 7b-91 实质等同。GB/T 22506—2008《粮油检验 酶改性磷脂中 1-和 2-溶血磷脂酰胆碱的测定高效液相色谱法》采用的是折光检测器。蒸发光散射检测器适用于不同来源磷脂的检测。需要注意的是蒸发光散射检测器的响应稳定性差, 且属于非线性响应, 需要使用多种标准品进行定量校准。国内针对磷脂检测发布的相关标准中, 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》和《中华人民共和国药典》(2015 年版)中磷脂的检测均用高效液相色谱-蒸发光散射检测法, 可用于油脂类或药物用品中磷脂的检测。美国油脂化学家协会也有此法的标准方法(AOCS official method Ja 7c-07)。YU 等^[31]建立了高效液相色谱-蒸发光检测器分析磷虾油脂中磷脂的组分的方法, 在 100~1000 μg/mL 范围内相关系数>0.999, 检出限为 2.0~7.5 μg/mL, 精确度 99.6%~101.0%。

高效液相色谱和质谱联用也可以用于磷脂的检测分析。比如, CUI 等^[32]基于液相色谱质谱联用建立区分虾油磷脂和大豆油磷脂的分析方法, 表明虾油磷脂和大豆油磷脂具有显著区别, 基于离子碎片 m/z 279.23、301.22、629.45、807.43、831.43 和 833.44 可以将二者区别开, 精确度 $\geq 96.58\%$ 。ZHANG 等^[33]采用液相色谱质谱法跟踪了浓香花生油制备过程中炒籽对磷脂的影响, 表明炒籽对磷脂组分影响巨大, 炒籽后磷脂酸含量增加, 磷脂酰胆碱含量增加, 磷脂酰乙醇胺减少, 磷脂酰肌醇含量增加, 磷脂的含量变化可能与炒籽过程中花生细胞的破坏有关系。

近几年, 超高压液相色谱-串联质谱法在磷脂的检测中也得到了广泛应用。超高压液相具有分析速度快、灵敏度高、高通量的特点。WANG 等^[34]采用超高压液相色谱-四极杆飞行时间质谱技术建立了一种高通量脂质分析方法, 对 4 种鱼类的脂质谱进行了综合分析, 共检测出 700 个化合物, 分别归属 12 个脂质大类。其中甘油酯占 73.7%~85.6%, 磷脂占 13.7%~25.6%。HUANG 等^[35]采用配备三重四极杆质谱仪的超高压液相色谱系统, 建立了一种可以在 11 min 内定量分析样品中 10 种主要磷脂的方法, 该方法的检出限(limit of detection, LOD)为 0.04~33.00 pmol/mL、定量限(limit of quantitation, LOQ)为 0.1~110.0 pmol/mL。LIU 等^[36]采用超高压液相色谱-质谱技术分析了火龙果种子油中的磷脂, 共分析出 16 种磷脂组分, 主要是磷脂乙醇胺、磷脂酰乙醇、磷脂酰甘油。

2 新兴方法

2.1 红外法

红外光谱法是一种常用的鉴定和验证化合物的分析技术,其利用分子中不同基团原子振动跃迁时吸收不同波长的红外光谱来识别和分析化学物质。此外,红外光谱中波段的强度与浓度成正比(比尔定律),使得红外光谱也适合于定量分析应用。红外光谱法能够检测和鉴定食用油中多种物质,如通过反式烯烃双键的傅里叶变换红外信号测定食用油中的反式脂肪含量^[37]、通过结合傅里叶红外光谱和拉曼光谱分析磷虾油中的二十碳五烯酸、二十二碳六烯酸和虾青素的组成^[38]。

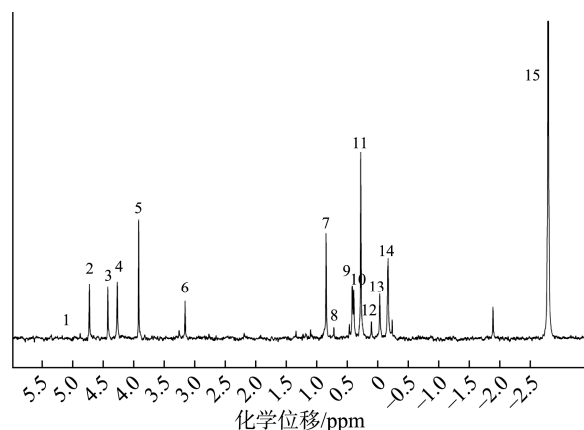
近年来,红外光谱法也用于食用油中磷脂含量的测定。马莉等^[39]采用近红外光谱法在生产过程中实时、快速检测大豆油中的磷脂含量,大大提高检测效率。苗钧魁等^[40]采用近红外技术预测南极磷虾油的关键品质指标,采用偏最小二乘法作为建模方法,所建模型可以预测磷虾中磷脂、二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的含量。佟馨等^[41]采用近红外光谱法测定大豆磷脂中丙酮不溶物含量,构建的模型与国标中测定丙酮不溶物相比最大相对偏差为 4.95%,时间由 2 h 缩短为 3 min。PARK 等^[42]选择胆碱和磷酸基信号作为测定 PC 和总磷脂含量的指标变量,建立了磷虾油中 PC 和总 PL 的傅里叶变换红外光谱定量分析方法。该方法的 LOD 为 0.35%~3.29%,准确度为 97.90%~100.33%。重复性的相对标准偏差为 0.90%~2.31%。KIRSCHBAUM 等^[43-44]将低温气相红外光谱应用到磷脂的检测中,探究了加银离子的磷脂酰乙醇胺和磷脂酰胆碱裂解成为碎片的过程,表明磷脂 *sn*-3 位 C-O 键断裂后,会重新和 *sn*-1 或 *sn*-2 位形成二氧己环或二氧戊环类中间体。RIPOLL 等^[45]将近红外反射光谱技术应用到牛肉中磷脂和总脂肪的检测中,采用 220 个样本进行建模,110 个样本对模型进行矫正,结果显示所建模型可以预测牛肉中总脂肪的含量,预测磷脂含量的效果不佳。

红外光谱法检测油脂中的磷脂具有测量快速、操作简单等优点,可以在食品生产过程进行实时评估,有利于加快磷脂检测速度,提高质量管理工作效率。并且该方法与传统测量方法所测结果基本一致,仅存在 2%~3% 的差异。但是,红外光谱法也存在一定的缺点,即在定量分析时灵敏度较低,尚不适用于微量组分的确定,还需进一步的研究发展。

2.2 核磁共振法

近几年,核磁共振(nuclear magnetic resonance, NMR)检测磷脂在国内逐渐得到应用和推广。³¹P NMR 是一种快速、准确的定性定量方法,具有单一的定量内标,灵敏度高、谱线窄、化学位移色散好的特点。但严重依赖于实验条件,比如样品浓度、螯合剂浓度、溶剂体系、pH,以及

核磁共振测量温度等。核磁共振是非破坏性的,可以定性和定量。典型磷脂组分的化学位移,见图 2 和表 1。



注: 1: 肌醇磷酸(inositol phosphate, IP); 2: 溶血磷脂酸(lysophosphatidic acid, LPA); 3: 乙醇胺磷酸酯(ethanolamine phosphate, EP); 4: PA; 5: 磷酸胆碱(choline phosphate, CP); 6: 磷酸盐; 7: 1-酰基溶血磷脂酰乙醇胺(1-lysophosphatidylethanolamine, 1LPE); 8: 2-酰基溶血磷脂酰乙醇胺(2-lysophosphatidylethanolamine, 2LPE); 9: PE; 10: 溶血磷脂酰肌醇(lysophosphatidylinositol, LPI); 11: 1-酰基溶血磷脂酰胆碱(1-lysophosphatidylcholine, 1LPC); 12: 2-酰基溶血磷脂酰胆碱(2-lysophosphatidylcholine, 2LPC); 13: PI; 14: PC; 15: 三异丙基磷酸酯(tri-isopropyl phosphate, TIP)。

图2 磷脂组分³¹P NMR 色谱图^[46]

Fig.2 ³¹P NMR spectrum of various phospholipids^[46]

表 1 磷脂组分的化学位移^[46]

Table 1 Chemical shift of various phospholipids^[46]

化合物	化学位移/ppm
IP	5.02
LPA	4.74
EP	4.44
PA	4.30
CP	3.94
磷酸盐	3.18
1LPE	0.86
2LPE	0.74
PE	0.44
LPI	0.41
1LPC	0.30
2LPC	0.13
PI	-0.01
PC	-0.15
TIP	-2.76

³¹P NMR 在油脂检测中也逐渐得到了应用。RIJNJHJ 等^[46]对³¹P NMR 定量分析原油和精炼油中的磷脂及其降解产

物的条件进行了优化, 溶液 pH 9.0, 上样浓度 0.35 g/g, 脉冲间隔时间 15 s, 在此条件下磷脂检出的下限为 5 $\mu\text{mol}/100\text{ g}$ 油。AHMMED 等^[47]优化了 ^{31}P NMR 定量检测磷虾油中磷脂的运行条件, 最佳条件为 pH 7.3, 扫描数为 192, 弛豫延迟为 3.5 s, 还比较了溶解溶剂, 认为氘水/乙二胺四乙酸/胆酸钠的效果优于氘代氯仿/氘代甲醇/乙二胺四乙酸, 可以溶解跟多的溶血磷脂。HONG 等^[48]采用 ^{31}P NMR 分析了虾、蚌和海参中的磷脂种类和含量, 结果显示虾中含量最高的是 PC (50.7%)、缩醛磷脂酰乙醇胺(19.1%)、缩醛磷脂酰胆碱(8.1%)。蚌中含量最丰富的依次是 PC (32.6%)、缩醛磷脂酰乙醇胺(13.3%)、缩醛磷脂酰胆碱(7.4%)。海参中含量最丰富的依次是缩醛磷脂酰胆碱(36.4%)、PC (11.5%)和缩醛磷脂酰乙醇胺(8.5%)。倪江枫^[49]采用 ^{31}P NMR 比较了成熟和未成熟大豆的磷脂组成, 结果显示未成熟大豆毛油总磷脂含量比成熟大豆含量高 29.8%, 未成熟大豆毛油中磷脂酸含量比成熟大豆毛油高 35.6%。俞乐等^[50]利用 ^{31}P NMR 技术分析了 25 种大豆毛油, 结果显示样本中总磷脂含量无显著差异, 磷脂组成上有细微差异。

2.3 酶免疫荧光法

不同类型的磷脂的酶免疫荧光法测定过程不同, 因此其具有很强的特异性, 原理都是将磷脂水解氧化, 最终生成的过氧化物 H_2O_2 与 Amplex Red 反应, Amplex Red 可检测低至 2 pmol 的 H_2O_2 ^[51]。图 3 列出了 4 种主要磷脂的酶免疫荧光法测定过程, 以 PC 为例进行说明, 首先, PC 在磷脂酶作用下水解为胆碱, 胆碱在胆碱氧化酶作用下氧化为甜菜碱和过氧化物 H_2O_2 , 在过氧化物酶存在下, H_2O_2 与非荧光化合物 Amplex Red 反应下生成高荧光 9-羟基-3-异吩恶唑酮, 用荧光酶标仪测量荧光强度即可定量检测磷脂含量。

酶法测定磷脂类最早用于血清 PC 的测定。MORITA 等^[51]对不同类型的磷脂酶免疫荧光法检测进行研究, 主要

包括磷脂酸、磷脂酰丝氨酸、鞘磷脂、磷脂酰甘油和心磷脂。TSUJI 等^[52]建立了一种用于定量磷脂酰肌醇的新型酶促荧光测定法, 对主要磷脂类别进行全面的定量分析。在之前研究基础上, TSUJI 等^[53]又对酶促荧光法测定人血浆中极低密度脂蛋白(very low-density lipoprotein, VLDL)、低密度脂蛋白(low density lipoprotein, LDL)和高密度脂蛋白(high density lipoprotein, HDL)中不同磷脂类别的精密度和准确度进行评估, 建立了高通量酶促荧光测定法来量化人血浆 VLDL、LDL 和 HDL 中的 PC、PE 和鞘磷脂, 这将有助于进一步研究磷脂在脂蛋白中的病理生理作用。

酶免疫荧光法具有特异性、灵敏性、简单性和高通量的特点, 并且可以定量检测多种磷脂类别。酶免疫荧光法多应用于细胞、组织、流体、脂蛋白和细胞外囊泡等, 用来阐明生理学、病理学和分子机制以及用于鉴定疾病生物标志物。此外, 对于酶免疫荧光法测定磷脂的研究较少, 目前能定量检测的磷脂类别有所局限, 检测更多类型的磷脂还需进一步的开发。

3 各种方法相互比较

研究者们已经开发出了 10 种测定磷脂的方法。每种方法的优缺点见表 2。当前, 钼蓝比色法和液相色谱法是主流的操作方法。钼蓝比色法是经典方法, 但是操作相对费时费力, 只能测磷脂的总含量。液相色谱法相对更为便捷, 适用于测磷脂的总含量和组分。重量法测定检出限高。薄层色谱法只能用于定性。硫氰亚铁胺比色法、浊度法、红外法只能测磷脂总含量, 检出限较高。核磁共振法具有无损、快速、检出限低等优点, 但是设备昂贵。酶免疫荧光法操作相对复杂, 但是检出限最低。随着经济的发展, 无损便捷的核磁共振或许会成为主流的测定方法。每种方法都有自己的优势和缺陷, 操作简便、准确度高, 不需要大型设备的检测方法仍然缺乏。

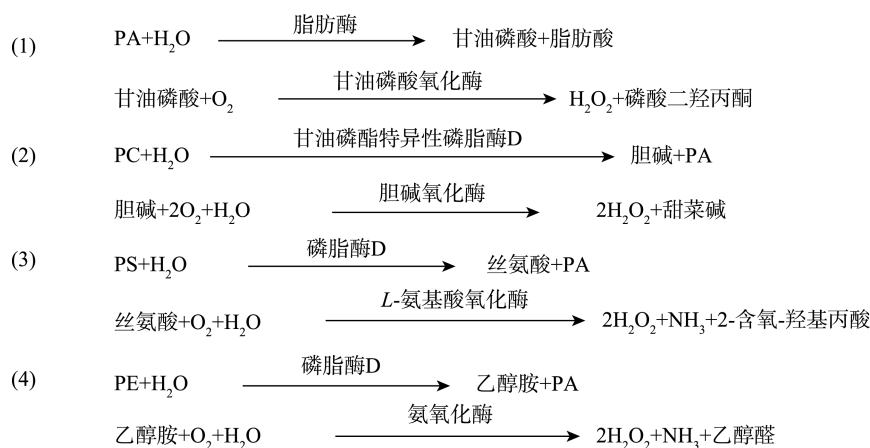


图3 4种主要磷脂的酶免疫荧光法测定过程^[51]

Fig.3 Enzymatic immunofluorescence assay process of 4 kinds of main phospholipids^[51]

表 2 各种磷脂检测方法的特点
Table 2 Characters of various phospholipid determination methods

分类	名称	是否国标法	相应国际标准	优点	缺点	检出限数量级	适用范围
传统方法	定性 薄层色谱法	否	AOCS Recommended Practice Ja 7-86	不需要大型仪器	易受到其他因素干扰, 重复性差	定性、半定量	测磷脂总含量、磷脂组分
		GB/T 5537—2008 第二法、					
	重量法	GB 1886.238—2016《食品安全国家标准 食品添加剂 改性大豆磷脂》	AOCS Official Method Ja-46	操作简单、不需要大型仪器	结果偏大、准确度低	10 ⁻³	测量磷脂总含量
	浊度法	否	AOCS Recommended Practice Ca 19-86	操作简单	精确度低, 易受其他不溶物干扰	10 ⁻⁴	测磷脂总含量
	定量 硫氰亚铁胺比色法	否		不需要大型仪器, 简便, 快速	精度偏低	10 ⁻⁴	测磷脂总含量
	棒状薄层色谱法	否		操作简便	柱子易损耗	10 ⁻⁵	测磷脂总含量
	钼蓝比色法	GB/T 5537—2008 第一法	AOCS Official Method Ca 12-55	经典方法, 准确度高、不需要大型设备	操作烦琐、费时费力	10 ⁻⁶	测量磷脂总含量
	液相色谱法	GB 5009.272—2016、GB/T 22506—2008、GB/T 35867—2018	AOCS Official Method Ja 7b-91 和 Ja 7c-07	用途广、精度高	需要大型设备、需配备多种检测器	10 ⁻⁶	测磷脂总含量、磷脂组分
	红外法	否		操作简单、便捷	检出限高	10 ⁻²	测磷脂总含量
	新兴方法	核磁共振	否		操作简单、便捷	设备昂贵	10 ⁻⁵
	酶免疫荧光法	否		操作复杂	需要大型设备	10 ⁻⁹	总磷脂含量、磷脂组分含量

4 结束语

磷脂是油脂加工工业的副产物, 具有较高的工业应用价值和营养价值。当下, 油脂加工工业正在朝着“适度加工”的方向发展, 适度控制油脂中的磷脂含量成为新的行业方向。如何快速、精准的检测油脂生产线上的磷脂含量, 强化过程控制成为新的行业问题。总结了已经开发出来的 10 种磷脂检测方法, 分析了每种方法的优势和劣势, 为工业应用提供参考。目前工业上的磷脂检测仍旧是费时费力的钼蓝比色法, 不能满足行业新发展方向的需求。便捷、高灵敏度、成本低的检测方法仍旧是值得探究的课题。

参考文献

- 王瑞元. 2022 年我国粮油产销和进出口情况[J]. 中国油脂, 2023, 48(6): 1-7.
WANG RY. Production, marketing, import and export of grain and oil in China in 2022 [J]. China Oils Fats, 2023, 48(6): 1-7.
- 王兴国. 少吃油吃油好[J]. 中国粮食经济, 2023, (5): 52-53.
WANG XG. Consume less oil and more high-quality oil [J]. China Grain Econ, 2023, (5): 52-53.
- 徐勇将, 雷竞男, 张哲皓, 等. 未来健康油脂: 精准营养与适度加工[J]. 粮油食品科技, 2023, 31(1): 6-11.
XU YJ, LEI JN, ZHANG ZH, *et al.* Future healthy oil: Precision nutrition and moderate processing [J]. Sci Technol Cere Oils Foods, 2023, 31(1): 6-11.
- 叶展, 徐勇将, 刘元法. 食用植物油脂制取与精炼技术研究进展[J]. 食品与生物技术学报, 2022, 41(6): 1-12.
YE Z, XU YJ, LIU YF. Research progresses on technologies for edible vegetable oil's preparation and refining [J]. J Food Sci Biotechnol, 2022, 41(6): 1-12.
- NIKOLAEVA T, RIETKERK T, SEIN A, *et al.* Impact of water degumming and enzymatic degumming on gum mesostructure formation in crude soybean oil [J]. Food Chem, 2020, 311: 126017.
- 倪江枫, 姜碧若, 杨静媚, 等. 未成熟与成熟大豆油的成分及低温结晶特性分析[J]. 中国油脂, 2023, 48(6): 32-38, 66.
NI JF, JIANG BR, YANG JM, *et al.* Analysis of oil component and low temperature crystallization characteristics of immature and mature soybean [J]. China Oils Fats, 2023, 48(6): 32-38, 66.
- 兰毅博, 邹焯, 王晓雯, 等. 肉品屠宰加工副产物中磷脂的含量与功能活性研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(23): 248-254.
LAN YB, ZOU Y, WANG XW, *et al.* Research on content and functional activities of phospholipids in by-products of meat slaughtering [J]. J Food Saf Qual, 2023, 14(23): 248-254.
- BAO ZJ, ZHANG PL, CHEN J, *et al.* Egg yolk phospholipids reverse scopolamine-induced spatial memory deficits in mice by attenuating cholinergic damage [J]. J Funct Foods, 2020, 69: 103948.
- PEREZ-RODRIGUEZ L, MARTINEZ-BLANCO M, LOZANO-OJALVO D, *et al.* Triacylglycerides and phospholipids from egg yolk differently influence the immunostimulating properties of egg white proteins [J]. Nutrients, 2021, 13(10): 3301.

- [10] YIN MY, MATSUOKA R, XI YC, *et al.* Comparison of egg yolk and soybean phospholipids on hepatic fatty acid profile and liver protection in rats fed a high-fructose diet [J]. *Foods*, 2021, 10(7): 1569.
- [11] YU ZH, WANG N, AHN DU, *et al.* Long term egg yolk consumption alters lipid metabolism and attenuates hyperlipidemia in mice fed a high-fat diet based on lipidomics analysis [J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2019, 121(8): 1800496.
- [12] 朱帅, 黄梦玲, 吴倩倩, 等. 蛋黄卵磷脂的结构、提取、功能与脂质体研究进展[J]. *粮油食品科技*, 2020, 28(3): 18–25.
ZHU S, HUANG ML, WU QQ, *et al.* State-of-the-art of egg yolk lecithin: Molecular structure, extraction strategies, bio-activities and liposome application [J]. *Sci Technol Cere Oils Foods*, 2020, 28(3): 18–25.
- [13] 刘玉兰, 宋二立, 朱文学, 等. 原油品质和精炼过程对油莎豆油综合品质的影响[J]. *中国油脂*, 2022, 47(7): 9–14, 21.
LIU YL, SONG ERL, ZHU WX, *et al.* Effects of crude oil quality and refining process on comprehensive quality of *Cyperus esculentus* oil [J]. *China Oils Fats*, 2022, 47(7): 9–14, 21.
- [14] 王志强, 许泽群, 李维嘉, 等. 磷脂含量对煎炸油烟点、耐寒性、氧化稳定性和煎炸稳定性的影响[J]. *中国油脂*, 2019, 44(12): 39–44.
WANG ZQ, XU ZQ, LI WJ, *et al.* Effect of phospholipid content on smoking point, cold tolerance, oxidation stability and frying stability of frying oil [J]. *China Oils Fats*, 2019, 44(12): 39–44.
- [15] 郭静, 张夕民, 杨瑞楠, 等. 三级大豆油煎炸起泡性影响因素研究[J]. *食品科技*, 2022, 47(6): 197–202.
ZHANG J, ZHANG XM, YANG RN, *et al.* Influencing factors of foaming property of third-grade soybean oil [J]. *Food Sci Technol*, 2022, 47(6): 197–202.
- [16] 左青, 吕瑞, 徐宏闯, 等. 一级精炼大豆油返色返酸控制[J]. *中国油脂*, 2021, 46(7): 129–132, 147.
ZOU Q, LV R, XU HC, *et al.* Color and acid reversion control of first grade refined soybean oil [J]. *China Oils Fats*, 2021, 46(7): 129–132, 147.
- [17] OCHIAI M, KOMIYA Y. Detection of edible insect derived phospholipids with polyunsaturated fatty acids by thin-layer chromatography, gas chromatography, and enzymatic methods [J]. *J Food Compos Anal*, 2021, 99: 103869.
- [18] PINAULT M, GUIMARAES C, DUMASJ F, *et al.* A 1D high performance thin layer chromatography method validated to quantify phospholipids including cardiolipin and monolysocardiolipin from biological samples [J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2020, 122(2): 1900240.
- [19] 刘黔霞, 吴雪君, 杨坤, 等. 植物油中磷脂含量的测定[J]. *云南化工*, 2020, 47(4): 134–135.
LIU QX, WU XJ, YANG K, *et al.* Comparison of methods for determination of phospholipid content in vegetable oil [J]. *Yunnan Chem Technol*, 2020, 47(4): 134–135.
- [20] 梁建华, 闻德靖, 黎美冯, 等. 大豆毛油中含磷量检测浊度法研究[J]. *粮食与食品工业*, 2019, 26(3): 70–72.
LIANG JH, WEN DJ, LI ME, *et al.* Study on the determination of phosphorus content in soybean hair oil by turbidity method [J]. *Cere Food Ind*, 2019, 26(3): 70–72.
- [21] 张祎. 一种基于浊度法测量植物油中磷脂含量检测仪: 中国, CN202220597488.0[P]. 2022.
ZHANG W. A detector for measuring phospholipid content in vegetable oil based on turbidity: China, CN202220597488.0 [P]. 2022.
- [22] 龚金炎, 靳羽晓, 王静静, 等. 硫氰亚铁铵比色法测定蛋黄卵磷脂中总磷脂含量[J]. *食品工业*, 2018, 39(8): 319–322.
GONG JY, JIN YX, WANG JJ, *et al.* Determination of total phospholipids in egg yolk lecithin by thiocyanuric ammonium spectrophotometry [J]. *Food Ind*, 2018, 39(8): 319–322.
- [23] ANYAKUDO F, ADAMS E, VANSCHPEDAEL A. Thin-layer chromatography–flame ionization detection [J]. *Chromatographia*, 2020, 83(2): 149–157.
- [24] SINANOGLU V, STRATI I, BRATAKOS SM, *et al.* On the combined application of iatroskan TLC-FID and GC-FID to identify total, neutral, and polar lipids and their fatty acids extracted from foods [J]. *ISRN Chromatogr*, 2013, 2013: 859024.
- [25] NAHAR A, BAKER AL, NICHOLS DS, *et al.* Application of thin-layer chromatography–flame ionization detection (TLC-FID) to total lipid quantitation in mycolic-acid synthesizing *Rhodococcus* and *Williamsiaspecies* [J]. *Int J Mol Sci*, 2020, 21(5): 1670.
- [26] 杨玉琼, 李遥, 魏邵恒, 等. 橄榄油中磷脂含量测定方法学研究[J]. *现代食品*, 2022, 28(14): 209–213.
YANG YQ, LI Y, WEI SH, *et al.* Study on methodology of determination of phospholipid content in olive oil [J]. *Mod Food*, 2022, 28(14): 209–213.
- [27] 晏凯, 刘晓彤, 于磊, 等. 食品中磷国标检测方法的研究与改进[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(2): 574–578.
YAN K, LIU XT, YU L, *et al.* Research and improvement of national standard detection method for phosphorus in food [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(2): 574–578.
- [28] 朱梦男, 金日生, 张华, 等. 反相高效液相色谱法测定大豆磷脂中磷脂酰胆碱含量[J]. *粮食与油脂*, 2023, 36(11): 159–162.
ZHU MN, JIN RS, ZHANG H, *et al.* Determination of phosphatidylcholine content in soybean phospholipids by reversed phase high performance liquid chromatography method [J]. *Cere Oils*, 2023, 36(11): 159–162.
- [29] 孟燕楠, 梁少华, 魏贤之, 等. 复合酶法水解大豆浓缩磷脂制备甘油磷脂酰胆碱工艺研究[J]. *河南工业大学学报(自然科学版)*, 2019, 40(1): 14–19.
MENG YN, LIANG SH, WEI XZ, *et al.* Preparation of glycerophosphorylcholine by complex enzymatic hydrolysis of soybean concentrated phospholipids [J]. *J Henan Univ Technol (Nat Sci Ed)*, 2019, 40(1): 14–19.
- [30] 赵新楠, 彭吉星, 吴海燕, 等. 水产品中 5 种磷脂含量的 HPLC-ELSD 检测分析[J]. *中国渔业质量与标准*, 2022, 12(4): 10–17.
ZHAO XN, PENG JX, WU HY, *et al.* Determination and analysis for contents of five phospholipids in aquatic products by HPLC-ELSD method [J]. *Chin Fish Qual Stand*, 2022, 12(4): 10–17.
- [31] YU HY, PARK SE, CHUN HS, *et al.* Phospholipid composition analysis of krill oil through HPLC with ELSD: Development, validation, and comparison with ³¹P NMR spectroscopy [J]. *J Food Compos Anal*, 2022, 107: 104408.
- [32] CUI YW, WANG HH, ZHAO QL, *et al.* Real-time detection of authenticity and adulteration of krill phospholipids with soybean phospholipids using rapid evaporative ionization mass spectrometry: Application on commercial samples [J]. *Food Control*, 2021, 121: 107680.
- [33] ZHANG D, GUO X, WANG Q, *et al.* Investigation on lipid profile of peanut oil and changes during roasting by lipidomic approach [J].

- LWT-Food Sci Technol, 2022, 154: 112594.
- [34] WANG XS, ZHANG HW, SONG Y, *et al.* Comparative lipid profile analysis of four fish species by ultraperformance liquid chromatography coupled with quadrupole time-of-flight mass spectrometry [J]. *J Agric Food Chem*, 2019, 67(33): 9423–9431.
- [35] HUANG QX, LEI HH, DONG MY, *et al.* Quantitative analysis of 10 classes of phospholipids by ultrahigh-performance liquid chromatography tandem triple-quadrupole mass spectrometry [J]. *Analyst*, 2019, 144(13): 3980–3987.
- [36] LIU YJ, TU XH, LIN LJ, *et al.* Analysis of lipids in pitaya seed oil by ultra-performance liquid chromatography–time-of-flight tandem mass spectrometry [J]. *Foods*, 2022, 11(19): 2988.
- [37] PRALLE RS, WEIGEL KW, WHITE HM. Predicting blood β -hydroxybutyrate using milk fourier transform infrared spectrum, milk composition, and producer-reported variables with multiple linear regression, partial least squares regression, and artificial neural network [J]. *J Dairy Sci*, 2018, 101(5): 4378–4387.
- [38] AHMMED F, FULLER ID, KILLEEN DP, *et al.* Raman and infrared spectroscopic data fusion strategies for rapid, multicomponent quantitation of krill oil compositions [J]. *ACS Food Sci Technol*, 2021, 1(4): 570–578.
- [39] 马莉, 孙日飞, 刘超群. 近红外光谱法快速检测大豆磷脂[J]. *现代食品*, 2018, (16): 93–96, 99.
- MA L, SUN RF, LIU CQ. Rapid detection of soybean phospholipids by near infrared spectroscopy [J]. *Mod Food*, 2018, (16): 93–96, 99.
- [40] 苗钧魁, 张雅婷, 金永霏, 等. 近红外技术在南极磷虾油关键品质指标快速检测中的应用研究[J]. *食品工业科技*, 2022, 43(14): 10–17.
- MIAO JK, ZHANG YT, JIN YP, *et al.* Application research of NIR technology on the fast quantification of the key quality indicators of antarctic krill oil [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2022, 43(14): 10–17.
- [41] 佟馨, 李万平, 高健, 等. 利用近红外光谱仪快速测定大豆磷脂丙酮不溶物的研究[J]. *现代食品*, 2023, 29(7): 203–206.
- TONG X, LI WP, GAO J, *et al.* Study on rapid determination of acetone insoluble matter of soybean phospholipid by near infrared spectrometer [J]. *Mod Food*, 2023, 29(7): 203–206.
- [42] PARK SE, YU HY, AHN S. Development and validation of a simple method to quantify contents of phospholipids in krill oil by Fourier-transform infrared spectroscopy [J]. *Foods*, 2022, 11(1): 41.
- [43] KIRSCHBAUM C, GREIS K, GEWINNER S, *et al.* Cryogenic infrared spectroscopy provides mechanistic insight into the fragmentation of phospholipid silver adducts [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2022, 414(18): 5275–5285.
- [44] KIRSCHBAUM C, GREIS K, POLEWSKI L, *et al.* Unveiling glycerolipid fragmentation by cryogenic infrared spectroscopy [J]. *J Am Oil Chem Soc*, 2021, 143(36): 14827–14834.
- [45] RIPOLL G, FAILLA S, PANEA B, *et al.* Near-infrared reflectance spectroscopy for predicting the phospholipid fraction and the total fatty acid composition of freeze-dried beef [J]. *Sensors*, 2021, 21(12): 4230.
- [46] RIJNH J, LANKHORST PP, GROENPB M, *et al.* Robust and reliable quantification of phospholipids in edible oils using ^{31}P NMR spectroscopy [J]. *J Am Oil Chem Soc*, 2020, 97(3): 253–262.
- [47] AHMMED MK, CARNE A, STEWART I, *et al.* Phosphorus-31 nuclear magnetic resonance (^{31}P NMR) for quantitative measurements of phospholipids derived from natural products: Effect of analysis conditions [J]. *LWT-Food Sci Technol*, 2021, 142: 110991.
- [48] HONG ES, KIM JH, SO HJ, *et al.* Compositional study of phospholipids from the dried big head and opossum shrimp, mussel, and sea cucumber using ^{31}P NMR spectroscopy: Content and fatty acid composition of plasmalogen [J]. *Molecules*, 2022, 27(19): 6250.
- [49] 倪江枫. 成熟与未成熟大豆的油脂成分分析及其低温结晶特性的研究[D]. 郑州: 河南工业大学, 2023.
- NI JF. Study on oil composition and low temperature crystallization characteristics of mature and immature soybean [D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2023.
- [50] 俞乐, 丛芳, 王兴国, 等. 不同来源大豆油磷脂组成的核磁检测及磷脂酸含量比较[J]. *中国油脂*, 2017, 42(1): 130–133.
- YU L, CONG F, WANG XG, *et al.* Determination of phospholipids composition in crude soybean oil from different sources by nuclear magnetic resonance and comparison of phosphatidic acid content [J]. *China Oils Fats*, 2017, 42(1): 130–133.
- [51] MORITA SY, TSUJI T, TERADA T. Protocols for enzymatic fluorometric assays to quantify phospholipid classes [J]. *Int J Mol Sci*, 2020, 21(3): 1032.
- [52] TSUJI T, MORITA SY, IKEDA Y, *et al.* Enzymatic fluorometric assays for quantifying all major phospholipid classes in cells and intracellular organelles [J]. *Sci Rep-UK*, 2019, 9(1): 8607.
- [53] TSUJI T, YURI T, TERADA T, *et al.* Application of enzymatic fluorometric assays to quantify phosphatidylcholine, phosphatidylethanolamine and sphingomyelin in human plasma lipoproteins [J]. *Chem Phys Lipids*, 2021, 238: 105102.

(责任编辑: 蔡世佳 韩晓红)

作者简介



李七雄, 高级工程师, 主要研究方向为粮食智能粮仓的设计与建设。
E-mail: liqx22@citic.com



张林尚, 博士, 讲师, 主要研究方向为脂质加工与营养、食品生物技术。
E-mail: lszhang@haut.edu.cn