



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381—2008/ISO 6651:2001
代替 GB/T 8381—1987

饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定 半定量薄层色谱法

**Determination of aflatoxin B₁ in animal feeding stuffs—
Semi-quantitative thin layer chromatographic methods**

(ISO 6651:2001, Animal feeding stuffs—Semi-quantitative
determination of aflatoxin B₁—Thin layer chromatographic methods, IDT)

2008-11-21 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器	2
6 采样	3
7 分析步骤	3
8 计算和结果表示	8
9 实验室间试验	8
10 试验报告	8
附录 A (资料性附录) 实验室间试验结果	9

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 6651:2001《饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的半定量测定 薄层色谱法》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 6651:2001,为便于使用,做了下列编辑性修改:

- 标准中文名称修改为《饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定 半定量薄层色谱法》;
- 删除了国际标准的前言;
- 将“本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点符号“.”代替小数点符号“,”;
- 在引用文件中,用“GB/T 20195 动物饲料 试样的制备”代替“ISO 6498”;
- 在引用文件中,增加“GB/T 14699.1 饲料 采样”;
- 对图 2 中的展开方向符号进行了更正,将“Ⅰ”改为“Ⅱ”,“Ⅱ”改为“Ⅰ”。

本标准代替 GB/T 8381—1987《饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定方法》。

本标准与 GB/T 8381—1987 相比,主要变化如下:

- 在试剂条款中,删除黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液制备时仪器校正内容,并增加黄曲霉毒素 B₁ 三氯甲烷标准溶液制备与浓度测定;
- 层析时可选择的展开剂种类由两种增至五种;
- 方法 A——单向薄层色谱法中,增加不同体积的标准溶液和样品溶液的点样点;
- 方法 B——双向薄层色谱法中,减少辅助板的数量,并且点样的分布方式不同;
- 检测中增加薄层扫描仪荧光法;
- 确证试验中增加硫酸推测试验。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:江苏省微生物研究所有限责任公司。

本标准主要起草人:宓晓黎、李利东、袁建兴、杜姝莲。

本标准于 1987 年首次发布,本次为第一次修订。

饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定

半定量薄层色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的两种测定方法,并只能用于半定量测定。

本标准中的方法 A 适用于油籽和油籽粕、花生、椰子仁、亚麻仁、大豆、棕榈仁、木薯淀粉、玉米粕、谷类和谷类制品、豌豆粉、土豆渣和土豆粉等单一饲料产品。当使用方法 A 测定上述某个单一饲料受干扰时,建议使用方法 B。

本标准中的方法 B 适用于配合饲料以及上述未提及的单一饲料。本方法不适用于含柑橘渣的饲料。

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 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

3 原理

试样中黄曲霉毒素 B₁ 经三氯甲烷提取、过滤,硅胶柱纯化,浓缩,用一定体积三氯甲烷或苯-乙腈混合液溶解残渣。用单向薄层色谱法或双向薄层色谱法进行试液层析分离。在紫外灯下检查色谱荧光斑点,在同一板上,试液与已知量标准黄曲霉毒素 B₁ 比较,用目测法或薄层扫描仪荧光法测定黄曲霉毒素 B₁ 含量。以形成半缩醛衍生物来确证黄曲霉毒素 B₁。

4 试剂

在分析中使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 三氯甲烷:用 0.5%~1.0% 的 95% 乙醇稳定。
- 4.2 正己烷。
- 4.3 无水乙醚:无过氧化物。
- 4.4 苯-乙腈(98+2)混合液:98 mL 苯与 2 mL 乙腈混合。
- 4.5 三氯甲烷-甲醇(97+3)混合液:97 mL 三氯甲烷与 3 mL 甲醇混合。
- 4.6 展开剂:使用带盖展开槽,展开槽内壁衬上吸水纸,使展开槽被展开剂饱和。
 - 4.6.1 三氯甲烷-丙酮(90+10)混合液:在未饱和展开槽内,90 mL 三氯甲烷和 10 mL 丙酮混合。
 - 4.6.2 乙醚-甲醇-水(96+3+1)混合液:在未饱和展开槽内,96 mL 乙醚、3 mL 甲醇和 1 mL 水混合。
 - 4.6.3 乙醚-甲醇-水(94+4.5+1.5)混合液:在饱和展开槽内,94 mL 乙醚、4.5 mL 甲醇和 1.5 mL 水混合。
 - 4.6.4 三氯甲烷-甲醇(94+6)混合液:在饱和展开槽内,94 mL 三氯甲烷和 6 mL 甲醇混合。
 - 4.6.5 三氯甲烷-甲醇(97+3)混合液:在饱和展开槽内,97 mL 三氯甲烷和 3 mL 甲醇混合。
- 4.7 硅胶:柱层析用,0.05 mm~0.20 mm 粒径。
- 4.8 硅胶 G:薄层色谱用。