

Q/FJMY

明一国际营养品集团有限公司企业标准

Q/FJMY 0502S-2019

替代 Q/FJMY 0502S-2017

较大婴儿配方羊奶粉

福建省卫生健康委员会

食品安全企业标准
备案专用章

备案号: 350006S-(2020)

备案日期: 2020年01月06日

该标准备案为存档备查行为, 标准中涉及需经许可的项目和内容, 应取得有关部门许可后方可生产经营

2019-12-01 发布

2020-01-01 实施

明一国际营养品集团有限公司 发布

前 言

本标准编写规则按 GB/T 1.1—2009 的规定进行。

本标准按 GB 10767—2010《食品安全国家标准 较大婴儿和幼儿配方食品》、GB 14880—2012《食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准》以及 GB 13432—2013《食品安全国家标准 预包装特殊膳食用食品标签》规定编制。本标准试验方法、检验规则均采用国家标准和行业标准，能够保持本标准的科学性、先进性。

本标准替代 Q/FJMY 0502S-2017《较大婴儿配方羊奶粉》

本标准与前版标准相比，主要变化如下：

- 修改子公司名称以及增加子公司：福建明一生态营养品有限公司；
- 修改部分指标的检验方法；

本标准附录为规范性附录。

本标准由明一国际营养品集团有限公司提出。

本标准由明一国际营养品集团有限公司起草。

本标准适用于：

- 1、明一国际营养品集团有限公司
地址：福州航空港工业集中区仙昙路 3 号
 - 2、明一乳业（齐齐哈尔）有限公司
地址：黑龙江省齐齐哈尔市碾子山区工业园区
 - 3、明一乳业（富裕）有限公司
地址：黑龙江省富裕县富裕镇五街工业园区
 - 4、福建明一生态营养品有限公司
地址：建宁县溪口镇建泰高速连接线东侧 1 号地块
- 本标准主要起草人：刘洪涛、江晓丽、危娟、冯贵宏

较大婴儿配方羊奶粉

1 范围

本标准适用于以乳类（生羊乳、全脂羊奶粉）为主要原料，按固定配方选择性添加食品原料：脱脂奶粉、乳蛋白制品（（羊）浓缩乳清蛋白、（山羊）脱盐乳清粉）、植物油、乳糖、二十二碳六烯酸（DHA）、二十碳四烯酸（AA）、低聚果糖、低聚半乳糖、酪蛋白磷酸肽、聚葡萄糖、乳铁蛋白、动物双歧杆菌（Bb-12）、复配核苷酸营养强化剂、复配叶黄素营养强化剂、复配婴幼儿食品营养强化剂（维生素A、维生素D、维生素E、维生素K₁、维生素B₁、维生素B₂、维生素B₆、维生素B₁₂、烟酸（烟酰胺）、叶酸、泛酸、维生素C、生物素、牛磺酸、肌醇、左旋肉碱、胆碱、硫酸铜、硫酸亚铁、硫酸锰、碘酸钾、亚硒酸钠、硫酸锌、硫酸镁、碳酸钙、磷脂）等，经配料、均质、杀菌、浓缩、干燥或经配料（预混）、投料、混合、包装等工艺加工制成适合于6~12个月较大婴儿食用的配方羊奶粉。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 要求

3.1 原料要求

- 3.1.1 生羊乳：应符合 GB 19301 的规定。
- 3.1.2 全脂羊奶粉、脱脂奶粉：应符合 GB 19644 的规定。
- 3.1.3 （羊）浓缩乳清蛋白、（山羊）脱盐乳清粉：应符合 GB 11674 的规定。
- 3.1.4 植物油：应符合 GB 2716 及供应商企业标准或产品规格书的规定。
- 3.1.5 乳糖：应符合 GB 25595 的规定。
- 3.1.6 低聚果糖：应符合 GB/T 23528 的规定。
- 3.1.7 低聚半乳糖：应符合国家卫计委 2016 年第 8 号公告的规定。
- 3.1.8 酪蛋白磷酸肽：应符合 GB 31617 的规定。
- 3.1.9 聚葡萄糖：应符合 GB 25541 的规定。
- 3.1.10 乳铁蛋白：应符合 GB 1903.17 的规定。
- 3.1.11 动物双歧杆菌（Bb-12）：应符合卫生部 2011 年 25 号公告的规定。
- 3.1.12 二十二碳六烯酸（DHA）：应符合 GB 26400 及供应商企业标准或产品规格书的规定。
- 3.1.13 花生四烯酸（AA）：应符合 GB 26401 及供应商企业标准或产品规格书的规定。
- 3.1.14 复配婴幼儿食品营养强化剂：应符合 GB 26687 及供应商企业标准或产品规格书的规定。
- 3.1.15 复配叶黄素营养强化剂：应符合 GB 26405 及供应商企业标准或产品规格书的规定。
- 3.1.16 复配核苷酸营养强化剂：应符合供应商企业标准或规格书的规定。

3.2 感官要求

应符合表1规定。

表1 感官要求

| 项 目 | 要 求 |
|-------|-----------------|
| 色泽 | 呈均匀一致的乳黄色。 |
| 滋味、气味 | 具有本产品特有的香味，无异味。 |
| 组织状态 | 呈干燥疏松的粉末，无结块。 |
| 杂质 | 无肉眼可见外来杂质。 |
| 冲调性 | 冲调下沉快，冲调后呈均匀乳液。 |

3.3 营养素指标

3.3.1 较大婴儿配方羊奶粉每 100 kJ 所含营养素应符合表 2 规定。

3.3.2 即食状态下较大婴儿配方羊奶粉每 100 mL 所含有的能量应在 250 kJ (60 kcal) ~355 kJ (85 kcal) 范围。反式脂肪酸含量不得超过总脂肪酸的 3%。

表2 营养素指标

| 项目 | 单位 | 指标 | 检验方法 |
|----------------------|----------------------------|-----------|---------------------------|
| 能量 ^a | kJ/100mL | 250~355 | --- |
| 蛋白质 ^b | g/100 kJ | 0.7~1.2 | GB 5009.5 |
| 脂肪 | g/100 kJ | 0.7~1.4 | GB 5009.6 |
| 亚油酸 | g/100 kJ | ≥0.07 | GB 5009.168 |
| 碳水化合物 ^c | g/100 kJ | 2.2~3.3 | — |
| 维生素 A | μg RE ^d /100 kJ | 18~54 | GB 5009.82 |
| 维生素 D ^e | μg/100 kJ | 0.25~0.75 | |
| 维生素 E | mg a-TEF/100 kJ | ≥0.15 | |
| 维生素 K ₁ | μg/100 kJ | ≥1.0 | GB 5009.158 |
| 维生素 B ₁ | μg/100 kJ | ≥11 | GB 5009.84 |
| 维生素 B ₂ | μg/100 kJ | ≥11 | GB 5009.85 |
| 维生素 B ₆ | μg/100 kJ | ≥11 | GB 5009.154 |
| 维生素 B ₁₂ | μg/100 kJ | ≥0.04 | GB 5413.14 |
| 烟酸(烟酰胺) ^g | μg/100 kJ | ≥110 | GB 5009.89 |
| 叶酸 | μg/100 kJ | ≥1 | GB 5413.16 |
| 泛酸 | μg/100 kJ | ≥70 | GB 5009.211 |
| 维生素 C | mg/100 kJ | ≥1.8 | GB 5009.210 |
| 生物素 | μg/100 kJ | ≥0.4 | GB 5009.259 |
| 钠 | mg/100 kJ | ≤20 | GB 5009.91 或 GB 5009.268 |
| 钾 | mg/100 kJ | 18~69 | |
| 铜 | μg/100 kJ | 7~35 | GB 5009.13 或 GB 5009.268 |
| 镁 | mg/100 kJ | ≥1.4 | GB 5009.241 或 GB 5009.268 |
| 铁 | mg/100 kJ | 0.25~0.50 | GB 5009.90 或 GB 5009.268 |
| 锌 | mg/100 kJ | 0.1~0.3 | GB 5009.14 或 GB 5009.268 |
| 锰 | μg/100 kJ | 0.25~24.0 | GB 5009.242 或 GB 5009.268 |
| 钙 | mg/100 kJ | ≥17 | GB 5009.92 或 GB 5009.268 |
| 磷 | mg/100 kJ | ≥8.3 | GB 5009.87 或 GB 5009.268 |

表 2 (续)

| 项目 | 单位 | 指标 | 检验方法 |
|---|-----------|-----------|-------------|
| 钙磷比值 | | 1.2:1~2:1 | —— |
| 碘 | μg/100 kJ | ≥1.4 | GB 5009.267 |
| 氯 | mg/100 kJ | ≤52 | GB 5009.44 |
| 硒 | μg/100 kJ | 0.48~1.90 | GB 5009.93 |
| <p>a 能量的计算按每100 mL产品中蛋白质、脂肪测定值,碳水化合物计算值,分别乘以能量系数17 kJ/g、37 kJ/g、17 kJ/g(膳食纤维的能量系数,按照碳水化合物能量系数的50%计算),所得之和为千焦/100毫升(kJ/100mL)值,再除以4.184为千卡/100毫升(kcal/100mL)值。</p> <p>b 蛋白质含量的计算,应以氮(N)×6.25。</p> <p>c 碳水化合物的含量A_1,按式(1)计算:</p> $A_1 = 100 - (A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6) \dots\dots\dots (1)$ <p>式中:</p> <p>A_1——碳水化合物的含量, g/100 g ;</p> <p>A_2——蛋白质的含量, g/100 g;</p> <p>A_3——脂肪的含量, g/100 g;</p> <p>A_4——水分的含量, g/100 g;</p> <p>A_5——灰分的含量, g/100 g;</p> <p>A_6——膳食纤维的含量, g/100 g。</p> <p>d RE为视黄醇当量。1 μg RE=1 μg全反式视黄醇(维生素A)=3.33 IU维生素A。维生素A只包括预先形成的视黄醇,在计算和声称维生素A活性时不包括任何的类胡萝卜素组分。</p> <p>e 钙化醇, 1 μg维生素D=40 IU维生素 D。</p> <p>f 1 mg α-TE(α-生育酚当量)=1 mg d-α-生育酚。</p> <p>g 烟酸不包括前体形式。</p> | | | |

3.4 可选择性指标

应符合表3规定。

表3 可选择性成分指标

| 项 目 | 单 位 | 指 标 | 检验方法 |
|-------------------------------|-----------|------------|-------------|
| 胆碱 | mg/100 kJ | 1.7~12.0 | GB 5413.20 |
| 肌醇 | mg/100 kJ | 1.0~9.5 | GB 5009.270 |
| 牛磺酸 | mg/100 kJ | ≤3 | GB 5009.169 |
| 左旋肉碱 | mg/100 kJ | ≥0.3 | GB 29989 |
| 二十二碳六烯酸/总脂肪酸 | % | ≤0.5 | GB 5009.168 |
| 二十碳四烯酸/总脂肪酸 | % | ≤1 | |
| 膳食纤维(以添加的低聚糖计) ^{a,b} | mg/100 g | ≤6450 | —— |
| 低聚半乳糖 ^{a,b} | mg/100g | ≤6450 | 附录 A |
| 低聚果糖 ^{a,b} | mg/100g | ≤6450 | GB 5009.255 |
| 聚葡萄糖 | g/100 g | 1.56~3.125 | GB 5009.245 |
| 叶黄素 | μg/100 g | 162~423 | GB 5009.248 |
| 1,3-二油酸 2-棕榈酸甘油三酯 | g/100 g | 2.4~9.6 | 附录 B |

表3 (续)

| 项 目 | 单 位 | 指 标 | 检验方法 |
|---|----------|------------------|------------|
| 核苷酸 (以核苷酸总量计) | mg/100 g | 12~58 | GB 5413.40 |
| 乳铁蛋白 | mg/100g | ≤100 | 附录 C |
| 酪蛋白磷酸肽 (CPP) | mg/100 g | ≤300 | 附录 D |
| 动物双歧杆菌 | CFU/g | ≥10 ⁶ | GB 4789.34 |
| ^a 低聚糖来源于配料中添加的低聚果糖与低聚半乳糖。 ^b 单独或混合使用, 该类物质总量不超过 6.45g/100g。 | | | |

3.5 理化指标

应符合表4的规定。

表4 理化指标

| 项 目 | 指 标 | 检验方法 | |
|------------|-----|------|------------|
| 水分, % | ≤ | 5.0 | GB 5009.3 |
| 灰分, % | ≤ | 5.0 | GB 5009.4 |
| 杂质度, mg/kg | ≤ | 12 | GB 5413.30 |

3.6 卫生指标

3.6.1 污染物指标

应符合表5的规定。

表5 污染物指标 (以粉状产品计)

| 项 目 | 指 标 | 检验方法 | |
|-------------------------------------|-----|------|--------------------------|
| 铅, mg/kg | ≤ | 0.15 | GB 5009.12 或 GB 5009.268 |
| 锡, mg/kg | ≤ | 50 | GB 5009.16或GB 5009.268 |
| 硝酸盐 (以 NaNO ₃ 计), mg/kg | ≤ | 100 | GB 5009.33 |
| 亚硝酸盐 (以 NaNO ₂ 计), mg/kg | ≤ | 2 | |
| 黄曲霉毒素 M ₁ , μg/kg | ≤ | 0.5 | GB 5009.24 |

3.6.2 微生物指标

应符合表6的规定。其中菌落总数指标要求严于GB 10767的规定。

表6 微生物指标

| 微生物 | 采样方案 ^a 及限量 (若非指定, 均以CFU/g表示) | | | | 检验方法 |
|--|---|---|--------|-------|-----------|
| | n | c | m | M | |
| 菌落总数 ^b | 5 | 2 | 1 000 | 9 000 | GB 4789.2 |
| 大肠菌群 | 5 | 2 | 10 | 100 | GB 4789.3 |
| 沙门氏菌 | 5 | 0 | 0/25 g | — | GB 4789.4 |
| ^a 样品的分析及处理按 GB 4789.18 执行。 ^b 不适用于添加活性菌种 (好氧和兼性厌氧益生菌) 的产品 [产品中活性益生菌的活菌数应 ≥10 ⁶ CFU/g (mL)]。 | | | | | |

3.7 食品添加剂和食品强化剂要求

3.7.1 食品添加剂和营养强化剂质量应符合相应的安全标准和有关规定。

3.7.2 食品添加剂和营养强化剂使用应符合 GB 2760 和 GB 14880 的规定。

3.7.3 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》规定。

3.7.4 生产过程卫生要求

应符合GB 23790的规定。

4 试验方法

4.1 感官指标

取1个销售包装单位的样品，打开外包装，将适量内容物置于白色瓷盘中先嗅其气味，在自然光下观察其组织形态、杂质及色泽。取250mL烧杯加入50℃左右的温开水100mL，称取15g样品，按产品标签中冲调说明进行冲调，观察其冲调性，温开水漱口后，品尝其滋味。

4.2 净含量

按JJF 1070检验。

5 检验规则

5.1 组批

以连续生产的同一品种、同一规格的产品为一批次。

5.2 取样

所抽样品均为同一批次保质期内的产品。小包装产品的抽样数量至少为7个销售包装，所抽取的样品分成2份，1份为5个作为检验用样品，另一份作为备查样品，用于净含量检验的样品另行抽取。

5.3 检验分类

检验类型分为出厂检验、型式检验。

5.4 出厂检验

5.4.1 产品出厂按标准要求进行全项目检验。

5.5 型式检验

5.5.1 型式检验为本要求中的全部项目。

5.5.2 有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 主要原料来源、生产工艺和设备有明显变化可能影响产品质量时。

5.6 判定

全部项目检验结果均符合本标准要求时，判该批产品为合格品；微生物项目检验结果不符合本标准要求时，判定为不合格；其他指标不符合本标准要求时，允许对该批产品备查留样加倍复检，复检结果均符合本标准要求时，判定该批产品合格，如仍有一项不符合本标准要求，则判该批产品不合格。

6 标志、标签、包装、运输、贮存

6.1 标志、标签

6.1.1 包装标签按 GB 10767、GB 7718 以及 GB 13432 规定执行。

6.1.2 包装纸箱标志按 GB/T 191 规定执行。

6.2 包装

6.2.1 可以使用食品级或纯度 $\geq 99.9\%$ 的二氧化碳或氮气作为包装介质。

6.2.2 所用包装材料应清洁、无毒，应符合 GB/T 14251 或 GB 9683 的要求。

6.2.3 外包装用防潮处理过的纸箱应符合 GB/T 6543 的要求。

6.3 运输、贮存

运输工具应干净卫生、禁止抛摔，严禁与有毒、有害、有异味、有腐蚀性的物品同车运输。产品应贮存在阴凉通风干燥的清洁仓库内，运输要防雨淋、防日晒。

6.4 保质期

在规定的贮运条件下，小包装（充氮包装）保质期不少于十八个月。

附录 A (规范性附录)

奶粉中低聚半乳糖的检测

A.1 试剂和材料

除非另有规定，本方法中所用试剂均为分析纯，水为GB/T6682 规定的实验室一级水。

A.1.1 乙腈：色谱纯。

A.1.2 标准储备液：准确称取折算后的低聚半乳糖（GOS）标准品 0.0500g 用水定容至 50 mL 容量瓶中，此溶液低聚半乳糖含量为 1.0 mg/mL，0-8℃保存 1 个月。

A.1.3 标准工作液：分别准确吸取 0.25mL、0.50mL、1.25mL、2.50mL、5mL 标准储备液用水定容至 50 mL，低聚半乳糖标准工作液浓度分别为 5 μg/mL、10 μg/mL、25 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL，此工作液现用现配。

A.1.4 水系微孔滤膜：0.45 μm。

A.2 仪器和设备

A.2.1 离子色谱仪：ICS 5000+双泵-AS 自动进样器，配有脉冲安培检测器。

A.2.2 涡旋混合器。

A.2.3 天平：感量为0.0001g，0.01g。

A.2.4 超声波震荡器

A.3 分析步骤

A.3.1 前处理：

准确称取奶粉样品 0.5g，置于 10mL 容量瓶中，加水 4mL，振摇使溶解，60℃水浴 30 分钟。放至室温后，加乙腈至刻度，摇匀。静置 10min 使沉降（必要时延长沉降时间，或离心）。取上清液 1mL，加水稀释至 10mL，摇匀，过 0.22 μm 滤膜上机测定浓度 C。

前处理条件选择的分析：温度提高时，GOS 溶解度增加，60℃水浴 30 分钟，可保证奶粉中 GOS 的溶出。奶粉中含有大量的蛋白和脂肪，需要在进入色谱柱之前出去。选择牛奶：乙腈=4:6 来沉降蛋白，沉降蛋白需要的时间为 10min 左右。

A.3.2 参考色谱条件：

分析柱：Dionex CarboPac PA20, 6.0 μm, 150×3 mm (P/N:060142)；

保护柱：Dionex CarboPac PA20, 6.0 μm, 30×3 mm (P/N:060144)；

柱温：30℃

仪器：离子色谱仪-脉冲安培检测器 PAD, Au 电极 (P/N:061875, S/N:11241)

AgCl 参比模式 (P/N:061879, S/N:86490), 糖四电位波形-Carbohydrates
(std. quad. potential)

淋洗液/流动相：A:去离子水； B:250mmol/L NaOH；
C:1.0 mol/L NaOAc&100mmol/L NaOH ； D: 100 mmol/L NaOAc

梯度洗脱如下：

| 时间 | 流速 | A | B | C | D |
|------|--------|----|----|-----|----|
| Min | ml/min | % | % | % | % |
| 0 | 0.40 | 58 | 40 | 0 | 2 |
| 0 | 0.40 | 58 | 40 | 0 | 2 |
| 29.0 | 0.40 | 58 | 40 | 0 | 2 |
| 30.0 | 0.40 | 15 | 40 | 0 | 45 |
| 35.0 | 0.40 | 15 | 40 | 0 | 45 |
| 35.1 | 0.40 | 0 | 0 | 100 | 0 |
| 40.0 | 0.40 | 0 | 0 | 100 | 0 |
| 40.1 | 0.40 | 20 | 80 | 0 | 0 |
| 45.0 | 0.40 | 20 | 80 | 0 | 0 |
| 45.1 | 0.40 | 58 | 40 | 0 | 2 |
| 50.0 | 0.40 | 58 | 40 | 0 | 2 |

备注：以上仪器条件是参考条件，在实际操作过程中可以根据样品特性和仪器状态做适当调整。

A.3.3 定量分析

A.3.3.1 标准曲线的绘制

将低聚半乳糖的标准工作液注入离子色谱仪中，得到峰面积。以峰面积为纵坐标，以低聚半乳糖标准工作液浓度为横坐标绘制标准曲线。

A.3.3.2 试样测定

将待测液注入离子色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测液中低聚半乳糖的浓度。

A.4 色谱图的选择

对照标品峰的选择

GOS中含有聚合度2-8的低聚半乳糖。不同厂家的GOS原料，其含有的低聚半乳糖的种类和量均有差异。本公司主要使用量子高科GOS原料，可以找到6个特征峰，基于空白样品本底的干扰及响应大小不同，选择最优GOS-6，出峰时间为24.200min这个目标峰作为对照峰，通过其出峰时间与峰面积来定性定量分析低聚半乳糖。谱图见下图1。

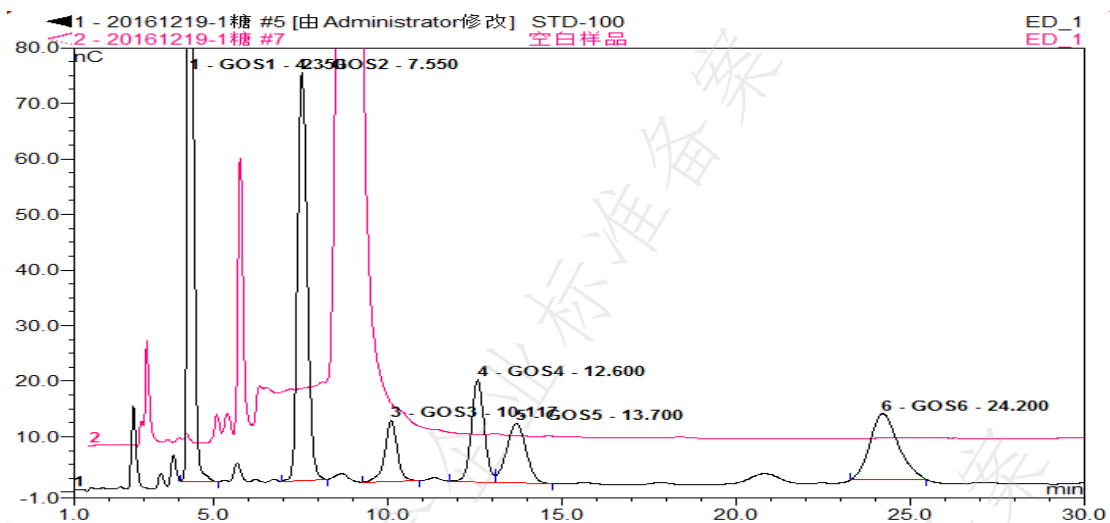


图 1 浓度为 100ug/ml 的 GOS 对照品与空白样品的对比图

A.5 分析结果的表述

试样中低聚半乳糖含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

X ——试样中低聚半乳糖的含量，单位为毫克每百克（mg/100g）；

C ——测定试样溶液中低聚半乳糖的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液体积，单位为毫升（mL） $V=10$ ；

f ——试样溶液稀释倍数， $f=10$ ；

m ——试样取样量，单位为克（g）

结果保留三位有效数字，方法检出限为 8.0mg/100g。

附录 B (规范性附录)

1,3-二油酸-2-棕榈酸甘油三酯含量的测定

B.1 试剂和材料

- B.1.1 氨水：分析纯。
- B.1.2 无水乙醇(C₂H₆O)：分析纯。
- B.1.3 石油醚：分析纯。
- B.1.4 乙醚：分析纯。
- B.1.5 正己烷：色谱纯。
- B.1.6 无水硫酸钠：分析纯
- B.1.7 OPO 标准品：纯度≥99%
- B.1.8 十七碳酸甘油三酯标准品：纯度≥99%

B.2 仪器和设备

- B.2.1 天平：感量为 0.1mg
- B.2.2 气相色谱仪，带 FID 检测器
- B.2.3 旋转蒸发器
- B.2.4 抽脂瓶
- B.2.5 圆底烧瓶
- B.2.6 恒温热水浴槽

B.3 分析步骤

B.3.1 试样处理：取样品 0.5~1.0g 于抽脂瓶中，加入 8mL 水，溶解后加 2mL 氨水，充分摇匀；加入 2 滴酚酞指示剂，用氨水调溶液呈碱性，加 10mL 乙醇摇匀；加入 25mL 乙醚，分别摇匀；再加入 25mL 石油醚，振荡 1min；静置直至上层溶液澄清，将上清液倒入棕色圆底烧瓶中，重复以上步骤再提取一次，合并上清液至棕色圆底烧瓶中，在氮气保护下 45℃ 旋转蒸发至干，加入 10mL 正己烷振荡溶解，取 1mL 样液于 10mL 容量瓶中，加入十七碳酸甘油三酯内标溶液（2mg/mL）1mL，加正己烷定容至刻度，通过无水硫酸钠过滤脱水后，经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，上机测定。

B.3.2 标准溶液的配制

B.3.2.1 标准储备溶液的配制

十七碳酸甘油三酯内标溶液（2mg/mL）：称取 100mg 十七碳酸甘油三酯标准物质，用正己烷溶解并定容至 50 mL。

OPO 标准溶液 (0.5mg/ mL): 称取 25mgOPO 标准物质, 用正己烷溶解并定容至 50 mL, 有效期 6 个月 (-20℃ 储存)。

B.3.2.2 混合标准工作液的配制

用 10 mL 移液管分别移取 OPO 标准溶液 1mL、3mL、5mL、7 mL、9mL 和十七碳酸甘油三酯内标溶液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用正己烷定容至刻度, 其中十七碳酸甘油三酯内标溶液的浓度均为 200 μg/mL, OPO 标准测定液的浓度分别为 50 μg/mL、150 μg/mL、250 μg/mL、350 μg/mL、450 μg/mL, 有效期 1 个月 (-20℃ 储存)。

B.3.2 参考色谱条件:

气相色谱仪器型号: Agilent Technologies 7890B GC 检测器: FID

进样器型号: Agilent Technologies G4567A 载气: 氮气

进样口温度: 320℃ 柱压: 10.5psi

检测器温度: 395℃ 进样量: 1 μL

柱温: 初始温度 300℃, 保持 3min, 以 20℃/min 恒温升至 360℃, 保持 12min。

色谱柱: Kromat KB-1HT (柱长 15m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.10 μm) 或具同等性能的色谱柱。

程序升温见下表:

| 升温速率 (°C/ min) | 温度 (°C) | 持续时间 (min) |
|----------------|---------|------------|
| — | 170 | 1 |
| 20 | 350 | 15 |

B.4 定量分析

B.4.1 标准曲线的制作

将 OPO 标准测定液分别注入到气相色谱仪中得到标准测定液的峰面积 (或峰高)。以标准测定的峰面积 (或峰高) 为纵坐标, 以 OPO 标准工作液中 OPO 的含量为横坐标绘制标准曲线。

B.4.2 试样溶液的测定

将试样测定液注入气相色谱仪中得到峰面积 (或峰高), 从标准曲线中获得试样中 OPO 的含量 (μg)。

B.5 分析结果的表述

试样中 OPO 含量按下列公式计算:

$$X = \frac{C_s \times f_i}{m \times 10000}$$

式中:

X-试样中 OPO 含量, 单位为克每百克 (g/100g);

C_s -从标准曲线中获得试样测定液 OP0 的含量，单位微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

m -试样的质量，单位为克 (g)；

f_i -试样稀释倍数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

B.6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

B.7 注意事项

B.7.1 在萃取过程中应及时开盖放气，以免振摇时样液喷洒出来。

B.7.2 氮吹时要确保吹干。

B.7.3 因正己烷容易挥发，定容稀释时尽量迅速完成。

附录 C (规范性附录)

奶粉中乳铁蛋白的检测

C.1 试剂和材料

除非另有规定，本方法中所用试剂均为分析纯，水为 GB/T6682 规定的实验室一级水。

C.1.1 乙腈：色谱纯。

C.1.2 盐酸(1 mol/L):90mL 浓盐酸溶解定容至 1000 mL 水中。

C.1.3 三氟乙酸：色谱纯。

C.1.4 标准储备液：准确称取折算后的乳铁蛋白标准品 0.0250g，用 0.1%三氟乙酸溶液定容至 50mL 容量瓶中，此溶液乳铁蛋白含量为 500 μ g/mL，0-8℃保存 1 个月。

C.1.5 标准工作液：分别准确吸取 0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL 标准储备液用 0.1%三氟乙酸溶液定容至 50mL，乳铁蛋白标准工作液浓度分别为 5 μ g/mL、10 μ g/mL、20 μ g/mL、40 μ g/mL、60 μ g/mL,此工作液现用现配。

C.1.6 水系微孔滤膜：0.45 μ m。

C.2 仪器和设备

C.2.1 高效液相色谱仪：配有紫外或二极管阵列检测器。

C.2.2 涡旋混合器。

C.2.3 天平：感量为 0.0001g，0.01g。

C.2.4 超声波振荡器

C.3 分析步骤

C.3.1 试样的预处理

准确称取 2.0000g 奶粉,置于 50 mL 烧杯中,用 20mL 温水搅拌溶解,超声震荡 10 min, 用 10%三氟乙酸溶液定容至 50 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀,用滤纸过滤,经 0.45 μ m 滤膜过滤后作为待测液上机检测。

C.2.2 参考色谱条件:

仪器型号: Agilent1260 液相色谱仪(DAD)

色谱柱: waters-C4 250×4.6mm 5.0 μ m (或选用性能相当的色谱柱)

柱温: 40℃

进样量: 50 μ L

流速: 1.00mL/min

乳铁蛋白检测波长: 280 nm

流动相: A: 0.1%三氟乙酸水溶液, B: 三氟乙酸+水+乙腈(1+50+950), 梯度洗脱如下:

| 时间(min) | 流速(mL/min) | A% | B% |
|---------|------------|------|------|
| 0.0 | 1 | 80.0 | 20.0 |
| 10.0 | 1 | 45.0 | 55.0 |
| 11.0 | 1 | 28.0 | 72.0 |
| 13.0 | 1 | 28.0 | 72.0 |
| 13.5 | 1 | 80.0 | 20.0 |

备注：以上仪器条件是参考条件，在实际操作过程中可以根据样品特性和仪器状态做适当调整。

C.2.3 定量分析

C.2.3.1 标准曲线的绘制

将乳铁蛋白的标准工作液注入液相色谱仪中，得到峰面积。以峰面积为纵坐标，以乳铁蛋白标准工作液浓度为横坐标绘制标准曲线。

C.2.3.2 试样测定

将待测液注入液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测液中乳铁蛋白的浓度。

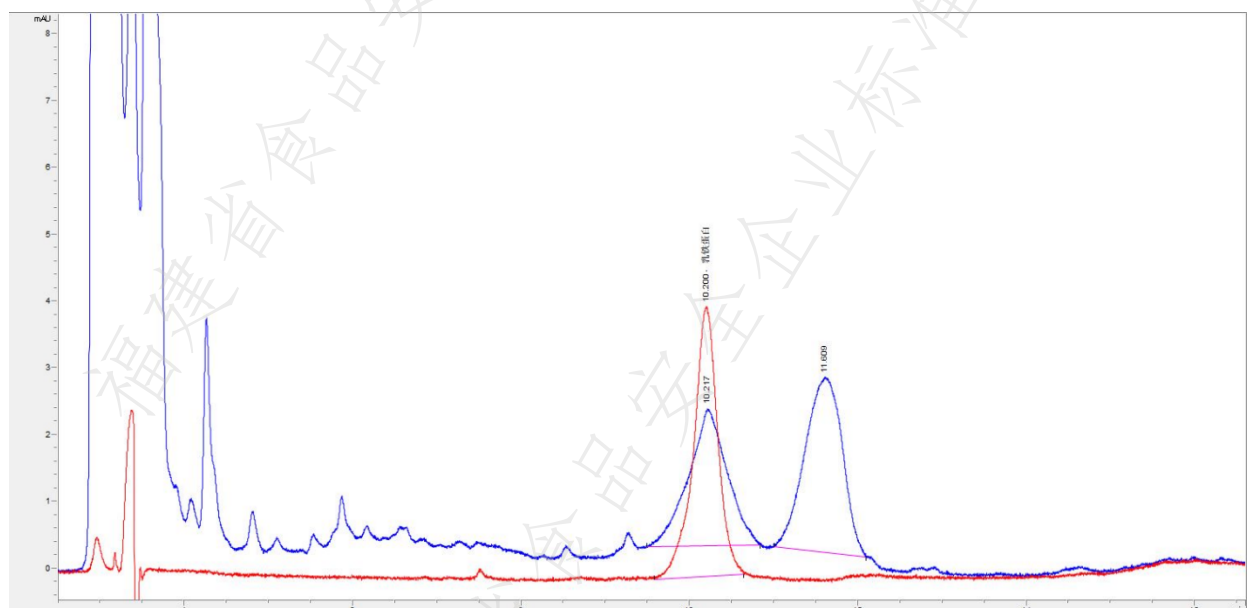


图1 乳铁蛋白标准溶液和样品色谱图

C.3 分析结果的表述

乳铁蛋白的含量：

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X-试样中乳铁蛋白的含量，单位为毫克每百克（mg/100g）；

m-试样的质量，单位为克（g）；

c-试样待测液中乳铁蛋白的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V-试样溶液的体积，单位为毫升（mL）

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%，计算结果保留 3 位有效数字。

C.4 注意事项

C.4.1 配制三氟乙酸时要做好防护措施。

C.4.2 配制流动相时可加入适量乙腈，防止细菌滋生。

附录 D (规范性附录)

奶粉中酪蛋白磷酸肽的测定

D.1 试剂和材料

除非另有规定，本方法中所用试剂均为分析纯，水为GB/T6682 规定的实验室一级水。

D.1.1 乙腈：色谱纯。

D.1.2 盐酸(1 mol/L)：90mL浓盐酸溶解定容至1000 mL水中。

D.1.3 三氟乙酸：色谱纯。

D.1.4 标准储备液：准确称取折算后的酪蛋白磷酸肽标准品0.0500g用水定容至50 mL容量瓶中，此溶液酪蛋白磷酸肽含量为1.0 mg/mL，0-8℃保存1个月。

D.1.5 标准工作液：分别准确吸取1mL、2mL、3mL、4mL、5mL标准储备液（2.4）用水定容至50 mL，酪蛋白磷酸肽标准工作液浓度分别为20 μg/mL、40μg/mL、60 μg/mL、80 μg/mL、100 μg/mL，此工作液现用现配。

D.1.6 水系微孔滤膜：0.45μm。

D.2 仪器和设备

D.2.1 高效液相色谱仪：配有紫外或二极管阵列检测器。

D.2.2 涡旋混合器。

D.2.3 天平：感量为0.0001g，0.01g。

D.2.4 pH计。

D.2.5 超声波振荡器

D.3 分析步骤

D.3.1 试样的预处理

准确称取 10.00 g 奶粉，置于 100 mL 烧杯中，用 50 mL 温水搅拌溶解，超声震荡 30 min，用 1 mol/L 盐酸调 pH 至 4.6 沉淀蛋白，用水转移至 100 mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀，用滤纸过滤，经 0.45 μm 滤膜过滤后作为待测液上机检测。

D.3.2 参考色谱条件：

检测器型号：Agilent1200 液相色谱仪(DAD)

色谱柱：AQ-C18 250×4.6mm 5.0μm（或选用性能相当的色谱柱）

柱温：35℃

进样量：50μL

流速：1.00mL/min

酪蛋白磷酸肽检测波长：280 nm

流动相：A：0.1%三氟乙酸水溶液，B 乙腈，梯度洗脱如下：

| 时间(min) | 流速(mL/min) | A% | B% |
|---------|------------|----|----|
| 0.0 | 1 | 85 | 15 |
| 2.5 | 1 | 85 | 15 |
| 7.5 | 1 | 75 | 25 |
| 10.0 | 1 | 20 | 80 |
| 14.0 | 1 | 85 | 15 |
| 20.0 | 1 | 85 | 15 |

备注：以上仪器条件是参考条件，在实际操作过程中可以根据样品特性和仪器状态做适当调整。

D.3.3 定量分析

D.3.3.1 标准曲线的绘制

将酪蛋白磷酸肽的标准工作液(2.5)注入液相色谱仪中，得到峰面积。以峰面积为纵坐标，以酪蛋白磷酸肽标准工作液浓度为横坐标绘制标准曲线。

D.3.3.2 试样测定

将待测液（4.1）注入液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测液中酪蛋白磷酸肽的浓度。

D.4 分析结果的表述

D.4.1 酪蛋白磷酸肽的含量：

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X-试样中酪蛋白磷酸肽的含量，单位为毫克每百克（mg/100g）；

m-试样的质量，单位为克（g）；

c-试样待测液中酪蛋白磷酸肽的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V-试样溶液的体积，单位为毫升（mL）

计算结果保留 3 位有效数字，方法检出限为 10mg/100g。

D.5 注意事项

D.5.1 配制三氟乙酸时要做好防护措施。

D.5.2 配制流动相时可加入适量乙腈，防止细菌滋生。