

《食品安全国家标准 乳品中糠氨酸的测定》（征求意见稿） 编制说明

一、标准起草基本情况

本标准制定任务来源于国家卫生健康委员会（原国家卫生和计划生育委员会）委托制定的食品安全国家标准项目，由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、农业部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）、农业部奶及奶制品质量监督检验测试中心（北京）和中国乳制品工业协会负责制定 spaq-2016-06《食品安全国家标准 巴氏杀菌乳和 UHT 灭菌乳中复原乳检验方法》。2017 年 4 月 11 日在北京召开食品安全国家标准项目启动会，启动会后项目组正式协调成立，在广泛调查研究和讨论的基础上，起草了本标准，并邀请三家专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作。2018 年 2 月在方法验证的基础上，形成讨论稿，并通过信函的方式向有关机构和专家广泛征求意见，期间未收到重大分歧意见，经整理归纳后，形成送审稿。2020 年 4 月 20 日~21 日经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第二次会议审议，建议删除标准中的复原乳判定依据，拆分为《食品安全国家标准 乳品中乳果糖的测定》和《食品安全国家标准 乳品中糠氨酸的测定》。起草组根据专委会意见，修改后并再次组织五家专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作，没有收到重大分歧意见。2021 年 12 月 2 日，经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第九次会议审议，形成征求意见稿。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于生乳、巴氏杀菌乳、高温杀菌乳、灭菌乳、调制乳、乳粉、婴幼儿配方乳粉中糠氨酸的测定。

本标准从水解过程是否充氮气、水解时间、水解温度、水解液的纯化、水解盐酸的浓度和体积影响、色谱条件等方面对于样品中糠氨酸的水解和分离进行分析。最终选择吸取 2.00 mL 试样，置于密闭耐热试管中，加入 6.00 mL 10.6 mol/L 盐酸溶液，密闭试管，涡旋混匀。置于干燥箱，在 110 °C 下加热水解不少于 12 h。加热结束后，将试管从干燥箱中取出，冷却后用滤纸过滤，滤液经高效液相色谱 C18 色谱柱分离测定。同时，测定水解液蛋白质含量，最终计算水解液中糠氨酸与蛋白质的比例，以 100 克蛋白的形式表达样品中糠氨酸的含量。

液态乳方法检出限为 2.1 mg/100 g 蛋白质，定量限为 4.2 mg/100 g 蛋白质。

当取乳粉和婴幼儿配方乳粉5 g，定容体积为50 mL时，方法检出限为3.6 mg/100 g蛋白质，定量限为7.2 mg/100 g蛋白质。

糠氨酸上机液浓度在0.05 mg/L~5.0 mg/L范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为85.0%~105.6%，相对标准偏差为1.0%~1.7%。

五家实验室间的方法验证结果指标也均符合GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中附录F规定的检测方法确认的技术要求。因此，本方法灵敏度高、准确性好、精密度高，可满足日常检测的要求。

三、国内外相关法规标准情况

糠氨酸在生乳中含量极微，是牛奶热加工的副产物，能够科学区分生乳、巴氏杀菌乳、UHT 灭菌乳、保持灭菌乳和复原乳，是规范奶产品市场，防止过热产品和复原乳产品出现的科学评价指标。《食品安全国家标准 巴氏杀菌乳》（征求意见稿）中将巴氏杀菌乳的糠氨酸 ≤ 12 mg/100 g 蛋白质作为巴氏杀菌乳杀菌程度的上限要求。本标准可以作为《食品安全国家标准 巴氏杀菌乳》中糠氨酸测定依据，方法性能指标能够满足我国乳品质量安全工作需要。本方法为高效液相色谱法，具有普遍适用性。

ISO、IDF 等国际法规标准中有关于糠氨酸的检测方法标准，分别是 ISO 18329 | IDF 193；国内的农业行业标准《巴氏杀菌乳和 UHT 灭菌乳中复原乳的鉴定》（NY/T 939-2016）中含有糠氨酸的测定方法。涉及到的国内外相关标准情况如表 1 所示。

表 1、国内外相关检测标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与制修订标准的关系
1	ISO, IDF	ISO 18329 IDF 193	Milk and milk products—Determination of furosine content—Ion-pair reverse-phase high-performance liquid chromatography method	液相色谱法	乳与乳制品	非等效
2	中国	NY/T 939-2016	《巴氏杀菌乳和 UHT 灭菌乳中复原乳的鉴定》（NY/T 939-2016）	液相色谱法	巴氏杀菌乳、灭菌乳	非等效

四、其他需要说明的事项

无。