

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 25220—2010

GB/T 25220—2010

粮油检验 粮食中赭曲霉毒素 A 的测定 高效液相色谱法和荧光光度法

Inspection of grain and oils—Determination of ochratoxin A in grains by high performance liquid chromatography and fluorometer

中华人民共和国
国家标准
粮油检验 粮食中赭曲霉毒素 A 的测定
高效液相色谱法和荧光光度法
GB/T 25220—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 20 千字
2010 年 11 月第一版 2010 年 11 月第一次印刷

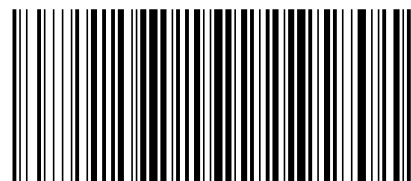
*

书号: 155066·1-40665 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 25220-2010

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

表 B.3 为 2008 年组织的有 5 个实验室参与的离子交换固相萃取柱净化高效液相色谱法实验室间测试统计结果,样品为添加了赭曲霉毒素 A 标准品的小麦、稻谷和玉米。

表 B.3 离子交换固相萃取柱净化高效液相色谱法测试结果的统计分析

项 目	玉米			小麦			稻谷		
参加实验室的数量	5	5	5	5	5	5	5	5	5
样品的数量	1	1	1	1	1	1	1	1	1
去除离群值后的测试实验室数量	4	5	5	4	5	5	4	5	5
所有可接受结果的数量	12	15	15	12	15	15	12	15	15
平均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0.909	4.206	8.678	0.861	4.679	9.224	0.926	4.680	9.177
重复性的标准偏差, S_r /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0.034	0.180	0.183	0.031	0.120	0.256	0.048	0.245	0.287
重复性的变异系数/%	3.8	4.3	2.1	3.6	2.6	2.8	5.2	5.2	3.1
重复性限值, r /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0.097	0.509	0.517	0.089	0.340	0.725	0.135	0.693	0.813
再现性标准偏差, S_R /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0.143	0.693	0.873	0.133	0.418	1.021	0.095	0.400	1.403
再现性的变异系数/%	15.7	16.5	10.1	15.4	8.9	11.1	10.3	8.6	15.3
再现性限值, R /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0.403	1.962	2.472	0.375	1.184	2.890	0.270	1.133	3.969
回收率/%	90.9	84.1	86.8	86.1	93.6	92.2	92.6	93.6	91.8

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 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:上海国家粮食质量监测中心、北京中检维康技术有限公司、吉林省粮油卫生检验监测站。

本标准主要起草人:王松雪、王雄、何志军、刘焯、薛斌、张艳、孙长坡、马小妮、王岩、高晓春。

附录 A
(资料性附录)
赭曲霉毒素 A 标准品的色谱图

赭曲霉毒素 A 标准品的色谱图如图 A.1 和图 A.2 所示。

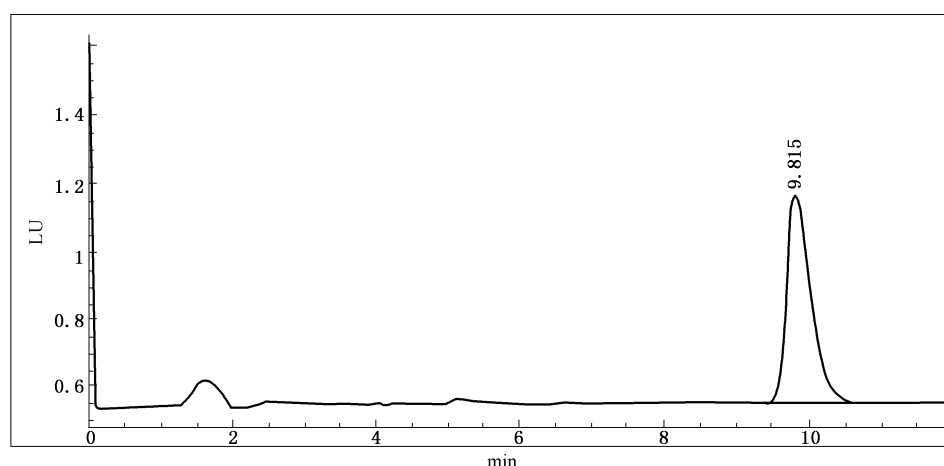


图 A.1 免疫亲和柱净化高效液相色谱法条件下赭曲霉毒素 A 标准品的色谱图

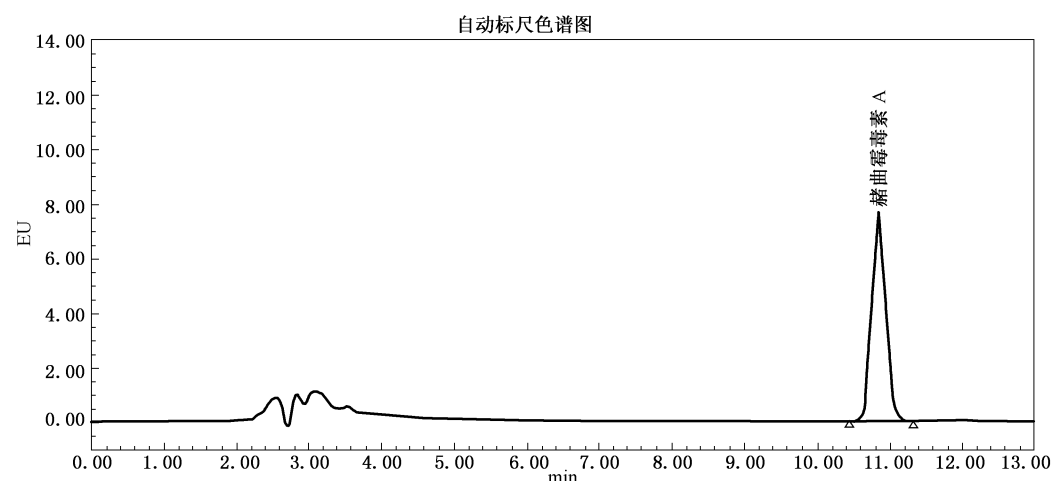


图 A.2 离子交换固相萃取柱净化高效液相色谱法条件下赭曲霉毒素 A 标准品的色谱图

粮油检验 粮食中赭曲霉毒素 A 的测定
高效液相色谱法和荧光光度法

1 范围

本标准规定了采用高效液相色谱法和荧光光度法测定粮食中赭曲霉毒素 A 的原理、试剂和材料、仪器和设备、操作步骤及结果表示。

本标准适用于小麦、玉米、稻谷中赭曲霉毒素 A 的测定。

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的检测限均为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，离子交换固相萃取柱净化高效液相色谱法检测限为 $0.8 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 免疫亲和柱净化高效液相色谱法

3.1 原理

试样中的赭曲霉毒素 A 用乙腈+水提取后，利用抗体与其相应抗原之间的专一性免疫亲和反应，以含有赭曲霉毒素 A 特异性抗体的免疫亲和层析柱净化提取液，用配有荧光检测器的高效液相色谱仪测定，外标法定量。

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 中二级用水要求。

3.2.1 乙腈：色谱纯。

3.2.2 甲醇：色谱纯。

3.2.3 氯化钠。

3.2.4 冰醋酸。

3.2.5 吐温-20(Tween-20)。

3.2.6 碳酸氢钠。

3.2.7 磷酸氢二钠。

3.2.8 磷酸二氢钾。

3.2.9 氯化钾。

3.2.10 浓盐酸。

3.2.11 赭曲霉毒素 A(Ochratoxin A, OTA)标准品：纯度 $\geq 99\%$ 。

3.2.12 提取液：乙腈(3.2.1)+水=60+40。

3.2.13 磷酸盐缓冲溶液(PBS)：8.0 g 氯化钠(3.2.3)、1.2 g 磷酸氢二钠(3.2.7)、0.2 g 磷酸二氢钾(3.2.8)和 0.2 g 氯化钾(3.2.9)溶解于约 990 mL 水中，用浓盐酸(3.2.10)调节 pH 至 7.0，用水稀释至 1 L。

3.2.14 淋洗缓冲液：25 g 氯化钠(3.2.3)、5 g 碳酸氢钠(3.2.6)溶于水中，加入 0.1 mL 吐温-20(3.2.5)，用水稀释至 1 L。