

团 体 标 准

T/CEAC XXXX—2024

吡咯并喹啉醌二钠盐（发酵法）

Pyrroloquinoline quinone disodium salt (fermentation method)

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

中国商业经济学会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 化学名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和化学结构式 1

5 要求 2

6 检测方法 2

7 检验规则 4

8 标志、包装、运输和贮存 4

附录 A（规范性） 吡咯并喹啉醌二钠盐的检测方法 1

附录 B（规范性） 钠/吡咯并喹啉醌摩尔比检测方法 3

参考文献 4

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。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由XXX提出。

本文件由中国商业经济学会归口。

本文件起草单位：XXX/XXX/XXX。

本文件主要起草人：XXX/XXX/XXX。

吡咯并喹啉醌二钠盐（发酵法）

1 范围

本文件规定了吡咯并喹啉醌二钠盐的化学名称、CAS号、分子式、相对分子质量和化学结构式、要求、检测方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。
本文件适用于以菌种发酵工艺制成的吡咯并喹啉醌二钠盐。

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 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 4789.4	食品安全国家标准	食品微生物学检验	沙门氏菌检验
GB 4789.10	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 4789.38	食品安全国家标准	食品微生物学检验	大肠埃希氏菌计数
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 5009.15	食品安全国家标准	食品中镉的测定	
GB 5009.17	食品安全国家标准	食品中总汞及有机汞的测定	
GB/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱		
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 28050	食品安全国家标准	预包装食品营养标签通则	
GB 31621	食品安全国家标准	食品经营过程卫生规范	

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和化学结构式

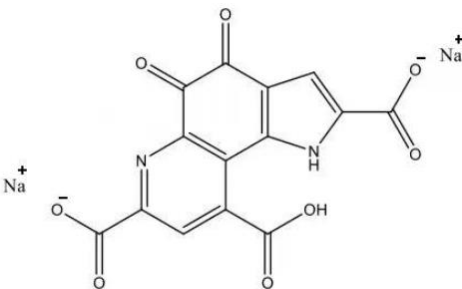
化学名称：吡咯并喹啉醌二钠盐

CAS号：122628-50-6

分子式：C₁₄H₄N₂Na₂O₈

相对分子质量：374.17

化学结构式：



5 要求

5.1 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项目	指标
色泽	浅红色至红褐色
组织形态	粉末状
气味	具有本品特有的气味，无异味
杂质	无正常视力可见外来异物

5.2 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项目	指标
吡咯并喹啉醌二钠盐含量（以干基计）/（g/100g）	98.0~102.0
水分/（g/100g）	≤12.0
钠/吡咯并喹啉醌摩尔比	1.7~2.1

5.3 污染物限量

应符合表3的规定。

表3 污染物限量

项目	指标
重金属/（mg/kg）	≤5.0
铅（以Pb计）/（mg/kg）	≤0.3
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤0.2
镉（以Cd计）/（mg/kg）	≤0.1
总汞（以Hg计）/（mg/kg）	≤0.1

5.4 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
大肠埃希氏菌/（MPN/g）	≤3.0
霉菌和酵母菌总数/（CFU/g）	≤100
金黄色葡萄球菌/25g	不应检出
沙门氏菌/25g	不应检出

6 检测方法

6.1 感官检测

取适量样品均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯中，在自然光下，观察其色泽、组织形态及杂质情况，嗅其气味。

6.2 理化检测

6.2.1 吡咯并喹啉醌二钠盐含量

按附录A规定的方法进行测定。

6.2.2 水分

取本品1.0g,置于同样品同条件干燥至恒重的扁形称量瓶中,精密称定,在105±2℃烘箱内干燥3h,取出,置干燥器内冷却30 min,根据称样量和减失重量计算干燥失重,直至恒重,同法做两个平行样,绝对差值应≤0.3%。试样中的水分按公式(1)进行计算。

$$X = \frac{W_1+W_2-W_3}{W_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：
X ——试样中水分含量，单位为（g/100g）；
W₁ ——为供试品的重量，g；
W₂ ——为干燥至恒重的空称量瓶重量，g；
W₃ ——为（称量瓶+供试品）恒重的重量，g。

6.2.3 钠/吡咯喹啉醌摩尔比

按附录B规定的方法进行测定。

6.3 污染物检测

6.3.1 重金属

按《中华人民共和国药典》（2020年版）四部通则0821 重金属检查法进行测定。

6.3.2 铅

按GB 5009.12规定的方法进行测定。

6.3.3 总砷

按GB 5009.11规定的方法进行测定。

6.3.4 镉

按GB 5009.15规定的方法进行测定。

6.3.5 总汞

按GB 5009.17规定的方法进行测定。

6.4 微生物检测

6.4.1 菌落总数

按GB 4789.2规定的方法进行测定。

6.4.2 大肠埃希氏菌

按GB 4789.38规定的方法进行测定。

6.4.3 霉菌和酵母菌总数

按GB 4789.15规定的方法进行测定。

6.4.4 金黄色葡萄球菌

按GB 4789.10规定的方法进行测定。

6.4.5 沙门氏菌

按GB 4789.4规定的方法进行测定。

7 检验规则

7.1 组批与抽样

7.1.1 组批

以同一批投料、同一条生产线、同一班次生产的同一规格的产品为一个批次。

7.1.2 抽样方法和数量

产品按批抽样，随机抽取样品，抽样量不少于2倍全检量。型式检验样本应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

7.2 出厂检验

7.2.1 每批产品应经生产企业检验部门按本文件规定的方法检验合格，出具合格证明后方可出厂。

7.2.2 出厂检验项目为感官、吡咯并喹啉醌二钠盐含量、水分、钠/吡咯并喹啉醌摩尔比、重金属。

7.3 型式检验

型式检验项目为本文件第5章规定的全部项目。正常生产时，型式检验每年进行一次，发生下列情况之一的亦应进行：

- a) 主要原辅料、关键工艺、设备有较大变化时；
- b) 更换设备或停产半年及以上后，恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家有关行政管理部门提出进行型式检验要求时；
- e) 新产品试制鉴定时。

7.4 判定规则

7.4.1 检验项目全部符合本文件要求时，则判定为合格品。

7.4.2 微生物指标有任1项指标不符合本文件要求时，则判定该批次产品为不合格，不得复检。

7.4.3 除微生物以外，其他项目有不符本文件要求时，可在原批次产品中加倍抽样复检一次，判定以复检结果为准，若复检项目全部符合本文件要求时，判该批次产品为合格；若仍有1项或1项以上指标不符合本文件要求时，则判定该批次产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标签

8.1.1 产品标签应符合 GB 7718、GB 28050 和国家卫生部门有关公告的规定。

8.1.2 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 规定。

8.2 包装

产品内包装材料应清洁、卫生、无毒、无害、无异味，符合国家食品安全标准和相关规定的要求；外包装材料应符合GB/T 6543的规定。内、外包装均应完整、清洁、牢固、不破裂。

8.3 运输和贮存

应符合GB 31621的规定。

附 录 A
(规范性)
吡咯并喹啉酮二钠盐的检测方法

A.1 原理

吡咯并喹啉酮二钠盐经溶解，采用反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测，标准曲线法定量。

A.2 试剂和材料

除非另有说明，本方法使用的所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

A.2.1 三水合磷酸氢二钾。

A.2.2 四丁基溴化铵。

A.2.3 磷酸。

A.2.4 乙腈：色谱纯。

A.2.5 吡咯并喹啉酮二钠盐标准品：含量 $\geq 97.0\%$ 。

A.2.6 水相微孔滤膜：0.22 μm 。

A.2.7 10 mmol/L磷酸氢二钾-15 mmol/L四丁基溴化铵混合溶液 (pH 7.4)：称取三水合磷酸氢二钾 2.28 g、四丁基溴化铵 4.84 g至烧杯中，加入800 mL水超声溶解，用磷酸调pH至7.4，转移至1000 mL容量瓶中，用水定容，摇匀。用0.22 μm 水相微孔滤膜真空抽滤，然后超声至无气泡。

A.2.8 乙腈水溶液（体积比为1:3）：分别量取250 mL乙腈、750 mL水，加入试剂瓶中，混合均匀。

A.3 仪器和设备

A.3.1 高效液相色谱仪，配紫外检测器及自动进样器。

A.3.2 电子天平：感量为 0.01 mg。

A.4 分析步骤

A.4.1 标准溶液配制

称取吡咯并喹啉酮二钠盐标准品40 mg（精确至0.01mg），置于100 mL容量瓶中，加入乙腈水溶液溶解并定容至刻度，摇匀，即得浓度为0.4 mg/mL的吡咯并喹啉酮二钠盐标准品贮备溶液。将该溶液配制成一系列浓度为0.04mg/mL、0.08 mg/mL、0.12 mg/mL、0.16 mg/mL、0.20 mg/mL和0.24mg/mL的吡咯并喹啉酮二钠盐标准溶液。

A.4.2 试样处理

称取吡咯并喹啉酮二钠盐样品20 mg（精确至0.01mg），置于50 mL容量瓶中，加入乙腈水溶液溶解并定容至刻度，摇匀；然后精确移取上述溶液5.0 mL于10 mL容量瓶中，用乙腈水溶液稀释至刻度，摇匀，滤液用0.22 μm 水相微孔滤膜真空抽滤后用于测定。

A.4.3 液相色谱参考条件

A.4.3.1 色谱柱：TCI Kaseisorb LC ODS 2000 (4.6mm $\times$ 150mm, 5 μm) 或性能相当色谱柱。

A.4.3.2 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.3.3 流速：1.0 mL/min。

A.4.3.4 波长：250 nm。

A.4.3.5 进样量：20 μL 。

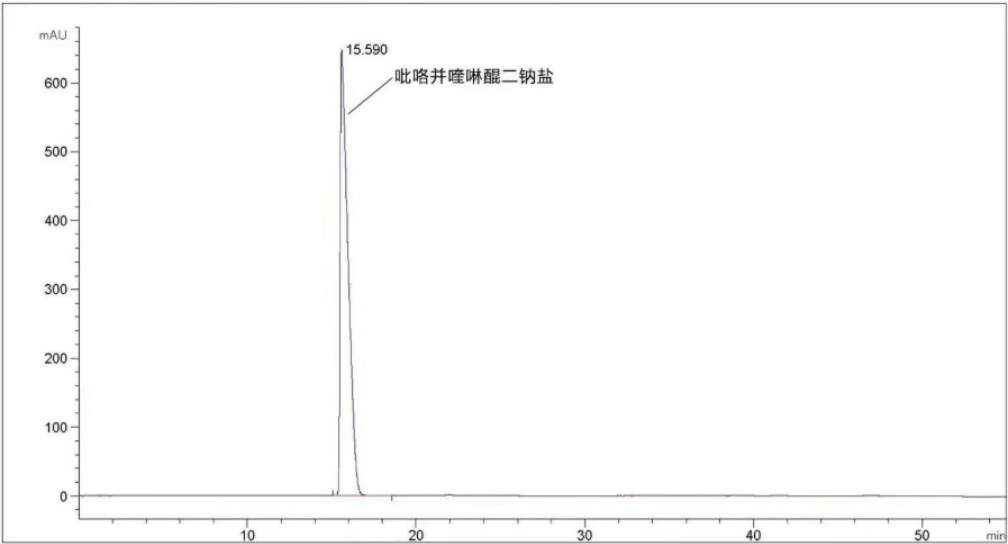
A.4.3.6 流动相：流动相 A：10 mmol/L 磷酸氢二钾-15mmol/L 四丁基溴化铵混合溶液 (pH 7.4)；流动相 B：乙腈。采用梯度洗脱，见表 A.1。

表A.1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A%	B%
0	75	25
25	75	25
48	79	21
50	75	25
55	75	25

A.4.4 测定

在规定色谱条件下，取各标准溶液和样品溶液各20 μL，分别注入液相色谱仪，进行色谱分析，记录所得各标准溶液和样品溶液色谱图中吡咯并喹啉酮二钠盐的峰面积。以标准溶液中的吡咯并喹啉酮二钠盐峰面积为Y轴，以对应标准溶液浓度为X轴，绘制标准曲线，得到吡咯并喹啉酮二钠盐标准曲线。根据样品溶液色谱图中的吡咯并喹啉酮二钠盐的峰面积，从标准曲线中求出样品溶液中的吡咯并喹啉酮二钠盐浓度。吡咯并喹啉酮二钠盐标准溶液的反相液相色谱图见图A.1。



图A.1 吡咯并喹啉酮二钠盐标准溶液的反相液相色谱图

A.5 结果计算

样品中吡咯并喹啉酮二钠盐的含量以其质量分数 W_1 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（A.1）计算：

$$W_1 = \frac{C \times V \times f}{m \times (1 - W_2)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- C —— 标准曲线中求出样品溶液中的吡咯并喹啉酮二钠盐浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V —— 样品稀释体积，单位为毫升（mL）；
- f —— 吡咯并喹啉酮二钠盐标准品的含量；
- m —— 样品的质量，单位为毫克（mg）；
- W_2 —— 样品中水分的质量分数，数值以百分数（%）表示。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果表示至小数点后两位。

A.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定的相对标准偏差不大于2.0%。

附 录 B
(规范性)
钠/吡咯喹啉醌摩尔比检测方法

B.1 色谱条件

- B.1.1 仪器：离子色谱仪配电导检测器。
- B.1.2 色谱柱：填料：强离子交换树脂，4.0mm×150mm Metrosep C4 150。
- B.1.3 流动相：配比：1.7mM硝酸-0.7mM吡啶二羧酸，配制方法：称取硝酸0.165g和吡啶二羧酸0.117g加水溶解至1000mL，混匀。
- B.1.4 流速：0.9mL/min。
- B.1.5 进样体积：20 μL。

B.2 Na+标准液制备

Na+贮备液制备：精密称取已按说明书要求处理（如干燥）的氯化钠对照品约0.25g，置100mL容量瓶中，加适量超纯水使溶解并稀释至刻度。（Na+浓度约为1000ppm）

精密量取Na+贮备液1mL分别置100mL、50mL、25mL容量瓶中，用超纯水分别稀释至刻度，制成Na+浓度分别为10ppm、20ppm、40ppm的溶液，做标准曲线。

B.3 供试品溶液制备

精密称取吡咯并喹啉醌二钠约20mg置于100mL容量瓶中，用超纯水超声溶解20min后，放冷并稀释至刻度，摇匀。同法制备两份。

B.4 进样操作

分别取空白溶液（超纯水）、标准液、供试液20 μL依次进样，按标准曲线法计算供试品钠离子浓度（ppm）和含量（按干品计）。平行测定结果的相对偏差应不大于1.0%，取平均值为测定结果。

B.5 结果计算

钠/吡咯喹啉醌摩尔比按公式C.1和C.2计算：

$$\text{钠含量} = \frac{C_1}{C_2 \times (1 - \text{水分})} \times 100\% \dots\dots\dots (C.1)$$

$$\text{钠/吡咯喹啉醌摩尔比} = \frac{\text{钠含量} \times 374}{\text{吡咯并喹啉醌二钠盐含量} \times 23} \dots\dots\dots (C.2)$$

式中：

C₁——根据标准曲线计算得到供试品的浓度，ppm；

C₂——供试品溶液的浓度，ppm。

参 考 文 献

- [1] 关于关山樱花等32种“三新食品”的公告（国家卫生健康委公告2022年第1号）
 - [2] 中华人民共和国药典（2020年版）
-