



中华人民共和国国家标准

GB 5009.111—2016

食品安全国家标准

食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇 及其乙酰化衍生物的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.111—2003《谷物及其制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定》、GB/T 23503—2009《食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 免疫亲和层析净化高效液相色谱法》、SN/T 1571—2005《进出口粮谷中呕吐毒素检验方法 液相色谱法》。

本标准与 GB/T 5009.111—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定”;
- 增加了方法的适用范围;
- 增加了食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇乙酰化衍生物的测定;
- 增加了同位素稀释液相色谱-串联质谱法;
- 增加了固相萃取柱净化的前处理方式;
- 增加了免疫亲和柱净化-高效液相色谱法;
- 增加了商业化免疫亲和柱评价技术参数要求。

食品安全国家标准

食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定

1 范围

本标准规定了食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定方法。

第一法为同位素稀释液相色谱-串联质谱法,适用于谷物及其制品、酒类、酱油、醋、酱及酱制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇、3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇和 15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

第二法为免疫亲和层析净化高效液相色谱法,适用于谷物及其制品、酒类、酱油、醋、酱及酱制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

第三法为薄层色谱测定法,第四法为酶联免疫吸附筛查法,适用于谷物及其制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

第一法 同位素稀释液相色谱-串联质谱法

2 原理

试样中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇、3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇和 15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇用水和乙腈的混合溶液提取,提取上清液经固相萃取柱或免疫亲和柱净化,浓缩、定容和过滤后,超高压液相色谱分离,串联质谱检测,同位素内标法定量。

3 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。

3.1 试剂

- 3.1.1 乙腈(CH_3CN):色谱纯。
- 3.1.2 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 3.1.3 正己烷(C_6H_{14})。
- 3.1.4 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.5 甲酸(HCOOH)。
- 3.1.6 氮气(N_2):纯度 $\geq 99.9\%$ 。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 乙腈-水溶液(84+16):量取 160 mL 水加入到 840 mL 乙腈中,混匀。
- 3.2.2 乙腈饱和的正己烷溶液:量取 200 mL 正己烷于 250 mL 分液漏斗中,加入少量乙腈,剧烈振摇数分钟,静置分层,弃去下层乙腈层即得。