



# 中华人民共和国国家标准

GB 5413.37—2010

---

## 食品安全国家标准

### 乳和乳制品中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定

National food safety standard

Determination of aflatoxin M<sub>1</sub> in milk and milk products

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准第一法对应于 ISO 14501:2007 Milk and milk powder—Determination of aflatoxin M<sub>1</sub> content—Clean-up by immunoaffinity chromatography and determination by high-performance liquid chromatography, 本标准第一法与 ISO 14501:2007 的一致性程度为非等效; 本标准第二法和第三法代替 GB/T 18980—2003; 本标准第四法来自于 NY/T 1664—2008《牛乳中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的快速检测双向酶联免疫法》。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

# 食品安全国家标准

## 乳和乳制品中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定

### 1 范围

本标准规定了乳和乳制品中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定方法。

本标准第一法适用于乳和乳制品中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定；第二法适用于乳、乳粉，以及低脂乳、脱脂乳、低脂乳粉和脱脂乳粉中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定；第三法适用于乳和乳粉中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定；第四法适用于液态乳和乳粉中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 的测定。

### 2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

### 第一法 免疫亲和层析净化 液相色谱-串联质谱法

### 3 原理

试样液体或固体试样提取液经均质、超声提取、离心，取上清液经免疫亲和柱净化，洗脱液经氮气吹干，定容，微孔滤膜过滤，经液相色谱分离，电喷雾离子源离子化，多反应离子监测(MRM)方式检测。基质加标外标法定量。

### 4 试剂和材料

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

- 4.1 甲酸(HCOOH)。
- 4.2 乙腈(CH<sub>3</sub>CN)：色谱纯。
- 4.3 石油醚(C<sub>n</sub>H<sub>2n+2</sub>)：沸程为 30 ℃~60 ℃。
- 4.4 三氯甲烷(CHCl<sub>3</sub>)。
- 4.5 氮气：纯度≥99.9%。
- 4.6 黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 标准样品：纯度≥98%。
- 4.7 乙腈-水溶液(1+4)：在 400 mL 水中加入 100 mL 乙腈。
- 4.8 乙腈-水溶液(1+9)：在 450 mL 水中加入 50 mL 乙腈。
- 4.9 0.1%甲酸水溶液：吸取 1 mL 甲酸(4.1)，用水稀释至 1 000 mL。
- 4.10 乙腈-甲醇溶液(50+50)：在 500 mL 乙腈中加入 500 mL 甲醇。
- 4.11 氢氧化钠溶液(0.5 mol/L)：称取 2 g 氢氧化钠溶解于 100 mL 水中。
- 4.12 空白基质溶液

分别称取与待测样品基质相同的、不含所测黄曲霉毒素的阴性试样 8 份于 100 mL 烧杯中。以下操作按 6.1 试液提取和 6.2 净化步骤进行。合并所得 8 份试样的纯化液，用 0.22 μm 微孔滤膜的一次性滤头(5.23)过滤。弃去前 0.5 mL 滤液，接取少量滤液供液相色谱-质谱联用仪检测。

获得色谱-质谱图后，对照附录 A 中的图 A.2，在相应的保留时间处，应不含黄曲霉毒素 M<sub>1</sub>。剩余滤液转移至棕色瓶中，在 -20 ℃电冰箱内保存，供配制标准系列溶液使用。