

HNNY

湖南省农业技术规程

HNNY381-2023

饲料脱霉剂 脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附 率检测技术规程

Technical regulation for determination of deoxynivalenol
adsorption rate of feed mycotoxin agent

2023-06-28 发布

2023-06-28 实施

湖南省农业农村厅发布

目 录

前 言	1
1 范围	2
2 规范性引用文件	2
3 术语与定义	2
4 原理	2
5 试剂和材料	3
6 仪器和设备	3
7 试验步骤	4
8 结果计算	4
9 重复性	4
附录 A	5

前 言

本文件按照《湖南省农业技术规程制修订与发布管理规范》相关规定起草。

本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由湖南省农业农村厅提出，省农业农村标准化技术委员会技术归口。

本文件起草单位：湖南农业大学。

本文件主要起草人：唐圣果，宋泽和，康萌，黄珂，刘秀斌，曹蓉，宋娟。

饲料脱霉剂脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附率检测技术规程

1 范围

本文件规定了免疫亲和柱净化高效液相色谱法测定饲料脱霉剂脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附率检测的原理、试剂耗材和分析步骤等技术要求。

本文件适用于饲料脱霉剂脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附率检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本规程必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本规程。不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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

GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定

3 术语与定义

吸附率：在模拟胃肠道 pH=3 的缓冲溶液饲料脱霉剂与已知浓度 T-2 毒素标准溶液反应 1 小时后，吸附前后标准溶液中 T-2 毒素浓度的差值与吸附前 T-2 毒素标准溶液浓度之比。

4 原理

在模拟胃肠道 pH=3 的缓冲溶液中饲料脱霉剂与脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准液（100ppb）反应 1 小时后，离心取上清测定其中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的浓度，计算吸附前后标准溶液脱氧雪腐镰刀菌烯醇浓度之差与吸附前标准溶液脱氧雪腐镰刀菌烯醇浓度的比值。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1.1 氯化钾：分析纯。

5.1.2 磷酸二氢钾：分析纯。

5.1.3 十二水磷酸氢钠：分析纯。

5.1.4 氯化钠：分析纯。

5.1.5 盐酸溶液（0.2 mol/L）：准确移取 18 mL 盐酸于 1 L 容量瓶中，加水定容至刻度，混匀后备用。

5.1.6 GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定

5.2 试剂配制

5.2.1 磷酸缓冲液（pH=3）：准确称取 0.2 g 氯化钾（5.1.1），0.2 g 磷酸二氢钾（5.1.2），2.92 g 十二水磷酸氢二钠（5.1.3），8g 氯化钠（5.1.4），加 950 mL 水溶解，使用 2N 盐酸（5.1.5）调整至 pH=3，最后用纯水定容到 1000 mL。

5.2.2 GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

5.3 标准品

脱氧雪腐镰刀菌烯醇（C₁₅H₂₀O₆，CAS 号：51481-10-8）：纯度 ≥ 99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 吸附操作溶液：移取标准储备液（5.2.2），用磷酸缓冲液（5.2.1）配置成 100ppb 的吸附操作溶液。

5.4.2 同 GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

6 仪器和设备

同 GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

7 试验步骤

7.1 取样

按 GB/T 14699.1 的规定均匀取样后，放入烘箱 37℃ 烘干 24 小时，干燥器中冷却后，密封袋封装，置于阴凉干燥处。

7.2 吸附

平行做 2 份试验。称取 1g（精确至 0.0001 g）试样于 10ml 的离心管中，准确加入 5ml 吸附操作溶液（5.4.1），涡旋混匀，置于恒温摇床中 37℃，200rpm 条件下，反应 60 min；于 8000 rpm/min 离心 5 min，立即移取上清液，于 60℃ 真空浓缩或氮吹至近干，备用。

7.3 脱氧雪腐镰刀菌烯醇测定

同 GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定。

8 结果计算

饲料脱霉剂脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附率按下式计算：

$$X = \frac{C - C_0}{C}$$

式中：

X.....饲料脱霉剂脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附率%

C.....标准溶液中脱氧雪腐镰刀菌烯醇浓度（ng/mL）

C₀.....吸附后上清液中脱氧雪腐镰刀菌烯醇浓度（ng/mL）

9 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附录 A
(规范性附录)
标准品色谱图

脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准溶液色谱图见图 A.1。

