



中华人民共和国国家标准

GB/T 21915—2008

食品中纳他霉素的测定 液相色谱法

Determination of natamycin in food—
High-performance liquid chromatography

2008-05-16 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国食品安全应急标准化工作组提出并归口。

本标准起草单位：沈阳产品质量监督检验院（国家加工食品及添加剂质量监督检验中心）。

本标准主要起草人：赵丽秀、李乃洁、苏锡辉、张凯、张丽君、吕成学、吴玉鑫、赵检、黄士军、张凤清。

食品中纳他霉素的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品中纳他霉素的液相色谱测定方法。

本标准适用于食品中纳他霉素的测定。

本标准定量检出限为 0.5 mg/kg(固体和半固体样品),0.5 mg/L(液体样品)。

2 原理

样品经甲醇提取,采用加水冷冻去除样品中的脂肪成分或离心的方式净化,反相液相色谱-紫外检测器测定,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 水:去离子水或相当纯度的水。

3.2 甲醇:分析纯、色谱纯。

3.3 纳他霉素(natamycin):纯度 $\geq 95\%$ 。

3.4 标准储备液:准确称取适量的纳他霉素标准品(精确至 0.1 mg),用甲醇溶解,配成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

3.5 冰乙酸:优级纯。

3.6 0.45 μm 、0.22 μm 针头式过滤器(水性)。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 电子天平:感量 0.1 mg。

4.4 注射器:一次性,10 mL。

4.5 漏斗:直径大约 7 cm。

4.6 冰箱: $-20^{\circ}\text{C}\sim-15^{\circ}\text{C}$ 。

4.7 离心机。

5 样品制备

5.1 固体及半固体样品

5.1.1 乳酪、火腿、酸奶等样品

准确称取 10.00 g 样品,加入 30 mL 甲醇超声提取 30 min,加水 10 mL 摇匀后放入冰箱中冷冻 1 h,取出冷冻后的样品立即过滤,滤液放置至室温后,依次过 0.45 μm 和 0.22 μm 针头式过滤器,收集滤液约 2 mL 上机测定。纳他霉素标准品谱图参见图 A.1,乳酪、火腿样品回收率图参见图 A.2 和图 A.3。

5.1.2 月饼、糕点样品

准确称取 5.00 g 月饼皮,置于离心管中,加入 30 mL 甲醇超声提取 30 min,加水 10 mL 摇匀后置于离心机中以 3 500 r/min 离心 5 min,上清液依次过 0.45 μm 和 0.22 μm 针头式过滤器,收集滤液约 2 mL 上机测定。月饼、糕点样品回收率图参见图 A.4、图 A.5。

5.2 果汁饮料样品

准确量取果汁饮料样品 10.0 mL,加入 30 mL 甲醇,超声提取 30 min,提取液依次过 0.45 μm 和 0.22 μm 针头式过滤器,收集滤液约 2 mL 上机测定。橙汁样品回收率图参见图 A.6。

6 色谱测定

6.1 色谱柱: C₁₈ 柱, 5 μm, 4.6 mm×150 mm (或相当型号色谱柱)。

6.2 流动相: 甲醇+水+乙酸(60+40+5)。

6.3 流速: 1.0 mL/min。

6.4 检测波长: 305 nm。

6.5 进样量: 10 μL。

7 计算

按式(1)计算固体、半固体样品(乳酪、糕点、火腿、月饼、酸奶)中纳他霉素的含量,按式(2)计算液体样品中纳他霉素的含量。

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

式中:

X——试样中纳他霉素的含量,单位为微克每克(μg/g);

c——由标准曲线得到样品溶液中纳他霉素的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

$$X = \frac{c \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X——试样中纳他霉素的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

c——由标准曲线得到样品溶液中纳他霉素的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

V₁——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

V₂——样品量取体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

8 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 10%。

附录 A
(资料性附录)

纳他霉素标准品谱图及几种样品回收率图

A.1 纳他霉素标准品色谱图见图 A.1。

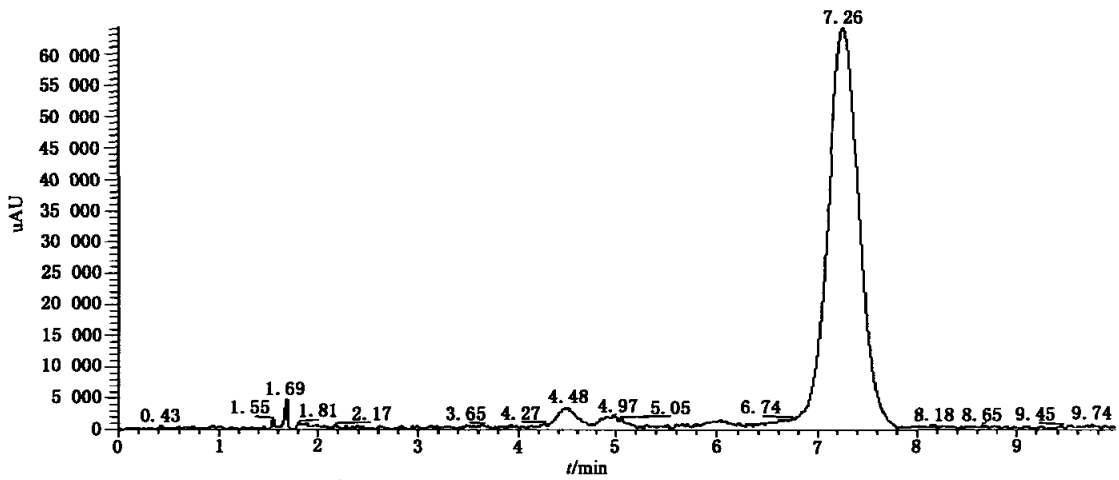
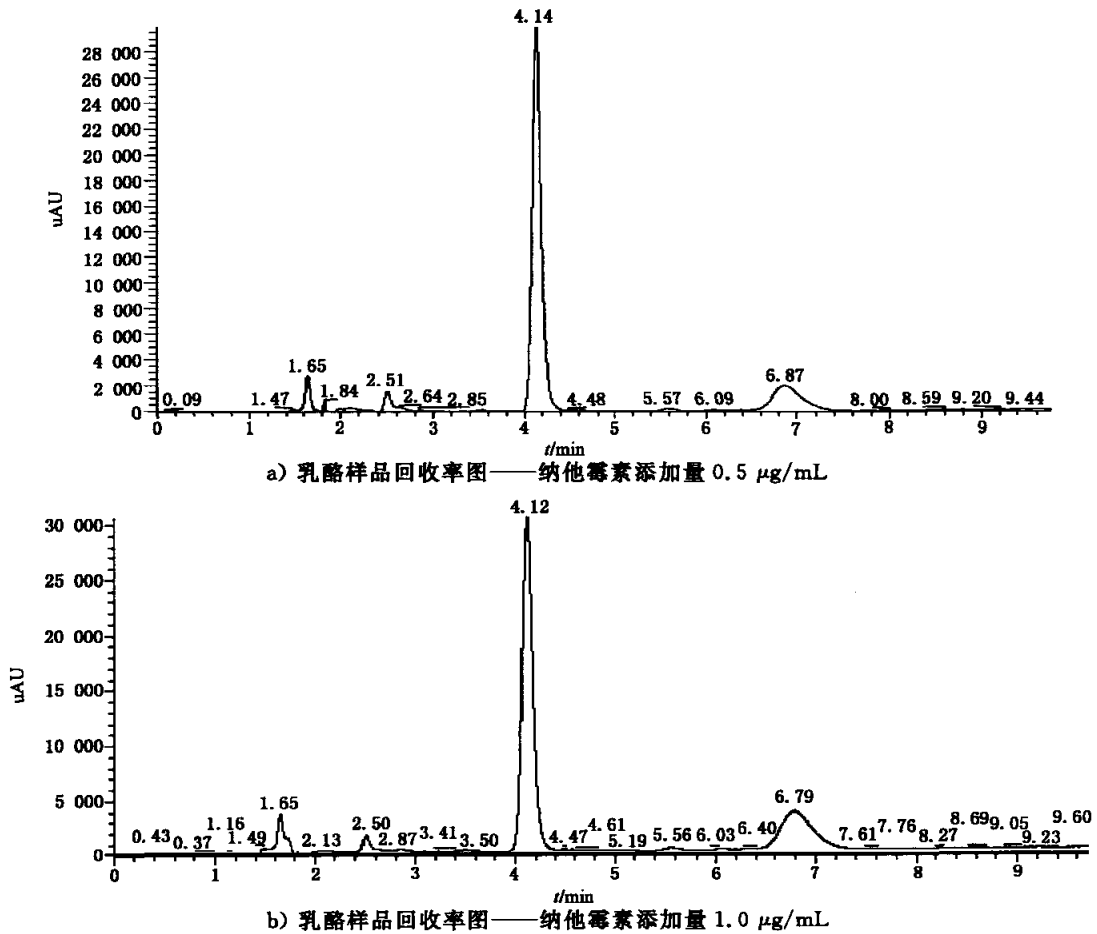


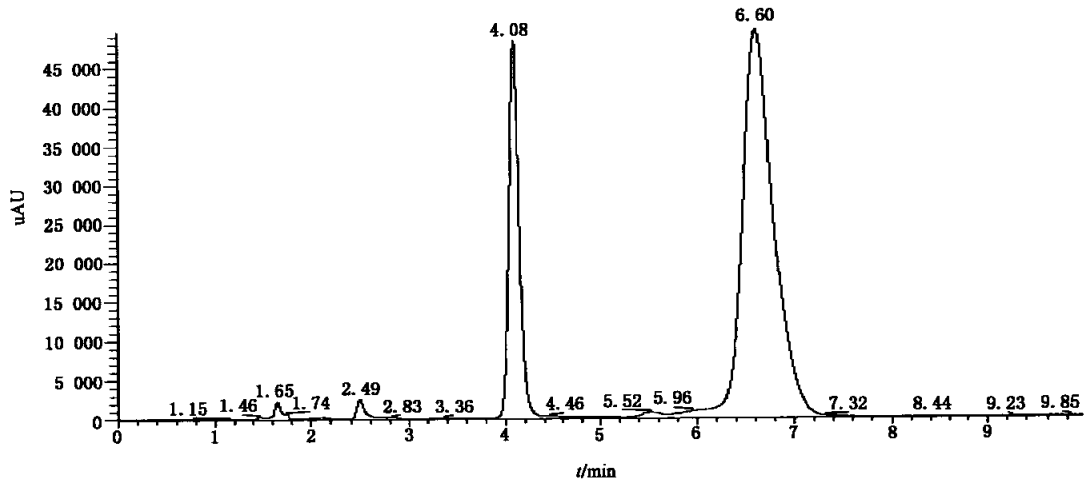
图 A.1 纳他霉素标准品色谱图——纳他霉素含量 10 μg/mL

A.2 乳酪样品回收率图见图 A.2。



b) 乳酪样品回收率图——纳他霉素添加量 1.0 μg/mL

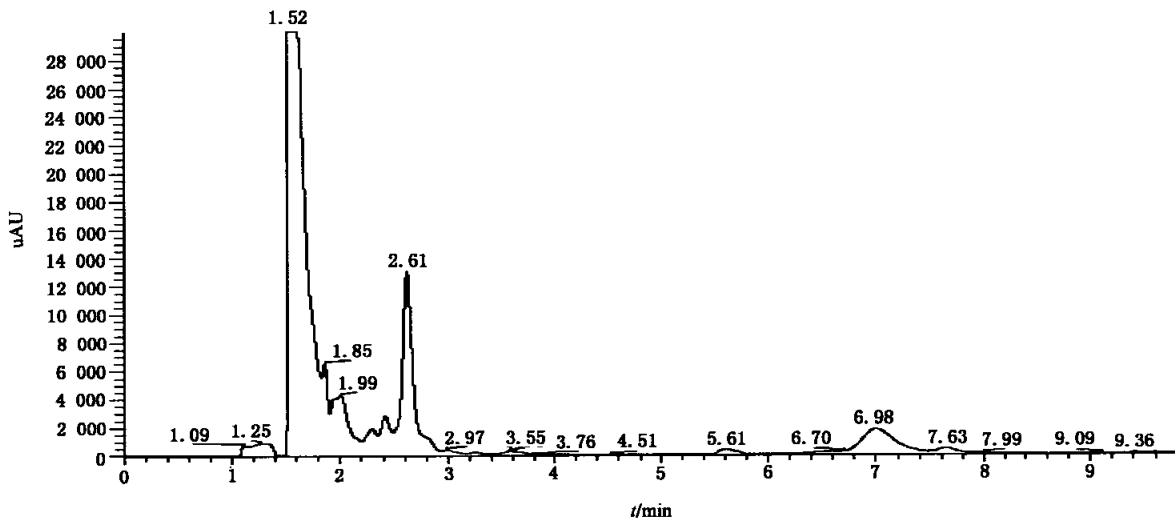
图 A.2 乳酪样品回收率图



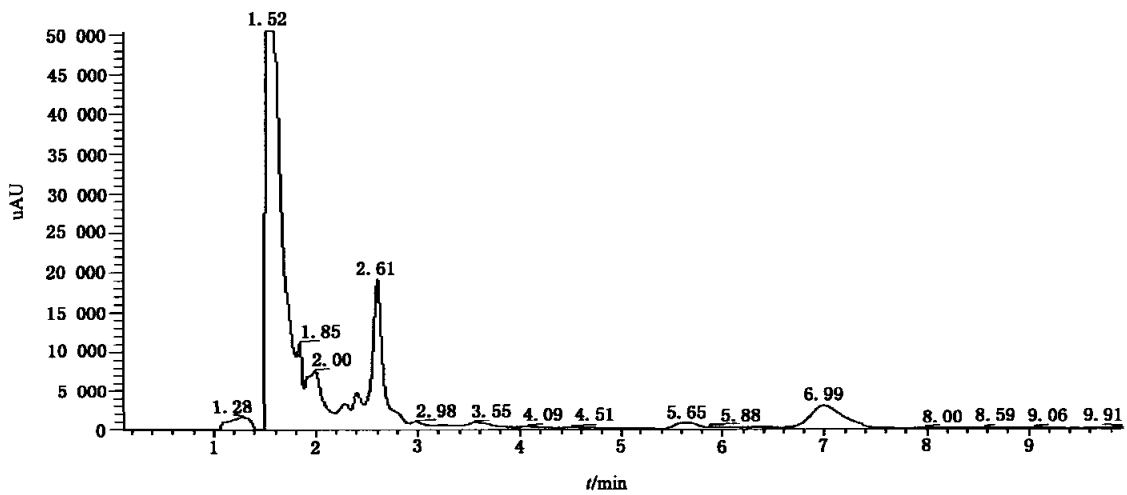
c) 乳酪样品回收率图——纳他霉素添加量 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

图 A.2 (续)

A.3 火腿样品回收率图见图 A.3。

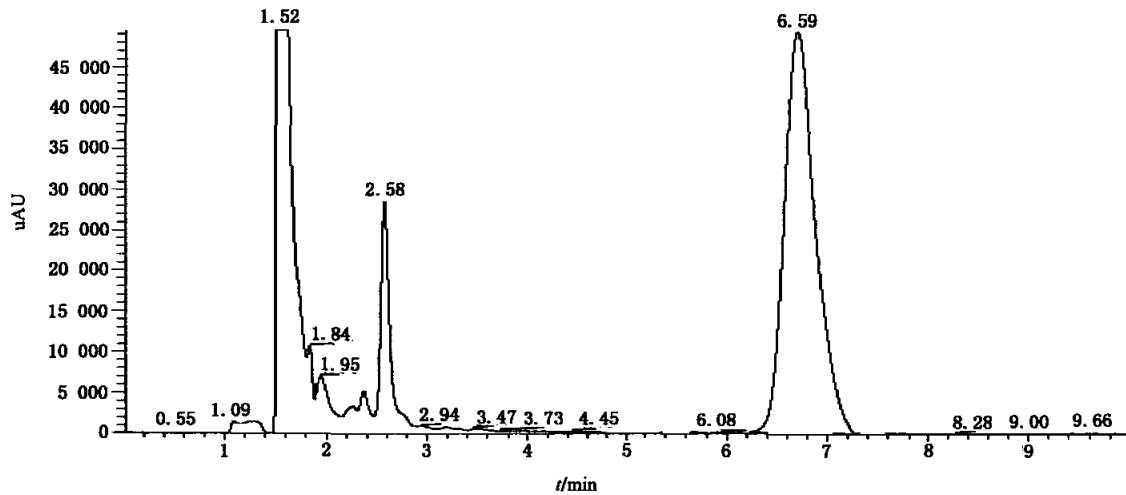


a) 火腿样品回收率图——纳他霉素添加量 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$



b) 火腿样品回收率图——纳他霉素添加量 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

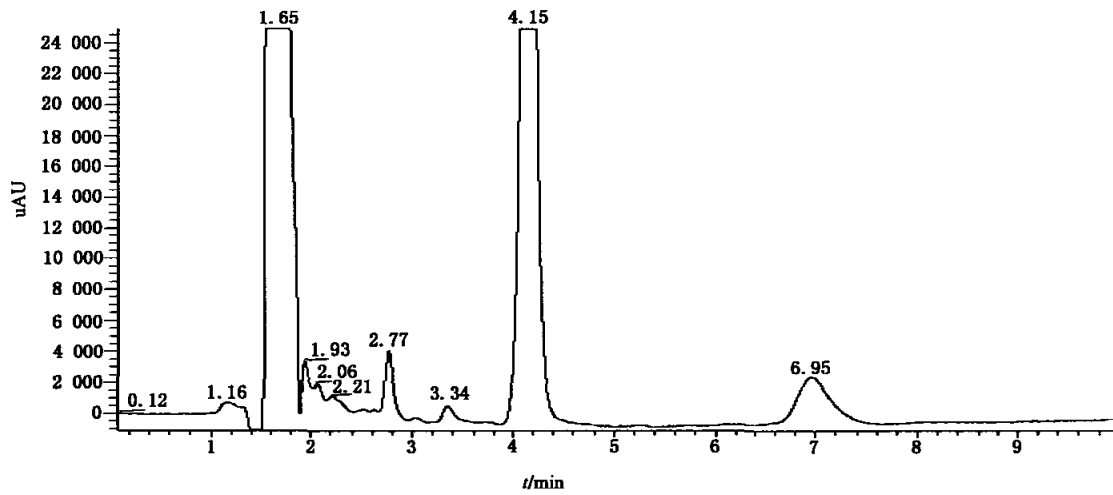
图 A.3 火腿样品回收率图



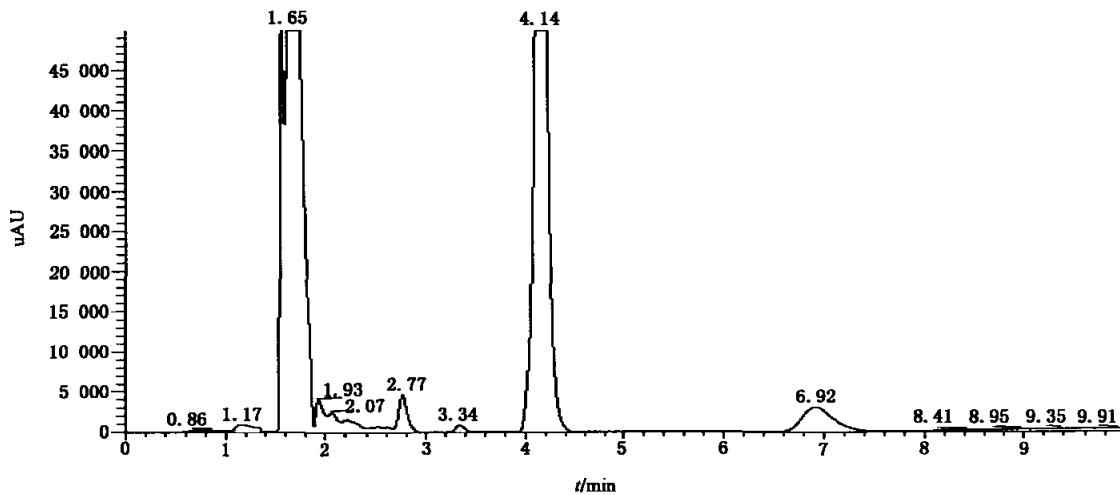
c) 火腿样品回收率图——纳他霉素添加量 10 µg/mL

图 A.3 (续)

A.4 月饼样品回收率图见图 A.4。

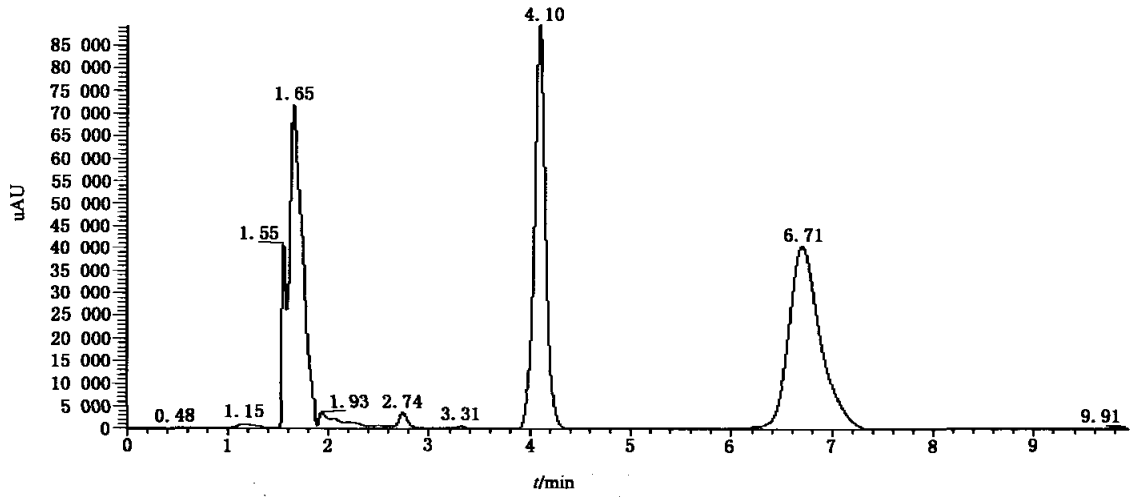


a) 月饼样品回收率图——纳他霉素添加量 0.5 µg/mL



b) 月饼样品回收率图——纳他霉素添加量 1.0 µg/mL

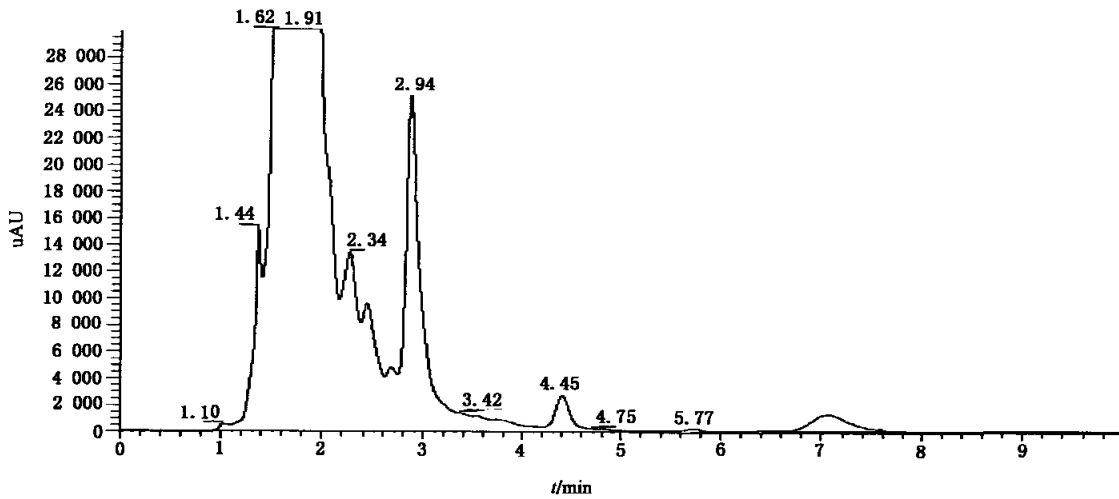
图 A.4 月饼样品回收率图



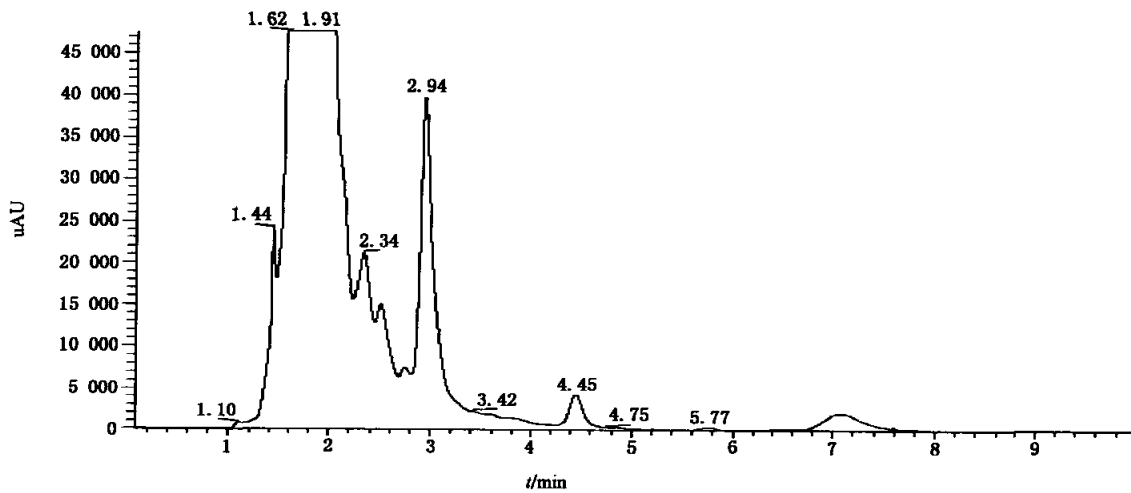
c) 月饼样品回收率图——纳他霉素添加量 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

图 A.4 (续)

A.5 糕点样品回收率图见图 A.5。

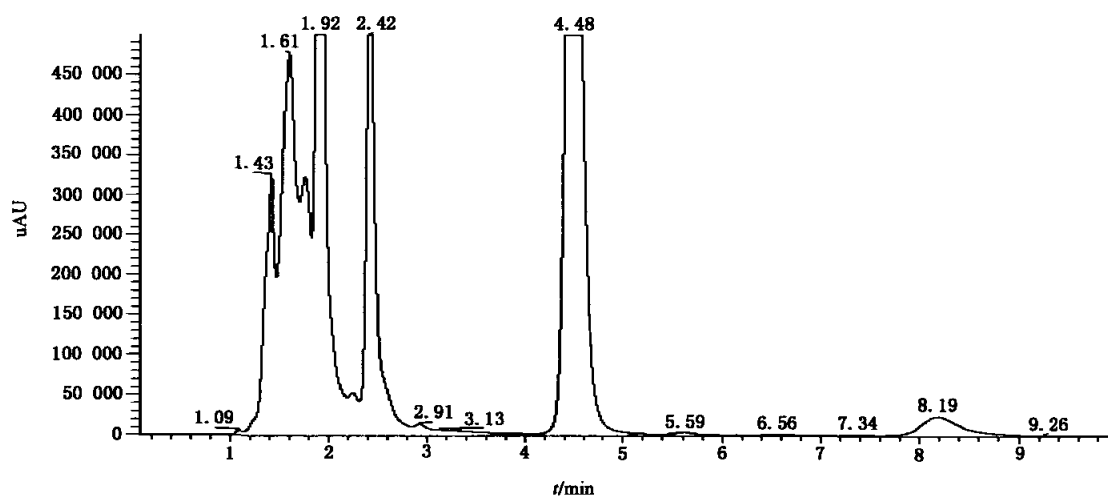


a) 糕点样品回收率图——纳他霉素添加量 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$



b) 糕点样品回收率图——纳他霉素添加量 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

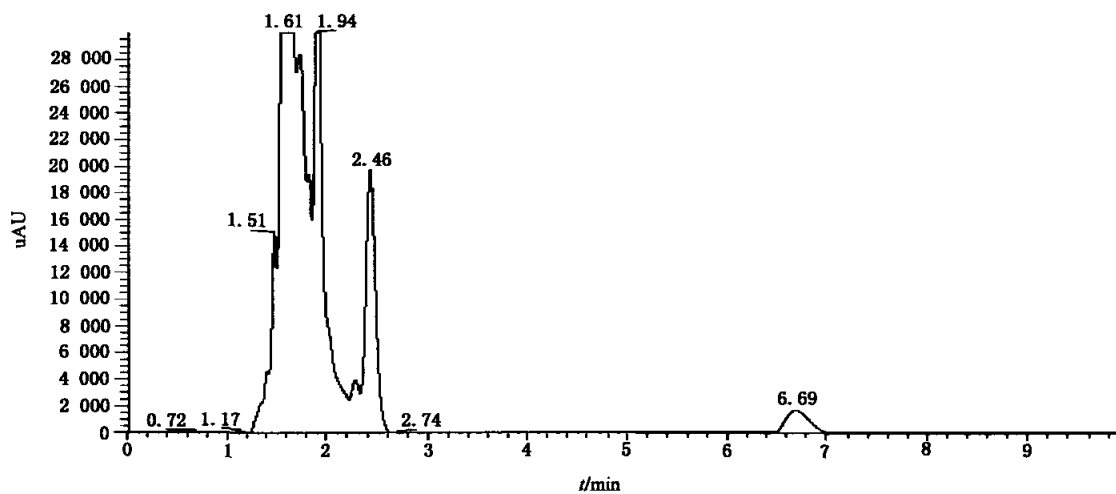
图 A.5 糕点样品回收率图



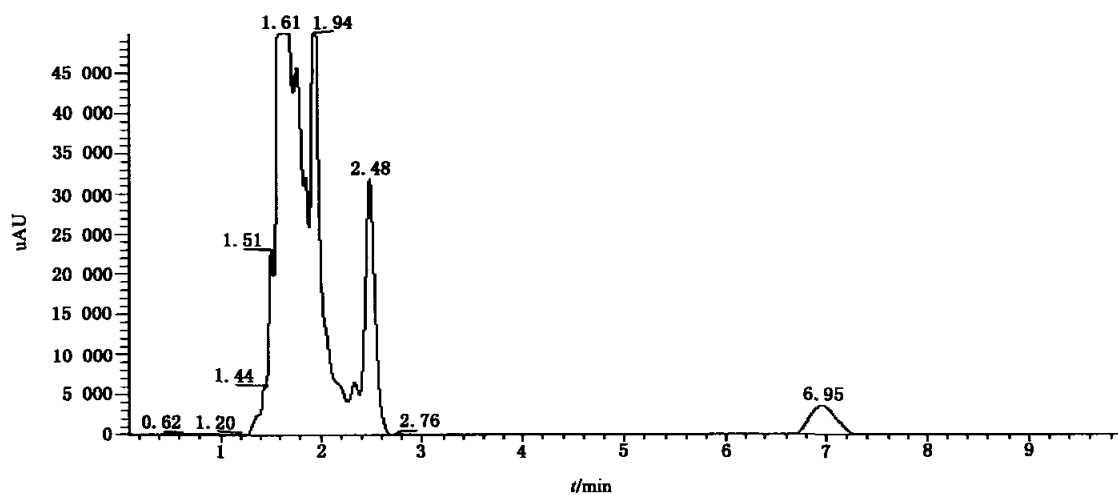
c) 糕点样品回收率图——纳他霉素添加量 10 µg/mL

图 A.5 (续)

A.6 橙汁样品回收率图见图 A.6。

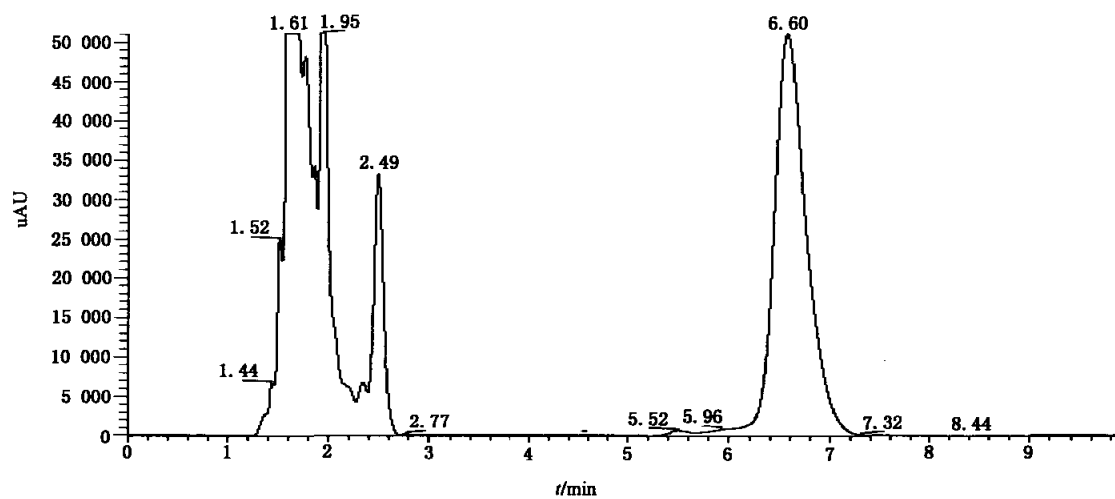


a) 橙汁样品回收率图——纳他霉素添加量 0.5 µg/mL



b) 橙汁样品回收率图——纳他霉素添加量 1.0 µg/mL

图 A.6 橙汁样品回收率图



c) 橙汁样品回收率图——纳他霉素添加量 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

图 A.6 (续)

