

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.222—2008

红曲类产品中桔青霉素的测定

Determination of citrinin in *Monascus* products

2008-12-03 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

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、江南大学。

本标准主要起草人：李凤琴、许贛荣、李玉伟、陈蕴。

红曲类产品中桔青霉素的测定

1 范围

本标准规定了红曲类产品中桔青霉素的测定方法。

本标准适用于红曲米、红曲红(固态、液态)、红曲发酵液和用红曲菌生产的保健食品中桔青霉素的测定。

本标准对液态样品中桔青霉素的定量限为 50 $\mu\text{g/L}$,对固态样品中桔青霉素的定量限为 1 mg/kg 。

2 原理

液态红曲类样品经乙醇提取、离心、过滤后经高效液相色谱仪(HPLC)分析;固态红曲类样品经甲苯-乙酸乙酯-甲酸提取、超声波萃取、离心、过滤后经 HPLC 分析,外标法定量。

3 试剂

除非另有规定,本标准中所用试剂均为分析纯。

- 3.1 桔青霉素($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{O}_5$)标准品:纯度 $>99\%$ 。
- 3.2 乙腈(CH_3CN):色谱纯。
- 3.3 磷酸(H_3PO_4):色谱纯。
- 3.4 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 3.5 甲苯($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$)。
- 3.6 乙酸乙酯($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$)。
- 3.7 甲酸(CH_2O_2)。
- 3.8 超纯水(H_2O):电阻率 $\geq 18.3 \text{ M}\Omega/\text{cm}$ 。
- 3.9 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$):色谱纯。
- 3.10 复合萃取剂(TEF):甲苯-乙酸乙酯-甲酸(7+3+1),配制方法是将 7 份体积的甲苯(3.5)、3 份体积乙酸乙酯(3.6)和 1 份体积的甲酸(3.7)混合而成。
- 3.11 桔青霉素标准溶液:准确称取 0.005 0 g 的桔青霉素标准品(3.1)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,制成 50 mg/L 的桔青霉素标准储备液。取一定量的储备液用甲醇稀释 10 倍,制成 5 mg/L 的标准工作液。储备液和工作液密封后 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱避光保存,工作液现用现配。工作液从冰箱取出后应于室温下至少放置 10 min,涡旋混匀后方可使用。将标准储备液用甲醇系列稀释后,配成质量浓度为 0.1 mg/L 、0.25 mg/L 、1 mg/L 、5 mg/L 、10 mg/L 的标准工作溶液用于制作标准曲线。

4 仪器和设备

- 4.1 配有荧光检测器的高效液相色谱系统。
- 4.2 超声波细胞破碎仪。
- 4.3 电子天平(感量 0.000 1 g)。
- 4.4 pH 计(精度 0.01)。
- 4.5 匀浆器。
- 4.6 离心机。
- 4.7 旋转蒸发仪。
- 4.8 微孔有机滤膜(孔径 0.45 μm)。