

附录 A
(资料性附录)
标准品色谱图

黄曲霉毒素标准溶液色谱图见图 A.1。

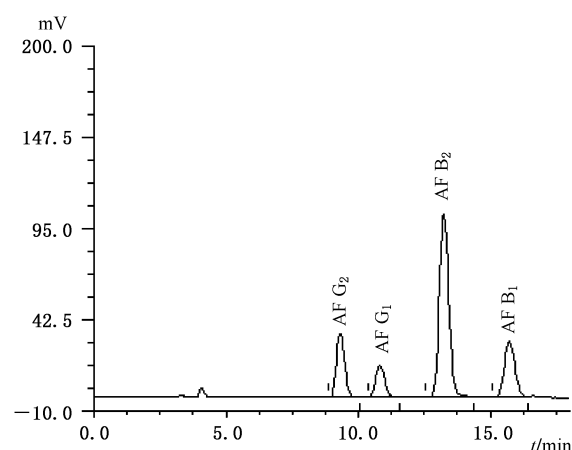


图 A.1 黄曲霉毒素标准溶液(B₁ 10 μg/L、B₂ 10 μg/L、G₁ 10 μg/L、G₂ 10 μg/L)色谱图

GB/T 30955—2014



中华人民共和国国家标准

GB/T 30955—2014

饲料中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的测定 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法

Determination of aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂ content in feeds—
High performance liquid chromatography with immunoaffinity column clean-up



GB/T 30955-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50141

定价: 14.00 元

2014-07-08 发布

2015-01-10 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

光化学衍生系统。

柱温:30 ℃。

进样量:20 μL。

7.3.2 色谱测定

分别取相同体积样液和标准工作溶液注入高效液相色谱仪,在上述色谱条件下测定试样的响应值(峰高或峰面积)。经过与黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 标准溶液谱图比较响应值得到试样中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的浓度 $c(\mu\text{g}/\text{L})$ 。标准品色谱图参见附录 A。

警告——黄曲霉毒素是高致癌性物质,应十分小心处理。使用过的玻璃容器及黄曲霉毒素溶液用5%浓度次氯酸钠溶液浸泡过夜。

8 结果计算与表述

8.1 结果计算

试样中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 含量以质量分数 X_i 计,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$),按式(1)计算:

$$X_i = \frac{P_i \times V_i \times c_i \times V_{st}}{P_{st} \times m \times V_i} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

P_i —— 试样溶液中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 各组分的峰面积值;

V_i —— 样品的总稀释体积,单位为毫升(mL);

c_i —— 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 各标准溶液浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_{st} —— 标准溶液的进样体积(μL);

P_{st} —— 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 各标准溶液峰面积平均值;

m —— 试样质量,单位为克(g)。

8.2 结果表示

测定结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果表示到小数点后一位。

9 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于其算术平均值的15%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的测定
免疫亲和柱净化-高效液相色谱法

GB/T 30955—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 8 千字
2014年11月第一版 2014年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50141 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)68510107

50 ℃下,氮气吹干仪吹干,用适量的甲醇+水(45+55)溶液(4.5)定容为混合标准工作液,黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂各分别为0 ng/mL、1 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL。

4.9 PBS缓冲溶液:称取8.0 g氯化钠,1.2 g磷酸氢二钠,0.2 g磷酸二氢钾,0.2 g氯化钾,用990 mL纯水溶解,然后用浓盐酸调节pH值至7.0,最后用纯水稀释至1 000 mL。

4.10 次氯酸钠。

5 仪器和设备

实验室常规仪器、设备、材料及下列各项。

- 5.1 高速均质器,18 000 r/min~22 000 r/min,或震荡器。
- 5.2 黄曲霉毒素免疫亲和柱,柱容量≥300 ng。
- 5.3 玻璃纤维滤纸,直径11 cm,孔径1.5 μm。
- 5.4 玻璃定量管,10 mL。
- 5.5 氮吹仪,50 ℃。
- 5.6 光化学衍生系统。
- 5.7 高效液相色谱仪,带荧光检测器。

6 试样采集与制备

按GB/T 14699.1采样;按GB/T 20195用四分法缩减至500 g,粉碎后过1 mm孔径的分析筛,混匀后装入密闭容器,冷藏保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样(粒度小于1 mm)50.0 g于250 mL具塞锥形瓶中,加入5.0 g氯化钠及准确加入100.0 mL(V₁)甲醇+水(8+2)溶液(4.4),以均质器高速搅拌提取2 min,或震荡器震荡30 min。定量滤纸过滤,准确移取10.0 mL(V₂)滤液并加入40.0 mL(V₃)PBS缓冲溶液(4.9)稀释,用玻璃纤维滤纸过滤1~2次,至滤液澄清,备用。

7.2 净化

将免疫亲和柱连接于10.0 mL玻璃定量管下。准确移取10.0 mL(V₄)样品提取液注入玻璃定量管中,将空气压力泵与玻璃定量管连接,调节压力使溶液以不超过2 mL/min流速缓慢通过免疫亲和柱,待溶液全部流出后,以10.0 mL纯水清洗柱子2次,弃去全部流出液。准确加入1.0 mL(V)甲醇(4.1)洗脱,流速不超过1 mL/min,收集全部洗脱液于玻璃试管中,加纯水定容为2.0 mL,供色谱检测用。

7.3 测定

7.3.1 色谱条件

色谱柱:C₁₈柱,长150 mm,内径4.6 mm,填料直径5 μm,或相当者。

流动相:甲醇+水(45+55)溶液(4.5)。

流速:0.8 mL/min。

检测波长:激发波长360 nm;发射波长440 nm。

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位:浙江大学饲料科学研究所、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]、北京中检维康技术有限公司。

本标准主要起草人:余东游、饶正华、李卫芬、李兰、王雄、果旗、梁权。