

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2426—2010

---

### 进出口粮谷中桔霉素含量检测方法 液相色谱法

Determination of citrinin contents in cereals for import and export—  
HPLC method

2010-01-10 发布

2010-07-16 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准的附录 A 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：中华人民共和国湖北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林雁飞、赵晓亚、胡小钟、王鹏、李晶、付晓芳。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 进出口粮谷中桔霉素含量检测方法

## 液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了进出口粮谷中桔霉素含量液相色谱检测方法。

本标准适用于进出口大米、大麦、燕麦、小麦中桔霉素含量的检测。

### 2 方法提要

用乙腈-异丙醇-水的混合溶液提取试样中桔霉素, C<sub>18</sub>固相萃取小柱净化, 用配荧光检测器的液相色谱仪测定, 外标法定量。

### 3 试剂和材料

除另有规定外, 试剂均为分析纯, 水为蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 异丙醇: 色谱纯。

3.2 乙腈: 色谱纯。

3.3 磷酸: 优级纯。

3.4 提取溶剂: 乙腈-异丙醇-水(35+10+55, 体积比), 用磷酸调 pH 为 1.5。

3.5 磷酸溶液: 取 5.6 mL 磷酸, 以水定容至 1 000 mL。

3.6 流动相: 乙腈-异丙醇-0.08 mol/L 磷酸(35+10+55, 体积比)。

3.7 C<sub>18</sub>固相萃取柱: 500 mg, 3 mL, 或相当者。使用前分别用 5 mL 甲醇和 5 mL 水预淋洗并保持柱体湿润。

3.8 桔霉素标准物质(citrinin, C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>, CAS 编号: 518-75-2): 纯度大于等于 97%。

3.9 桔霉素标准储备液: 称取适量桔霉素标准物质, 用乙腈溶解并定容至 1.0 mg/mL, 0 °C ~ 4 °C 保存。

3.10 桔霉素标准工作液: 根据需要用流动相将标准储备液稀释成 25 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、500 ng/mL、1 000 ng/mL 的标准工作溶液。

3.11 玻璃纤维滤纸: 直径 11 cm, 孔径 1.5 μm。

### 4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪: 配有荧光检测器。

4.2 振荡器。

4.3 离心机: 4 000 r/min。

4.4 真空固相萃取装置。

4.5 氮吹仪。

4.6 分析天平。

### 5 试样制备和保存

取有代表性样品 500 g, 用粉碎机粉碎并通过 830 μm 圆孔筛, 混匀, 分成两份, 装入洁净容器内, 密封并标识。在制样的操作过程中, 应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。