



中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6113—2015

粮油检验 粮食中脱氧雪腐镰刀菌烯醇 测定 胶体金快速定量法

Inspection of grain and oils—Detection of deoxynivalenol in grain—
Rapid quantitative method of colloidal gold technique

2015-07-10 发布

2015-07-10 实施

国家粮食局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 及 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准牵头起草单位：北京市粮油食品检验所。

本标准参加起草单位：国家粮食局科学研究院、河南国家粮食质量监测中心、湖南省粮油产品质量检测中心、辽宁中储粮质量监督检测中心、天津市粮油质量检验中心。

本标准主要起草人：尚艳娥、刘征、刘美辰、王松雪、秦学磊、倪小英、崔阳、李凤旭。

粮油检验 粮食中脱氧雪腐镰刀菌烯醇 测定 胶体金快速定量法

1 范围

本标准规定了脱氧雪腐镰刀菌烯醇的胶体金快速定量检测方法的原理、试剂和材料、仪器设备、样品制备、样品测定与结果表述。

本标准适用于小麦、玉米等粮食及其制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的快速定量检测。

方法检出限为 120 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

3 原理

试样提取液中脱氧雪腐镰刀菌烯醇与检测条中胶体金微粒发生呈色反应,颜色深浅与试样中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量相关。用读数仪测定检测条的颜色深浅,根据颜色深浅和读数仪内置曲线自动计算出试样中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的含量。

4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.1 稀释缓冲液:由胶体金检测条配套提供,或按照其说明书配制。

4.2 提取液:水或与胶体金检测条配套的提取液。

5 仪器设备材料

实验室常规仪器、设备及材料。

5.1 天平:分度值 0.01 g。

5.2 粉碎机:可使试样粉碎后全部通过 20 目筛。

5.3 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

5.4 涡旋振荡器。

5.5 孵育器:可进行 45 $^{\circ}\text{C}$ 恒温(控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$)孵育,具有时间调整功能。

5.6 读数仪:可测定并显示胶体金定量检测条的测定结果。

5.7 ROSA 脱氧雪腐镰刀菌烯醇胶体金快速定量检测条¹⁾:需冷藏储存,具体储存条件参照使用说明;技术要求见附录 A。

5.8 滤纸:采用 Whatman 2V(或等效)滤纸。

6 样品制备

6.1 扦样与分样

按照 GB 5491 执行。

6.2 样品处理

6.2.1 取有代表性的样品 500 g,用粉碎机(5.2)粉碎至全部通过 20 目筛,混匀。

6.2.2 准确称取 10.00 g 试样于 200 mL 具塞锥形瓶中,加入 50.0 mL 试样提取液(4.2),密闭,用涡旋振荡器(5.4)振荡 1 min~2 min,静置后用滤纸(5.8)过滤,或取 1.0 mL~1.5 mL 混合液于离心管中,用离心机(4 000 r/min)(5.3)离心 1 min。取滤液或离心后上清液 100 μ L 于另一离心管中,加入 1.0 mL 稀释缓冲液(4.1),充分混匀待测。

注:不同厂家的脱氧雪腐镰刀菌烯醇胶体金快速定量检测条所用的样品处理方法可能不同,应按照产品使用说明的规定方法进行操作。

7 样品测定

7.1 将胶体金检测条(5.7)从冷藏状态(2 $^{\circ}$ C~8 $^{\circ}$ C)取出放置至室温。将孵育器(5.5)预热至 45 $^{\circ}$ C。将检测条(5.7)平放在孵育器(5.5)凹槽中,打开加样孔。

7.2 准确移取 300 μ L 待测溶液(6.2.2),加入检测条加样孔中,关闭加样孔及孵育器(5.5)盖。

7.3 孵育 5 min 后,取出检测条(5.7)观察 C 线(质控线)和 T 线(检测线)显色情况。若出现下述情况,视为无效检测。

- a) C 线不出现;
- b) C 线出现,但弥散或严重不均匀;
- c) C 线出现,但 T₁ 或 T₂ 线弥散或严重不均匀。

7.4 选择读数仪(5.6)的脱氧雪腐镰刀菌烯醇检测频道并设定基质为 00(MATRIX 00),开始样品测定,测定需在 2 min 内完成,读数仪(5.6)自动显示中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的含量。

若读数仪显示“+1 500^{ppb}”,需移取 300 μ L 待测溶液于离心管中,加入 1.0 mL 稀释缓冲液后混匀后,按照 7.1~7.4 进行测定,其中基质设定为 01(MATRIX 01)。

注:不同厂家孵育器和读数仪的使用方法可能有所不同,应按照产品使用说明的规定进行操作。

8 结果表述

试样中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量由读数仪自动计算并显示,单位为微克每千克(μ g/kg)。

9 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同仪器,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于算术平均值 20% 的情况不超过 5%。

1) ROSA 胶体金快速定量检测条由美国 Charm 公司生产。提供此信息仅为了方便使用本标准,而不是对 ROSA 真菌毒素快速定量检测系统的认可,任何有相同技术参数和性能的产品均可使用。

附 录 A
(规范性附录)

胶体金快速定量检测条性能评价要求

本附录参照 GB/T 27404—2008 的要求,规定了胶体金定量检测试纸条的技术性能要求,用于对胶体金快速定量检测类产品的技术性能进行验证,以确认其适用于本方法。

A.1 准确性

采用 150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 2 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 3 个浓度水平的实物标准样品,每个浓度水平测定不低于 2 次,取平均值。计算检测条检测结果与实物标准样品的偏差,3 个浓度水平的偏差均应控制在 $-20\% \sim +20\%$ 之间。

A.2 重复性

采用 1 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度水平的实物标准样品,测定不低于 6 次,计算检测条批内变异系数,变异系数应 $\leq 15\%$ 。

A.3 检出限

计算 20 份阴性样品测定均值加 3 倍标准差,其结果应小于或等于产品灵敏度标示值。

A.4 批间稳定性

采用 1 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 左右浓度水平的实物标准样品,不得低于 6 个批次,每个批次测定不低于 2 次,批内测定取平均值,计算检测条批间变异系数,变异系数应 $\leq 20\%$ 。

A.5 质控

按照产品说明要求,检测检测条自带的阴性质控和阳性质控样品,阴性质控的检测结果小于 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$,阳性质控样品的检测结果应在 500 $\mu\text{g}/\text{kg} \sim 1\,500 \mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内,表明本检测条质量合格。
