

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3564—2020

水稻稻曲病菌毒素的测定 液相色谱-质谱法

Determination of ustiloxins from rice false smut—
Liquid chromatography-mass spectrometry

行业标准信息服务平台

2020-03-20 发布

2020-07-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：农业农村部稻米及制品质量监督检验测试中心、中国水稻研究所、国家农业检测基准实验室(重金属)。

本标准主要起草人：曹赵云、牟仁祥、林晓燕、杨欢、马有宁、陈铭学、朱智伟。

行业标准信息服务平台

水稻稻曲病菌毒素的测定 液相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了稻曲病菌毒素 A、稻曲病菌毒素 B、稻曲病菌毒素 C、稻曲病菌毒素 D 和稻曲病菌毒素 F 的液相色谱质谱测定方法。

本标准适用于稻米和稻曲球中上述 5 种稻曲病菌毒素含量的测定。

本方法定量限参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

试样用水提取,提取液用阳离子交换固相萃取柱净化,液相色谱质谱联用仪测定,根据色谱保留时间和质谱碎片及其离子丰度比定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

- 4.1 甲醇(CH_3OH ,CAS 号:67-56-1);色谱纯。
- 4.2 甲酸(HCOOH ,CAS 号:64-18-6);色谱纯。
- 4.3 二氯甲烷(CH_2Cl_2 ,CAS 号:75-09-2);色谱纯。
- 4.4 10%甲醇溶液:吸取 10 mL 甲醇(4.1)加水至 100 mL。
- 4.5 0.1%甲酸溶液:吸取 0.1 mL 甲酸(4.2)加水至 100 mL。
- 4.6 5%甲酸溶液:吸取 5.0 mL 甲酸(4.2)加水至 100 mL。
- 4.7 5%氨水甲醇溶液:吸取 5.0 mL 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$,CAS 号:1336-21-6)加甲醇(4.1)至 100 mL。
- 4.8 标准品(纯度均 $\geq 95\%$)。
 - 4.8.1 稻曲病菌毒素 A(ustiloxin A, $\text{C}_{28}\text{H}_{43}\text{N}_5\text{O}_{12}\text{S}$,CAS 号:143557-93-1)。
 - 4.8.2 稻曲病菌毒素 B(ustiloxin B, $\text{C}_{26}\text{H}_{39}\text{N}_5\text{O}_{12}\text{S}$,CAS 号:151841-41-7)。
 - 4.8.3 稻曲病菌毒素 C(ustiloxin C, $\text{C}_{23}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{O}_{10}\text{S}$,CAS 号:158274-98-7)。
 - 4.8.4 稻曲病菌毒素 D(ustiloxin D, $\text{C}_{23}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{O}_8$,CAS 号:158243-18-6)。
 - 4.8.5 稻曲病菌毒素 F(ustiloxin F, $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}_8$,CAS 号:1013210-43-9)。
- 4.9 标准溶液配制
 - 4.9.1 标准储备液:准确称取 10 mg(精确至 0.01 mg)各稻曲病菌毒素标准品(4.8),分别用甲醇溶液(4.4)溶解并定容至 10 mL,配成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液,于 -18°C 以下保存,有效期 12 个月。
 - 4.9.2 混合标准储备液:分别吸取一定量的 5 种标准储备液(4.9.1),用甲醇溶液(4.4)稀释成浓度为 10 mg/L 的混合标准储备液,于 -18°C 以下保存,有效期 6 个月。
 - 4.9.3 混合标准工作溶液:用甲酸溶液(4.5)将混合标准储备液(4.9.2)稀释成浓度为 2.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、25 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的混合标准工作溶液,现用现配。