安徽省食品行业协会团体标准编制说明

标准名称	酒类产品中α-亚麻酸和苯基乳酸的测定-超高效液相色谱法
任务来源	
负责起草单位	
单位地址	
参加起草单位	

标准起草人

序号	姓名	单位	职务	职称	电话
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

编制情况

1、编制过程简介

安徽省食品行业协会关于下达2019年团体标准项目计划的通知（皖食协〔2018〕28号），由XXXXXXXXXXXXXXXX组织召开了《酒类产品中α-亚麻酸和苯基乳酸的测定-超高效液相色谱法》团体标准制定研讨会，会议确定了本标准制定人员的分工，确定了在2018年开展该标准研制工作的基础上标准制定小组尽快在2019年12月下旬完成标准制订工作。标准制定小组依据

标准制定程序和要求，查阅了国内外的相关资料，本着标准应符合我国国情，方便快速、实用性强的原则，对方法的技术参数进行了研制，按标准化工作导则编写标准检验方法和编制说明。
2、制定标准的必要性和意义
α-亚麻酸是一种多不饱和脂肪酸，是一种非必需脂肪酸，是一种生命核心物质，是构成人体脑细胞和组织细胞的重要成分，是人类一生中每天都需要的一种营养素。α-亚麻酸有益于大脑健康和智力提高。α-亚麻酸是维持大脑和神经的机能所必须的因子，值得注意的是人体大脑大约有 60%是由脂肪构成的，神经的生长需要α-亚麻酸作为原料，神经和神经元需要α-亚麻酸来提供能量，而且α-亚麻酸是人体自身不能合成的，也是无法由其他营养来合成的，必须要依靠膳食来获得。目前研究表明，α-亚麻酸对于人类决不是可有可无的，而是绝对不可缺少的，它对于人类的健康有着极其重要的作用 苯基乳酸是一种新型的抗氧化剂，具有美容养颜的功效，鉴于上述α－亚麻酸和苯基乳酸的显著性功效，研究α－亚麻酸和苯基乳酸的有效含量对人体的健康至关重要，但是目前都是单一的检测方法，既费时又浪费人力物力，因此研究出一种同时检测酒类产品中α－亚麻酸和苯基乳酸的检测方法迫在眉睫，本标准研究开发了一种同时检测酒类产品中α－亚麻酸和苯基乳酸的方法，该方法快速、简便、灵敏、准确，适用于样品基质范围广，具有明显的创新性和实用性。
3、制定标准的原则和依据，与现行法律法规、标准的关系
本标准本着科学、规范、统一性和实用性的原则，按照《中华人民共和国标准化法》等有关法律、法规进行的编制，是现行国内或地方相关标准的基础上进行的扩充与完善，与现有标准没有冲突。
4、主要条款的说明，主要技术指标、参数、试验验证的论述

主要条款：

本标准的章节由范围、试剂与材料、主要仪器、测定步骤、结果计算、精密度以及检出限、方法不确定度组成。

本标准中主要技术参数、试验验证参数如下：

1、主要技术参数的确认

1.1 色谱柱的选择

实验选取了两根不同型号的色谱柱，两种型号的色谱柱分别为 HSS T3 和 BEH C18 色谱柱，通过使用单因子变量法，最终确定 BEH C18 色谱柱分离较好，能够将α－亚麻酸和苯基乳酸完全分离。色谱图如图 1 所示

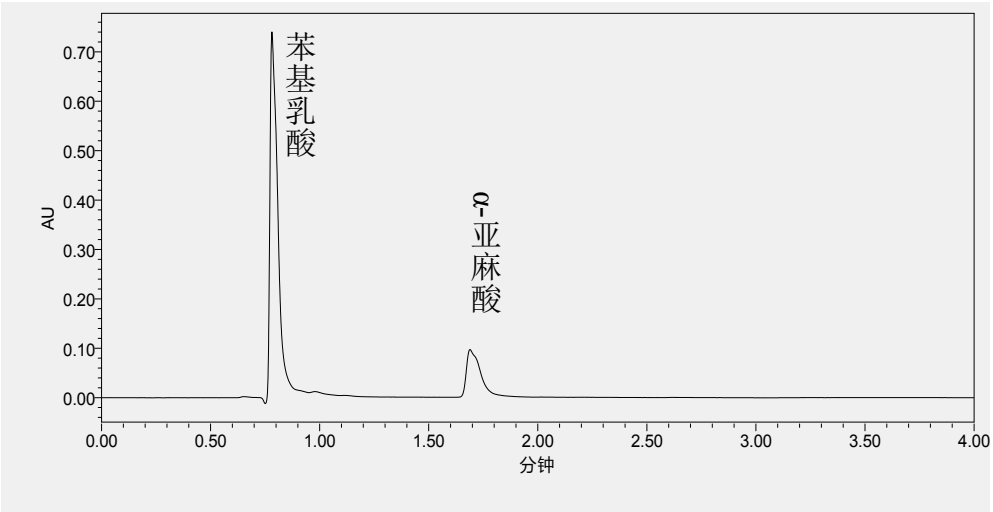

图 1 所示为：标准样品的色谱图

1.2 流动相的选择

实验对流动相的选择首先选定水-甲醇、乙酸-甲醇，水-乙腈，甲醇-磷酸等进行实验，通过实验后，均发现效果较差，不能够很好的实现分离。发现使用低浓度的磷酸对两种物质的分离会起到很大的作用，配制 1%、0.5%以及 0.1%的磷酸溶液作为流动相分别进行实验，实验结果表明，使用 0.1%的磷酸分离较好，而且峰形较好，满足使用要求，故实验选择 0.1%的磷酸作为流动相进行α－亚麻酸和苯基乳酸的分离。

1.3 波长的选择

通过查找文献并进行试验， 实验阶段对本次实验进行了系统归纳与总结，通过使用 210-500nm 的波长段扫描，得到相应的 3D 扫描图，经过后期的提取色谱图和文献报道，确定最佳检测波长 205nm。标样验证进行相应的波长验证。

2、试验验证

各项技术参数确定后，标准制定小组通过精密度、重现性、稳定性和回收率试验验证效果，获得的平行测定结果的相对标准偏差RSD%均小于5，其精密度符合方法学的要求；并进行了异地验证试验及方法不确定度的计算，提高了本方法规范性、统一性和科学性。

2.1 标准曲线的建立

准确吸取α-亚麻酸和苯基乳酸混合标准溶液，分别配制 5 个浓度的溶液（α-亚麻酸标准曲线浓度：20mg/L、40mg/L、80mg/L、160mg/L、400mg/L；苯基乳酸标准曲线浓度：25mg/L、50mg/L、100mg/L、200mg/L、500mg/L）。测定 5 个浓度的标准混合工作液，以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线；R^2=0.998，线性良好。

2.2 精密度

对同一白酒样品，按照样品制备方法平行制备 6 份样品，并用本方法进行α-亚麻酸和苯基乳酸检测（其中一个样品重复进样 6 次），所得重复性和重现性检测结果如表 1 和表 2 所示

表 1 α-亚麻酸和苯基乳酸重复性检测结果

项目 \ 次数	1	2	3	4	5	6	RSD
苯基乳酸	44.1	44.57	44.73	44.96	44.84	45.08	2.20%
α-亚麻酸	50.53	49.74	50.47	50.96	50.52	51.39	1.10%

由表 1 知，六次重复测定结果的 RSD 为 2.20%和 1.08%，方法重复性良好。

表 2 α-亚麻酸和苯基乳酸重现性检测结果

项目 \ 次数	1	2	3	4	5	6	RSD
苯基乳酸	415.32	398.10	401.26	450.22	438.30	387.62	4.92%
α-亚麻酸	399.62	396.24	402.64	401.28	404.64	403.16	7.46%

由上表知，重现性测定结果的 RSD=4.92%和 7.46%，重现性良好。

2.3 加标回收率实验

取 3 个已知α-亚麻酸和苯基乳酸含量分别为：48.62mg/L 和 15.45mg/L 的样品，使用已知浓度的α-亚麻酸和苯基乳酸标准品配制三个浓度水平的样品，按照标准所述方法处理检测，计算回收率均在 80%-120%之内，具体如下表 3 所示。

表 3 酒样中α-亚麻酸和苯基乳酸的加标回收率实验结果

加标物	底物浓度（mg/L）	加标水平（mg/L）					
		40		100		400	
		实测值	回收率	实测值	回收率	实测值	回收率
苯基乳酸	15.45	47.95	81.25%	112.85	97.40%	346.07	82.66%

α-亚麻酸	48.62	85.12	91.25%	145.92	97.30%	415.14	91.63%

2.4 方法的检出限与定量限

对本方法作如下灵敏度测试：灵敏度测试包括仪器的灵敏度与方法的灵敏度，仪器的灵敏度用仪器的检出限表示，取信噪比≥3 的苯基乳酸和α-亚麻酸的混合标准溶液的最小浓度为仪器检出限；方法的灵敏度用方法的定量限表示，取信噪比≥9 的苯基乳酸和为α-亚麻酸混合标准溶液的最小浓度为方法定量限。所得的相关数据见表 4。

表 4 酒样中苯基乳酸和为α-亚麻酸的定量限和检出限的数据

名称	检出限 mg/L	定量限 mg/L
苯基乳酸	1.00	5.00
α-亚麻酸	1.00	5.00

2.5异地验证实验

本方法已与安徽国科检测科技有限公司液相液质室进行了异地实验室验证，结果如下表 5。

表 5 酒样中苯基乳酸和为α-亚麻酸异地实验室比对结果

名称	国科检测数据 mg/L		本实验室检测数据 mg/L	
	1#酒样	2#酒样	1#酒样	2#酒样
α-亚麻酸	64.78	96.59	58.22	98.76
苯基乳酸	102.4	147.13	98.44	156.68

75、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

无

6、采用国际标准或国外先进标准的，说明采标程度，以及国内外同类标准水平的对比情况

无

7、重大分歧意见的处理经过和依据

无

8、标准的建议及其理由

作为推荐性标准。 该标准技术内容科学，通过对酒类及食品中α-亚麻酸和苯基乳酸的研究，建立其分析方法，从而为酒类产品中α-亚麻酸和苯基乳酸提供科学、合理的判定依据。本标准所开发的分析方法也可用于饮料及调味品中相关质量指标的测定。
9、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法、实施日期等）
第一阶段于 2019 年底前在亳州市执行； 第二阶段于2020年底前在全省范围内执行。
10、其它应予说明的事项
无