

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.22—2003
代替 GB/T 5009.22—1996

GB/T 5009.22—2003

食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定

Determination of aflatoxin B₁ in foods

中华人民共和国
国家标准
食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定
GB/T 5009.22—2003

*

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.bzchs.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 1 字数 19 千字
2004年8月第一版 2004年8月第一次印刷

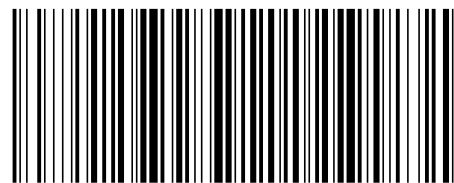
*

书号:155066·1-21426 定价 12.00 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 5009.22-2003

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.22—1996《食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.22—1996 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定》；

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由中国预防医学科学院营养及食品卫生研究所、中华人民共和国青岛进出口商品检验局负责起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所、北京市营养源研究所负责起草。

本标准第二法主要起草人：计融、路戈、罗雪云、张镛、王健伟。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

7.18.5.3 用前按 A 液+B 液+蒸馏水为 24.3+25.7+50 的比例(体积比)配制。

7.18.6 封闭液的制备:同抗体稀释液。

8 仪器

- 8.1 小型粉碎机。
- 8.2 电动振荡器。
- 8.3 酶标仪,内置 490 nm 滤光片。
- 8.4 恒温水浴锅。
- 8.5 恒温培养箱。
- 8.6 酶标微孔板。
- 8.7 微量加样器及配套吸头。

9 分析步骤

9.1 取样

同 5.1。

9.2 提取

9.2.1 大米和小米(脂肪含量<3.0%)的提取¹⁾

试样粉碎后过 20 目筛,称取 20.0 g,加入 250 mL 具塞锥形瓶中。准确加入 60 mL 三氯甲烷,盖塞后滴水封严。150 r/min 振荡 30 min。静置后,用快速定性滤纸过滤于 50 mL 烧杯中。立即取 12 mL 滤液(相当 4.0 g 试样)于 75 mL 蒸发皿中,65℃水浴通风挥干。用 2.0 mL 20%甲醇-PBS 分三次(0.8 mL、0.7 mL、0.5 mL)溶解并彻底冲洗蒸发皿中凝结物,移至小试管,加盖振荡后静置待测。此液每毫升相当 2.0 g 试样。

9.2.2 玉米的提取(脂肪含量 3.0%~5.0%)

试样粉碎后过 20 目筛,称取 20.0 g,加入 250 mL 具塞锥形瓶中,准确加入 50.0 mL 甲醇-水(80+20)溶液和 15.0 mL 石油醚,盖塞后滴水封严。150 r/min 振荡 30 min。用快速定性滤纸过滤于 125 mL 分液漏斗中。待分层后,放出下层甲醇-水溶液于 50 mL 烧杯中,从中取 10.0 mL(相当于 4.0 g 试样)于 75 mL 蒸发皿中。以下按 9.2.1 自“65℃水浴通风挥干……”起依法操作。

9.2.3 花生的提取(脂肪含量 15.0%~45.0%)

试样去壳去皮粉碎后称取 20.0 g,加入 250 mL 具塞锥形瓶中,准确加入 100.0 mL 甲醇-水(55+45)溶液和 30 mL 石油醚,盖塞后滴水封严。150 r/min 振荡 30 min。静置 15 min 后用快速定性滤纸过滤于 125 mL 分液漏斗中。待分层后,放出下层甲醇-水溶液于 100 mL 烧杯中,从中取 20.0 mL(相当于 4.0 g 试样)置于另一 125 mL 分液漏斗中,加入 20.0 mL 三氯甲烷,振摇 2 min,静置分层(如有乳化现象可滴加甲醇促使分层),放出三氯甲烷于 75 mL 蒸发皿中。再加 5.0 mL 三氯甲烷于分液漏斗中重复振摇提取后,放出三氯甲烷一并于蒸发皿中,以下按 9.2.1 自“65℃水浴通风挥干……”起依法操作。

9.2.4 植物油的提取

用小烧杯称取 4.0 g 试样,用 20.0 mL 石油醚,将试样移于 125 mL 分液漏斗中,用 20.0 mL 甲醇-水(55+45)溶液分次洗烧杯,溶液一并移于分液漏斗中(精炼油 4.0 g 样为 4.525 mL,直接用移液器加入分液漏斗,再加溶剂后振摇),振摇 2 min。静置分层后,放出下层甲醇-水溶液于 75 mL 蒸发皿中,再用 5.0 mL 甲醇-水溶液重复振摇提取一次,提取液一并加入蒸发皿中,以下按 9.2.1 自“65℃水浴通风挥干……”起依法操作。

¹⁾脂肪含量参照《食物成分表》,中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所编著,1991年8月,第一版。

食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定

1 范围

本标准规定了粮食、花生及其制品、薯类、豆类、发酵食品及酒类等各种食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定方法。

本标准适用于粮食、花生及其制品、薯类、豆类、发酵食品及酒类等各种食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定。

在第一法中,薄层板上黄曲霉毒素 B₁ 的最低检出量为 0.000 4 μg,检出限为 5 μg/kg。第二法对黄曲霉毒素 B₁ 的检出限为 0.01 μg/kg。

第一法

2 原理

试样中黄曲霉毒素 B₁ 经提取、浓缩、薄层分离后,在波长 365 nm 紫外光下产生蓝紫色荧光,根据其在薄层上显示荧光的最低检出量来测定含量。

3 试剂

- 3.1 三氯甲烷。
- 3.2 正己烷或石油醚(沸程 30℃~60℃或 60℃~90℃)。
- 3.3 甲醇。
- 3.4 苯。
- 3.5 乙腈。
- 3.6 无水乙醚或乙醚经无水硫酸钠脱水。
- 3.7 丙酮。

以上试剂在试验时先进行一次试剂空白试验,如不干扰测定即可使用,否则需逐一进行重蒸。

- 3.8 硅胶 G,薄层色谱用。
- 3.9 三氟乙酸。
- 3.10 无水硫酸钠。
- 3.11 氯化钠。
- 3.12 苯-乙腈混合液:量取 98 mL 苯,加 2 mL 乙腈,混匀。
- 3.13 甲醇水溶液:55+45。
- 3.14 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液

3.14.1 仪器校正:测定重铬酸钾溶液的摩尔消光系数,以求出使用仪器的校正因素。准确称取 25 mg 经干燥的重铬酸钾(基准级),用硫酸(0.5+1 000)溶解后并准确稀释至 200 mL,相当于 $[c(K_2Cr_2O_7)=0.000 4 \text{ mol/L}]$ 。再吸取 25 mL 此稀释液于 50 mL 容量瓶中,加硫酸(0.5+1 000)稀释至刻度,相当于 0.000 2 mol/L 溶液。再吸取 25 mL 此稀释液于 50 mL 容量瓶中,加硫酸(0.5+1 000)稀释至刻度,相当于 0.000 1 mol/L 溶液。用 1 cm 石英杯,在最大吸收峰的波长(接近 350 nm 处)用硫酸(0.5+1 000)作空白,测得以上三种不同浓度的摩尔溶液的吸光度,并按式(1)计算出以上三种浓度的摩尔消光系数的平均值。