



中华人民共和国国家标准

GB 5413.37—2010

GB 5413.37—2010

食品安全国家标准

乳和乳制品中黄曲霉毒素 M₁ 的测定

National food safety standard

Determination of aflatoxin M₁ in milk and milk products

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准

乳和乳制品中黄曲霉毒素 M₁ 的测定

GB 5413.37—2010

*

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 1.25 字数 27 千字

2010年5月第一版 2010年5月第一次印刷

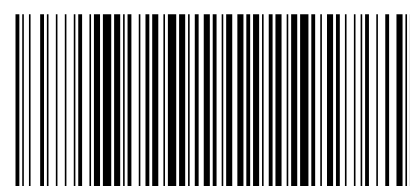
*

书号: 155066·1-40160 定价 21.00 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 5413.37-2010

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

附录 B
(资料性附录)

多个不同实验室的试验结果

世界各地 16 个实验室参加了低脂肪(1%)和高脂肪(28%)乳粉样品的协同试验。高脂肪样品是用于制作参比物质的残留物,所以黄曲霉毒素 M₁ 的含量是已知的。

对于乳粉,其污染水平为 0.08 μg/kg~0.6 μg/kg,即对于乳而言,污染水平为 8 ng/L~60 ng/L。

试验结果根据 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 规定的统计方法获得,其精密度的数据列于表 B.1。

表 B.1 精密度数据

样品编号	1	2	3	4	5
实验室个数 ^a	12	4	13	11	14
平均值/(ng/kg)	81	150	80	202	580
重复性值 r /(ng/kg)	23	60.1	15	27	203
再现性值 R /(ng/kg)	52	98	41	61	310
重复性变异系数/(%)	9.9	14.0	6.8	4.7	12.5
复验性变异系数/(%)	23	22.7	18.3	10.8	19.1

^a 减少的实验室数是根据 Cochran 和 Grubbs 统计方法应该从样本中剔除的数据。

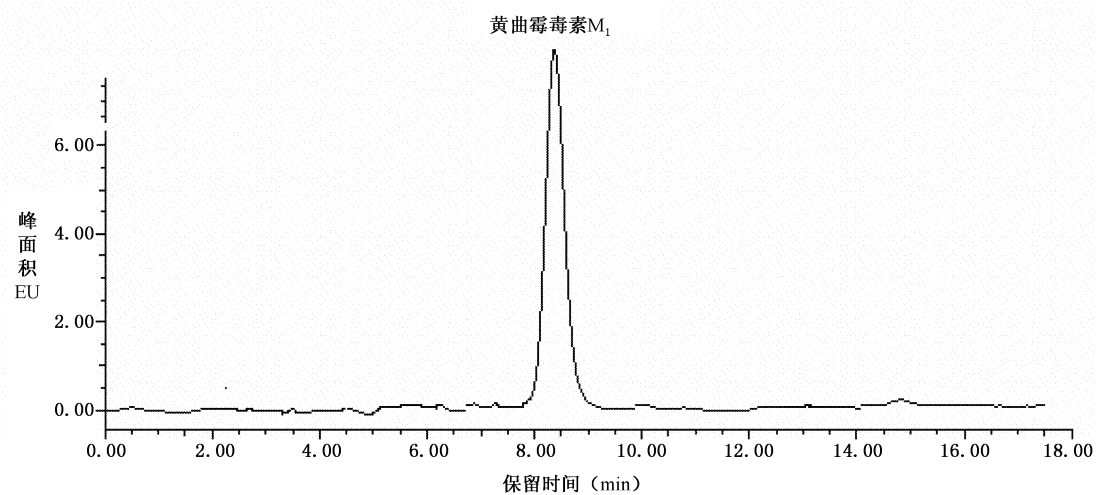


图 B.1 高效液相色谱分离黄曲霉毒素 M₁ 的标准图

前 言

本标准第一法对应于 ISO 14501:2007 Milk and milk powder—Determination of aflatoxin M₁ content—Clean-up by immunoaffinity chromatography and determination by high-performance liquid chromatography,本标准第一法与 ISO 14501:2007 的一致性程度为非等效;本标准第二法和第三法代替 GB/T 18980—2003;本标准第四法来自于 NY/T 1664—2008《牛乳中黄曲霉毒素 M₁ 的快速检测双流向酶联免疫法》。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

附录 A (资料性附录)

黄曲霉毒素 M₁ 免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法色谱图及参考条件

A.1 黄曲霉毒素 M₁ 免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法色谱图及参考条件

免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法黄曲霉毒素 M₁ 子离子扫描图见图 A.1。

免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法黄曲霉毒素 M₁ 色谱-质谱图见图 A.2。

免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法液相色谱梯度洗脱条件见表 A.1。

免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法离子源控制条件见表 A.2。

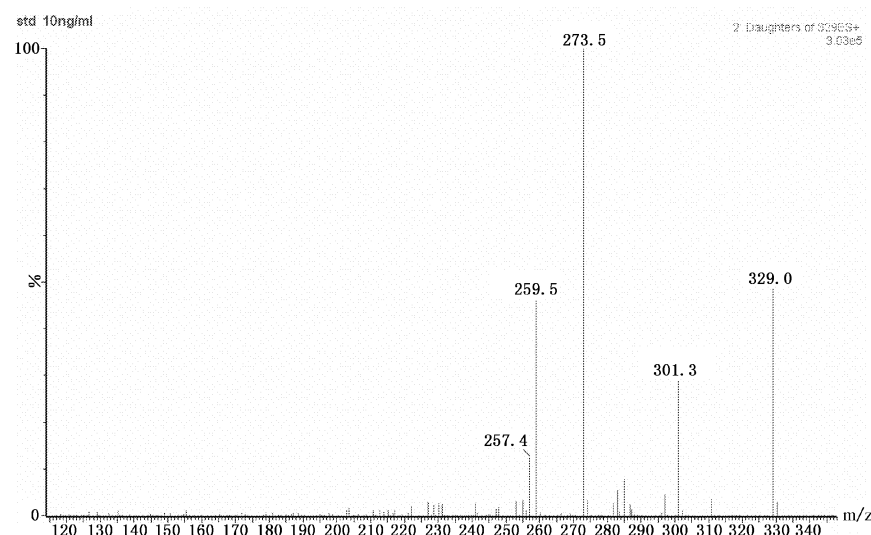


图 A.1 黄曲霉毒素 M₁ 子离子扫描图

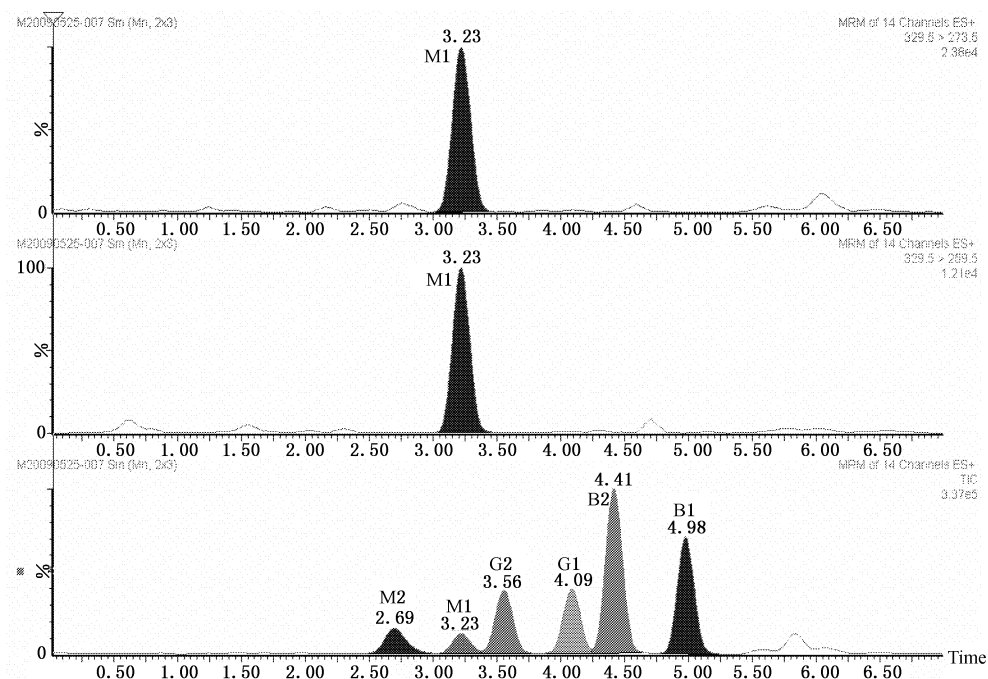


图 A.2 黄曲霉毒素 M₁ 色谱-质谱图

食品安全国家标准

乳和乳制品中黄曲霉毒素 M₁ 的测定

1 范围

本标准规定了乳和乳制品中黄曲霉毒素 M₁ 的测定方法。

本标准第一法适用于乳和乳制品中黄曲霉毒素 M₁ 的测定；第二法适用于乳、乳粉，以及低脂乳、脱脂乳、低脂乳粉和脱脂乳粉中黄曲霉毒素 M₁ 的测定；第三法适用于乳和乳粉中黄曲霉毒素 M₁ 的测定；第四法适用于液态乳和乳粉中黄曲霉毒素 M₁ 的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

第一法 免疫亲和层析净化液相色谱-串联质谱法

3 原理

试样液体或固体试样提取液经均质、超声提取、离心，取上清液经免疫亲和柱净化，洗脱液经氮气吹干，定容，微孔滤膜过滤，经液相色谱分离，电喷雾离子源离子化，多反应离子监测(MRM)方式检测。基质加标外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲酸(HCOOH)。
- 4.2 乙腈(CH₃CN)：色谱纯。
- 4.3 石油醚(C_nH_{2n+2})：沸程为 30℃~60℃。
- 4.4 三氯甲烷(CHCl₃)。
- 4.5 氮气：纯度≥99.9%。
- 4.6 黄曲霉毒素 M₁ 标准样品：纯度≥98%。
- 4.7 乙腈-水溶液(1+4)：在 400 mL 水中加入 100 mL 乙腈。
- 4.8 乙腈-水溶液(1+9)：在 450 mL 水中加入 50 mL 乙腈。
- 4.9 0.1%甲酸水溶液：吸取 1 mL 甲酸(4.1)，用水稀释至 1 000 mL。
- 4.10 乙腈-甲醇溶液(50+50)：在 500 mL 乙腈中加入 500 mL 甲醇。
- 4.11 氢氧化钠溶液(0.5 mol/L)：称取 2 g 氢氧化钠溶解于 100 mL 水中。
- 4.12 空白基质溶液

分别称取与待测样品基质相同的、不含所测黄曲霉毒素的阴性试样 8 份于 100 mL 烧杯中。以下操作按 6.1 试液提取和 6.2 净化步骤进行。合并所得 8 份试样的纯化液，用 0.22 μm 微孔滤膜的一次性滤头(5.23)过滤。弃去前 0.5 mL 滤液，接取少量滤液供液相色谱-质谱联用仪检测。

获得色谱-质谱图后，对照附录 A 中的图 A.2，在相应的保留时间处，应不含黄曲霉毒素 M₁。剩余滤液转移至棕色瓶中，在 -20℃ 电冰箱内保存，供配制标准系列溶液使用。