ICS 67.180.20
X 31

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

磷脂酰丝氨酸

Phosphatidylserine

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业与信息化部　　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。本文件的发布结构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品工业标准化技术委员会工业发酵分技术委员会（SAC/TC64/SC5）归口。

本文件起草单位： 暂略。

本文件主要起草人： 暂略。

本文件为首次发布。

磷脂酰丝氨酸

1 范围

本文件规定了磷脂酰丝氨酸的要求，试验方法，检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以大豆卵磷脂和L-丝氨酸为原料，采用磷脂酶转化反应后，添加或不添加食品添加剂，经纯化、干燥后包装制得的磷脂酰丝氨酸产品的生产、检验和销售。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.5 食品安全国家标准 食品微生物学检验 志贺氏菌检验

GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.262 食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB 28401 食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂

SN/T 0802.2 进出口磷脂丙酮不溶物检验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 原辅料要求

应符合国家或行业相关规定。

4.2 感官要求

应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项目	要求
组织形态	粉末
色　　泽	淡黄色至棕色
气　　味	具有本品特有气味，无异臭
杂　　质	无正常视力可见杂质

4.3 理化要求

应符合表2的规定。

表 2 理化要求

项 目		指　标
磷脂酰丝氨酸含量（以干基计），*w*/%		50.0-60.0
丙酮不溶物，*w*/%	≥	95.0
水分，*w*/%	≤	2.0
过氧化值，meq/kg	≤	5.0
溶剂残留（正己烷），mg/kg	≤	25.0
溶剂残留（异丙醇），mg/kg	≤	2.0
注：仅当使用异丙醇作为加工助剂时，型式检验需检测溶剂残留（异丙醇）。		

4.4 安全要求

4.4.1 污染物限量

污染物限量应符合表3的规定。

表 3 污染物限量

项 目		指　标
铅，mg/kg	≤	1.0

总砷，mg/kg	≤	1.0

4.4.2 微生物限量

微生物限量应符合表4的规定。

表 4 微生物限量

项 目		指 标
菌落总数，CFU/g	≤	1000
大肠菌群，CFU/g	≤	10
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤	50
致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌）		不得检出

4.5 食品添加剂

应符合GB 2760的规定。

5 试验方法

5.1 一般要求

本方法中所用的水，在未注明其他要求时，应符合GB/T 6682中水的规格，所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯（AR）。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

5.2 感官检验

取适量样品，倒入白色搪瓷盘，在自然光线下，观察样品的外观（颜色，状态），嗅闻气味。

5.3 磷脂酰丝氨酸含量

5.3.1 HPLC-ELSD 法

5.3.1.1 原理

试样经溶剂溶解或提取后，通过高效液相色谱分离，蒸发光散射检测器检测，外标法定量。

5.3.1.2 试剂和溶液

5.3.1.2.1 正己烷：色谱纯
5.3.1.2.2 异丙醇：色谱纯
5.3.1.2.3 乙酸
5.3.1.2.4 三乙胺
5.3.1.2.5 氯仿-甲醇（90：10）
5.3.1.2.6 磷脂酰丝氨酸标准品，纯度大于 95%。
5.3.1.2.7 水：超纯水

5.3.1.3　标准溶液配制

准确称取适量磷脂酰丝氨酸标准品，用氯仿-甲醇溶液溶解并定容制成为80-400 ug/mL的系列标准品溶液。

5.3.1.4　仪器和设备

5.3.1.4.1　高效液相色谱仪，蒸发光散射检测器。

5.3.1.4.2　分析天平。

5.3.1.5　分析步骤

5.3.1.5.1　试样制备

准确称取适量样品至容量瓶中，用氯仿–甲醇溶液溶解并定容，稀释配制成磷脂酰丝氨酸含量在标准品系列溶液浓度范围内的样品溶液。

5.3.1.5.2　参考色谱条件如下：

a）色谱柱：lichrosphere 100 diol（4 mm×125mm），或等效色谱柱；

b）流动相：流动相A为正已烷-异丙醇-乙酸-三乙胺（820:170:10:0.8），流动相B为异丙醇-水-乙酸-三乙胺（850:140:10:0.8）；

c）流量：1 mL/min；

d）测定温度：30 ℃；

e）进样量：10 μL；

f）蒸发温度：80 ℃；

g）雾化温度：50 ℃；

h）氮气流速：1 L/min；

i）梯度洗脱：按表3执行。

表 5 梯度洗脱程序

步骤	运行时间，min	流动相 A，%	流动相 B，min
1	0	100	0
2	20	50	50
3	25	0	100
4	29	0	100
5	30	100	0
6	35	100	0

5.3.1.6　测定

将标准溶液、试样溶液于5.3.4.2项色谱条件下进行测定，以标准溶液峰面积做对数后为纵坐标，标准溶液浓度做对数后为横坐标，绘制双对数标准曲线，根据峰面积从双对数标准曲线查得试样溶液浓度。

5.3.1.7　计算

试样中磷脂酰丝氨酸的含量按式（1）计算：

$$w = \frac{\rho \times V}{m \times (1-F)} \times 10^{-6} \times 100\% \cdots\cdots (1)$$

式中：

w—试样中磷脂酰丝氨酸的含量，单位为（%）；

ρ—试样溶液中磷脂酰丝氨酸的浓度，单位为微克每毫升（ug/mL）；

V—试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m—试样的质量，单位为克（g）；

F—样品中水分含量。

取两次平行测定结果的算术平均值作为结果。

5.3.1.8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不得超过算术平均值的10％。

注：本法为仲裁法。

5.3.2 HPLC-UV 法

5.3.2.1 原理

试样经溶剂溶解或提取后，通过高效液相色谱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

5.3.2.1.1 试剂和溶液

5.3.2.1.2 氯仿：色谱纯

5.3.2.1.3 乙腈：色谱纯

5.3.2.1.4 甲醇：色谱纯

5.3.2.1.5 磷酸

5.3.2.1.6 磷脂酰丝氨酸标准品，纯度大于 95%。

5.3.2.2 标准溶液配制

准确称取磷脂酰丝氨酸标准品10 mg（精确至0.01 mg）至容量瓶中，用氯仿溶解，经超声波处理5 min，恢复至室温后定容到10 mL，摇匀。配制的标准溶液中磷脂酰丝氨酸浓度为1 mg/mL。分别准确吸取此溶液0.25 mL、1.25 mL、2.50 mL和3.75 mL于5 mL容量瓶中并用氯仿定容，配制成0.05 mg/mL、0.25 mg/mL、0.5 mg/mL、0.75 mg/mL、1 mg/mL的系列标准溶液。密封后低于-16 ℃保存备用。

5.3.2.3 仪器和设备

5.3.2.3.1 高效液相色谱仪，紫外检测器。

5.3.2.3.2 分析天平。

5.3.2.3.3 超声波振荡器。

5.3.2.4 分析步骤

5.3.2.4.1 试样制备

准确称取磷脂酰丝氨酸试样50 mg（精确至0.1mg），置于50ml容量瓶中，加入适量氯仿经超声波处理5 min使样品溶解，恢复至室温后用氯仿定容，摇匀，试样经0.45μm过滤膜过滤备用。

5.3.2.4.2 参考色谱条件如下：

a) 色谱柱：Si 60柱（250 mm×4.6 mm×5 μm），或等效色谱柱；

b) 流动相：乙腈-甲醇-85%磷酸混合液（100：10：1.8，V/V/V），可根据色谱柱型号调整比例；

c) 检测波长：205 nm；

d) 流量：1 mL/min；

e) 测定温度：30 ℃；

f) 进样量：10 μL。

5.3.2.4.3 标准曲线的制作

取标准系列溶液，在参考色谱条件下进行色谱分析，以标准溶液浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

5.3.2.4.4　试样溶液的分析

将试样溶液注入液相色谱仪中，测定峰面积，根据标准曲线得到待测试样溶液中磷脂酰丝氨酸的浓度。

5.3.2.4.5　计算

试样中磷脂酰丝氨酸的含量按式（2）计算：

$$w=\frac{\rho\times V}{m（1-F）}\times K\times 100\%\cdots\cdots（2）$$

式中：

w—试样中磷脂酰丝氨酸的含量，单位为（%）；

ρ—从标准工作曲线上得到的待测磷脂酰丝氨酸的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V—试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m—试样的质量，单位为毫克（mg）；

F—样品中水分含量;

K—稀释倍数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为结果。

5.3.2.4.6　精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不得超过算术平均值的10％。

5.4　丙酮不溶物

按SN/T 0802.2规定的方法执行。结果计算中不减掉“乙醚不溶物含量”。

5.5　水分

按GB 5009.3中的卡尔费休法执行。

5.6　过氧化值

按GB 28401规定的方法执行。

5.7　溶剂残留（正己烷）

按GB 5009.262规定的方法执行。

5.8　溶剂残留（异丙醇）

按GB 5009.262规定的方法执行。

5.9　铅

按GB 5009.12规定的方法执行。

5.10　总砷

按GB 5009.11规定的方法执行。

5.11　菌落总数

按GB 4789.2规定的方法执行。

5.12 大肠菌群

按GB 4789.3规定的方法执行。

5.13 霉菌和酵母菌

按GB 4789.15规定的方法执行。

5.14 沙门氏菌

按GB 4789.4规定的方法执行。

5.15 志贺氏菌

按GB 4789.5规定的方法执行。

5.16 金黄色葡萄球菌

按GB 4789.10规定的方法执行。

6 检验规则

6.1 组批

同种原料，采用相同工艺生产的，同一包装线同一生产日期包装出厂（或入库的），质量均一的产品为一批。

6.2 抽样

产品按批抽样。批量少于600件时，抽取3件。批量大于等于600件时，按包装件数的0.5%比例抽样，每份样本总量不少于3倍试验检测量。

6.3 出厂检验

出厂检验项目包括：感官要求、磷脂酰丝氨酸含量、丙酮不溶物、水分、过氧化值。

6.4 型式检验

型式检验项目为本文件要求中规定的全部项目。一般情况下，型式检验每半年至少进行一次。有下列情况之一时，亦应进行型式检验。

a) 原辅材料有较大变化时；
b) 更改关键工艺或设备；
c) 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月以后，重新恢复生产时；
d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；
e) 国家质量监督检验机构按有关规定需要抽检时。

6.5 判定规则

6.5.1 抽取样品经检验，所检项目全部合格，判该批产品为合格。

6.5.2　检验结果如有1项指标不合格，应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复验，以复检结果为准，若复检结果仍有1项不合格，判该批次产品为不合格。

6.5.3　安全要求指标1项不合格，判该批产品为不合格，不得复验。

7　标志、包装、运输、贮存

7.1　标志

销售包装的标签应符合GB 7718的规定。

7.2　包装

预包装储运图示标志应符合GB/T 191的规定。本产品应采用符合食品安全相关要求的包装材料。

7.3　运输

运输车辆应保持清洁。不应与有毒有污染的物品混装。运输时防止挤压、暴晒、雨淋。装卸时轻搬、轻放。

7.4　贮存

产品应贮存在阴凉，干燥，通风的仓库内。不应露天存放，不应与有毒有污染的物品或其他杂物混存。