# 《八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定》（征求意见稿）编制说明

## 工作简介

### 任务来源

《八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定》团体标准由广西物品编码与标准化促进会批准立项，由玉林市食品药品检验检测中心提出。

### 起草单位、主要起草人（姓名、单位、职务/职称、参与编制标准分工情况）等

本文件由玉林市食品药品检验检测中心、广西—东盟食品检验检测中心、山东美正生物科技有限公司、广西壮族自治区标准技术研究院共同起草。主要起草人见表1。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 姓名 | 单位 | 职务/职称 | 参与编制标准分工情况 |
| 陈宇 | 玉林市食品药品检验检测中心 | 副主任药师 | 项目统筹、条款编制和审核 |
| 黄海霞 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 工程师 | 项目筹划和实施、条款编制和研究 |
| 卢森华 | 玉林市食品药品检验检测中心 | 副主任药师 | 方法研究 |
| 杨尚超 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 助理工程师 | 调研、方案审核 |
| 王海波 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 主任药师 | 调研、方案审核 |
| 李锐 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 副主任药师 | 进度管理 |
| 樊文研 | 玉林市食品药品检验检测中心 | 主任技师 | 调研、方案制定 |
| 于兴普 | 山东省日照市莒县检验检测中心 | / | 标准适用性考察 |
| 黄海军 | 山东美正生物科技有限公司 | 技术经理 | 调研、方案制定 |
| 戴向东 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 主任药师 | 调研、方案制定 |
| 邓玉秀 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 高级工程师 | 标准编制 |
| 陆柔 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 工程师 | 标准编制 |
| 韦兰青 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 助理工程师 | 标准编制 |
| 韦春梦 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 工程师 | 标准编制 |
| 韦升坚 | 广西—东盟食品检验检测中心 | 副主任技师 | 标准编制 |
| 唐旭妍 | 广西壮族自治区标准技术研究院 | / | 标准格式修改 |
| 龚寅旧 | 广西壮族自治区标准技术研究院 | / | 标准格式修改 |
| 赵刚 | 南通中智检测服务有限公司 | 工程师 | 标准应用及推广 |
| 韦植元 | 广西—东盟食品检验检测中心 | / | 标准应用及推广 |

## 二、标准编制过程

### 1、成立编制工作组。

2023年12月4日-12月6日，标准制定任务下达后，首先确定了工作组的主要组成人员及人员分工，主要由从事标准制修订、检测分析的专业研究人员组成；召开了标准起草会议，项目负责人对标准的立项情况做了详细介绍，制定了标准研制的总体思路和框架。

### 2、展开调研，收集资料

2023年12月7日-12月15日，工作组收集相关材料，查阅研读我国八角分布特点、受真菌毒素的污染情况、八角中黄曲霉毒素B1检测等方法标准以及科技文献资料，决定采用快速检测方法定性测定香料八角茴香中黄曲霉毒素B1，并制定了初步的标准编制工作计划。

### 研讨确定主体内容

2023年12月-2024年1月，工作组按照计划任务书的要求，结合制定标准的要求，研究建立快速检测方法的实验方案。

2024年1月-2024年2月，工作组搜集到八角样品。

2024年3月-4月，试制出八角茴香黄曲霉毒素快速检测试剂盒，用试剂盒进行八角茴香黄曲霉毒素快速检测。

2024年5月-11月根据实验室检测结果反复调试方法、优化试剂盒。

2024年 12 月形成方法文本及编制说明的讨论稿，12月27日召开中期交流会，汇报当前进展并对方法文本及编制说明进行讨论。

2025年 1月-2025年7月，研究建立快速检测方法的实验方案，并将优化后的快速检测方法的各项性能指标进行试验，确定其检出限、灵敏度、交叉反应率、假阴性率、假阳性率等指标。使建立的快速检测方法的各项技术参数满足香料八角茴香中黄曲霉毒素B1的日常检测需要。

## 标准编制原则

### 规范性原则

本标准的格式根据GB/T 1.1 的规定编写，引用文件完全符合相关的国家标准，所引用的规范性文件都是现行有效，没有违反现行法律、法规和有关国家强制性标准。

### 一致性原则

本标准保持与国家有关法律、法规及相关政策的一致性，确保标准的合法性和权威性。在标准编制过程中，每个文件内各部分之间，其结构以及要素的表述保持一致。

### 可操作性原则

本标准符合我区目前检测仪器设备和试剂、材料的供应条件，方法经过三家实验室验证，能在我区正常开展检测。操作方便快捷，器材试剂消耗较少，操作人员经过简单培训后即可掌握该方法。

### 通用性

本标准在尊重科学、紧密结合实践、广泛征求意见及调查研究的基础上形成，适用于八角中黄曲霉毒素B1的快速检测，满足香料八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定要求。

## 主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则）的论据

《香料八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定》分为10个章节：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器设备、分析步骤、结果判定、性能指标、其他。其中分析步骤、结果判定、性能指标是本标准最主要的内容。

1. 分析步骤：参考了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》中第二法12.1.2制备方法及12.2.2.1固体样品提取方法，对样品进行制备和提取。

（二）结果判定：根据八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定试剂的操作说明制定。参考KJ202206《花生及其制品中黄曲霉毒素B1的快速检测胶体金免疫层析法》第二部分中原理，利用样品中的黄曲霉毒素B1经提取与胶体金标记的特异性抗体结合，抑制了抗体和试纸条中检测线（T线）上抗原的结合，从而导致检测线（T线）颜色深浅的变化。通过检测线（T线）与控制线（C线）颜色深浅比较，对样品中黄曲霉毒素B1进行定性判定，见图1。



图1 目视判定示意图

（三）性能指标：根据《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》国市监食检规〔2023〕1号令中附件4中要求，对各项指标进行实验并得出结果。

1、检出限

检出限是指一种分析方法在给定的可靠程度内可从样品中检测到待测物质的最小浓度或者最小量。

在空白基质中添加不同浓度的黄曲霉毒素B1标准溶液，依法检测，见图2（左 1、2 为2.5μg/kg样品，左 3、4 为5μg/kg样品、左 5、6 为7.5μg/kg样品），加标浓度为5μg/kg时试纸条均显阳性，加标浓度为2.5μg/kg时试纸条出现阳性结果不明显。

因此，将5μg/kg定为检出限。



图2 不同浓度样品结果图

2.灵敏度

灵敏度是指方法在实验条件下达到的实际检出限时，检出阳性结果的阳性样品数占总阳性样品数的百分比。

灵敏度（%）=检出阳性结果的阳性样品数×100%/阳性样品总数

用两个厂家的快检产品共检测了320份1倍检出限浓度（5μg/kg）的阳性样品，灵敏度均＞98%，如表1所示。

表1 两厂家灵敏度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 厂家 | 检出阳性的阳性样品数 | 阳性样品总数 | 灵敏度 |
| 山东美正 | 60 | 60 | 100% |
| 江苏天行 | 59 | 60 | 98.3% |

3.交叉反应率

以空白样品分别加入不同浓度水平干扰物质的标准溶液进行测试，记录检测结果为阳性的最小浓度。

交叉反应率（%）=目标物质检出限×100%/干扰物质检出阳性时的最小浓度。

根据香料八角中黄曲霉毒素B1测定实际情况以及运用快速检测方法时可能会遇到的干扰物质，选择了四类特性相同的干扰物质进行考察，分别为黄曲霉毒素M1、脱氧雪腐镰刀菌烯醇赭曲霉毒素、玉米赤霉素、赭曲霉毒素，用两个厂家的快检产品测定4种物质，得出交叉反应率见表 2。

表2 两厂家交叉反应率

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 厂家 | 干扰物 | 检出阳性时的最小浓度（μg/kg） | 目标物质检出限（μg/kg） | 交叉反应率（%） |
| 山东美正 | 黄曲霉毒素M1 | 5 | 5 | 100 |
| 脱氧雪腐镰刀菌烯醇 | 500 | 1 |
| 玉米赤霉烯酮 | 500 | 1 |
| 赭曲霉毒素 | 300 | 1.7 |
| 江苏天行 | 黄曲霉毒素M1 | 3.75 | 5 | 133.3 |
| 脱氧雪腐镰刀菌烯醇 | 500 | 1 |
| 玉米赤霉烯酮 | 450 | 1.1 |
| 赭曲霉毒素 | 300 | 1.7 |

4、假阴性率

假阴性率是指方法在实验条件下达到的检出限时，阳性样品中检出阴性结果的最大概率（以百分比计），计算结果为方法最大假阴性率的结果

假阴性率（%）=阳性样品的阴性结果数×100%/阳性样品总数。

用两个厂家的快检产品共检测了120份1倍检出限浓度（5μg/kg）的阳性样品，假阴性率均＜1.7%，如表 3所示。

表3 两厂家假阴性率

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 厂家 | 阳性样品的阴性结果数 | 阳性样品总数 | 假阴性率 |
| 山东美正 | 0 | 60 | 0% |
| 江苏天行 | 1 | 60 | 1.7% |

5、假阳性率

假阳性率是指方法在实验条件下达到的检出限时，阴性样品中检出阳性结果的最大概率（以百分比计），计算结果为方法最大假阳性率的结果。

假阳性率（%）=阴性样品的阳性结果数×100%/阴性样品总数。

用两个厂家的快检产品共检测了200份阴性样品（100份空白样品和100份0.5倍检出限浓度样品），假阳性率≤2%，如表 4所示。

表4 两厂家假阳性率

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 厂家 | 阴性样品的阳性结果数 | 阴性样品总数 | 假阳性率 |
| 山东美正 | 0 | 100 | 0% |
| 江苏天行 | 2 | 100 | 2% |

## 与原标准或其他标准的主要差异和水平对比

本标准中的检测方法比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》中所用到的检测方法更为快检简便、耗时更短，其检测限与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》第五法的相同。

## 解决的主要问题。

解决我区八角中危害物的低成本快速检测的需求，利于监管部门高质量高效率地监管八角安全。

## 主要试验（或验证）情况分析

1、实样加标检测

采用收集到的实验室检测为阴性结果的样品，通过基质加标成1倍检出限浓度（5μg/kg），作为阳性样品（经液相法检测，回收率达到92%-98%范围）。用两个厂家的快检产品各检测了10份，结果见表5。

表5实样加标检测结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 厂家 | 检出阳性结果的样品数 | 样品总数 | 准确度% |
| 山东美正 | 10 | 10 | 100% |
| 江苏天行 | 10 | 10 | 100% |

准确度（%）=检出阳性结果的样品数×100%/样品总数

2、其他实验室验证

经梧州市食品药品检验所、柳州市质量检验检测研究中心、广电计量检测（南宁）有限公司3家实验室用同一家快检试剂验证，每家实验室均检测盲样160份、干扰物20份，结果表明该方法适用于香料八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定。

表6灵敏度验证结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 检出阳性的阳性样品数 | 阳性样品总数 | 灵敏度 |
| 梧州市食品药品检验所 | 60 | 60 | 100% |
| 柳州市质量检验检测研究中心 | 59 | 60 | 98.3% |
| 广电计量检测（南宁）有限公司 | 59 | 60 | 98.3% |

表7交叉反应率验证结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 干扰物 | 检出阳性时的最小浓度（μg/kg） | 目标物质检出限（μg/kg） | 交叉反应率（%） |
| 梧州市食品药品检验所 | 黄曲霉毒素M1 | 3.75 | 5 | 133.3 |
| 脱氧雪腐镰刀菌烯醇 | 500 | 1 |
| 玉米赤霉烯酮 | 450 | 1.1 |
| 赭曲霉毒素 | 300 | 1.7 |
| 柳州市质量检验检测研究中心 | 黄曲霉毒素M1 | 3.75 | 133.3 |
| 脱氧雪腐镰刀菌烯醇 | 450 | 1.1 |
| 玉米赤霉烯酮 | 450 | 1.1 |
| 赭曲霉毒素 | 300 | 1.7 |
| 广电计量检测（南宁）有限公司 | 黄曲霉毒素M1 | 3.75 | 133.3 |
| 脱氧雪腐镰刀菌烯醇 | 450 | 1.1 |
| 玉米赤霉烯酮 | 400 | 1.3 |
| 赭曲霉毒素 | 300 | 1.7 |

表8假阴性率验证结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 阳性样品的阴性结果数 | 阳性样品总数 | 假阴性率 |
| 梧州市食品药品检验所 | 0 | 60 | 0 |
| 柳州市质量检验检测研究中心 | 1 | 60 | 1.7% |
| 广电计量检测（南宁）有限公司 | 1 | 60 | 1.7% |

表9假阳性率验证结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 阴性样品的阳性结果数 | 阴性样品总数 | 假阳性率 |
| 梧州市食品药品检验所 | 2 | 100 | 2% |
| 柳州市质量检验检测研究中心 | 1 | 100 | 1% |
| 广电计量检测（南宁）有限公司 | 0 | 100 | 0 |

## 标准中涉及的专利情况

无。

## 产业化情况

本文件是快速检测和八角产业的应用，与目前已有的相关标准相对接，有效解决该领域八角危害物检测时间长、成本高的问题。

## 采用国际标准和国外先进标准情况

无

## 与相关国家标准、行业标准及其他标准，特别是强制性标准的协调性

本标准所确定的各项技术指标和内容符合我国现行的有关方针、政策，并与相关法律、法规、标准吻合。

本标准中的检测方法比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》中所用到的检测方法更为快检简便、耗时更短。本标准采用目视法判定结果，无需用到大型精密仪器，更为经济适用。

本标准颁布实施后，更有利于我区八角中危害物的低成本快速检测的需求、监管部门高质量地监管食品安全，与现行的法律、法规及其他国家标准没有矛盾。

## 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

## 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）

该标准技术内容科学，通过对香料八角茴香中黄曲霉毒素B1快速测定方法的研究，建立快速检测方法，从而为我区香料八角茴香中黄曲霉毒素B1的监测提供科学、便利的检测方法，保障我区香料八角茴香的使用安全，助力林业健康发展。建议在广西各生产加工企业中积极宣传贯彻本标准。

## 其它应予说明的事项。

无。

注：如果上述内容的某项对某一标准项目不适用，应在相应标题下写“无”或在编制中予以说明。