

《保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法》

编制说明

一、标准制定的目的和意义

低聚木糖：低聚木糖又称木寡糖，是由 2-7 个木糖分子以 β -1,4 糖苷键结合而成的功能性聚合糖。与通常人们所用的大豆低聚糖、低聚果糖、低聚异麦芽糖等相比具有独特的优势，它可以选择性地促进肠道双歧杆菌的增殖活性。其双歧因子功能是其它聚合糖类的 10-20 倍。研究表明，低聚木糖具有独特的性能，低聚木糖很难为人体消化酶所分解。用唾液、胃液、胰液和小肠酶液进行的消化实验表明：各种消化液几乎都不能分解低聚木糖，它的能量值几乎为零，既不影响血糖浓度，也不增加血糖中胰岛素水平，并且不会形成脂肪沉积，故可在低能量食品中发挥作用，最大限度地满足了那些喜爱甜品而又担心糖尿病和肥胖的人的要求，因此糖尿病人、肥胖病人和低血糖病人均可放心食用。

据研究，低聚木糖具有减少有毒发酵产物及有害细菌酶的产生、抑制病原菌和腹泻、防止便秘、保护肝脏功能、降压降脂、能增强机体免疫力，抗癌等作用。

低聚木糖也成为近年来研究的热点，在医药保健品、乳制品、食品、饲料等领域中得到了广泛的应用。目前在保健品测定低聚木糖国家或者保健品行业暂未形成统一的标准。目前据了解到的情况是有条件的企业或检测机构测定低聚木糖都是参照饲料添加剂 GB/T 23747-2009 或者一些保健食品检测的书籍，甚至是一些文献，但这些方法或多或少存在着一些不足，例如：适用范围不合适、仪器平衡时间长、实际检测过程干扰大、成本高（标物、色谱柱），故我们亟待开发出一个原理合理、范围合适、操作保健品中测定较为简单、干扰少、成本低仪器上机时长较短的方法来填补保健品中低聚木糖的测定。同时也进一步为保健品标准的制定、维护消费者权益和食品市场监管提供技术依据。

二、标准的任务来源及参与单位

2020 年 5 月，广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、无限极（中国）有限公司向广东省食品药品评审认证技术协会提出了制定广东省食品药品评审认证技术协会团体标准《保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法》的项目申请，协会组织评审专家小组，于 2020 年 6 月 5 日召开团体标准立项评审会议，评审小组成员对该项目进行论证并获得通过，并同时开始该标准的研究制定工作，在组织上拟定了相关的措施，确定了本部标准的修订思路。

2020 年 7 月，广东省食品药品评审认证技术协会下达了该项目的制定计划任务，详见《关于《植物提取物中二乙烯苯等 9 种有机残留物含量的测定》等五个团体标准准许立项的通知》（粤食药审评秘[2020]38 号）。

标准起草单位为广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、无限极（中国）有限公司、汤臣倍健股份有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、广州汇标检测技术中心、清远市林中宝生物科技有限公司，由广东省食品药品评审认证技术协会归口。标准主要起草人：XXXXXX。

三、标准的编制过程

我单位 2020 年 6 月组织成立了标准起草小组，确定了工作进度时间表，并进行了分工。

(1) 2020 年 6 月-2020 年 7 月，起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨，确定了

制定计划、制定原则、标准框架，标准基本内容。

(2) 2020年7月-2020年8月，起草小组对《保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法》的方法进行全面调研，收集相关技术资料，对生产企业低聚木糖类保健品产品类型进行调研汇总。起草小组根据现实需求完成了标准初稿，并对相关企业及技术单位征求意见，对标准初稿意见进行有必要的修改。

(3) 2020年8月-2020年9月，起草小组完成本方法的研究工作，根据相关参与单位修改意见，完成验证报告。收集相关验证样品，将验证样品分别寄往验证单位，验证单位根据试验报告对标准方法进行验证。

(4) 2020年9月-2020年12月，起草小组完成对验证单位对标准验证报告的收集汇总，对验证数据进行分析。见验证报告数据汇总附件。

四、 标准编制原则

制定《保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法》遵循以下原则：

(1) 规范性

按 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第2部分：标准中规范性技术要素内容的确定方法》的要求进行制定。

(2) 一致性

与现行有效的相关低聚木糖含量测定的国家法律、法规、标准规范保持一致，对方法提要、分析步骤、结果计算和试验报告等要求作出相应的规定。

(3) 适用性

充分考虑全省保健食品中低聚木糖的测定方法现状和现实情况，优化了测定的原理、确定测定方法步骤，适保健食品中低聚木糖含量的测定。

(4) 可操作性

充分考虑当前含低聚木糖类保健品的现状，参照已有的方法、指导原则等对标准进行优化、规范，具有可操作性和普遍性。

(5) 先进性

在制定本标准时，参考了现有低聚木糖分析方法等技术标准、指导原则、团体标准、企业标准等，吸收了国内外几年来先进的分析手段、处理过程、反应条件等，对方法的原理进行优化、完善处理步骤、参数调整、数据准确性等进行优化，体现了标准的技术性、科学性和先进性。

五、 标准的整体结构

本标准内容主要 10 个部分：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、精密度、检出限。

六、 标准的主要内容及解析

1、范围

本标准规定了保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法的测定方法，本方法适用于保健食品片剂、固体饮料、口服液中低聚木糖含量的测定。

2、规范性引用文件

列出了标准条文制定过程中引用的标准。

3、方法原理

对方法测定引用的原理依据进行了说明。

4、试剂

明确了方法所使用试剂名称及级别。

4.1 线性范围

分别取衍生化后的标准工作溶液（5.2.1）上机测定不同浓度下标准工作液的峰面积，以对照品的浓度为 c 为横坐标，峰面积为纵坐标，进行线性拟合，观察对应的线性关系是否良好。

表 1 标准溶液测定数据

标准溶液浓(mg/mL)	0	0.010	0.020	0.100	0.200	0.500	1.00
峰面积(mAU*s)	0	48.4	94.0	471.3	953.5	2442.5	4829.1

线性方程： $y=4842.3x-3.81$

线性相关系数 $R^2=0.99997$

4.2 专属性（取压片糖果进行专属实验）

分别取阴性样、阳性样（压片糖果）、阴性样加标及试剂空白，做 2 个平行样测定在木糖保留时间区域时有没有特征峰；结果见表 2。从结果中看出，试剂空白及阴性样在目标物出峰时无干扰，阳性样及阴性加标样有出峰，符合要求。

表 2—低聚木糖专属性测定数据

色谱信息 \ 样品	试剂空白		阴性样		阳性样		阴性加标样	
保留时间(min)	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1
有无色谱峰	无	无	无	无	有	有	有	有

4.3 定量限（ $S/N=10$ ）

对标准工作溶液中 0.010mg/mL 进行系数 10 倍，得到浓度为 0.0010mg/mL ，连续上机测试，记录信噪比，以 $S/N=10$ ，定容体积 100mL ，稀释倍数 10，取样量为 2g 时，计算定量限（单位： $\text{g}/100\text{g}$ ）。

4.4 精密度

4.4.1 仪器精密度试验

取 0.500mg/mL 标液进行精密度检查，按《验证方法 5.3》的色谱条件测定木糖的峰面积，结果见表 3。

表 3 精密度试验测定结果

进样次数	1	2	3	4	5	6
峰面积	2463.8	2471.8	2470.5	2448.9	2457.8	2462.2
$\bar{x} \pm s$	2462.5 \pm 8.47					
RSD	0.34%					

由上述结果可知仪器精密度符合要求。

4.4.2 中间精密度

分别取压片糖果、口服液、清肠粉样品，安排3个不同人员每人处理2个平行测出其低聚木糖含量，结果见表4至6，RSD分别为3.42%、3.38%、1.93%，从中间精密度测定结果来看：符合RSD <15%的一般要求，重复性较好。

表4—压片糖果中间精密度数据（不同人员）

试验号	人员 1		人员 2		人员 3	
称样量(g)	0.4238	0.4133	0.4296	0.4203	0.4079	0.4338
低聚木糖含量(g/100g)	14.7	14.5	14.8	15.4	15.8	14.6
平均含量(g/100g)	15.0					
相对标准偏差(RSD)	3.42%					

表5—口服液中间精密度数据（不同人员）

试验号	人员 1		人员 2		人员 3	
称样量(g)	2.0134	2.0018	2.0193	2.0336	2.0234	2.0168
低聚木糖含量(g/100g)	4.58	4.41	4.61	4.61	4.79	4.86
平均含量(g/100g)	4.65					
相对标准偏差(RSD)	3.38%					

表6—清肠粉中间精密度数据（不同人员）

试验号	人员 1		人员 2		人员 3	
称样量(g)	0.5016	0.5024	0.5008	0.5034	0.5079	0.5038
低聚木糖含量(g/100g)	7.88	8.13	7.77	8.18	8.02	8.05
平均含量(g/100g)	8.00					
相对标准偏差(RSD)	1.93%					

4.4.3 重复性试验

分别取压片糖果、口服液、清肠粉样品，重复6个平行实验并分别测出其低聚木糖含量，结果见表7-9，其RSD分别为2.83%、2.30%、2.14%，符合RSD<15%的一般要求，重复性较好。

表7—压片糖果重复性实验结果统计表

试验号	1	2	3	4	5	6
称样量(g)	0.4238	0.4133	0.4256	0.4078	0.4392	0.4316
低聚木糖含量(g/100g)	14.5	14.2	14.9	15.4	14.6	14.7
平均含量(g/100g)	14.7					
相对标准偏差(RSD)	2.83%					

表8—口服液重复性实验结果统计表

试验号	1	2	3	4	5	6
称样量(g)	2.0134	2.0018	2.0235	2.0499	2.0897	2.1138
低聚木糖含量(g/100g)	4.53	4.37	4.59	4.60	4.64	4.66
平均含量(g/100g)	4.57					
相对标准偏差(RSD)	2.30%					

表9—清肠粉重复性实验结果统计表

试验号	1	2	3	4	5	6
称样量(g)	0.5016	0.5024	0.5033	0.5008	0.5039	0.5099
低聚木糖含量(g/100g)	7.78	8.10	7.78	8.18	8.06	8.02
平均含量(g/100g)	7.99					
相对标准偏差(RSD)	2.14%					

4.5 准确度（回收率）

4.5.1 加标回收率

分别称取 6 个压片糖果、口服液、清肠粉的样品，按照对应含量的 0.8、1.0、1.2 倍的三个水平开展加标试验，每个加标水平做 2 个平行，测定出各水平加标样品中低聚木糖的含量，符合回收率>80%的要求；回收率较稳定。具体数据见表 10-12：

表 10—压片糖果加标回收实验数据统计表

不同水平 加标要求	称样量	加标前样品 中含量	低聚木糖 加入量	定容体积及 稀释倍数	加标样品 测得量	回收 率	回收率 平均值	相对标准 偏差 RSD
3 水平	(g)	(mg)	(mg)	(50ml*10)	(mg)	(%)	(%)	(%)
含量 0.8 倍加标	0.5036	73.5	64.0	50*10	127.5	85.0	94.7	6.9
	0.5066	73.5	64.0	50*10	135.5	97.8		
含量 1.0 倍加标	0.5013	73.5	80.0	50*10	151.5	97.8		
	0.5023	73.5	80.0	50*10	143.5	87.9		
含量 1.2 倍加标	0.5019	73.5	96.0	50*10	168.5	99.1		
	0.5096	73.5	96.0	50*10	168.5	100		

表 11—口服液加标回收实验数据统计表

不同水平 加标要求	称样量	加标前样品 中含量	低聚木糖 加入量	定容体积及 稀释倍数	加标样品 测得量	回收 率	回收率 平均值	相对标准 偏差 RSD
3 水平	(g)	(mg)	(mg)	(50ml*10)	(mg)	(%)	(%)	(%)
含量 0.8 倍加标	2.0013	90.0	64.0	50*10	149	90.1	90.4	6.7
	2.0186	90.0	64.0	50*10	155	101		
含量 1.0 倍加标	1.9923	90.0	80.0	50*10	159	84.1		
	2.0709	90.0	80.0	50*10	157	85.7		
含量 1.2 倍加标	2.0198	90.0	96.0	50*10	175	88.5		
	2.0432	90.0	96.0	50*10	179	93.2		

表 12—清肠粉加标回收实验数据统计表

不同水平 加标要求	称样量	加标前样品 中含量	低聚木糖 加入量	定容体积及 稀释倍数	加标样品 测得量	回收 率	回收率 平均值	相对标准 偏差 RSD
3 水平	(g)	(mg)	(mg)	(50ml*10)	(mg)	(%)	(%)	(%)
含量 0.8 倍加标	0.5033	40.0	32.0	50*10	67.5	86.3	87.1	6.2
	0.5016	40.0	32.0	50*10	67.0	84.6		
含量 1.0 倍加标	0.5009	40.0	40.0	50*10	72.5	81.7		
	0.5234	40.0	40.0	50*10	77.0	97.4		
含量 1.2 倍加标	0.5006	40.0	48.0	50*10	81.5	86.9		
	0.5009	40.0	48.0	50*10	81.0	85.5		

4.6 耐用性试验

本实验取压片糖果、口服液、清肠粉阳性样品作为测试对象，做 2 平行，将处理好的样品进样后，按照 1 天、2 天的时间间隔再对样品进行进样，分别计算不同时间进样的结果；得出结果后分别与处理好的样品（第 0 天进样的）进行比较，得出变化值均<10%，符合要求。详细数据见表 13：

表 13—低聚木糖耐用性实验数据

样品名称	放置时间	称样量 (g)	样品含量 (g/100g)	与 0 天比较变化 值
压片糖果	0 天	0.4238	14.5	——
		0.4133	14.2	
	1 天	0.4238	14.8	2.5%
		0.4133	14.7	
	2 天	0.4238	14.6	0.48%
		0.4133	14.3	
口服液	0 天	2.0134	4.53	——
		2.0018	4.37	
	1 天	2.0134	4.61	2.3%
		2.0018	4.50	
	2 天	2.0134	4.57	0.69%

		2.0018	4.39	
清肠粉	0天	0.5016	7.78	——
		0.5024	8.10	
	1天	0.5016	7.99	1.7%
		0.5024	8.15	
	2天	0.5016	7.82	1.0%
		0.5024	8.23	

4.7 小结

对方法学验证进行总结，讨论本实验中线性范围、专属性、定量限、精密度、准确度、耐用性等性能，确定能满足保健食品片剂、固体饮料、口服液中低聚木糖的测定。

七、验证单位试验结果

表 14 参与验证单位

编号	验证单位
1	汤臣倍健股份有限公司
2	华测检测认证集团股份有限公司
3	广州汇标检测技术中心
4	无限极(中国)有限公司

7.1 定量限 (S/N=10)

各验证单位按照：用 0.0010mg/mL，连续上机测试，记录信噪比，以 S/N=10，定容体积 100mL，稀释倍数 10，取样量为 2g 的原则，计算定量限（单位：g/100g）；结果如表 15

表 15 验证单位定量限结果

单位名称	定量限 (g/100g)
汤臣倍健股份有限公司	0.03
华测检测认证集团股份有限 公司	0.05
广州汇标检测技术中心	0.02
无限极(中国)有限公司	0.05

从测定结果中可知，方法定量限较低。

7.2 方法线性范围

验证单位对方法做线性关系结果如表 16，各验证单位线性相关系数 $r^2 > 0.998$ ，均能满足线性要求。

表 16 验证单位标准曲线及线性关系结果

单位名称	线性方程	相关系数	是否满足线性要求
汤臣倍健股份有限公司	$y=4.57 \times 10^6 x-4120$	0.99997	是
华测检测认证集团股份有限公司	$y=4.61 \times 10^6 x-29388$	0.9999	是
广州汇标检测技术中心	$y=200.6x-0.4614$	0.9999	是
无限极（中国）有限公司	$y=5016x-11.4$	0.9998	是

7.3 方法专属性（取压片糖果进行专属实验）

分别取阴性样、阳性样（压片糖果）、阴性样加标及试剂空白，做 2 个平行样测定在木糖保留时间区域时有没有特征峰；结果见表 17。从结果中看出，试剂空白及阴性样在 时 无干扰，阳性样及阴性加标样有出峰，符合要求。

表 17 各验证单位专属性试验结果

单位名称	空白试剂	阴性样	阳性样	阴性样加标
汤臣倍健股份有限公司	无	无	有	有
华测检测认证集团股份有限公司	无	无	有	有
广州汇标检测技术中心	无	无	有	有
无限极（中国）有限公司	无	无	有	有

7.4 方法重复性

各验证单位分别取压片糖果、口服液、清肠粉样品，重复 6 个平行实验并分别测出其低聚木糖含量，结果见表 18-20，符合 $RSD < 15\%$ 的一般要求，重复性较好。

表 18 压片糖果重复性实验结果统计表

单位名称	测试方式	测得含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)	相对标准偏 差 (RSD/%)	是否满足方 法要求
汤臣倍健股 份有限公司	1	15.8	15.5	1.8	是
	2	15.2			
	3	15.2			
	4	15.7			
	5	15.7			
	6	15.3			
华测检测认 证集团股份 有限公司	1	15.8	15.7	1.7	是
	2	15.6			
	3	15.6			
	4	15.4			
	5	15.5			
	6	16.1			
广州汇标检 测技术中心	1	17.4	16.6	2.7	是
	2	16.0			
	3	16.6			
	4	16.6			
	5	16.5			
	6	16.7			
无限极(中 国)有限公 司	1	16.8	16.8	0.38	是
	2	16.8			
	3	16.7			
	4	16.9			
	5	16.8			
	6	16.8			

表 19 口服液重复性实验结果统计表

单位名称	测试方式	测得含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)	相对标准偏 差 (RSD/%)	是否满足方 法要求
汤臣倍健股 份有限公司	1	3.45	3.59	3.1	是
	2	3.53			
	3	3.62			
	4	3.78			
	5	3.57			
	6	3.60			
华测检测认 证集团股份	1	3.49	3.48	2.7	是
	2	3.39			

有限公司	3	3.58			
	4	3.41			
	5	3.43			
	6	3.40			
	1	4.65			
	2	4.47			
广州汇标检测技术中心	3	4.58	4.46	3.3	是
	4	4.50			
	5	4.27			
	6	4.30			
	1	3.97			
	2	4.04			
无限极(中国)有限公司	3	3.89	3.95	1.4	是
	4	3.93			
	5	3.93			
	6	3.96			

表 20 清肠粉重复性实验结果统计表

单位名称	测试方式	测得含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)	相对标准偏差 (RSD/%)	是否满足方 法要求			
汤臣倍健股份有限公司	1	7.64						
	2	7.15						
	3	7.39	7.56	4.0	是			
	4	7.42						
	5	8.00						
	6	7.73						
1	7.56							
2	7.35							
华测检测认证集团股份有限公司	3	7.52	7.46	1.9	是			
	4	7.26						
	5	7.64						
	6	7.43						
	1	7.50						
	2	7.52						
广州汇标检测技术中心	3	7.49	7.50	1.0	是			
	4	7.58						
	5	7.55						
	6	7.35						
	1	7.46				7.45	1.1	是
	2	7.46						

国)有限公司	2	7.43
司	3	7.36
	4	7.55
	5	7.52
	6	7.38

7.5 中间精密性（不同人员）

验证单位分别取压片糖果、口服液、清肠粉样品，安排 3 个不同人员每人处理 2 个平行测出其低聚木糖含量，结果见表 21 至 23，计算 RSD，从中间精密度测定结果来看；均符合 RSD <15%的一般要求，重复性较好。

表 21 压片糖果中间精密度验证结果（不同人员）

单位名称	测试方式	测得含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)	相对标准偏差 (RSD/%)	是否满足方 法要求
汤臣倍健股份有限公司	人员 1	16.3	15.8	1.9	是
	人员 1	15.5			
	人员 2	15.5			
	人员 2	15.8			
	人员 3	15.7			
	人员 3	15.7			
华测检测认证集团股份有限公司	人员 1	15.8	15.7	0.76	是
	人员 1	15.9			
	人员 2	16.1			
	人员 2	15.6			
	人员 3	15.3			
	人员 3	15.6			
广州汇标检测技术中心	人员 1	15.2	15.3	3.1	是
	人员 1	16.1			
	人员 2	14.6			
	人员 2	15.4			
	人员 3	15.2			
	人员 3	15.3			
无限极(中国)有限公司	人员 1	16.7	16.8	0.42	是
	人员 1	16.9			
	人员 2	16.7			
	人员 2	16.8			
	人员 3	16.7			
	人员 3	16.8			

表 22 口服液中间精密度验证结果（不同人员）

单位名称	测试方式	测得含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)	相对标准偏 差 (RSD/%)	是否满足方 法要求
汤臣倍健股份有限公司	人员 1	3.65	3.78	2.6	是
	人员 1	3.81			
	人员 2	3.67			
	人员 2	3.88			
	人员 3	3.82			
	人员 3	3.85			
华测检测认证集团股份有限公司	人员 1	3.52	3.52	3.2	是
	人员 1	3.45			
	人员 2	3.67			
	人员 2	3.56			
	人员 3	3.50			
	人员 3	3.39			
广州汇标检测技术中心	人员 1	4.02	3.98	3.4	是
	人员 1	3.82			
	人员 2	4.02			
	人员 2	4.01			
	人员 3	3.81			
	人员 3	4.17			
无限极(中国)有限公司	人员 1	3.88	3.86	0.64	是
	人员 1	3.85			
	人员 2	3.90			
	人员 2	3.86			
	人员 3	3.85			
	人员 3	3.84			

表 22 清肠粉中间精密度验证结果 (不同人员)

单位名称	测试方式	测得含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)	相对标准偏 差 (RSD/%)	是否满足方 法要求
汤臣倍健股份有限公司	人员 1	7.34	7.39	2.8	是
	人员 1	7.12			
	人员 2	7.37			
	人员 2	7.44			
	人员 3	7.74			
	人员 3	7.31			
华测检测认证集团股份有限公司	人员 1	7.54	7.54	3.6	是
	人员 1	7.37			
	人员 2	7.90			

	人员 2	7.63			
	人员 3	7.46			
	人员 3	7.36			
	人员 1	8.22			
	人员 1	7.59			
广州汇标检测技术中心	人员 2	6.72	7.72	6.9	是
	人员 2	8.06			
	人员 3	7.92			
	人员 3	7.79			
	人员 1	7.44			
	人员 1	7.43			
无限极(中国)有限公司	人员 2	7.50	7.51	1.5	是
	人员 2	7.42			
	人员 3	7.59			
	人员 3	7.70			

7.6 准确度（回收率）

分别称取 6 个压片糖果、口服液、清肠粉的样品，按照对应含量的 0.8、1.0、1.2 倍的三个水平开展加标试验，每个加标水平做 2 个平行，测定出各水平加标样品中低聚木糖的含量，符合回收率>80%的要求；回收率较稳定。具体数据见表 23-25：

表 23—压片糖果加标回收实验数据统计表

单位名称	加标回收率（%）						平均回收率（%）	是否满足方法要求
	含量 0.8 倍加标		含量 1.0 倍加标		含量 1.2 倍加标			
汤臣倍健股份有限公司	102	105	99.1	95.8	95.8	105	100	是
华测检测认证集团股份有限公司	103	105	104	105	102	105	104	是
广州汇标检测技术中心	91.9	93.4	93.6	95.2	95.0	93.3	93.7	是
无限极(中国)有限公司	90.8	92.7	90.3	94.1	96.6	90.2	92.5	是

表 24—口服液加标回收实验数据统计表

单位名称	加标回收率 (%)						平均回收率 (%)	是否满足方法要求
	含量 0.8 倍加标	含量 1.0 倍加标	含量 1.2 倍加标	含量 1.0 倍加标	含量 1.2 倍加标	含量 1.2 倍加标		
汤臣倍健股份有限公司	103	103	103	103	105	105	104	是
华测检测认证集团股份有限公司	100	103	104	104	103	105	103	是
广州汇标检测技术中心	97.5	99.4	96.0	94.0	96.8	98.9	97.1	是
无限极(中国)有限公司	90.7	95.3	95.1	90.7	103	90.5	94.1	是

表 25—清肠粉加标回收实验数据统计表

单位名称	加标回收率 (%)						平均回收率 (%)	是否满足方法要求
	含量 0.8 倍加标	含量 1.0 倍加标	含量 1.2 倍加标	含量 1.0 倍加标	含量 1.2 倍加标	含量 1.2 倍加标		
汤臣倍健股份有限公司	95.3	97.1	106	103	98.5	100	99.9	是
华测检测认证集团股份有限公司	93.9	90.8	99.1	96.2	105	104	98.2	是
广州汇标检测技术中心	102	101	95.8	94.6	102	103	99.9	是
无限极(中国)有限公司	93.1	92.6	99.3	93.7	104	102	97.5	是

8 结论

通过方法验证与验证单位数据分析,结果表明:广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)负责修订的《保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法》,适用于保健食品片剂、固体饮料、口服液中低聚木糖含量的测定,本方法操作相对简单、快速,精密性、重复性、准确度好,适合推荐作为行业团体标准分析方法。

八、标准水平分析

目前,国家、行业标准中,暂无测定保健食品中低聚木糖的方法,一般第三方检测机构、企业均是参照一些保健食品测定方法的书籍、自行制定一些企标、或者参照 QB/T 2984-2008、GB/T 35545-2017、GB/T 23747-2009,这些方法无论从适用范围、对仪器的要求、对照品成本以及色谱柱的要求都比较高。例如 QB/T 2984-2008、GB/T 35545-2017、GB/T

23747-2009，这几个国标或者行标的方法，均是适用于作为添加剂使用的低聚木糖的含量测定，测定比较小，而且需要购买木糖、木二糖到木六糖等多个对照品，对照品花费较高，色谱柱也需要特定凝胶色谱柱或者糖柱，这些色谱柱价格普遍都要上万块钱，价格不菲，而且基本只能测定某些糖类的项目，其他项目不能兼顾使用，故如参照 QB/T 2984-2008 、GB/T 35545-2017、GB/T 23747-2009，这些标准测定，企业或者实验室花费会相当大，且适用性不一定很强。

另外，有些文献方法或者企标，选用对样品水解后，上示差折光或者蒸发光这类通用型的检测器进行测定，但是也有各自存在一些不足点，例如选用示差折光检测器，该检测器平衡时间较长，受外部条件影响较大，特别是实验室内温度的变化，蒸发光检测器则因为样品经过水解，虽然调节了 PH 值，但是测定样品时基线会很不稳，很难准确定量，同时以上测定低聚木糖的方法，无论是国标、行标的 QB/T 2984-2008 、GB/T 35545-2017、GB/T 23747-2009，还是一些文献数据、企标，最后都是使用蒸发光或者示差折光检测器这类通用型检测器进行测定，对于分析保健食品这类基质较为复杂的样品，对分离的要求较高，甚至或出现假阳性的情况，不能准确的反映样品的实际数值，故我们需要开发一种操作相对简单，花费相对较低，推广容易，适用范围较大的方法来测定保健食品中低聚木糖的含量。

本标准就具有以上的特点，从原理上面来讲，我们对样品水解后，进行测定木糖的含量，通过换算得知低聚木糖的含量，所以使用对照品仅为木糖，同时我们对水解后的样品不是直接上机测定，而是对样品进行衍生，使样品带有一个发色基团，在 250nm 处具有紫外吸收，直接上紫外检测器即可，有些实验室，特别是企业，未必能像第三方机构一样，配齐很多液相色谱仪的检测器，也许一个企业只有一两台液相色谱仪，只带紫外或者荧光检测器，蒸发光或者示差折光检测器很多企业基本没有配备，故该标准对样液衍生后，可直接上紫外检测器，很多企业可以满足，推广性较强，还有一个，因样品基质较为复杂，在通用型检测器中可能存在一些假阳性干扰的成分，但是如果该成分不能跟我们使用的衍生试剂发生反应，则该标准的特异性以及准确性就较强了，同时，测定的时候，我们使用普通的液相 C18 柱即可，不需要用到特定的色谱柱，成本也变低了很多。故该标准具有适用范围广、操作相对简单、特异性强、准确性高、经济环保、推广性较强等特点。本标准能有利于保健食品中低聚木糖的测定，适合推荐作为行业团体标准分析方法，完善保健食品中低聚木糖含量测定的标准应用，在企业针对自身产品中低聚糖类成分的定量方法多了一项选择，填补行业标准空缺，提高保健品行业市场的正规性和公正性。

九、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制性标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。

十、专利及涉及的知识产权

本标准不涉及任何专利或知识产权

十一、重大分歧意见的处理经过和依据

无

十二、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准作为行业团体标准发布实施。

十三、 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

本标准与目前我省保健品行业科技、生产、工艺及管理水平的适应性强，标准化程度高，便于被该类保健品企业所引用。同时，该方法的确定可以有效的监控我省保健品市场中以低聚木糖作为标志性成分的产品，也可作为中小企业生产中质量监控，为我省保健品市场低聚木糖含量测定公正性带来可靠性数据，保证我省保健品市场平稳顺利发展。

《保健食品中低聚木糖的测定-高效液相色谱法》标准编制组
2021年6月