

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2008—2007

进出口果汁中棒曲霉毒素的检测方法 高效液相色谱法

Determination of patulin in fruit juice for import and export—
HPLC method

2007-12-24 发布

2008-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孔祥虹、李建华、乐爱山、何学文、张莹、何强。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口果汁中棒曲霉毒素的检测方法

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了果汁中棒曲霉毒素检验的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于苹果汁和梨汁中棒曲霉毒素含量的测定。

2 方法提要

果汁(浊汁要用果胶酶预处理)中的棒曲霉毒素经乙酸乙酯萃取,萃取液用碳酸钠溶液净化后,经无水硫酸钠脱水,用液相色谱仪配紫外或二极管阵列检测器测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为超纯水。

3.1 乙醇:液相色谱纯。

3.2 冰乙酸。

3.3 乙腈:液相色谱纯。

3.4 乙酸乙酯。

3.5 重铬酸钾。

3.6 浓硫酸:0.009 mol/L,1 mL 浓硫酸用水稀释至 2 L。

3.7 果胶酶溶液(endogalacturonase):活性为 1 400 U/g。活性定义:在 pH3.4 和 25℃时,1%的果胶溶液在酶的催化作用下,5 min 内粘度降低 20%所需果胶酶的量。

3.8 无水硫酸钠:经 650℃灼烧 4 h,置于干燥器内备用。

3.9 碳酸钠溶液:15 g/L,1.5 g 无水碳酸钠溶于 100 mL 水中。

3.10 pH4.0 水:重蒸馏水,用乙酸调节至 pH 为 4.0。

3.11 棒曲霉毒素标准品:纯度大于等于 99%。

3.12 棒曲霉毒素标准储备液:用 5 mL 乙酸乙酯溶解 5 mg 棒曲霉毒素后,移入 25 mL 的容量瓶,乙酸乙酯定容至刻度,配成浓度约为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液,在 -20℃ 冷冻保存。棒曲霉毒素标准溶液浓度的标定参见附录 A。

3.13 棒曲霉毒素标准工作液:取 500 μL 的经标定过的棒曲霉毒素标准溶液(相当于 5 μg),用氮气吹干后溶解于 5 mL pH4.0 水中,配成浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$,根据需要再用 pH4.0 水稀释,配成适当浓度的标准工作液。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:配紫外或二极管阵列检测器。

4.2 离心机:5 000 r/min。

4.3 离心管:50 mL,具塞。

4.4 旋转蒸发器。