

ICS
CCS

团 体 标 准

T/GBIA002-2022

燕窝月饼

Bird's nest mooncake

2022 年 7 月 28 日发布

2022 年 7 月 28 日实施

广东省燕窝产业协会 发布

前言

本标准本文件按照 GB/T1.1—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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省燕窝产业协会提出。

本文件由广东省燕窝产业协会归口组织实施。

本文件起草单位：广东省燕窝产业协会、广州海关技术中心、厦门海关技术中心、厦门大学、厦门市燕之屋丝浓食品有限公司、深圳市艾玛琳商贸有限公司、上海燕太太实业发展（集团）有限公司、广州傲尔生物科技有限公司、四川燕遇东方生物科技有限公司、深圳市南洋雅诗美食品科技有限公司。

本文件主要起草人：陈文锐、张雅琴、奚星林、徐敦明、李红卫、黄健、范群艳、陈小英、李利、林洁珊、蒲燕萍、董玉锋。

本文件由本团体成员约定采用或者按照本团体的规定供社会自愿采用。

燕窝月饼

1 范围

本文件规定了燕窝月饼的定义和术语、技术要求、生产加工过程要求、检验方法、检验规则、标签标识、包装、贮存、运输等要求。

本文件适用于燕窝月饼的生产、检验和销售。

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 2760 食品安全国家标准食品添加剂使用标准
GB 7099 食品安全国家标准糕点、面包
GB 7718 食品安全国家标准预包装食品标签通则
GB 8957 食品安全国家标准糕点、面包卫生规范
GB 14880 食品安全国家标准食品营养强化剂使用标准
GB/T 19855 月饼
GB 23350 限制商品过度包装要求食品和化妆品
GB 28050 食品安全国家标准预包装食品营养标签通则
GB 5749 生活饮用水卫生标准
GH/T 1092 燕窝质量等级
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 定义和术语

3.1 燕窝月饼 Bird's nest mooncake

使用小麦粉等谷物粉或植物粉、油、糖（或不加糖）为主要原料制成饼皮，包裹含一定量熟制燕窝的馅料，经加工而成，在中秋节食用为主的传统节日食品。

3.2 流心型燕窝月饼 Bird's nest mooncake with flow shape stuffing

熟制燕窝与蛋黄或其他馅料混合制成具有流动或半流动形态馅料的燕窝月饼，其中干燕窝含量及结合态唾液酸含量应符合表1的要求。

3.3 非流心型燕窝月饼 Bird's nest mooncake with non-flow shape stuffing

熟制燕窝与其他馅料混合或直接作为最里层馅料的燕窝月饼，其中干燕窝含量及结合态唾液酸含量应符合表1的要求。

3.4 干燕窝

指水分含量 $\leq 18\%$ 的食用燕窝原料。

4 技术要求

4.1 原料要求

4.1.1 燕窝

应符合 GH/T 1092 的规定或相应国家标准。

4.1.2 月饼原辅料

应符合 GB/T 19855 的规定。

4.1.3 生产用水

应符合 GB 5749 的规定。

4.2 感官要求

除应符合 GB/T 19855 中其他类月饼的感官要求外，组织形态还须符合以下要求：月饼按四分法切开或均匀掰开，观察馅料形态，应可见条状或碎状、果冻状燕窝。

4.3 理化指标

燕窝含量和唾液酸含量应符合表 1 的规定，其他指标应符合 GB/T 19855 中其他类月饼的规定。

表 1 理化指标

项 目		指标	
		流心型	非流心型
结合态唾液酸，g/100g	≥	0.025，且不少于以声称干燕窝投料比折算的每 100g 产品中结合态唾液酸的理论含量 ^a	0.050，且不少于以声称干燕窝投料比折算的每 100g 产品中结合态唾液酸的理论含量 ^a
干燕窝投料比 ^b ，g/100g	≥	0.4	0.8

^a 声称干燕窝投料比折算为每 100g 产品中结合态唾液酸的理论含量计算见 6.3。

^b 结合态唾液酸含量换算为干燕窝投料比的计算见 6.4。

4.4 卫生指标

应符合 GB 7099 的规定。

4.5 食品添加剂

4.5.1 食品添加剂质量

应符合相关国家标准的规定。

4.5.2 食品添加剂的使用

应符合 GB 2760 的规定。

4.6 净含量

应符合国家质量监督检验检疫总局第 75 号令（2005）《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

5 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 8957 的规定。

6 试验方法

6.1 感官检验

取样品一份，去除包装，置于洁净的白色盘（瓷盘或同类容器）中，目测外观和色泽，闻其气味，然后取 2 块用刀按四分法切开或掰开，观察内部组织，品其滋味。

6.2 结合态唾液酸的测定

按照附录 A 的方法执行。

6.3 声称干燕窝投料比折算为每 100g 产品中结合态唾液酸的理论含量

按附录 A 规定的方法检验得到样品中结合态唾液酸的实际含量以后，干燕窝以含水分 18% 计，燕窝（以干基计）中唾液酸含量以 8% 计，将声称干燕窝投料比折算成产品中结合态唾液酸的理论含量，把结合态唾液酸的理论含量和结合态唾液酸的实际含量进行比较和评价。结合态唾液酸的理论含量按公式（1）计算。

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.08 \times 0.82}{m_2} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X_1 ——产品中结合态唾液酸的理论含量，单位为克每百克（g/100g）；

m_1 ——声称每块月饼中干燕窝投料试样中蛋白质的含量，单位为克（g）；

m_2 ——每块月饼的质量，单位为克（g）。

6.4 干燕窝投料比

投料干燕窝以含水分 18% 计，燕窝（以干基计）中唾液酸含量以 8% 计，把 6.2 中产品结合态唾液酸的测定值折算为干燕窝投料比，按公式（2）换算。

$$X_2 = \frac{X_1}{0.08 \times 0.82} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

X_2 ——干燕窝投料比，单位为克每百克（g/100g）；

X_1 ——产品中结合态唾液酸的测定值，单位为克每百克（g/100g）。

6.5 净含量

按 JJF 1070 的规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以同一班次、同一生产线、同一品种、同一规格的产品为一批。

7.2 产品出厂

每批产品必须经本企业质检部门按本标准规定的方法检验合格，并出具合格证后方准出厂。

7.3 抽样

在成品库内随机抽取同一批次样品，抽样数量应满足检验项目的需要及留样复测的需要。

7.4 产品检验

7.4.1 出厂检验项目

净含量、感官要求、水分、菌落总数、大肠菌群。

7.4.2 型式检验项目

本标准所规定的全部项目，一般情况下每半年进行一次。有下列情况之一时，也应进行型式检验。

- a) 新产品投产时；
- b) 主要原料来源、关键工艺或设备有明显改变时；
- c) 连续停产三个月以上又恢复生产时；
- d) 产品质量出现明显波动时；
- e) 国家食品安全监管机构提出要求时。

7.5 判定规则

7.5.1 检验结果全部符合本标准规定时，则判定该批产品为合格品。

7.5.2 如果微生物指标不合格，则判定该批产品不合格。

7.5.3 检验结果中，除微生物指标外，有一项或一项以上不符合本标准时，可从同批次产品中对不合格项目进行复检。复检后仍有一项或一项以上不合格，则判定该批产品为不合格品。

8 标签标识、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签标识

产品的标签标识应符合 GB 7718、GB 28050 和食品标识管理相关规定的要求。标签上应标注每块燕窝月饼中干燕窝的投料量。如果一个包装里既有流心型又有非流心型月饼且投料量不一样，则应分别标注。

8.2 包装

月饼包装应符合国家相关法律法规及 GB23350 的规定，包装材料应符合食品安全国家标准的要求。包装封口应严密、牢固、无破损。脱氧剂、保鲜剂不应直接接触月饼。

8.3 运输

运输工具须清洁、卫生、干燥，并有防雨、防晒设施，不得与有害、有毒、有异味物品混运。搬运时应轻搬、轻放，不得重压。

8.4 贮存

产品应贮存在清洁、干燥、凉爽的仓库中，须有防尘、防蝇、防鼠等设施，严禁与有害、有毒、有异味物品一起贮存。

8.5 保质期

在符合本标准规定的包装、运输和贮存条件下，且包装完好，产品的保质期按产品包装标注执行。

附录 A

燕窝月饼中结合态唾液酸的测定方法

第一法 液相色谱-荧光检测法

A.1 原理

样品在盐酸溶液中加热水解，释放出唾液酸，与邻苯二胺反应生成荧光衍生物，样品试液用反相色谱柱分离，荧光检测器检测，外标法定量。

A.2 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 乙腈(CH_3CN)：色谱纯。

A.2.1.2 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

A.2.1.3 三氯甲烷(CHCl_3)。

A.2.1.4 浓盐酸(HCl)：12 mol/L。

A.2.1.5 冰乙酸(CH_3COOH)。

A.2.1.6 磷酸(H_3PO_4)。

A.2.1.7 邻苯二胺盐酸盐($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$)。

A.2.1.8 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 。

A.2.1.9 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 。

A.2.1.10 含极性基团的反相聚合物固相萃取柱：60 mg，3 mL，或相当者。含极性基团的反相聚合物固相萃取柱吸附剂是由亲脂性二乙烯苯和亲水性 N-乙烯基吡咯烷酮两种单体按照一定比例聚合而成的大孔聚合物。使用前依次用 3.0 mL 甲醇和 3.0 mL 水活化。

A.2.1.11 微孔滤膜：0.45 μm 。

A.2.2 试剂配制

A.2.2.1 乙腈-水溶液(1+9)：将乙腈和水按 1 比 9 的体积比混合均匀。

A.2.2.2 盐酸溶液(0.05 mol/L)：吸取 4.17 mL 浓盐酸，缓慢加入水中搅拌均匀，用水定容至 1000 mL。

A.2.2.3 邻苯二胺盐酸盐溶液(50 mg/mL)：称取 2.5 g 邻苯二胺盐酸盐，加入 50 mL 0.05 mol/L 盐酸溶液溶解，混匀，现用现配。

A.2.2.4 乙酸锌溶液(183 g/L)：称取 21.9 g 乙酸锌溶于少量水中，加入 3 mL 冰乙酸，用水定容至 100 mL。

A.2.2.5 亚铁氰化钾(92 g/L)：称取 10.6 g 亚铁氰化钾，加水溶解，用水定容至 100 mL。

A.2.2.6 0.2%磷酸溶液：吸取 2 mL 磷酸，溶于水并稀释至 1000 mL。

A.2.3 标准品

A.2.3.1 唾液酸(N-乙酰神经氨酸, $\text{C}_{11}\text{H}_{19}\text{NO}_9$, CAS 号 131-48-6)：纯度 $\geq 96\%$ ，或经国家认证授予标准物质证书的标准物质。

A.2.3.2 标准溶液配制

A.2.3.2.1 唾液酸标准储备液(1000 mg/L)：准确称取适量唾液酸标准品，用水配制成浓度为 1000 mg/L 的标准储备溶液。于 4℃下避光保存，保存期六个月。

T/GBIA002-2022

A. 2. 3. 2. 2 唾液酸标准系列工作液：准确吸取唾液酸标准储备液（1000 mg/L）0.2 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用乙腈-水溶液定容至刻度，混匀。唾液酸标准系列工作液的浓度分别为 2.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、100.0 mg/L、200.0 mg/L。临用现配。

A. 3 仪器和设备

A. 3. 1 液相色谱仪：配有荧光检测器。

A. 3. 2 恒温水浴锅。

A. 3. 3 高速离心机。

A. 3. 4 匀浆机：转速 10 000r/min。

A. 3. 5 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。

A. 4 分析步骤

A. 4. 1 样品前处理

A. 4. 1. 1 试样制备

取两块完整月饼用搅拌机搅碎搅匀，储存于样品瓶中，密闭备用。

A. 4. 1. 2 试样提取

唾液酸总量的测定：称取 2.0 g（精确至 0.01 g）样品于 25 mL 离心管中，加入 0.05 mol/L 盐酸溶液 10 mL，盖上盖子，混匀，置于 80 °C 水浴中水解 40 min，在水浴过程中每 5min 振荡一次。取出离心管，冷却至室温。9000 r/min 离心 5 min，将上层水解液转移至 25 mL 容量瓶，用乙腈-水定容，混匀。取 3 mL 上清液放入离心管中，加入 1 mL 乙酸锌溶液、1 mL 亚铁氰化钾溶液和 1 mL 三氯甲烷，涡旋混匀后，15000 r/min 离心 5 min，取上清液待净化。

游离态唾液酸含量测定：称取 2.0 g（精确至 0.01 g）样品于 25 mL 离心管中，加水 10 mL，盖上盖子，混匀。9000 r/min 离心 5 min，将上层水解液转移至 25 mL 容量瓶，用乙腈-水定容，混匀。取 3 mL 上清液放入离心管中，加入 1 mL 乙酸锌溶液、1 mL 亚铁氰化钾溶液和 1 mL 三氯甲烷，涡旋混匀后，15000 r/min 离心 5 min，取上清液待净化。

A. 4. 1. 3 试样净化

吸取上清液，使该样液以小于 1 mL/min 的流速通过固相萃取柱，弃去约 1-2 mL 流出液，再收集流出液，待衍生化。

A. 4. 1. 4 试样衍生

准确吸取 1.0 mL 试样提取液于 10 mL 具塞比色管中，准确加入 1.0 mL 邻苯二胺溶液，盖上玻璃塞，混匀，置于 80 °C 水浴中反应 35 min 后，取出比色管，冷却至室温，过 0.45 μm 微孔滤膜后，待测。

A. 4. 2 液相色谱参考条件

A. 4. 2. 1 色谱柱：C₁₈ 柱，5 μm，150 mm×4.6 mm（内径）或相当者。

A. 4. 2. 2 柱温：30 °C。

A. 4. 2. 3 荧光检测器激发波长：235 nm，发射波长：414 nm。

A. 4. 2. 4 流速：1.0 mL/min。

A. 4. 2. 5 进样量：10 μL。

A. 4. 2. 6 流动相：A 相：甲醇；B 相：乙腈；C 相：0.2% 磷酸溶液。梯度洗脱，见表 A.1。

表 A. 1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%	C/%
0.0	5	10	85
2.0	5	10	85
2.5	30	10	60

4.0	30	10	60
4.5	80	10	10
10.0	80	10	10
11.0	5	10	85
15.0	5	10	85

A. 4. 3 标准曲线的制作

准确吸取1.0 mL 唾液酸标准系列工作液于10 mL具塞比色管中，加入1.0 mL邻苯二胺溶液，盖上玻璃塞，混匀，置于80 ℃水浴中反应35 min后，取出比色管，冷却至室温，过0.45 μm微孔滤膜后，待测。

将上述衍生后的标准系列工作液分别注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，以衍生后唾液酸的浓度为横坐标，以对应的峰面积的积分值为纵坐标，绘制标准曲线，用标准工作曲线对待测样品进行外标法定量。标准品液相色谱图参见附录B图B.1。

A. 4. 4 试样溶液的测定

将衍生后的试样溶液注入液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测液中唾液酸衍生物的浓度。标准工作液和待测样液中唾液酸衍生物的响应值均应在仪器线性响应范围内。如果含量超过标准曲线线性范围，需调整称样量或定容体积重新检测。

A. 4. 5 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

A. 5 分析结果的表述

试样中唾液酸的含量按公式（A.1）计算，计算结果应扣除空白：

$$X = \frac{\rho \times V \times f}{m \times 10000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- X ——试样中唾液酸的含量，单位为克每百克（g/100g）；
- ρ ——由标准曲线得到的试样溶液中唾液酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；
- m ——称取试样的质量，单位为克（g）；
- f ——稀释倍数；
- 10000——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，计算结果保留3位有效数字。

对于燕窝月饼样品，需要分别测定唾液酸总量和游离态唾液酸含量。样品结合态唾液酸含量由唾液酸总量减去游离态唾液酸含量计算得到。

A. 6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

A. 7 其他

称样量为2g时，唾液酸的检出限为0.001 g/100g，定量限为0.0025g/100g。

第二法 液相色谱-质谱/质谱法

A.8 原理

样品在盐酸溶液中加热水解，释放出唾液酸，样品试液用反相色谱柱分离，液相色谱-质谱/质谱测定，外标法定量。

A.9 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 乙腈 (CH_3CN)：色谱纯。

A.9.1.2 甲醇 (CH_3OH)：色谱纯。

A.9.1.3 三氯甲烷 (CHCl_3)。

A.9.1.4 浓盐酸 (HCl)：12 mol/L。

A.9.1.5 冰乙酸 (CH_3COOH)。

A.9.1.6 甲酸 (CHOOH)。

A.9.1.7 乙酸锌 [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]。

A.9.1.8 亚铁氰化钾 [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$]。

A.9.1.9 微孔滤膜：0.22 μm 。

A.9.2 试剂配制

A.9.2.1 乙腈-水溶液 (1+9)：将乙腈和水按 1 比 9 的体积比混合均匀。

A.9.2.2 盐酸溶液 (0.05 mol/L)：吸取 4.17 mL 浓盐酸，缓慢加入水中搅拌混匀，用水定容至 1000 mL。

A.9.2.3 乙酸锌溶液 (183 g/L)：称取 21.9 g 乙酸锌，加 3 mL 乙酸，加水溶解至 100 mL。

A.9.2.4 亚铁氰化钾 (92 g/L)：称取 10.6 g 亚铁氰化钾，加水溶解至 100 mL。

A.9.2.5 0.1% 甲酸溶液：吸取 1 mL 甲酸，用水稀释并定容至 1000 mL，混匀。

A.9.3 标准品

A.9.3.1 唾液酸 (N-乙酰神经氨酸, $\text{C}_{11}\text{H}_{19}\text{NO}_9$, CAS 号 131-48-6)：纯度 $\geq 96\%$ ，或经国家认证授予标准物质证书的标准物质。

A.9.4 标准溶液配制

A.9.4.1 唾液酸标准储备液 (1000 mg/L)：准确称取适量唾液酸标准品，用水配制成浓度为 1000 mg/L 的标准储备溶液。于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存，保存期六个月。

A.9.4.2 唾液酸标准中间液 (100 mg/L)：吸取标准储备液 (1000 mg/L) 10 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，混匀。将溶液移至棕色玻璃瓶容器中，于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存，保存期一个月。

A.9.4.3 唾液酸标准系列工作液：准确吸取唾液酸标准中间液 (100 mg/L) 0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用乙腈-水溶液定容至刻度，混匀。唾液酸标准系列工作液的浓度分别为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 系列混合标准溶液，临用现配。

A.10 仪器和设备

A.10.1 液相色谱串联质谱仪：配电喷雾离子源。

A.10.2 恒温水浴锅。

A.10.3 匀浆机：转速 10000 r/min。

A.10.4 高速离心机。

A. 10.5 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。

A. 11 分析步骤

A. 11.1 样品前处理

A. 11.1.1 试样制备

同A.4.1.1。

A. 11.1.2 试样提取

唾液酸总量的测定：称取 1.0 g（精确至 0.01 g）样品于 25 mL 离心管中，加入 0.05 mol/L 盐酸溶液 10 mL，盖上盖子，混匀，置于 80 °C 水浴中水解 40 min，在水浴过程中每 5min 振荡一次。取出离心管，冷却至室温。9000 r/min 离心 5 min，将上层水解液转移至 25 mL 容量瓶，用乙腈-水定容，混匀。取 3 mL 上清液放入离心管中，加入 1 mL 乙酸锌溶液、1 mL 亚铁氰化钾溶液和 1 mL 三氯甲烷，涡旋混匀后，15000 r/min 离心 5 min。取上清液待净化。

游离态唾液酸含量测定：称取 1.0 g（精确至 0.01 g）样品于 25 mL 离心管中，加水 10 mL，盖上盖子，混匀。9000 r/min 离心 5 min，将上层水解液转移至 25 mL 容量瓶，用乙腈-水定容，混匀。取 3 mL 上清液放入离心管中，加入 1 mL 乙酸锌溶液、1 mL 亚铁氰化钾溶液和 1 mL 三氯甲烷，涡旋混匀后，15000 r/min 离心 5 min，取上清液待净化。

A.11.1.3 试样净化

吸取上清液，使该样液以小于 1 mL/min 的流速通过固相萃取柱（A.2.1.9），弃去约 1-2 mL 流出液，再收集流出液。取 50 μ L 流出液，加入乙腈-水溶液 950 μ L，混匀，过 0.22 μ m 微孔滤膜后，待测。

A. 11.2 仪器参考条件

A. 11.2.1 液相色谱参考条件

A. 11.2.1.1 色谱柱：C₁₈ 柱，3.0 mm×150 mm，1.8 μ m，或相当者。

A. 11.2.1.2 流动相：0.1%甲酸和乙腈，梯度洗脱。见表A.2。

A. 11.2.1.3 进样量：5 μ L。

A. 11.2.1.4 柱温：30 °C。

表 A. 2 流动相及梯度洗脱程序

时间(min)	流速/(μ L/min)	0.1% 甲酸/%	乙腈/%
0.0	300	55	45
4.00	300	30	70
4.01	300	10	90
6.00	300	10	90
6.01	300	55	45
10.00	300	55	45

A. 11.3.2 质谱/质谱参考条件

A. 11.3.2.1 离子源：电喷雾（ESI）；扫描方式：负离子模式，检测方式：多反应监测(MRM)。

A. 11.3.2.2 毛细管电压：3500 V，裂解电压：120 V。

A. 11.3.2.3 干燥气温度：300°C；干燥气流速：8 L/min；鞘气温度：350 °C；鞘气流速：10 L/min。

A. 11.3.2.4 监测离子对、定量离子对及其碰撞能量见表A.3。

表 A.3 监测离子对、定量离子对和碰撞能量

化合物	监测离子对 (m/z)	碰撞能量/V
唾液酸	308.0/87.0*	-17
	308.0/170.0	-13
*定量离子对。		

A. 11. 4 标准曲线的制作

精密吸取唾液酸标准中间液适量，用乙腈-水溶液（稀释为0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL系列混合标准溶液，在仪器最佳工作条件下，按浓度由低到高的顺序，依次对标准工作溶液进样。以唾液酸对应的峰面积为纵坐标，以系列标准溶液的浓度为横坐标，绘制标准曲线。在上述色谱条件下标准溶液的多反应监测色谱图参见附录C图C.1。

A. 11. 5 定性测定

按照液相色谱-质谱/质谱条件测定样品和标准工作溶液，如果检测的质量色谱峰的保留时间与标准品保留时间相差不超过±2.5%，在扣除背景后的样品质谱图中，所有定性离子均出现，且信噪比大于3，定性离子对的相对丰度(是用相对于最强离子丰度的强度百分比表示)与浓度相当的标准工作溶液的相对丰度允许偏差不超过表 A.4 规定的范围，则可判断样品中存在对应的被测物。

表 A.4 定性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%
允许的最大偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

A. 11. 6 试样溶液的测定

将试样溶液注入液相色谱-质谱仪中，得到唾液酸的峰面积，根据标准曲线得到待测液中唾液酸的浓度。

A. 11. 7 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

A. 11. 8 分析结果的表述

试样中唾液酸含量按公式（A.2）计算，计算结果应扣除空白：

$$X = \frac{\rho \times V \times f}{m \times 10000} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- X ——试样中唾液酸的含量，单位为克每百克（g/100g）；
- ρ ——由标准曲线得到的试样溶液中唾液酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；
- m ——称取试样的质量，单位为克（g）；
- f ——稀释倍数；
- 10000——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，计算结果保留3位有效数字。

对于燕窝月饼样品，需要分别测定唾液酸总量和游离态唾液酸含量。样品结合态唾液酸含量由唾液酸总量减去游离态唾液酸含量计算得到。

A. 12 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

A. 13 其他

称样量为1 g时，唾液酸的检出限为0.0001 g/100g，定量限为0.001 g/100g。

附录 B

液相色谱-紫外检测法参考图

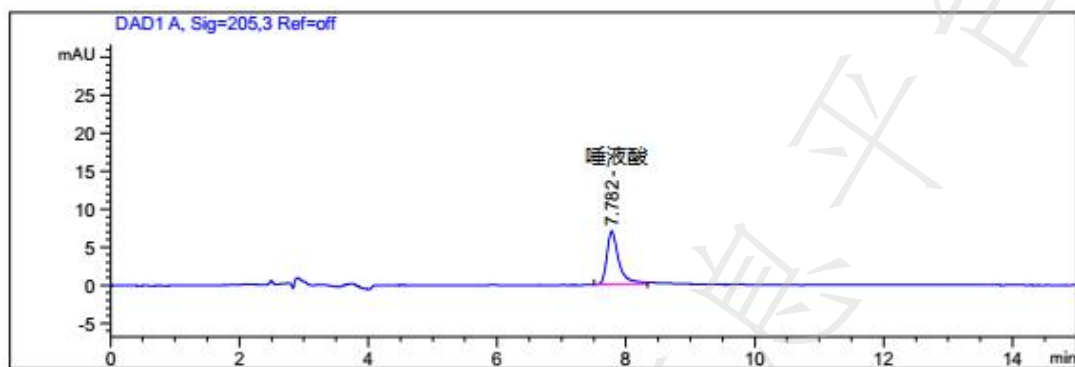


图 B. 15.0 mg/L 唾液酸标准溶液液相色谱图

附录 C

液相色谱-荧光检测法参考图

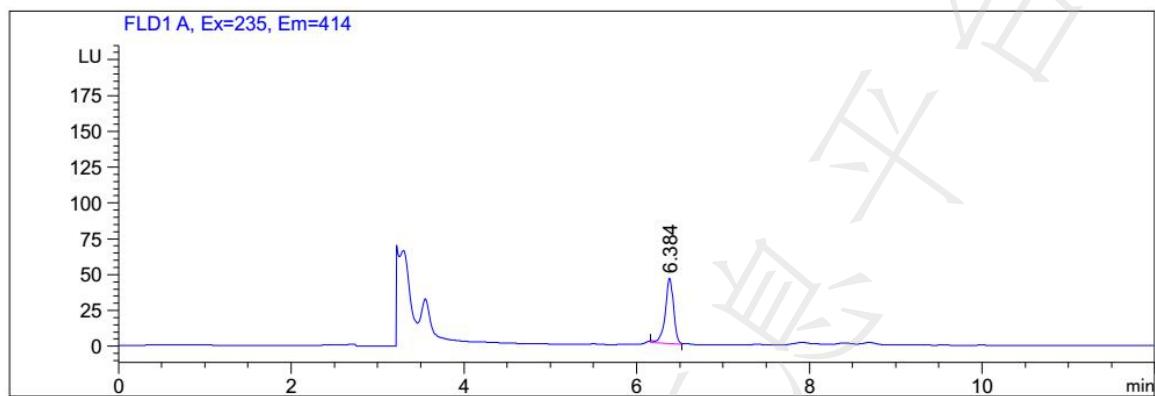


图 C. 1 唾液酸标准品衍生物液相色谱图

附录 D

唾液酸标准品多反应监测 (MRM) 色谱图

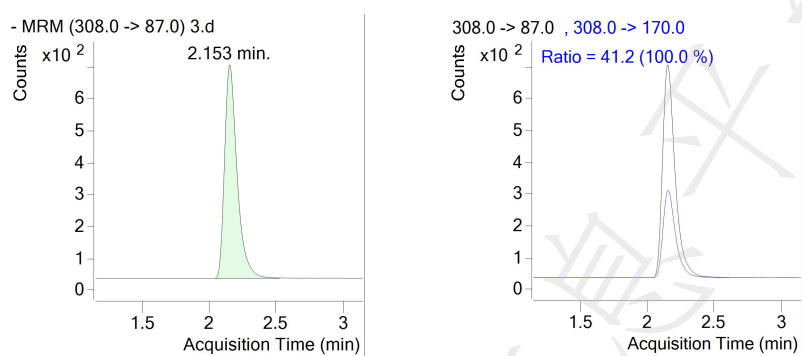


图 D. 1 唾液酸标准品多反应监测 (MRM) 色谱图