

中华人民共和国国家标准

苹果和山楂制品中展青霉素 限量卫生标准

GB 14974-94

Hygienic standard for tolerance limits
of patulin in apple and hawthorn products

1 主题内容与适用范围

本标准规定了苹果、山楂制品中展青霉素限量及检验方法。
本标准适用于苹果、山楂制品及其半成品(原汁、原酱)。

2 苹果、山楂制品中展青霉素最高允许量

苹果、山楂制品中展青霉素最高允许量见下表。

品 种	指标, $\mu\text{g}/\text{kg}$
半成品(原汁、原酱)	\leq 100
果汁、果酱	\leq 50
果酒	\leq 50
罐头	\leq 50
山楂条(饼)	\leq 50

3 检验方法

3.1 原理

样品中展青霉素经提取、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。

3.2 试剂

3.2.1 硅胶 GF₂₅₄。

3.2.2 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)。

3.2.3 展青霉素标准品。

3.2.4 乙酸乙酯。

3.2.5 1.5%碳酸钠溶液。

3.2.6 无水硫酸钠。

3.2.7 三氯甲烷。

3.2.8 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。

3.3 仪器

中华人民共和国卫生部 1994-03-18 批准

1994-09-01 实施

3.3.1 薄层扫描仪。

3.3.2 层析槽(内径 11.5 cm、高 20 cm 的标准缶)。

3.3.3 玻璃板 10 cm×10 cm。

3.3.4 紫外光灯。

3.4 操作方法

3.4.1 提取

3.4.1.1 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,用少许氯仿清洗瓶壁,浓缩干,加氯仿 0.4 mL 定容,供薄层色谱测定用。

3.4.1.2 果酱:称取样品 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 3.4.1.1。

3.4.2 测定

3.4.2.1 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。

3.4.2.2 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 μg/mL 的展青霉素标准液 10 μL,相距左边 4 cm 处滴加 10 μL 样液,在样品点同一垂直线上,距顶端 2 cm 处点 20 ng 的标准液,为位置参考点。

3.4.2.3 展开

横向展开到顶端后取出挥干,进行纵向展开,至顶端后,取出挥干,在 254 nm 紫外灯下观察,出现黑色吸收点则样品为阳性。进行扫描定量测定。

3.4.2.4 薄层色谱扫描测定

仪器操作条件:测定波长 270 nm;参考波长 310 nm;反射光测定;扫描速度 40 nm/min;记录仪纸速 20 nm/min;测定标准及样品中展青霉素峰面积。

3.4.2.5 阳性样品的确证:将阳性样品的薄层色谱板,喷以 MBTH 显色剂,130℃ 烘烤 15 min,冷至室温后,于 365 nm 紫外灯下观察,展青霉素应呈橙黄色点。

3.4.2.6 计算

$$\text{果汁: } X = c \times \frac{A}{S} \times V \times D \times \frac{1}{V_1} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{果酱: } X = c \times \frac{A}{S} \times V \times D \times \frac{1}{W} \times \frac{8}{5} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X——展青霉素含量,μg/mL;
 c——展青霉素标准液浓度,μg/mL;
 A——样液展青霉素峰面积;
 S——标准溶液展青霉素峰面积;
 V——加入氯仿定容体积,mL;
 D——样液点稀释倍数;
 W——样品的重量,g;
 V₁——液体样品的体积,mL。

3.5 精密度:变异系数(%)小于 10%。

3.6 最低检出限:3 μg/L。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

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、刘兴玠。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。