

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0347—95

出口饲料中棕曲霉毒素 A 的检验方法

Method for the determination of ochratoxin A
in fodders for export

1995-05-29 发布

1995-11-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口饲料中棕曲霉毒素 A 的检验方法

SN 0347—95

Method for the determination of ochratoxin A in fodders for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口饲料中棕曲霉毒素 A 检验的抽样、制样和高效液相色谱测定方法。
本标准适用于出口豆粕粉、玉米粕粉、菜籽粕粉等饲料中棕曲霉毒素 A 的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 250 t(口岸 500 t)为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

按一批总袋数的平方根〔式(1)〕抽取。

$$a = \sqrt{N} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: N —— 全批袋数;

a —— 抽样袋数。

注: a 值取整数,小数部分向前进位为整数。

2.3 抽样工具

2.3.1 金属单管抽样器:全长 65~75 cm,槽口长 50~55 cm,口宽 1~1.8 cm,头尖形,最大外径约 2.5 cm,或其他等效抽样器。

2.3.2 取样铲。

2.3.3 分样器、混样布、分样台和分样板等。

2.3.4 样品筒(袋):可密封。

2.4 抽样方法

2.4.1 袋内抽样:按 2.2 规定的抽样袋数(扣除倒包抽样袋数),在堆垛四周上、中、下各部位以曲线形走向,随机抽取。将扦槽向下,从每袋一角依斜对角方向插入袋内,然后将扦槽旋转朝上,抽出扦样器,立即倒入盛样容器内。每袋抽取样品数量应基本一致。

2.4.2 倒包抽样:从堆垛的各部位随机抽取 2.2 条规定的应抽样件数的 10%(不少于 3 包),将袋口缝线全部拆开,平置于分样布或其他洁净的铺垫物上,双手紧握袋底两角提起约 50 cm 高,倒拖 1.5 m 长,全部倒出后,检查货物的外观、气味、有无发霉、变质等,并查看货内和货间品质是否均匀。确认情况后,用取样铲随机在各部位抽取样品,每包取样数量应一致。

2.4.3 大样缩分:集中袋内和倒包所取的样品,倒于分样布上,混匀,使用分样板按四分法缩分样品不少于 4 kg,倒入盛样容器内,加封后,标明标记并及时送实验室。

2.5 试样制备

将样品缩分到 1 kg,全部磨碎,通过 20 目筛,混匀,均分成两份,装入洁净容器内,密封,标明标记。

2.6 试样保存

将试样于 5℃下避光保存。

3 测定方法

3.1 方法提要

样品中的棕曲霉毒素 A 经提取、净化、浓缩后,以乙腈-1.5%乙酸为流动相,采用高效液相色谱仪荧光检测器进行测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为超纯水。

3.2.1 乙腈。

3.2.2 三氯甲烷。

3.2.3 石油醚(沸程 30~60℃)。

3.2.4 盐酸。

3.2.5 硫酸:优级纯。

3.2.6 乙酸。

3.2.7 碳酸氢钠溶液:50 g/L。称 50 g 碳酸氢钠溶于 1 000 mL 水中。

3.2.8 氯化钾溶液:40 g/L。称 40 g 氯化钾溶于 1 000 mL 水中。

3.2.9 氯化钾-硫酸溶液:在 600 mL 氯化钾溶液(3.2.8)中加入 400 mL 浓硫酸。

3.2.10 提取剂:乙腈-氯化钾硫酸溶液(3.2.9)(90+10)。

3.2.11 棕曲霉毒素 A 标准品:纯度 $\geq 95\%$ 。

3.2.12 棕曲霉毒素 A 标准贮备液:称取棕曲霉毒素 A 标准品(精确至 0.000 1 g)配成 5~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的乙腈溶液,作为贮备液。再用紫外分光光度法标定浓度(最大吸收峰波长 333 nm,分子量 403,摩尔消光系数为 5 550)。

3.2.13 棕曲霉毒素 A 标准工作液:用乙腈将上述贮备液精确稀释成最终浓度为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

上述标准溶液均需置于棕色瓶中,低温冰箱(-18℃)内保存。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪并配备荧光检测器和自动进样设备。

3.3.2 粉碎器。

3.3.3 振荡器。

3.3.4 旋转蒸发器。

3.3.5 溶剂过滤器,附适用有机滤膜。

3.3.6 一次性滤膜 0.45 μm 。

3.3.7 全玻璃系统重蒸馏装置。

3.3.8 微量注射器:1 μL 、10 μL 、50 μL 、100 μL 。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取约 10.0 g(精确至 0.1 g)试样,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加 100.0 mL 提取剂(3.2.10),湿润瓶塞、盖紧、振荡 30 min 后,以快速定性滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用提取剂洗涤滤渣数次,滤液最终定容至 100 mL。取定容后的滤液 50.0 mL 于一分液漏斗内,用石油醚萃取两次(每次用量 20 mL)。弃去石油醚层。在乙腈-水层中加 20 mL 水,用三氯甲烷三次萃取毒素(用量依次为 25、15、15 mL),弃去水层。将三氯甲烷溶液用 5%碳酸氢钠溶液萃取三次(每次用量 20 mL),收集水层合并液,并用 6 mol/L