

中华人民共和国行业标准

粮油检验 主要谷物中 17 种真菌毒素
的测定 液相色谱-串联质谱法

(征求意见稿)

编制说明

标准起草组

2026 年 9 月

《粮油检验 主要谷物中 17 种真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》编制说明

1. 工作简况

1.1 任务来源

1.1.1 标准下达计划

根据国家粮食和物资储备局《关于下达 2020 年第一批粮食行业标准制修订计划》（国粮办发[2020]403 号）的要求，国家粮食和物资储备局科学研究院作为第一起草单位牵头《粮油检验 主要谷物中 17 种真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》标准修订工作，协作单位包括新疆维吾尔自治区粮油科学研究所（新疆维吾尔自治区粮油质量监督检验站）、广西-东盟食品检验检测中心、广西壮族自治区粮油质量检验中心、河南省食品和盐业检验技术研究院、江西省农业技术推广中心、江西省检验检测认证总院、中国农业大学、东北农业大学、青岛市粮油质量检测和军队粮油供应中心、大庆市粮食质量安全监测中心。

1.1.2 标准计划项目调整

无。

1.2 标准制修订的背景、必要性和重要性

伏马毒素是镰刀菌在适宜环境条件下产生的水溶性有毒次级代谢物，已发现的伏马毒素有 30 多种。谷物在种植、收获、加工、运输和储存等过程容易发生伏马毒素感染，主要污染且毒性较大的结构形式为 FB₁、FB₂、FB₃。目前 CAC、美国及欧盟等国家和组织均制定了玉米及其制品中的伏马毒素限量标准。我国《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》（征求意见稿）建议谷物及制品中伏马毒素限量为 4000 μg/kg（以伏马毒素 B₁、伏马毒素 B₂ 及伏马毒素 B₃ 总和计）。LS/T 6133-2018《谷物中 16 种真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》因其检测真菌毒素种类最全、前处理操作简便高效、定量准，持续多年在粮食行业和疾控系统的真菌毒素检测项目中得到广泛的应用。为适应新的检测需求，对 LS/T 6133-2018《谷物中 16 种真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》进行修订，增加谷物中 FB₃ 的测定，对健全和完善我国谷物中真菌毒素的检验监测具有重要意义。

1.3 起草过程

2020 年 12 月，国家粮食和物资储备局科学研究院组织成立标准起草组，查阅国内外文献资料，对相关检测机构、粮库、粮食加工企业进行了调研，并召开了第一次标准起草讨论会，确定了标准修订工作方案和工作计划；

2021 年 1 月—2021 年 3 月，在国家粮食和物资储备局科学研究院实验室进行标准的研制工作，主要包括方法的优化、方法灵敏度测试、方法的线性范围确定以及方法的回收率研究等，并根据方法优化结果编写了标准草案及编制说明；

2023 年 1 月—2024 年 12 月，组织 8 家验证机构对标准主要技术内容进行验证，处理统计验证结果。

2025 年 1 月—2025 年 5 月，起草组内部就标准内容进行多次研讨，形成标准草案及编制说明，形成标准征求意见稿。

2026 年 3 月，申请在官网公开征求意见。

1.4 标准主要起草人及其所做的工作等

主要起草人为吴宇、王松雪、叶金、李丽、张蕊、陈金男、朱琳、李秀娟、王海波、伍先绍、姬建生、董泽民、贺平丽、郭增旺、彭志兵、张晨、胡蓉、崔迪、胡莎、李文文。其中王松雪、叶金、吴宇等负责标准调研、研究方案设计、组织实施、标准文本的编写等工作，叶金、吴宇、李丽、张蕊、陈金男等参与标准调研及研究方案的制定、验证样品的准备、实验室内验证、技术指导等工作；其他起草人主要负责标准涉及到标准方法的验证、标准文本审核与技术把关等。

2. 标准编制原则、主要内容

2.1 编制原则

本标准是根据 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定进行编制，制定过程中遵循“科学性、适用性、规范性”的原则。本标准建立的方法均按照 GB 5009.295—2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》、GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范、食品理化检测》、GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》进行了方法学考察。

2.2 主要修改内容

本标准与 LS/T 6133—2018 相比主要修改如下：

2.2.1 增加了 FB₃ 的测定技术参数

为适应新的检测需求，对 LS/T 6133—2018《粮油检验 谷物中 16 种真菌毒

素的测定 液相色谱-串联质谱法》进行修订，增加谷物中 FB₃ 的测定技术参数，并将标准的标题修订为《粮油检验 谷物中 17 种真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》。

2.2.2 增加了术语和定义

根据 GB/T 20001.4—2015 标准要求，增加了第 3 章 术语和定义；

2.2.3 完善了相关试剂和材料

根据 GB/T 20001.4—2015 标准要求，将试剂和材料作为一个章节，见第 5 章 试剂和材料对应 2018 年版的第 4 章 试剂；完善相关的试剂和材料，增加可操作性。具体包括：

- (1) 更改了“水”的表述(见 5.1，2018 年版的第 4 章)；
- (2) 增加了甲酸(见 5.6)；
- (3) 增加了提取液配制方法(见 5.7，2018 年版的 4.5)；
- (4) 增加了提取稀释液配制方法(见 5.8，2018 年版的 4.6)；
- (5) 更改了真菌毒素稳定同位素内标标准品要求(见 5.9.2，2018 年版的 4.7.2)；
- (6) 更改了稳定同位素内标混合储备液配制方法(见 5.10.3，2018 年版的 4.8.5)；
- (7) 更改了材料所在章节(见 5.11~5.15，2018 年版的 5.8~5.12)；
- (8) 增加了陶瓷研磨颗粒和棕色储液瓶(见 5.16 和 5.17)；
- (9) 增加了微型涡旋振荡器和多管涡旋振荡器(见 6.4 和 6.5)；
- (10) 更改了筛网规格(见 6.7，2018 年版的 5.7)

2.2.4 与国际标准技术内容接轨

为最大便利地方便标准使用者，标准编制项目组参考欧盟和 ISO 国际标准等相关仪器检测标准，对质控样品的制备、主流仪器品牌型号液相色谱和质谱参数、进样序列、定性测定要求、结果计算公式等进行了详细描述和修改，具体包括以下内容：

- (1) 增加了质控样品的制备（见 8.4）；
- (2) 更改了仪器条件部分的表述（见 8.5，2018 年版的 7.4）；
- (3) 增加了进样序列（见 8.6）；
- (4) 更改了定性测定要求（见 8.7，2018 年版的 7.5）；

- (5) 更改了 x 的含义（见 8.8，2018 年版的 7.6）；
- (6) 更改了结果计算的公式（见第 9 章，2018 年版的第 8 章）；
- (7) 增加主流仪器品牌型号液相色谱、质谱参数（见附录 B）

2.3 确定标准主要内容的论据

2.3.1 标准的适用范围

本标准规定了液相色谱-串联质谱法测定主要谷物中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂（AFB₁、AFB₂、AFG₁、AFG₂）、脱氧雪腐镰刀菌烯醇（DON）、雪腐镰刀菌烯醇（NIV）、脱氧雪腐镰刀菌烯醇-3-葡萄糖苷（DON-3G）、3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇（3-AcDON）、15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇（15-AcDON）、玉米赤霉烯酮（ZEN）、赭曲霉毒素 A（OTA）、伏马毒素 B₁、B₂（FB₁、FB₂）、T-2、HT-2、杂色曲霉毒素（ST）16 种真菌毒素的原理、操作步骤及结果计算，在本方法基础上增加了伏马毒素 B₃（FB₃）的检测方法。

本标准适用于小麦、玉米和稻谷中 17 种真菌毒素的测定。

本文件的方法检出限为 0.3 µg/kg~60.0 µg/kg，定量限为 1.0 µg/kg~200.0 µg/kg。

2.3.2 标准关键流程和技术指标的确定

(1) 仪器与试剂

超高效液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源；C18 色谱柱（100 mm × 2.1 mm，粒径 1.8 µm），或相当者；高效液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源；冷冻离心机：转速 ≥ 12000 r/min，可设 4 °C；天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g；微型涡旋振荡器：转速 ≥ 2500 r/min；多管涡旋振荡器：转速 ≥ 2500 r/min；粉碎机：电机转速 ≥ 1000 r/min；筛网：500 µm 孔径试验筛；塑料离心管：50 mL 和 1.5 mL；13 mm 聚四氟乙烯针头过滤器，孔径 0.2 µm；玻璃内插管：400 µL；色谱进样瓶：2 mL；塑料无菌注射器：2 mL；容量瓶：10 mL。

真菌毒素标准品；色谱级纯甲醇、乙腈、乙酸铵、甲酸、乙酸；超纯水。

(2) 谷物中伏马毒素的前处理条件

实验考察了直接提取稀释法和提取过程中加入陶瓷研磨颗粒的提取回收效率，玉米、小麦、稻谷空白样品，分别添加三个质量浓度水平的混合标准溶液，每个加标水平进行 6 次重复实验，结果见表 1。从表 1 可以看出，玉米、稻谷是否加入陶瓷研磨颗粒对回收率、RSD 值无显著影响。小麦基质加入陶瓷研磨颗

粒后回收率，由 50%提升到 83.6%~89.7%，RSD 由 13.7% 提升到 4.5%，改善明显。

最终，确定在提取部分加入注意事项，针对小麦样品，需在提取过程中加入 2 个陶瓷研磨颗粒以确保所有谷物基质的提取回收率都满足要求。三个加标水平下，三种基质的回收率在 83.6%~91.1%之间，RSD 在 1.3%~4.9%之间，说明本方法有很好的准确度和精密度。

表 1 玉米、小麦、稻谷中伏马毒素的加标回收率(n = 6)

基质	真菌毒素	加标水平 μg/kg	直接提取			直接提取+陶瓷研磨颗粒		
			回收率	RSD	基质	回收率	RSD	基质
			(%)	(%)	效应 (%)	(%)	(%)	效应 (%)
玉米	FB ₁	1000	94.7	2.4	98.4	90.0	4.5	98.4
	FB ₂	500	92.7	2.6	100.6	86.1	4.3	100.6
	FB ₃	250	92.0	7.8	102.6	87.5	4.3	102.6
小麦	FB ₁	1000	42.8	13.3	94.7	83.6	2.0	94.4
	FB ₂	500	44.7	13.7	100.0	89.7	2.1	97.2
	FB ₃	250	48.9	12.7	96.0	85.3	2.4	95.8
稻谷	FB ₁	1000	92.9	1.8	93.2	88.1	1.3	93.2
	FB ₂	500	88.9	3.9	101.8	85.3	3.1	101.8
	FB ₃	250	93.5	2.0	98.5	91.1	4.9	98.5

(3) 色谱质谱条件

为最大便利地方便标准使用者，标准编制项目组优化了不同品牌主要型号质谱仪器参数详细信息如下：

a) 液相色谱参考条件 1

液相系统: Agilent 1290 Infinity™ LC system

色谱柱: Agilent Zorbax Eclipse Plus C18 Rapid Resolution HD (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)

流动相 A: 含 1%乙酸（体积比）和 5 mmol/L 乙酸铵的水溶液

流动相 B: 甲醇

进样体积: 2 μL

流速: 0.3 mL/min

柱温: 35 °C

流动相参考梯度洗脱条件见表 2

表 2 流动相梯度洗脱条件

时间 min	流动相A%	流动相B%
0.0	90	10
2.0	90	10
3.0	80	20
7.0	76	24
10.5	70	30
13.5	40	60
15.0	30	70
18.0	25	75
18.1	5	95
21.9	5	95
22.0	90	10
25.0	90	10

b) 液相色谱参考条件 2

液相系统: Waters ACQUITY UPLC® I-Class

色谱柱: Waters ACQUITY UPLC® CORTECS C18 (2.1 mm×100 mm, 1.6 μm)

流动相 A: 含 0.1%甲酸（体积比）和 1 mmol/L 甲酸铵的水溶液

流动相 B: 甲醇

进样体积: 2 μL

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40 °C

流动相参考梯度洗脱条件见表 3。

表 3 流动相梯度洗脱条件

时间 min	流动相A%	流动相B%
Initial	90	10
2.0	90	10
3.0	80	20
4.0	79	21
5.0	74	26
9.0	73	27
9.5	50	50
12.0	35	65
15.0	20	80

15.1	5	95
17.8	5	95
18.0	90	10
21.0	90	10

c) 液相色谱参考条件 3

液相系统: SCIEX LC-30A

色谱柱: Waters ACQUITY UPLC® CORTECS C18 (2.1 mm x 100 mm, 1.6 μ m)

流动相 A: 含 0.1%甲酸（体积比）和 1 mmol/L 甲酸铵的水溶液

流动相 B: 甲醇

进样体积: 2 μ L

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40 °C

流动相参考梯度洗脱条件见表 4。

表 4 流动相梯度洗脱条件

时间 min	流动相A%	流动相B%
Initial	90	10
2.0	90	10
3.0	80	20
4.0	79	21
5.0	74	26
9.0	73	27
9.5	50	50
12.0	35	65
15.0	20	80
15.1	5	95
17.8	5	95
18.0	90	10
21.0	90	10

d) 质谱仪器参考条件 1

质谱系统: Agilent 6495

离子源: 电喷雾离子源 (ESI)

质谱扫描方式: 多反应检测模式 (MRM)

毛细管电压: 3.5 kV (+) 和 3.5 kV (-)

干燥气温度: 300 °C

干燥气流速: 7 L/min

鞘气流速: 11 L/min

鞘气温度: 350 °C

雾化气压力: 241.32 kPa (35 psi)

17 种真菌毒素的质谱参考条件见表 5。

表 5 17 种真菌毒素的质谱条件

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	离子化方式
NIV	2.7	357.2	281.1 ^a /311.1	13/13	-
DON	4.4	297.2	231.0 ^a /203.0	22/20	+
DON-3G	4.7	297.2	231.0 ^a /203.0	22/20	+
3-AcDON	10.4	339.2	231.1 ^a /213.1	10/20	+
15-AcDON	10.7	356.1	261.0/137.0 ^a	15/15	+
AFB ₁	14.3	313.2	285.1 ^a /241.1	22/38	+
AFB ₂	13.9	315.2	287.1 ^a /259.1	24/30	+
AFG ₁	13.6	329.2	311.1 ^a /243.1	20/25	+
AFG ₂	13.1	331.2	313.1 ^a /245.1	23/30	+
FB ₁	15.5	722.4	352.3/334.3 ^a	45/45	+
FB ₂	16.8	706.5	336.3 ^a /318.3	45/45	+
FB ₃	15.8	706.5	336.3 ^a /318.3	45/45	+
T-2	16.1	484.3	305.1 ^a /185.1	10/20	+
HT-2	15.4	442.2	263.1/215.1 ^a	10/10	+
ZEN	16.7	317.1	175.0 ^a /130.8	25/33	-

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	离子化方式
OTA	16.4	404.1	358.0/239.0 ^a	10/25	+
ST	17.0	325.0	310.0/281.0 ^a	20/36	+
[¹³ C ₁₅]-NIV	2.7	372.1	295.1	13	-
[¹³ C ₁₅]-DON	4.4	312.2	245.1	22	+
[¹³ C ₂₁]-DON-3G	4.7	312.2	245.1	22	+
[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	10.4	356.2	245.1	10	+
[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	10.7	373.1	276.0	15	+
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	14.3	330.1	301.1	21	+
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	13.9	332.2	303.0	21	+
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	13.6	346.1	257.1	25	+
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	13.1	348.1	330.1	23	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₁	15.5	756.5	356.4	45	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	16.8	740.5	358.3	45	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₃	15.8	740.5	358.3	45	+
[¹³ C ₂₄]-T-2	16.1	508.3	322.1	10	+
[¹³ C ₁₇]-HT-2	15.4	464.1	278.1	10	+
[¹³ C ₁₈]-ZEN	16.7	335.2	185.0	25	-
[¹³ C ₂₀]-OTA	16.4	424.2	250.1	25	+
[¹³ C ₁₈]-ST	17.0	343.1	327.1	20	+
^a 定量离子.					

e) 质谱仪器参考条件 2

质谱系统: Waters Xevo TQ-S

离子源: 电喷雾离子源 (ESI)
 质谱扫描方式: 多反应检测模式 (MRM)
 毛细管电压: 3.0 kV (+) 和 2.7 kV (-)
 脱溶剂气温度: 500°C
 脱溶剂气流速: 1000 L/hr
 锥孔温度: 150°C
 锥孔反吹气流速: 150 L/hr
 质量偏差: 0.2
 驻留时间: 0.025 s

17种真菌毒素的质谱参考条件见表6。

表 6 17 种真菌毒素的质谱条件

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	锥孔电压 V	离子化方式
NIV	2.3	357.0	281.0 ^a /311.0	14/12	14	-
DON	4.4	297.2	203.2/249.1 ^a	10/10	20	+
DON-3G	4.9	297.2	203.2/249.1 ^a	10/10	20	+
3-AcDON	9.1	339.1	203.1/231.1 ^a	13/13	17	+
15-AcDON	9.3	339.2	261.0 ^a /279.0	12/10	18	+
AFB ₁	11.7	313.1	241.1/285.0 ^a	30/22	25	+
AFB ₂	11.4	315.1	259.1/287.1 ^a	30/24	25	+
AFG ₁	11.1	329.1	310.1/243.1 ^a	25/28	36	+
AFG ₂	10.7	331.1	245.1/313.1 ^a	30/24	36	+
FB ₁	13.0	722.5	334.4 ^a /352.4	40/32	42	+
FB ₂	15.7	706.5	318.4/336.4 ^a	38/38	40	+
FB ₃	14.4	706.5	318.4/336.4 ^a	38/38	40	+
T-2	14.2	484.3	185.1/305.2 ^a	17/15	15	+

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	锥孔电压 V	离子化方式
HT-2	13.0	442.2	215.1/263 ^a	12/12	14	+
ZEN	15.3	319.2	187.1 ^a /283.1	19/11	17	-
OTA	15.7	404.1	239 ^a /358.1	27/18	21	+
ST	15.8	325.1	281.1 ^a /310.1	31/25	33	+
[¹³ C ₁₅]-NIV	2.3	371.8	294.9	14	14	-
[¹³ C ₁₅]-DON	4.4	312.0	263.0	12	20	+
[¹³ C ₂₁]-DON-3G	4.9	312.0	263.0	12	20	+
[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	9.1	356.0	245.0	12	17	+
[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	9.3	356.0	245.0	12	18	+
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	11.7	330.0	301.0	30	25	+
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	11.4	332.0	303.0	25	25	+
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	11.1	346.2	257.0	37	36	+
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	10.7	348.0	259.0	29	36	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₁	13.0	756.4	356.0	39	42	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	15.7	740.5	358.0	40	40	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₃	14.4	740.5	358.3	45	40	+
[¹³ C ₂₄]-T-2	14.2	508.0	322.0	13	15	+
[¹³ C ₁₇]-HT-2	13.0	464.0	278.0	15	14	+
[¹³ C ₁₈]-ZEN	15.3	337.0	197.0	20	17	-
[¹³ C ₂₀]-OTA	15.7	424.0	250.0	32	21	+
[¹³ C ₁₈]-ST	15.8	343.0	327.0	23	33	+
^a 定量离子.						

f) 质谱仪器参考条件 3

质谱系统: SCIEX QTRAP™ 6500

离子源: 电喷雾离子源 (ESI)

质谱扫描方式: 多反应检测模式 (MRM)

离子喷雾电压: 4500V (-) 和 5500V (+)

辅助加热器温度: 400°C

气帘气压力: 172.37 kPa (25 psi)

气体1压力: 379.21 kPa (55 psi)

气体2压力: 379.21 kPa (55 psi)

碰撞气压力: 中

17种真菌毒素的质谱参考条件见表7。

表 7 17 种真菌毒素的质谱条件

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	去簇电压 V	离子化方式
NIV	2.2	357.2	311.0/281.0 ^a	-13/-13	-40	-
DON	4.0	297.2	231.0 ^a /203.0	22/20	55	+
DON-3G	4.3	297.2	231.0 ^a /203.0	22/20	55	+
3-AcDON	8.3	339.2	231.1 ^a /213.1	18/22	20	+
15-AcDON	8.5	356.2	137.0 ^a /321.0	23/19	40	+
AFB ₁	11.5	313.1	285.0 ^a /269.0	30/43	70	+
AFB ₂	11.2	315.1	287.0 ^a /259.0	34/38	80	+
AFG ₁	11.0	329.15	243.0/311.0 ^a	35/38	80	+
AFG ₂	10.8	331.15	285.0/245.0 ^a	37/40	90	+
FB ₁	12.6	722.5	352.3/334.3 ^a	49/54	40	+

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	去簇电压 V	离子化方式
FB ₂	13.9	706.5	336.3 ^a /318.2	50/43	30	+
FB ₃	13.3	706.5	336.3 ^a /318.2	50/43	30	+
T-2	13.3	484.2	185.0/305.1 ^a	27/19	20	+
HT-2	12.5	442.14	263.1/215.0 ^a	17/19	40	+
ZEN	13.8	317.0	175.0 ^a /131.0	-25/-40	-80	-
OTA	14.0	404.1	358.1/239.0 ^a	26/30	30	+
ST	14.1	325.1	310.0/281.0 ^a	35/51	90	+
[¹³ C ₁₅]-NIV	2.2	372.1	295.0	-13	-40	-
[¹³ C ₁₅]-DON	4.0	312.2	245.1	22	55	+
[¹³ C ₂₁]-DON-3G	4.3	312.2	245.1	22	55	+
[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	8.3	356.2	245.1	18	20	+
[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	8.5	373.1	276.0	15	40	+
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	11.5	330.1	301.1	30	70	+
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	11.2	332.15	303.1	34	80	+
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	11.0	346.1	257.1	35	80	+
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	10.8	348.1	259.1	40	90	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₁	12.6	756.5	356.3	54	40	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	13.9	740.4	358.3	50	30	+
[¹³ C ₃₄]-FB ₃	13.3	740.5	358.3	45	30	+
[¹³ C ₂₄]-T-2	13.3	508.3	322.1	19	20	+
[¹³ C ₁₇]-HT-2	12.5	464.2	278.1	17	40	+
[¹³ C ₁₈]-ZEN	13.8	335.1	185.0	-41	-80	-

真菌毒素	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 V	去簇电压 V	离子化方式
[¹³ C ₂₀]-OTA	14.0	424.1	250.0	30	30	+
[¹³ C ₁₈]-ST	14.1	343.1	327.0	35	90	+
^a 定量离子.						

3. 试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

本方法目前已在浙江疾病预防控制中心、黑龙江省粮食质量安全监测和技术中心、河南省粮食科学研究所有限公司、江西华中检验检测科技有限公司、山东省粮油检测中心、浙江国正检测技术有限公司、广东省粮食科学研究所有限公司、广电计量检测（南宁）有限公司行业内外 8 家实验室完成验证。验证样品包括加标玉米、小麦、稻谷样品、自然污染玉米、小麦样品等，对 8 家实验室返回的检测结果根据国标 GB/T 6379.2—2004 采用柯克伦检验和格拉布斯检验剔除离群值，重复性的变异系数小于 15%，再现性变异系数小于 20%，HorRat 值在 2 之内，均符合《食品法典委员会程序手册》中关于联合验证的要求，统计结果见下表 8~表 16。说明本方法在各实验室验证均有很好的重复性和再现性。

表 8 小麦低质量浓度水平加标实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	3-AcDON	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	T-2	HT-2	ZEN	OTA	ST
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	7	7	7	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	7	8	8	8
离群实验室数目	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
平均值, m (μg/kg)	356.24	323.16	50.13	53.50	41.64	1.91	2.02	2.01	2.04	211.18	135.22	169.02	3.13	17.89	45.23	3.90	2.00
重复性标准 偏差, Sr (μg/kg)	14.10	14.01	2.14	1.66	2.25	0.10	0.13	0.10	0.11	8.77	10.64	9.20	0.14	2.29	1.16	0.29	0.05
重复性限, r (μg/kg)	39.89	39.64	6.06	4.69	6.37	0.28	0.37	0.29	0.30	24.82	30.11	26.03	0.41	6.48	3.27	0.83	0.15
再现性标准 偏差, SR (μg/kg)	14.10	27.57	4.79	6.46	3.52	0.24	0.43	0.26	0.24	17.16	14.95	15.79	0.36	3.19	6.46	0.46	0.19
再现性限, R (μg/kg)	39.89	78.02	13.56	18.29	9.95	0.67	1.21	0.74	0.68	48.57	42.31	44.70	1.00	9.04	18.28	1.30	0.54
HorRat 值	0.60	1.28	1.08	1.38	0.93	0.86	1.48	0.92	0.83	1.14	1.45	1.27	0.85	1.73	1.59	0.91	0.66

表 9 小麦高质量浓度水平加标实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	3-AcDON	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	T-2	HT-2	ZEN	OTA	ST
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	7	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
平均值, m ($\mu\text{g/kg}$)	2903.78	2340.69	287.98	615.56	311.65	15.05	15.32	15.01	15.71	1714.25	1050.55	1315.27	25.00	141.37	349.04	28.53	15.03
重复性标准偏差, Sr ($\mu\text{g/kg}$)	94.24	27.19	13.13	8.62	10.13	0.38	0.70	0.40	0.62	44.69	47.99	30.74	1.02	7.27	7.36	0.96	0.34
重复性限, r ($\mu\text{g/kg}$)	266.70	76.93	37.15	24.41	28.68	1.09	1.99	1.12	1.76	126.48	135.82	86.98	2.90	20.58	20.84	2.72	0.96
再现性标准偏差, SR ($\mu\text{g/kg}$)	137.98	78.58	36.05	44.50	16.08	0.99	2.59	2.37	0.86	146.21	47.99	87.99	3.37	9.97	37.66	1.47	0.78
再现性限, R ($\mu\text{g/kg}$)	390.47	222.39	102.01	125.93	45.50	2.81	7.32	6.71	2.43	413.77	135.82	249.00	9.55	28.22	106.57	4.16	2.21
HorRat 值	0.99	0.68	1.84	1.19	0.77	0.62	1.60	1.49	0.52	1.64	0.82	1.24	1.38	0.93	1.63	0.54	0.49

表 10 玉米低质量浓度水平加标实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	3-AcDON	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	T-2	HT-2	ZEN	OTA	ST
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	7	8	8	7	8	7	8
离群实验室数目	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	1	0
平均值, m (μg/kg)	1530.34	1218.46	198.96	212.44	166.12	7.36	7.88	7.62	7.80	1005.37	574.06	713.77	13.07	70.98	169.93	13.51	6.99
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	54.82	19.27	10.36	4.12	6.50	0.23	0.36	0.23	0.26	27.95	5.65	26.34	0.39	3.51	4.24	0.55	0.21
重复性限, r (μg/kg)	155.13	54.53	29.31	11.66	18.39	0.64	1.03	0.65	0.75	79.11	16.00	74.53	1.10	9.92	12.01	1.56	0.59
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	85.71	34.07	12.96	11.26	12.50	0.50	1.24	1.15	0.49	78.65	42.04	57.23	2.04	5.83	20.63	1.04	0.43
再现性限, R (μg/kg)	242.55	96.41	36.68	31.86	35.38	1.42	3.51	3.26	1.38	222.58	118.98	161.97	5.76	16.49	58.39	2.95	1.23
HorRat 值	1.06	0.51	0.91	0.75	1.02	0.58	1.35	1.29	0.53	1.39	1.20	1.35	1.44	0.98	1.65	0.72	0.52

表 11 玉米高质量浓度水平加标实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	3-AcDON	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	T-2	HT-2	ZEN	OTA	ST
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	7	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
平均值, m (μg/kg)	3009.86	2375.03	305.62	313.62	318.90	14.54	15.38	14.75	15.13	1919.63	1162.59	1433.39	25.38	142.36	324.97	26.50	13.67
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	89.02	69.82	15.08	7.79	12.31	0.49	0.64	0.48	0.69	37.81	18.41	37.00	1.46	9.74	12.06	0.89	0.54
重复性限, r (μg/kg)	251.93	197.60	42.68	22.06	34.84	1.38	1.80	1.36	1.95	107.01	52.11	104.72	4.14	27.57	34.13	2.51	1.52
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	112.75	108.14	40.84	27.49	22.98	1.00	2.34	2.16	0.69	114.48	74.09	101.68	3.80	16.65	40.20	1.70	0.85
再现性限, R (μg/kg)	319.08	306.03	115.58	77.79	65.04	2.83	6.63	6.11	1.95	323.98	209.68	287.76	10.76	47.12	113.77	4.82	2.40
HorRat 值	0.78	0.92	1.98	1.31	1.08	0.65	1.45	1.38	0.43	1.17	1.16	1.33	1.53	1.55	1.85	0.66	0.58

表 12 糙米低质量浓度水平加标实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	3-AcDON	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	T-2	HT-2	ZEN	OTA	ST
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	7	8	8	8
离群实验室数目	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
平均值, m (μg/kg)	370.71	287.54	48.06	82.14	42.00	1.90	2.02	1.92	2.08	222.14	135.03	170.19	3.15	17.02	43.30	3.69	2.03
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	9.52	9.38	5.11	1.75	2.74	0.09	0.11	0.08	0.16	11.75	3.30	9.04	0.24	1.34	1.83	0.20	0.07
重复性限, r (μg/kg)	26.93	26.56	14.47	4.96	7.76	0.26	0.31	0.22	0.46	33.25	9.35	25.59	0.67	3.79	5.17	0.56	0.21
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	29.85	29.28	5.51	8.49	5.94	0.18	0.34	0.29	0.18	18.17	11.19	11.01	0.43	3.52	3.51	0.27	0.19
再现性限, R (μg/kg)	84.47	82.87	15.58	24.03	16.80	0.51	0.97	0.82	0.52	51.43	31.68	31.16	1.22	9.97	9.94	0.76	0.53
HorRat 值	1.23	1.50	1.29	1.26	1.56	0.66	1.19	1.05	0.62	1.16	1.09	0.88	1.02	1.99	0.90	0.55	0.65

表 13 糙米高质量浓度水平加标实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	3-AcDON	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	T-2	HT-2	ZEN	OTA	ST
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	7	8
离群实验室数目	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
平均值, m (μg/kg)	1532.89	1195.32	201.21	210.60	164.04	7.36	7.97	7.78	7.88	922.90	535.58	656.40	12.89	74.42	179.66	14.31	7.66
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	50.00	19.36	12.63	5.77	4.30	0.46	0.23	0.37	0.32	31.63	24.80	23.83	0.71	5.45	5.40	0.72	0.29
重复性限, r (μg/kg)	141.49	54.80	35.75	16.33	12.18	1.29	0.65	1.03	0.91	89.51	70.20	67.45	2.00	15.42	15.27	2.04	0.81
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	59.01	56.99	17.72	9.88	10.39	0.46	1.45	1.23	0.45	97.68	36.98	60.05	1.73	6.30	15.83	0.96	0.50
再现性限, R (μg/kg)	167.00	161.29	50.14	27.96	29.40	1.30	4.11	3.48	1.28	276.43	104.64	169.93	4.89	17.82	44.79	2.71	1.41
HorRat 值	0.73	0.87	1.23	0.66	0.86	0.53	1.56	1.35	0.49	1.86	1.12	1.52	1.24	1.02	1.21	0.63	0.56

表 14 玉米自然污染样品 1 实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	DON	DON-3G	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	ZEN
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	7	8	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	1	0	0	0	0	0	0	0
平均值, m (μg/kg)	1004.91	156.57	226.00	16.31	2.15	1395.48	491.19	147.35	40.39
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	27.57	15.93	4.70	1.10	0.22	40.38	17.77	6.16	2.31
重复性限, r (μg/kg)	78.03	45.07	13.29	3.11	0.61	114.27	50.29	17.43	6.55
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	48.26	21.21	11.76	1.38	0.22	103.10	24.34	16.03	5.14
再现性限, R (μg/kg)	136.56	60.01	33.28	3.90	0.61	291.76	68.89	45.37	14.54
HorRat 值	0.85	1.82	0.74	0.81	0.71	1.38	0.79	1.45	1.39

表 15 玉米自然污染样品 2 实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	DON	DON-3G	15-AcDON	AFB ₁	AFB ₂	FB ₁	FB ₂	FB ₃	ZEN
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	7	8	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	1	0	0	0	0	0	0	0
平均值, m (μg/kg)	932.45	177.04	376.39	18.43	2.60	1448.63	472.51	154.26	91.06
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	26.11	18.68	13.84	1.19	0.21	67.69	29.63	9.27	4.51
重复性限, r (μg/kg)	73.88	52.86	39.18	3.35	0.59	191.58	83.86	26.23	12.76
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	48.80	18.68	30.81	1.31	0.21	76.60	35.93	11.79	6.16
再现性限, R (μg/kg)	138.11	52.86	87.20	3.70	0.59	216.79	101.68	33.35	17.42
HorRat 值	0.92	1.44	1.25	0.69	0.59	0.99	1.21	1.02	0.84

表 16 小麦自然污染样品实验室间真菌毒素的验证结果

真菌毒素	NIV	DON	DON-3G	ZEN
实验室数目	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	7	8
离群实验室数目	0	0	1	0

平均值, m (μg/kg)	1304.88	933.02	208.34	387.03
重复性标准偏差, Sr (μg/kg)	25.17	19.40	12.76	14.58
重复性限, r (μg/kg)	71.24	54.90	36.11	41.27
再现性标准偏差, SR (μg/kg)	76.26	53.93	25.59	38.39
再现性限, R (μg/kg)	215.83	152.61	72.42	108.65
HorRat 值	1.08	1.01	1.72	1.53

4. 与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

目前，国外尚未制定谷物中多种真菌毒素同时测定的标准方法，只有相关文献报道。起草组根据我国粮油检测技术水平，研究制定了本标准的相关内容。我国粮油检验机构均满足本标准规定的试剂和仪器的要求，本标准方法经多家检验机构不同型号仪器验证确认，验证结果准确稳定。

5. 以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

无。

6. 与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准采用直接提取-稀释的方法进行前处理后，液相色谱-质谱检测，可以同时检测谷物中的 17 种真菌毒素，简单便捷，检测结果与国标方法一致，是现行国标方法的有效补充，符合现行的法律法规和强制性标准要求。

7. 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

8. 涉及专利的有关说明

无。

9. 实施标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传。

（2）要对标准的不同使用对象，消费者、生产厂家、质量监管部门等，有侧重点地进行培训、宣传。

实施的过渡期宜定为 6 个月。

10. 其他应当说明的事项

经对标准进行公平竞争审查，未发现存在违反《公平竞争审查条例》相关规定的情况。

《粮油检验 主要谷物中 17 种真菌毒素的测定 液相色谱-
串联质谱法》粮食行业标准起草组

2026 年 9 月 1 日