

《食品中磷脂酰丝氨酸的测定》国家标准编制说明

（征求意见稿）

一、工作简况

（一）任务来源

本项目是根据《国家标准化管理委员会关于下达 2022 年第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〔2022〕17 号），国家标准计划《食品中磷脂酰丝氨酸的测定》（计划号：20220151-T-469），由全国食品工业标准化技术委员会（TC64）提出并归口。

（二）起草单位和起草人分工

起草单位：略。

主要成员：略。

工作内容：组织标准起草及实验室方法可行性验证；制定研究方案、撰写标准文本和编制说明；负责分析方法优化建立与验证、样品检验分析；收集、整理国内外相关标准和技术资料，组织、协调、审核等工作；协助提供技术资料，参与样品检测及数据整理；对本标准涵盖的全部内容提出编写和修改意见。

（三）起草的目的意义

磷脂酰丝氨酸被誉为新兴“智能营养素”，又称复合神经酸，英文名 Phosphatidylserine，简称 PS，是一种天然存在于食物中的成分，也是细胞膜的活性物质，尤其存在于大脑细胞中。其功能主要是改善记忆力、延缓脑疲劳，治疗老年痴呆症、治疗儿童多动症、缓解精神压力、治疗抑郁症，由于其具有很强的亲脂性，吸收后能够迅速通过血脑屏障进入大脑，起到舒缓血管平滑肌细胞，增加脑部供血的作用。2006 年 5 月，PS（磷脂酰丝氨酸）被韩国食品药品监督管理局（KFDA）允许在添加 PS 的制品中突出表示，并宣传相关产品有“改善不良情绪，增强记忆力”预防阿尔茨海默病等功能。同年 10 月，PS 被美国食品药品监督管理局通过 GRAS 认定，这意味着 PS 可在酸奶，乳粉，面包，饮料等食品中作为营养强化型机能性食品素材添加。2009 年 10 月，欧盟将大豆来源的 PS 列为新食品原料。2010 年 10 月 21 日，磷脂酰丝氨酸被原中国卫生部添加到新

资源食品目录中，允许其作为新资源食品其公告如下：

关于批准蔗糖聚酯、玉米低聚肽粉、磷脂酰丝氨酸等3种物品为新资源食品的公告（2010年第15号）

发布时间：2010-11-01 来源：



根据《中华人民共和国食品安全法》和《新资源食品管理办法》的规定，现批准蔗糖聚酯、玉米低聚肽粉、磷脂酰丝氨酸等3种物品为新资源食品。新资源食品的生产经营应当符合有关法律、法规、标准规定。

特此公告。

附件: 3种新资源食品目录.doc

二〇一〇年十月二十一日

磷脂酰丝氨酸以其认知健康益处而闻名，经过科学实验证实包括增强记忆力和减轻压力，使其成为寻求提高精神敏锐度和更好地管理压力的个人的热门选择。随着世界许多地方的人口老龄化，人们越来越关注保持认知健康，从而增加了对磷脂酰丝氨酸补充剂的需求。此外，预防保健的趋势以及使用补充剂来促进长寿和提高生活质量，进一步促进了市场扩张。在消费者意识和对认知保健品需求的推动下，磷脂酰丝氨酸市场提供了许多增长机会。预防性保健的兴起趋势和对心理健康的关注正在鼓励消费者通过膳食补充的方式将磷脂酰丝氨酸纳入日常生活中。消费者行为的这种转变为制造商提供了开发创新产品的机会，以满足对大脑健康解决方案日益增长的需求。此外，提取技术和配方技术的进步使高质量、经济高效的磷脂酰丝氨酸产品的开发成为可能，进一步扩大了市场潜力。预计全球磷脂酰丝氨酸市场规模将出现强劲增长。

目前，磷脂酰丝氨酸在食品中的应用越来越多，有乳粉、牛奶、酸奶、饮料、压片糖果、巧克力、软胶囊等，具有种类多，应用广泛的特点。由于含有磷脂酰丝氨酸的产品广受人们青睐，大幅提升了产品的价值和收益。

目前市场上磷脂酰丝氨酸产品存在如下问题：

磷脂酰丝氨酸相关产品市场鱼龙混杂，特别是磷脂酰丝氨酸成分含量无法科学检测，磷脂酰丝氨酸尚未建立统一的检测标准。

标准的缺失严重制约了行业的健康发展，已成为磷脂酰丝氨酸产业亟须解决的重大问题。

（四）磷脂酰丝氨酸产业、研究和标准现状

1. 产业现状

2021 年全球磷脂酰丝氨酸市场规模达 5.71 亿元，2022 年全球磷脂酰丝氨酸市场销售额达到了 1.35 亿美元，预计 2029 年将达到 1.77 亿美元，2023—2029 年期间年复合增长率（CAGR）为 5.05%。睿略咨询预测全球磷脂酰丝氨酸市场规模在 2029 年将会以大约 8.07% 的年均复合增长率达到 10.76 亿元。目前，Chemi Nutra、Frutarom Group、Lipogen、BHN、Lipoid、日本长濑等国外企业以及理星（天津）生物科技、山东佰安瑞生物、昊帆生物、西安华萃生物等国内企业生产相关产品。中国和南美是两个重要的生产地区，2022 年分别占有 44.82% 和 15.99% 的市场份额，预计未来几年，中国地区将保持最快增速，预计 2029 年份额将达到 48.95%。目前北美地区是全球最大的消费市场，2022 年占 29.16% 的市场份额，之后是欧洲和中国，分别占有 25.57% 和 15.97%。预计未来几年，印度地区增长最快，2023-2029 年期间 CAGR 大约为 11.07%。

2. 研究现状

2.1 神经系统疾病与认知功能

多项研究表明，磷脂酰丝氨酸对认知功能有显著的改善作用。一项研究发现，磷脂酰丝氨酸能够支持人类的认知功能，包括短期记忆的形成、长期记忆的巩固、新记忆的创造、记忆的检索、学习和回忆信息的能力、注意力的集中、推理和解决问题的能力、语言技能以及沟通能力。磷脂酰丝氨酸在阿尔茨海默病中的作用也得到了广泛研究。可以减缓、停止或逆转神经细胞中的生化变化和结构退化，从而支持认知功能。磷脂酰丝氨酸在抑郁症治疗中的潜力也得到了关注。一项研究发现，可以显著提高老年抑郁症患者的 β -内啡肽浓度。

2.2 炎症与免疫

磷脂酰丝氨酸在细胞凋亡过程中起到重要作用，通过促进凋亡细胞的清除，减少炎症反应。在免疫调节中的作用也得到研究表明，磷脂酰丝氨酸可以作为免疫抑制信号，参与凋亡细胞的吞噬过程，减少炎症反应。磷脂酰丝氨酸在提升运动表现方面也显示出潜力。研究表明，磷脂酰丝氨酸可以减少运动引起的应激反应，提高运动表现。

3. 标准现状

目前国外尚未有食品中磷脂酰丝氨酸的相关检测标准。QB/T 5821-2023《磷脂酰丝氨酸》仅适用于食品原料的检测方法，T/GDFPT 00014-2020《乳及乳制品中磷脂酰丝氨酸的测定》仅适用于乳及乳制品中磷脂酰丝氨酸的测定。

缺少标准方法，导致产品质量良莠不齐。通过检测方法的建立，可以为检测行业的规范有序发展、开展技术交流以及为各级质量安全监管部门依法监管与执法提供法规依据。

建立食品中磷脂酰丝氨酸的测定方法标准，一是填补了标准空白，响应国家建设食品安全标准化体系的要求，二是保持食品品质，规范市场和企业行为，是维持人们对磷脂酰丝氨酸食品信心的有力保障。

（五）主要工作工程

1. 起草（草案、论证）阶段

国家标准项目立项后，2022年8月召开了国家标准《食品中磷脂酰丝氨酸的测定》第一次工作会。主要由从事标准制修订、仪器分析、具有丰富技术经验的专业研究人员组成，工作组制定了初步的标准编制工作计划。

2. 工作计划和标准制定原则的确定

按照工作任务要求，标准编制工作组制定了标准起草工作计划和任务分工。在充分研究与讨论的基础上，制定了标准制定原则：

- （1）先进性：其准确度、精密度和灵敏度达到较高水平。
- （2）适用性：要适应我国磷脂酰丝氨酸产业发展的要求，满足现代化的需要。
- （3）可操作性：符合我国目前检测仪器设备和试剂、材料的供应条件。
- （4）实用性：符合检测从业人员的技术水平，能被国内主要的环境分析实验室所使用并达到所规定的要求。为质量控制部门、有关企业、研究院所等服务。

3. 国内外相关标准和文献的检索

目前，CAC、AOAC、ISO的相关标准中没有食品中磷脂酰丝氨酸测定方法的相关标准。QB/T 5821-2023《磷脂酰丝氨酸》仅适用于食品原料的检测方法，T/GDFPT 00014-2020《乳及乳制品中磷脂酰丝氨酸的测定》仅适用于乳及乳制品中磷脂酰丝氨酸的测定。

目前，市场中存在饮料、糖果、乳粉及乳制品等含有磷脂酰丝氨酸的相关产品，方法的开发将有利于维护消费者健康的需求、统一监测方法的需求、完善国家标准的需要、应对国际贸易的需求。

高效液相色谱具有准确度高、精密度高、操作简单等优点，因此选用液相色谱法检测食品中磷脂酰丝氨酸。以饮料、糖果、乳粉及乳制品等为样品，经过试验证明方法是可行的。对方法优化后，确定验证方案，方法的验证结果表明方法的准确性、回收率、精密度等方面都能达到国家标准的要求，并且符合制定国家标准的条件。

4. 标准方法的建立

标准工作组按照计划任务书的要求，结合制定标准的要求，研究建立标准方法的实验方案，并进行方法前处理条件的选择、仪器条件的确定和方法精密度、准确度及检出限的测定等试验。

5. 标准草案的形成

2022年8月—2024年09月，标准起草工作组针对不同磷脂酰丝氨酸产业、产品进行调研，获取了大量相关信息与数据。原料样品采集后，建立食品中磷脂酰丝氨酸的测定高效液相色谱法，包括线性范围、相关系数、加标回收率、精密度、检出限、定量限等，以及样品中磷脂酰丝氨酸的不同基质前处理条件及提取条件的优化，如提取溶剂体积、超声提取时间、净化手段等。

6. 方法验证

2024年10月—2025年1月，本方法经过具备本标准项目验证工作条件的6家实验室的验证，包括广东省食品工业研究所有限公司、广东省东莞市质量监督检测中心、江苏广海检验检测有限公司、广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、广州市食品检验所、中国科学院微生物研究所，方法验证结果符合要求。通过统计检验技术确认外部实验室试验结果的准确性。

7. 标准讨论稿和标准说明的形成及公开征求意见稿

2025年1月，起草工作组召开第二次标准起草工作会。与会专家对《食品中磷脂酰丝氨酸的测定》标准草案的名称、范围、检验方法内容、附录等章节逐一进行了修改，会后根据修改意见形成了《食品中磷脂酰丝氨酸的测定》标准讨

论稿及其编制说明。根据前期讨论意见进一步修改标准文本及编制说明，形成了标准公开征求意见稿。

二、标准编制原则和主要内容

（一）标准编制原则和依据

本标准以科学技术和实验数据为依据，结合产品实际生产情况，经过科学研究而制定。本标准的制定充分考虑食品中磷脂酰丝氨酸的行业发展，有效规范行业，促进相应行业提高产品质量，增强企业的市场竞争力，确保标准的科学性、先进性、可操作性，为确保食品的消费安全、保障消费者的饮食营养健康奠定基础。

方法的制定是依据《GB 5009.295-2023 食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》《GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南》和《GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测》。

本标准格式依据 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》的要求和规定编写。

（二）标准主要内容及确立依据

1. 标准名称

本标准主要解决食品中磷脂酰丝氨酸测定的技术问题，标准名称为：食品中磷脂酰丝氨酸的测定。翻译为“Determination of phosphatidylserine in food”。

2. 前言

明确了本标准的归口单位及主要起草单位、起草人等。

3. 范围

本文件规定了食品中磷脂酰丝氨酸的测定。

本文件适用于食品中磷脂酰丝氨酸的测定。

4. 引用文件

描述了本标准中涉及引用的标准等相关文件。

5. 方法原理

试样中磷脂酰丝氨酸经超声提取，固相萃取柱净化后，采用正相液相色谱法分离，利用蒸发光散射检测器（ELSD）检测，以外标法定量。

6. 色谱条件优化

6.1 检测器载气压力

蒸发光散射检测器载气压力会影响目标峰的出峰，本实验对比了不同气流压力下磷脂酰丝氨酸的出峰情况，图 1 和表 1 可知，气流压力为 3.0bar 时磷脂酰丝氨酸峰面积比其他气流压力下的峰面积大，但 3.0bar 下目标峰的峰宽较其他气流压力下的峰宽大，且该压力下峰型对称因子较差，而在 4.0、4.5 和 5.0bar 气流压力下磷脂酰丝氨酸峰面积响应及峰宽相近，但 4.5bar 压力下目标峰的峰高较高且峰型对称因子更接近于 1.0，故载气压力选定 4.5bar。

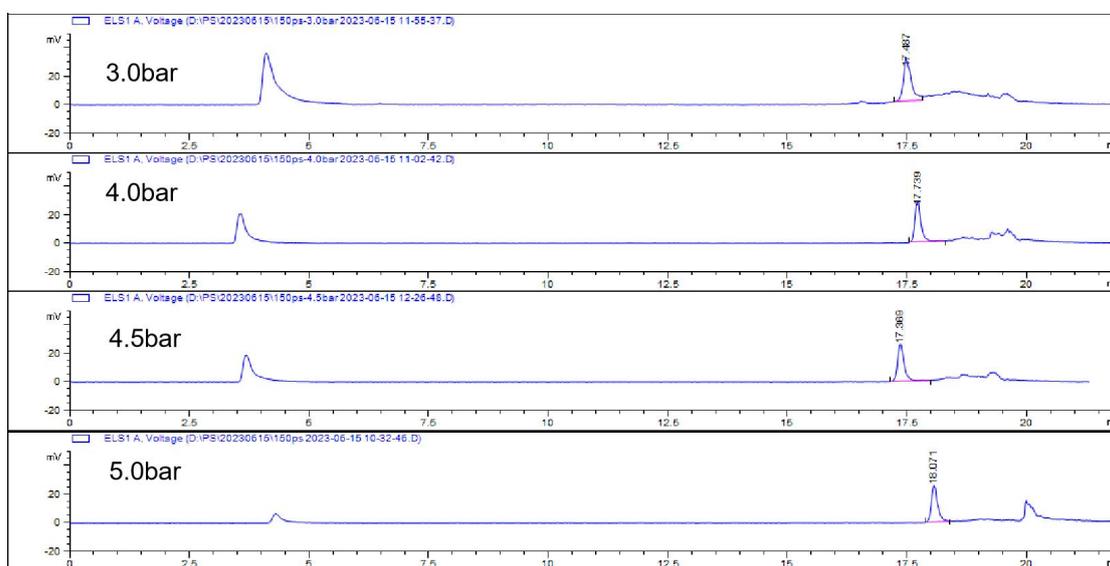


图 1 不同气流压力下磷脂酰丝氨酸的出峰情况

表 1 不同气流压力下磷脂酰丝氨酸峰型信息统计表

气流压力: bar	峰面积	峰高	峰宽	对称因子
3.0	336.8	30.4	0.1847	0.477
4.0	254.9	26.6	0.1599	0.715
4.5	257.6	29.4	0.1546	0.953
5.0	239.4	26.1	0.1529	0.629

6.2 流动相流速

流动相流速会影响目标峰的峰型及其目标峰及其他杂质的分离度，本实验探

究了不同流速下目标峰的出峰情况，结合图 2 和表 2，当流速为 1mL/min 时，目标物相较于 0.8mL/min 和 1.2mL/min 流速下，峰面积响应高，峰的对称好，故流速选用 1mL/min 作为实验的流动相流速。

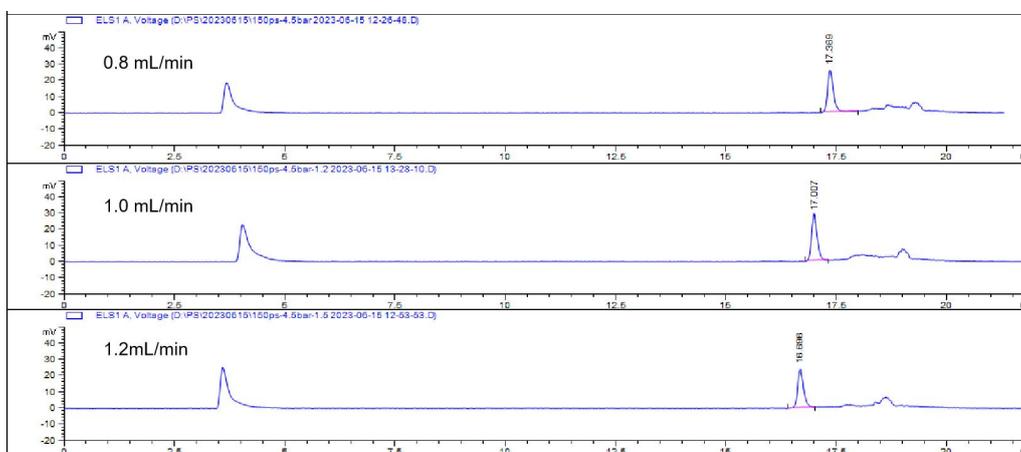


图 2 不同流速下磷脂酰丝氨酸的出峰情况

表 2 不同流速下磷脂酰丝氨酸峰型信息统计表

流速: mL/min	峰面积	峰高	峰宽	对称因子
0.8	257.6	29.4	0.1482	0.811
1.0	271.4	30.5	0.1546	0.953
1.2	236.7	25.0	0.158	0.824

6.3 色谱柱筛选

常用于分析磷脂类化合物的色谱柱主要有 Diol 二醇基色谱柱及硅胶柱，均可用于正相液相色谱分析。Diol 二醇基色谱柱特别适合分离多肽、蛋白、极性药物分子等，对流动相中水含量的敏感性较硅胶柱弱，反应性比氨基柱弱；硅胶柱适用于分离极性较强的化合物，如天然产物、药物代谢物等，具有高纯度和良好的表面修饰，确保高重现性和稳定性。

本方法探究了磷脂酰丝氨酸在 Diol 柱(4.0×250 mm, 5 μm)、Hedra Si(4.6×250 mm, 5 μm) 色谱柱在相同色谱条件下的出峰情况。由图 3 和表 3 可知，同等条件下磷脂酰丝氨酸在 Diol 柱中的出峰情况相较氨基柱峰型对称，基线平滑，故选用 Diol 二醇基色谱柱作为方法的色谱柱。

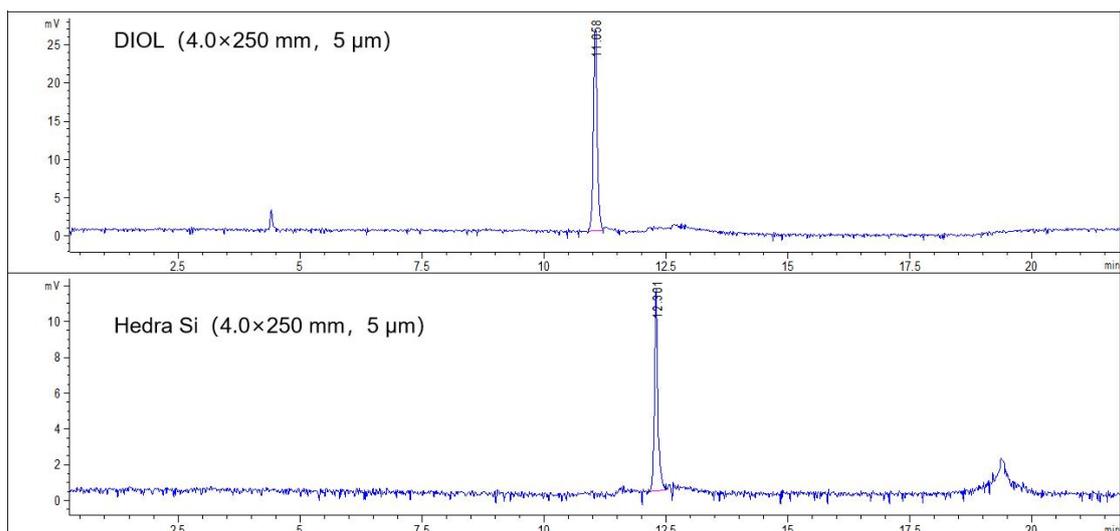


图 3 磷脂酰丝氨酸在不同色谱柱下的出峰情况

表 3 同等浓度标点在不同色谱柱下的出峰信息统计表

色谱柱	峰面积	峰高	峰宽	对称因子	信噪比
DIOL (4.0×250 mm,5 μm)	148.6	27.2	0.0839	1.026	34.2
Hedra Si (4.0×250 mm,5 μm)	55.2	11.4	0.0806	0.833	15.4

6.4 前处理优化

6.4.1 饮料/压片糖果/方便食品

方法 1: 称取适量样品, 加入标物溶液, 混匀, 加入 10 mL 氯仿甲醇溶液涡旋振荡溶解试样, 室温超声 10min 后离心, 过膜待测。

方法 2: 称取适量样品, 加入标物溶液, 混匀, 加入 10 mL 氯仿甲醇溶液涡旋振荡溶解试样后, 继续涡旋 10min, 离心, 过膜待测。

结果讨论: 方法 1 和方法 2 对比了超声和涡旋两种萃取方式对提取效率的影响, 图 4 A 表明样品在超声和涡旋提取相同时间下, 超声对样品提取效果较好。方法进一步探究超声时间对提取效率的影响, 由图 4B 可知, 随着超声时间的延长, 样品含量相近无明显变化。同时对超声过程中的水温进行监测, 水温逐渐由 28℃ 升至 38℃, 水温的变化对目标物的提取影响较小, 故选择室温下超声提取 10min 作为该类基质的萃取方式。

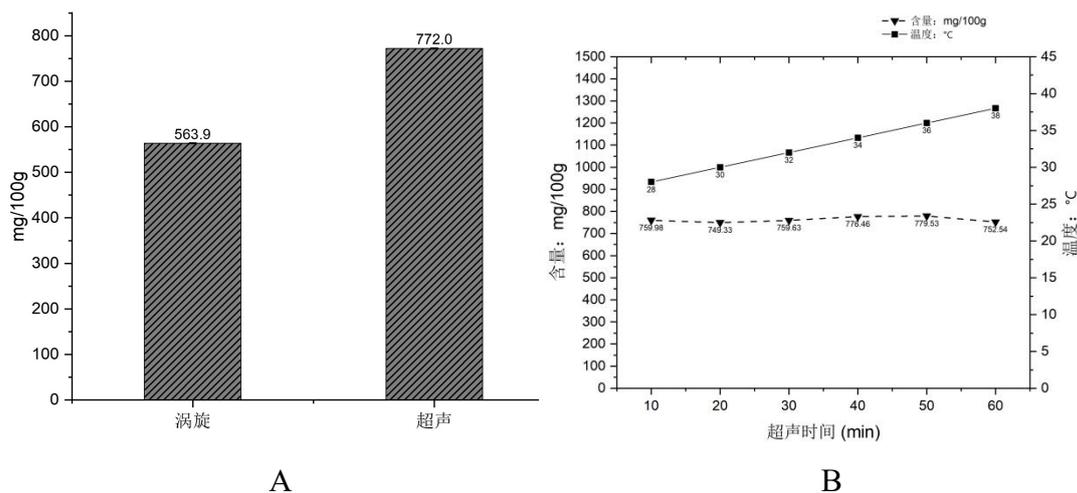


图 4 不同提取效率对样品目标物提取效率的影响

6.4.2 凝胶糖果

方法 1: 称取 1.0g 适量样品, 加入 10 mL 氯仿-甲醇溶液 (9:1) 涡旋振荡溶解试样, 室温超声 10min 后离心, 过膜待测。

方法 2: 称取 1.0g 试样于 50mL 离心管中, 加入 10mL pH6.0 缓冲盐溶液, 涡旋振荡分散试样, 加 10mL 氯仿-甲醇溶液(9:1)涡旋 2min 并于室温超声 10min, 10000r/min 离心 2min, 若离心后氯仿层出现乳化, 取氯仿层转移到另一干净离心管中, 加入 10mL 饱和食盐水, 涡旋 2min 后离心, 再取下层氯仿层过 0.22 μm 有机滤膜, 待测。

结果讨论: 由图 5 可知, 凝胶糖果基质由于样品中含有凝胶类物质, 自身的黏性较大, 采用方法 1 无法使样品分散溶解, 溶剂难以提取出被凝胶包裹的磷脂酰丝氨酸, 提取效果差; 方法 2 中 pH=6.0 的磷酸盐缓冲溶液通过调节离子强度、pH 值以及稀释效应及诱导相变等多重作用可使凝胶类物质溶解, 且不会破坏磷脂酰丝氨酸。再利用氯仿-甲醇溶液对溶解试样中磷脂酰丝氨酸进行萃取, 萃取过程中可能出现乳化现象, 导致下层氯仿层呈现乳浊状态, 向有机相中加入饱和食盐水, 可消除乳化现象, 实现目标化合物的提取, 且方法 2 的回收率满足方法要求。故选择方法 2 作为该类基质的萃取方式。

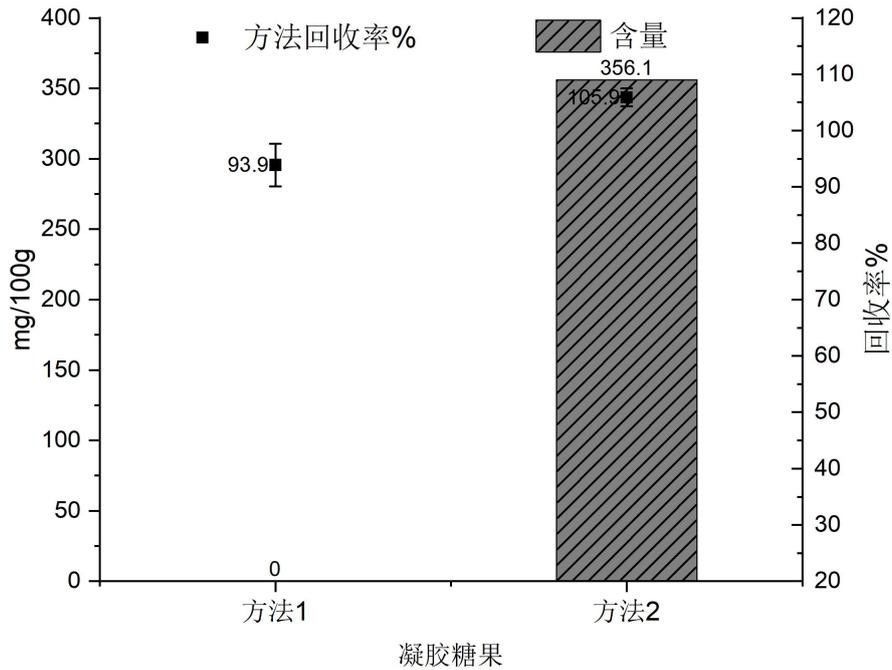


图 5 凝胶糖果提取方法对比

6.5 乳粉及乳制品

6.5.1 提取方法选择

称取 1.0g 空白乳粉基质试样（精确至 0.001g）于 50mL 离心管中，加入 1 mg 磷脂酰丝氨酸标准物质，混匀，加入 2mL 水，涡旋混匀 30s 使试样分散溶解，加入 9mL 甲醇，涡旋混匀 1min，加入 10mL 氯仿，涡旋混匀 1min，于 10000r/min 离心 2min，上清液转移至另一 50mL 离心管，加入 10mL 饱和氯化钠溶液，涡旋 2min，于 10000r/min 离心 2min，去除上层水相，保留下层氯仿层，过膜进样分析。同步做空白加标试验。

由图 6 可知，空白和空白乳粉基质的加标回收分别为 108.7%和 106.45%，说明方法 2 的提取效率满足要求。

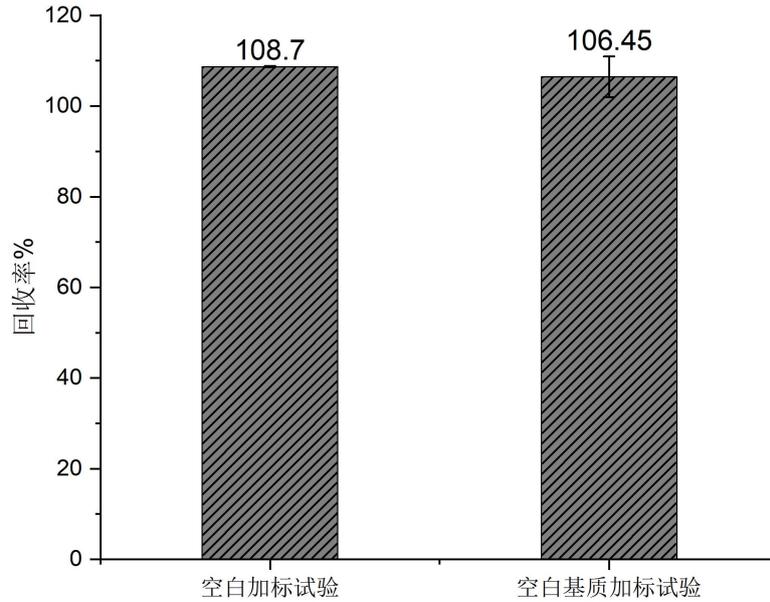


图 6 乳粉及乳制品空白试验结果

6.5.2 氯仿提取时间的选择

为进一步验证氯仿提取时间对样品提取效率的影响，分别探究了氯仿加入后提取时间对目标物提取效率的影响，分别称取 1g 空白乳粉基质于 50mL 离心管中，加入 1mg 磷脂酰丝氨酸标物，混匀，加入 2mL 水，涡旋混匀 30s 使试样分散溶解，加入 9mL 甲醇，涡旋混匀 1min，加入 10mL 氯仿，分别涡旋混匀 1、2、3、4、5min 后，在 10000r/min 离心 2min，上清液转移至另一 50mL 离心管，加入 10mL 饱和氯化钠溶液，涡旋 2min，于 10000r/min 离心 2min，去除上层水相，保留下层氯仿层，过膜，进样分析。由图 7 可知氯仿加入后提取 1min 即实现目标物的提取，且随着提取时间的延长，目标物的提取效果几乎保持不变，最终选定氯仿加入的提取时间为 1min。

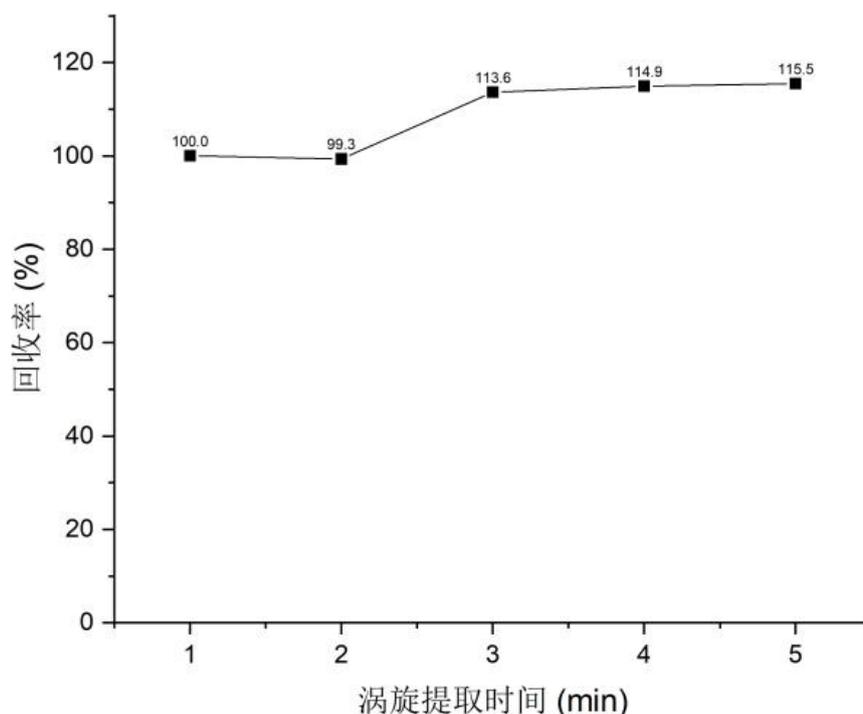


图 7 空白和空白乳粉基质加标提取回收率

6.5.3 固相萃取净化小柱的选择

食品基质复杂性导致目标物分析可能存在干扰，固相萃取柱是目前实验室常用的净化手段。可采用氨基固相萃取柱和硅胶固相萃取柱用于磷脂类目标物净化，氨基柱主要通过氨基与磷脂中的极性基团形成氢键作用，从而实现磷脂的富集和净化，而硅胶固相萃取柱主要通过硅胶的极性表面与磷脂中的极性基团相互作用，实现磷脂的富集和净化。

实验对比了氨基固相萃取柱（6cc）与硅胶固相萃取柱 LC-Si（6cc）对磷脂酰丝氨酸回收率的情况：

氨基柱净化步骤：氨基固相萃取柱用 5mL 正己烷活化后，取 5mL 待净化溶液过柱，依次用 5mL 氯仿-甲醇溶液（9:1）5mL 乙腈-正丙醇溶液（2:1）5mL 甲醇淋洗。加入 6mL 异丙醇-甲醇盐酸溶液（4:1）洗脱，抽干。收集洗脱液，于 45℃ 水浴氮吹至干。用 1~5mL 氯仿-甲醇溶液（9:1）复溶，经 0.22 μm 有机滤膜过滤，待测。

硅胶固相萃取柱 LC-Si 净化步骤：LC-Si 用 5mL 正己烷活化后，取 5mL 待净化溶液过柱，5mL 正己烷-乙醚（4:1），5mL 正己烷-乙醚（1:1）淋洗，依次 5mL 甲醇，5mL 氯仿-甲醇-水（3:5:2）洗脱，收集洗脱液。

以上两款柱子对磷脂酰丝氨酸标准品的柱回收均在 90-102%之间，回收率较好，但在样品前处理加标回收试验中，LC-Si 柱洗脱磷脂酰丝氨酸过程中同时洗脱下了其他磷脂类化合物，存在干扰。氨基固相萃取小柱在乙腈-正丙醇（体积比 2：1）、甲醇、异丙醇-甲醇盐酸（体积比 4：1）的淋洗下，依次将磷脂酰胆碱、磷脂酰乙醇胺、磷脂酰丝氨酸淋洗下来，可实现单一目标峰的分净化，可有效排除其他磷脂类化合物的干扰，提高分析的准确性，结果见图 8。故最终选用氨基柱作为净化小柱。

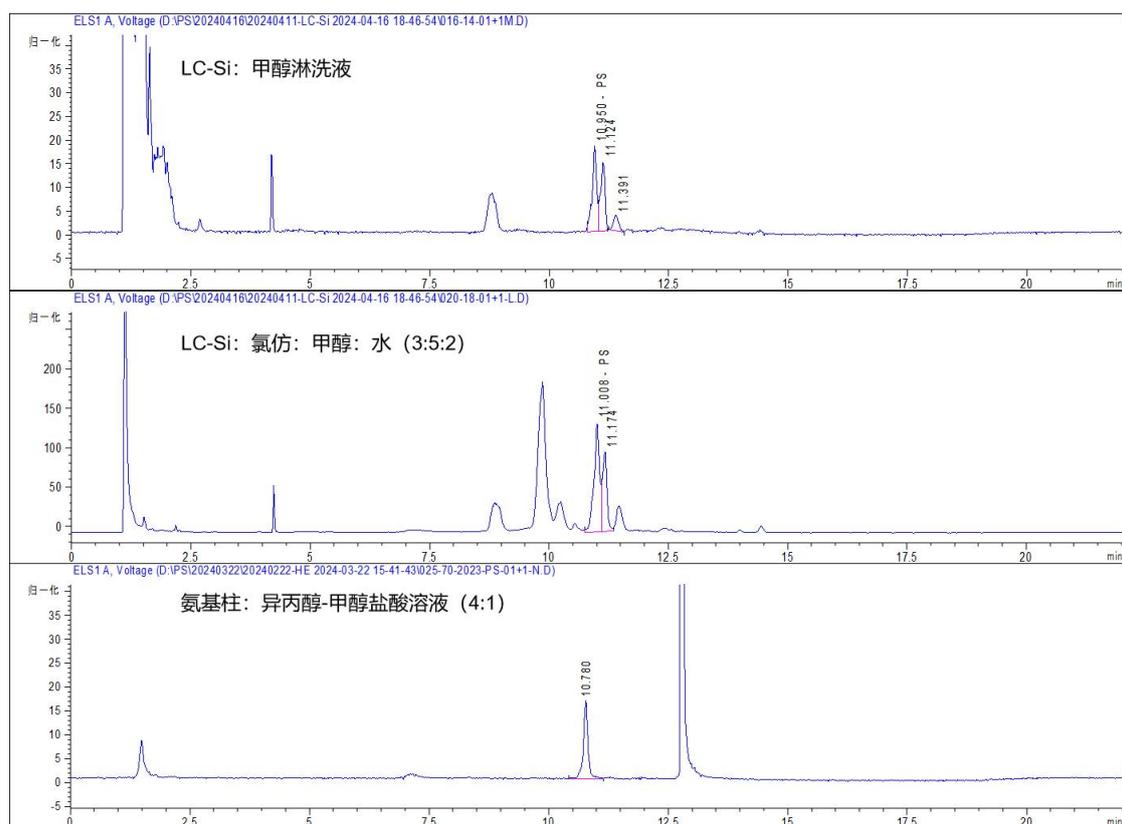


图 8 乳粉在 LC-Si 和氨基固相萃取小柱净化结果

7. 仪器稳定性研究

配制 100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度标准工作液，统计目标物的峰面积计算相对标准偏差（RSD%），用于判定仪器稳定性。

方法连续重复进样 10 次，标物的峰面积的相对标准偏差（RSD%）为 6.5%，仪器稳定性好。

8. 标物存储稳定性研究

配制 10mg/mL 磷脂酰丝氨酸标准物质储备液，于 -20°C 下冷冻保存。上机测

试时稀释成 100 $\mu\text{g/mL}$ ，间隔一周测定标物的响应变化情况，连续测定 2 个月。统计目标物的峰面积计算相对标准偏差（RSD%），用于判定标物存储稳定性。由表 4 可知，储备液在 -20°C 下冷冻条件下连续保存 8 周相对稳定。

表 4 标物存储稳定性研究

测定间隔：周	峰面积	峰面积均值	RSD%
第 1 周	128.5		
第 2 周	133.5		
第 3 周	126.9		
第 4 周	121.4	123.9	5.3
第 5 周	110.8		
第 6 周	125.0		
第 7 周	123.0		
第 8 周	122.5		

9. 日间稳定性研究

配制 100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度标准工作液，储存条件分别为室温 25°C 及冷藏 4°C ，连续进样 7 天，统计目标物 7 天内的峰面积，并计算相对标准偏差（RSD%），用于研究日间稳定性。由表 5 可知室温和冷藏条件下 7 天内相对稳定。

表 5 日间稳定性及存储稳定性比对

测定天数：天	室温	冷藏
	峰面积：mAu	峰面积：mAu
1	126.6	135.8
2	123.1	144.9
3	122.8	131.6
4	127.7	130.0
5	151.1	147.4
6	142.3	136.0
7	138.5	128.6
均值	134.6	136.3
RSD%	7.9	5.3

10. 色谱条件

- a) 色谱柱：Diol 柱（ $4.6\text{mm}\times 250\text{mm}$ ， $5\mu\text{m}$ ），或具有同等性能的色谱柱；
- b) 柱温： 45°C ；
- c) 进样体积： $20\mu\text{L}$ ；
- d) 流速： $1.0\text{mL}/\text{min}$ ；
- e) 流动相 A：正己烷-异丙醇-乙酸-三乙胺（ $820:170:10:0.8$ ，V/V）；流动相 B：异丙醇-水-乙酸-三乙胺（ $850:140:10:0.8$ ，V/V）；

- f) 氮气压力：4.5bar；
- g) 雾化温度：80℃；
- h) 洗脱程序见表 1。

表 6 梯度洗脱程序

时间：min	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	95	5
8	60	40
17	40	60
17.01	0	100
20	0	100
20.1	95	5
22	95	5

三、主要试验结果情况

2024 年 10 月-2025 年 1 月，本方法经过国家轻工业食品质量监督检测广州站、江苏广海检验检测有限公司、广州市食品检验所、中国科学院微生物研究所、广东省东莞市质量监督检测中心、广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心) 6 家实验室进行了方法验证。

参与对比实验室情况：

序号	实验室名称	资质
1	广东省食品工业研究所有限公司 (国家轻工业食品质量监督检测广州站)	CNAS、CMA
2	江苏广海检验检测有限公司	CNAS、CMA
3	广州市食品检验所	CNAS、CMA
4	中国科学院微生物研究所	CMA
5	广东省东莞市质量监督检测中心	CNAS、CMA
6	广东省科学院测试分析研究所 (中国广州分析测试中心)	CNAS、CMA

对比的步骤和流程：由广东省食品工业研究所有限公司（国家轻工业食品质量监督检测广州站）发起并将样品编号后以盲样方式发给参与验证的实验室；实验室按照本标准方法文本确定的步骤进行操作，得到相关检测结果和数据以及验证结论。

2024年10月-2025年1月期间，标准制定工作组组织6家检测单位对本标准的线性范围、准确度和精密度进行了验证，结果详见附件1-6中6家单位的验证报告。

1. 线性范围验证

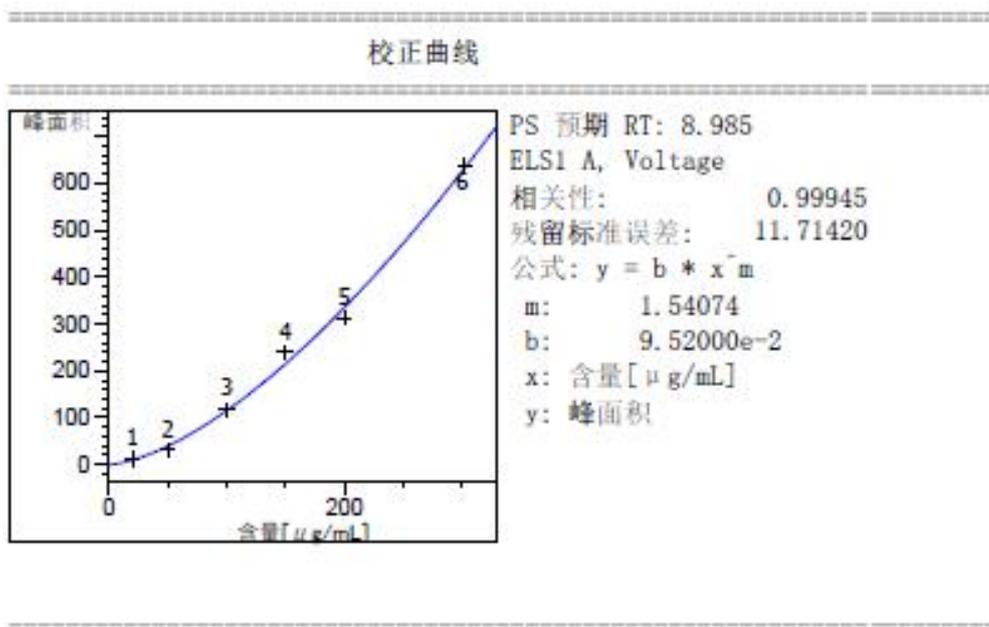
为了验证线性范围，对比了6家实验室在两种方法下的标准线性曲线。标准曲线（至少5个点，不包括0点，附图）、相关系数、线性范围。结果见下表7。

表7 样品的线性范围考察结果

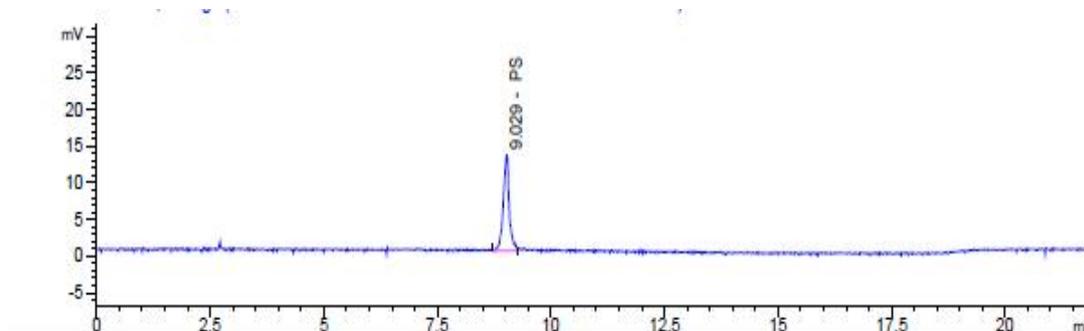
验证单位	标准曲线	相对系数 R	线性范围
验证单位 (1)	$y=0.0952*x^{1.54074}$	0.99945	20.05-300.7
验证单位 (2)	$y=3.24221*x^{1.42072}$	0.99989	20.01-300.2
验证单位 (3)	$y=0.405675*x^{1.60483}$	0.99981	20.01-300.1
验证单位 (4)	$y=1.65544x-0.27312$	0.99915	19.81-282.5
验证单位 (5)	$\log(y)=1.4538*\log(x)-0.0218$	0.9998	20.80-301.2
验证单位 (6)	$y=0.135030x^{1.59217}$	0.99983	20.40-306.0

5 家验证单位取得的色谱图结果如下:

验证单位 1:

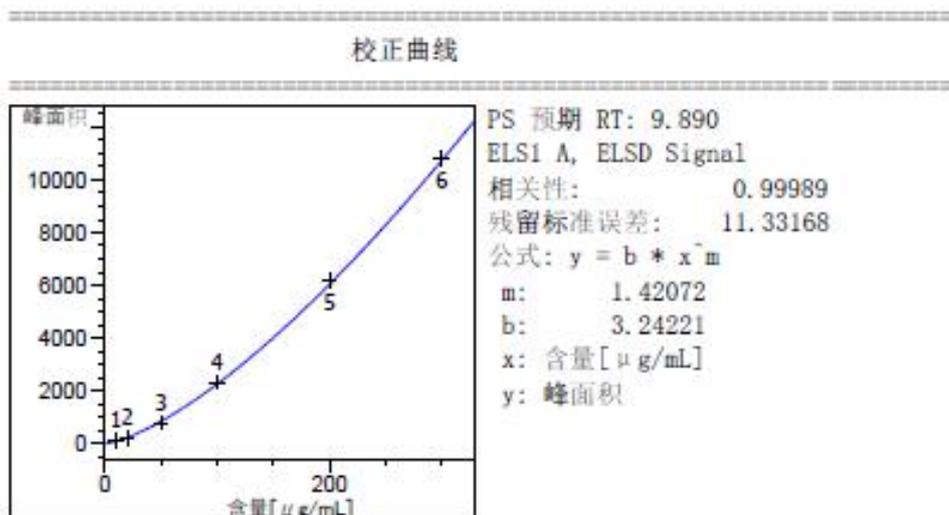


标准曲线图

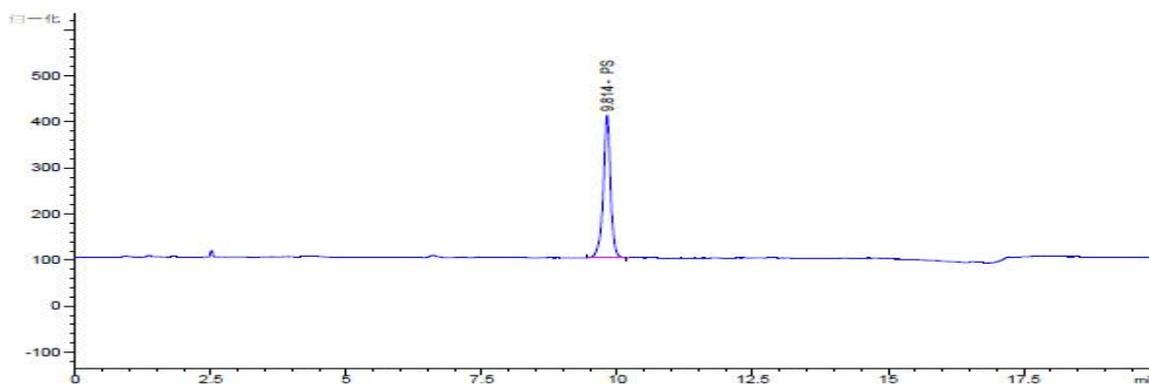


100μg/mL 标准品色谱图

验证单位 2:

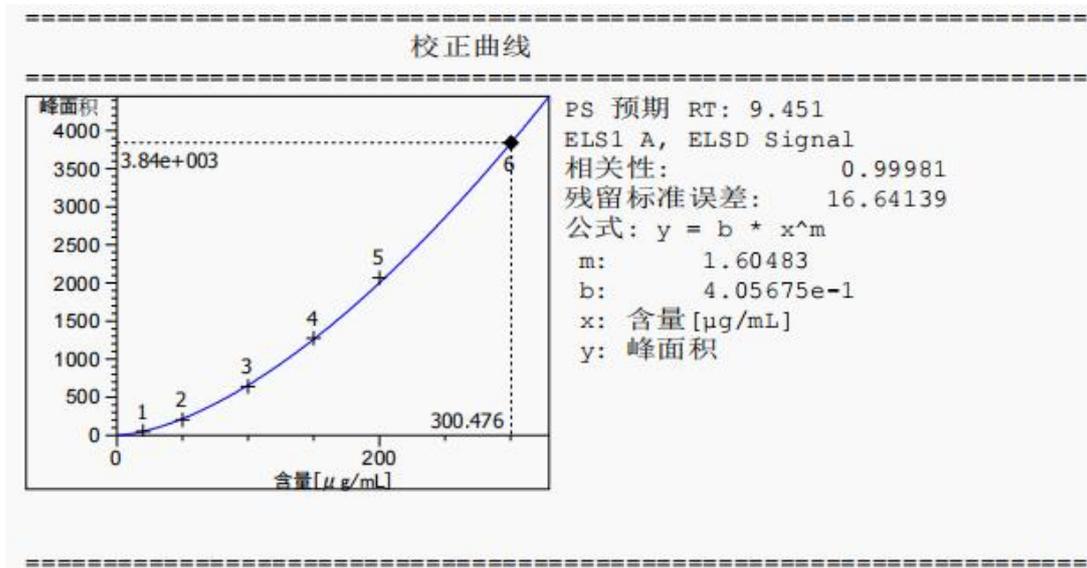


标准曲线图

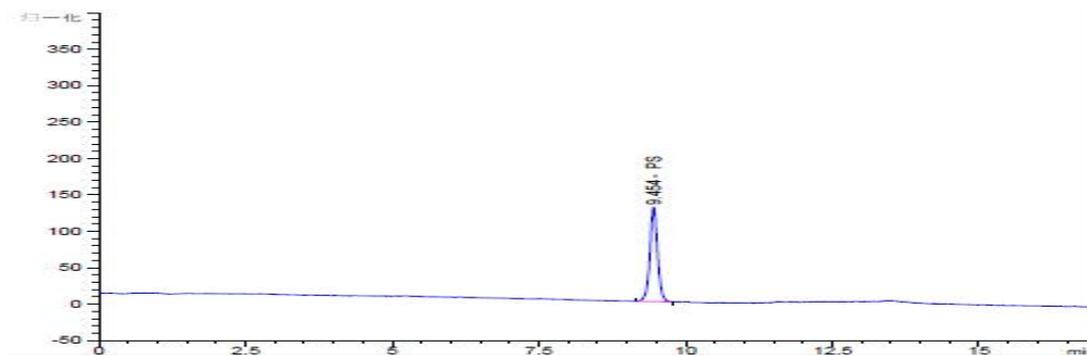


100μg/mL 标准品色谱图

验证单位 3:

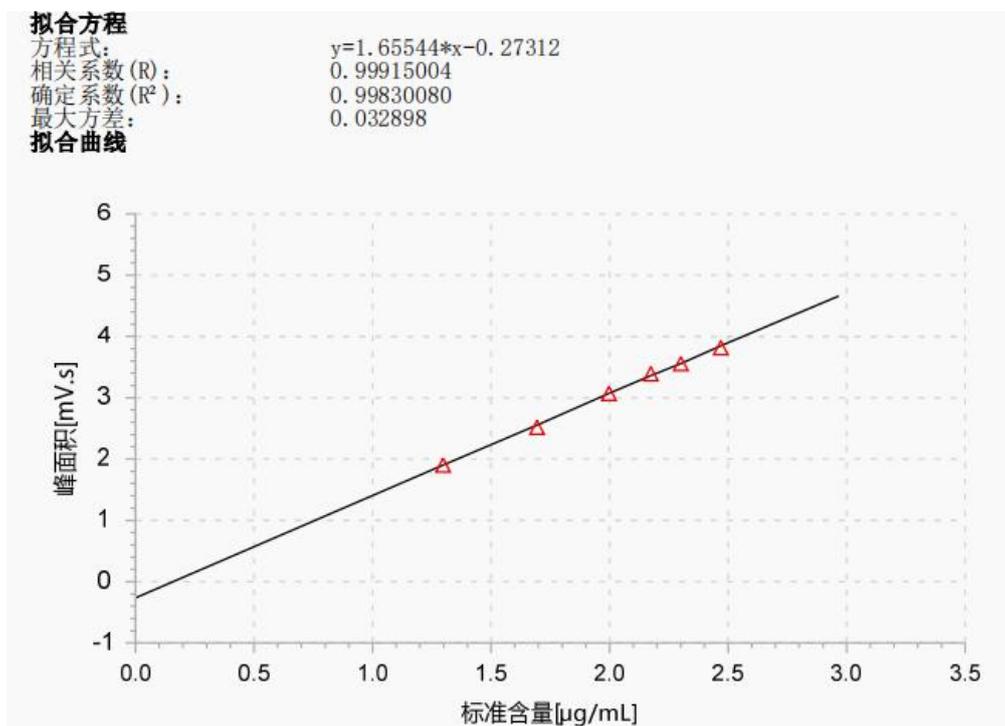


标准曲线图

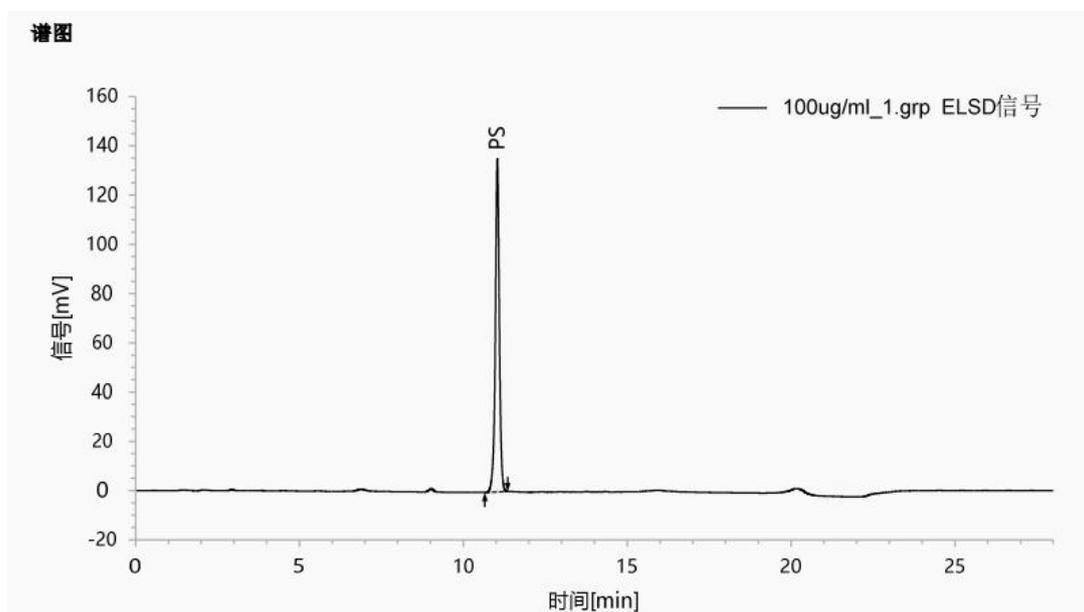


100μg/mL 标准品色谱图

验证单位 4:

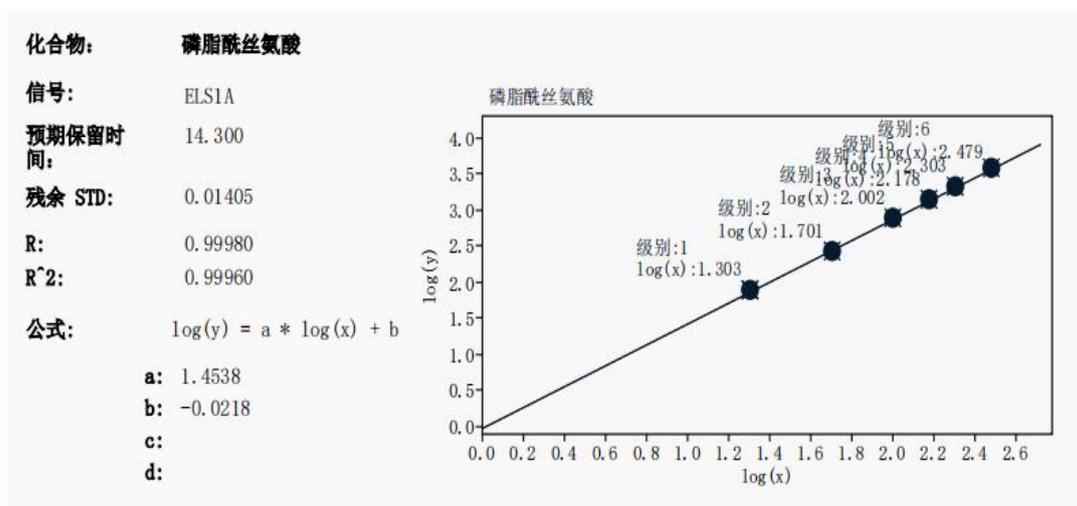


标准曲线图

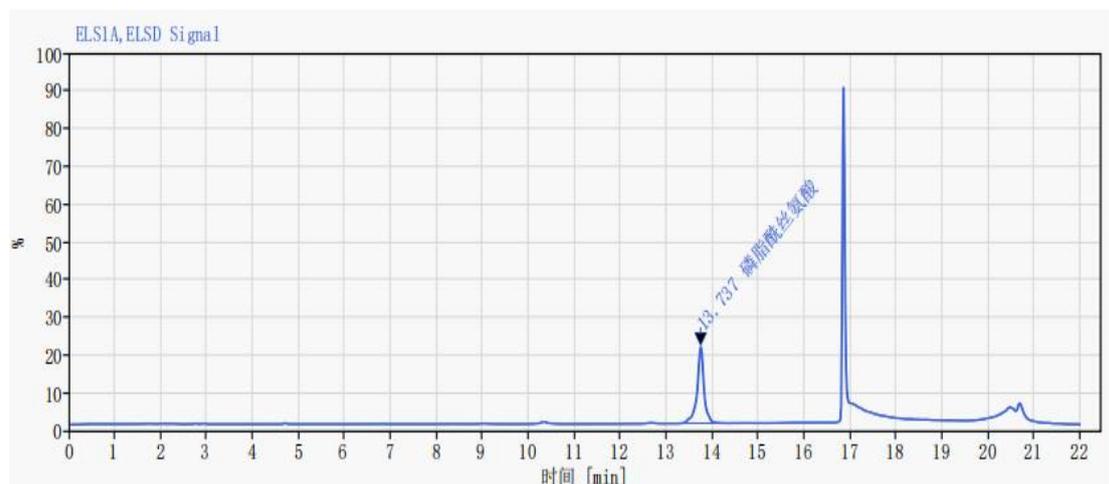


100μg/mL 标准品色谱图

验证单位 5:

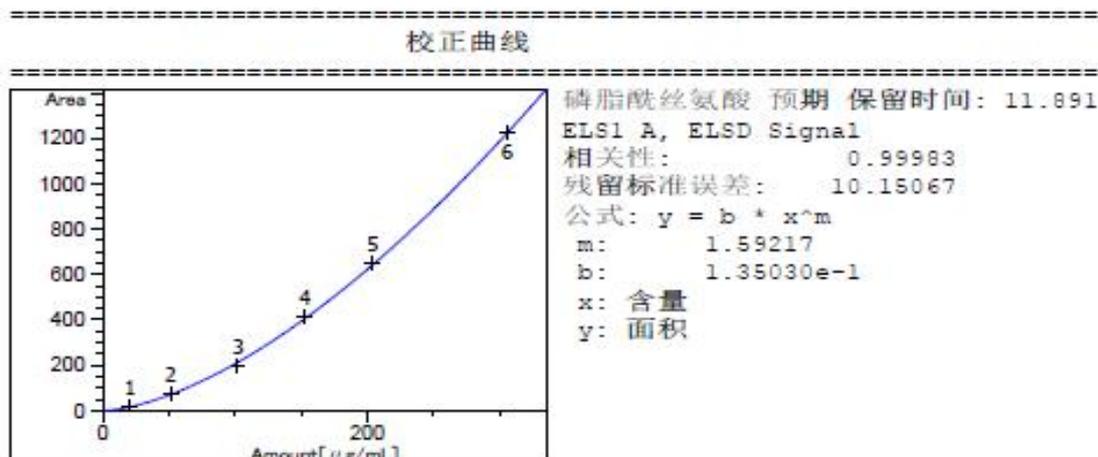


标准曲线图

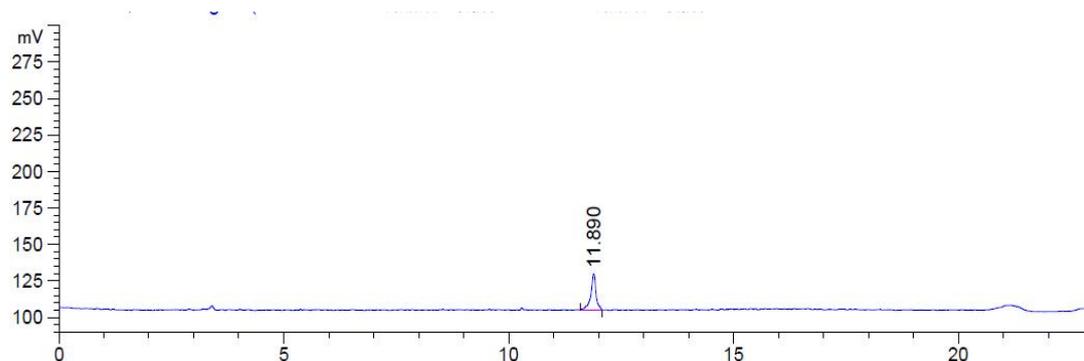


100 μ g/mL 标准品色谱图

验证单位 6:



标准曲线图



100µg/mL 标准品色谱图

2. 方法回收率的验证

为了验证方法的准确度，通过回收试验对测量结果的偏差进行评估。根据《GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测》，将已知浓度的分析物加到样品中，按照预定的分析方法进行检测，测得的实际浓度减去原先未添加分析物时的样品的测定浓度，并除以所添加浓度的百分率，即为回收率。

用已配制好的标准品储备液对样品 2024-PS-001~005 进行检出的低、中、高三个加标浓度进行加标，每组独立检测至少 6 次，并计算回收率，见表 8。

表 8 样品添加回收率考察结果 (n=6)

验证单位	样品名称及 基质	本底值 (mg/100g)	添加水平 (mg/100g)	平均测定值 (mg/100g)	测定值 RSD%	平均回收 率%	回收率 RSD%
验证单位 1	2024-PS-001 乳粉	0	50.1	42.3	2.9	84.47	2.9
验证单位 2			100	107	1.5	106.4	1.5
			200	185	0.55	92.48	0.55
验证单位 3		0	50.1	48.0	2.9	95.82	2.9
			100	96.7	5.6	96.39	5.6
			200	192	6.6	95.88	6.6
验证单位 4		0	50.0	47.1	1.9	96.07	1.6
			100	94.2	1.4	95.69	1.4
			200	201	1.3	103.4	1.6
验证单位 5		0	50.0	52.6	0.50	107.6	0.51
			100	99.0	0.71	101.2	0.70
			200	191	0.76	97.34	0.76
验证单位 6		0	50.2	42.4	1.8	85.69	1.3
			100	85.9	1.1	87.11	1.4
			201	205	0.81	103.4	0.56
验证单位 1		0	51.0	43.5	3.2	89.07	3.2
			102	90.2	4.8	92.75	2.8
			204	193	3.8	98.38	2.6
2025-PS-002 凝胶糖果	0	50.1	47.9	7.1	95.58	7.1	
		100	99.8	2.9	99.60	2.9	
		200	190	2.6	95.04	2.6	
	验证单位 2	0	50.1	49.2	3.7	98.25	3.7
			100	108	1.2	107.9	1.2
			200	197	1.9	98.47	1.9
	验证单位 3	0	50.0	41.2	1.1	82.38	1.1
			100	94.4	0.78	95.06	0.64
			200	200	0.93	104.1	0.68
	验证单位 4	0	50.2	47.2	1.2	95.90	1.5
			100	102	1.2	103.3	1.2
			200	202	1.6	103.1	1.6
	验证单位 5	0	50.2	41.7	0.68	85.07	1.9
			100	81.2	1.6	82.24	0.90
			201	181	1.8	92.18	0.93
	验证单位 6	0	51.0	45.72	5.7	96.20	4.76
			102	101.3	3.1	104.4	0.44
			204	191.2	4.5	99.09	1.8

验证单位	样品名称及 基质	本底值 (mg/100g)	添加水平 (mg/100g)	平均测定值 (mg/100g)	测定值 RSD%	平均回收 率%	回收率 RSD%	
验证单位 1	2024-PS-003 固体饮料	0	50.1	54.1	1.3	108.0	1.3	
验证单位 2			100	107	2.5	106.4	2.5	
			200	204	1.2	101.7	1.2	
验证单位 3		0	50.1	49.2	3.5	98.10	3.5	
			100	105	2.5	105.1	2.5	
			200	215	2.1	102.0	2.1	
验证单位 4		0	50.0	47.4	1.4	96.13	1.4	
			100	95.3	0.93	96.67	0.43	
			200	195	0.51	98.37	0.61	
验证单位 5		0	50.0	43.0	0.82	87.40	0.82	
			100	91.2	0.71	92.76	0.71	
			200	187	0.39	95.23	0.39	
验证单位 6		0	50.2	42.6	2.7	86.71	1.9	
			100	94.6	2.6	95.54	2.4	
			201	200	1.2	102.4	1.0	
验证单位 1		2025-PS-004 压片糖果	0	51.0	49.1	4.3	100.9	1.3
				102	97.6	3.5	102.0	1.7
				204	198	4.3	103.9	2.1
验证单位 2	0		50.1	43.1	2.1	86.02	2.1	
			100	87.6	1.3	87.43	1.3	
			200	185	0.78	92.12	0.78	
验证单位 3	0		45.1	38.0	1.8	84.32	1.8	
			100	86.4	1.2	86.15	1.2	
			200	204	5.6	101.5	5.6	
验证单位 4	0		50.0	40.7	1.5	81.33	1.2	
			100	86.1	0.67	86.26	0.73	
			200	185	0.63	92.93	0.42	
验证单位 5	0		50.0	47.1	1.9	94.59	1.7	
			100	92.8	2.7	93.37	2.8	
			200	195	1.2	97.65	1.1	
验证单位 6	0		50.2	41.0	2.2	83.37	1.4	
			100	81.4	2.2	83.01	1.3	
			201	198	1.3	99.81	0.90	
验证单位 1	2024-PS-005 冲调方便食 品	361	51.0	46.3	5.5	96.31	3.7	
			102	99.9	4.4	104.6	1.5	
			204	176	4.5	90.76	0.27	
验证单位 1	2024-PS-005 冲调方便食 品	361	50.8	451	1.2	103.6	3.4	
			102	532	0.8	101.6	3.0	
			152	640	1.9	103.8	2.6	

验证单位	样品名称及 基质	本底值 (mg/100g)	添加水平 (mg/100g)	平均测定值 (mg/100g)	测定值 RSD%	平均回收 率%	回收率 RSD%
验证单位 2		352	50.1	452.7	1.4	101.0	6.5
验证单位 3			100	555.8	1.1	106.9	2.0
			200	735.7	3.1	104.1	1.9
验证单位 4		370	50.0	418	0.78	96.90	7.8
			100	462	0.22	92.63	1.1
			200	558	0.70	94.39	2.0
验证单位 5		333	50.0	462	0.48	98.06	1.7
			100	601	0.43	102.4	1.0
			200	860	0.70	101.0	1.2
验证单位 6		342	50.2	430	1.0	90.46	3.8
			100	512	1.2	86.56	3.1
			201	719	1.3	96.07	1.5
验证单位 6		364	51.0	408	0.58	92.35	6.2
			102	448	1.1	97.35	4.6
			204	545	1.0	100.3	4.0

3. 检出限（LOD）和定量限（LOQ）的确定

采用信噪比法评估检出限 LOD。根据 GB/T 27417-2017，对于定量方法来说，由于仪器分析过程都会有背景噪声，利用已知低浓度的分析物样品与空白样品的测量信号进行比较，信噪比为 3:1 时的分析物样品的浓度为本方法的检出限 LOD，三倍的 LOD 作为方法的定量限 LOQ，结果见表 9。悟空 K2025 和安捷伦 G4260B 型号的蒸发光检测器性能相当。验证单位 1 采用蒸发光检测器的型号为安捷伦 G4218A，安捷伦 G4260B 相较于 G4218 拥有更加先进的光电倍增管，可降低噪声干扰；雾化器和蒸发器温度调节范围更大；气体流量可精确控制且有切断功能；数字信号抗干扰性强，短期噪声和漂移更低等特点，灵敏度会更高。目前检测机构、科研院所及企业等均存在部分 G4218A 蒸发光检测器用于检测，为确保方法的适用性，综合考虑将方法的检出限定为 20mg/100g，定量限定为 60mg/100g。

表 9 方法的检出限与定量限考察结果

验证单位	LOD (mg/100g)	LOQ (mg/100g)	蒸发光检测器 型号	蒸发温度：℃	雾化温度：℃
验证单位 1	20	60	安捷伦 G4218A	80	/
验证单位 2	5	15	安捷伦 G4260B	80	80
验证单位 3	5	15	安捷伦 G4260B	85	80
验证单位 4	5	15	安捷伦 G4260B	100	60
验证单位 5	4	12	悟空 K2025	80	80
验证单位 6	20	60	安捷伦 G4260B	60	60

4. 方法的精密度验证

为了确定重复性条件下的精密度，考察了在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象，相互独立进行测试获得的测试结果的相对标准偏差（n=6）。在 6 个实验室分别进行了考察，结果如表 10 所示，不同盲样的检测数据批内相对标准偏差为在 0.60% - 8.4%。以上验证试验结果说明，该方法具有良好的精密度。

表 10 方法的精密度考察结果

盲样名称及基质	检测项目	参数	验证单位 1	验证单位 2	验证单位 3	验证单位 4	验证单位 5	验证单位 6
2023-PS-005 冲调方便食品	磷脂酰丝氨酸	平均值 (mg/100g)	361	352	370	333	342	364
		相对标准偏差%	5.6	3.8	1.1	0.70	4.1	2.4
2023-PS-006 冻干方便食品		平均值 (mg/100g)	216	221	215	187	203	238
		相对标准偏差%	3.6	4.6	2.8	0.60	2.3	1.2
2023-PS-007 液体饮料		平均值 (mg/100g)	0	0	0	0	0	0
		相对标准偏差%	/	/	/	/	/	/
2023-PS-008 压片糖果		平均值 (mg/100g)	6.35×10^3	6.20×10^3	6.32×10^3	5.77×10^3	6.26×10^3	6.47×10^3
		相对标准偏差%	3.1	2.2	5.8	1.7	1.5	2.4
2023-PS-009 固体饮料		平均值 (mg/100g)	772	779	837	739	739	845
		相对标准偏差%	1.9	1.3	2.1	1.0	2.3	2.4
2023-PS-010 乳粉	平均值 (mg/100g)	605	562	582	518	606	578	
	相对标准偏差%	6.2	8.4	1.2	1.3	1.8	4.9	

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、与国际、国内外对比情况

国内标准情况：QB/T 5821-2023 《磷脂酰丝氨酸》：仅适用于食品原料的测定；T/GDFPT 00014-2020 《乳及乳制品中磷脂酰丝氨酸的测定》：仅适用于

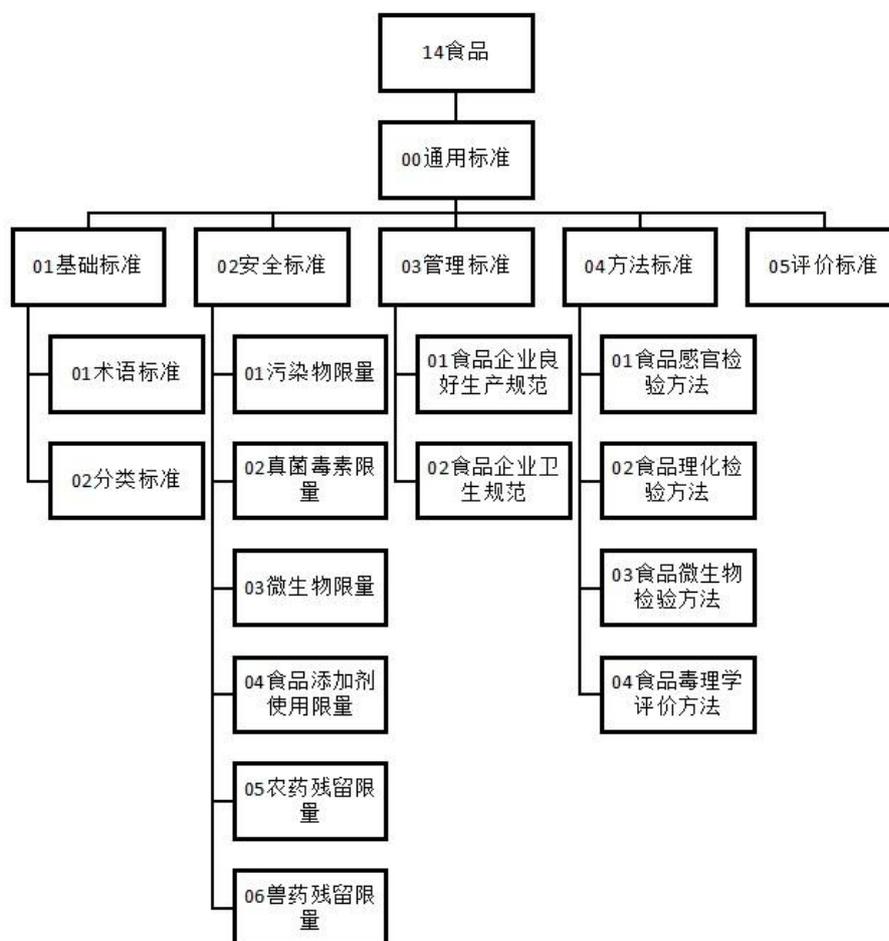
乳及乳制品的磷脂酰丝氨酸的测定；国外暂无关于食品中磷脂酰丝氨酸的测定标准。

目前磷脂酰丝氨酸含量测定方法无国际标准和国外先进标准可参照。本标准在制订过程中对以磷脂酰丝氨酸项目的产品、检测方法和市场进行了充分的调查研究，并广泛征求和采纳了国内相关领域专家的意见和建议，所制定的标准适合我国国情，具有先进性、科学性、实用性和可操作性。该标准确定的方法灵敏度好，精确度高，优于国内外报道的其他检测方法。

六、在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本文件属于轻工标准体系建设方案中“食品（14）-通用（00）-方法标准（04）-食品理化检验方法（02）”。

本标准与《食品安全法》及现行相关法律、法规和强制性食品安全国家标准及卫生标准的规定一致。



七、与现行法律、法规和强制性标准的关系

标准所确定的各项技术指标和内容符合我国现行的有关方针、政策，并与相关法律、法规、标准吻合。本标准的编制依据为现行的法律、法规，按照 GB/T1.1-2009《标准化工作导则》、GB/T 20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的要求进行编写制订。

本标准颁布实施后，填补我国磷脂酰丝氨酸的测定方法的空白，更有利于行业应用；与现行的法律、法规及其他国家标准没有矛盾。

八、标准作为强制性或推荐性标准的意见

建议本标准作为推荐性国家标准发布。

九、实施标准的建议

如果本标准被批准并发布，为了贯彻好本标准，使其有效发挥作用，建议在标准发布后在相关企业和检测机构进行宣传 and 贯彻，并组织有关部门和人员进行学习和培训。在贯彻该标准时应严格遵守实验室规范（包括试验条件和人员操作等因素），保证标准执行的规范性和权威性。标准批准、正式发布后，由广东省食品工业研究所有限公司等标准起草单位举办标准宣贯会，讲解分析方法的技术要领和关键步骤。

十、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中，无重大分歧意见。

十一、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性行业标准，建议尽快发布实施。

十二、贯彻标准的要求和措施建议

本标准的制定，符合我国的实际要求，在行业和市场经济中占有十分重要的地位。标准的实施为规范食品中磷脂酰丝氨酸的测定方法提供支撑，为确保食品的消费安全、保障消费者的饮食营养健康奠定基础，是推进我国食品产业向更高层次发展的重要突破点，是实现食品产业发展的重要典范。该标准对于倡导和优化工业化食品行业发展环境、规范市场运行秩序、提升产品质量、推动技术进步、

保护消费者和企业的合法权益等方面发挥了不可替代的作用,对工业化食品产业发展起到重要的支撑作用。为检测行业的规范有序发展、开展技术交流以及为相关监督部门提供法规依据。

十三、废止现行相关标准的建议

无。

十四、其他应予说明的事项

无。

十五、参考文献

[1] TGDFPT 0014—2020 乳及乳制品中磷脂酰丝氨酸的测定

[2] QB/T 5821-2023 磷脂酰丝氨酸

[3] Lin Q, Zhang J, Pei W, Zhang C, Yew JL. Determination of phosphatidylserine in milk-based nutritional products using online derivatization high-performance liquid chromatography. *Journal of chromatography. A*. 2015 Feb;1381:260-263. DOI: 10.1016/j.chroma.2014.12.061. PMID: 25620739.

[4] Pietsch A, Lorenz RL. Rapid separation of the major phospholipid classes on a single aminopropyl cartridge. *Lipids*. 1993 Oct;28(10):945-7. doi: 10.1007/BF02537505. PMID: 27483556

[5] Ferraris Q, Hale J, Teigland E, Rao A, Qian MC. Phospholipid analysis in whey protein products using hydrophilic interaction high-performance liquid chromatography-evaporative light-scattering detection in an industry setting. *Journal of Dairy Science*. 2020 Dec;103(12):11079-11085. DOI: 10.3168/jds.2020-18687. PMID: 33222848.

