

《食品中 2'-岩藻糖基乳糖的测定 离子色谱法(征求意见稿)》

编制说明

一、标准起草基本情况

项目来自《中国食品科学技术学会关于公布 2020 年团体标准立项计划（第二批）的通知》（中食学字[2020]第 020 号），项目编号 ttbz-2020-009。

起草组 2020 年 9 月至 11 月完成了系统性资料调研工作，并利用资料调研成果，开始进行方法的开发。2020 年 12 月至 2021 年 8 月，完成了方法开发、方法学验证并起草了本标准，并邀请 2 家专业技术机构进行标准方法实验室间验证工作，并通过在线会议等方式在行业内征求意见，经过讨论并征求相关专家意见，形成文本草案。

二、标准的主要技术内容

本标准规定了食品中 2'-岩藻糖基乳糖（包括游离及物理结合态；参与化学反应的 2'-岩藻糖基乳糖除外）的离子色谱测定方法。本方法适用于婴幼儿配方食品、调制乳粉和特殊医学用途配方食品（类型包括粉体和液态乳）中 2'-岩藻糖基乳糖含量的测定。试样经酶解去除低聚糖、麦芽糊精等干扰组分后，离子色谱法分离，根据标准品色谱峰的保留时间定性，外标法定量。对于固态试样，2'-岩藻糖基乳糖的检出限为 4.70 mg/100 g，定量限为 32.78 mg/100 g；对于液态试样，2'-岩藻糖基乳糖的检出限为 0.52 mg/100 mL，定量限为 3.64 mg/100 mL。本标准方法中 2'-岩藻糖基乳糖的浓度在 1~120 mg/L 范围内线性关系良好（ $r^2 > 0.999$ ）。即饮型液态乳中 2'-岩藻糖基乳糖的分析范围为 3.64~600 mg/100 mL，乳粉试样的分析范围为 32.78~5400 mg/100 g。两个加标水平的平均加标回收率为 99.4%~103.2%，相对标准偏差为 0.4%~3.4%。测定 4 种强化 2'-岩藻糖基乳糖基质，测定含量平均值与强化值的偏差范围在 4.3%~14.5%。方法重复性的相对标准偏差为 1.5%~2.5%，再现性（三家实验室间）的相对标准偏差为 3.0%~8.1%。本标准检测方法的验证结果符合 AOAC《SMPR 2020.003》的标准方法性能要求及《GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测》附录-准确度中规定的偏差范围，可灵敏、准确测定婴幼儿配方食品、调制乳粉和特殊医学用途配方食品（类型包括粉体和液态乳）中 2'-岩藻糖基乳糖含量，满足日常检测的要求。

三、国内外相关法规标准情况

目前，国内外尚无标准方法用于婴幼儿配方食品、成人调制乳粉和特殊膳食配方食品中 2'-岩藻糖基乳糖含量的测定。2020 年 5 月，AOAC 发布了测定婴幼儿和成人/儿童营养配方食品中 2'-岩藻糖基乳糖的标准方法性能要求，正在征集 2'-岩藻糖基乳糖的测定方法。

四、其他需要说明的事项

本标准方法中的线性范围较宽，依据离子色谱中电化学检测器的工作原理，标准工作液中高质量浓度点分析时，仪器响应可能会降低，所以标准方法中规定了低进样体积（5 μL ），并在三家实验室中验证了该进样体积下，标准工作液线性拟合的相关系数 >0.999 。此外，根据电化学检测器的工作原理及过往的经验显示，针对不同的电极及不同实验室的仪器状况，二次拟合曲线的计算结果比线性拟合更具有代表性，故国际上有使用离子色谱电化学检测器的标准方法中标准工作曲线推荐使用二次曲线拟合的方式。

本方法验证的数据在使用线性拟合计算的同时，也使用二次曲线拟合对结果进行计算并与线性拟合结果进行比对。采用二次曲线拟合，方法的平均加标回收率在 98.8%~102.8%，回收率的相对标准偏差在 0.4%~2.7%。测定 4 种强化 2'-岩藻糖基乳糖基质，测定含量平均值与强化值的偏差范围在 3.4~15.1%。方法重复性的相对标准偏差在 1.4%~2.5%，再现性的相对标准偏差在 2.3%~6.2%。二次曲线拟合的结果在方法的再现性方面比线性拟合稍具优势。在线性拟合结果不符合要求的情况下，二次拟合方式可作为备选方案以改善方法性能，提高其普遍适用性。