



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381—2008/ISO 6651:2001
代替 GB/T 8381—1987

饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定 半定量薄层色谱法

**Determination of aflatoxin B₁ in animal feeding stuffs—
Semi-quantitative thin layer chromatographic methods**

(ISO 6651:2001, Animal feeding stuffs—Semi-quantitative
determination of aflatoxin B₁—Thin layer chromatographic methods, IDT)

2008-11-21 发布

2009-02-01 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

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器	2
6 采样	3
7 分析步骤	3
8 计算和结果表示	8
9 实验室间试验	8
10 试验报告	8
附录 A (资料性附录) 实验室间试验结果	9

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 6651:2001《饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的半定量测定 薄层色谱法》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 6651:2001, 为便于使用, 做了下列编辑性修改:

- 标准中文名称修改为《饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定 半定量薄层色谱法》;
- 删除了国际标准的前言;
- 将“本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点符号“.”代替小数点符号“,”;
- 在引用文件中, 用“GB/T 20195 动物饲料 试样的制备”代替“ISO 6498”;
- 在引用文件中, 增加“GB/T 14699.1 饲料 采样”;
- 对图 2 中的展开方向符号进行了更正, 将“Ⅰ”改为“Ⅱ”, “Ⅱ”改为“Ⅰ”。

本标准代替 GB/T 8381—1987《饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定方法》。

本标准与 GB/T 8381—1987 相比, 主要变化如下:

- 在试剂条款中, 删除黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液制备时仪器校正内容, 并增加黄曲霉毒素 B₁ 三氯甲烷标准溶液制备与浓度测定;
- 层析时可选择的展开剂种类由两种增至五种;
- 方法 A——单向薄层色谱法中, 增加不同体积的标准溶液和样品溶液的点样点;
- 方法 B——双向薄层色谱法中, 减少辅助板的数量, 并且点样的分布方式不同;
- 检测中增加薄层扫描仪荧光法;
- 确证试验中增加硫酸推测试验。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位: 江苏省微生物研究所有限责任公司。

本标准主要起草人: 宓晓黎、李利东、袁建兴、杜姝莲。

本标准于 1987 年首次发布, 本次为第一次修订。

饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的测定

半定量薄层色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中黄曲霉毒素 B₁ 的两种测定方法,并只能用于半定量测定。

本标准中的方法 A 适用于油籽和油籽粕、花生、椰子仁、亚麻仁、大豆、棕榈仁、木薯淀粉、玉米粕、谷类和谷类制品、豌豆粉、土豆渣和土豆粉等单一饲料产品。当使用方法 A 测定上述某个单一饲料受干扰时,建议使用方法 B。

本标准中的方法 B 适用于配合饲料以及上述未提及的单一饲料。本方法不适用于含柑橘渣的饲料。

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 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

3 原理

试样中黄曲霉毒素 B₁ 经三氯甲烷提取、过滤,硅胶柱纯化,浓缩,用一定体积三氯甲烷或苯-乙腈混合液溶解残渣。用单向薄层色谱法或双向薄层色谱法进行试液层析分离。在紫外灯下检查色谱荧光斑点,在同一板上,试液与已知量标准黄曲霉毒素 B₁ 比较,用目测法或薄层扫描仪荧光法测定黄曲霉毒素 B₁ 含量。以形成半缩醛衍生物来确证黄曲霉毒素 B₁。

4 试剂

在分析中使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 三氯甲烷:用 0.5%~1.0% 的 95% 乙醇稳定。
- 4.2 正己烷。
- 4.3 无水乙醚:无过氧化物。
- 4.4 苯-乙腈(98+2)混合液:98 mL 苯与 2 mL 乙腈混合。
- 4.5 三氯甲烷-甲醇(97+3)混合液:97 mL 三氯甲烷与 3 mL 甲醇混合。
- 4.6 展开剂:使用带盖展开槽,展开槽内壁衬上吸水纸,使展开槽被展开剂饱和。
 - 4.6.1 三氯甲烷-丙酮(90+10)混合液:在未饱和展开槽内,90 mL 三氯甲烷和 10 mL 丙酮混合。
 - 4.6.2 乙醚-甲醇-水(96+3+1)混合液:在未饱和展开槽内,96 mL 乙醚、3 mL 甲醇和 1 mL 水混合。
 - 4.6.3 乙醚-甲醇-水(94+4.5+1.5)混合液:在饱和展开槽内,94 mL 乙醚、4.5 mL 甲醇和 1.5 mL 水混合。
 - 4.6.4 三氯甲烷-甲醇(94+6)混合液:在饱和展开槽内,94 mL 三氯甲烷和 6 mL 甲醇混合。
 - 4.6.5 三氯甲烷-甲醇(97+3)混合液:在饱和展开槽内,97 mL 三氯甲烷和 3 mL 甲醇混合。
- 4.7 硅胶:柱层析用,0.05 mm~0.20 mm 粒径。
- 4.8 硅胶 G:薄层色谱用。

4.9 酸洗硅藻土。

4.10 无水硫酸钠。

4.11 三氟乙酸。

4.12 惰性气体:如氮气。

4.13 50%硫酸溶液(体积分数)。

4.14 0.1 μg/mL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液:用三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合液(4.4)配制。

警告——黄曲霉毒素是高致癌性物质,应十分小心处理。

依下列各项制备和核对黄曲霉毒素 B₁ 溶液。

4.14.1 储备液的制备与浓度测定

用三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合液(4.4)配制的黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液,其浓度在 8 μg/mL~10 μg/mL 之间,用紫外分光光度计(5.9),在 330 nm 和 370 nm 之间测定吸收光谱。

对黄曲霉毒素 B₁ 三氯甲烷溶液,在 363 nm 处测定吸光度值(A)。或对黄曲霉毒素 B₁ 苯-乙腈混合溶液,在 348 nm 处测定吸光度值(A)。黄曲霉毒素 B₁ 的浓度数值以微克每毫升(μg/mL)表示,按式(1)或式(2)计算。

a) 黄曲霉毒素 B₁ 三氯甲烷溶液:

$$\text{黄曲霉毒素 B}_1 \text{ 三氯甲烷溶液浓度} = \frac{312 \times A \times 1\,000}{22\,300} \dots\dots\dots(1)$$

b) 黄曲霉毒素 B₁ 苯-乙腈混合溶液:

$$\text{黄曲霉毒素 B}_1 \text{ 苯-乙腈混合溶液浓度} = \frac{312 \times A \times 1\,000}{19\,800} \dots\dots\dots(2)$$

4.14.2 稀释

在避光条件下,将储备液(4.14.1)适当稀释至 0.1 μg/mL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液。如果在 4 ℃ 冰箱贮存,此溶液两周内是稳定的。

4.14.3 储备液色谱纯度试验

取 5 μL 8 μg/mL~10 μg/mL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14.1)点加于薄层板上(5.7),按 7.5.1 层析,在紫外灯下色谱只显一斑点,在原点处无明显荧光。

4.15 用于定性试验的黄曲霉毒素 B₁ 和 B₂(见 4.14 警告)溶液为约含 0.1 μg/mL 黄曲霉毒素 B₁ 和 B₂ 的三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合溶液(4.4)。

所给出的浓度为指导性浓度,应调节两种黄曲霉毒素浓度以获得相同的荧光强度(7.5.1)。

5 仪器

5.1 研磨机/混合机。

5.2 分样筛:孔径 1.0 mm。详见 ISO 565¹⁾。

5.3 振荡器或磁力搅拌机。

5.4 色谱玻璃柱:内径 22 mm,长 300 mm,下带聚四氟乙烯活塞,上有 250 mL 贮液器。

5.5 旋转真空浓缩器:带 500 mL 圆底烧瓶。

5.6 薄层色谱设备:薄层板(5.7);点样器(毛细管或微量移液器);展开槽;用于硫酸溶液(4.13)显色的喷雾器。

5.7 玻璃薄层板:200 mm×200 mm,按以下方法制备,可铺 5 块板。

置 30 g 硅胶(4.8)于三角瓶中,加 60 mL 水,加瓶塞振摇 1 min,涂布于板上,0.25 mm 厚,空气中干燥,然后贮存于含硅胶的干燥器中,用时 110 ℃活化 1 h。也可用具有相同性能的预制板。

5.8 紫外光灯:波长 360 nm。

1) ISO 565 试验用筛 金属丝织网布、多孔金属板和电加工成形的薄板 孔径尺寸的公称。

灯距薄层板 10 cm 时,照射强度应使 1.0 ng 黄曲霉毒素 B₁ 斑点能被清晰分辨。

警告——紫外光对眼睛有害,应戴防护镜。

- 5.9 紫外分光光度计。
- 5.10 薄层扫描仪:可荧光检测(可选)。
- 5.11 槽状滤纸。
- 5.12 10.0 mL 带聚乙烯塞试管。
- 5.13 500 mL 三角瓶:具磨口玻璃塞。
- 5.14 50 mL 移液管。
- 5.15 分析天平。

6 采样

按照 GB/T 14699.1 采集实验室样品。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 如果样品脂肪含量超过 5%,在粉碎之前用石油醚脱脂。如果经脱脂,分析结果以未脱脂样品计。

7.1.2 粉碎实验室样品,全部通过分样筛(5.2),充分混合,详见 GB/T 20195。

7.2 试料

称量制备试样 50 g,精确至 0.01 g,置于锥形瓶(5.13)中。

7.3 提取

加 25 g 硅藻土(4.9),用量筒准确量取 25 mL 水、250 mL 三氯甲烷(4.1)至试料(7.2)中,加瓶塞,用振荡设备(5.3)振摇或搅拌 30 min,通过槽状滤纸(5.11)过滤,弃 10 mL 初滤液,随后至少收集 50 mL 滤液。

7.4 柱纯化

7.4.1 柱的制备

加 2/3 柱体积的三氯甲烷(5.4)到层析柱中,加 5 g 硫酸钠(4.10),使硫酸钠层表面平整,分次加入 10 g 硅胶(4.7),如有气泡时,小心搅动,静置 15 min,再小心地加 10 g 硫酸钠(4.10),打开活塞,让液体流出,直至液体恰在硫酸钠层的上表面,关闭活塞。

7.4.2 纯化

用移液管(5.14)吸取 50 mL 收集的滤液(7.3)至 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 正己烷(4.2),混合,把混合液定量地转移至层析柱中,用正己烷洗涤锥形瓶,并倒入柱中,打开活塞,使液体以 8 mL/min~12 mL/min 流速流出,直至液体在硫酸钠层的上表面,关闭活塞。加 100 mL 乙醚(4.3)到柱中,再打开活塞,直到液体流出至硫酸钠层上表面。弃去流出液体。在整个操作过程中,保证柱不干。

用 150 mL 三氯甲烷-甲醇混合液(4.5)洗脱柱子,收集全部洗脱液到 500 mL 旋转蒸发瓶(5.5)内,用旋转蒸发器在惰性气体(4.12)保护下,50 °C 以下减压蒸馏至干。

如果旋转蒸发器不适用,可加助沸剂,在水浴中蒸发至干。

用三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合液(4.4)转移残留物至 10 mL 试管(5.12)中,置于水浴中,通惰性气体(4.12),再蒸发此溶液。用三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合液(4.4)定容至 2.0 mL。

7.5 薄层色谱

7.5.1 方法 A——单向薄层色谱法

7.5.1.1 选择展开剂

预先配制选择的溶剂(4.6.1、4.6.2、4.6.3、4.6.4 或 4.6.5),保证黄曲霉毒素 B₁ 与 B₂ 在薄层板上

展开后完全分离,其结果也取决于所用薄层板的批号。点 25 μL 定性溶液(4.15)在一薄层板(5.7)上,按 7.5.1.2 展开,挥发,照射。用合适的溶剂会产生两个明显点。

7.5.1.2 操作步骤

取 TLC 板,在距薄层板下端 30 mm 的基线上用毛细管或微量注射器点样,每点间隔 20 mm,黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液和试液的点样体积如下:

- 10 μL , 15 μL , 20 μL , 30 μL , 40 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14);
- 10 μL 试液(7.4.2), 在同一点, 加 20 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准液;
- 10 μL , 20 μL 试液(7.4.2)。

在暗处用所选择的展开剂展开(7.5.1.1)。从展开槽中取出板,置暗处蒸发溶剂,然后在紫外灯下检查,板置于灯(5.8)10 cm处,黄曲霉毒素 B_1 斑点显蓝色荧光。

7.5.2 方法 B——双向薄层色谱法

7.5.2.1 点样(见图 1)

在板上画两条直线平行于两个毗邻的边,分别距每边 50 mm 和 60 mm,建立溶剂前沿迁移限线,用毛细管或微量注射器点下列溶液:

- 在 A 点, 20 μL 试液(7.4.2);
- 在 B 点, 20 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14);
- 在 C 点, 10 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14);
- 在 D 点, 20 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14);
- 在 E 点, 40 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14)。

用空气或惰性气体慢慢吹干,斑点的直径约 5 mm。

单位为毫米

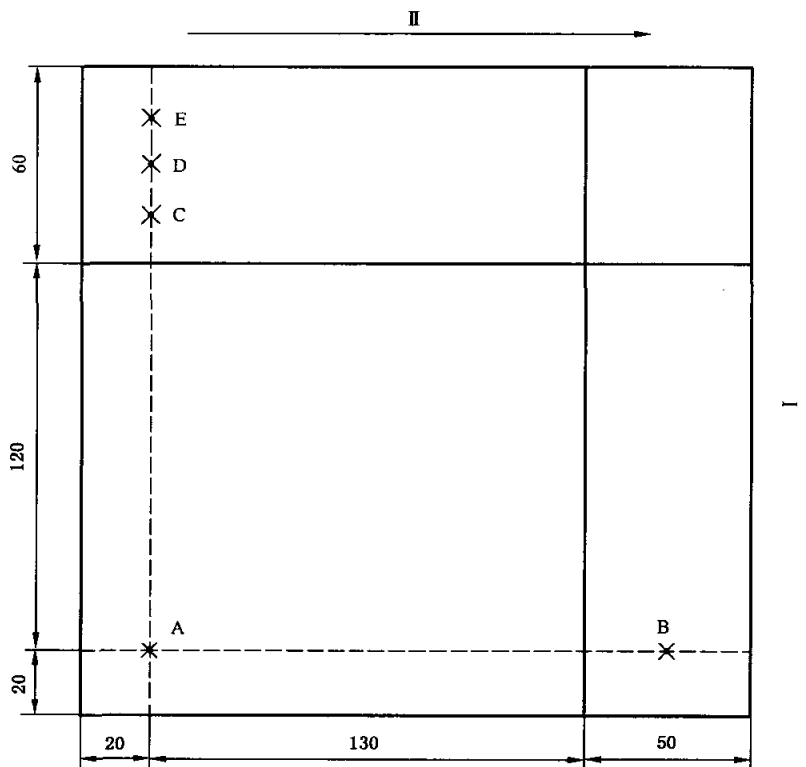


图 1 点样示意图

7.5.2.2 展开(见图 1)

在暗处,用展开剂(4.6.3)(在饱和展开槽中约 1 cm 厚)按方向 I 展开至溶剂前沿限线,取出展开槽中板,挥干,室温放置在暗处至少 15 min。

然后在暗处用展开剂(4.6.1)(在非饱和展开槽中约 1 cm 厚)沿方向 II 展开至溶剂前沿限线,从展开槽中取出板,在室温、暗处挥干。

7.5.2.3 色谱解析(见图 2)

将薄层板置于紫外灯(5.8)10 cm 处检查色谱,标记 B、C、D、E 标准溶液中黄曲霉毒素 B₁ 的蓝色荧光斑点。

通过 E、D、C 和 B 画两条分别平行于两个展开方向的假想线,相互垂直并相交于 P 点,P 点为点样 A 中黄曲霉毒素 B₁ 荧光斑点的理论位置,但是实际上点样 A 中黄曲霉毒素 B₁ 的荧光斑点可能位于 Q 点,使得 Q 点分别与 C 点、B 点连成的直线成 100° 角。

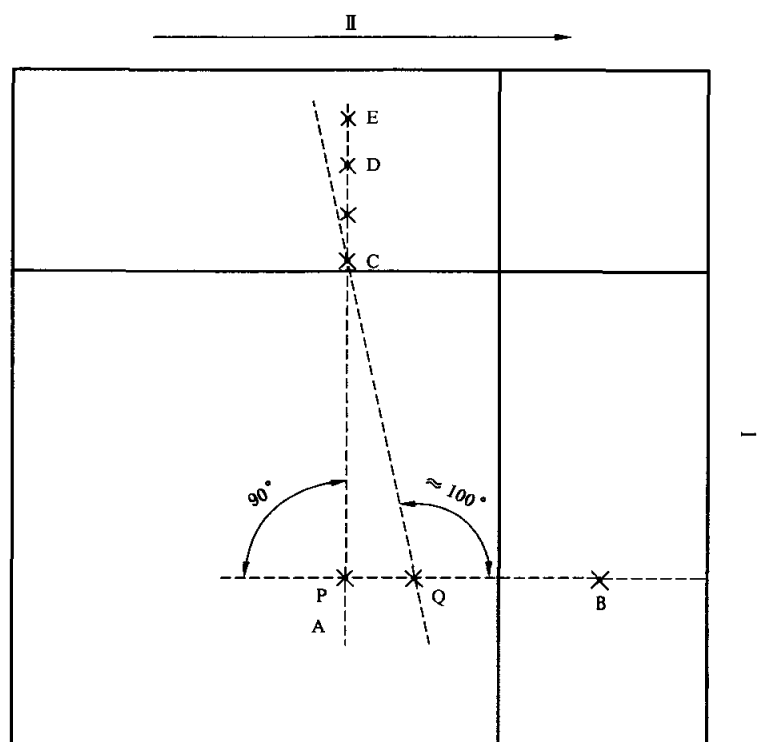


图 2 色谱解析

7.5.2.4 辅助色谱

在一新板上,画两条直线平行于两个毗邻边,如图 1 所示,在 A 点,点 20 μL 试液(7.4.2),叠加点 20 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14),按 7.5.2.2 展开,在紫外灯下检查色谱并核查:

- 试液中的黄曲霉毒素 B₁ 斑点与标准溶液中的黄曲霉毒素 B₁ 斑点叠加;
- 此点的荧光强度比第一块板 Q 点处的黄曲霉毒素 B₁ 斑点荧光强度更强。

7.6 检测

7.6.1 目测法

7.6.1.1 方法 A

通过试液荧光斑点与标准溶液荧光斑点比较,测定试液中黄曲霉毒素 B₁ 的量。

试液加标准溶液的点所获得的荧光应该比 10 μL 试液点更强,并且应是只显示一个斑点,如果 10 μL 试液给出的荧光强度反而比 40 μL 标准溶液更强,在重新薄层层析之前,应该用三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合液(4.4)稀释试液 10 倍或 100 倍。

7.6.1.2 方法 B

通过试液斑点荧光强度与 C、D 和 E 标准溶液的斑点荧光比较,测定试液中黄曲霉毒素 B₁ 的量。

如果 20 μL 试液所显荧光强度比 40 μL 标准溶液更强,在重新进行薄层层析之前,用三氯甲烷(4.1)或苯-乙腈混合液(4.4)稀释试液 10 倍或 100 倍。

7.6.2 薄层扫描仪荧光法

在 365 nm 激发波长,443 nm 发射波长下,用薄层扫描仪(5.10)检测黄曲霉毒素 B₁ 斑点的荧光强度。

在方法 A 的情况下,通过比较标准溶液的斑点荧光强度,测定试液斑点中黄曲霉毒素 B₁ 的量。

在方法 B 的情况下,通过比较标准溶液 C、D 和 E 的斑点荧光强度,测定试液斑点中黄曲霉毒素 B₁ 的量。

7.7 黄曲霉毒素 B₁ 确证试验

7.7.1 通则

用硫酸推测试验(7.7.2)验证鉴定试液中的黄曲霉毒素 B₁,如果测试结果为阳性,用有效的确证试验(7.7.3)。如果硫酸推测试验结果为阴性,这种情况提示黄曲霉毒素 B₁ 不存在,不需要实施有效的确证试验。

7.7.2 硫酸推测试验

喷硫酸溶液(4.13)在 7.5.1 或 7.5.2 获得的色谱上,在紫外灯下,黄曲霉毒素 B₁ 荧光斑点应由蓝色转为黄色。

7.7.3 确证试验

7.7.3.1 半乙酰化黄曲霉毒素 B₁ 的形成(黄曲霉毒素 B_{2a})

对单一或有轻微颜色的饲料,用 7.7.3.2 描述的单向薄层色谱方法。对单一颜色饲料、配合饲料或有疑问情况下,用 7.7.3.3 描述的双向薄层色谱方法。

7.7.3.2 单向薄层色谱法

在板(5.7)上划一直线将板分成两个均等份,在每一份上,距底边缘 20 mm 处点样,点距 15 mm,黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液和试液点样体积如下:

- 25 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14);
- 试液(7.4.2)的体积含约 2.5 ng 黄曲霉毒素 B₁;
- 25 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14),在此点上叠加点试液(7.4.2),相当于 2.5 ng 黄曲霉毒素 B₁ 的体积。

在其中一个 1/2 板上,在先前点的斑点上叠加点 1 μL 或 2 μL 三氟乙酸(4.11),在室温下用空气流干燥。

在暗处,用一种展开剂(4.6)展开层析,事先选择好此展开剂,溶剂系统应保证半乙酰化黄曲霉毒素 B₁ 与干扰物清晰分离,溶剂前沿应达 120 mm 处。

在暗处挥发溶剂,然后将硫酸溶液(4.13)喷在没有用三氟乙酸处理的板部分,在紫外灯下检查薄层板。

黄曲霉毒素 B₁ 鉴别确证,如果

- a) 试液中黄曲霉毒素 B₁ 衍生物的 R_f 值与标准溶液的 R_f 值相当;
- b) 标准溶液加试液中黄曲霉毒素 B₁ 衍生物荧光,比试液中黄曲霉毒素 B₁ 衍生物的荧光更强。

由于试液荧光斑点与半乙酰化黄曲霉毒素 B₁ 荧光斑点有相同 R_f 值,可能导致色谱的假阳性干扰,这些现象用硫酸处理的板部分检查。

如果有疑问,应该用双向薄层色谱法(7.7.3.3)确证。

7.7.3.3 双向薄层色谱法(见图3)

7.7.3.3.1 点样

在板(5.7)上划两条直线,平行于两边边缘(距每边 60 mm),建立溶剂前沿迁移限线,用毛细管或微量注射器点下列溶液:

- 在 A 点:点试液(7.4.2),其体积中相当于含 2.5 ng 黄曲霉毒素 B₁,滴加 1 μL~2 μL 三氟乙酸(4.11);
- 在 B 点和 C 点:点 25 μL 黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14),滴加三氟乙酸(4.11)。

室温空气流干燥。

7.7.3.3.2 展开

如图3所示,在暗处用展开剂(4.6.2)(在非饱和槽 1 cm 厚处)按方向 I 展开至溶剂前沿限线,从槽中取出板,在暗处室温干燥 5 min。

在暗处用展开剂(4.6.1)(在非饱和槽 1 cm 厚处)按方向 II 展开至前沿限线,取出板,在室温下干燥。

7.7.3.3.3 色谱解析

在紫外灯(5.8)下检查色谱,核查下列特征:

- a) 显示来自点在 C 处(方向 I 移动)和点在 B 处(方向 II 移动)的标准溶液中半乙酰化黄曲霉毒素 B₁ 蓝色荧光斑点,同时显示有未与三氟乙酸反应的黄曲霉毒素 B₁ 弱的蓝色荧光斑点。
- b) 显示点在 A 处试液中类似于 a)描述的斑点,这些点的位置通过点在 B 和 C 处的标准溶液产生的斑点鉴别,来自试液中的半乙酰化黄曲霉毒素 B₁ 斑点荧光强度与点在 B 和 C 处标准溶液中的应该是可比较的。

单位为毫米

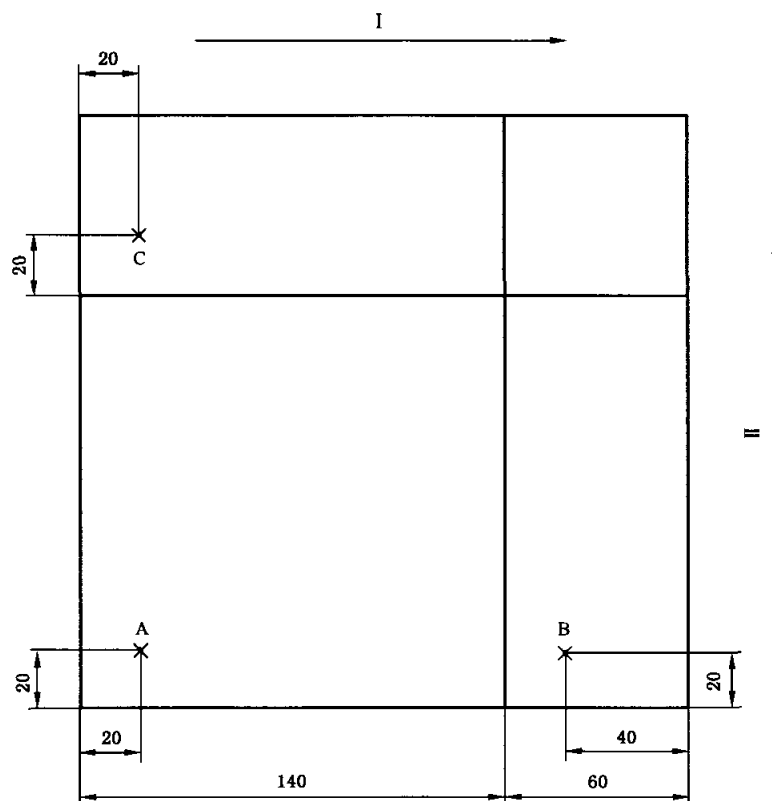


图3 点样示意图

7.8 检测数量

相同试验样品进行重复检验。

8 计算和结果表示

8.1 目测法

试样中黄曲霉毒素 B₁ 的含量(X₁)以微克每千克(μg/kg)表示,按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{c \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c——黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(4.14)的浓度(约 0.1 μg/mL),单位为微克每毫升(μg/mL);

m——柱纯化用提取液的体积所相当的试料质量(10.0 g),单位为克(g);

*V*₁——提取液最终体积(必要时进行稀释),单位为微升(μL);

*V*₂, *V*₃——分别为试样体积和具有类似荧光强度标准溶液的体积,单位为微升(μL)。

8.2 薄层扫描仪荧光法

试样中黄曲霉毒素 B₁ 的含量(X₂)以微克每千克(μg/kg)表示,按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 \times V_1}{m \times V_2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

*m*₁——以 *V*₂ 体积计算,从测定中推算出的提取液斑点中黄曲霉毒素 B₁ 的质量,单位为纳克(ng);

*V*₁——提取液最终体积(必要时考虑稀释),单位为微升(μL);

m——柱纯化用提取液的体积所相当的试料质量(10.0 g),单位为克(g);

*V*₂——点到板上的提取液体积(10 μL 或 20 μL),单位为微升(μL)。

9 实验室间试验

实验室间试验方法精密度汇总于附录 A。实验室间试验获得的值可以不适用于附录 A 未列出的浓度范围和基质。

10 试验报告

试验报告应给出的内容:

- 样品测定的所有必要信息;
- 如果已知,使用的采样方法;
- 使用本标准提及的试验方法 A 或方法 B;
- 检测方法(目测法或薄层扫描仪荧光法);
- 在本标准中没有详细说明的所有操作方法或认为选择可能影响试验结果的任何事件的描述;
- 试验结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间试验结果

配合饲料(方法 B)的三组实验室间试验,其中两组完成在国际水平(No. 1 和 No. 2),其结果如表 A.1 所示。

试验 2 中 11 个实验室也按方法 A 分析了样品,其饲料组成适合于方法 A,用目测或薄层扫描荧光法所获得的数据与方法 B 类似。

表 A.1 实验室间试验结果统计

参 数	试 验		
	1	2	3
参加实验室的数目	23	11	13
平均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	162.7	25.4	13.4
重复性标准差(S_r)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	16.9	2.7	1.7
重复性变异系数/%	10	11	13
重复性限($2.83S_r$)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	47.8	7.6	4.8
再现性标准差(S_R)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	45.2	6.8	4.0
再现性变异系数/%	28	27	30
再现性限($2.83S_R$)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	128.0	19.2	11.3