

中华人民共和国国家标准

GB 5009.24—2016

食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定

2016-12-23 发布 2017-06-23 实施

前 言

本标准代替 GB 5413.37—2010《食品安全国家标准 乳和乳制品中黄曲霉毒素 M_1 的测定》、GB 5009.24—2010《食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M_1 和 B_1 的测定》、GB/T 23212—2008《牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B_1 、 B_2 、 G_1 、 G_2 、 M_1 、 M_2 的测定 高效液相色谱法-荧光检测法》和 SN/T 1664—2005《牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 M_1 、 B_1 、 B_2 、 G_1 、 G_2 含量的测定》。

本标准与 GB 5413.37—2010 相比,主要变化如下:

- ——标准名称修改为"食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定";
- ——增加了方法适用范围;
- ——增加了对黄曲霉毒素 M₂的检测;
- ——修改了酶联免疫法,并修改第三法名称为酶联免疫吸附筛查法;
- ——修改了液相色谱-质谱联用法;
- ——修改了液相色谱法的前处理方法;
- ——删除了免疫层析净化荧光分光度法。

食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定

1 范围

本标准规定了食品中黄曲霉毒素 M_1 和黄曲霉毒素 M_2 (以下简称 AFT M_1 和 AFT M_2)的测定方法。

第一法为同位素稀释液相色谱-串联质谱法,适用于乳、乳制品和含乳特殊膳食用食品中 AFT M_1 和 AFT M_2 的测定。

第二法为高效液相色谱法,适用范围同第一法。

第三法为酶联免疫吸附筛查法,适用于乳、乳制品和含乳特殊膳食用食品中 AFT M1的筛查测定。

第一法 同位素稀释液相色谱-串联质谱法

2 原理

试样中的黄曲霉毒素 M_1 和黄曲霉毒素 M_2 用甲醇-水溶液提取,上清液用水或磷酸盐缓冲液稀释后,经免疫亲和柱净化和富集,净化液浓缩、定容和过滤后经液相色谱分离,串联质谱检测,同位素内标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 乙腈(CH₃CN):色谱纯。
- 3.1.2 甲醇(CH₃OH):色谱纯。
- 3.1.3 乙酸铵(CH₃COONH₄)。
- 3.1.4 氯化钠(NaCl)。
- 3.1.5 磷酸氢二钠(Na₂HPO₄)。
- 3.1.6 磷酸二氢钾(KH₂PO₄)。
- 3.1.7 氯化钾(KCl)。
- 3.1.8 盐酸(HCl)。
- 3.1.9 石油醚(C_n H_{2n+2}):沸程为 30 ℃~60 ℃。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 乙酸铵溶液(5 mmol/L): 称取 0.39 g 乙酸铵, 溶于 1 000 mL 水中, 混匀。
- 3.2.2 乙腈-水溶液(25+75):量取 250 mL 乙腈加入 750 mL 水中,混匀。
- 3.2.3 乙腈-甲醇溶液(50+50):量取 500 mL 乙腈加入 500 mL 甲醇中,混匀。