

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381.4—2005

GB/T 8381.4—2005

配合饲料中 T-2 毒素的测定 薄层色谱法

Method for determination of T-2 toxin in formula feed—
Thin layer chromatography

中华人民共和国
国家标准
配合饲料中 T-2 毒素的测定
薄层色谱法
GB/T 8381.4—2005

*

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.bzcb.com

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 0.5 字数 7 千字
2006 年 1 月第一版 2006 年 1 月第一次印刷

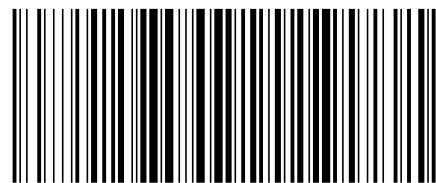
*

书号: 155066·1-26927 定价 8.00 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 8381.4—2005

2005-09-05 发布

2006-02-01 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

子,在 120℃烘干备用。

4.16 T-2 毒素标准品溶液:称取 T-2 毒素标准品(4.1)25.0 mg,精确到 0.1 mg,用无水乙醇(4.2)溶解,转入 50 mL 量瓶中,再用无水乙醇稀释至刻度,此溶液含 T-2 毒素 0.5 mg/mL。吸取此标准溶液 1.0 mL,用无水乙醇稀释至 10 mL,此溶液含 T-2 毒素 50 μg/mL。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.2 天平:感量 0.01 g。

5.3 小型粉碎机。

5.4 电动振荡器。

5.5 旋转蒸发器。

5.6 层析柱:内径 2 cm,长 10 cm。

5.7 具塞浓缩瓶:容量 10 mL,底部具 0.2 mL 刻度尾管。

5.8 玻璃板:规格 5 cm×20 cm。

5.9 薄层涂布器:涂布厚度 0.3 mm。

5.10 展开槽:卧式,内长 25 cm,宽 6 cm,高 4 cm;立式,内长 10 cm,宽 6 cm,高 25 cm。

5.11 紫外光灯:波长 365 nm。

5.12 微量注射器:10 μL、25 μL。

6 试样的制备

将按 GB/T 14699.1 取得的样品,四分法缩分,取约 200 g,经粉碎,全部过 1 mm 孔筛,混匀,装入磨口瓶中备用。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 20 g 试样(6),精确到 0.01 g,置 200 mL 具塞锥形瓶中,加 8 mL 水和 100 mL 三氯甲烷-无水乙醇(4.7),密塞,在瓶塞上涂层水,盖严防漏。振荡 1 h,通过折叠快速定性滤纸过滤,取 25 mL 滤液于 100 mL 蒸发瓶中,置旋转蒸发器(5.5)上 45℃减压蒸发至干。

7.2 净化

7.2.1 液-液分配

用 100 mL 石油醚(4.3)分次溶解蒸发瓶中的残渣,洗入 250 mL 分液漏斗中,再用 30 mL 甲醇-水(4.8)分次洗涤蒸发瓶,转入同一分液漏斗。振摇分液漏斗 1.5 min,静置约 15 min,使分层后,将下层甲醇-水提取液过净化柱,不要将两交界处的白色絮物放入柱内。

7.2.2 柱净化

在层析柱(5.6)下端塞约 0.1 g 脱脂棉,尽量塞紧,先装入 0.5 g 中性氧化铝(4.14),敲平表面,再加入 0.5 g 活性炭(4.15),敲紧。将层析柱下端插入胶塞,塞在抽滤瓶上,抽滤瓶中放入一平底管接收流出液。打开真空泵,使活性炭压紧,将分液漏斗中的甲醇-水提取液小心地沿管壁加入柱内,控制流速不超过 3 mL/min,提取液过柱快完毕时,加入 10 mL 甲醇-水淋洗柱,继续抽滤,直至不再有液体流出。

7.3 试料溶液的制备

过柱后的流出液(7.2.2)转入 100 mL 蒸发瓶中,置旋转蒸发器上,45℃减压蒸发至干。取下蒸发瓶置沸水浴上至完全干燥,趁热加入 3 mL 乙酸乙酯(4.4),加热至沸腾,在水浴上轻轻地反复摇动蒸发瓶,使残渣中的 T-2 毒素溶出,冷却至室温后转入浓缩瓶(5.7)中。加约 0.5 mL 甲醇-丙酮(4.9)于蒸发瓶中,超声破碎残渣,将蒸发瓶置水浴上挥干溶剂后,加入 3 mL 乙酸乙酯,加热至沸,转动蒸发瓶,使充

前 言

本标准参考了 GB/T 14933—1994《小麦中 T-2 毒素的酶联免疫吸附测定方法》。

本标准与 GB/T 14933—1994 的主要差异如下:

——将 GB/T 14933—1994 中 5.2.2.1 的活性炭用量的表述“加入 0.4g 活性炭”修改为“加入 0.5g 活性炭”。这是为了减少流出液中夹带的干扰性杂质;

——将 GB/T 14926.5—1994 中酶联免疫吸附测定改为薄层色谱测定;

——修改了其中不符合 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》之处。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由农业部饲料质量监督检验测试中心(沈阳)负责起草,吉林省兽药监察所和国家饲料质量监督检验中心(北京)参加起草。

本标准主要起草人:陈莹莹、曹东、董永亮、战石、李雪兰、李广生、刘同民、杨曙明。