

附录 A
(资料性附录)

脱氧雪腐镰刀菌烯醇的标准品色谱图

脱氧雪腐镰刀菌烯醇的标准品色谱图见图 A.1。

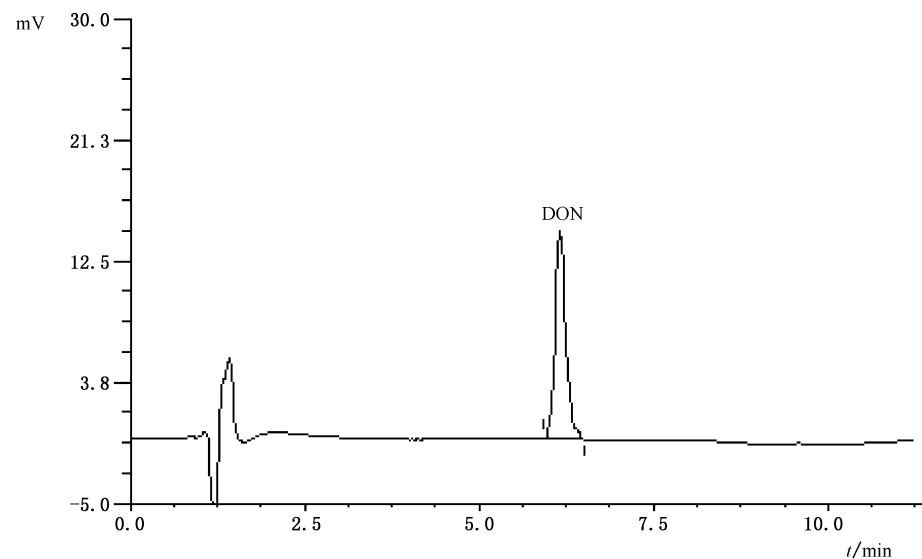


图 A.1 2 mg/kg 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的标准溶液液相色谱图

GB/T 30956—2014

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 30956—2014

饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法

Determination of deoxynivalenol in feeds—High performance
liquid chromatography with immunoaffinity column clean-up



GB/T 30956—2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50139

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

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

试样中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量,以质量分数 X 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \times n \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c —— 试样溶液中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V —— 上机液的定容液体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样称取量,单位为克(g);

n —— 稀释倍数。

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定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定
免疫亲和柱净化-高效液相色谱法

GB/T 30956—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: 155066·1-50139 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

- 5.1 免疫亲和柱,柱容量 ≥ 1.25 mg,回收率 $\geq 85\%$ 。
- 5.2 振荡器。
- 5.3 氮吹仪。
- 5.4 高速均质器:18 000 r/min~22 000 r/min。
- 5.5 高效液相色谱仪,配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 5.6 真空装置或空气压力泵,符合免疫亲和柱的要求。
- 5.7 玻璃纤维滤纸,直径 21 mm、125 mm。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 采集有代表性的样品,按 GB/T 20195 进行样品制备。粉碎过 1 mm 孔筛,混合均匀,装入密闭容器,低温保存备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取粉碎试样约 50 g(精确到 0.1 g)置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 10 g 聚乙二醇(4.3)及 200 mL 水,高速均质(5.4)2 min,或振荡器(5.2)振荡 60 min。静置,通过快速定性滤纸过滤,以玻璃纤维滤纸(5.7)过滤 1~2 次,至滤液澄清,随即进行免疫亲和柱净化操作。

7.2 净化

将免疫亲和柱(5.1)连接于 10 mL 玻璃定量管下。准确移取 1 mL 澄清提取滤液(7.1)注入玻璃定量管中,将空气压力泵(5.6)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,直至有部分空气通过柱体。以 5 mL 水清洗柱子 1 次,弃去全部流出液,并使 3 mL 以上空气通过柱体。准确加入 1 mL 甲醇(4.1)洗脱,流速不超过 1 mL/min,收集洗脱液于玻璃试管中,再用氮吹仪(5.3)于 50 °C 以下吹干。用 0.5 mL 流动相(4.4)溶解残渣,涡旋混匀,过 0.45 μ m 滤膜,供液相色谱测定。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱测定参考条件

色谱柱:C₁₈柱,柱长 150 mm,内径 4.6 mm,填料直径 5 μ m 或相当者;

流动相:见 4.4;

流速:0.8 mL/min;

检测波长:218 nm;

进样量:20 μ L;

柱温:室温。

7.3.2 色谱测定

分别取试样溶液和标准工作液各 20 μ L(或相同体积)注入高效液相色谱仪进行测定,以标准工作液浓度为横坐标,以峰面积积分值为纵坐标,绘制标准工作曲线,以保留时间定性,用标准工作曲线对试样进行定量。脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准溶液色谱图参见附录 A。

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。

本标准由农业部饲料质量监督检验测试中心(南昌)、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)]、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所、上海市饲料质量监督检验站负责起草。

本标准主要起草人:文虹、饶辉、周华娇、符金华、尹腾桂、徐田放、饶正华、杨琳芬、邢磊、赵薇娜、赵志辉。