

酶水解-阴离子色谱法联用测定婴幼儿配方奶粉中果聚糖的总含量及平均聚合度

黄伟乾^{1*}, 覃天福¹, 吴俊发¹, 何敏恒¹, 梁志森², 罗 浩², 吴芷欣¹

[1. 广州检验检测认证集团有限公司, 广州 511447; 2. 国家加工食品质量检验中心(广东), 广州 511447]

摘要: 目的 建立酶水解-阴离子色谱法测定婴幼儿配方奶粉中果聚糖总含量和平均聚合度的分析方法。

方法 通过酶水解将样品中的果聚糖水解成果糖、葡萄糖, 以 PA1 阴离子交换柱分离, 脉冲积分安培检测器检测果聚糖总含量, 并以果糖与葡萄糖产生的比例计算平均聚合度。**结果** 果糖、葡萄糖在 0.25~25.00 mg/L 范围内线性关系良好($r^2>0.999$), 果聚糖的回收率为 96.7%~104.1%, 方法检出限为 195 mg/kg, 定量限为 650 mg/kg。实际样品测定中, 日间的相对标准偏差为 1.15%~3.87% ($n=6$)。**结论** 此方法灵敏度和精密度较好, 可用于婴幼儿配方奶粉中果聚糖的总含量及平均聚合度的测定。

关键词: 婴幼儿配方奶粉; 酶水解-阴离子色谱法; 果聚糖; 平均聚合度

Determination of total content and average degree of polymerization of fructan in infant formula milk powder by enzyme hydrolysis-anion chromatography

HUANG Wei-Qian^{1*}, QIN Tian-Fu¹, WU Jun-Fa¹, HE Min-Heng¹, LIANG Zhi-Sen², LUO Hao², WU Zhi-Xin¹

[1. *Guangzhou Inspection and Testing Certification Group Co., Ltd., Guangzhou 511447, China;*
2. *National Processing Food Quality Inspection Center (Guangdong), Guangzhou 511447, China*]

ABSTRACT: Objective To establish an analytical method for the determination of the total content and average polymerization degree of fructan in infant formula milk powder by enzymatic hydrolysis-anion chromatography.

Methods The fructan in the sample was hydrolyzed by enzyme to obtain fructose and glucose, which were separated by PA1 anion exchange column, the total content of fructan was detected by pulse integral amperometric detector, and the average degree of polymerization was calculated based on the ratio of fructose to glucose. **Results** The linear relationship between fructose and glucose were good within the range of 0.25~25.00 mg/L ($r^2>0.999$), the recovery of fructan was 96.7%~104.1%, and the limit of detection of the method was 195 mg/kg and the limit of quantitation was 650 mg/kg. In the actual sample determination, the relative standard deviations during daytime were 1.15%~3.87% ($n=6$). **Conclusion** This method has good sensitivity and precision, and can be used to determine the total content and average polymerization degree of fructan in infant formula milk powder.

KEY WORDS: infant formula milk powder; enzyme hydrolysis-anion chromatography; fructan; average degree of

基金项目: 广东省质量技术监督局科技项目(2020CS02)

Fund: Supported by the Science and Technology Project of Guangdong Bureau of Quality and Technical Supervision (2020CS02)

*通信作者: 黄伟乾, 中级工程师, 主要研究方向为食品及食品相关产品质量检测, 仪器分析。E-mail: 494333067@qq.com

*Corresponding author: HUANG Wei-Qian, Engineer, Guangzhou Inspection and Testing Certification Group Co., Ltd., Guangzhou 511447, China.
E-mail: 494333067@qq.com

polymerization

0 引言

果聚糖作为水溶性膳食纤维成分^[1], 广泛应用于婴幼儿配方食品^[2]、特殊医学配方食品^[3]、乳饮料^[4]、保健品^[5]等产品中。市售的果聚糖产品^[6]按不同的聚合度主要分成低聚果糖^[7]、菊粉^[8]、多聚果糖^[9]3类。果聚糖是一类有利于人体健康的碳水化合物, 由于人体中缺少能分解果聚糖的酶, 因此不能消化吸收果聚糖, 但果聚糖进入肠道后可以作为肠胃益生菌的营养物质。

果聚糖的工业化生产一般有2种: 第1种通过蔗糖利用果糖转移酶将蔗糖水解成果糖、葡萄糖, 将果糖基接在蔗糖上, 形成蔗果型果聚糖^[7], 聚合度较低(聚合度 $n=2\sim 9$); 第2种是通过酶解菊苣^[10\sim 13]得到的果聚糖。果聚糖^[5]由 α -果糖以 β -1,2 糖苷键连接, 在其末端接一个葡萄糖残基而形成, 分子式为 $C_6H_{12}O_6(C_6H_{10}O_5)_n$ ($n=2\sim 59$), 分子结构式见图1, 可检测的酶解产物分别为果糖、葡萄糖, 通过果糖与葡萄糖的比值得到果聚糖的平均聚合度。

婴幼儿配方奶粉试样中蔗糖、乳糖等干扰糖经蔗糖酶、 β -半乳糖苷酶水解成半乳糖、果糖、葡萄糖, 再经硼氢化钠还原成糖醇, 试样中果聚糖经果聚糖酶水解成果糖、葡萄糖, 通过果糖与葡萄糖的比值, 可得到预期果聚糖混合物的平均聚合度, 再经酶水解的校正, 通过果糖的浓度计算出总果聚糖的总量。

目前报道的检测果聚糖(低聚果糖、菊粉、多聚果糖)方法主要有液相色谱法^[14\sim 15]、离子色谱法^[16\sim 20]等。对于果聚糖含量较高的原料产品, 常使用液相色谱-示差法对蔗果三、四、五、六糖进行单独检测; 对于果聚糖含量较低

的特殊食品, 可采用 GB 5009.255—2016《食品安全国家标准 食品中果聚糖的测定》中离子色谱法检测单一添加的低聚果糖、菊粉或多聚果糖的含量^[21\sim 22], 再经平均聚合度^[23]折算成相应的果聚糖。但上述检测方法仅适用于添加单种果聚糖产品, 关于添加多种果聚糖产品中的果聚糖含量的检测方法, 尚未见报导。

本研究采用离子交换色谱法, 针对果聚糖的结构特点采用酶水解法, 通过优化提取条件、色谱分离条件等, 分离出酶解产物-果糖、葡萄糖, 建立测定总果聚糖含量的检测方法, 以期为婴幼儿配方食品中总果聚糖含量的准确检测提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

ICS-6000 离子色谱仪(配脉冲积分安培检测器, 配 Au 电极, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司); IKA-MS3 涡旋振荡器(德国 IKA 公司); SW-22 恒温振荡水浴(德国优莱博公司); 3-30K 台式高速离心机(美国 Sigma 公司), S-210 型 pH 计、MS204T 分析天平(美国梅特勒-托利多公司)。

果糖标准品(纯度 99.5%)、葡萄糖(纯度 99.5%)(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 蔗果四糖标准品(纯度 97.0%, 日本 WAKO 公司); 无水乙酸钠、50% NaOH 溶液(色谱纯, 美国 Sigma 公司); 冰乙酸、氢氧化钠、三水乙酸钠、马来酸(分析纯, 广州化学试剂厂); 硼氢化钠(分析纯, 上海安谱公司); 果聚糖酶(2000 U/mL, EC: 3.2.1.7)、蔗糖酶(来源于 yeast, 300 U/瓶, EC: 3.2.1.20)、 β -半乳糖苷酶(来源于 Aspergillus niger, 4000 U/mL, EC: 3.2.1.23)(爱尔兰 Megazyme 公司)。

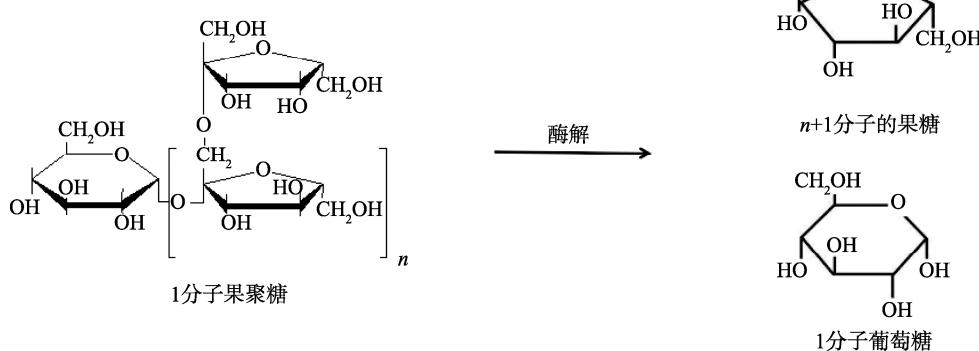


图 1 果聚糖检测原理
Fig.1 Principles of fructan detection

去离子水($>18.0 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$, 由 Milli-Q 去离子水发生器制备)。奶粉样品为市售流通的婴幼儿配方奶粉。

1.2 实验方法

1.2.1 溶液配制

果糖标准储备液的配制: 称取 25 mg(精确至 0.01 mg)果糖标准物质, 加去离子水溶解, 定容于 10 mL 容量瓶中, 4 °C 下保存, 可放置 1 个月。

葡萄糖标准储备液的配制: 称取 25 mg(精确至 0.01 mg)葡萄糖标准物质, 加去离子水, 溶解定容于 10 mL 容量瓶中, 4 °C 下保存, 可放置 1 个月。

果聚糖酶溶液(50 U/mL): 移取适量的果聚糖酶使用乙酸钠缓冲溶液(0.2 mol/L, pH 4.5)稀释 40 倍(-20 °C 保存)。

蔗糖酶溶液(4.5 U/mL): 将蔗糖酶溶解于 66 mL 马来酸钠缓冲溶液(100 mmol/L, pH 6.5)中(-20 °C 保存)。

β -半乳糖苷酶溶液(500 U/mL): 称取活性约为 1000 U 的 β -半乳糖苷酶溶于 2.0 mL 磷酸盐缓冲溶液(0.1 mol/L, pH 6.0)中, 成酶活为 500 U/mL 的 β -半乳糖苷酶溶液, 临用前配制。

硼氢化钠溶液(15 mg/mL): 称取 0.150 g 硼氢化钠溶解于 10 mL 0.1 mol/L NaOH 溶液中。

1.2.2 样品处理

(1) 样品的提取

称取婴幼儿配方奶粉样品约 1~4 g(精确至 0.001 g), 加入 50~60 °C 温水溶解, 再用乙酸调至 pH 4.5±0.1, 再定容至 100 mL。静置 10 min, 滤纸过滤(或 10000 r/min 离心 3 min)。

(2) 试液的酶解

移取澄清滤液 200 μL , 加入蔗糖酶溶液 200 μL , 再加入 200 μL β -半乳糖苷酶, 置于 40 °C±1 °C 恒温水浴摇床中, 150 r/min 振摇 60 min 后, 再经沸水浴 15 min 灭酶, 加入还原剂硼氢化钠溶液 500 μL , 混匀后置于 40 °C±1 °C 恒温水浴摇床中, 150 r/min 振摇 30 min 后, 取出冷却至室温加入 1.0 mL 0.5 mol/L 乙酸溶液后静置 10 min。再加入 1.00 mL 果聚糖酶溶液, 涡旋振荡混匀, 置于 40 °C±1 °C 恒温水浴摇床中振摇 45 min 后, 再经沸水浴 15 min 灭酶, 冷却至室温, 定容至 10.0 mL, 经 0.45 μm 水相滤膜过滤, 滤液待测定。同时做空白组实验。

1.2.3 色谱条件

色谱柱: Thermo PA1 阴离子交换柱(250 mm×4 mm, 10 μm 带预柱); 检测器: 脉冲积分安培检测器, Au 电极; 淋洗液: A 为 0.15 mol/L NaOH 溶液, B 为 0.15 mol/L NaOH+1.0 mol/L 乙酸钠混合溶液, C 为超纯水; 淋洗梯度程序: 0.0~14.0 min, 20% A+80% C; 14.1~17.0 min, 100% B; 17.1~20.0 min, 100% C; 20.1~30.0 min, 20% A+80% C; 流速: 1.20 mL/min; 柱温 30 °C; 进样量 10 μL 。

2 结果与分析

2.1 提取条件的选择

果聚糖是一类水溶性极好的功能性糖, 常用作营养成分添加于乳基类食品基质中, 再结合营养需求添加油脂、维生素、矿物质等原料。

为了溶解样品中的果聚糖, 可采用强极性水相提取, 再清除食品基质中的蛋白质、脂肪等水溶性大分子干扰物质。目前常用蛋白质去除方法^[14~15,24]有: 有机溶剂蛋白变性法、沉淀剂胶体法、调节等电点法、超滤离心法等。结合本研究的酶水解以及离子色谱的应用需求, 有机溶剂(如乙腈)对蛋白沉淀效果虽好, 但乙腈可能抑制酶的活力。沉淀剂胶体的引入会对阴离子交换柱产生污染, 超滤需使用超滤离心的耗材, 耗材成本较高, 且不可重复使用。以酸(乙酸)调节 pH 等电点操作简单, 常用乙酸浓度为 3% (V:V), 且不影响实验的洗脱分离体系。单纯以超纯水直接提取, 样液混浊, 会带入较多干扰物质。所以本研究直接选择 3% (V:V) 乙酸水溶液提取。

2.2 净化条件的选择

试样经酶水解后, 水相中的杂质成分可能会对果糖、葡萄糖的分离测定存在干扰。在样品提取的预实验中, 分别采用不净化处理、C₁₈ 固相萃取柱净化、RP 固相萃取柱净化 3 种处理方法, 具体见图 2。分析结果表明, 3 种处理方法所得色谱峰形基本一致。所以本研究选择不净化处理。

2.3 淋洗液浓度的选择

经实验, PA1 分析柱使用淋洗液的浓度为 30 mmol/L 时, 果糖、葡萄糖在 14 min 内完成洗脱且完全分离, 淋洗液的浓度可选择 30 mmol/L, 目标峰出峰后可使用强淋洗液(乙酸钠-氢氧化钠混合溶液)冲洗色谱柱, 以排除样品中杂质对下一样品的干扰。所以本研究选择淋洗液浓度为 30 mmol/L。

2.4 还原条件选择

经实验, 发现前处理的酶解过程中产生较多的果糖、葡萄糖以及半乳糖, 直接影响到结果的定量, 可通过将这类单糖还原成相应的糖醇以去除干扰。本方法考察了还原剂硼氢化钠的还原效果。在还原时间为 30 min 时, 加入 5、10、15、20、25 mg/mL 的硼氢化钠溶液, 分别测定不同浓度下还原剂的还原率。结果表明, 随着还原剂浓度的增加, 还原率逐渐提高; 当还原剂的浓度达到 15 mg/mL 后, 还原率基本平衡。所以选择还原剂的浓度为 15 mg/mL。

在还原剂浓度为 15 mg/mL 时, 分别评价还原时间为 20、30、45、60 min 的还原效果。当还原时间在 30 min 时, 还原率基本达 100%, 还原效果比较理想, 所以本研究选择还原时间为 30 min。

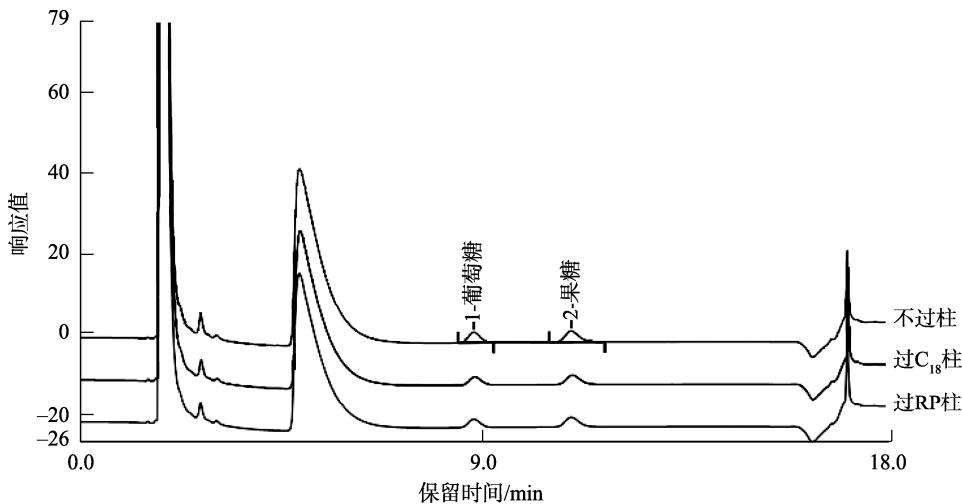


图 2 3 种处理的色谱图比较

Fig.2 Comparison of chromatograms of 3 kinds of treatments

为考察还原剂(硼氢化钠)能否还原果聚糖,干扰酶解结果,本研究选用蔗果四糖标准品进行验证。分别移取3份10.0 mg/mL的蔗果四糖标准液200 μL,加入还原剂硼氢化钠溶液500 μL,其他与样品的处理过程一致。测试结果为9.96 mg/mL,相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)(n=3)为0.96%。测试结果表明:还原剂对果聚糖的还原干扰较弱。

2.5 方法学验证

2.5.1 线性方程及相关系数

分别对系列浓度果糖、葡萄糖的混合标准工作溶液进行测定,以果糖、葡萄糖的色谱峰面积Y对其质量浓度X(mg/L)进行线性回归,得到2种糖的线性方程,结果见表1。方法的线性关系良好($r^2>0.999$)。以3倍信噪比(S/N)计

算仪器检出限(limits of detection, LODs),结果见表1。LODs在0.058~0.088 mg/L之间,表明仪器灵敏度高,可用于果糖、葡萄糖的定量分析。标准色谱图见图3。

2.5.2 方法检出限及定量限

本方法以酶解产物果糖的含量为参考,通过系列的换算,折算成果聚糖的含量。以果糖的信噪比(S/N)3倍、10倍计算仪器检出限和仪器定量限,结合前处理样品稀释倍数(以2000倍计)以及果聚糖的换算系数(以0.9计),计算得到果聚糖的方法检出限和方法定量限(limits of quantitation, LOQs)。经测试,LODs为195 mg/kg, LOQs为650 mg/kg,表明本方法灵敏,可用于婴幼儿配方奶粉中果聚糖的定量分析。

表 1 果糖、葡萄糖的线性范围、线性方程、相关系数、检出限

Table 1 Linear ranges, linear equations, correlation coefficients, LODs of fructose and glucose

名称	线性范围/(mg/L)	线性方程	r^2	LODs/(mg/L)
葡萄糖	0.25~25.00	$Y=0.87046X-0.22582$	0.9997	0.058
果糖	0.25~25.00	$Y=0.59645X-0.16356$	0.9998	0.088

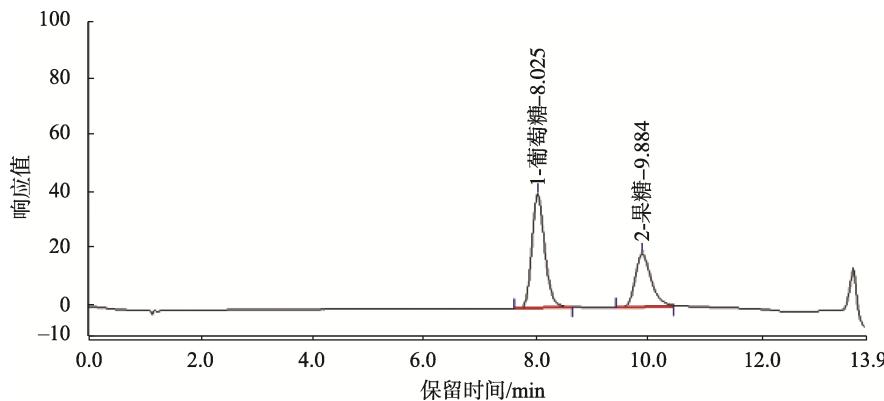


图 3 果糖、葡萄糖标准色谱图

Fig.3 Standard chromatogram of fructose and glucose

2.5.3 回收率

选用阴性婴幼儿配方奶粉添加一定比例的果聚糖混合物, 进行回收率测试, 平行测试2次, 结果见表2。结果表明, 回收率在96.7%~104.1%之间, 均满足GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》附录A的表A.1的95%~105%要求。

2.6 实际样品检测

应用建立的酶水解-阴离子色谱法联用测定婴幼儿配方奶粉中果聚糖的总含量及平均聚合度的方法, 选取3份市售样品进行测定, 结果见表3。结果表明连续3 d检测的相对标准偏差(relative standard deviation, RSDs) ($n=6$)为1.15%~3.87%, 表明方法具有良好的精密度。

表2 回收率测试结果
Table 2 Recoveries results

序号	果聚糖添加类型及质量比例	添加水平/(g/100 g)	平均回收率/%	相对标准偏差/%	果糖/(g/100 g)	葡萄糖/(g/100 g)	平均聚合度
1	低聚果糖+菊粉(1+1)	0.5	104.1	0.8	0.120	0.384	3.22
2	低聚果糖+菊粉(1+1)	1.0	101.0	3.6	0.236	0.763	3.21
3	低聚果糖+菊粉(1+1)	2.0	102.4	1.0	0.470	1.505	3.20
4	低聚果糖+菊粉(1+3)	4.0	98.9	0.8	0.697	3.443	4.96
5	低聚果糖+菊粉(3+1)	4.0	102.3	2.8	0.970	3.023	3.14
6	低聚果糖+菊粉(1+5)	3.0	100.9	2.2	1.045	5.358	5.16
7	低聚果糖+菊粉(5+1)	3.0	103.7	1.6	1.503	4.458	2.94
8	低聚果糖+多聚果糖(1+1)	1.0	98.2	3.0	0.081	0.997	12.60
9	低聚果糖+多聚果糖(1+3)	3.0	96.7	0.7	0.280	3.975	14.09
10	低聚果糖+菊粉+多聚果糖(1+1+1)	3.0	97.8	0.7	0.276	2.912	10.59

表3 精密度测试结果($n=6$)
Table 3 Precision test results ($n=6$)

样品	天数/d	总果聚糖含量/(g/100 g)	RSDs/%	特性值	平均聚合度
质控样品* QC-IP-715	1	1.382 1.348			
	2	1.374 1.352	1.81	指定值: 1.330 g/100 g (低聚果糖)	3.10
	3	1.358 1.312			
奶粉	1	3.481 3.382			
	2	3.462 3.394	1.15	明示值: 3.000 g/100 g (低聚果糖和菊粉)	4.12
	3	3.412 3.446			

表 3(续)

样品	天数/d	总果聚糖含量/(g/100 g)	RSDs/%	特性值	平均聚合度
幼儿配方奶粉	1	1.975			
		1.932			
	2	2.012	1.69	明示值: 1.827 g/100 g (低聚果糖 1.352 g/100 g, 多聚果糖 0.475 g/100 g)	8.56
婴儿配方奶粉	3	1.959			
		1.981			
	1	1.922			
婴儿配方奶粉	1	0.654			
		0.670			
	2	0.646	3.87	明示值: 0.590 g/100 g (多聚果糖)	20.58
	3	0.639			
		0.707			
	1	0.685			

注: *质控样品的评定标准差为 0.161 g/100 g。

3 结论与讨论

本研究利用酶水解-阴离子色谱法联用技术, 建立了测定婴幼儿配方奶粉中果聚糖总含量和平均聚合度的分析方法, 实验结果表明该方法精密度良好、灵敏度高, 可为混合添加果聚糖的婴幼儿配方奶粉中总果聚糖的检测、监管提供技术支撑。

参考文献

- [1] 刘妍. 膳食纤维的功能及其在食品中的有效运用研究[J]. 现代食品, 2021, (12): 56–57, 70.
LIU Y. Study on the function of dietary fiber and its effective application in food [J]. Mod Food, 2021, (12): 56–57, 70.
- [2] 王炜宏, 杨新球. 低聚果糖与低聚半乳糖在婴幼儿配方乳粉中的精准化应用[J]. 中国乳业, 2021, (7): 102–108.
WANG WH, YANG XQ. Precise application of fructo-oligosaccharides and galacto-oligosaccharides in infant formula [J]. Chin Dairy, 2021, (7): 102–108.
- [3] 王炳英, 丁玉珍, 刘钢, 等. 特医食品中植物源新食品原料测定方法研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 740–745.
WANG BY, DING YZ, LIU G, et al. Research progress on the measurement method of plant source new food raw materials in special medical food [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(2): 740–745.
- [4] 刘洋, 翟恒贤, 张龙飞, 等. 低聚糖对益生菌发酵乳功能特性的影响[J/OL]. 食品与发酵工业: 1-8. [2021-10-19]. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.028302>
LIU Y, QU HX, ZHANG LF, et al. The effect of oligosaccharides on the functional properties of probiotic fermented milk [J/OL]. Food Ferment Ind: 1-8. [2021-10-19]. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.028302>

028302

- [5] 陈兴都, 陈庆安, 翟丹云, 等. 菊粉果聚糖的保健功能及应用价值[J]. 中国酿造, 2018, 37(1): 21–24.
CHEN XD, CHEN QAN, ZHAI DY, et al. The health function and application value of Japanese pear glycans [J]. Chin Brew, 2018, 37(1): 21–24.
- [6] 杨成, 史润东东, 姜欣, 等. 常见功能性低聚糖的应用研究进展及安全性分析[J]. 食品与生物技术学报, 2020, 39(11): 1–11.
YANG C, SHI RDD, JIANG X, et al. Application research progress and safety analysis of common functional oligosaccharides [J]. J Food Sci Biotechnol, 2020, 39(11): 1–11.
- [7] JUAN W, JING Z, LU W, et al. Continuous production of fructooligosaccharides by recycling of the thermal-stable β -fructofuranosidase produced by *Aspergillus niger* [J]. Biotechnol Lett, 2021, 43(6): 1–8.
- [8] 李烜, 罗登林, 向进乐, 等. 菊粉的性质、功能及在食品中的应用进展[J]. 中国粮油学报, 2021, 36(4): 185–192.
LI X, LUO DL, XIANG JL, et al. The properties, functions and application progress of inulin in food [J]. J Cere Oils Ass, 2021, 36(4): 185–192.
- [9] 黄浦雁, 李妍, 聂磊. 用最严的标准引领食品安全-多聚果糖的生产过程的标准化控制与研究[J]. 粮食与油脂, 2017, 30(11): 89–91.
HUANG PY, LI Y, NIE L. Leading food safety with the strictest standards-standardized control and research on the production process of polyfructose [J]. J Cere Oils, 2017, 30(11): 89–91.
- [10] 赵孟良. 菊芋块茎果聚糖研究进展[J]. 分子植物育种, 2019, 17(2): 650–654.
ZHAO ML. Research progress on tuber fructan in jerusalem artichoke (*Helianthus tuberosus* L.) [J]. Mol Plant Breed, 2019, 17(2): 650–654.
- [11] HUGHES RL, ALVARADO DA, SWANSON KS, et al. The prebiotic potential of inulin-type fructans: A systematic review [J]. Adv Nutri, 2021, 9: 1–38.

- [12] ZAHARA AS, NIKITA W. Inulin a crucial component in food industry a review [J]. *J Trend Sci Res Dev*, 2021, 5(3): 742–745.
- [13] REDONDO-CUENCA A, HERRERA-VÁZQUEZ SE, CONDEZO-HOYOS L, et al. Inulin extraction from common inulin-containing plant sources [J]. *Ind Crop Prod*, 2021, 170: 1–9.
- [14] 丁洪流, 李灿, 金萍, 等. 高效液相色谱-蒸发光散射法测定食品中的单糖、双糖、低聚果糖和糖醇[J]. 色谱, 2013, 31(8): 804–808.
- DING HL, LI C, JIN P, et al. Determination of monosaccharides, disaccharides, fructooligosaccharides and sugar alcohols in food by high performance liquid chromatography-evaporative light scattering method [J]. *Chin J Chromatogr*, 2013, 31(8): 804–808.
- [15] 许丽珠, 李秀英, 黄金凤, 等. 超滤离心净化-高效液相色谱法同时测定配方乳粉中的单糖、双糖和低聚果糖[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(2): 633–638.
- XU LZ, LI XY, HUANG JF, et al. Simultaneous determination of monosaccharides, disaccharides and oligofructose in formula milk powder by ultrafiltration centrifugal purification-high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, 6(2): 633–638.
- [16] 叶梦薇. 离子色谱-脉冲安培检测器法测定饲料添加剂中的低聚果糖[J]. 广东化工, 2020, 47(23): 118–119.
- YE MW. Ion chromatography-pulsed amp detector method determination of oligodose in feed additives [J]. *Guangdong Chem*, 2020, 47(23): 118–119.
- [17] 刘玉峰, 徐佳佳, 崔亚娟, 等. 食品中果聚糖的测定方法研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(10): 2843–2848.
- LIU YF, XU JJ, CUI YJ, et al. Research progress in the determination method of food in food in food [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(10): 2843–2848.
- [18] 巫广华, 吴家玲, 雷艳, 等. 离子色谱法-脉冲安培检测器测定奶粉中果聚糖的含量[J]. 食品与发酵科技, 2019, 55(4): 112–115, 121.
- WU GH, WU JL, LEI Y, et al. Ion chromatography-pulsed amp detector determination of bruised polysaccharide in milk powder [J]. *Food Ferment Technol*, 2019, 55(4): 112–115, 121.
- [19] 张绩觅, 刘玉峰, 唐华澄, 等. 高效离子色谱法测定食品中低聚果糖的含量[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(1): 135–138.
- ZHANG JM, LIU YF, TANG HC, et al. Determination of oligger in food in food [J]. *Food Res Dev*, 2012, 33(1): 135–138.
- [20] 滕明攀, 卢苑, 黎美卿, 等. 离子色谱法测定婴儿配方奶粉中低聚果糖的含量[J]. 广东化工, 2020, 47(3): 188, 173.
- TENG MP, LU Y, LI MQ, et al. Determination of fructooligosaccharides in infant formula milk powder by ion chromatography [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2020, 47(3): 188, 173.
- [21] 胡贝贞, 董文洪, 夏碧琪, 等. 高效阴离子交换色谱-积分脉冲安培检测法同时测定黄酒中的单糖和低聚糖及其指纹图谱的构建[J]. 色谱, 2015, 33(6): 662–666.
- HU BZ, DONG WH, XIA BQ, et al. Simultaneous determination of monosaccharides and oligosaccharides in rice wine by high performance anion exchange chromatography-integrated pulse amperometric detection and fingerprinting construction [J]. *Chin J Chromatogr*, 2015, 33(6): 662–666.
- [22] 于泓, 牟世芬. 高效阴离子交换色谱-积分脉冲安培检测法分析糖类化合物影响因素的研究[J]. 分析科学学报, 2007, (6): 637–641.
- YU H, MU SF. Effect of high efficiency anion exchange chromatography integral pulse safety detection method analysis of the factors of glycosystem [J]. *J Anal Sci*, 2007, (6): 637–641.
- [23] 张志国, 生庆海, 王硕. HPLC 双柱法测定低聚半乳糖的平均聚合度[J]. 中国食品学报, 2013, 13(12): 237–242.
- ZHANG ZG, SHENG QH, WANG S. Average degree of polymerization of oligofaclose by HPLC double column method [J]. *J Chin Inst Food Sci Technol*, 2013, 13(12): 237–242.
- [24] 卢忠英, 陈仕华, 姚元勇, 等. 蛋白质分离纯化方法的研究进展[J]. 广州化工, 2015, 43(17): 12–13, 27.
- LU ZY, CHEN SX, YAO YY, et al. Research progress of protein separation and purification methods [J]. *Guangzhou Chem Ind*, 2015, 43(17): 12–13, 27.

(责任编辑: 张晓寒 于梦娇)

作者简介



黄伟乾, 中级工程师, 主要研究方向为食品及食品相关产品质量检测, 仪器分析。

E-mail: 494333067@qq.com