

《中药材中黄曲霉毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》

编制说明

标准起草组

2025 年 1 月

目 录

一、编制背景 1

二、任务来源 2

三、标准的编制 2

 （一）标准主要起草单位、起草人及其所做的工作 2

 （二）标准编制的原则和主要工作过程 3

 （三）标准的主要内容及论据 4

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系 5

五、重大分歧意见的处理经过和依据 5

六、贯彻该标准的要求和措施建议 5

七、废止现行有关标准的建议 6

八、其他应予说明的事项 6

《中药材中黄曲霉毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》 编制说明

一、编制背景

黄曲霉毒素具有强烈的毒性和致癌性，对人体健康的危害性极大。近年来中药材黄曲霉毒素污染的现象层出不穷，从中药材种植/养殖、采收到加工、储藏、运输等环节，若温度、湿度等环境条件控制不当，极易产生黄曲霉毒素。世界卫生组织规定食品黄曲霉毒素 B1 最大限量为 15.00 $\mu\text{g/kg}$ ，婴儿相关食品不能检出黄曲霉毒素 B1；欧盟规定了其在水果中的限量标准。《中国药典》规定柏子仁等药材及饮片黄曲霉毒素 B1 不得高于 5 $\mu\text{g/kg}$ 、黄曲霉毒素总量不得高于 10 $\mu\text{g/kg}$ 。

目前国内外尚无中药材中黄曲霉毒素测定相关的标准。本标准规定中药材中黄曲霉毒素 B1、黄曲霉毒素 B2、黄曲霉毒素 G1、黄曲霉毒素 G2 的检测方法的适用范围、原理、试剂、材料、仪器设备、试样处理、测定、计算与结果表述。本标准适用于柏子仁、决明子、陈皮、莲子、薏苡仁、地龙、蜈蚣、马钱子、蝉蜕、松香、当归等动植物类中药材及饮片中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的高效液相色谱-串联质谱法测定。

本标准规定的中药材中黄曲霉毒素检测方法具有快速灵敏准确简便的特点，检测成本低，定量限（0.1 $\mu\text{g/kg}$ ）满足国家标准限量定量检验的要求，应用于中药材收购、仓储、生产、流通、质量控制、市场监管等领域，能够通过快速检测发现黄曲霉毒素污染，对于保障中药材的质量安全，保护人体健康，具有重要意义。

为了帮助中药材收购、仓储、生产、流通、质量控制、市场监管等领域，能够通过快速检测发现黄曲霉毒素污染，快速灵敏准确简便地检测中药材中黄曲霉毒素的含量，降低检测成本，满足国家标准限量定量检验的要求，保障中药材的质量安全，保护人体健康。南京江北新区生物医药公共服务平台收集

相关资料，进行实际调研，借鉴《中国药典》和 SN/T 4604-2016《进出口中药材中真菌毒素的测定》等国内外标准对中药材中黄曲霉毒素含量测定的要求，联合江苏省食品药品监督检验研究院、吉林省产品质量监督检验院等各相关单位研究制定该团体标准。

二、任务来源

根据中国食品药品企业质量安全促进会 2025 年 1 月发布的关于《中成药中大米源性成分定性检测方法 PCR 法》等两项团体标准立项的公告，由南京江北新区生物医药公共服务平台有限公司作为团体标准《中药材中黄曲霉毒素含量测定 液相色谱-串联质谱法》的牵头起草单位，负责组织该团体标准的编制工作。

三、标准的编制

（一）标准主要起草单位、起草人及其所做的工作

1. 项目负责人

吕兴祥：主要负责标准总体策划和协调；

龚玉霞：负责标准的技术内容统筹；

徐文君、李桂杰负责标准的查新、资料 and 实际调研，标准文本的起草和修改及标准的送审及报批；

项伟、孟鹏、卢清瑶、徐晓岚等负责对标准文本提出补充和修改意见。

2. 项目主要起草人：

本标准由吕兴祥、龚玉霞、徐文君、李丰勇、李桂杰、杨晓莉、项伟、孟鹏、张婵、卢清瑶、徐晓岚、韩峰、李义梅、席海明、徐东等专家共同起草。

3. 标准主要起草单位

本标准由南京江北新区生物医药公共服务平台有限公司、江苏省食品药品监督检验研究院、吉林省产品质量监督检验院、青岛市华测检测技术有限公司、内蒙古自治区药品检验研究院、延安市药品检验所、淄博高新技术产业开发区生物医药研究院（山东大学淄博生物医药研究院）等单位共同起草。

4. 标准起草组成员主要对标准涉及的相关技术问题，通过现场调研、问卷咨询、网络检索等工作，对国外和国内标准相关情况进行了深入的研究。同时召开研讨会议对关键性的问题征集行业专家的意见和建议。

（二）标准编制的原则和主要工作过程

1. 编制原则

（1）科学性原则

本标准按照 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》的规定进行编写和表述，力求做到“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”。

（2）先进性原则

本标准为新制定标准，标准内容符合检验检测行业现行相关法律、法规及标准要求，符合国内企事业单位和检测机构的实际情况，兼顾方法的适用性和可操作性。既能适应实际生产和检测需要，又能保证方法的推广应用。填补了中药材中黄曲霉毒素含量测定的行业空白。

（3）适用性原则

确定了标准的适用范围，本标准适用于柏子仁、决明子、陈皮、莲子、薏苡仁、地龙、蜈蚣、马钱子、蝉蜕、松香、当归等动植物类中药材及饮片中黄曲霉素 B1、B2、G1、G2 的高效液相色谱-串联质谱法测定。

2. 主要工作过程

为了确保标准内容的准确性、实用性，保证标准内容科学、合理、协调、可行，南京江北新区生物医药公共服务平台有限公司、江苏省食品药品监督检验研究院、吉林省产品质量监督检验院组成制定小组，针对中药材中黄曲霉毒素含量测定国内外标准制修订情况进行了调研。

2024 年 9-11 月，进行资料 and 实际调研，选定标准方向和基本内容框架，并编制标准草稿；

2024 年 12 月，提出立项申请；

2025 年 1 月，本标准项目通过立项；

2025 年 1 月，编制组形成对外征求意见稿；

2025 年 1-2 月，拟对外公开征求意见，通过中国食品药品企业质量安全促进会网站及公众号、一对一邮件等多种方式进行。

（三）标准的主要内容及论据

本标准根据新版 GB/T 1.1 的要求编制，对多项标准文件、研究成果进行梳理，并依据中药材中需要检测的黄曲霉毒素情况，结合实验情况，确定了本方法。标准制定的主要内容及其依据简要介绍如下：

1. 范围

本标准规定了中黄曲霉毒素 B1、黄曲霉毒素 B2、黄曲霉毒素 G1、黄曲霉毒素 G2（以下简称 AFT B1、AFT B2、AFT G1 和 AFT G2）的测定方法。

本标准适用于柏子仁、决明子、陈皮、莲子、薏苡仁、地龙、蜈蚣、马钱子、蝉蜕、松香、当归等动植物类中药材及饮片中 AFT B1、AFT B2、AFT G1 和 AFT G2 的高效液相色谱-串联质谱法测定。

2. 规范性引用文件

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3. 术语和定义

GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4-2009《标准编写规则第 4 部分：化学分析方法》界定的术语和定义适用于本标准。

4. 标准主要技术内容

（1）原理

用甲醇-水溶液提取中药材试样中的 AFT B1、AFT B2、AFT G1 和 AFT G2，固相净化柱法或免疫磁珠法净化，净化液浓缩、定容和过滤后经液相色谱分离，高效液相色谱-串联质谱检测，同位素内标法定量。

（2）样品制备的要求

中药材样品颗粒的大小与样品的均匀性与黄曲霉毒素的提取效率有关，当样品细度不足 20 目时，黄曲霉毒素的提取效率较低，因此本方法要求取出

具有代表性的样品适量，用高速粉碎机粉碎至全部过筛网，使其粒径小于 850 μm ，充分混合均匀，储存于洁净的样品袋中密封保存，供检测用。

(3) 前处理方法的选择

由于中药材的基质形式、成分复杂，其中黄曲霉毒素含量较低且受基质效应影响较大，无法直接进行中药材中黄曲霉毒素的检测，必须先对试样进行前处理。本方法采用免疫磁珠法净化和固相净化柱法净化，融合和两者净化优势，提高了净化效率。试剂用量少、效率高、黄曲霉毒素损失少。因此，本文件对不同类型的中药材给出了免疫磁珠法净化和固相净化柱法两种前处理方法。

(4) 线性范围和检出限

按测试方法所述实验步骤，分析系列浓度梯度的黄曲霉毒素标准溶液，利用响应强度对分析物的质量浓度 ($\mu\text{g/kg}$) 进行线性回归，黄曲霉毒素均呈现良好的线性关系。以 10 倍信噪比 ($S/N = 10$) 确定方法定量限。

结果表明，黄曲霉毒素浓度与响应值有较好的线性关系，线性相关系数在 0.9921~0.9938 之间。AFT B1、AFT B2、AFT G1 和 AFT G2 的检出限为 0.04 $\mu\text{g/kg}$ ，AFT B1、AFT B2、AFT G1 和 AFT G2 定量限为 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 。本方法测定低限较低，可以很好地满足日常测试工作的需求。

(5) 实验室内回收率与精密度

分别准确称取各类阴性试样，分别进行加标试验，利用本方法测定的回收率和精密度结果。结果表明，黄曲霉毒素在不同加标水平下的加标回收符合要求。

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准的内容与现行法律、法规和强制性国家标准协调一致。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准的制定过程中无重大分歧。

六、贯彻该标准的要求和措施建议

建议标准发布后 3 个月开始实施。可通过培训集中组织开展对该标准的

宣贯，通过多媒体渠道对标准内容进行宣传和释义，鼓励并指导检验检测机构依据本文件进行中药材中黄曲霉毒素含量测定。

七、废止现行有关标准的建议

无。

八、其他应予说明的事项

无。

标准起草组

2025 年 1 月