

婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定

1. 背景介绍

近年来婴幼儿食品屡次出现安全问题，无疑牵动着很多人的神经。食品安全问题一直是我们生活中最关注的重要问题，尤其是婴幼儿食品安全问题更是重中之重。我国关于婴幼儿食品安全的标准也在日渐完善，针对我国婴幼儿生长发育特点，参考国际婴幼儿食品标准体系，国家制定了一系列符合我国国情的相关标准来规范婴幼儿食品的检测，以便有效监管婴幼儿食品安全。其中，GB 5413.5-2010 就规定了婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定方法。乳糖一般存在于动物的乳汁中，对婴幼儿的健康非常重要，而蔗糖吃多了则会产生龋齿和糖依赖，不利于婴幼儿的健康成长。所以，合理控制婴幼儿食品中的糖含量显得尤为重要。因此，本实验参照 GB 5413.5-2010 实现了牛奶中有关糖含量的测定，方法准确、灵敏度高、重现性好，可以满足日常分析要求。

2. 样品制备

本实验样品为购买的市售有证标准溶液，样品制备及处理方法如下：

乳糖标准储备液（20 mg/mL）：称取在 94°C±2°C 烘箱中干燥 2 h 的乳糖标样 2 g(精确至 0.1 mg),溶于水中，用水稀释至 100 mL 容量瓶中，放置 4°C 冰箱中。

乳糖标准工作液：分别吸取乳糖标准储备液 0 mL，0.5 mL，1 mL，1.5 mL，2 mL，2.5 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度。配成乳糖标准系列工作液，浓度分别为 0 mg/mL、1 mg/mL、2 mg/mL、3 mg/mL、4 mg/mL、5 mg/mL。

蔗糖标准溶液（10 mg/mL）：称取在 105°C±2°C 烘箱中干燥 2 h 的蔗糖标样 1 g(精确至 0.1 mg),溶于水中，用水稀释至 100 mL 容量瓶中，放置 4°C 冰箱中。

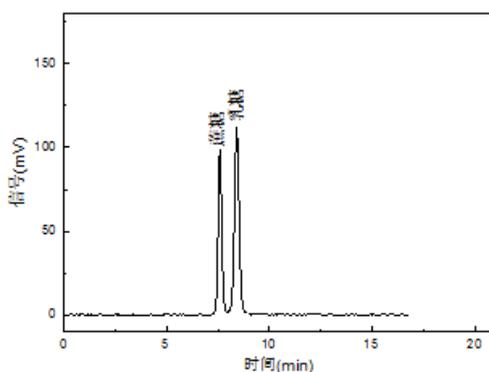
蔗糖标准工作液：分别吸取蔗糖标准溶液 0 mL，0.5 mL，1 mL，1.5 mL，2 mL，2.5 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度。配成蔗糖标准系列工作液，浓度分别为 0 mg/mL、0.5 mg/mL、1 mg/mL、1.5 mg/mL、2 mg/mL、2.5 mg/mL。

3. 测试条件

仪器	EasySep®-1020 液相色谱系统，配备 ELSD-UM5000 检测器		
色谱柱	Shodex Asahipak NH ₂ P-50 4E, 250×4.6 mm, 5 μm		
流速	1.0 mL/min	柱温	35°C
流动相	乙腈：水=70：30		
漂移管温度	40°C	载气流量	3 L/min

4. 测试结果

1) 色谱图



序号	保留时间	名称	浓度	峰面积	峰分离度	理论塔板数	峰拖尾因子
1	7.590	蔗糖	40.45	1192387	2.18	9068	1.08
2	8.403	乳糖	59.55	1755279	0.00	6515	1.07
总计			100	2947666			

图 1 混合标准溶液色谱图

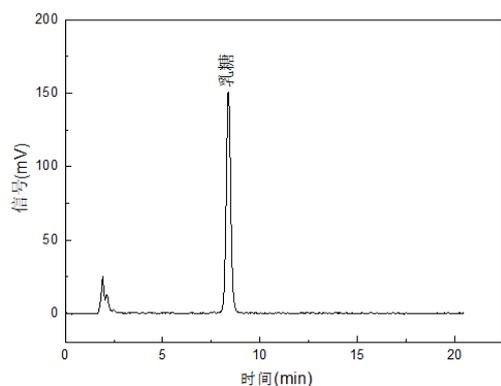


图 2 牛奶试样溶液色谱图

序号	保留时间	名称	浓度	峰面积	峰分离度	理论塔板数	峰拖尾因子
1	8.362	乳糖	100	2429291	0.00	6254	1.09
总计			100	2429291			

2) 线性关系考察

将 10 μL 标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中，在所述色谱条件下测定标准溶液的响应值（峰面积），以标准工作液的浓度的以 10 为底的对数值为横坐标，以响应值（峰面积）的以 10 为底的对数值为纵坐标，绘制标准曲线：

表 1 糖标准曲线

组份名称	标准曲线	R ²
蔗糖	$y = 1.2912x + 6.5609$	0.9993
乳糖	$y = 1.2757x + 6.3602$	0.9995

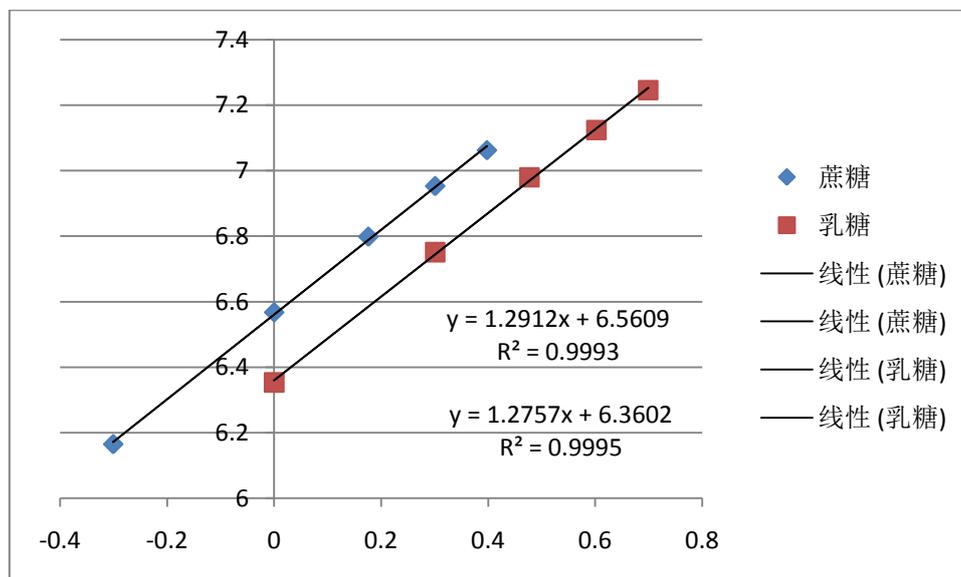


图 3 糖标准曲线

3) 重复性考察

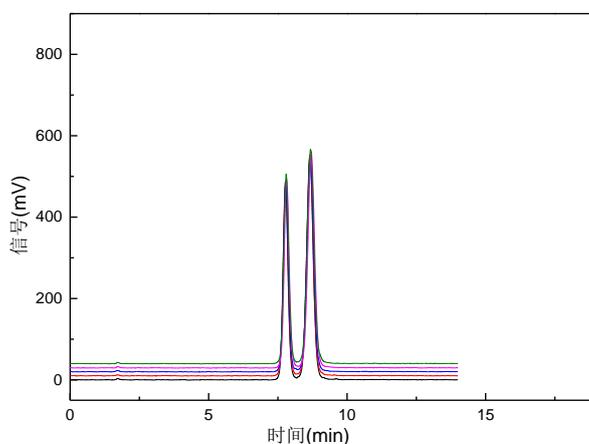


图 4 混合标准溶液分离重复性色谱图

精密吸取标准品溶液 10 μ L，进液相色谱测定，重复进样 5 次，计算得保留时间 RSD \leq 0.5%，峰面积 RSD \leq 2.0%，方法的定量重复性良好。

5.结论

采用 EasySep[®]-1020 液相色谱系统，配备 ELSD 检测器，可以实现食品中乳糖、蔗糖的测定，方法准确、灵敏度高、重现性好，可以满足日常分析要求。

6.配置列表

仪器配置	EasySep [®] -1020 二元梯度液相色谱仪
	AS1020 自动进样器
	AT-330 柱温箱
	ELSD-UM5000 检测器
	Unimicro 色谱工作站