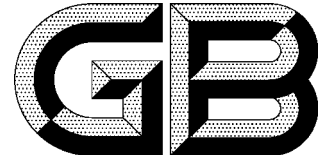


ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 19540—2004

饲料中玉米赤霉烯酮的测定

Determination of zearalenone in feeds

2004-06-10 发布

2004-10-01 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

前 言

本标准参考国内外有关标准、文献,经研究、改进和验证后制定。本标准非等效于 AOAC(美国公职分析化学家协会)1988 年最后通过的玉米中玉米赤霉烯酮的薄层色谱法和 1994 年首次通过的玉米、大麦、饲料中玉米赤霉烯酮的酶联免疫吸附测定法。其中薄层色谱测定方法为仲裁方法,酶联免疫吸附测定方法为快速筛选方法。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由江苏省微生物研究所负责起草。

本标准主要起草人:宓晓黎、丁贵平、李利东、袁建兴、成恒嵩。

饲料中玉米赤霉烯酮的测定

1 范围

本标准规定了玉米赤霉烯酮(zearalenone,以下简称 ZEN)的薄层色谱测定方法和酶联免疫吸附测定法。

本标准适用于配合饲料和饲用谷物原料中 ZEN 的测定。

薄层色谱测定方法的最低检测量为 20 ng,酶联免疫吸附测定方法的最低检测量为 0.25 ng。

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

GB/T 14699.1 饲料采样方法

3 薄层色谱法(仲裁法)

3.1 原理

试样中 ZEN 用三氯甲烷提取,提取液经液-液萃取、浓缩,然后进行薄层色谱分离,限量定量,或用薄层扫描仪测定荧光斑点的吸收值,外标法定量。

3.2 试剂与材料

所用试剂除另有规定,均使用分析纯试剂。水符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

3.2.1 三氯甲烷。

3.2.2 40 g/L 氢氧化钠溶液:称取 4 g 氢氧化钠,加水适量溶解,用水稀释至 100 mL。

3.2.3 磷酸溶液(1+10)。

3.2.4 磷酸溶液(1+19)。

3.2.5 无水硫酸钠:650℃灼烧 4 h,冷却后贮于干燥器中备用。

3.2.6 展开剂:三氯甲烷-丙酮-苯-乙酸(18+2+8+1)。

3.2.7 显色剂:20 g 氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 乙醇中。

3.2.8 薄层板:称取 4 g 硅胶 G,置于乳钵中加 10 mL 0.5%羧甲基纤维素钠水溶液研磨至糊状。立即倒入薄层板涂布器内制备成 10 cm×20 cm、厚度 0.3 mm 的薄层板,在空气中干燥后,用甲醇预展薄层板至前沿,吹干,标记方向,在 105℃~110℃活化 1 h,置于干燥器内保存备用。

3.2.9 ZEN 标准储备溶液

警告:

1 凡接触 ZEN 的容器,需浸入 4%次氯酸钠(NaOCl)溶液,半天后清洗备用。

2 为了安全,分析人员操作时要带上医用乳胶手套。

称取适量的 ZEN 标准品,用甲醇配制成约 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ZEN 标准储备溶液。避光,于-5℃以下储存。

标定储备液的浓度,用 1 cm 石英比色杯,以甲醇为参比,在 ZEN 的最大吸收峰波长 314nm 处,测定吸光度值 A。储备液中 ZEN 的含量(X_1)以微克每毫升(1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)表示,按式(1)计算。