

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0339—95

---

### 出口茶叶中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 检验方法

Method for the determination of aflatoxin B<sub>1</sub>  
in tea for export

1995-05-29 发布

1995-11-01 实施

---

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

## 出口茶叶中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 检验方法

SN 0339—95

Method for the determination of aflatoxin B<sub>1</sub>  
in tea for export

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口茶叶中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 含量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。  
本标准适用于出口茶叶中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 含量的检验。

### 2 抽样和制样

#### 2.1 检验批

以不超过 2 000 件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

#### 2.2 抽样数量

批量,件	最低抽样数,件
1~5	1
6~50	2
51~500	11
501~1 000	16
1 001~1 500	19
1 501~2 000	20

#### 2.3 抽样方法

从整批产品堆垛的上下不同部位随机抽取 2.2 规定的件数,逐件开启。分别倒出全部茶叶于塑料布上,用取样铲从每件中各取出有代表性的样品约 500 g。将所取样品充分混匀,用四分法或分样器逐步缩分出 500 g,装入洁净密封的样品筒内,加封后,标明标记,及时送实验室。

#### 2.4 试样制备

将所取回样品全部磨碎,通过 20 目筛,混匀,均分成两份试样,装入洁净容器内,密封,标明标记。

#### 2.5 试样保存

将试样于室温下保存。

注:在抽样和制样的操作过程中,必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

### 3 测定方法

#### 3.1 方法提要

样品用三氯甲烷提取,提取液经硅胶柱净化,净化后的提取液用三氟乙酸衍生,用配有荧光检测器的液相色谱仪测定,外标法定量。

#### 3.2 试剂和材料

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1995-05-29 批准

1995-11-01 实施

所用试剂,除特殊注明外,均为分析纯,水为重蒸馏水。

- 3.2.1 三氯甲烷。
- 3.2.2 正己烷。
- 3.2.3 苯。
- 3.2.4 甲醇:紫外光谱级。
- 3.2.5 乙腈:紫外光谱级。
- 3.2.6 三氟乙酸。
- 3.2.7 乙腈-水溶液(1+1)。
- 3.2.8 三氯甲烷-甲醇溶液(95+5)。
- 3.2.9 苯-乙腈溶液(98+2)。
- 3.2.10 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.2.11 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准溶液:准确称取适量的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准品,以苯-乙腈溶液(3.2.9)于棕色容量瓶中,配成浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准贮备液。根据需要,再配成适当浓度的标准工作溶液。

### 3.3 仪器和设备

- 3.3.1 液相色谱仪,配有荧光检测器。
- 3.3.2 硅胶小柱:Waters Sep-pak Silica 前处理小柱或相当的硅胶前处理小柱。
- 3.3.3 振荡器。
- 3.3.4 旋转蒸发器,配有 100 mL 具尾管的圆底烧瓶。
- 3.3.5 微量注射器。
- 3.3.6 离心管:5 mL 具塞磨口。
- 3.3.7 粉碎机。
- 3.3.8 滤膜:有机系用,0.45  $\mu\text{m}$ 。
- 3.3.9 微孔滤膜过滤器:有机系用,0.5  $\mu\text{m}$ 。

### 3.4 测定步骤

#### 3.4.1 提取

称取试样 5.0 g(精确到 0.1 g)置于 100 mL 具塞锥形烧瓶中,加入 15 mL 三氯甲烷,于振荡器上提取 30 min,然后经垫有玻璃纤维的漏斗过滤。收集滤液于旋转蒸发器的具尾管圆底烧瓶内,并用三氯甲烷洗涤滤渣,收集滤液至约 20 mL。

#### 3.4.2 净化

用旋转蒸发器将上述滤液在 50℃ 水浴中浓缩至约 1 mL,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后,注入硅胶小柱中。用 2~4 mL 正己烷洗涤烧瓶后淋洗小柱,弃去流出液。然后用 3~4 mL 三氯甲烷-甲醇溶液(3.2.8)以每秒钟 2 滴的流速洗脱,收集洗脱液于离心管中。用氮气缓缓吹干,供衍生用。

#### 3.4.3 衍生

##### 3.4.3.1 试样

加 200  $\mu\text{L}$  正己烷和 50  $\mu\text{L}$  三氟乙酸于上述离心管中,盖紧磨口塞,超声振荡 1 min,静置 10 min,打开磨口塞,缓缓通入氮气至干。用乙腈-水溶液(1+1)(3.2.7)定容至 1.0 mL,超声 1 min,用 0.5  $\mu\text{m}$  滤膜过滤,滤液供液相色谱用。

##### 3.4.3.2 标准工作溶液

取 1.0 mL 标准工作溶液,用氮气缓缓吹干,按 3.4.3.1 步骤操作。

#### 3.4.4 测定

##### 3.4.4.1 色谱条件

- a. 色谱柱:NOVA PAK C<sub>18</sub>, 300 mm $\times$ 3.9 mm(内径)。
- b. 流动相:甲醇-水溶液(42+58)。