

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.185—2003
部分代替 GB 14974—1994

苹果和山楂制品中展青霉素的测定

Determination of patulin in apple and hawthorn products

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB 14974—1994《苹果和山楂制品中展青霉素限量卫生标准》中第 3 章检验方法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所负责起草。

本标准主要起草人：吴南、刘勇、刘兴介。

苹果和山楂制品中展青霉素的测定

1 范围

本标准规定了苹果和山楂制品中展青霉素的测定方法。

本标准适用于苹果和山楂制品中展青霉素的测定。

本标准检出限为:3 $\mu\text{g/L}$ 。

2 原理

试样中展青霉素经提取、净化、浓缩、薄层展开后,利用薄层扫描仪进行紫外反射光扫描定量。

3 试剂

3.1 硅胶 GF₂₅₄。

3.2 薄层色谱展开剂 横向:氯仿-丙酮(30+1.5);纵向:甲苯-乙酸乙酯-甲酸(50+15+1)。

3.3 展青霉素标准品。

3.4 乙酸乙酯。

3.5 1.5%碳酸钠溶液。

3.6 无水硫酸钠。

3.7 三氯甲烷。

3.8 显示剂:溶解 0.1 g MBTH·HCl·H₂O 3-甲基-2 苯并噻唑酮脲水合盐酸盐于 20 mL 蒸馏水中,置于冰箱中保存,每 3 天重新配制。

4 仪器

4.1 薄层扫描仪。

4.2 层析槽(内径 11.5 cm、高 20 cm 的标准缶)。

4.3 玻璃板 10 cm×10 cm。

4.4 紫外光灯。

5 操作方法

5.1 提取

5.1.1 果汁、果酒:量取果汁 25 mL,置于分液漏斗中,加入等体积的乙酸乙酯,振摇 2 min,静置分层,重复以上步骤两次,合并有机相,加 2.5 mL 1.5%碳酸钠振摇 1 min,静置分层后,弃去碳酸钠层,同上步骤再用碳酸钠处理一次。将提取液滤入 100 mL 梨形瓶中,于 40℃ 水浴上用真空减压浓缩至近干,用少许三氯甲烷清洗瓶壁,浓缩干,加三氯甲烷 0.4 mL 定容,供薄层色谱测定用。

5.1.2 果酱:称取试样 25 g 置于乳钵中,加适量无水硫酸钠研磨后,称至三角瓶中,加 80 mL 乙酸乙酯浸泡 30 min,振荡 30 min,过滤,取滤液 50 mL,以下操作同 5.1.1。

5.2 测定

5.2.1 薄层板的制备:取硅胶 GF₂₅₄ 5 g,加水 15 mL,涂布 10 cm×10 cm 玻璃板上,一次涂成 5 块,薄层厚度为 0.3 mm,阴干后,105℃ 烘烤 2 h,放入干燥器中备用。

5.2.2 点样:取一块薄板,在距底边和右边 10 cm 处,用微量注射器滴加 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的展青霉素标准液 10 μL ,相距左边 4 cm 处滴加 10 μL 样液,在试样点同一垂直线上,距顶端 2 cm 处点 20 ng 的标准