

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 23212—2008

GB/T 23212—2008

牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 的测定 液相色谱-荧光检测法

Determination of aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂, M₁, M₂ content
in milk and milk powder—
HPLC-fluorescence detection method

中华人民共和国
国家标准
牛奶和奶粉中黄曲霉毒素
B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 的测定
液相色谱-荧光检测法
GB/T 23212—2008

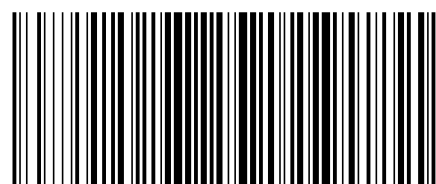
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-36695 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23212—2008

2008-12-31 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 B
(资料性附录)
回收率

黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 添加浓度及其回收率范围的试验数据见表 B.1。

表 B.1 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 添加浓度及其回收率范围的试验数据

化合物名称	牛 奶		奶 粉	
	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%
黄曲霉毒素 B ₁	0.002	55.0~71.0	0.02	51.8~67.5
	0.004	61.5~67.5	0.04	53.3~69.8
	0.010	57.0~76.1	0.10	58.9~68.5
	0.020	61.0~78.5	0.20	58.5~72.0
黄曲霉毒素 B ₂	0.001	62.7~75.5	0.10	54.2~78.5
	0.002	63.5~83.5	0.20	61.5~77.0
	0.005	60.4~87.8	0.50	60.6~80.0
	0.010	71.5~86.1	0.10	59.8~80.6
黄曲霉毒素 G ₁	0.003	69.0~96.7	0.03	56.3~72.0
	0.006	62.0~81.5	0.06	73.3~85.0
	0.015	64.7~95.3	0.15	65.3~76.0
	0.030	63.0~100	0.30	73.0~86.7
黄曲霉毒素 G ₂	0.003	71.3~98.3	0.03	71.0~96.7
	0.006	79.2~91.3	0.06	81.5~96.5
	0.015	75.3~96.0	0.15	83.3~93.3
	0.030	74.3~102	0.30	77.0~94.7
黄曲霉毒素 M ₁	0.005	58.8~83.6	0.05	68.4~86.8
	0.010	70.1~97.5	0.10	66.5~90.1
	0.025	66.8~85.2	0.25	60.0~86.8
	0.050	71.8~86.2	0.50	72.4~90.2
黄曲霉毒素 M ₂	0.005	43.0~74.8	0.50	51.0~64.6
	0.010	51.3~73.6	0.10	61.6~72.3
	0.025	50.8~74.8	0.25	55.2~72.8
	0.050	54.0~75.6	0.50	58.0~71.8

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国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈瑞春、段文仲、吕红英、郭春海、王丹娜、刘凌云、姚春毅、杨秀萍、庞国芳。

表 1 添加浓度范围及重复性和再现性方程(牛奶) 单位为微克每千克

化合物名称	添加浓度范围	重复性限 r	再现性限 R
黄曲霉毒素 B ₁	0.002~0.02	$r=0.0828m+0.1356$	$R=0.2840m-0.1494$
黄曲霉毒素 B ₂	0.001~0.01	$r=0.0706m+0.0499$	$R=0.2266m+0.034$
黄曲霉毒素 G ₁	0.003~0.03	$r=0.2649m-0.4593$	$R=0.4041m-0.3288$
黄曲霉毒素 G ₂	0.003~0.03	$r=0.2642m-0.3705$	$R=0.3424m-0.3056$
黄曲霉毒素 M ₁	0.005~0.05	$r=0.1364m+0.0347$	$R=0.3251m-0.0808$
黄曲霉毒素 M ₂	0.005~0.05	$r=0.2196m-0.5016$	$R=0.4198m+0.2699$

注： m 为两次测定结果的算术平均值。

表 2 添加浓度范围及重复性和再现性方程(奶粉) 单位为微克每千克

化合物名称	添加浓度范围	重复性限 r	再现性限 R
黄曲霉毒素 B ₁	0.02~0.2	$r=0.0841m+0.2187$	$R=0.1929m+1.0944$
黄曲霉毒素 B ₂	0.01~0.1	$r=0.1515m-0.1558$	$R=0.2840m-0.4642$
黄曲霉毒素 G ₁	0.03~0.3	$r=0.1316m+0.0758$	$R=0.1536m+1.5094$
黄曲霉毒素 G ₂	0.03~0.3	$r=0.1326m+0.4572$	$R=0.1858m+0.7329$
黄曲霉毒素 M ₁	0.05~0.5	$r=0.1507m-0.5879$	$R=0.2461m+2.4964$
黄曲霉毒素 M ₂	0.05~0.5	$r=0.1590m-3.6476$	$R=0.3274m-7.6695$

注： m 为两次测定结果的算术平均值。

如果差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.3 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 添加浓度范围及再现性方程见表 1 和表 2。

牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 的测定 液相色谱-荧光检测法

1 范围

本标准规定了牛奶、奶粉中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 含量的液相色谱-荧光检测法。

本标准适用于牛奶、奶粉中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 含量的测定。

本标准方法的检出限:牛奶中:黄曲霉毒素 B₁ 为 0.002 μg/kg,黄曲霉毒素 B₂ 为 0.001 μg/kg,黄曲霉毒素 G₁、G₂ 为 0.003 μg/kg,黄曲霉毒素 M₁、M₂ 为 0.005 μg/kg;奶粉中:黄曲霉毒素 B₁ 为 0.02 μg/kg,黄曲霉毒素 B₂ 为 0.01 μg/kg,黄曲霉毒素 G₁、G₂ 为 0.03 μg/kg,黄曲霉毒素 M₁、M₂ 为 0.05 μg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

试样经溶解、离心、过滤后,当样品通过免疫亲和柱时,黄曲霉毒素特异性抗体选择性地与存在的黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ (抗原)键合,形成抗体-抗原复合物。甲醇-乙腈混合溶液洗脱,带荧光检测器的高效液相色谱仪经柱后衍生测定黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂ 的含量,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 过溴化溴化吡啶。

4.4 甲醇-乙腈混合溶液(4+5):取 40 mL 甲醇,加入 50 mL 乙腈,混合均匀。

4.5 柱后衍生液:称取 0.05 g 过溴化溴化吡啶,溶解于 1 000 mL 水中,以 0.45 μm 的尼龙滤膜过滤,4℃避光保存。

4.6 黄曲霉毒素 B₁ (CAS NO. 1162-65-8)、B₂ (CAS NO. 7220-81-7)、G₁ (CAS NO. 1165-39-5)、G₂ (CAS NO. 7241-98-7)、M₁ (CAS NO. 6795-23-9)、M₂ (CAS NO. 6885-57-0) 标准物质:纯度大于等于 99%。