

《保健食品中 14 种真菌毒素含量的高通量快速测定 超高效液相色谱-串联质谱法》 (征求意见稿) 编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

2022 年 10 月, 无限极(中国)有限公司向广东省食品流通协会提出了制定广东省食品流通协会团体标准《保健食品中 14 种真菌毒素含量的高通量快速测定 超高效液相色谱-串联质谱法》的项目申请, 协会组织评审专家小组, 召开团体标准立项评审会议, 评审小组成员对该项目进行论证并获得通过。2022 年 12 月 7 日在《全国团体标准信息平台》完成了立项标准公示。广东省食品流通协会标准化专业委员会下达了《保健食品中 14 种真菌毒素含量的高通量快速测定 超高效液相色谱-串联质谱法》制订任务, 开始该标准的研究制定工作, 在组织上拟定了相关的措施, 确定了本标准的制订思路。

2. 协作单位

本标准起草单位为无限极(中国)有限公司、广东省科学院生物与医学工程研究所、必维科技服务(西安)有限公司等单位, 由广东省食品流通协会归口。

3. 编制背景、必要性及意义

“民以食为天、食以安为先”, 食品安全是重大战略民生问题。以中草药为基础的健康食品, 包括口服液、片剂、胶囊、固体饮料、压片糖果等, 因风味独特、具有营养性或保健功能性等独特优势而备受消费者青睐。然而, 中药材受真菌毒素污染严重, 且中药材中受到污染的真菌毒素种类较多, 不仅限于黄曲霉毒素类, 而且真菌毒素具有耐高温特性, 行业常见的现有生产工艺难以去除。

目前, 国家标准方法以及文献报道的真菌毒素的检测方法主要采用薄层色谱法(TLC)、酶联免疫吸附法(ELISA)、高效液相色谱法(HPLC)和超高效液相色谱串联质谱法(UPLC-MS/MS)等, 样品前处理主要采用固相萃取柱、多功能净化柱、免疫亲和柱以及 QuEChERS 方法等净化技术。由于真菌毒素在实际样品中通常含量较低, 并且不同真菌毒素的结构差异大、理化性质差异大, 导致多数分析方法只能检测单个、单类或少数几种真菌毒素, 不能满足批量样品中多种真菌毒素同时高通量检测的需求。而 QuEChERS 结合 UPLC-MS/MS 技术由于具有快速、简便、廉价、准确度高和灵敏度高优势, 能同时实现多种真菌毒素高效的定性定量分析, 目前已成为各种食品以及中药材中多种真菌毒素同时检测的主要方法。这些已报道的 QuEChERS 结合 UPLC-MS/MS 多数是采用基质匹配标准曲线法或基质匹配标准曲线结合同位素内标法进行定量分析, 并且不同的食品样品所含的基质成分差异大, 因此这些方法的适用范围仅限于研究中的食品种类, 不能覆盖其它食品类型。目前国内外研究较少, 且检测项目单一, 检测方法灵敏度较低。故我们亟待开发出一个原理合理、范围合适、操作较为简单、干扰少、成本低、仪器上机时长较短的方法来填补保健食品不同剂型下 14 种真菌毒素的测定。

超高效液相色谱-串联质谱法同时具备液相色谱高效的在线分离能力和质谱的高选择性、高灵敏度的检测能力，可以同时得到化合物的保留时间、分子量以及特征结构碎片等丰富的信息，其多反应监测(MRM)技术兼具选择离子扫描的灵敏度和二级质谱的特征性，在痕量分析方面具有很大的优势。本标准建立了同时测定保健食品中14种真菌毒素的UPLC-MS/MS检测方法，方法操作简单，结果稳定可靠，可为监管部门提供技术支撑。本标准的制订与实施，迎合了保健食品产品多样化发展的趋势，高通量精准分析技术的建立，不仅可以有效提高分析效率，同时也有助于系统、全面地识别中草药基健康产品中多种真菌毒素，最大可能降低检测盲点，为行业提供技术支持。

4. 主要工作过程

(1) 前期基础

广东省食品流通协会于2022年12月组织成立了标准起草小组，确定了工作进度时间表，并进行了分工。

(2) 标准编制组第一次工作会议

2023年2月-3月，起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨，确定了制定计划、制定的基本原则、标准框架、标准基本内容。

(3) 标准编制组第二次工作会议

2023年4月-6月，起草小组对《保健食品中14种真菌毒素含量的高通量快速测定 超高效液相色谱-串联质谱法》的方法进行全面调研，收集国际和国内生物产业领域的标准及相关技术资料，结合对生产企业及中药材进行调研汇总。起草小组根据现实需求完成了标准初稿，并对相关企业及技术单位征求意见，对标准初稿意见进行有必要的修改。

(4) 编制组内征求意见

2023年7月-10月，比较与研究我国原国家标准及国际标准相关内容，并结合方法的研究工作，制定出标准的讨论稿，起草小组完成本方法的研究工作，根据相关参与单位修改意见，完成验证报告。收集相关验证样品，将验证样品分别寄往验证单位，进行标准方法的室内验证工作，同时形成《标准》草案及《编制说明》的征求意见稿。

二、标准编制原则和标准主要内容

1、编制原则

(1) 通用性

充分考虑我国保健食品不同中草药基产品类型（片剂、胶囊、口服液、固体饮料、即食谷物棒等）中14种真菌毒素的测定方法现状和现实情况，明确其测定原理、测定方法步骤，适用于保健食品中14种真菌毒素的测定。

(2) 规范性

本标准遵循GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写制订，标准编写内容参考了与真菌毒素检测标准相关的文献，参照了GB/T6379.1-2004《测量方法与

结果的准确度(正确度与精密度)》第1部分总则与定义和 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》第2部分确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

(3) 注意与国际接轨

在制定本标准时,参考了现有的真菌毒素的分析方法等技术标准、指导原则,吸收了国内外几年来先进的分析手段、处理过程、反应条件等,对方法中的前处理条件,参数调整、数据准确性等进行优化,体现了标准的技术性、科学性和先进性。

(4) 协调一致性

与现行有效的相关真菌毒素含量测定的国家法律、法规、标准规范保持一致,对方法提要、分析步骤、结果计算和精密度等要求作出相应的规定。

2、标准主要内容

本标准内容主要 11 个部分:范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、试样的制备、测定步骤、结果计算和表述、灵敏度、准确度和精密度、资料性附录。

三、主要试验(或验证)情况分析

本标准实验研究分析和验证结果见实验技术报告。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及相关专利。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用的情况

中药材受真菌毒素污染严重,且中药材中受到污染的真菌毒素种类较多,不仅限于黄曲霉毒素类,而且真菌毒素具有耐高温特性,行业常见的现有生产工艺难以去除。但目前常见的检测方法前处理方法繁琐,且一般毒素方法都采用针对性的免疫亲和柱、专一性强,只针对某一种真菌毒素进行,存在分析效率低和分析成本高的问题,而且单一真菌毒素分析可能存在检测盲点。另外,中草药基来源的健康食品成分复杂、基质不同,现有真菌毒素检测方法也具有一定的不适宜性;因此开展中草药等复杂基质下各类剂型中多种真菌毒素高通量精准分析技术研究势在必行。

本标准与目前食品、保健食品行业科技、生产、工艺及管理水平的适应性强,标准化程度高,便于该类保健食品企业所引用,保健食品原辅料及其他植物性食品可参照执行。同时,该方法的确定可以有效的监控保健食品市场中 14 种真菌毒素的含量水平,也可作为中小企业生产中质量控制,有效提高为保健食品市场上 14 种真菌毒素分析效率,同时也有助于系统、全面地识别中草药基健康产品中多种真菌毒素,最大可能降低检测盲点,为行业提供技术支持。

六、采用国际标准和国外先进标准的程度,以及与国际、国外同类标准水平的对比情况,或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

目前,国际与国内标准方法以及文献报道的真菌毒素的检测方法主要采用薄层色谱法

(TLC)、酶联免疫吸附法(ELISA)、高效液相色谱法(HPLC)和超高效液相色谱串联质谱法(UPLC-MS/MS)等,样品前处理主要采用固相萃取柱、多功能净化柱、免疫亲和柱以及 QuEChERS 方法等净化技术。由于真菌毒素在实际样品中通常含量较低,并且不同真菌毒素的结构差异大、理化性质差异大,导致多数分析方法只能检测单个、单类或少数几种真菌毒素,不能满足批量样品中多种真菌毒素同时高通量检测的需求。

七、在标准体系中的位置,与现行相关法律、法规、规章及相关标准,特别是强制性标准的协调性

本标准与《食品安全法》及现行的法律、法规和强制性食品安全国家标准及卫生标准的规定一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中,无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

本标准广东省食品流通协会标准,属于团体标准,供协会会员和社会自愿使用。

十、贯彻标准的要求和措施建议(包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容)

本标准批准发布后建议在相关检测机构推广使用,以发挥标准的社会效益和经济效益。

十一、废止现行有关标准的建议

无

十二、其他应予说明的事项

无

标准化工作组

2023 年 10 月