

ICS 67.040  
X 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25228—2010

GB/T 25228—2010

## 粮油检验 玉米及其制品中伏马毒素 含量测定 免疫亲和柱净化高效 液相色谱法和荧光光度法

Inspection of grain and oils—Determination of fumonisins in corn and  
its products by high liquid chromatography and fluorometer with  
immunoaffinity column cleanup

中华人民共和国  
国家标准  
粮油检验 玉米及其制品中伏马毒素  
含量测定 免疫亲和柱净化高效  
液相色谱法和荧光光度法  
GB/T 25228—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 字数 19 千字  
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-40676 定价 18.00 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 25228-2010

2010-09-26 发布

2011-03-01 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

附录 C  
(资料性附录)

免疫亲和柱层析净化荧光光度法联合实验室测试结果

免疫亲和柱层析净化荧光光度法的实验室间测试统计结果见表 C.1, 样品为添加了伏马毒素标准品 FBs(FB<sub>1</sub>+FB<sub>2</sub>+FB<sub>3</sub>=5+2+1)的玉米和玉米制品。

表 C.1 联合实验室测试结果

项 目	玉米			玉米制品		
	FBs	FBs	FBs	FBs	FBs	FBs
参加实验室的数量	6	6	6	6	6	6
样品的数量	1	1	1	1	1	1
去除离群值后的测试实验室数量	6	6	6	6	6	6
所有可接受结果的数量	18	18	18	18	18	18
平均值/(mg/kg)	0.801	3.93	7.84	0.798	3.98	7.73
重复性的标准偏差, $s_r$ /(mg/kg)	0.162 5	0.461 3	1.156 1	0.144 9	0.698 4	0.792 3
重复性的变异系数/%	20.3	11.7	14.7	18.2	17.6	10.2
重复性限值, $r$ /(mg/kg)	0.460	1.305	3.272	0.410	1.977	2.242
再现性标准偏差, $s_R$ /(mg/kg)	0.162 5	0.461 3	1.156 1	0.144 9	0.698 4	0.792 3
再现性的变异系数/%	20.3	11.7	14.7	18.2	17.6	10.2
再现性限值, $R$ /(mg/kg)	0.460	1.305	3.272	0.410	1.977	2.242
回收率/%	80.1	78.6	78.4	79.8	79.6	77.3

## 前 言

本标准中的免疫亲和柱净化高效液相色谱法修改采用国际分析化学师协会的测定方法《AOAC 官方方法 2001.04 玉米和玉米片中伏马毒素的测定 免疫亲和柱净化液相色谱法》(Official method 2001.04 Determination of fumonisins B<sub>1</sub> and B<sub>2</sub> in corn and corn flakes—Liquid chromatography with immunoaffinity column cleanup)。

为了便于使用,本标准对 AOAC official method 2001.04 进行了下列修改:

- 将适用测定浓度范围修改为检出限,删除了该标准中实验室间测试数据表 A 和表 B,增加了国内实验室间测试数据;
- 修改了对免疫亲和柱的要求;
- 修改了标准曲线的浓度范围;
- 将定容体积由 200  $\mu$ L 改为 400  $\mu$ L;
- 增加了空白试验;
- 简化了结果计算。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家粮食局科学研究院。

本标准参加起草单位:北京中检维康技术有限公司。

本标准主要起草人:王松雪、王雄、刘焯、张艳、孙长坡、王岩。

附录 A  
(资料性附录)  
伏马毒素 B<sub>1</sub> 和 B<sub>2</sub> 标准品的参考色谱图

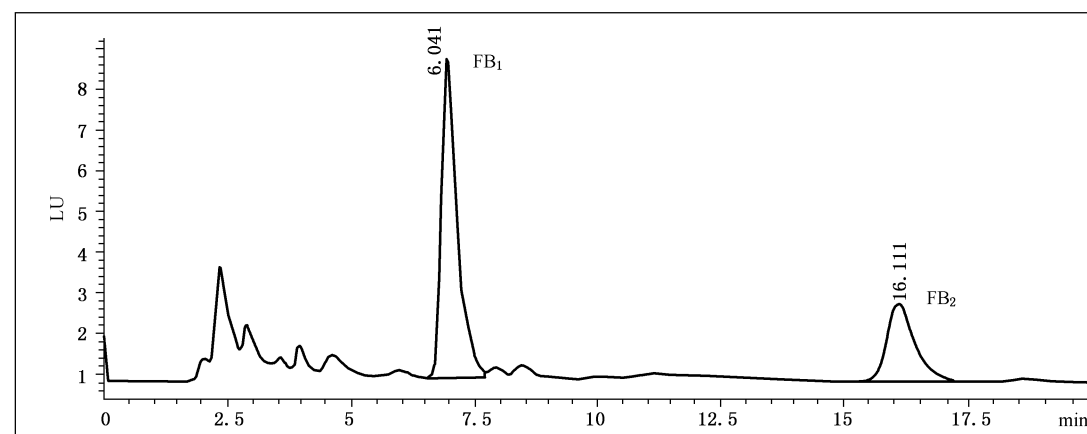


图 A.1 伏马毒素 B<sub>1</sub> 和 B<sub>2</sub> 标准品的参考色谱图

## 粮油检验 玉米及其制品中伏马毒素 含量测定 免疫亲和柱净化高效 液相色谱法和荧光光度法

### 1 范围

本标准规定了采用免疫亲和柱净化高效液相色谱法和免疫亲和柱净化荧光光度法测定玉米及其制品中伏马毒素测定的原理、试剂和材料、仪器和设备、操作步骤及结果表示。

本标准中免疫亲和柱净化高效液相色谱法适用于玉米和玉米制品中伏马毒素 B<sub>1</sub> 和 B<sub>2</sub> 的测定,免疫亲和柱净化荧光光度法适用于玉米和玉米制品中伏马毒素总量的测定。

免疫亲和柱净化高效液相色谱法的检测限为 0.1 mg/kg;免疫亲和柱净化荧光光度法的检测限为 0.5 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 免疫亲和柱层析净化高效液相色谱法

#### 3.1 原理

利用免疫亲和反应净化样品,以邻苯二甲醛柱前衍生伏马毒素为荧光化合物,用反相高效液相色谱进行分离、检测,外标法测定伏马毒素 B<sub>1</sub> 和 B<sub>2</sub> 的含量。

#### 3.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

- 3.2.1 甲醇:色谱纯,或纯度相当。
- 3.2.2 乙腈:色谱纯,或纯度相当。
- 3.2.3 磷酸二氢钠(NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O)。
- 3.2.4 四硼酸钠(Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>·10H<sub>2</sub>O)。
- 3.2.5 氯化钠。
- 3.2.6 磷酸氢二钠。
- 3.2.7 磷酸二氢钾。
- 3.2.8 氯化钾。
- 3.2.9 浓盐酸。
- 3.2.10 磷酸。
- 3.2.11 邻苯二甲醛(OPA)。
- 3.2.12 2-巯基乙醇(MCE)。
- 3.2.13 0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液:称取 15.6 g 磷酸二氢钠(3.2.3),用水溶解并定容为 1 L。
- 3.2.14 0.1 mol/L 四硼酸钠溶液:称取 3.8 g 四硼酸钠(3.2.4),用水溶解并定容至 100 mL。
- 3.2.15 2 mol/L 盐酸溶液:将 1 体积浓盐酸(3.2.9)溶解在 5 体积水中。