ICS 67.180.10
CCS X31

GH

中 华 人 民 共 和 国 供 销 合 作 行 业 标 准

GH/T XXXX—XXXX

蜂王浆中糠氨酸含量的检测方法 液相色谱-质谱法

Determination of furosine content in Royal Jelly—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（征求意见稿）

CBPA-征求意见稿

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华全国供销合作总社　　发 布

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中华全国供销合作总社提出。

本文件由全国蜂产品标准化委员会（SAC/TC601）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

CBPA-征求意见稿

蜂王浆中糠氨酸含量的检测方法 液相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了蜂王浆中糠氨酸含量测定的液相色谱-串联质谱法。

本文件适用于蜂王浆中糠氨酸含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用 10.6 mol/L 盐酸溶液 110℃水解 24 h，经 C_{18} 固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲酸（CH_2O_2）：色谱纯。

5.1.2 甲醇（CH_3OH）：色谱纯。

5.1.3 盐酸（HCl）：分析纯。

5.1.4 甲酸铵（$COOHNH_4$）：质谱纯。

5.2 溶液配制

5.2.1 10.6 mol/L 盐酸溶液： 880 mL 浓盐酸（5.1.3）于 1000 mL 玻璃瓶中，用水稀释至 1 L，混匀。

5.2.2 3 mol/L 盐酸溶液：取 250 mL 浓盐酸（5.1.3）于 1000 mL 玻璃瓶中，用水稀释至 100 mL，混匀。

5.2.3 3 mol/L 盐酸:水（1:1）溶液：取 250 mL 3 mol/L 盐酸溶液（5.2.2）于 500 mL 玻璃瓶中，再加入 250 mL 水，混匀。

5.3 标准品

5.3.1 糠氨酸（Furosine，$C_{12}H_{18}N_2O_4$，CAS 号：157974-36-2，纯度≥99%）。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 糠氨酸标准储备液（1 mg/mL）：准确称取糠氨酸（5.3.1）标准品 10 mg（精确至 0.01 mg），置于 10 mL 容量瓶中，加入盐酸溶解、稀释并定容，混匀，配制成浓度均为 1 mg/mL 的糠氨酸标准储备液，2~8 ℃条件下保存。

CBA-征求意见稿

5.4.2 糠氨酸标准中间溶液：准确移取糠氨酸标准储备液（5.4.1）100 μL，于 10 mL 容量瓶中，用 3 mol/L 盐酸溶液（5.2.2）稀释并定容，混匀后配制成浓度为 10 μg/mL 的糠氨酸标准中间溶液，2~8 ℃条件下保存。

5.4.5 糠氨酸标准工作溶液：分别移取糠氨酸标准中间溶液（5.4.2）5 μL、10 μL、20 μL、50 μL、100 μL、200 μL、300 μL 至 10 mL 容量瓶中，用 3 mol/L 盐酸:水（1:1, v:v）（5.2.3）稀释至刻度，分别配制成浓度为 0.05 μg/mL、0.1μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1μg/mL、2μg/mL、3μg/mL 的糠氨酸标准工作溶液，用于绘制标准工作曲线。标准工作溶液现用现配。

5.5 材料

5.5.1 C_{18} 固相萃取柱：500 mg/3 mL，或相当者。

5.5.2 微孔滤膜：有机系，规格0.22 μm。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源。

6.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.00001 g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 烘箱。

6.5 固相萃取装置。

6.6 氮吹仪。

6.7 容量瓶：10 mL。

7 试样制备与保存

7.1 试样的制备

取代表性样品约 200 g，用力搅拌均匀，装入洁净容器内，密封，并做上标记。

7.2 试样的保存

试样于－18℃下保存。

8 测定步骤

8.1 提取

准确称取 0.5 g（精确至 0.01 g）蜂王浆样品于 20 mL 棕色螺纹玻璃瓶中，加入 6 mL 10.6 mol/L 盐酸溶液（5.2.1），涡旋混匀。混匀后于 110℃烘箱中水解 24 h，加热 1 h 后，轻轻摇动玻璃瓶。水解后，将玻璃管从烘箱中取出，冷却至室温后用滤纸过滤，待净化。

8.2 净化

C_{18} 固相萃取柱（5.5.1）用 5 mL 甲醇（5.1.2）和 10 mL 水依次活化。取 3 mL 滤液于 C_{18} 固相萃取柱，5 mL 3 mol/L 盐酸溶液（5.2.2）洗脱，收集洗脱液，用超纯水 1:1 稀释，过 0.22 μm 滤膜（5.5.2），液相色谱-串联质谱仪测定。

8.3 测定

8.3.1 液相色谱参考条件

a) 色谱柱：BEH C18 柱(1.7 μm， 50 mm × 2.1 mm)，或相当者；

b) 流动相：A：水（含 2mM 甲酸铵和 0.01%甲酸）；B：甲醇（含 2mM 甲酸铵和 0.01%甲酸）（梯度洗脱，见表 1）；

GBPA-征求意见稿

c) 流速：0.3 mL/min；
d) 柱温：40 ℃；
e) 进样量：2 μL。

表 1 梯度洗脱条件

时间（min）	流速（mL/min）	A(%)	B(%)
0.0	0.3	3	0.0
0.8	0.3	3	0.8
1.0	0.3	100	1.0
2.0	0.3	100	2.0
3.0	0.3	3	3.0
4.0	0.3	3	4.0

8.3.2 质谱参考条件

a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
b) 扫描方式：正离子扫描；
c) 检测方式：多反应监测（MRM），糠氨酸 MRM 参数见表 2；
d) 离子源温度：150 ℃；
e) 脱溶剂温度：550 ℃；
f) 脱溶剂气体流速：800 L/h；
g) 毛细管电压：1 kV。

表 2 糠氨酸多反应监测（MRM）参数

化合物名称	定性离子对（*m/z*）	定量离子对（*m/z*）	锥孔电压（V）	碰撞能量（eV）
糠氨酸	255.1/84.4	255.1/130.0	30	28
	255.1/130.0			18

8.4 液相色谱-串联质谱测定

8.4.1 定性确证

每种被测组分选择一个母离子，2 个以上子离子，在相同实验条件下，试样溶液中糠氨酸的保留时间与标准溶液中相应组分的保留时间一致，相对偏差在±2.5%之内，所有离子对都出现，且相对离子丰度与浓度相当的标准溶液相对离子丰度一致，其允许偏差应符合表 3 的要求。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	> 50%	> 20%~50%	> 10%~20%	≦10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

8.4.2 定量测定

按照 8.3.1 和 8.3.2 设定仪器条件，以目标物的质量浓度为横坐标，以目标物峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，计算试样中目标物的含量。标准溶液及试样溶液中的目标物响应值均应在仪器检测的线性范围内。

CRPA征求意见稿

8.5 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行试验测定。

8.6 空白试验

取空白试料，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

9 结果计算

结果按式（1）计算：

$$X = c \times \frac{V}{m} \times \frac{1000}{1000} \quad \cdots\cdots（1）$$

式中：

X—试样中被测组分含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c—从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V—样品溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m—所称试样的质量，单位为克（g）。

注：计算结果应扣除空白值，结果保留 2 位有效数字或小数点后 1 位。

10 定量限

本文件中糠氨酸的定量限为0.05 μg/kg。

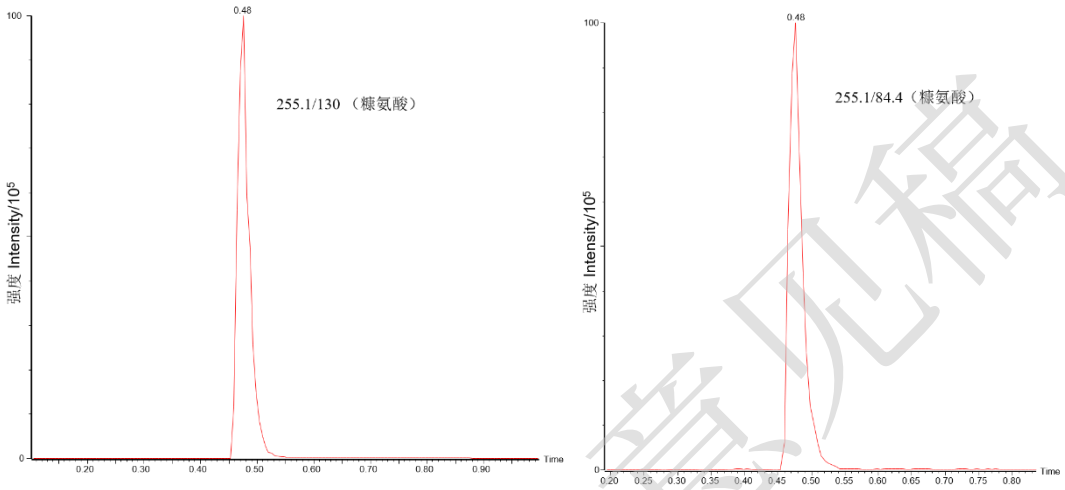
11 精密度

两次平行测定的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

CBPA-征求意见稿

附 录 A
（资料性）
糠氨酸的多反应监测（MRM）色谱图

糠氨酸的多反应监测（MRM）色谱图见图A.1



图A.1 糠氨酸(50 μg/L)的多反应监测（MRM）色谱图

CBPA-征求意见稿

《蜂王浆中糠氨酸含量的测定 液相色谱-质谱质谱法》编制说明

（征求意见稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

本标准是根据中华全国供销合作总社办公厅文件：供销厅科社[2022]45 号文件《中华全国供销合作总社办公厅关于下达 2022 年度供销合作社归口标准体系与行业品牌建设项目计划的通知》下达的任务，由中国检验检疫科学研究院作为主持单位，秦皇岛海关技术中心、中国蜂产品协会等单位作为协作单位，开展该项标准研制工作，标准归口管理单位为全国蜂产品标准化委员会（原全国蜂产品标准化工作组），标准名称为《蜂王浆中糠氨酸含量的测定 液相色谱-质谱质谱法》，其计划编号为 2022GH-ZD-27。

1.2 制定背景

蜂王浆（royal jelly），是蜜蜂巢中培育幼虫的青年工蜂咽下腺和上腭腺的分泌物，也是蜂王幼虫前期的唯一食物，具有抑菌、抗氧化、抗衰老、降血糖、降血脂等作用，被广泛应用于医药、食品、化妆品等领域。此外，蜂王浆还富含糖类、氨基酸、蛋白质及维生素等活性成分，由于部分活性成分对于温度比较敏感，所以蜂王浆对运输和储存的条件要求比较高，而采集、运输、存储不当会影响蜂王浆的营养价值。目前对蜂王浆的质量评价指标并不能全面对其新鲜度进行判定，因此，需要建立蜂王浆新鲜度评判指标的检测方法。

糠氨酸（又称呋喃甲基赖氨酸）是食品中的氨基化合物与羟基化合物在食品加工和贮存过程中发生美拉德反应而产生的。糠氨酸是美拉德反应初级阶段产物 Amadori 化合物在酸性条件下形成的物质，该物质是美拉德反应前期评价营养损失程度的一个重要指标，被广泛用于评价乳制品、婴儿米粉、蜂蜜等在热处理和贮存过程中营养的损失程度。蜂王浆中含有丰富的蛋白质、糖类、氨基酸等，在一定条件下也会发生美拉德反应。研究表明，室温保存时蜂王浆中糠氨酸含量随着时间显著增加，而低温保存则含量增加水平较低。国内外相关研究一致认为，糠氨酸可以作为评价蜂王浆新鲜度的标志物。

目前，糠氨酸的测定方法有离子交换色谱法、高效液相色谱法、表面荧光方法等，其中应用较多的是高效液相色谱法检测乳及乳制品中的糠氨酸，例如国际标准 ISO 18329《Milk and milk products-Determination of furosinecontent-Ion-pair reverse-phase high-performance

CBPA-征求意见稿

liquid chromatography method》和农业行业标准 NY/T 939-2016《巴氏杀菌乳和 UHT 灭菌乳中复原乳的鉴定》均使用高效液相色谱法检测乳及乳制品中的糠氨酸。针对蜂王浆中糠氨酸检测的研究相对较少，MARCONI 等人应用高效液相色谱法测定蜂王浆中糠氨酸，并对其在不同储藏温度下的含量变化情况进行了研究；周骁等采用反相离子对色谱法测定蜂王浆中糠氨酸的含量；ISO 12824《Royal jelly-Specifications》中应用高效液相色谱法去检测蜂王浆中糠氨酸含量。尽管高效液相色谱法简单、快速，但是该方法仅能依靠标准物质的出峰时间进行定性，且由于样品水解后的溶液中会含有糖、有机酸等杂质，随着进样次数的增加，色谱柱柱效下降明显，不能满足分离度要求，严重干扰糠氨酸的准确定量。

本团队应用超高效液相色谱-串联质谱法选定特征离子测定蜂王浆中糠氨酸，能有效消除干扰，从而提高定量的准确性和可靠性，为蜂王浆中新鲜度的准确评价提供了技术参考。

1.3 主要起草过程

2022 年该标准获得立项之后，全国蜂产品标准化技术委员会（原全国蜂产品标准化工作组）启动了起草组征集工作，牵头单位中国检验检疫科学研究院与中国蜂产品协会等成立标准化工作小组，确定了与协作单位的任务分工，制定了标准的技术路线和完成进度计划，通过对检测方法的不断摸索和优化，进行了方法的灵敏度、回收率和精密度等方面的验证，并结合大量实际样品测定结果，逐步形成稳定可靠的检测方法，保证检测结果的可靠性，满足蜂王浆中糠氨酸含量的检测需求。

标准制定具体过程（含计划）如下：

2022.09-2023.3：液相色谱-质谱/质谱法的进一步优化和完善，确定最优色谱、质谱条件和检测参数。

2023.04-2023.06：样品前处理条件选择和优化，包括提取条件、净化条件等，起草完善标准草案。

2023.07-2023.09：方法室内验证，包括方法线性、定量限、实际样品添加回收率和精密度等；方法应用；形成标准征求意见稿。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 编制原则

本标准的编制按照 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 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求进行编写制订。

2.2、主要内容说明及其确定依据

CBPA征求意见稿

2.2.1 方法的技术参数选择与优化

1) 质谱条件的优化

糠氨酸分子量为 254.1。用 0.1 mg/L 糠氨酸标准溶液直接注射到质谱中，在正离子扫描模式下进行母离子全扫描，发现糠氨酸在 M+H 时响应最高，因此，选择 m/z 255.1 为母离子，并对其进行子离子全扫描。通过优化毛细管电压、脱溶剂气温度、去溶剂流速、锥孔电压、碰撞能等参数，得到 2 组丰度高、干扰小的子离子，具体参数如表 1 所示。

表 1 糠氨酸的质谱参数

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	锥孔电压/V	碰撞能/eV
Furosine（糠氨酸）	255.1	130*	30	18
		84.4		28

2) 色谱条件的优化

优化糠氨酸色谱条件需要同时考虑色谱系统的分离效果和盐酸浓度对色谱柱的影响。户江涛等研究发现当流动相偏酸时糠氨酸在酸性体系流动相中峰形更加对称分离效果更好。为了实现最佳的分离效率和灵敏度，同时兼顾对色谱系统的保护，对比了使用甲酸铵作为缓冲盐，甲酸调节溶液 pH 值分别与甲醇、乙腈的流动相体系组合。结果表明，使用甲醇作为流动相时，糠氨酸的色谱分离效果更好、响应强度也更高。因此，采用 2 mM 甲酸铵水溶液（含 0.01%甲酸）和 2 mM 甲酸铵甲醇溶液（含 0.01%甲酸）流动相体系。

3) 水解液浓度的选择

盐酸浓度对样品中糠氨酸含量有很大影响。研究表明，盐酸浓度≥ 6 mol/L 时,才能彻底阻止美拉德反应，使糠氨酸充分游离出来，因此，本研究对比了不同浓度盐酸对糠氨酸的影响，选择 6 mol/L、8 mol/L、10.6 mol/L、12 mol/L 盐酸为水解液进行优化。结果发现，随着盐酸浓度增加糠氨酸响应逐渐增强，当盐酸浓度为 10.6 mol/L 时响应最高，而高浓度的盐酸则使糠氨酸响应降低，结果见图 1。陈美霞提出，当使用 10.6 mol/L 盐酸水解时，蜂王浆已经不再发生新的美拉德反应，同时糠氨酸已经在盐酸作用下完全游离出来。因此，本研究选取 10.6 mol/L 盐酸做水解液。

CBPA征求意见稿

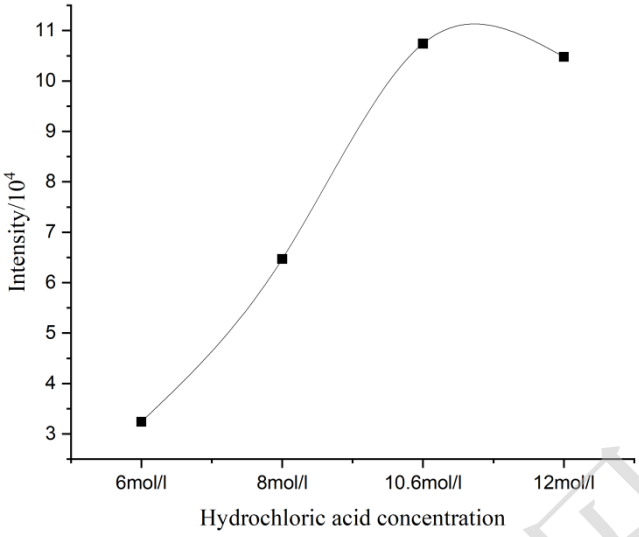


图 1 不同盐酸浓度对糠氨酸的影响

4) 水解条件的选择

为了提高蜂王浆中糠氨酸的提取效率，本研究考查了水解温度和时间对糠氨酸含量的影响。由于盐酸的沸点较低，在密封条件下温度过大可能会引起炸裂，因此本研究对比了 80℃、90℃、100℃、110℃、120℃水解温度下对糠氨酸的影响。结果表明，在 110℃条件下，糠氨酸的回收率和响应均达到最高，如图 2 所示。此外，本研究对比了不同水解时间对糠氨酸的影响，选取了 12 h、16 h、20 h、24 h 下的水解时间进行优化。结果显示，随着水解时间的延长，糠氨酸含量逐渐提高，水解时间为 24 h 时糠氨酸含量达到最高并逐渐趋于平缓，这表明水解时间在 24 h 时，糠氨酸得到完全反应，结果如图 3 所示。因此，本研究选择水解条件为 110℃ 条件下水解 24 h。

CBPA-征求意见稿

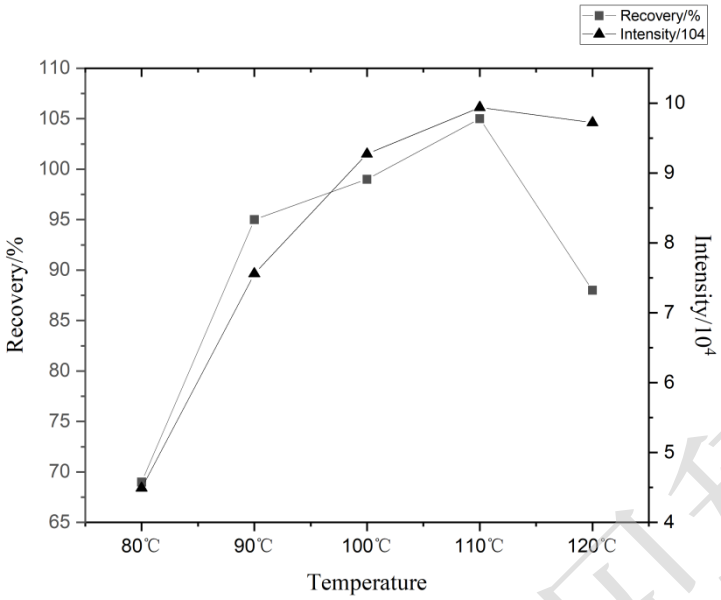


图 2 不同水解温度对糠氨酸的影响

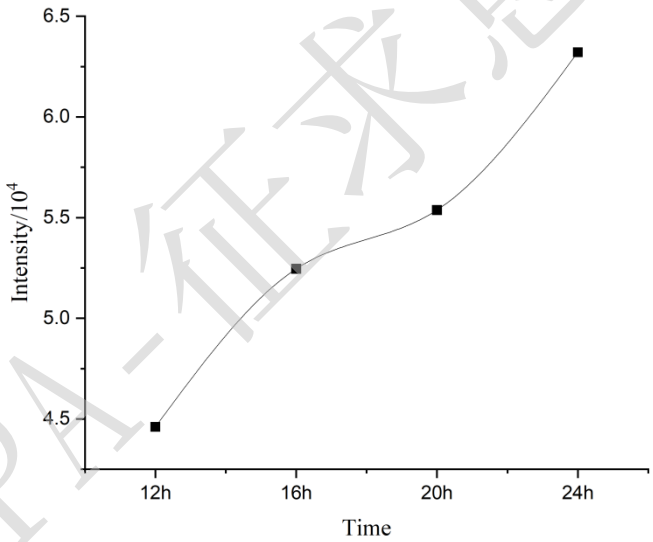


图 3 不同水解时间对糠氨酸的影响

5) 净化条件的选择

由于蜂王浆基质复杂，含有较多糖类、脂类等干扰物质，为了降低干扰物对糠氨酸的影响，同时提高糠氨酸响应，为使干扰物去除彻底，本研究对比了不同规格 C18 固相萃取柱，分别为200 mg和500 mg和未净化直接上机检测三种方式。结果如图4所示，使用500 mg C18固相萃取柱，其回收率相对较高。谱图来看，未净化直接上机检测时色谱图的峰会有拖峰的现象。因此，本研究最终选择使用 500 mg C18 固相萃取柱对水解液进行净化。

CBPA-征求意见稿

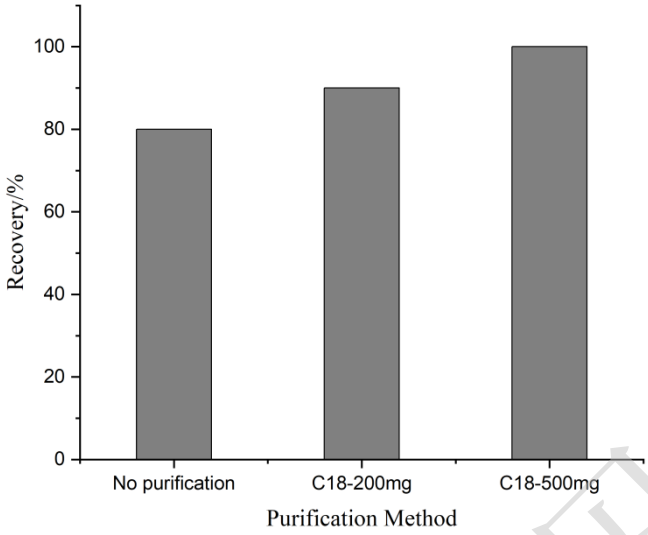


图 4 不同净化方式对糠氨酸的影响

为降低干扰物影响，提高糠氨酸灵敏度，对比了不同净化体积和洗脱体积对糠氨酸的影响。针对净化体积，主要选择 0.5 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL。结果表明，随着净化体积的增大，糠氨酸响应逐渐提高，当净化体积为 5 mL 时，响应下降，见图 5。对于洗脱体积，为使糠氨酸回收率高，同时降低干扰物对糠氨酸影响，对比了 3 mL 和 5 mL 洗脱体积。根据实验对比，洗脱体积 5 ml 时糠氨酸能充分反应，回收率最高，结果如图 6 所示。因此本实验选取 5 ml 的洗脱体积。

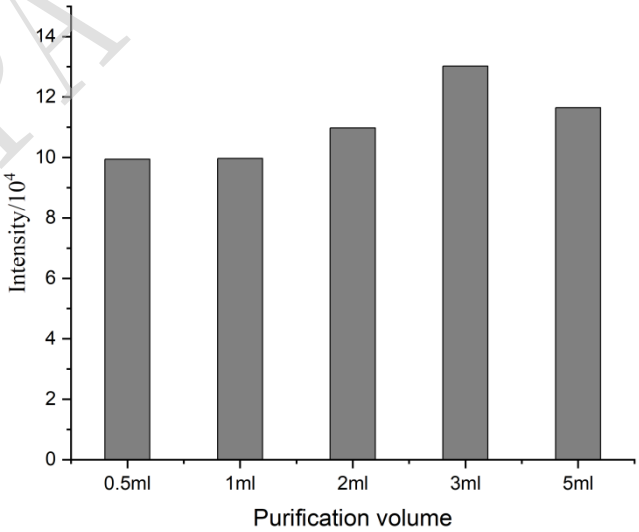


图 5 不同净化体积对糠氨酸的影响

CBPA-征求意见稿

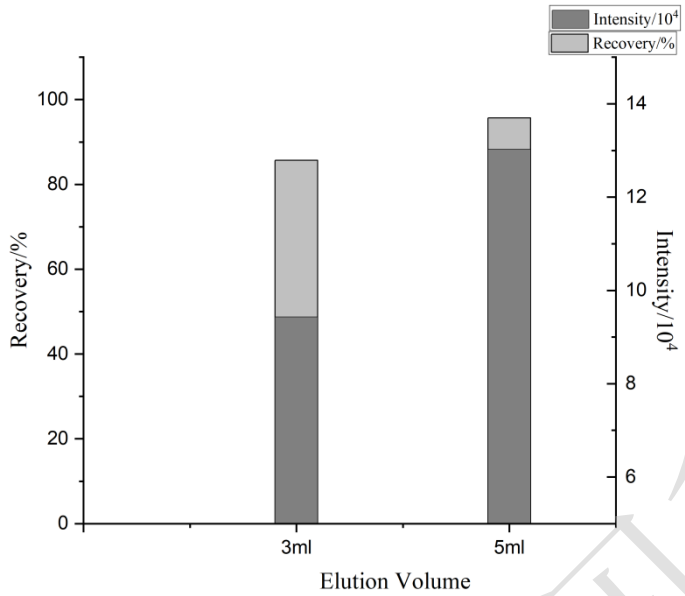


图 6 不同洗脱体积对糠氨酸的影响

净化后的上机液中盐酸浓度为 3 mol/L，洗脱液直接上机会导致仪器因为酸度过大消耗色谱柱寿命等问题。本研究对比了氮吹、真空干燥和稀释这三个不同方式，发现真空干燥需要花费近 6 个小时，氮吹则需要 3 个小时左右。结合实验结果，真空干燥和氮吹不仅耗费时间长，同时，色谱图有杂峰干扰。因此，选择净化后纯净水 1:1 稀释直接上机检测。

2.2.2 液相色谱-质谱条件

液相色谱参考条件：

a) 色谱柱：WatersBEH C18 (1. 7 μm， 50 mm × 2. 1 mm)；

b) 柱温：40℃；

c) 流动相：A 相为水（含 2mM 甲酸铵和 0.01%甲酸），B 相为甲醇（含 2mM 甲酸铵和 0.01%甲酸）；

d) 进样量：2 μL；

e) 流速：0.3 mL/min；

CBPA-征求意见稿

表 2 梯度洗脱条件

时间（min）	流速（mL/min）	A(%)	B(%)
0.0	0.3	97	3
0.8	0.3	97	3
1.0	0.3	0	100
2.0	0.3	0	100
3.0	0.3	97	3
4.0	0.3	97	3

质谱参考条件：

a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；

b) 扫描方式：正离子扫描；

c) 检测方式：多反应监测（MRM），糠氨酸的 MRM 参数见表 1；

d) 离子源温度：150 ℃；

e) 脱溶剂温度：550 ℃；

f) 去溶剂流速：800 L/Hr；

g) 毛细管电压：1 kV。

2.2.3 定性检测

在上述液相及质谱条件下，糠氨酸的保留时间为 0.48 min。

每种被测组分选择一个母离子，2 个子离子，在相同实验条件下，试样溶液中糠氨酸的保留时间与标准溶液中相应组分的保留时间一致，相对偏差在±2.5%之内，所有离子对都出现，且相对离子丰度与浓度相当的标准溶液相对离子丰度一致，其允许偏差应符合表 3 的要求。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	> 50%	> 20%~50%	> 10%~20%	≦10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

2.2.4 定量检测

针对复杂样品基质的检测，HPLC-MS/MS 常存在基质效应，采用外标法定量可降低或消除基质效应，提高方法的准确性和精密度。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

CBPA征求意见稿

3.1 方法室内验证及分析

对本标准方法的线性、灵敏度、添加回收率和精密度进行了考察，以保证方法准确可靠，具体验证结果如下：

3.1.1 方法线性和检测限

以不低于 3 倍信噪比对应浓度为方法检出限，以不低于 10 倍信噪比对应浓度为方法定量限（测定低限），确定方法检出限为 17 μg/kg，定量限为 50 μg/kg。

用 3 mol/L 盐酸溶液：水（1：1，v:v）配置 0.05，0.1，0.2，0.5，1，2，3 mg/L 的糠氨酸标准工作液，以目标物峰面积为纵坐标（y），以目标物质量浓度为横坐标（x）绘制标准曲线。结果显示，糠氨酸标准溶液在 0.00125~0.075 mg/L 浓度范围内线性关系良好，相关系数（r^2）为 0.9983。

糠氨酸标准溶液的多离子反应监测（MRM）色谱图见图 3，曲线方程和标准曲线见图 4。

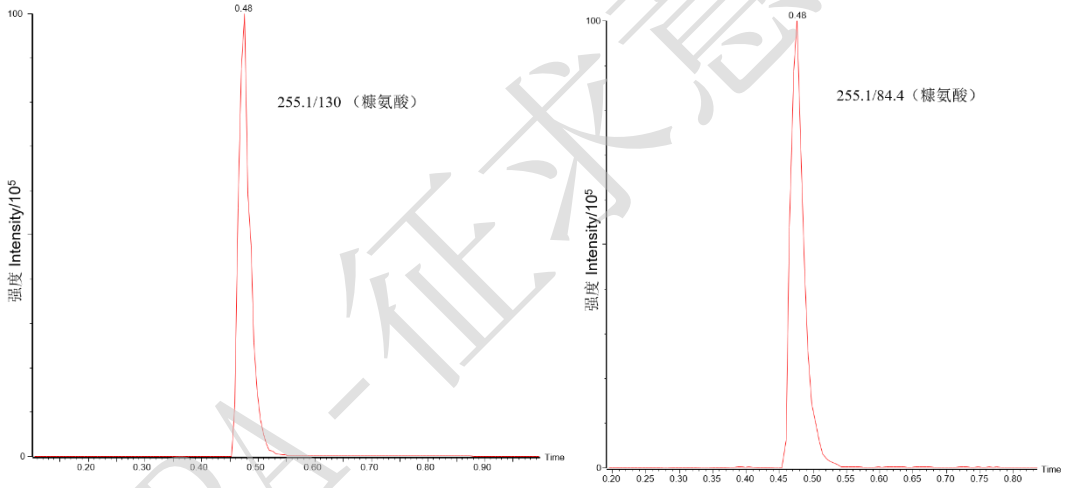


图 3 糠氨酸的多反应监测（MRM）色谱图

CBPA-征求意见稿

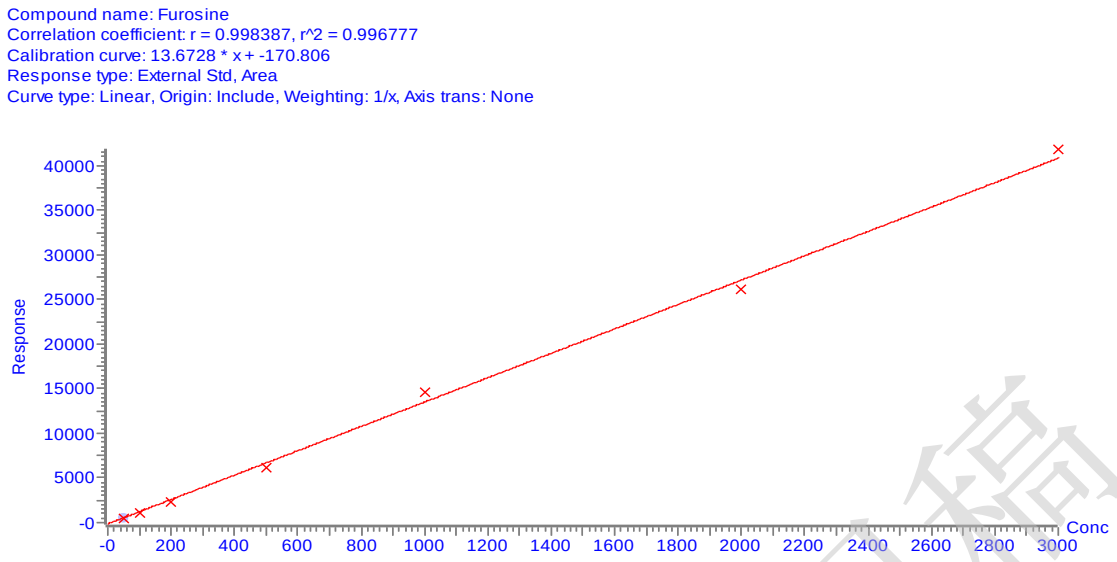


图 4 糠氨酸的线性及标准曲线

3.1.2 方法的回收率和精密度

采用添加回收实验对方法的准确度进行考察，由于实际样品中均含有糠氨酸，因此在进行低、中、高水平的加标回收实验扣除了样品中的本底，根据其本底含量，进行适量浓度的添加实验。

对空白样品，按照 1 倍 LOQ，2 倍 LOQ 和 10 倍 LOQ 三个添加水平进行加标实验，每个浓度水平平行测定 6 次。由表 4 可知，糠氨酸在三个浓度添加水平的平均回收率为 105.8%~119.4%，相对标准偏差（RSD）为 0.4%~4.9%。本方法重复性好、回收率高，满足了对于蜂王浆中糠氨酸含量的日常检测要求。

表 4 糠氨酸回收率和相对标准偏差（n=6）

化合物名称	添加水平 (μg/kg)	回收率范围（%）	平均回收率(%)	相对标准偏差(%)
Furosine	50	118 ~ 120.7	119.4	0.4
	100	102.7 ~ 112.2	108.9	4.9
	500	100.1 ~ 111.9	105.8	4

CBPA征求意见稿

3.2 方法室间验证及分析

进行中……

3.3 方法应用

本标准在传统的检测方法上增加了净化和稀释过程，并结合超高效液相色谱-串联质谱法建立了蜂王浆中糠氨酸的测定方法。该方法净化效果好，检出限低，灵敏度、回收率高、准确性好。能显著降低蜂王浆中杂质的干扰，同时选用分离效果更为高效的色谱柱，进一步减少了干扰物对目标化合物的干扰，确保定性结果可靠、定量结果准确。

3.4 预期的经济效益、社会效益和生态效益

本标准的实施，将为蜂王浆尤其是油菜蜜的鉴别和质量评价提供新的技术手段，有利于促进蜂业高质量发展。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

国外尚无相关标准。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

无。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准属于蜂王浆标准体系中“检测方法”大类。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、涉及专利的有关说明

无。

九、实施标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

建议本标准批准发布 3 个月后实施。

CBPA征求意见稿

十、其他应当说明的事项

无。

CBPA-征求意见稿

主要参考文献：

[1]WU LM, ZHOU JH, XUE XF, et al. Fast determination of 26 amino acids and their content changes in royal jelly during storage using ultraperformance liquid chromatography [J].Food Compos Anal, 2009, 22: 242–249.

[2]陈亚玲，张晶等. 蜂王浆的研究进展[J].食品研究与开发，2015，36（2）：148-152.

[3]郑火青，胡福良等. 蜂王浆新鲜度指标的研究进展[J].中国养蜂，2005，56（11）：30-31.

[4]陈冲冲;郑楠;文芳;李明;张焕;任辉;李松励;王加启.牛奶中糠氨酸检测方法的研究进展[J].中国乳品工业,2017,45(04):25-29.

[5]TROISE AD, FIORE A, WILTAFSKY M, et al. Quantification of Nε-(2-Furoylmethyl)-L-lysine(furosine),Nε-(Carboxymethyl)-L-lysine(CML),Nε-(Carboxyethyl)-L-lysine (CEL) and total lysine through stable isotope dilution assay and tandem mass spectrometry [J]. Food Chem, 2015, 188: 357–364.

[6]赵树静,刘宗尚,李红娟.乳制品中美拉德反应机制及控制方法研究进展[J].中国乳品工业,2021,49(03):37-41.DOI:10.19827/j.issn1001-2230.2021.03.007.

[7]陈冲冲,文芳,陈美霞等.影响牛奶中糠氨酸质量分数变化的因素[J].中国乳品工业,2017,45(03):26-32.

[8]余兰平.糠氨酸含量与蜂王浆新鲜度关系的探讨[J].蜜蜂杂志,2007(03):3-4.

[9]王峰恩,张养东,郑楠等.奶及奶制品中糠氨酸检测方法的研究进展[J].食品安全质量检测学报,2021,12(06):2304-2312.DOI:10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.2021.06.038.

[10]ISO 18329-2004 Milk andmilk products-Determination of furosinecontent-Ion-pair reverse-phase high-performance liquid chromatography method[S].

[11]NY/T 939-2016 巴氏杀菌乳和 UHT 灭菌乳中复原乳的鉴定[S].

[12]Marconi E , Caboni M F ,Messia M C , et al. Furosine: a suitable marker for assessing the freshness of royal jelly.[J]. J Agric Food Chem, 2002, 50(10):2825-2829.

[13]周骁,薛晓锋,吴黎明等.反相离子对色谱法测定蜂王浆中糠氨酸的含量[J].食品科学,2008(05):370-372.

[14]ISO 1282-2016 Royal jelly-Specifications[S].

[15]户江涛,等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中糠氨酸[J]. 分析试验室，2020, 39(3):346-349.

[16]MORENO FJ, MOLINA E, OLANO A, et al. High-pressure effects on maillard reaction

CBPA征求意见稿

between glucose and lysine [J]. J Agric Food Chem, 2003, 51(2): 394–400.

[17]陈美霞,陈冲冲,文芳等.糠氨酸标准溶液的储存稳定性以及盐酸浓度对牛奶中糠氨酸检测结果的影响[J].动物营养学报,2021,33(01):341-349.

[18]周鑫,李爱军,张宁等.液相色谱串联质谱法测定 UHT 液态奶中的糠氨酸[J].食品科技,2020,45(05):309-313.DOI:10.13684/j.cnki.spkj.2020.05.055.

[19]陈冲冲. 基于 UPLC 的糠氨酸快速检测方法的建立及应用[D].吉林大学,2018.

CBPA-征求意见稿