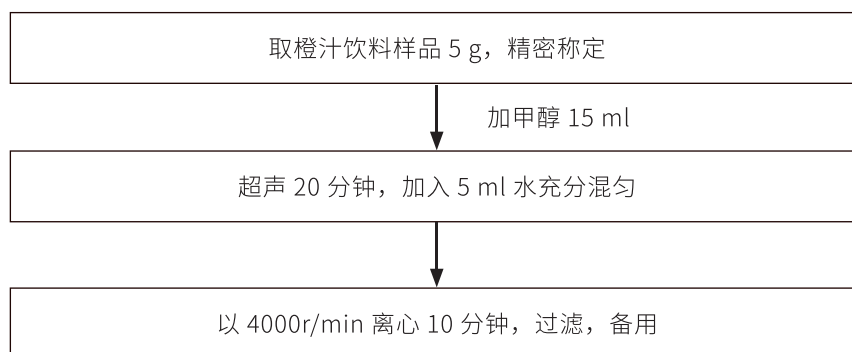


1.3 标准品配制和样品前处理

1.3.1 标准溶液配制

精密称取纳他霉素对照品 0.00988 g (含量为 98.3%)，加适量甲醇及 0.5 ml 冰乙酸超声溶解，用甲醇定容至 50 ml，配制为标准储备液，再用甲醇逐级稀释为 0.4855、0.9710、2.4275、4.8550、9.7100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列溶液，待测。

1.3.2 样品前处理



■ 结果

2.1 标准品谱图

按照 1.2 中分析条件进行测定，标准品色谱图如图 1 所示。

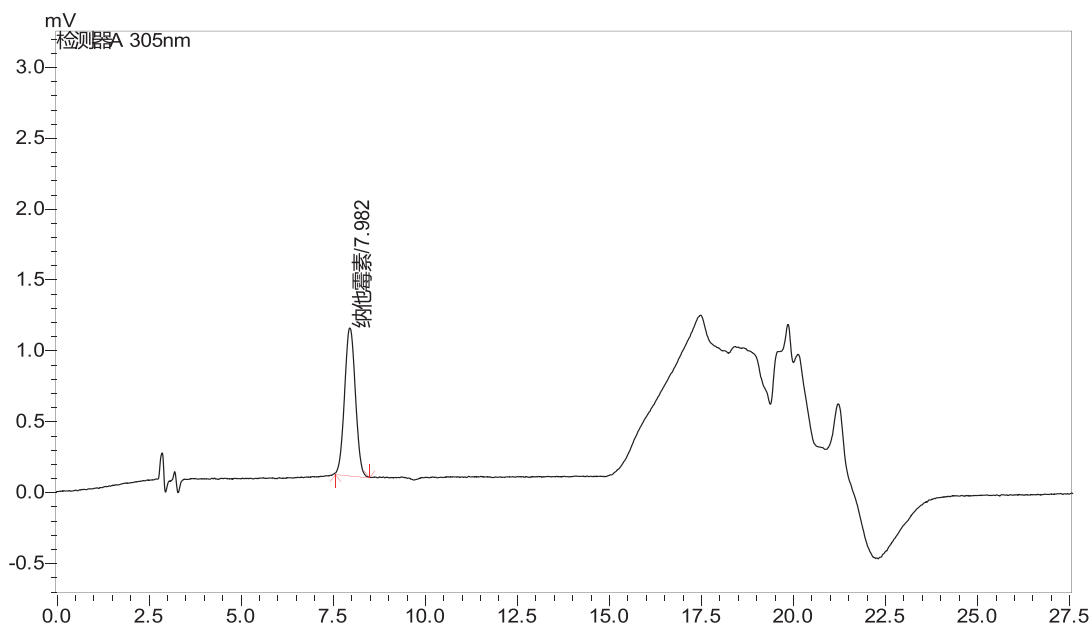


图 1 标准品色谱图 (0.4855 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

2.2 线性关系

按 1.3.1 配制标准系列溶液，按 1.2 条件分析。以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，外标法绘制校准曲线，校准曲线见图 2。校准曲线线性关系良好，相关系数大于 0.999，回读值准确度在 86.7~104.1% 之间。检出限、定量限使用 LabSolutions 软件计算，结果如表 2 所示。

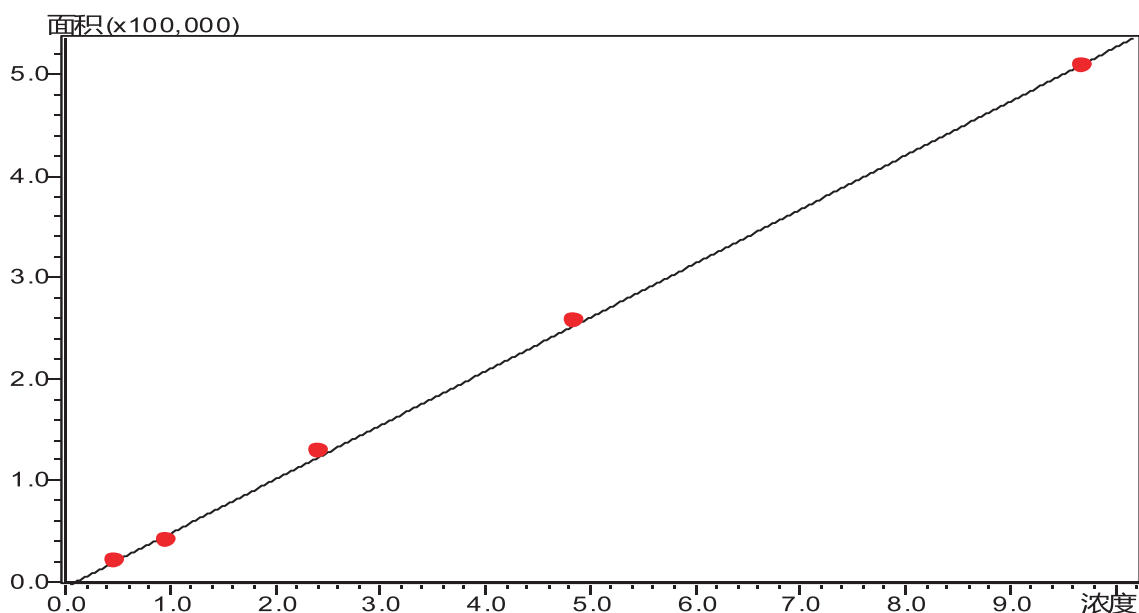


图 2 校准曲线图

表 2 校准曲线、检出限和定量限结果

化合物	浓度范围 ($\mu\text{g/mL}$)	校准曲线	相关系数	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
纳他霉素	0.4855-9.7100	$Y = (53159.6)X + (-5324.32)$	0.9997	0.06	0.18

2.3 精密度

取校准曲线最低浓度点 ($0.4855\mu\text{g/mL}$)，重复进样 5 次，精密度结果见表 3。目标物保留时间和峰面积的 RSD 均小于 2%，仪器精密度良好。

表 3 精密度结果 (n=6)

序号	保留时间	面积
1	7.896	21058
2	7.995	21124
3	7.992	21147
4	7.994	20989
5	7.992	21105
%RSD	0.51	0.30

2.4 回收率

橙汁饮料样品按照 1.3.2 进行样品前处理，上机测定，未检出纳他霉素。取橙汁饮料样品适量，添加标准品，按照 1.3.2 进行样品前处理，配制成两个不同浓度的加标样品，平行测定 2 次，纳他霉素加标回收率在 92.0~96.2% 之间，方法可靠。橙汁饮料样品、加标样品色谱图如图 3 所示，加标回收结果如表 4 所示。

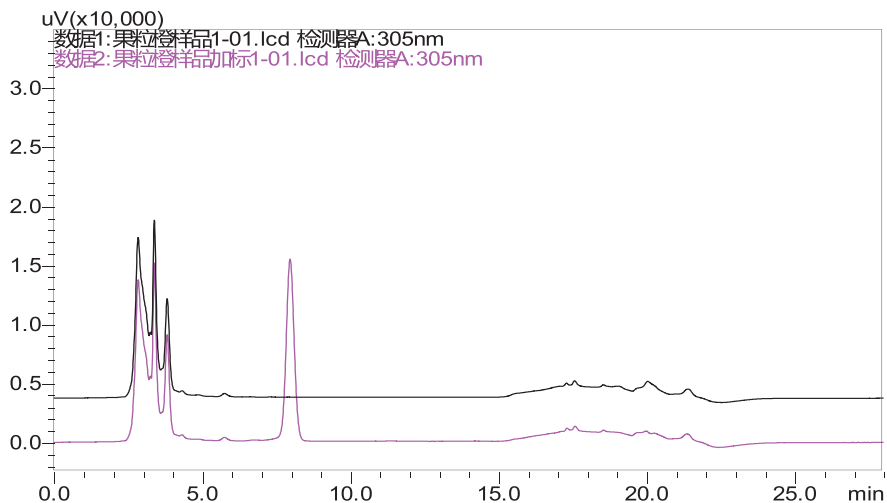


图3 橙汁饮料样品、加标样品色谱图

表4 橙汁饮料样品加标回收结果

加标量 (mg/kg)	实测含量 (mg/kg)	加标回收率 (%)
6.069	5.581	92.0
12.138	11.678	96.2

■ 结论

本文参考 GB 5009.286-2022，采用岛津液相色谱仪 LC-16，建立了食品中纳他霉素含量测定方法。采用外标法定量，标准曲线相关系数大于 0.999，回读值准确度在 86.7~104.1 % 之间，纳他霉素检出限为 0.06 mg/kg（低于标准规定的 0.14 mg/kg）；目标物保留时间和峰面积的 RSD 均小于 2%，精密度良好；橙汁饮料样品中纳他霉素加标回收率在 92.0~97.5% 之间。该方法操作方便，稳定可靠，适合用于食品中纳他霉素的含量测定。

岛津应用云

