

大米中 16 种真菌毒素同时检测分析

李文廷, 张瑞雨, 张秀清, 梁孟军, 梁志坚, 马晓年*

(昆明市疾病预防控制中心, 昆明 650228)

摘 要: 目的 建立大米中黄曲霉毒素、伏马毒素、雪腐镰刀菌烯醇、脱氧雪腐镰刀菌烯醇类毒素、玉米赤霉烯酮、赭曲霉毒素 A、T-2 毒素、HT-2 毒素以及杂色曲霉毒素等 16 种真菌毒素便捷准确的液相色谱-串联质谱法。**方法** 大米样品经粉碎均质后采用 70% 甲醇水溶液浸泡提取, 通过 PriboFastRM226 多功能净化柱净化, 利用液相色谱串联质谱的多反应监测模式进行测定分析, 采用内标法定量。**结果** 16 种真菌毒素均具有良好的线性关系($r > 0.99$), 3 个加标水平回收率为 85.2%~102.8%, 相对标准偏差范围为 2.05%~4.75%。在 61 件大米检测中, 共有 5 件样品检出真菌毒素, 检测到的真菌毒素有 5 种, 其中雪腐镰刀菌烯醇、伏马毒素 B₁、伏马毒素 B₂、15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇各有 1 件样品检出, 黄曲霉毒素 B₁ 有 3 件检出, 检出率为 8.33%, 检出的 5 种真菌毒素含量在 0.69~71.47 $\mu\text{g/kg}$, 均未超过国家食品安全标准规定的真菌毒素限量标准。**结论** 大米中真菌毒素的检出率低, 含量符合国家标准要求, 该检测方法准确、可靠、便捷, 可适用于大米中多种真菌毒素的检测。

关键词: 真菌毒素; 大米; 液相色谱-串联质谱法; 多功能净化柱; 云南

Simultaneous detection and analysis of 16 mycotoxins in rice

LI Wen-Ting, ZHANG Rui-Yu, ZHANG Xiu-Qing, LIANG Meng-Jun,
LIANG Zhi-Jian, MA Xiao-Nian*

(Kunming Center for Disease Control and Prevention, Kunming 650228, China)

ABSTRACT: Objective To establish a convenient and accurate method for the determination of 16 mycotoxins, including aflatoxin, fumonisin, nivalenol, deoxynivalenol, zearalenone, ochratoxin A, T-2 toxin, HT-2 toxin and sterigmatocystin by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Rice samples were extracted by 70% methanol aqueous solution after homogenization, purified by PriboFastRM226 multifunctional purification column, determined and analyzed by multi-reaction monitoring mode of liquid chromatography-tandem mass spectrometry, and quantified by internal standard method. **Results** The regression equations of 16 mycotoxins had good linear relationships ($r > 0.99$). The recoveries of the 3 spiked levels ranged from 85.2% to 102.8%, and the relative standard deviations ranged from 2.05% to 4.75%. In tests of 61 rice samples, 5 samples were found to detect mycotoxins, and 5 species of mycotoxins were detected. Among them, nivalenol, fumonisin B₁, fumonisin B₂, 15-acetyl deoxynivalenol were detected in one sample, and aflatoxin B₁ was detected in 3 samples. The detection rate was 8.33%, and the five mycotoxins were detected in the range of 0.69-71.47 $\mu\text{g/kg}$, which did not exceed the limit of

基金项目: 昆明市卫生科技人才培养项目暨“十百千”工程培养计划(2018-sw(后备)-20)、昆明市卫生计生科研项目(2017-12-06-003)

Fund: Supported by the Kunming Health Science and Technology Talents Training Project (2018- sw(reserve)-20) and the Kunming Health and Family Planning Research Project (2017-12-06-003)

***通讯作者:** 马晓年, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。E-mail: 179267837@qq.com

***Corresponding author:** MA Xiao-Nian, Master, Chief Technician, Kunming Center for Disease Control and Prevention, Ziyun Road, Kunming 650228, China. E-mail: 179267837@qq.com

mycotoxin limit specified by the national food safety standards. **Conclusion** The detection rates of mycotoxins in rice are low, and the contents meet the requirements of national standards. The detection method is accurate, reliable and convenient, and can be applied to the detection of multiple mycotoxins in rice.

KEY WORDS: mycotoxins; rice; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; multifunctional purification column; Yunnan

1 引言

真菌毒素是由真菌次生代谢产生的有毒物质, 对人体的健康存在极大的威胁^[1,2], 可使动物出现急性、亚急性、慢性中毒症状^[3,4]。农产品在生长阶段、收割晾晒、产品加工及储存运输期间, 均存在被真菌毒素污染的可能^[5]。黄曲霉毒素是一种天然存在的最强致癌物之一, 以黄曲霉毒素 B₁(aflatoxin B₁, AFTB₁)毒性最强, 伏马毒素是新发现的新型、强毒性的生物毒素, 脱氧雪腐镰刀菌烯醇是最常见的一类污染性真菌毒素, 会引起食欲下降, 呕吐等症状^[6,7]。因此, 严格控制粮食中真菌毒素含量与百姓的安全健康息息相关。据不完全统计, 全世界大约有 25% 的农产品被真菌毒素污染, 造成的损失达数百亿美元。近年来, 世界各地已经纷纷高度重视真菌毒素的污染问题, 并着手研制相应的测定方法以及限量要求, 我国也新出 GB 2761-2017《食品安全国家标准食品中真菌毒素限量》标准, 增加了真菌毒素的检测范围及相应含量限制^[8]。

真菌毒素的检测方法主要有酶联免疫吸附法、免疫亲和净化-液相色谱法、免疫亲和柱色谱-酶联免疫吸附法、液相色谱-串联质谱法^[9-12]。近年来, 真菌毒素的假阳性问题备受关注, 不仅能引起消费者对健康安全的恐慌, 对产品企业也有消极的影响, 液相色谱-串联质谱法具有灵敏度高、准确性好、多种组分同时检测等技术优点成为目前较为推广的检测方法^[13-18]。国家标准检测方法主要针对单一类真菌毒素的检测, 文献报道真菌毒素的检测较多指向饲料方面, 对于谷物中真菌毒素的检测主要偏向于单一类或者较少的检测项目。

本实验主要针对 2018 年国家食品安全风险监测任务中云南大米的检测分析, 利用内标法定量, 建立超高液相色谱-串联质谱同时检测 16 种真菌毒素的检测方法, 全面提供准确的实验数据, 为相关部门对大米的监管提供技术支持。

2 材料与方法

2.1 仪器

1290 Infinity II 超高效液相色谱-QTRAP 4500 串联质谱(美国 Agilent Technologies 公司-美国 AB SCIEX 公司, 配有电喷雾离子源); XS205DU 十万分之一分析天平(瑞士

Mettler Toledo 公司); KQ-500DE 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); Arium pro D1 纯水处理终端机(德国 Sartorius 公司); PriboFastRMulti-Toxin IAC 免疫亲和净化柱(美国 Pribolab 公司); 3H16RI 智能台式高速冷冻离心机(湖南赫仪器装备有限公司)。

2.2 试剂

16 种真菌毒素标准物质黄曲霉毒素 B₁(aflatoxin B₁, AFTB₁)、黄曲霉毒素 B₂(aflatoxin B₂, AFTB₂)、黄曲霉毒素 G₁(aflatoxin G₁, AFTG₁)、黄曲霉毒素 G₂(aflatoxin G₂, AFTG₂)、雪腐镰刀菌烯醇(nivalenol, NIV)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)、3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇(3-acetyl-deoxynivalenol, 3-AcDON)、15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇(15-acetyl-deoxynivalenol, 15-AcDON)、玉米赤霉烯酮(zearalmon, ZEN)、赭曲霉毒素 A(ochratoxin A, OTA) 伏马毒素 B₁(fumonisin B₁, FB₁)、伏马毒素 B₂(fumonisin B₂, FB₂)、伏马毒素 B₃(fumonisin B₃, FB₃)、T-2 毒素(T-2 toxin, T-2)、HT-2 毒素(HT-2 toxin, HT-2)、杂色曲霉毒素(sterigmatocystin, ST)、15 种同位素内标: ¹³C₁₇-AFTB₁、¹³C₁₇-AFTB₂、¹³C₁₇-AFTG₁、¹³C₁₇-AFTG₂、¹³C₁₅-NIV、¹³C₁₅-DON、¹³C₁₅-3-AcDON、¹³C₁₈-ZEN、¹³C₂₀-OTA、¹³C₃₄-FB₁、¹³C₃₄-FB₂、¹³C₃₄-FB₃、¹³C₂₄-T-2、¹³C₂₂-HT-2、¹³C₁₈-ST(美国 Pribolab 公司); 大米质控样(美国 Romer Labs 公司); 甲醇、乙腈(色谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 实验中所用水为去离子水。

2.3 材料

检测大米样品由云南各州市粮油质检站进行采集提供, 德宏州 3 个县进行采集为 8 件, 怒江州 1 个市进行采集为 3 件, 临沧市 7 个县进行采集为 16 件, 迪庆州 2 个县进行采集为 3 件, 丽江市 1 个县进行采集为 8 件, 大理市 11 个县进行采集为 16 件, 玉溪市 2 个县进行采集为 6 件, 共计大米样品 60 件。

2.4 实验方法

2.4.1 标准溶液的配制

分别将 16 种真菌毒素用乙腈稀释为 2.0 μg/mL 的中间液, 依据 16 种真菌毒素在质谱多反应监测(multi reaction monitor, MRM)模式下响应强度不一致性, 移取一定量中间液适度稀释进行质谱参数的寻找及优化, 精确量取一定体积的 16 种真菌毒素单一标准储备液于 10 mL 容量瓶中,

用乙腈定容至刻度,为不同质量浓度的混合标准储备液,精确量取一定体积的 15 种各真菌毒素同位素内标准溶液于 5 mL 容量瓶中,用乙腈稀释定容至刻度,充分混后得不同质量浓度混合真菌毒素同位素内标工作液,黄曲霉毒素系列同位素内标浓度为 0.01 μg/mL,伏马毒素 B₂、B₃ 和赭曲霉毒素 A 的同位素内标浓度为 0.2 μg/mL,其余真菌毒素的同位素内标浓度均为 0.5 μg/mL,分别避光储存于 -20 °C 条件下。

2.4.2 样品溶液的制备

精确称量 5 g 大米试样(精确到 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 甲醇-水-甲酸(70:29:1, 体积比),涡旋 1 min,超声提取 20 min,涡旋振荡提取 30 min,转移至高速冷冻离心机以 10000 r/min 离心 5 min,取 10 mL 上清液通过 PriboFastRM226 多功能净化柱,收集滤液至试管中,在 50 °C 下用氮气缓缓地将洗脱液吹至近干,加入 20% 的乙腈-水溶液 0.5 mL 溶解,加入 20 μL 混合真菌毒素同位素内标工作液,过 0.22 μm 滤膜,供测试待用。

2.4.3 色谱条件

色谱柱: Waters HSS T3 C₁₈ 柱(柱长 50 mm, 柱内径 2.1 mm, 填料粒径 1.8 μm),柱温设定 40 °C,流动相为梯度洗脱,A 相: 乙腈,B 相: 0.2% 甲酸水(正离子模式)和 0.2% 氨水(负离子模式)溶液,流速为 0.3 mL/min,样品进样体积 15 μL,检测运行时间 8.0 min。

2.4.4 质谱条件

电喷雾离子源正离子模式(ESI+),多离子反应监测模式,离子源温度 550 °C,离子喷雾电压(ionspray voltage)为 5500.0 V,气帘气为 30 psi,雾化气为 55 psi,辅助气为 55 psi。

2.4.5 质谱条件的优化

将 16 种真菌毒素以及 15 种同位素内标分别用乙腈稀释至质量浓度 400 μg/L,以 7 μL/min 的流速在流动注射的方式下分别采取正离子和负离子模式进行一级质谱(Q1 MS)扫描,寻找目标化合物的母离子,二级质谱 Product

Ion Scan(MS2)扫描选取强度最高的碎片离子作为定量离子,以强度次高的离子作为定性离子。用 MRM 模式分别优化目标化合物的锥孔电压、碰撞能量等质谱条件,最终得到样品检测的质谱参数,如表 1 所示。

3 结果与分析

3.1 检测模式的选择

通过对 16 种真菌毒素和 15 种同位素内标的母离子及子离子的寻找,脱氧雪腐镰刀菌烯醇及同位素内标只有在负离子模式中有响应,而其余的在正离子模式下有较好的响应,所以脱氧雪腐镰刀菌烯醇及同位素内标选择负离子模式检测,其余真菌毒素选择正离子模式检测。

3.2 色谱条件的选择

流动相分别选择了乙腈、甲醇作为有机相,0.2% 氨水、0.2% 甲酸水及纯水作为水相,进行组合条件的考察,结果表明乙腈-0.2% 氨水组合作为负离子检测模式流动相,乙腈-0.2% 甲酸作为正离子检测模式流动相,目标分析物的分离效果、质谱信号响应强度以及出峰状况最佳,正负离子模式梯度洗脱程序均为: 0~1.0 min, 80%B; 1.0~2.5 min, 80%B~40%B; 2.5~4.5 min, 40%B~0%B; 4.5~5.5 min, 0%B; 5.5~7.0 min, 0%B~80%B; 7.0~8.0 min, 80%B。通过优化好的色谱和质谱条件进行分析,各真菌毒素的 MRM 色谱图分别见图 1。

3.3 线性关系及灵敏度

依据 16 种真菌毒素在质谱 MRM 模式下有差异较大的响应强度,测试的标准溶液配制为不同浓度范围的混合标准溶液,以各种真菌毒素定量离子峰面积为纵坐标,对应的质量浓度(μg/L)为横坐标绘制标准曲线,以 3 倍信噪比(S/N)计算出检出限(limit of detection, LOD),10 倍信噪比计算出定量限(limit of quantity, LOQ),线性关系参数见表 2。

表 1 16 种真菌毒素及 15 种同位素内标在 MRM 模式下检测的质谱参数
Table 1 Mass spectrum parameters of 16 kinds of mycotoxins and 15 isotope internal standards detected in MRM mode

真菌毒素	母离子(m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 /ms	保留时间 /min	锥孔电压/V	碰撞能/V
ST	325.0	309.9*	50	3.99	115	34
		281.0	50		115	50
OTA	404.0	238.9*	50	3.81	120	31
		341.0	50		120	25
FB ₁	722.4	352.4*	50	2.93	220	47
		334.2	50		220	52
FB ₂	706.4	336.2	50	3.21	112	47
		318.4	50		112	50
FB ₃	706.5	336.4*	50	3.20	118	49
		354.2	50		118	43

续表 1

真菌毒素	母离子(m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 /ms	保留时间 /min	锥孔电压/V	碰撞能/V
3-AcDON	339.0	257.2*	50	5.89	100	40
		174.9	50		100	28
15-AcDON	339.2	137.0*	50	5.09	90	21
		261.0	50		90	16
ZEN	319.9	233.2*	50	2.97	95	28
		203.9	50		150	32
AFTB ₁	313.4	241.0*	50	3.16	121	48
		269.0	50		121	40
NIV	313.1	240.9*	50	3.14	120	47
		268.9	50		120	40
AFTB ₂	314.9	259.0*	50	2.99	124	39
		286.9	50		124	35
AFTG ₁	329.1	243.1*	50	2.97	120	36
		215.1	50		120	42
AFTG ₂	331.3	245.0*	50	2.79	122	41
		257.1	50		122	41
T-2	484.0	305.1*	50	3.67	80	44
		185.0	50		80	32
HT-2	425.3	263.0*	50	3.44	75	35
		245.0	50		75	33
¹³ C-ST	343.0	327.1	50	3.96	112	34
¹³ C-AFG ₁	346.0	257.2	50	2.98	111	37
¹³ C-T-2	508.2	322.2	50	3.68	40	19
¹³ C-FB ₁	756.4	356.4	50	2.93	133	54
¹³ C-OTA	424.0	250.0	50	3.79	70	33
¹³ C-FB ₃	740.4	358.3	50	3.18	123	50
¹³ C-ZEN	337.1	197.0	50	2.95	93	33
¹³ C-DON	311.8	216.2	50	3.16	78	22
¹³ C-NIV	328.1	186.1	50	3.27	98	22
¹³ C-AFTB ₁	330.0	255.0	50	3.14	128	51
¹³ C-3-AcDON	356.0	227.1	50	2.89	93	20
¹³ C-HT-2	447.2	278.1	50	3.25	73	14
¹³ C-AFTB ₂	332.2	303.0	50	2.98	118	37
¹³ C-AFTG ₂	348.0	259.1	50	2.78	100	42
¹³ C-FB ₂	740.4	358.4	50	3.18	132	51
DON	295.0	137.8*	50	3.45	-63	-23
		173.0	50		-63	-38

注: *为定量离子, DON 及 ¹³C-DON 为负离子模式。

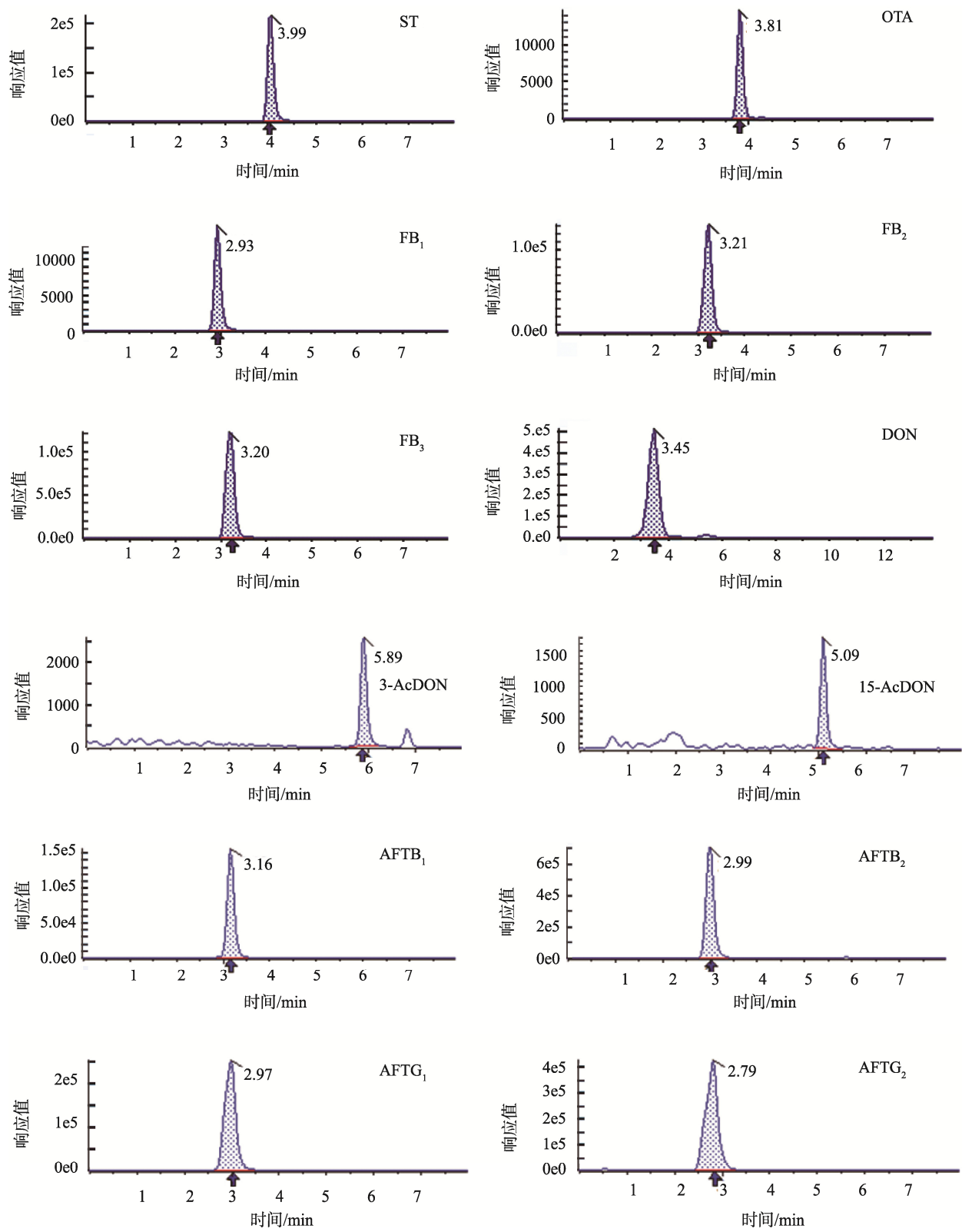
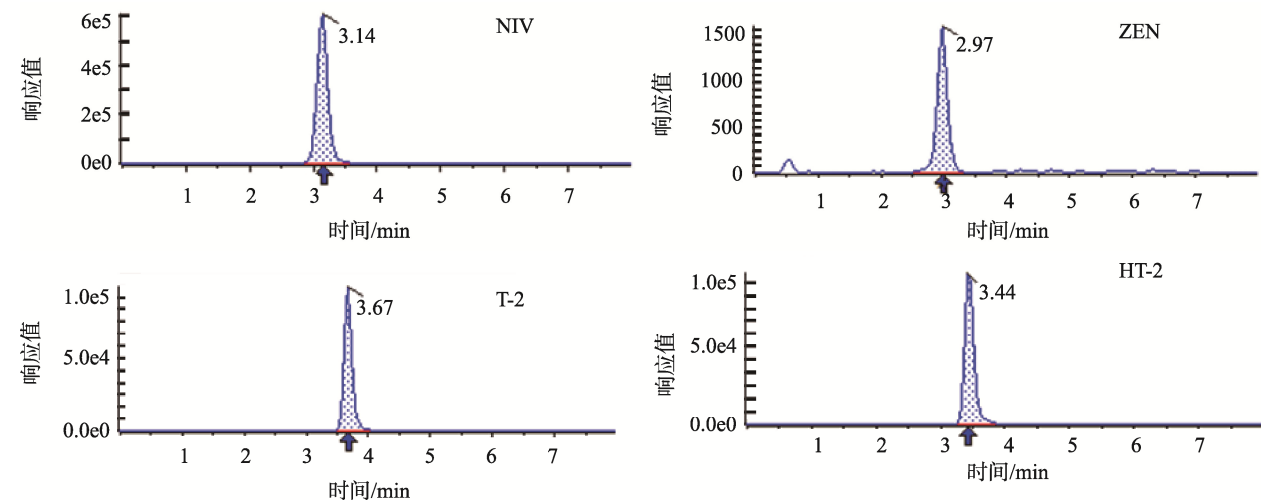


图 1 16 种真菌毒素的 MRM 色谱图
Fig.1 MRM chromatograms of 16 kinds of mycotoxins



续图 1 16 种真菌毒素的 MRM 色谱图
Fig.1 MRM chromatograms of 16 kinds of mycotoxins

表 2 16 种真菌毒素的线性关系、检测限
Table 2 Linear relationships and limits of detection of 16 mycotoxins

真菌毒素	线性方程	相关系数 r	线性范围/($\mu\text{g/L}$)	检出限/($\mu\text{g/kg}$)	定量限/($\mu\text{g/kg}$)
AFTB ₁	$Y=3.20293\text{e}4X+122993.71922$	0.9956	5.32~199.50	0.05	0.15
AFTB ₂	$Y=5.35556\text{e}4X+4023.75829$	0.9976	1.40~52.5	0.10	0.30
AFTG ₁	$Y=24794.91696X+3163.39172$	0.9939	5.32~199.50	0.05	0.15
AFTG ₂	$Y=14492.76686X-964.62416$	0.9991	1.40~52.5	0.10	0.30
T-2	$Y=64.78417X+243.41978$	0.9996	5.32~199.50	0.20	0.60
HT-2	$Y=35.84587X+359.71506$	0.9991	5.32~199.50	0.20	0.60
NIV	$Y=5.05709\text{e}4X+25048.04712$	0.9964	5.32~199.50	14	42
FB ₁	$Y=889.18537X-180.91251$	0.9984	5.32~199.50	0.20	0.60
FB ₂	$Y=20038.64168X-3.75851\text{e}4$	0.9979	5.32~199.50	0.50	1.50
FB ₃	$Y=3.84924\text{e}4 X-7.73070\text{e}4$	0.9982	5.32~199.50	0.50	1.50
DON	$Y=4.59601X+246.38327$	0.9945	5.32~199.50	2	6
3-AcDON	$Y=164.03317X+453.56416$	0.9940	5.32~199.50	2.50	7.5
15-AcDON	$Y=203.17591X+181.47666$	0.9978	5.32~199.50	3	9
ZEN	$Y=4578.87350X+640.96826$	0.9946	5.32~199.50	1	3
ST	$Y=9.16759\text{e}4X+6.09659\text{e}4$	0.9982	5.32~199.50	2	6
OTA	$Y=839.3833X-3905.13663$	0.9986	5.32~199.50	0.10	0.30

3.4 前处理方法的选择

样品粉碎过筛后, 分别筛选了乙腈水及甲醇水进行样品提取, 实验表明利用 70%甲醇水提取有较高的提取率, 回收率较好, 考虑大米样品基质、投入成本及工作效率, 采用 PriboFastRM226 多功能净化柱净化样品, 实验结果显示, 样品杂质干扰小, 操作便捷, 且净化效率高。

3.5 回收率及精密度

称取 18 份 5.0 g 大米样品, 根据 16 种真菌毒素在质谱中的响应强度, 样品添加 10、30、50 $\mu\text{g/kg}$ 3 种浓度水平进行真菌毒素的基质加标回收实验, 按照样品溶液的制备条件处理, 每种进行 6 个水平测定, 计算出相对标准偏差进行方法精密度考察, 16 种真菌毒素的回收率范围为

85.2%~102.8%, 相对标准偏差范围为 2.05%~4.75%, 实验结果见表 3 所示。

3.6 质量控制

分别称取 5 g(精确到 0.01 g)真菌毒素质控样各 3 份, 依据样品前处理方法进行处理, 检测值均符合标准证书要求, 结果见表 4。实验数据表明,大米样品按照此种方法提取净化分析, 具有较高的提取效率, 准确度较好。

3.7 实际样品检测

在 61 件大米样品检测中, 共有 5 件样品检出真菌毒素, 检测到的真菌毒素有 5 种, 其中 NIV、FB₁、FB₂、15-AcDON 各有 1 件样品检出, AFB₁ 有 3 件检出, 总检出率为 8.33%, 检出的 5 种真菌毒素含量在 0.69~71.47 μg/kg, 根据食品安全国家标准食品中真菌毒素限量标准以及部分国家的标准的限量要求^[19], 大米样品中虽有真菌毒素检出, 但都符合限量标准要求, 真菌毒素含量检出情况见表 5。

表 3 真菌毒素的加标回收率(n=6)
Table 3 Recoveries of mycotoxins (n=6)

名称	加标 10 μg/kg		加标 30 μg/kg		加标 50 μg/kg	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
AFTB ₁	90.3	3.54	90.6	3.25	91.5	3.08
AFTB ₂	90.7	4.19	91.6	4.05	92.4	3.47
AFTG ₁	89.8	4.58	90.7	4.61	92.3	4.26
AFTG ₂	90.3	3.87	92.1	3.45	92.6	2.47
T-2	85.2	4.32	85.7	4.37	89.1	3.49
HT-2	85.6	3.81	85.9	4.58	86.8	3.67
NIV	86.5	2.07	87.5	3.62	90.4	3.27
FB ₁	92.3	3.32	95.1	3.77	101.5	4.26
FB ₂	92.1	4.05	94.5	4.32	99.8	4.69
FB ₃	93.4	3.78	95.7	3.41	102.8	4.12
DON	85.9	4.25	87.4	4.24	92.3	3.51
3-AcDON	86.1	3.89	91.4	3.31	92.5	4.62
15-AcDON	85.7	4.26	87.9	4.75	91.4	4.42
ZEN	92.6	2.86	95.7	2.62	97.7	2.05
ST	87.7	4.03	88.7	4.18	90.6	4.07
OTA	92.8	3.29	96.4	2.18	96.8	2.84

表 4 准确度数据(μg/kg)
Table 4 Accuracy data (μg/kg)

名称	DON	FB ₁	FB ₂	FB ₃	AFTB ₁	AFTB ₁	ZEN	OTA
检测均值	812	632	151	79	3.7	8.8	85	6.8
标准值范围	757 ~ 885	589 ~ 745	135 ~ 177	67 ~ 111	2.9 ~ 5.7	5.7 ~ 11.9	80 ~ 89	5.3 ~ 7.7

表 5 真菌毒素含量检出详情
Table 5 Detecting details of mycotoxins content

真菌毒素	GRAIN-01	GRAIN-40	GRAIN-46	GRAIN-47	GRAIN-57	参考限值/(μg/kg)	检出率/%
15-DON	—	—	14.35	—	—	1000	1.67
NIV	43.67	—	—	—	—	1000	1.67
FB1	—	—	—	71.47	—	1000	1.67
FB2	—	—	—	14.45	—	1000	1.67
AFB1	4.36	0.69	—	—	0.95	10	5

注: “—”为未检出。

3.8 讨 论

大米容易滋生真菌毒素, 样品采集运输过程中需要注意样品的透气性, 或者保证样品的干燥性, 应采取合适的容器进行采集, 避免样品采集过程中出现样品变质发霉, 影响样品的检测结果。大米在晾晒, 存储, 加工过程中由于温度、湿度及通风原因导致霉变, 从而滋长真菌毒素, 因此应普及当地农民在大米收割、加工、存储时的相关知识, 从源头就保证食品的安全, 从而保证了大米制品等系列产品的安全。

4 结 论

本实验样品经甲醇水提取, 通过多功能净化住净化, 建立了用液相色谱-串联质谱法同时检测大米中多种真菌毒素的方法, 该方法具有较便捷的前处理条件, 较好的净化效果, 良好的加标回收率, 较高的准确度等特点, 实际样品检测数据表明, 该方法可以满足大米中多种真菌毒素同时检测分析, 可应用于大米特别是大批量样品中多种真菌毒素的快速检测。

参考文献

- [1] 景绍红, 胡占云, 景绍中. 真菌毒素的危害及其防治[J]. 猪业科学, 2017, 34(12): 88-90.
Jing SH, Hu ZY, Jing SZ. The harm of mycotoxins and its prevention [J]. Nutr Feed, 2017, 34(12): 88-90.
- [2] 何健, 冯民, 朱臻怡, 等. 国外对真菌毒素的研究进展[J]. 农产品质量与安全, 2013, 1: 72-74.
He J, Feng M, Zhu ZY, *et al.* Advances in research on mycotoxins abroad [J]. Qual Saf Agro-Product, 2013, 1: 72-74.
- [3] 税丕容. 食品中真菌毒素的污染与检测研究进展[J]. 现代食品, 2018, 13: 131-136.
Shui PR. Research progress on contamination and detection of mycotoxins in foods [J]. Mod Food, 2018, 13: 131-136.
- [4] 杨世亚, 邱景富. 食品中真菌毒素的污染状况与检测方法研究进展[J]. 现代预防医学, 2012, 22: 5897-5900.
Yang SY, Qiu JF. Research progress of pollution condition and detecting methods in mycotoxins in the food [J]. Mod Prev Med, 2012, 22: 5897-5900.
- [5] 马皎洁, 邵兵, 林肖惠, 等. 我国部分地区 2010 年产谷物及其制品中多组分真菌毒素污染状况研究[J]. 中国食品卫生杂志, 2011, 23(6): 481-488.
Ma JJ, Shao B, Lin XH, *et al.* Study on the natural occurrence of multi-mycotoxin in cereal and cereal-based product samples collected from parts of China in 2010 [J]. Chin J Food Hyg, 2011, 23(6): 481-488.
- [6] 高同春, 王梅, 段劲生, 等. 食品中真菌毒素的研究进展[C]. 食品安全的理论与实践—安徽食品安全博士科技论坛论文集, 2008: 735-745.
Gao TC, Wang M, Duan JS, *et al.* Advance of studying on mycotoxins in food [C]. Theory and practice of food safety—a collection of Doctoral Forum on Food Safety in Anhui, 2008: 735-745.
- [7] 刘峰良, 赵志辉, 谢晶. 谷物中真菌毒素的研究进展[J]. 广东农业科学, 2012, 19: 115-119.
Liu FL, Zhao ZH, Xie J. Research progress of mycotoxins in cereals [J]. Guangdong Agric Sci, 2012, 19: 115-119.
- [8] GB/T 2761-2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量[S].
GB/T 2761-2017 National food safety standards-Limits of mycotoxins in food [S].
- [9] GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定[S].
GB 5009.111-2016 National food safety standard-Determination of deoxynivalenol and its acetylated derivatives in foods [S].
- [10] GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定 [S].
GB 5009.209-2016 National food safety standard-Determination of zearalenone in food [S].
- [11] GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定[S].
GB 5009.22-2016 National food safety standard-Determination of aflatoxin B and G in food [S].
- [12] GB 5009.240-2016 食品安全国家标准 食品中伏马毒素测定[S].
GB 5009.240-2016 National food safety standard-Determination of fumonisin in food [S].
- [13] 李文廷, 梁志坚, 张瑞雨, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定谷物及其制品中 11 种真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 8(10): 3747-3755.
Li WT, Liang ZJ, Zhang RY, *et al.* Determination of 11 kinds of mycotoxins in grains and its products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 8(10): 3747-3755.
- [14] 宫小明, 任一平, 董静, 等. 超高效液相色谱串联质谱法测定花生、粮油中 18 种真菌毒素[J]. 分析测试学报, 2011, 30: 6-12.
Gong XM, Ren YP, Dong J, *et al.* Determination of 18 mycotoxin contaminants in peanuts and oils by gel permeation chromatography and ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2011, 30: 6-12.
- [15] Frenich AG, Vidal JLM, Romero-Gonzalez R, *et al.* Simple and high-throughput method for the multimycotoxin analysis in cereals and related foods by ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Food Chem, 2009, 117: 705-712.
- [16] 孙娟, 李为喜, 张妍, 等. 用超高效液相色谱串联质谱法同时测定谷物中 12 种真菌毒素[J]. 作物学报, 2014, 4(4): 691-701.
Sun J, Li WX, Zhang Y, *et al.* Simultaneous determination of twelve mycotoxins in cereals by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Acta Agron Sin, 2014, 4(4): 691-701.
- [17] 郑翠梅, 张艳, 王松雪, 等. 液相色谱-质谱联用同时检测粮食中多种真菌毒素的应用进展[J]. 粮食科技与经济, 2012, 37(1): 45-49.
Zheng CM, Zhang Y, Wang SX, *et al.* Study on application of a liquid chromatography-mass spectrometric technology in simultaneous determination of multi-mycotoxin in grain [J]. Grain Sci Technol Econ, 2012, 37(1): 45-49.

- [18] 孟娟, 张晶, 张楠, 等. 固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法检测粮食及其制品中的玉米赤霉烯酮类真菌毒素[J]. 色谱, 2010, 28: 601-607.

Meng J, Zhang J, Zhang N, *et al.* Determination of zearalenone and related mycotoxins in grain and its products by solid-phase extraction coupled with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2010, 28: 601-607 .

- [19] 刘青, 邹志飞, 余炀炀, 等. 食品中真菌毒素法规限量标准概述[J]. 中国酿造, 2017, 36(1): 12-18.

Liu Q, Zou ZF, Yu YY, *et al.* Review of regulations of mycotoxins limit standard in foods [J]. *China Brew*, 2017, 36(1): 12-18.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



李文廷, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。

E-mail: lwt0883@qq.com



马晓年, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。

E-mail: 179267837@qq.com