

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.209—2008

谷物中玉米赤霉烯酮的测定

Determination of zearalenone in cereals

2008-11-21 发布

2009-03-01 实施



中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草,北京中检维康技术有限公司参加起草。

本标准主要起草人:隋凯、李凤琴、李军、罗雪云、李莉、孙兴权。

谷物中玉米赤霉烯酮的测定

1 范围

本标准规定了谷物中玉米赤霉烯酮的测定方法。

本标准适用于谷物(玉米、小麦等)中玉米赤霉烯酮的测定。

本标准方法检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 原理

试样中的玉米赤霉烯酮用乙腈-水提取后,提取液经免疫亲和柱净化、浓缩后,用配有荧光检测器的液相色谱仪进行测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水或相当纯度的去离子水。

- 3.1 甲醇(CH_3OH):HPLC 级。
- 3.2 乙腈(CH_3CN):HPLC 级。
- 3.3 乙腈-水(9+1):取 90 mL 乙腈加 10 mL 水。
- 3.4 氯化钠(NaCl)。
- 3.5 玉米赤霉烯酮免疫亲和柱。
- 3.6 玻璃纤维滤纸。
- 3.7 玉米赤霉烯酮(zearalenone)标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 3.8 玉米赤霉烯酮标准溶液:准确称取适量的玉米赤霉烯酮标准品,用乙腈配成浓度为 0.1 mg/mL 的标准储备液, $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中避光保存。使用前用流动相稀释成适当浓度的标准工作液。

4 仪器和设备

- 4.1 液相色谱仪配有荧光检测器。
- 4.2 粉碎机。
- 4.3 高速均质器。
- 4.4 氮吹仪。
- 4.5 空气压力泵。
- 4.6 玻璃注射器:20 mL。
- 4.7 天平:感量 0.000 1 g。

5 分析步骤

5.1 提取

称取 40 g 粉碎试样(精确到 0.01 g)置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 4 g 氯化钠和 100 mL 乙腈-水(9+1),以均质器高速搅拌提取 2 min,通过折叠快速定性滤纸过滤,移取 10.0 mL 滤液并加入 40.0 mL 水稀释混匀,经玻璃纤维滤纸过滤 1 次~2 次,至滤液澄清后进行免疫亲和柱净化操作。

5.2 净化

将免疫亲和柱连接于 20 mL 玻璃注射器下。准确移取 10.0 mL(相当于 0.8 g 样品¹⁾)5.1 的提取滤液,注入玻璃注射器中,将空气压力泵与玻璃注射器连接,调节压力使溶液以 1 滴/s~2 滴/s 的流速缓慢通过免疫亲和柱,直至有部分空气通过柱体。以 5 mL 水淋洗柱子 1 次,弃去全部流出液,并使部分空气通过柱体。准确加入 1.5 mL 甲醇(3.1)洗脱,流速为 1 mL/min,收集洗脱液于玻璃试管中,于 55 °C 以下氮气吹干后,用 1.0 mL 流动相[5.3.1 b)]溶解残渣,供液相色谱测定。

5.3 测定

5.3.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, 150 mm×4.6 mm(内径), 粒度 4 μm, 或相当者;
- b) 流动相: 乙腈-水-甲醇(46+46+8);
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测波长: 激发波长 274 nm, 发射波长 440 nm;
- e) 进样量: 100 μL;
- f) 柱温: 室温。

5.3.2 色谱测定

分别取样液和标准溶液各 100 μL 注入高效液相色谱仪进行测定,以保留时间定性,峰面积定量。在上述色谱条件下,玉米赤霉烯酮的保留时间约为 3.4 min。玉米赤霉烯酮标准溶液色谱图见图 1。

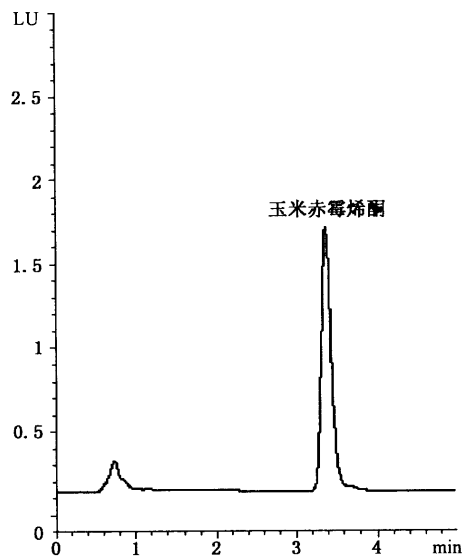


图 1 玉米赤霉烯酮标准品的液相色谱图

5.4 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

5.5 结果计算

按外标法计算试样中玉米赤霉烯酮的含量,计算结果需将空白值扣除。见式(1):

$$X = \frac{1\,000 \times (A - A_0) \times c \times V}{1\,000 \times A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中玉米赤霉烯酮的含量,单位为微克每千克(μg/kg);

1) 对于玉米赤霉烯酮含量较高的样品,可将提取滤液进行适当稀释,以保证玉米赤霉烯酮的含量不超过免疫亲和柱的最大毒素负荷量。

- A ——样液中玉米赤霉烯酮的峰面积；
 A_0 ——空白样液中玉米赤霉烯酮的峰面积；
 c ——标准工作溶液中玉米赤霉烯酮的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
 V ——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；
 m ——最终样液所代表的试样量，单位为克(g)；
 A_s ——标准工作溶液中玉米赤霉烯酮的峰面积。

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 15%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
谷 物 中 玉 米 赤 霉 烯 酮 的 测 定
GB/T 5009.209—2008

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

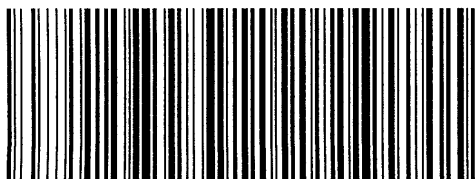
开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 6 千 字
2009 年 3 月 第 一 版 2009 年 3 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-36046 定 价 10.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话 : (010)68533533



GB/T 5009.209-2008