

《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定》

（征求意见稿）编制说明

一、标准起草的基本情况

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，由北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）和浙江清华长三角研究院负责修订 SPAQ-2017-060《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定》。本次是对 GB 5413.20-2013《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定》的修订。

北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）于 2017 年 11 月牵头组织开展了 GB 5413.20-2013 检测方法的修订工作，负责对标准方法进行全面修订，并对新增方法进行方法学研究。在修订过程中，广泛收集、阅读、研究国内外相关方法、标准和文献资料，并向各层面实验室深入了解原标准方法的实施情况及存在问题；于 2018 年 10 月完成方法开发、方法学验证及样品检测，形成标准草案和编制说明；2018 年 11 月组织了 5 家单位对方法进行了验证，参加实验室间验证及方法比对的单位来自不同层面，修订期间北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）组织了标准修订及实验室间验证工作会议，交流食品安全国家标准修订过程中的工作经验及存在问题，讨论并制定了方法的验证方案，探讨和解决了方法中存在的问题；2018 年 11-12 月向广州质量监督检测研究院、中国食品发酵研究院等 30 家单位发出征求意见，期间未收到重大分歧意见，并根据意见回复进一步修正和改进了标准文本和编制说明。2019 年 9 月 2 日至 4 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一次会议审查结论为修改后会审，根据评审委员会专家意见和建议修改标准文本和编制说明。2020 年 2 月食品安全国家标准审评委员会对标准进行预评审并给出预评审意见，根据评审委员会专家预评审意见和建议修改标准文本和编制说明。2020 年 3 月食品安全国家标准审评委员会对标准进行主、副审专家评审并给出评审意见，根据专家预评审意见和建议修改标准文本和编制说明。2020 年 4 月 21-22 日经第二次会议审查后，结论为审查通过，并进一步根据评审委员会专家意见和建议修改标准文本和编制说明。

二、标准的重要内容及主要修改情况

标准的重要内容包括有：范围、原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤（试样制备、试样处理、仪器参考条件、标准曲线制作和试样溶液测定），分析结果的表述，精密度和其它共八项内容。

本次修订删除了第二法雷氏盐分光光度法，新增离子色谱法为第二法，新增液相色谱-串联质谱法为第三法。本标准针对婴幼儿食品和乳品的基质特点，开展了方法的检出限、定量限、线性范围、精密度、特异性、准确度及方法比对试验等方法学研究。样品基质包括乳基、豆基、米基、配方粉、全脂粉、液态奶、调制乳粉等。新增的两个方法线性范围宽、精密度高、准确性好，快速、灵敏，能满足婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定要求。

第二法离子色谱法的技术路线为样品经盐酸水解提取胆碱后，过脱脂柱净化，进阳离子分析柱分离后导入电导检测器进行检测，外标法定量。验证结果：回收率在 89.8%~108.1% 之间，精密度在 0.37%~4.29% 之间。

第三法液相色谱-串联质谱法的技术路线为试样中的胆碱用盐酸水溶液溶解，超声震荡，加热提取，调节 pH 值，经微孔滤膜过滤，进液相色谱分离，电喷雾离子源离子化，MRM 方式检测，同位素内标法定量。验证结果：回收率在 93%~115%之间，精密度在 0.4%~3.2% 之间。

本标准建立的两个方法与 GB 5413.20-2013 标准中原有的两个方法进行了数据的统计学分析，其中有三种基质的第二法雷氏盐法与其他方法数据之间均有显著性差异，不能保证数据的一致性，因此删除雷氏盐分光光度法。

三、国内和国际标准情况

本次需要修订的标准 GB 5413.20-2013 《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定》共有两种方法：酶比色法和雷氏盐分光光度法，无其他卫生、农业、国家质量监督检验检疫总局、国家出入境检验检疫行业等行业标准整合的需求。

AOAC 关于胆碱的测定标准为 AOAC Official Method 2012.20 “Choline in Infant Formula and Adult Nutritionals Ion Chromatography and Suppressed Conductivity”，采用离子色谱法测定婴幼儿乳粉中胆碱的含量；欧盟对饲料中强化的氯化胆碱采用离子色谱电导检测法；AGAL（Australian Government Analytical Laboratories）对婴儿食品中胆碱的测定采用了毛细管电泳间接紫外检测法。在病毒临床学研究中，胆碱和其代谢产物的分析检测则更多地应用液相色谱和串联质谱联用法。本次对食品安全国家标准方法的修订，使我国食品中胆碱的标准检测方法与欧盟标准及 AOAC 国际标准接轨。

四、其他需要说明的事项

基于雷氏盐法与其他三种方法检测所得结果的统计学数据和雷氏盐法的可操作性，建议删除雷氏盐法。该法在实际操作中比较繁琐，要得到可靠的检测结果需要注意的关键点非常多。层析柱没有商品化的采购，其装填不一致造成的数据偏差非常大。对约 30 个检测机构和乳制品企业进行了调查，未见采用该方法进行结果测试。