

中华人民共和国农业行业标准
《饲料中 19 种真菌毒素的测定
同位素稀释液相色谱-串联质谱法》

编制说明

(公开征求意见稿)

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所

2026 年 02 月

目 录

一、工作简况	4
1.1 任务来源	4
1.2 标准制定背景	4
1.3 工作过程	5
1.3.1 标准起草	5
二、标准编制原则、主要内容及其确定依据	8
2.1 标准编制原则	8
2.2 主要内容	8
2.2.1 适用范围	8
2.2.2 原理	12
2.2.3 液相色谱-串联质谱法仪器条件的确定	12
2.2.3.1 流动相的确定	12
2.2.3.2 色谱柱的确定	13
2.2.3.3 监测离子对的选择及质谱条件的确定	15
2.2.4 前处理方法的研究	18
2.2.4.1 提取溶剂的确定	18
2.2.4.2 净化方式的选择	21
2.2.4.3 提取方式的确定	26
2.2.4.4 称样量的确定	29
2.2.4.5 同位素内标加标方式的确定	33
2.2.4.6 前处理方法的确定	34
2.3 试验验证的分析	34
2.3.1 标准曲线的确定	34
2.3.2 方法的检出限和定量限	37
2.3.3 方法的准确度和精密度	86
2.3.4 方法的适用性	112
2.3.4.1 基质适用性加标回收验证	112
2.3.4.2 混合型饲料添加剂不适用说明	117
2.3.4.3 实际样本限量水平添加回收验证	117
2.3.4.4 实际样本检测	121
2.3.5 混合标准中间液的稳定性试验	123
2.3.6 稳定同位素内标混合标准中间液的稳定性试验	124
2.3.7 试样溶液的稳定性试验	125
2.3.8 标准工作液的稳定性试验	129
三、验证结果、综述报告，技术经济论证，预期经济效果	130
3.1 验证单位试验结果	130
3.2 预期经济效果	131
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况	131
五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准	135
六、与有关法律、法规的关系	135

七、重大分歧意见的处理经过和依据	135
八、涉及专利的有关说明	135
九、贯彻国家标准的要求，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	135
十、其他应当说明的事项	136

一、工作简况

1.1 任务来源

2024年4月，农业农村部农产品质量安全监管司印发《关于下达2024年农业国家和行业标准制修订项目计划的通知》（农质标函〔2024〕71号），下达《饲料中18种真菌毒素的测定同位素稀释液相色谱-串联质谱法》农业行业标准制定计划，项目承担单位为中国农业科学院北京畜牧兽医研究所，项目编号为NYB-24297。本项目由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）归口。

1.2 标准制定背景

真菌毒素是真菌在生长繁殖过程中产生的次生有毒代谢产物，不仅影响饲料的营养品质，而且在被动物采食后会破坏机体的免疫系统，甚至影响动物的健康和生产性能。迄今发现的真菌毒素有400多种，我国《饲料卫生标准》和《宠物饲料卫生规定》中对黄曲霉毒素B₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、玉米赤霉烯酮、伏马毒素（B₁+B₂）、赭曲霉毒素A、T-2和HT-2等8种毒素做出了限量规定，欧盟、美国和加拿大等也均对饲料中关注的真菌毒素做出了限量要求并持续监测饲料中隐蔽型毒素与新型毒素的污染风险。

真菌毒素定量方法主要包括液相色谱法、液相色谱-串联质谱法、免疫法等，其中液相色谱-串联质谱法具有高灵敏度、高特异性等特点，在食品、饲料多种真菌毒素同步测定中广泛应用¹⁻³。基质效应被认为是由于共洗脱基质成分使分析物反应抑制或增强，基质效应在质谱分析中广泛存在，被认为是影响LC-MS/MS定量准确性的关键因素之一。目前消除基质效应的方法主要包括标准加入法、基质匹配外标法和同位素稀释质谱法（IDMS）。由于饲料、饲料原料种类繁多、且同一类别饲料在原料组成上也可能存在显著差异，在大量样品的

实际检测工作也发现中,采用传统的基质匹配标准曲线来消除样品基质效应时很难针对性的找到一个完全匹配基质空白样品。且再同时测定多种饲料样品时需要配制多套基质匹配标准品,操作比较繁琐。同位素稀释质谱法是目前运用越来越多的降低基质效应对测量结果影响的方法,通过在样品和校准溶液中同时加入适量同位素标记物,采用计算比值的方式有效排除基质效应的影响⁴⁻¹¹。近年来,随着真菌毒素同位素内标的国产化,真菌毒素同位素内标的价格有了显著降低,可以被选用于日常检测。

1.3 工作过程

1.3.1 标准起草

(1) 成立标准编制小组

2024年5月,中国农业科学院北京畜牧兽医研究所等接到《饲料中18种真菌毒素的测定同位素稀释液相色谱-串联质谱法》农业行业标准制定项目研制任务后,对该标准的具体工作进行了认真研究,确定了总体工作方案,组建了标准编制小组,制定了工作计划,落实人员与分工,详见表1。

表1 标准主要起草人员及任务分工

人员	职称	承担任务
	高级实验师	项目负责人,负责项目全面工作
	高级兽医师	调研、样品收集、研讨、工作协调
	高级工程师	检测方法验证
	高级工程师	调研、资料收集与技术研讨
	中级工程师	检验方法开发、优化、方法学验证
	正高级兽医师	调研、样品收集
	高级畜牧师	调研、样品收集
	研究员	调研、样品收集
	助理研究员	标准文本和编制说明编制、修改

人员	职称	承担任务
	中级工程师	标准文本和编制说明编制、修改
	中级工程师	标准文本、编制说明修改、方法验证
	高级工程师	检样品制备、收集、检验验证
	兽医师	资料收集与技术研讨
	高级工程师	资料收集与技术研讨
	正高级兽医师	资料收集与技术研讨
	兽医师	资料收集与技术研讨
	中级工程师	资料收集与技术研讨

(2) 技术路线和项目方案的制定

2024年5月~7月,标准编制小组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料,确立了标准制定指导思想,制定了标准制定技术路线和试验方案,见图1。

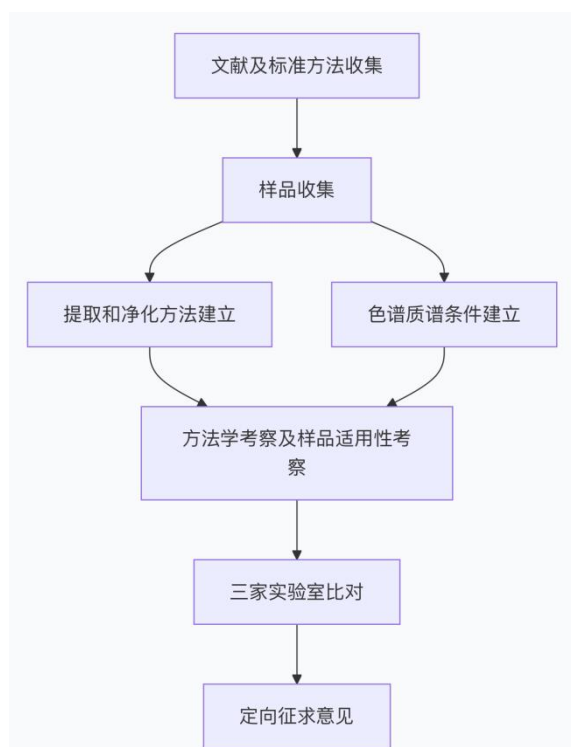


图1 标准修订技术路线

(3) 开展检测方法研究、方法学考察和方法适用性考察

2024年8月~2025年1月,标准编制小组开展了提取条件和色谱条件考察、方法学考察;

(4) 标准文本和编制说明征求意见稿编写、方法验证

2025年2月~6月,标准编制小组完成标准文本和编制说明定向征求意见稿编写,开展方法验证工作。

2025年7月~8月,标准编制小组发送给全国饲料工业标准化技术委员会相关委员,国家和省部级饲料质检机构、第三方饲料检测机构、大中型饲料企业实验室相关专家等开展定向征求意见工作。共收到20家单位24位专家236条意见,其中采纳227条,部分采纳或未采纳9条。

2025年8月~10月,根据定向征求意见修改形成预审稿。

2025年11月,专家对《饲料中18种真菌毒素的测定 同位素稀释液相色谱-串联质谱法》(预审稿)进行了认真审查。

2025年11~2026年2月,根据预审意见补充实验,完善标准文本与编制说明,形成终审稿。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 标准编制原则

本标准结构、技术要素和表达方法按照 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编制规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求进行编写。

2.2 主要内容

2.2.1 适用范围

本文件适用于植物性饲料原料和饲料中黄曲霉毒素 B₁/B₂/G₁/G₂、赭曲霉毒素 A(OTA)、T-2、HT-2、杂色曲霉毒素(ST)、伏马毒素 B₁/B₂/B₃ (FB₁、FB₂、FB₃)、交链孢酚(AOH)、交链孢酚单甲醚(AME)、赭曲霉毒素(TEN)、玉米赤霉烯酮(ZEN)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)、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)、霉酚酸(MPA)等19种真菌毒素的测定。毒素范围覆盖了饲料及饲料原料中关注较多毒素种类，详见下表1。

表 1 真菌毒素信息表

序	中文名称	简称	产毒霉菌属	易染饲料	毒性	简介
1	黄曲霉毒素 B ₁	AFB ₁	曲霉属	谷物、油料作物	遗传毒性、肝毒性等	黄曲霉毒素 (Aflatoxin, AF) 是黄曲霉 (<i>Aspergillus flavus</i>) 和寄生曲霉 (<i>Aspergillus parasiticus</i>) 的次级代谢产物, 种类繁多, 目前已分离鉴定出 12 种以上, 常见的有黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 等, 其中以黄曲霉毒素 B ₁ 分布最广、毒性最强、危害最大。
2	黄曲霉毒素 B ₂	AFB ₂	曲霉属	谷物、油料作物	遗传毒性、肝毒性等	
3	黄曲霉毒素 G ₁	AFG ₁	曲霉属	谷物、油料作物	遗传毒性、肝毒性等	
4	黄曲霉毒素 G ₂	AFG ₂	曲霉属	谷物、油料作物	遗传毒性、肝毒性等	
5	杂色曲霉毒素	ST	曲霉属	谷物、奶制品等	类似黄曲霉毒素 B ₁	杂色曲霉毒素 (sterigmatocystin, STG) 是 AFB ₁ 、AFG ₁ 等的合成前体物质, 结构与黄曲霉毒素极为相似, 都含有双呋喃环结构。毒理学试验表明: 黄曲霉毒素和杂色曲霉毒素都具有肝毒性和免疫抑制效应, 可诱发肝癌等癌症疾病。黄曲霉毒素 B ₁ 列为 1 级致癌物, 杂色曲霉毒素列为 2B 级致癌物
6	赭曲霉毒素 A	OTA	曲霉属、青霉属	谷物、水果	肾毒性、遗传毒性	赭曲霉毒素是继黄曲霉毒素后又一个引起世界广泛关注的霉菌毒素。它是由曲霉属的 7 种曲霉和青霉属的 6 种青霉菌产生的一组重要的、污染食品的真菌毒素, 共包括 4 种, 其中毒性最大、分布最广、产毒量最高、对农产品的污染最重、与人类健康关系最密切的是赭曲霉毒素 A
7	T-2 毒素	T-2	镰刀菌属	谷物	消化道毒性、免疫抑制	T2 毒素进入动物体内也会迅速水解为 HT2 毒素, 在毒素检测及风险评估时应考虑二者污染水平的总和。T-2 毒素是单端孢霉烯类毒素中毒性最强一种, 和 HT-2 毒素均可诱发动物的急性和慢性毒性。
8	HT-2 毒素	HT-2	镰刀菌属	谷物	同 T-2	
9	伏马毒素 B ₁	FB ₁	镰刀菌属	谷物	肝肾毒性、遗传毒性	伏马毒素 (FBs) 主要由轮枝镰刀菌和增殖镰刀菌产生, 已经表征了 28 种结构类似物, 广泛分布在世界各地。受污染作物中高浓度 FBs 通常出现于气候较暖地区, 尤其在干旱季节作物遭受热胁迫时更为显著。FBs 分为 A、B、C、P 四个不同的组别, 其中被认为最丰富的家族是伏马菌素 B 系列, 其中最常见且毒性最强的变种是伏马菌素 B ₁ 和伏马菌素 B ₂ 。
10	伏马毒素 B ₂	FB ₂	镰刀菌属	谷物	肝肾毒性、遗传毒性	
11	伏马毒素 B ₃	FB ₃	镰刀菌属	谷物	肝肾毒性、遗传毒性	

12	脱氧雪腐镰刀菌烯醇	DON	镰刀菌属	谷物	消化道毒性、免疫抑制	脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)是禾谷镰刀菌、黄色镰刀菌、大镰刀菌等所产生的单端孢霉烯毒素。DON化学性质稳定,研磨、加热、高压等处理很难破坏,且DON所带基团极性弱,亲电性差,通过电荷吸附难以吸附市面上常见的毒素吸附剂。它也因此成为全球霉菌毒素污染最严重的毒素之一。
13	15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	15-DON	镰刀菌属	谷物	同DON	DON隐蔽型毒素,在某些加工或生物体内消化过程中甚至可能释放出毒素原型。体外毒性试验给出了这些毒素相较于原型的毒性排序: DON-3G<<3-ACDON<DON≈15-ACDON。但是基于这些化合物在体内发生去乙酰化这一原理,其在生物体内的健康风险仍应与DON同等重视。
14	3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	3-DON	镰刀菌属	谷物	同DON	
15	脱氧雪腐镰刀菌烯醇-3-葡萄糖苷	DON-3G	镰刀菌属	谷物	同DON	
16	玉米赤霉烯酮	ZEN	镰刀菌属	谷物	生殖毒性	作为谷物中常见的真菌毒素,玉米赤霉烯酮(ZEN)污染范围更广,毒性更强ZEN是一种雌性激素类似物的真菌毒素。主要生长在谷物上,以多种镰刀菌代谢产生,玉米是最易受玉米赤霉烯酮(ZEN)污染的作物,其次是大麦、燕麦、小麦、高粱、粟和稻谷等。由于ZEN主要存在于霉变的粮食作物中,贮藏、加工和烹饪过程中性质稳定,不易受环境变化或高温影响,因此,以霉变原料制成的食品、饲料、食用植物油及家禽产品均可能含有ZEN残留。
17	霉酚酸	MPA	青霉属	青贮饲料、谷物	腹泻、呕吐等	MPA特异性抑制肌苷一磷酸脱氢酶,该酶在T淋巴细胞和B淋巴细胞等增殖细胞中高度表达,从而对生物免疫系统起到抑制作用。MPA毒性较低,但以往研究显示其在各种食物或饲料中存在浓度较高。
18	交链孢酚	AOH	链格孢属	谷物、牧草	遗传毒性	新型毒素,交链孢菌酮酸(tenuazonic acid,TeA),交链孢酚(alternariol,AOH),腾毒素(tentoxin,TEN)和交链孢酚单甲醚(alternariol monomethylether,AME)是在食品中普遍污染且健康危害较大的4种交链孢霉毒素。研究报告AOH,AME具有遗传毒性和致突变性,可能是食管癌的危险因素之一。TeA没有明显的遗传毒性作用,但对狗,大鼠和小鼠具有急性毒性。TEN具有肝毒性,与肝细胞坏死,胆汁淤积等疾病的发展有关。当数种交链孢霉毒素并存时,可能产生致使毒性效应增强的协同作用。
19	交链孢酚单甲醚	AME	链格孢属	谷物、牧草	遗传毒性	
20	腾毒素	TEN	链格孢属	谷物、牧草	植物毒性	
21	细交链孢菌酮酸	TEA	链格孢属	谷物、牧草	急性毒性	

备注：初始时选择了饲料中关注度比较高的 20 种真菌毒素，覆盖了《饲料卫生标准》《宠物饲料卫生规定》的限量毒素、隐蔽毒素和新型毒素，其中 TEA 和 DON-3G 在三家验证中部分基质的添加回收率不理想，根据预审专家意见删除了这两种毒素。

2.2.2 原理

试样中的待测物用甲酸乙腈溶液提取，经吸附型固相净化小柱净化，液相色谱-串联质谱仪检测，同位素内标法定量。

2.2.3 液相色谱-串联质谱法仪器条件的确定

2.2.3.1 流动相的确定

考虑不同真菌毒素等物质化学结构特性，在建立液相色谱条件时首先考虑C₁₈的色谱柱和常规的甲酸-乙酸铵/甲醇，水/甲醇，氨水/甲醇的流动相体系。负离子模式下，水相体系的选择直接影响酸性目标物的离子化效率与色谱保留稳定性。以纯水为水相时，多数含酸性官能团的目标物离子化效率偏低，质谱响应信号较弱；而碱性环境可通过抑制酸性基团质子化，提升目标物在负离子模式下的离子化效率，进而改善响应表现。因此，本研究聚焦于碱性水相体系的优化。首先选择了0.02%的氨水作为负离子模式下的水系流动相，有机系为甲醇，在常规的梯度下，AOH在该流动相下的出峰时间会发生漂移，进一步考虑降低水系的pH值，选择了pH更为接近中性的碳酸氢铵水溶液，且分别配制了4种浓度梯度的碳酸氢铵水溶液，分别为0.1 mM、0.5 mM、1 mM、2 mM的碳酸氢铵水溶液，结果表明，随着碳酸氢铵的浓度逐渐升高，大部分负离子模式的物质响应会逐渐变高，但是AOH和AME、TEN以及ZEN的响应在1 mM和2 mM时的响应越来越低，综合考虑，选择0.5 mM的碳酸氢铵水溶液作为负离子的水系流动相，相关物质的响应面积见表2。

表2 不同浓度碳酸氢铵水溶液下的AOH、AME、TEN、ZEN的响应面积比较

响应 流动相浓度	AOH	AME	TEN	ZEN
-------------	-----	-----	-----	-----

0.5 mM 碳酸氢铵水溶液	2108500	2659251	479405	1682653
1 mM 碳酸氢铵水溶液	2196628	2425121	451548	1499594
2 mM 碳酸氢铵水溶液	1631129	1731067	400007	980200

2.2.3.2 色谱柱的确定

根据化合物的性质以及流动相特性,我们选择了 BEH C₁₈(2.1*50 mm, 1.7 μ m) 色谱柱和 Uitimate PFP (2.1*100 mm, 1.8 μ m) 色谱柱以及 HSS-T3 (2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μ m) 的柱子对 19 种真菌毒素进行分离。正离子以 0.1% 甲酸-5 mM 乙酸铵水溶液和甲醇作为流动相,负离子以 0.5 mM 碳酸氢铵水溶液和甲醇作为流动相,采用梯度洗脱。图 3~8,实验表明, BEH C₁₈(2.1*50 mm, 1.7 μ m) 色谱柱和 HSS-T3 (2.1 mm \times 100mm, 1.8 μ m)对 19 种化合物都有着不错的分离度,而 Uitimate PFP (2.1*100mm, 1.8 μ m) 色谱柱存在部分项目峰形差的情况。本标准选择 BEH C₁₈(2.1*50 mm, 1.7 μ m) 色谱柱进行后续的试验分析。

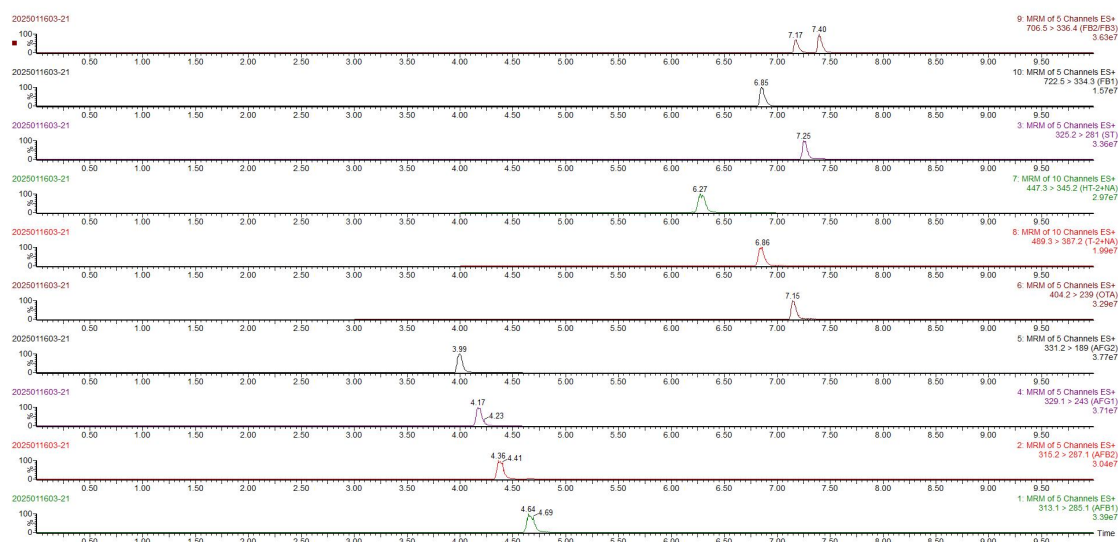


图 2 BEH C₁₈(2.1*50 mm, 1.7 μ m) 正离子模式色谱图

图 5 Utimate PFP (2.1*100mm, 1.8 μ m) 负离子模式色谱图

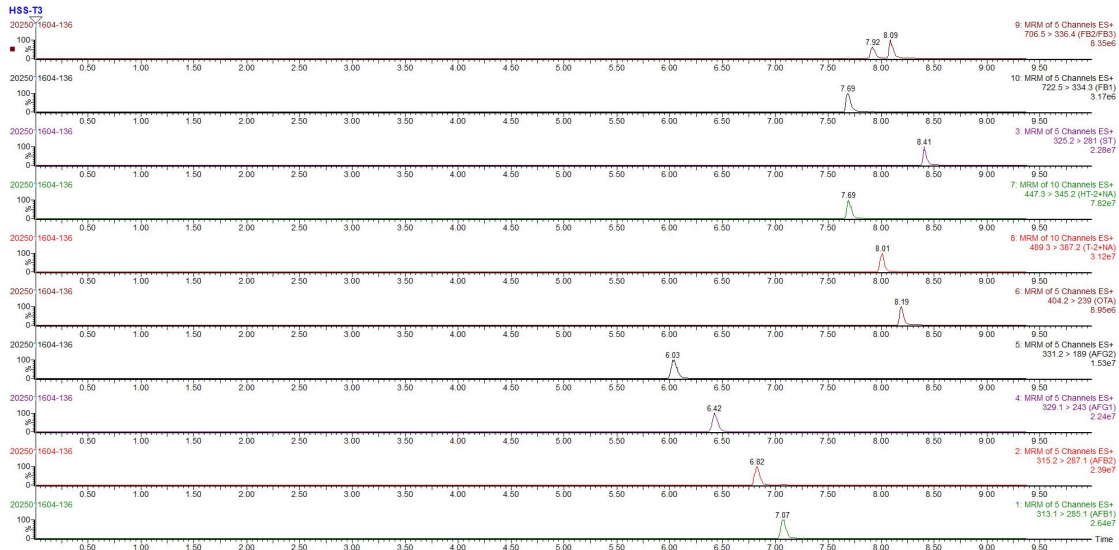


图 6 HSS-T3 (2.1 mm \times 100mm, 1.8 μ m) 正离子模式色谱图

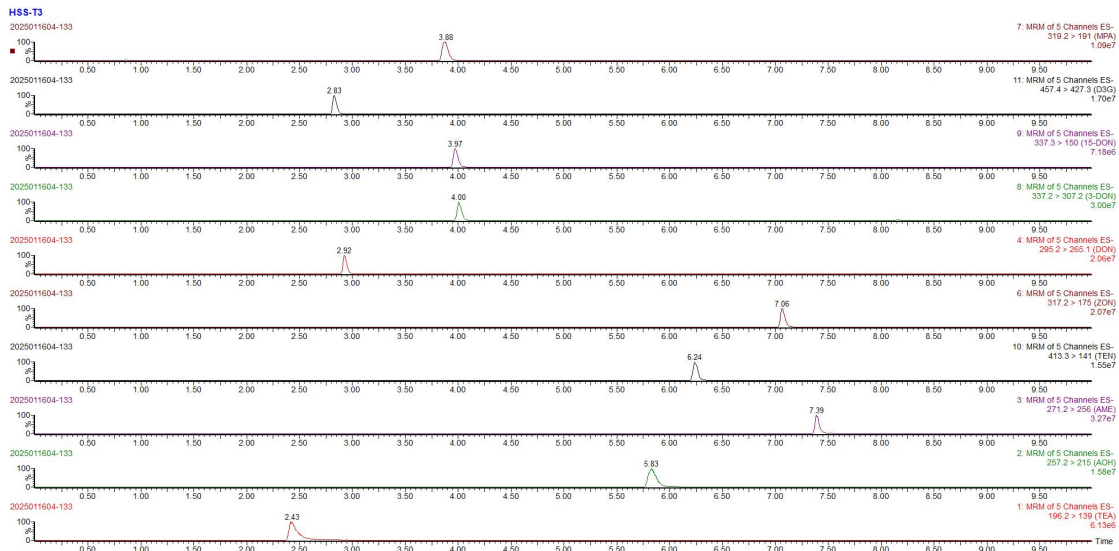


图 7 HSS-T3 (2.1 mm \times 100mm, 1.8 μ m) 负离子模式色谱图

2.2.3.3 监测离子对的选择及质谱条件的确定

综合考虑化合物的结构信息，在参考相关文献、标准的基础上分别对真菌毒素及其同位素内标化合物进行 MRM 方法条件优化，确定其定量离子和定性离子，其中 AFB₁、AFB₂、AFG₁、AFG₂、OTA、T-2、HT-2、ST、FB₁、FB₂、FB₃ 等化合物及其同位素内标为正离子扫描模式，T-2、HT-2 由于其本身+H 的响应较低，在其母离子扫描过程中，我们选择了响应更高，检出限更低的+Na 质荷比

作为母离子。AOH、AME、TEN、ZEN、DON、3-AcDON、15-AcDON、MPA 等化合物及其同位素内标为负离子扫描，其中 3-AcDON、15-AcDON 为同分异构体，二者虽然分子量以及母离子相同，但是在二级碎裂过程中表现出不同的子离子碎片，并且我们通过调整色谱方法尽可能的分离 3-AcDON 和 15-AcDON。

通过对 Waters TQ-XS 质谱条件的优化，得到参考质谱条件：

- a) 电离方式：电喷雾电离，正负离子模式（ESI⁺/ESI⁻）；
- b) 监测方式：多反应监测（MRM）；
- c) 毛细管电压：0.5 kV(ESI⁺)，2.5 kV(ESI⁻)；
- d) 脱溶剂气温度：500 °C
- e) 脱溶剂气流速：1000 L/Hr；
- f) 锥孔反吹气流速：150 L/Hr；

19 种真菌毒素以及同位素内标多反应监测离子对信息、碰撞能见表 3。19 种真菌毒素中除 MPA 外，多反应监测离子对信息与现行的国家、行业、团体标准中推荐的定性定量离子保持一致。目前已经颁布的 MPA 检测的相关标准较少，其中《NY/T 3803-2020 饲料中 37 种霉菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》中给出的 MPA 的电离方式为正离子，本标准为了提高其检出限，基于其结构性质，选择了文献中已有报道的负离子模式，离子对信息、碰撞能参考值及离子对比对信息，详见表 3。

表 3 多反应监测离子对信息、碰撞能参考值及离子对比对信息

化合物名称	监测离子对 m/z	碰撞能量 (eV)	锥孔电压 (V)	离子化方式	离子对比对信息
AFB ₁	313.1>285.1*	22	30	ESI ⁻	GB 5009.22-2016
	313.1>241	38			
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	330.2>301.1	22	30	ESI ⁻	

化合物名称	监测离子对 m/z	碰撞能量 (eV)	锥孔电压 (V)	离子化方式	离子对比对信息
AFB ₂	315.2>287.1*	25	30	ESI+	GB 5009.22-2016
	315.2>259	27			
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	332.2>303.2	26	30	ESI+	
AFG ₁	329.1>243*	27	30	ESI+	GA/T 2313-2024
	329.1>200	41			
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	346.3>299.1	23	30	ESI+	
AFG ₂	331.2>189*	40	30	ESI+	GA/T 2313-2024
	331.2>245	29			
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	348.2>259.2	29	30	ESI+	
OTA	404.2>239*	23	30	ESI+	GA/T 2313-2024
	404.2>221	34			
[¹³ C ₂₀]-OTA	424.1>232	35	30	ESI+	
T-2	489.3>387.2*	25	60	ESI+	NY/T 2071-2011
	489.3>245.2	21			
[¹³ C ₂₄]-T-2	513.3>260.2	27	30	ESI+	
HT-2	447.3>345.2*	18	10	ESI+	NY/T 4124-2022
	447.3>285.2	18			
[¹³ C ₂₂]-HT-2	469.4>362.2	18	30	ESI+	
ST	325.2>281*	37	30	ESI+	GB 5009.25-2016
	325.2>310	22			
[¹³ C ₁₈]-ST	343>297.1	36	30	ESI+	
FB ₁	722.5>334.3*	39	30	ESI+	DB37/T 4045. 3-2020
	722.5>352.3	35			
[¹³ C ₃₄]-FB ₁	756.6>356.4	41	30	ESI+	
FB ₂	706.5>336.4*	36	30	ESI+	DB37/T 4045. 3-2020
	706.5>318.4	39			
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	740.6>358.4	36	30	ESI+	
FB ₃	706.5>336.4*	36	30	ESI+	GB 5009.240-2023
	706.5>318.4	39			
[¹³ C ₃₄]-FB ₃	740.6>358.4	36	30	ESI+	
AOH	257.2>215*	24	30	ESI-	T / XAASS 002-2022
	257.2>213	22			
[¹³ C ₁₄]-AOH	271.1>226.1	23	50	ESI-	
AME	271.2>256*	21	30	ESI-	T / XAASS 002-2022
	271.2>228	30			

化合物名称	监测离子对 m/z	碰撞能量 (eV)	锥孔电压 (V)	离子化方式	离子对比对信息
[¹³ C ₁₅]-AME	286.1>270.1	23	30	ESI-	
TEN	413.3>141*	21	30	ESI-	T / XAASS 002-2022
	413.3>271.1	17			
[¹³ C ₂₂]-TEN	435.3>147.1	21	30	ESI-	
ZEN	317.2>131*	28	30	ESI-	LS/T 6133-2018
	317.2>175	23			
[¹³ C ₁₈]-ZEN	335.3>185	24	30	ESI-	
DON	295.2>265.1*	10	10	ESI-	GB 5009.111-2016
	295.2>138	17			
[¹³ C ₁₅]-DON	310.2>279.2	11	10	ESI-	
3-DON	337.2>307.2*	11	10	ESI-	GB 5009.111-2016
	337.2>173	9			
[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	354.3>323.2	12	10	ESI-	
15-DON	337.3>150*	16	10	ESI-	GB 5009.111-2016
	337.3>219.1	11			
[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	354.3>158	19	10	ESI-	
MPA	319.2>191*	23	30	ESI-	参考文献 12
	319.2>275.1	16			
[¹³ C ₁₇]-MPA	336.3>291.2	15	30	ESI-	

*为定量离子。

注：质谱条件仅供参考，当采用不同质谱仪器时，仪器参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。

2.2.4 前处理方法的研究

2.2.4.1 提取溶剂的确定

甲醇、乙腈以及其水溶液等提取试剂适用于标准中测定的真菌毒素中的大部分化合物。与甲醇相比，乙腈对大部分非极性真菌毒素和部分极性真菌毒素的提取效果更好，添加甲酸可以进一步提高伏马毒素、赭曲霉毒素等含有羧基基团的毒素稳定性和提取效率，所以实验以此为基础选取了三种提取试剂。比较了 84 % 乙腈水溶液、70 % 乙腈 1 % 甲酸水溶液、70 % 甲醇水溶液等三种常见真菌毒素的提取试剂¹³⁻¹⁴对鸡预混合饲料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、牛精料补充料以及玉

米粉等 5 种基质中目标真菌毒素的提取效率，毒素加标浓度见表 4，提取效果以回收率表示，具体数据见表 5-7。由于 MPA 等部分真菌毒素极性较强，DON 等单端类化合物具有一定的水溶性，所以我们在提取及 MTCC 吸附型固相净化小柱后，为了保证更好的峰形和杂质去除，采用水进行了 1:1 稀释后经同位素内标稀释上机测定。结果表明，70%乙腈 1%的甲酸水溶液相对于其他两种提取试剂来说，对目标真菌毒素的提取效果较好，且基质的适应性也比较广泛。70%甲醇水溶液跟 84%乙腈类似，对伏马类毒素提取效果不好，且对部分基质的提取效果较差，且所以本实验选择 70%乙腈 1%的甲酸水溶液作为 5 种饲料基质中真菌毒素的提取试剂。

表 4 不同提取试剂的选择实验加标浓度

名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
AFB ₁	6	ST	6	TEN	30
AFB ₂	6	FB ₁	90	ZEN	30
AFG ₁	6	FB ₂	90	DON	150
AFG ₂	12	FB ₃	90	3-AcDON	150
OTA	15	AOH	120	15-AcDON	150
T-2	30	AME	12	MPA	120
HT-2	120				

表 5 84%乙腈水溶液提取回收率

回收率 (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	97.5	95.1	107.5	86.5	85.2
AFB ₂	109.2	98.9	139.6	127.7	94.4
AFG ₁	108.0	118.4	115.9	118.7	97.7
AFG ₂	95.2	110.9	103.3	101.8	93.8
OTA	87.4	89.8	102.7	99.7	85.5

T-2	105.5	99.0	120.9	104.1	95.9
HT-2	89.0	102.6	97.2	90.9	81.8
ST	106.9	109.9	122.4	95.5	89.9
FB ₁	4.4	2.6	16.4	27.6	50.2
FB ₂	1.5	-0.6	25.0	40.9	55.9
FB ₃	2.2	2.7	29.0	50.7	58.2
AOH	108.6	109.3	105.9	108.5	94.2
AME	105.3	120.5	134.9	127.6	103.2
TEN	122.6	99.6	129.1	129.4	94.2
ZEN	105.7	104.4	138.0	111.5	89.8
DON	98.0	95.5	115.0	111.1	87.0
3-AcDON	99.5	97.2	123.7	104.9	93.9
15-AcDON	146.8	144.2	135.4	125.0	118.8
MPA	140.1	134.6	165.6	170.2	116.6

表 6 70%乙腈 1%甲酸水溶液提取回收率

回收率 (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	81.2	80.0	92.7	94.9	103.2
AFB ₂	107.6	107.9	96.9	100.8	103.1
AFG ₁	92.4	102.4	93.2	99.5	92.1
AFG ₂	100.5	103.5	101.7	106.1	103.6
OTA	96.3	100.8	97.0	93.2	94.0
T-2	101.6	105.6	107.5	108.3	100.5
HT-2	99.4	88.5	95.9	91.6	94.9
ST	93.5	101.3	106.4	102.3	107.5
FB ₁	86.4	89.3	86.4	109.1	108.5
FB ₂	90.8	90.6	99.0	94.9	98.5
FB ₃	89.3	90.3	109.6	106.7	105.3
AOH	96.3	105.0	101.8	101.3	104.7
AME	82.8	82.7	99.7	106.9	97.5
TEN	97.2	101.9	104.5	105.6	97.2

ZEN	100.2	101.4	87.1	102.0	100.1
DON	99.9	109.3	93.9	95.6	94.2
3-AcDON	91.4	88.1	97.6	108.0	94.8
15-AcDON	88.0	92.6	103.6	81.9	89.1
MPA	109.5	109.4	109.0	103.3	106.7

表 7 70% 甲醇水溶液提取回收率

回收率 (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	78.3	77.2	57.3	65.3	72.5
AFB ₂	92.9	82.9	80.9	84.7	103.5
AFG ₁	94.7	93.7	60.8	61.2	74.0
AFG ₂	94.7	100.3	74.3	59.5	86.5
OTA	85.8	90.8	57.1	73.7	72.9
T-2	103.4	106.5	85.0	88.1	102.5
HT-2	109.4	105.3	106.0	99.9	124.5
ST	91.7	99.5	48.5	62.9	70.3
FB ₁	10.4	24.0	76.5	105.8	112.6
FB ₂	-5.2	-3.8	64.4	87.5	82.0
FB ₃	0.0	2.9	70.4	96.2	98.1
AOH	94.6	93.4	57.6	74.2	82.0
AME	87.1	75.3	73.2	94.9	100.7
TEN	89.9	101.6	91.0	84.3	100.3
ZEN	107.1	97.9	79.7	72.5	90.0
DON	106.5	113.7	98.2	104.7	98.1
3-AcDON	103.7	101.0	84.8	93.0	100.7
15-AcDON	115.2	117.9	94.6	96.8	108.9
MPA	39.4	78.8	88.8	80.3	93.8

2.2.4.2 净化方式的选择

为了保护仪器的进样分析系统和色谱柱，降低方法的检出限，本实验选择不同的净化方式对提取液进行净化，并都在净化后对溶液进行 1:1 加水稀释，采

用同位素内标稀释后上机测试。净化后的 1:1 加水稀释，提高溶液的极性，去除部分亲脂杂质，并在一定程度上改善部分真菌毒素的峰形。比较了目前市面上应用较多的 3 种不同品牌的多毒素净化柱 MTCC 吸附型固相净化小柱、MLJ-1 固相萃取柱和 MycoSpin™ 400 净化柱，及通用型亲水亲脂平衡的 HLB 固相萃取柱，对鸡预混合饲料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、牛精料补充料以及玉米粉等 5 种基质中目标真菌毒素的提取效率，真菌毒素加标浓度见同表 4。

(1) 亲水亲脂平衡固相萃取柱 (HLB 固相萃取柱)

选择 Pribolab®HLB (60mg/3ml) 固相萃取柱进行实验，使用前先用 5 mL 甲醇和 5 mL 水进行活化，吸取 1 mL 提取液和 9 mL 水混合后上样，用 5 mL 水和 5 mL 甲醇进行淋洗，吹干固相萃取柱，用 5mL 甲醇溶液进行洗脱。取 500 μL 洗脱液与 500 μL 水于离心管中，涡旋混合均匀并过膜，同位素内标稀释，液相色谱串联质谱测定，检测结果以回收率表示，见表 8。结果表明，亲水亲脂平衡固相萃取柱不符合五种饲料基质中的真菌毒素的净化要求。

表 8 亲水亲脂平衡固相萃取柱净化后回收率

回收率(%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
AFB ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
AFG ₁	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
AFG ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
OTA	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
T-2	8.7	4.9	11.2	8.9	5.7
HT-2	14.0	10.7	25.3	24.3	15.0
ST	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
FB ₁	42.4	37.6	27.5	32.1	46.0
FB ₂	25.7	21.7	16.4	48.0	23.3

FB ₃	33.3	38.1	28.2	43.3	27.9
AOH	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
AME	231.1	21.5	140.7	243.2	484.0
TEN	8.1	9.0	19.0	23.3	8.7
ZEN	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
DON	23.8	25.1	30.3	38.2	25.8
3-AcDON	9.6	5.8	15.2	12.8	9.7
15-AcDON	18.8	8.4	19.6	23.3	9.2
MPA	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

(2) MLJ-1 固相萃取柱

MLJ-1 固相萃取柱是一款被用作多毒素筛查净化的固相萃取柱，实验选用 0.4/2.5 mL 规格的柱子对五种饲料基质的提取液进行净化，移取 1mL 提取液于 MLJ-1 固相萃取柱中，保持 1 滴/s 的过柱速度，准确移取 500 μ L 过柱液与 500 μ L 水于离心管中，涡旋混合均匀并过膜，同位素内标稀释，液相色谱串联质谱测定，检测结果以回收率表示，见表 9。从实验数据来看，MLJ-1 固相萃取柱对玉米粉等简单基质有着不错的回收率，但对于部分复杂的饲料基质中个别毒素的净化处理结果不是很好，但是基本可以满足不同基质样本净化的回收率要求。

表 9 MLJ-1 固相萃取柱净化后回收率统计表

回收率(%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	70.8	61.3	114.7	113.7	105.9
AFB ₂	80.1	82.8	103.6	111.9	116.3
AFG ₁	65.9	57.9	110.3	121.2	111.7
AFG ₂	69.1	60.8	112.3	122.1	99.7
OTA	60.7	69.5	93.3	101.2	96.7
T-2	61.6	62.7	137.7	131.6	112.6
HT-2	72.6	62.2	105.9	126.1	95.7
ST	37.3	64.3	125.2	120.5	100.3

FB ₁	100.3	73.1	88.9	98.0	105.1
FB ₂	100.4	75.8	111.2	109.2	105.5
FB ₃	98.3	91.2	117.8	117.5	103.6
AOH	85.1	82.6	100.8	118.4	97.3
AME	30.8	48.9	89.9	93.6	76.3
TEN	69.3	49.4	82.9	97.0	83.0
ZEN	43.3	57.3	109.5	158.2	96.1
DON	90.1	70.0	137.4	156.5	123.1
3-AcDON	76.8	78.0	108.5	135.8	116.5
15-AcDON	99.3	77.2	109.6	76.6	99.7
MPA	67.3	66.4	100.5	97.9	99.3

(3) MTCC 吸附型固相净化小柱

MTCC 吸附型固相净化小柱是一款采用非极性 & 离子交换等基团组成的复合填料柱，当待净化液通过时，选择性物理吸附样品提取液中的蛋白、色素，脂类等大分子杂质。移取 0.8 mL 提取液上柱，离心，准确移取 500 μ L 过柱液与 500 μ L 水于离心管中，涡旋混合均匀并过膜，同位素内标稀释，液相色谱串联质谱测定，检测结果以回收率表示，见表 10。净化柱过柱前后状态见图 8。从表中数据结果可以看出，MTCC 吸附型固相净化小柱在处理五种饲料基质时，回收率在 81.6%~110.9% 之间，可以满足不同基质种多种真菌毒素的净化回收率要求。

表 10 MTCC 吸附型固相净化小柱净化后回收率表

回收率(%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	91.2	100.1	93.7	97.1	96.9
AFB ₂	96.7	97.9	91.9	96.9	96.4
AFG ₁	93.5	87.6	98.9	98.8	95.5
AFG ₂	98.1	84.9	103.5	100.8	89.8
OTA	94.1	87.7	103.6	100.7	98.0
T-2	93.7	89.4	95.1	99.1	93.8

HT-2	94.7	88.0	93.1	101.0	100.3
ST	97.9	105.2	105.6	101.3	94.1
FB ₁	100.5	89.4	87.7	109.0	101.0
FB ₂	109.5	103.4	110.9	108.9	98.2
FB ₃	105.2	101.8	90.5	108.9	99.5
AOH	90.3	89.3	96.0	94.3	91.4
AME	94.4	101.2	91.2	87.3	101.1
TEN	93.2	84.6	90.0	89.7	94.2
ZEN	90.4	91.6	100.9	100.5	93.8
DON	82.0	82.2	99.9	93.9	91.3
3-AcDON	90.5	87.6	92.5	91.0	96.9
15-AcDON	106.0	97.5	104.1	102.6	92.0
MPA	102.8	96.0	101.3	96.1	95.8

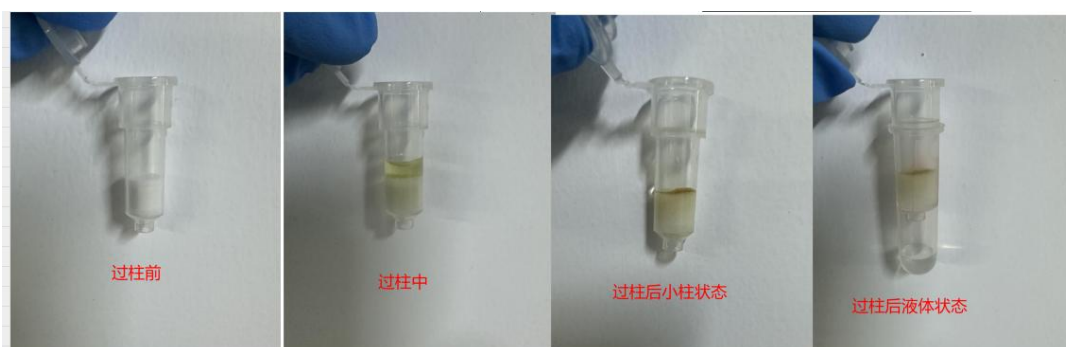


图 8 MTCC 附型固相净化小柱过柱前后状态对比

(4) MycoSpin™ 400 净化柱

MycoSpin™ 400 净化柱是一款用于多毒素液相色谱-串联质谱分析前净化产品。移取 750 μL 的提取液于净化柱中，涡旋 90 s，1000 rpm/min 离心 30 s，准确移取 500 μL 过柱液与 500 μL 水于离心管中，涡旋混合均匀并过膜，同位素内标稀释，液相色谱串联质谱测定，检测结果以回收率表示，见表 11。综合来看，MycoSpin™ 400 处理的样本中，除 FB₁、FB₂、FB₃、AME 等个别毒素在鸡预混合饲料、猪浓缩饲料中的提取回收率相对较差，其余结果均可以达到回收率要求。

表 11 MycoSpin™ 400 净化柱净化后回收率统计表

回收率(%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	72.5	65.3	102.8	114.0	83.9
AFB ₂	72.5	68.5	104.5	98.0	97.2
AFG ₁	70.8	70.9	87.9	109.7	90.1
AFG ₂	70.0	64.7	98.7	115.1	92.0
OTA	73.1	67.2	99.6	102.6	106.2
T-2	77.0	66.7	102.0	90.5	80.7
HT-2	80.6	62.0	98.1	93.5	90.4
ST	88.1	65.5	137.7	132.0	95.6
FB ₁	37.4	89.1	79.8	112.7	95.8
FB ₂	45.8	95.8	103.9	120.0	101.7
FB ₃	45.1	94.3	94.6	135.7	98.7
AOH	82.2	76.9	96.4	103.6	122.4
AME	42.3	44.7	81.7	89.1	60.7
TEN	71.8	62.9	94.2	88.6	91.7
ZEN	66.1	68.9	131.9	92.2	94.1
DON	84.5	70.7	119.8	83.3	90.6
3-AcDON	76.5	76.2	117.4	110.1	91.0
15-AcDON	86.0	78.2	97.5	98.3	99.4
MPA	0.0	67.7	95.4	95.3	97.1

综合实验数据来看，MLJ-1、MycoSpin™ 400 与 MTCC 三款多功能净化柱均能起到净化的目的，但是使用 MTCC 吸附型固相净化小柱作为饲料中 19 种真菌毒素的提取净化方式时，回收率相对最好，所以最后选择 MTCC 吸附型固相净化小柱开展后续的实验。

2.2.4.3 提取方式的确定

研究比较了不同的提取方式往复振荡提取（300 r/min 30 min），往复振荡+超声提取（300 r/min 30 min +超声 30 min）和涡旋振荡+超声提取（2500 r/min 30 min +超声 30 min）对鸡预混合饲料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、牛精料补充料

以及玉米粉等 5 种基质中真菌毒素的提取效率，毒素加标浓度见表 12，提取效果以回收率表示，见表 13-15。结果表明采用涡旋振荡+超声提取（2500 r/min 30 min +超声 30 min）提取时，19 种真菌毒素的回收率相对比较好，最终选择涡旋振荡+超声提取（2500 r/min 30 min +超声 30 min）作为提取方式。

表 12 提取试剂的选择实验加标浓度（2 倍定量限水平）

名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
AFB ₁	4	ST	4	TEN	20
AFB ₂	4	FB ₁	60	ZEN	20
AFG ₁	4	FB ₂	60	DON	100
AFG ₂	8	FB ₃	60	3-AcDON	100
OTA	10	AOH	80	15-AcDON	100
T-2	20	AME	8	MPA	80
HT-2	80				

表 13 往复式振荡提取添加回收率

回收率 (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	63.2	78.9	68.5	59.1	66.4
AFB ₂	34.2	43.3	50.3	27.2	30.6
AFG ₁	22.8	27.6	63.1	11.0	26.2
AFG ₂	68.8	84.2	43.0	72.1	63.7
OTA	3.0	39.6	39.5	27.1	20.4
T-2	23.2	40.3	56.2	36.5	33.6
HT-2	44.8	72.1	91.6	75.6	70.7
ST	49.5	52.3	53.8	54.1	48.2
FB ₁	63.8	113.4	122.9	94.2	119.5
FB ₂	33.4	64.3	111.5	100.7	69.8
FB ₃	40.4	70.4	98.1	128.9	66.4
AOH	87.1	90.7	95.4	91.9	85.3
AME	71.1	74.1	73.6	73.7	71.2

TEN	26.9	49.7	61.1	47.3	41.1
ZEN	86.6	95.6	100.9	100.5	88.0
DON	126.2	125.9	115.6	120.7	117.6
3-AcDON	41.3	69.9	74.2	69.2	61.4
15-AcDON	75.6	123.4	127.3	109.5	97.6
MPA	48.9	57.3	66.1	56.4	48.7

表 14 往复式振荡+超声提取添加回收率

回收率 (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	50.4	44.9	73.0	71.8	90.0
AFB ₂	21.3	56.1	40.0	53.9	96.0
AFG ₁	33.4	62.2	66.7	61.7	67.2
AFG ₂	57.0	55.1	37.6	87.9	49.6
OTA	31.70	74.2	52.4	66.5	57.6
T-2	63.5	60.3	76.2	50.2	66.7
HT-2	74.6	72.6	81.5	80.1	70.7
ST	60.5	62.1	62.3	70.1	74.6
FB ₁	83.2	100.7	106.7	89.2	107.1
FB ₂	57.9	77.6	116.7	86.9	70.3
FB ₃	55.6	83.2	89.7	104.3	77.1
AOH	80.3	78.4	89.2	90.1	88.2
AME	77.3	77.2	70.5	76.4	79
TEN	50.3	54.6	66.6	67.9	73.4
ZEN	85.6	90.4	81.2	92.4	85.3
DON	107.5	110.6	107.8	105.7	85.6
3-AcDON	57.6	63.5	67.8	70.4	74.5
15-AcDON	80.11	85	82.1	99.3	92.5
MPA	67.5	57.3	58.9	63.4	67.3

表 15 涡旋振荡+超声提取添加回收率

回收率 (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	81.2	80.0	92.7	94.9	103.2
AFB ₂	107.6	107.9	96.9	100.8	103.1
AFG ₁	92.4	102.4	93.2	99.5	92.1
AFG ₂	100.5	103.5	101.7	106.1	103.6
OTA	96.3	100.8	97.0	93.2	94.0
T-2	101.6	105.6	107.5	108.3	100.5
HT-2	99.4	88.5	95.9	91.6	94.9
ST	93.5	101.3	106.4	102.3	107.5
FB ₁	86.4	89.3	86.4	109.1	108.5
FB ₂	90.8	90.6	99.0	94.9	98.5
FB ₃	89.3	90.3	109.6	106.7	105.3
AOH	96.3	105.0	101.8	101.3	104.7
AME	82.8	82.7	99.7	106.9	97.5
TEN	97.2	101.9	104.5	105.6	97.2
ZEN	100.2	101.4	87.1	102.0	100.1
DON	99.9	109.3	93.9	95.6	94.2
3-AcDON	91.4	88.1	97.6	108.0	94.8
15-AcDON	88.0	92.6	103.6	81.9	89.1
MPA	109.5	109.4	109.0	103.3	106.7

2.2.4.4 称样量的确定

选取麦麸、青贮饲料、玉米油、喷浆玉米皮、玉米 DDGS、花生粕、配合饲料、预混合饲料、浓缩饲料、精料补充料、宠物配合饲料犬粮、宠物配合饲料猫粮等典型的阳性代表性样本，按照本标准中真菌毒素测定的方法，分别称取 2g、5g 样品，平行测定 2 次，检测结果见表 16。结果表明，不同称样量的检测结果一致，RSD 在 1.6%~18.9% 的范围内，检测结果无显著差异。但是考虑到样品的代表性，本标准最后确定饲料样本的称样量为 5g。

表 16 不同称样量结果比对表

称样量	浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	OTA	T-2	HT-2	ST	FB1	FB2	FB3	AOH	AME	TEN	ZEN	DON	3-DON	15-DON	MPA
2g	小麦麸	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	20.1	99.2	30.2	250.9	86.3	<LOQ	<LOQ
2g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	24	106.2	34.5	254.6	86.5	<LOQ	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	24	99.2	27.5	252.2	87.1	<LOQ	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	22.2	105.4	30.2	261.1	83	<LOQ	<LOQ
2g	青贮饲料	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	375.5	65.1	24	<LOQ	<LOQ	<LOQ	68.7	1395.8	<LOQ	86.8	<LOQ
2g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	367.8	67.4	22	<LOQ	<LOQ	<LOQ	73	1488.1	<LOQ	84.2	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	367.2	63.1	26.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	66.2	1443.1	<LOQ	85.3	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	359.2	63.1	24.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	60.1	1299.9	<LOQ	83.7	<LOQ
2g	玉米油	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	34.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	31.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	32.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	34.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2g	喷浆玉米皮	96.8	5.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	12853.7	2366.3	995.1	<LOQ	4.8	<LOQ	252.3	5291.7	58.2	1638.5	<LOQ
2g		94.8	5.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	12094.6	2123.6	931.5	<LOQ	4.1	<LOQ	236.7	4906.7	57.3	1605.8	<LOQ
5g		107.5	6.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	12417.4	2286.6	1016.9	<LOQ	4.5	<LOQ	244.6	5189.3	60.6	1861.5	<LOQ
5g		101.4	6.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	12330.6	2211.2	980.4	<LOQ	4.3	<LOQ	257.2	4837.3	64.7	1716.4	<LOQ
2g	玉米 DDGS	5.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	21.7	46.7	<LOQ	1098.2	215.8	65.4	<LOQ	5.2	<LOQ	197.1	1004.4	<LOQ	178.5	83.6

2g		4.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	21.1	46.3	<LOQ	1151	209.6	69.4	<LOQ	5.6	<LOQ	200.1	1005.1	<LOQ	183	80.6
5g		4.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	20.9	52.3	<LOQ	1135.4	211	66.3	<LOQ	5.1	<LOQ	199.2	935.3	<LOQ	166.7	84.5
5g		4.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	21.2	51	<LOQ	1078.5	216.9	64.4	<LOQ	5	<LOQ	201	1018.6	<LOQ	156.5	81.3
2g	花生粕	135	31.9	3.7	1.3	12.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	28.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2g		141.7	30.7	3.6	1.5	12.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	30.9	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
5g		127.6	28.4	3.6	1.2	10	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	27.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
5g		135.6	29.7	3.8	1.4	11.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	29	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2g	配合饲料	30.1	4.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5626.6	1404.3	540.9	<LOQ	10.5	<LOQ	2387.9	2165	<LOQ	935.8	<LOQ
2g		28.4	4.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5437.5	1414.9	541.7	<LOQ	10.5	<LOQ	2226.2	2274.9	<LOQ	928.6	<LOQ
5g		29.1	3.9	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5386.1	1300.2	518.9	<LOQ	8.7	<LOQ	2182.9	2068.4	<LOQ	899.9	<LOQ
5g		28.6	4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5394.5	1298.4	552.7	<LOQ	8.8	<LOQ	2224.7	2248.8	<LOQ	864.5	<LOQ
2g	复合预混合	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	34.8	21	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	29.4	28.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ
5g	饲料	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	29.6	26	<LOQ	<LOQ	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	27	18.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2g	浓缩饲料	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2173.4	537.8	141.4	<LOQ	<LOQ	22.7	106.7	630.8	<LOQ	69.2	<LOQ
2g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1980.2	493.5	124.9	<LOQ	<LOQ	20.5	100.6	619.6	<LOQ	77.5	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1993.5	472.8	132.1	<LOQ	<LOQ	20.7	94.8	622.8	<LOQ	67.2	<LOQ
5g		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2307.2	541.8	157.4	<LOQ	<LOQ	21.5	103.7	690.9	<LOQ	64.9	<LOQ

2g	精料补充料	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	2155	519.7	147.1	<L0Q	<L0Q	<L0Q	216.3	895.1	<L0Q	162.3	<L0Q	
2g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	2310	556.1	161.7	<L0Q	<L0Q	<L0Q	243.2	935.9	<L0Q	169.1	<L0Q	
5g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	2253	560.8	145	<L0Q	<L0Q	<L0Q	212.2	997.8	<L0Q	149.6	<L0Q	
5g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	2259.9	561.6	136.9	<L0Q	<L0Q	<L0Q	220.8	1046.6	<L0Q	151.4	<L0Q	
2g	宠物配合饲	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	178.8	37.5	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	110	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	
2g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	184.8	31.7	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	111.9	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	
5g	料猫粮	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	169.3	30.4	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	102.1	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	
5g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	198.8	37.6	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	116.2	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	
2g	宠物配合饲	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	664.1	373.9	68.6	<L0Q	4.8	<L0Q	464.5	180.1	<L0Q	31.2	<L0Q	
2g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	667.7	343.6	60.9	<L0Q	5.2	<L0Q	463.5	169.6	<L0Q	32.4	<L0Q	
5g		料犬粮	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	589	296.2	63.5	<L0Q	4.5	<L0Q	416	152.4	<L0Q	37.6	<L0Q
5g			<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	543.9	289.2	50.4	<L0Q	4.3	<L0Q	420.8	159.1	<L0Q	32.8	<L0Q
2g	宠物配合饲	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	
2g		<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	
5g		料犬粮	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q
5g			<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q	<L0Q

2.2.4.5 同位素内标加标方式的确定

基质效应被认为是由于共洗脱基质成分使分析物反应抑制或增强，基质效应在质谱分析中广泛存在，被认为是影响 LC-MS/MS 定量准确性的关键因素之一。目前消除基质效应的方法主要包括标准加入法、基质匹配外标法和同位素稀释质谱法（IDMS）。同位素稀释质谱法是目前应用较多降低基质效应对测量结果影响的方法，通过在样品和校准溶液中同时加入适量同位素标记物，采用计算比值的方式有效排除基质效应的影响。同位素内标法有两种操作方式，一是提取前加入内标，即在样品均质化后、提取溶剂加入前就加入内标，这样可以同时校正前处理过程中的损失（回收率）、基质效应和仪器波动等 3 方面的回收率；二是上机前加入同位素内标，该种做法无法校正前处理过程中的损失（回收率），仅可以用来校正基质效应和仪器波动等 2 方面的影响，但可以极大的减少同位素内标的使用量。通过前期加标回收实验发现，采用上机前加入同位素内标的方式，基本可以满足方法回收率要求。为了控制实验成本，综合考虑回收率数据，参考现行的国内、国际多毒素同步测定的标准，本方法采用上机前加入同位素内标的方式，参考标准详见表 17。

表 17 同位素内标加入方式比较

标准编号	适用范围	同位素内标加入方式
本标准	饲料及饲料原料种 19 种真菌毒素的测定	净化后加入：准确移取 180 μ L 滤液和 20 μ L 同位素内标混合标准工作溶于进样瓶内插管中，涡旋混匀，待测。
BS EN 17194:2019	饲料中 AFB1、OTA、T-2、HT-2、FB1、FB2、FB3、ZEN、DON 的测定	提取后氮吹前加入：Add 25 μ l of labelled IStd solution to the aliquot of extract and/or the calibration solutions and evaporate to dryness at 50 $^{\circ}$ C under a gentle stream of nitrogen.
LS/T	粮油检验 主要谷物中	与本标准操作一致

6133-2018	16 种真菌毒素的测定	净化后加入：准确移取 180 μL 滤液和 20 μL 同位素内标混合标准工作液溶于进样瓶内插管中，涡旋混匀，待测。
-----------	-------------	--

2.2.4.6 前处理方法的确定

综合上述试验内容，最终确定样品的前处理提取方法。

称取试样 5.0 g(精确至 0.01g)试样于 50 mL 离心管中，准确加入 25 mL70% 乙腈 1%甲酸水溶液，2500 r/min 涡旋振荡 30 min，室温超声提取 30 min，8 000 r/min 离心 10 min，取 0.8 mL 上清液备用。将上清液过 MTCC 吸附型固相净化小柱，1 000 r/min 离心 5 min，收集净化液，备用。准确移取 500 μL 过柱液和 500 μL 水于 2 mL 离心管中，涡旋混匀，用微孔滤膜过滤。准确移取 180 μL 滤液和 20 μL 稳定同位素内标混合工作液于进样瓶内插管中混合均匀，待测。

2.3 试验验证的分析

2.3.1 标准曲线的确定

2.3.1.1 基质效应

多毒素同步分析面临的核心挑战之一在于复杂样品基质的干扰。饲料原料及产品中天然存在的油脂、蛋白质、纤维素等成分可能引起信号抑制或增强（基质效应），直接影响目标毒素定量分析的准确性。为了验证其是否存在基质效应，本实验先通过比较计算基质标准曲线斜率和标准溶液曲线斜率之比来评价目标真菌毒素在 5 种饲料基质中的基质效应。

基质效应可通过公式 $ME(\%) = \text{基质溶液中标准曲线斜率} / \text{纯溶剂中标准曲线斜率} \times 100\%$ ，来评价，一般来说，当 ME 在 80%~120% 之间时，表明基质效

应在可接受范围内，在实际检测中可以忽略基质效应；反之则应考虑基质效应对实际检测的影响。各代表基质效应考察结果见表 18，从表 18 中结果可以看出各基质确实存在不同程度的基质效应，其基质效应在 12.2%-177%之间。我们采用同位素内标法进行 5 种基质内标法曲线和标准溶液内标法曲线计算其 ME 值，结果见表 19，结果显示，同位素内标法的 ME 值在 90.6 %~118.8 %之间，可见在内标的校正下，基质效应对目标化合物的定值干扰在可控范围内。

表 18 真菌毒素在 5 种基质中的基质效应考察结果表

ME (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	81.2	72.6	73.2	50.9	88.8
AFB ₂	68.1	74.0	67.0	48.0	78.1
AFG ₁	65.0	69.2	62.8	41.9	75.5
AFG ₂	77.1	64.7	55.2	35.5	70.2
OTA	113.5	106.1	111.1	93.6	99.1
T-2	39.6	18.6	25.9	18.1	37.3
HT-2	36.2	37.2	30.8	12.2	62.5
ST	109.3	87.5	83.0	62.7	73.6
FB ₁	111.1	144.4	118.7	140.4	127.6
FB ₂	103.1	108.0	93.0	121.2	90.4
FB ₃	104.8	109.2	101.2	129.5	97.1
AOH	148.5	89.5	99.5	66.7	102.3
AME	177.0	137.8	150.9	97.9	136.1
TEN	102.1	66.2	77.4	63.3	77.0
ZEN	133.9	53.9	97.7	63.6	105.7
DON	86.7	84.5	81.7	72.3	84.2
3-AcDON	119.6	99.1	102.5	92.6	107.8
15-AcDON	122.6	95.8	93.1	82.0	99.3
MPA	143.0	85.0	104.5	93.9	107.5

表 19 真菌毒素在 5 种基质中的内标法基质效应考察结果表

ME (%)	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉
AFB ₁	103.7	112.2	106.5	103.9	110.3
AFB ₂	99.0	103.5	102.2	100.1	100.7
AFG ₁	100.7	96.5	98.2	97.7	96.1
AFG ₂	102.0	107.6	104.3	112.0	100.9
OTA	101.1	116.4	109.5	108.8	115.0
T-2	111.7	116.2	113.3	117.4	118.8
HT-2	105.8	105.0	104.5	99.7	106.7
ST	100.1	114.4	113.3	113.1	116.6
FB ₁	110.9	116.5	113.6	107.0	111.0
FB ₂	98.8	107.9	105.0	111.2	101.2
FB ₃	100.1	105.5	103.2	100.8	100.7
AOH	104.0	109.7	114.8	113.6	112.2
AME	102.7	112.7	109.9	102.5	106.9
TEN	103.3	106.0	105.2	97.9	101.6
ZEN	101.5	103.7	99.9	90.6	98.4
DON	104.9	112.6	109.2	106.6	105.2
3-AcDON	99.6	105.4	101.1	101.2	100.5
15-AcDON	91.1	101.5	101.7	98.6	100.6
MPA	96.7	99.8	99.1	97.7	96.9

2.3.1.2 线性范围

将真菌毒素的标准溶液按照标准系列溶液浓度进行配制,然后分别取 180 μ L 标准系列溶液于内插管中,加入 20 μ L 同位素内标混合工作液,充分涡旋混匀,上机测定,每个溶液平行测定 3 次。以各项真菌毒素的外标响应与内标响应的比值为纵坐标,浓度为横坐标,得到标准曲线回归方程结果见表 20。根据表 20 可以得出,真菌毒素的系列标准溶液线性良好, R^2 均可达到 0.996 以上。

表 20 标准曲线测定结果表

名称	线性范围 (ng/mL)	线性方程	线性相关系数 R^2
AFB ₁	0.1~20	$y=0.545609*x+0.0170055$	0.998509
AFB ₂	0.1~20	$y=0.51605*x-0.00154008$	0.997012
AFG ₁	0.1~20	$y=1.07356*x-0.000348486$	0.997676
AFG ₂	0.2~40	$y=0.462874*x+0.038644$	0.998575
OTA	0.25~50	$y=0.220677*x+0.00499902$	0.997167
T-2	0.5~100	$y=0.109825*x-0.01794$	0.996920
HT-2	2~400	$y=0.0861668*x+0.00536692$	0.999128
ST	0.1~20	$y=0.741057*x-0.00737911$	0.998171
FB ₁	1.5~300	$y=0.01795*x+0.000547874$	0.998035
FB ₂	1.5~300	$y=0.01932*x+0.000451493$	0.999103
FB ₃	1.5~300	$y=0.0217556*x+0.00037037$	0.999628
AOH	2~400	$y=0.0172435*x+0.00185835$	0.998634
AME	0.2~40	$y=0.360934*x+0.00298442$	0.997976
TEN	0.5~100	$y=0.0932495*x-0.00848559$	0.997645
ZEN	0.5~100	$y=0.0541791*x-0.0016531$	0.997872
DON	2.5~500	$y=0.00962509*x-0.00315601$	0.998715
3-AcDON	2.5~500	$y=0.00948317*x-7.2805e-5$	0.998799
15-AcDON	2.5~500	$y=0.00658451*x-0.00320309$	0.999122
MPA	2~400	$y=0.0210478*x+0.000367883$	0.997589

2.3.2 方法的检出限和定量限

本方法验证中部分真菌毒素在饲料检出率较高,在进行了大量样本筛查后仍无法获得完全满足实验要求的阴性样本。为了验证方法的定量限,本实验选择了筛查样品中检出含最低的 6 种不同基质样本用于方法学验证,基质样本中多毒素含量的数据见表 21。以 10 倍信噪比估算定量限,通过定量限水平加标试验验证,根据回收率最终确定定量限。按照 3 倍信噪比估算,以 1/3 定量限作为方法检出

限，检出限和定量限的具体浓度见表 22，定量限以及信噪比谱图见图 9~104。

表 21 6 种基质中真菌毒素的本低值

单位: $\mu\text{g}/\text{kg}$	鸡预混合饲料	猪浓缩饲料	猪配合饲料	牛精料补充料	玉米粉	豆粕
AFB ₁	0.70	4.75	0.61	21.74	2.15	ND
AFB ₂	0.42	0.75	0.15	1.85	0.21	ND
AFG ₁	ND	0.59	ND	ND	0.22	ND
AFG ₂	0.24	0.53	0.28	ND	0.34	ND
OTA	0.92	6.64	0.77	1.62	0.75	ND
T-2	ND	ND	ND	ND	ND	ND
HT-2	ND	ND	ND	ND	ND	ND
ST	0.41	0.93	0.57	4.52	ND	ND
FB ₁	1.92	6.88	46.26	200.32	9.26	ND
FB ₂	5.77	7.27	16.42	231.97	7.38	ND
FB ₃	1.47	ND	3.87	47.45	ND	ND
AOH	ND	ND	2.06	22.92	ND	ND
AME	1.03	7.03	1.74	8.56	0.63	ND
TEN	ND	ND	2.02	3.56	0.00	ND
ZEN	0.90	14.76	7.86	287.52	2.74	3.71
DON	ND	53.37	39.07	19.49	9.71	ND
3-AcDON	ND	6.72	ND	9.78	ND	ND
15-AcDON	ND	ND	ND	25.63	ND	ND
MPA	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND: 未检出。

表 22 6 种基质中真菌毒素的检出限和定量限

毒素名称	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	毒素名称	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
AFB ₁	0.6	2.0	AOH	12	40
AFB ₂	0.6	2.0	AME	1.2	4.0
AFG ₁	0.6	2.0	TEN	3	10
AFG ₂	1.2	4.0	ZEN	3	10

OTA	1.5	5.0	DON	15	50
T-2	3	10	3-AcDON	15	50
HT-2	12	40	15-AcDON	15	50
ST	0.6	2.0	MPA	12	40
FB ₁	10	30	/	/	/
FB ₂	10	30	/	/	/
FB ₃	10	30	/	/	/

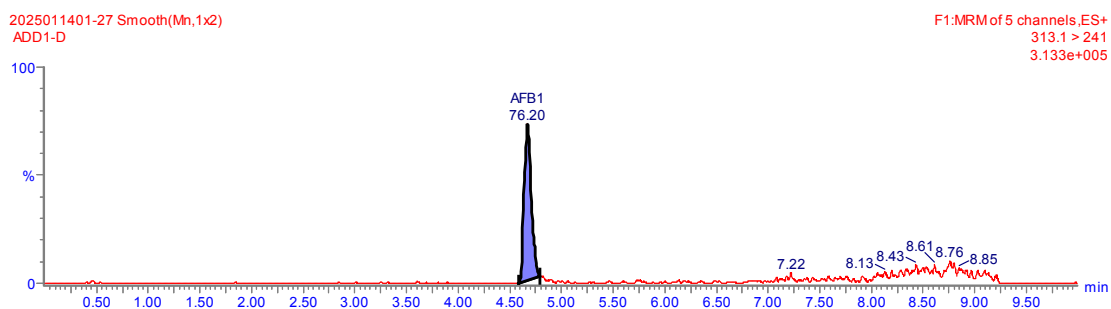
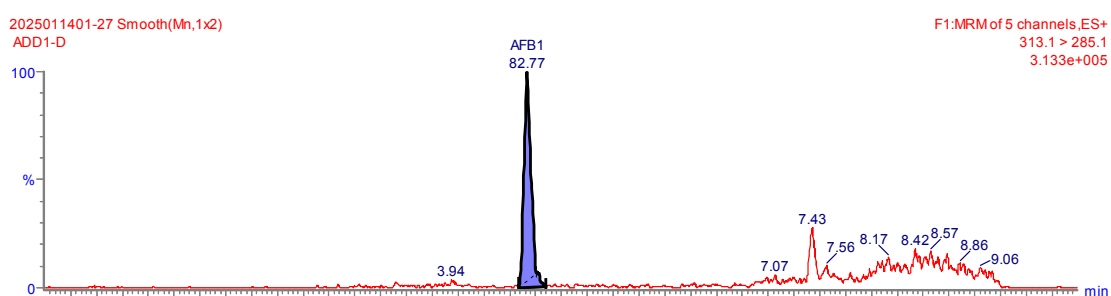


图9 鸡预混合饲料中 AFB₁ 定量限谱图

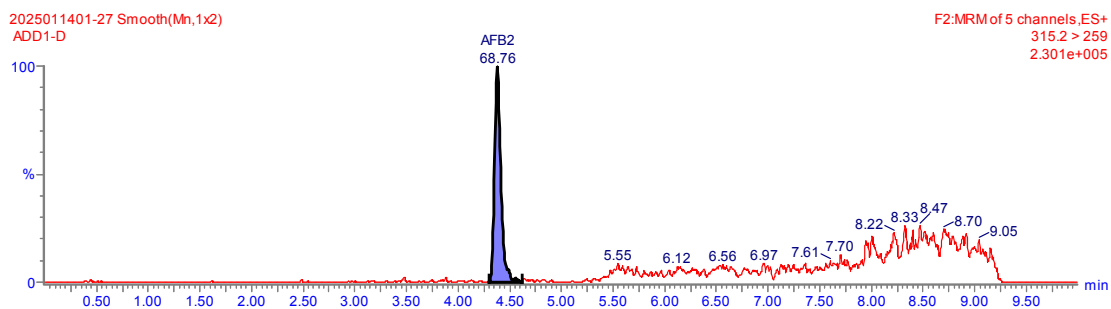
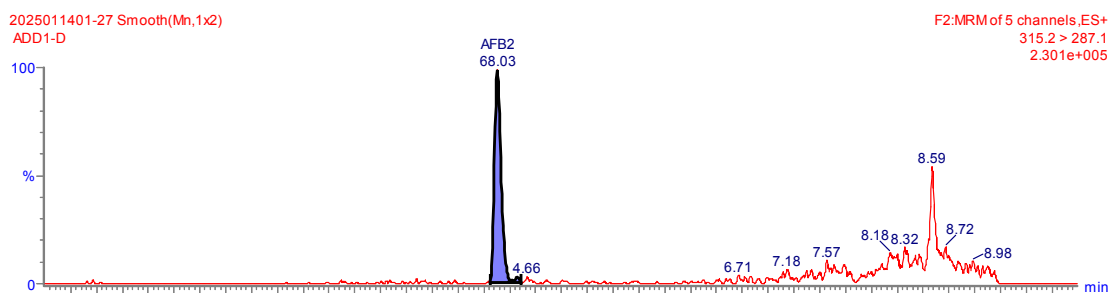


图10 鸡预混合饲料中 AFB₂ 定量限谱图

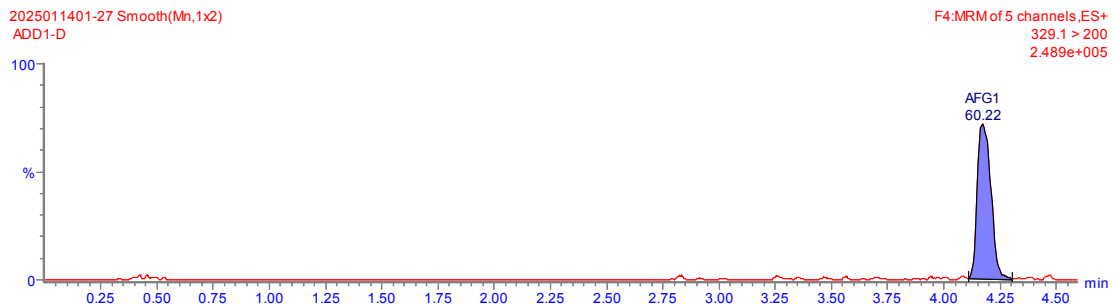
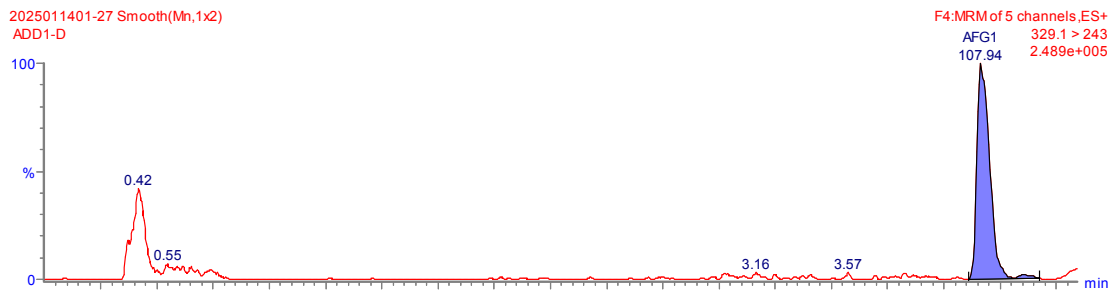


图 11 鸡预混合饲料中 AFG₁ 定量限谱图

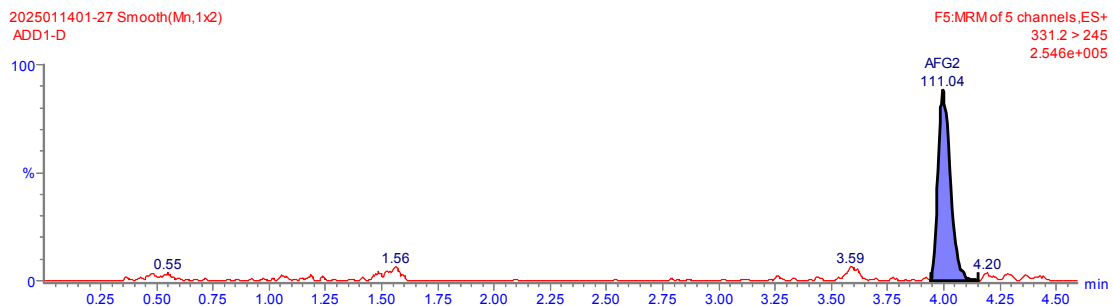
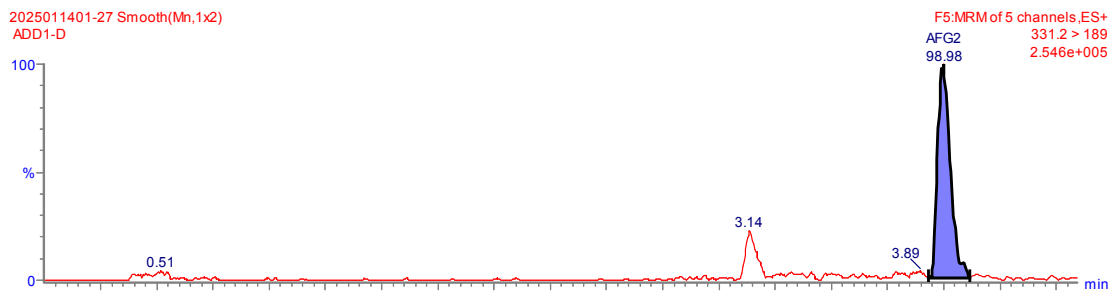


图 12 鸡预混合饲料中 AFG₂ 定量限谱图

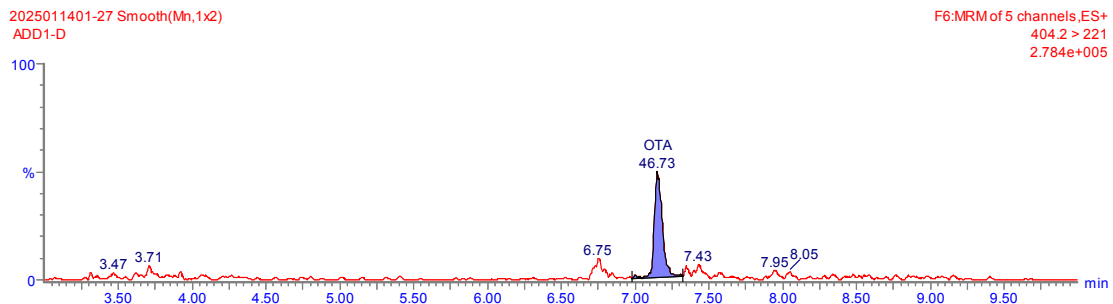
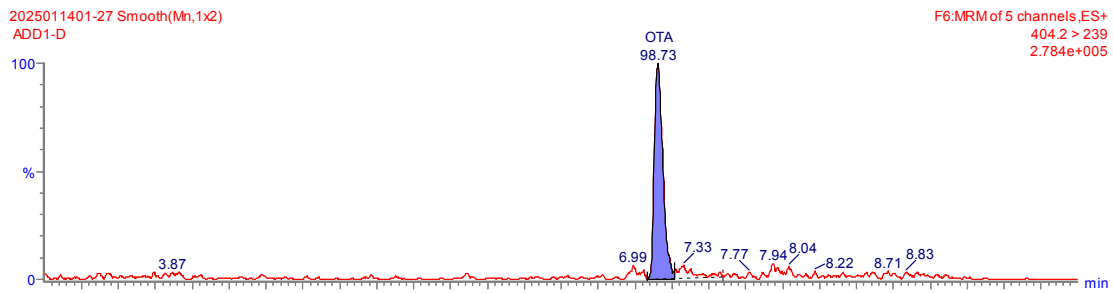


图 13 鸡预混合饲料中 OTA 定量限谱图

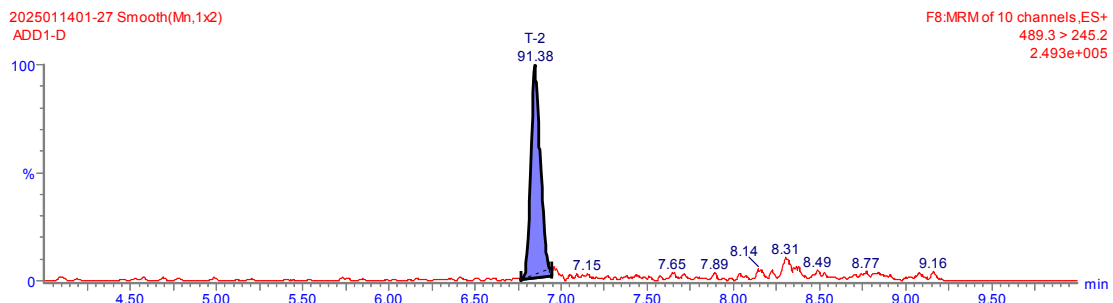
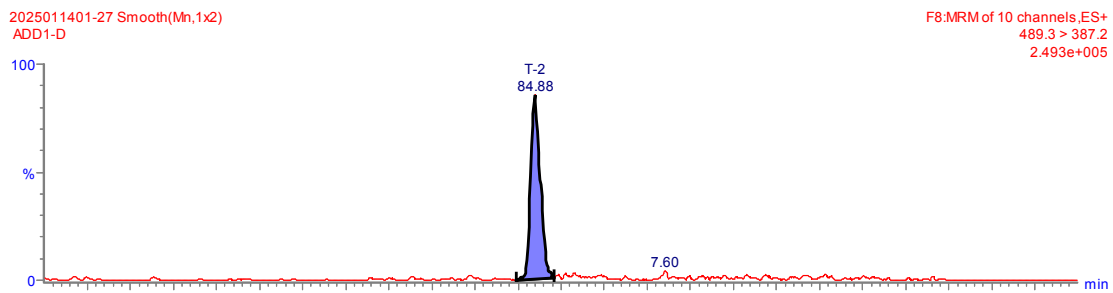


图 14 鸡预混合饲料中 T-2 定量限谱图

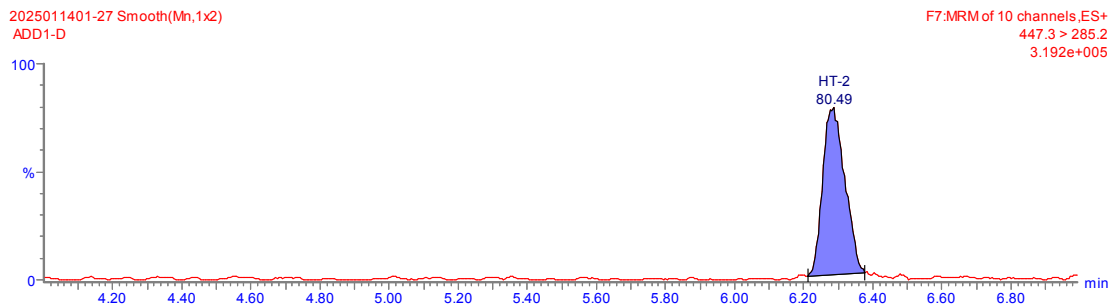
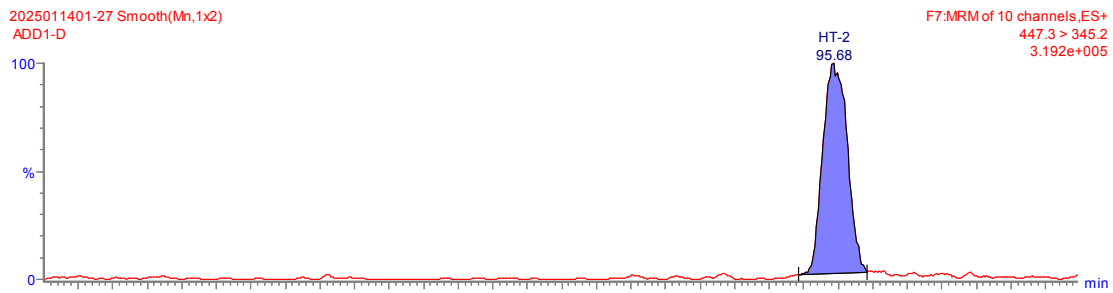


图 15 鸡预混合饲料中 HT-2 定量限谱图

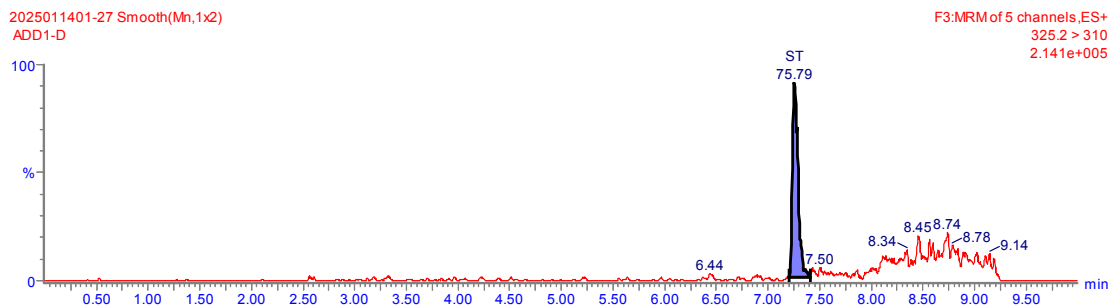
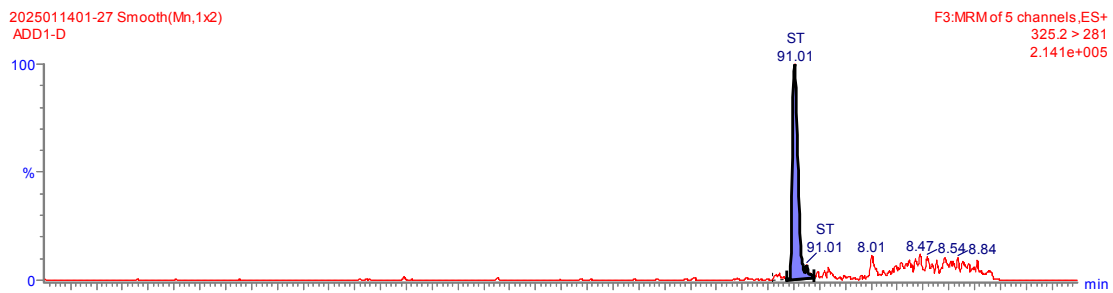


图 16 鸡预混合饲料中 ST 定量限谱图

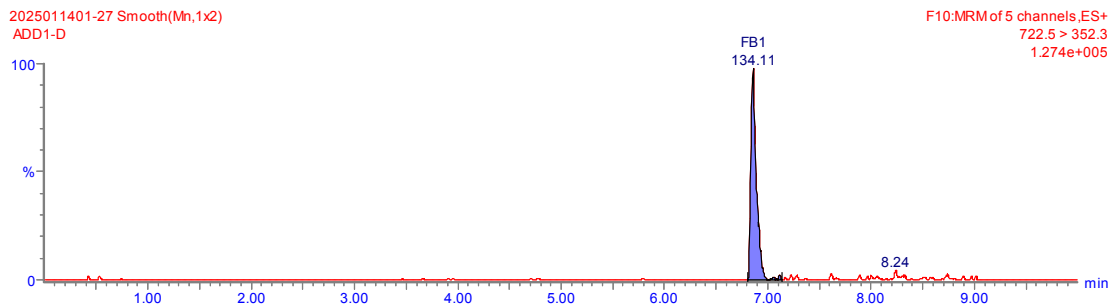
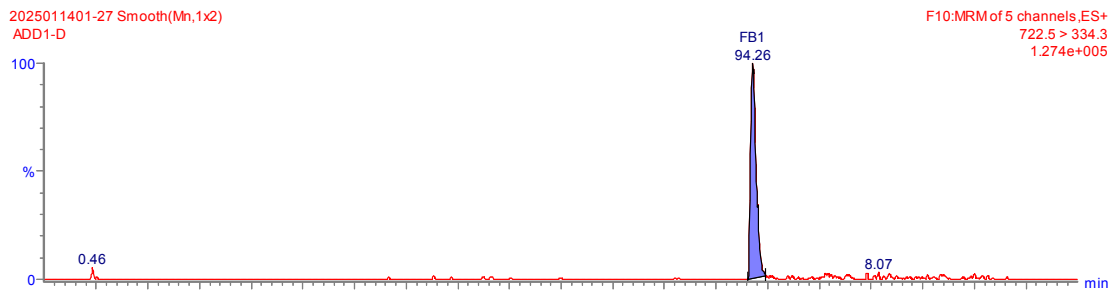


图 17 鸡预混合饲料中 FB₁ 定量限谱图

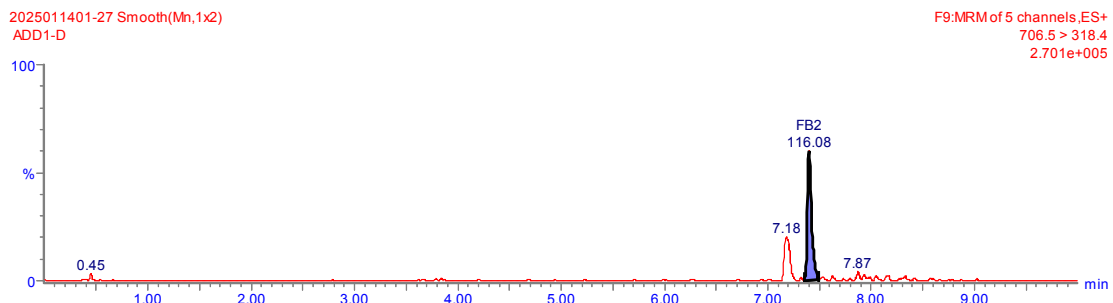
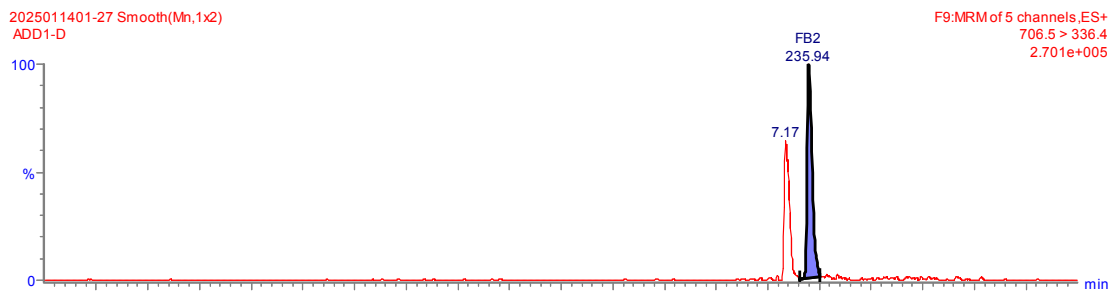


图 18 鸡预混合饲料中 FB₂ 定量限谱图

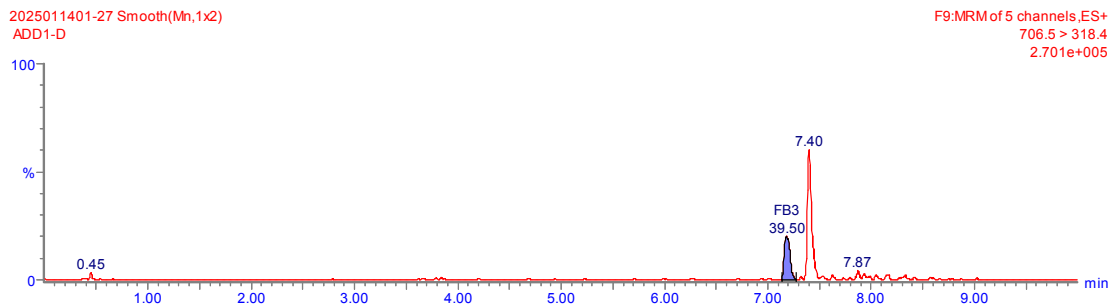
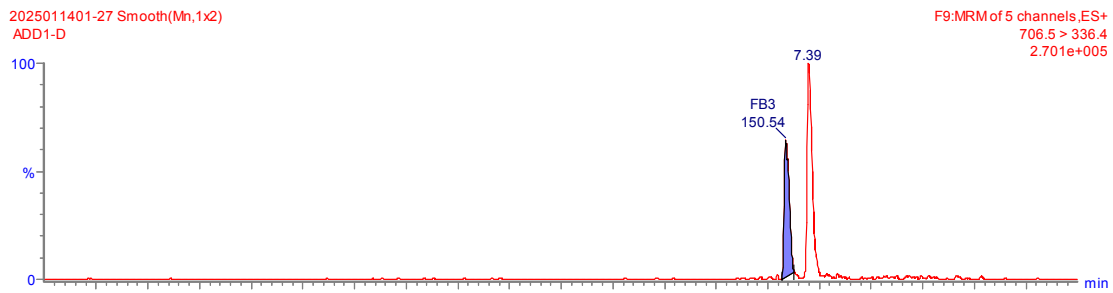


图 19 鸡预混合饲料中 FB₃ 定量限谱图

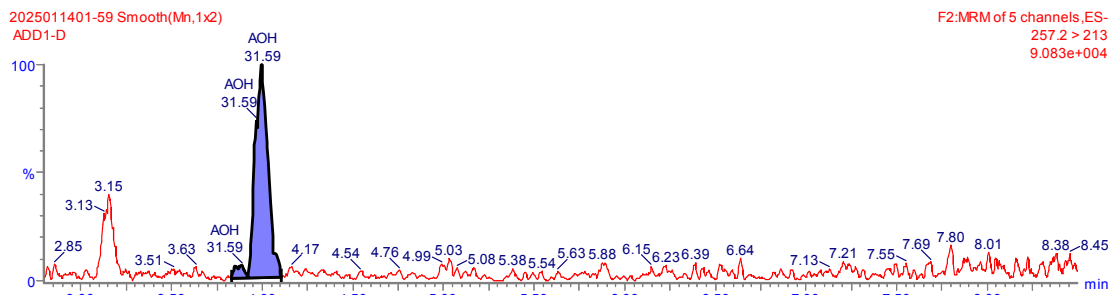
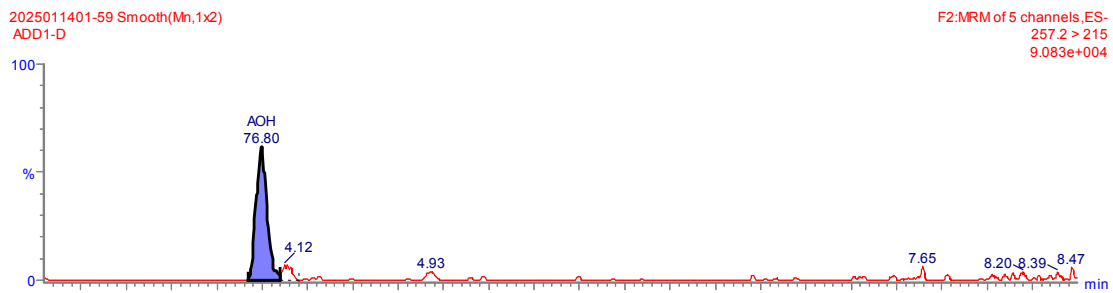


图 20 鸡预混合饲料中 AOH 定量限谱图

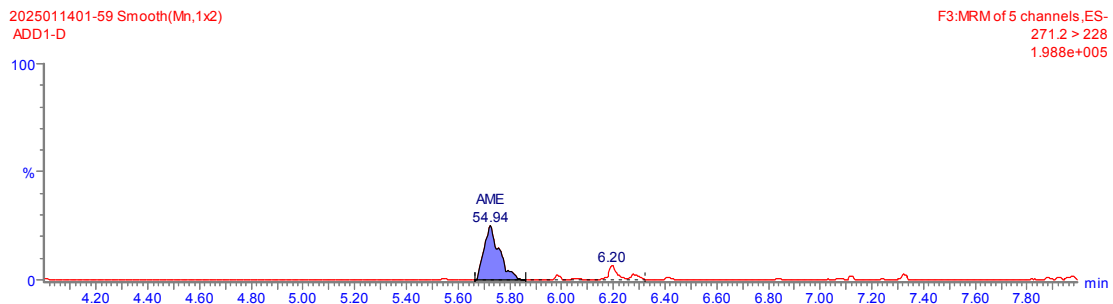
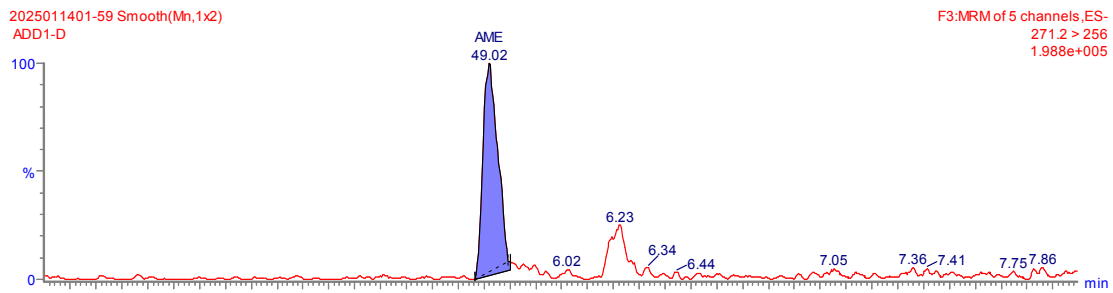


图 21 鸡预混合饲料中 AME 定量限谱图

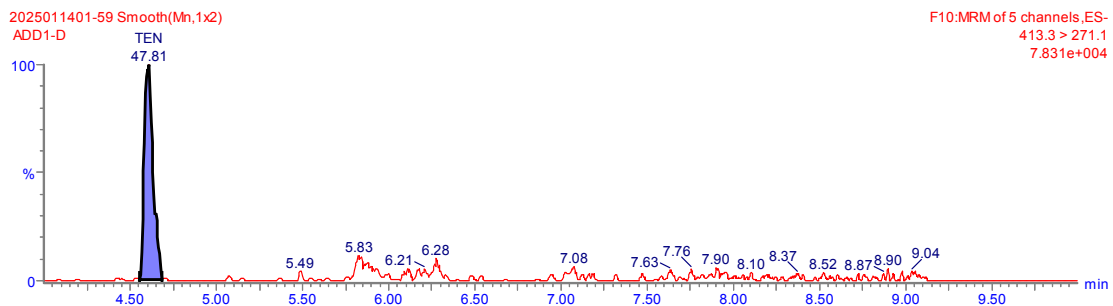
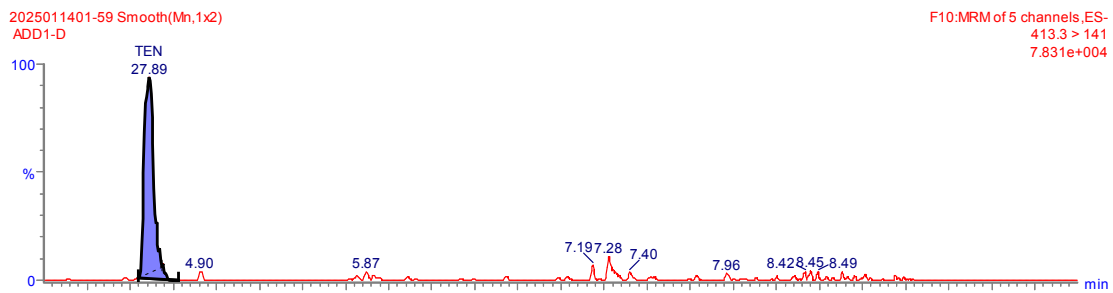


图 22 鸡预混合饲料中 TEN 定量限谱图

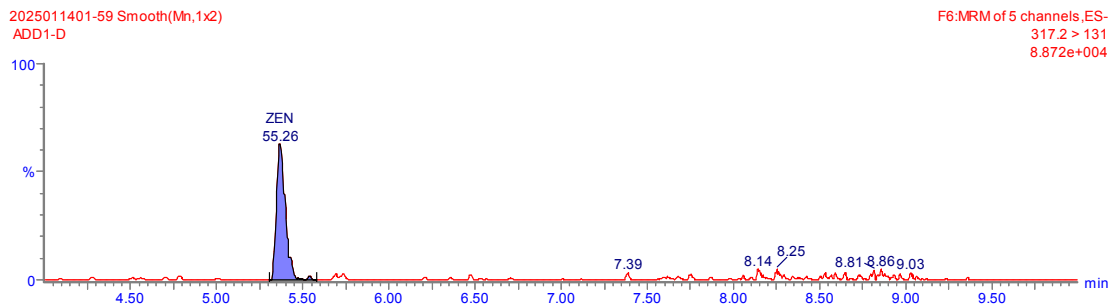
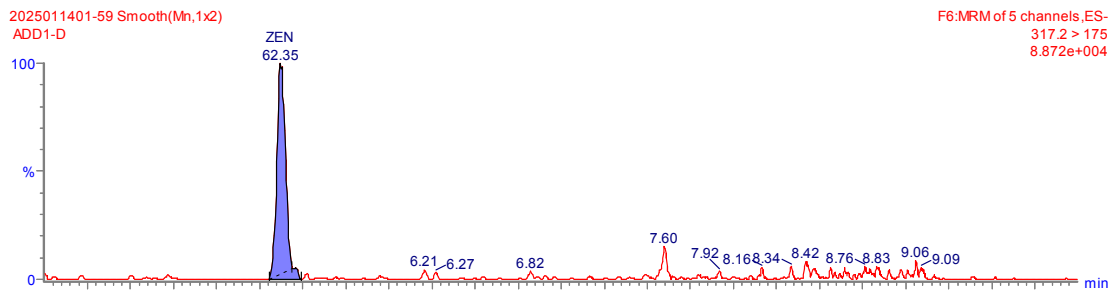


图 23 鸡预混合饲料中 ZEN 定量限谱图

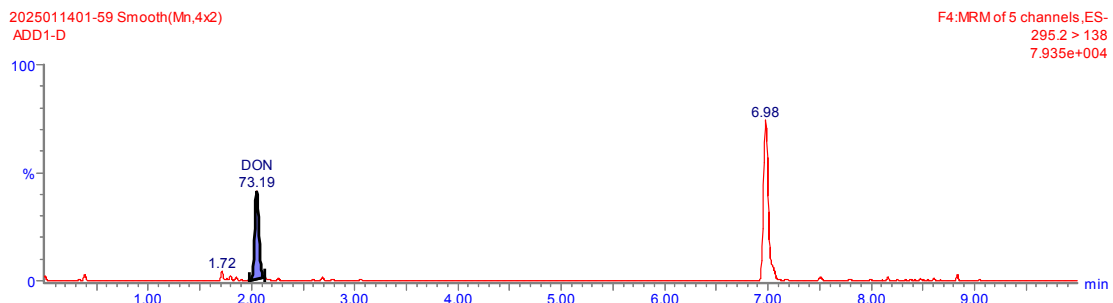
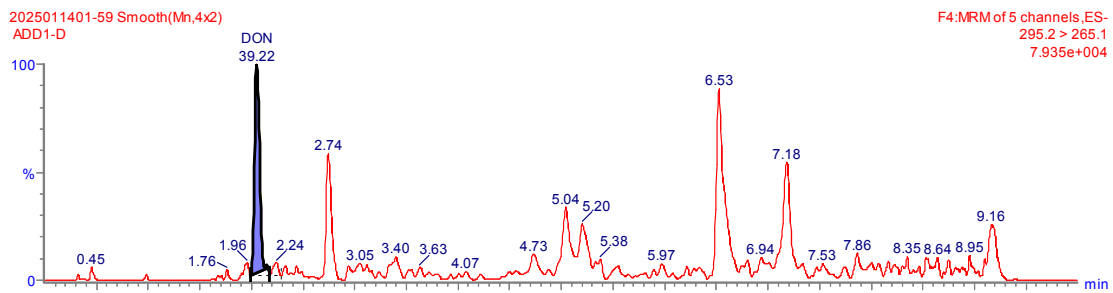


图 24 鸡预混合饲料中 DON 定量限谱图

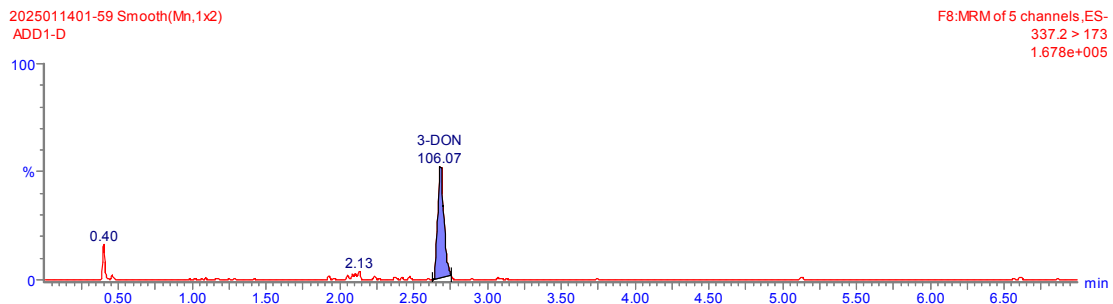
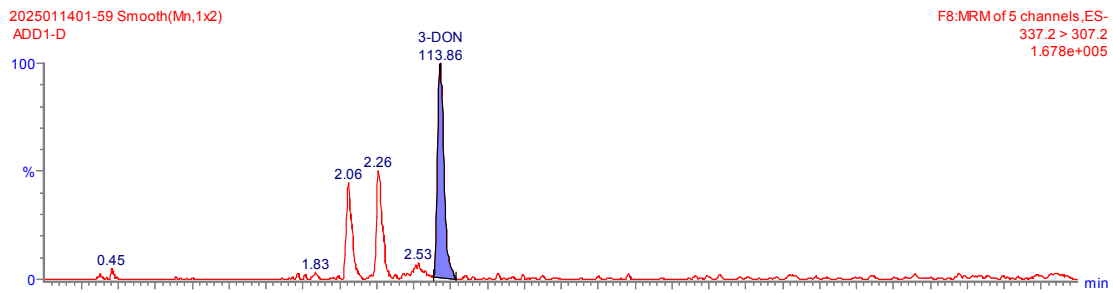


图 25 鸡预混合饲料中 3-AcDON 定量限谱图

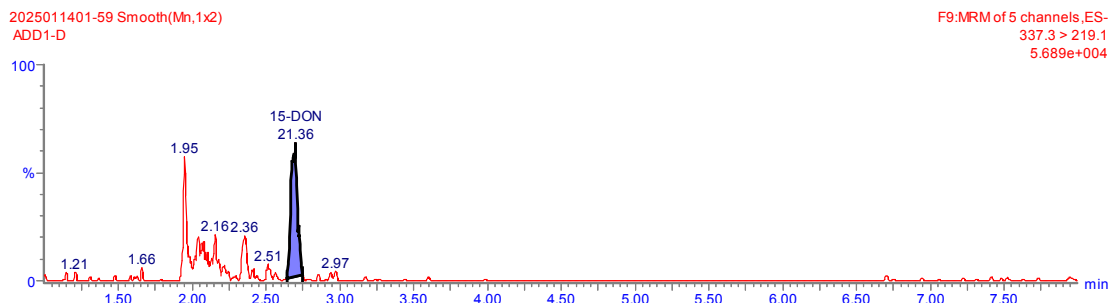
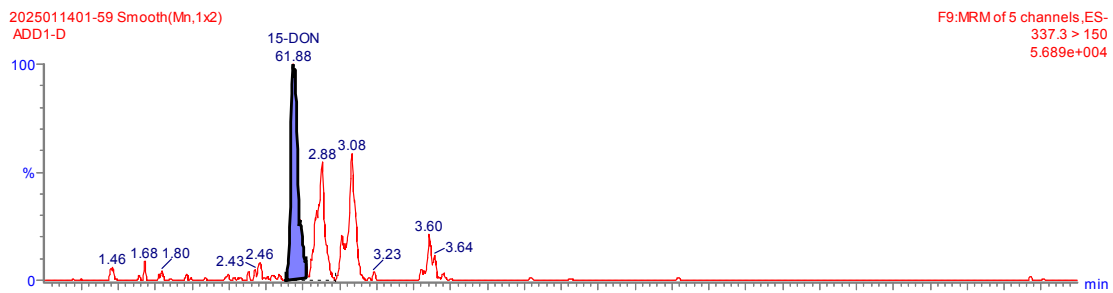


图 26 鸡预混合饲料中 15-AcDON 定量限谱图

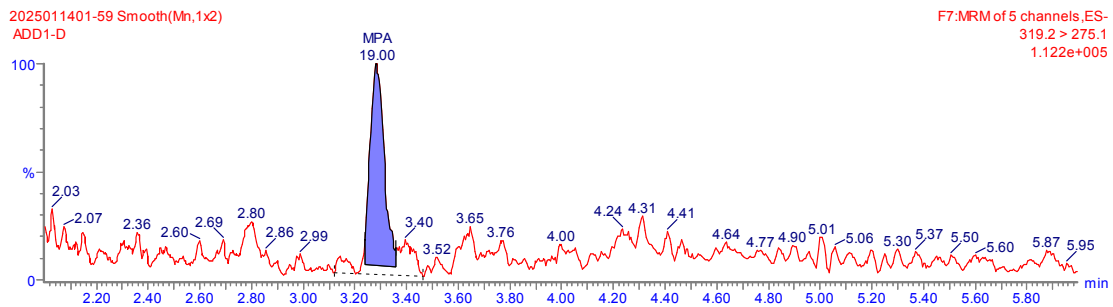
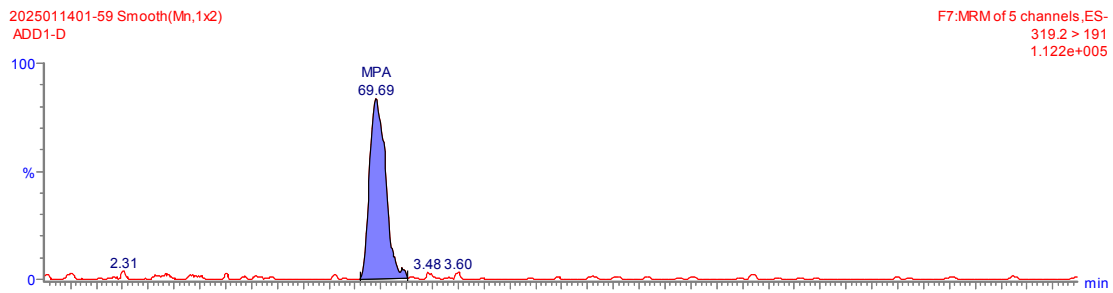


图 27 鸡预混合饲料中 MPA 定量限谱图

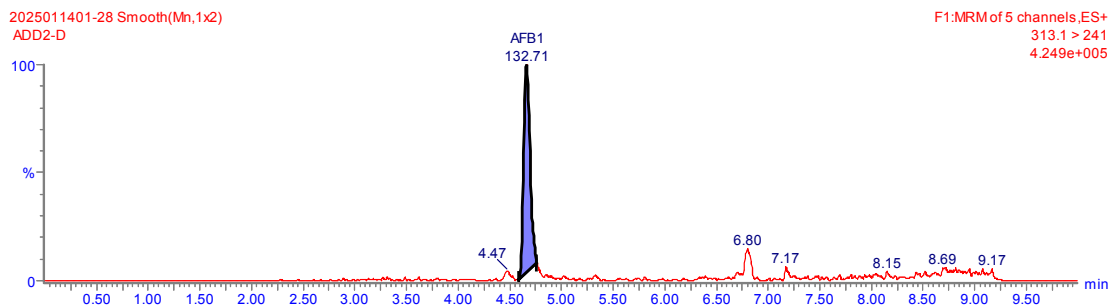
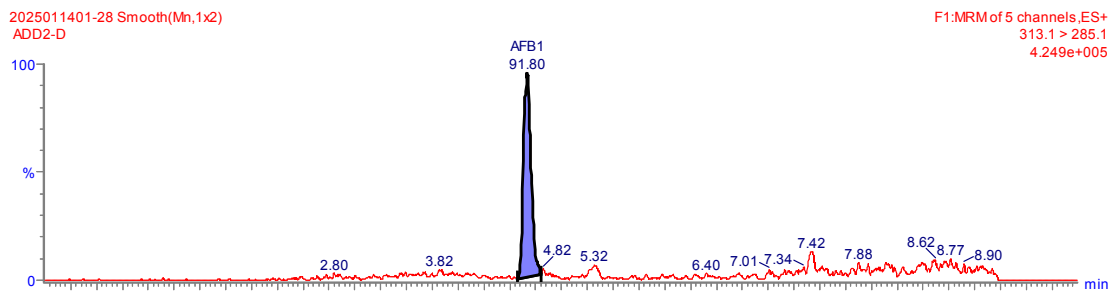


图 28 猪浓缩饲料中 AFB₁ 定量限谱图

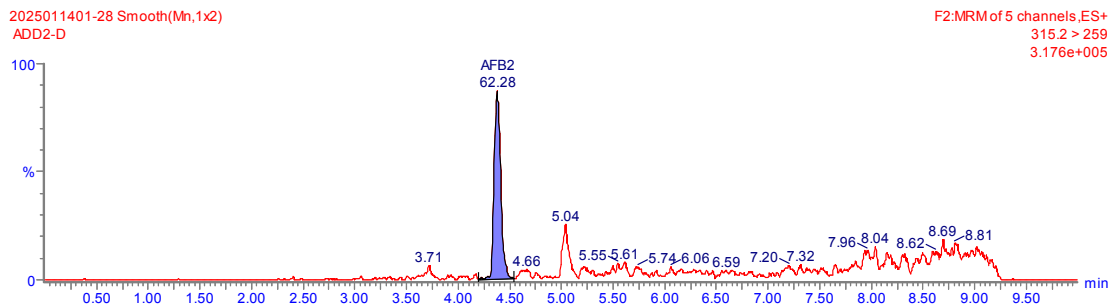
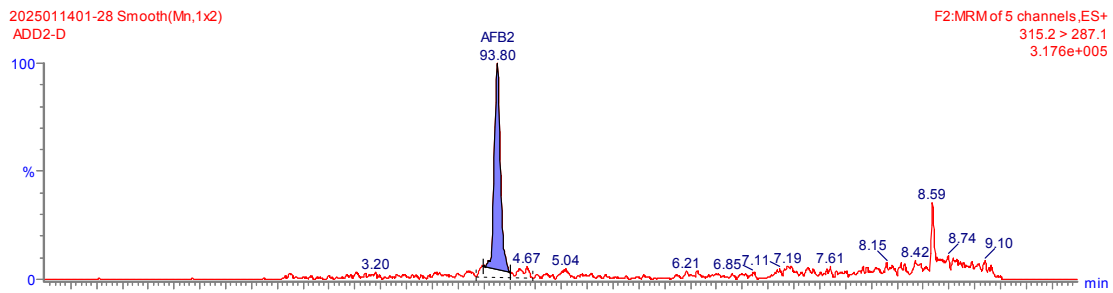


图 29 猪浓缩饲料中 AFB₂ 定量限谱图

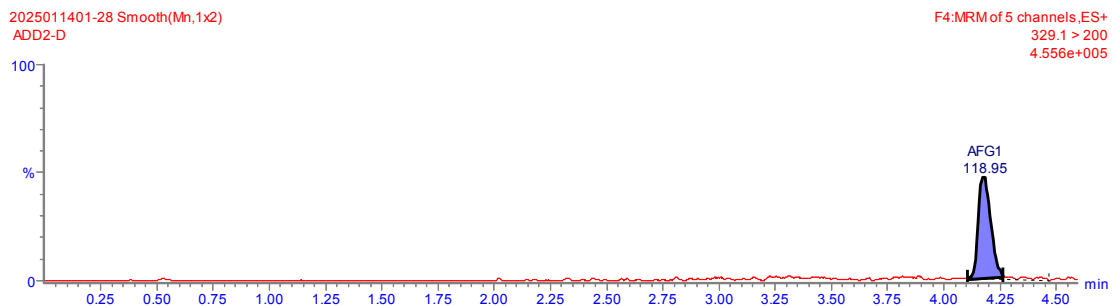
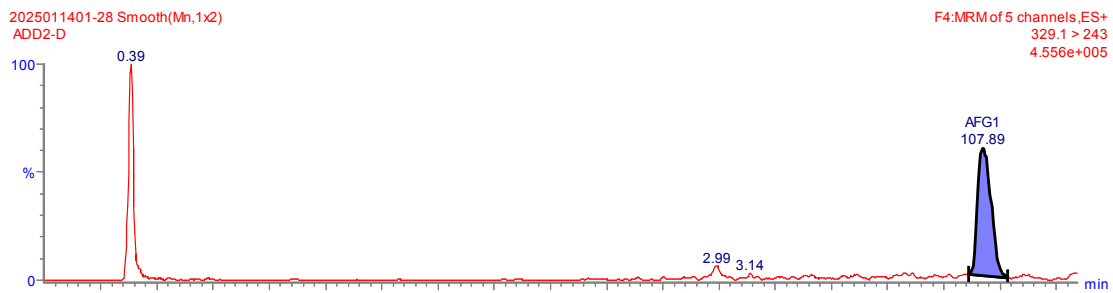


图 30 猪浓缩饲料中 AFG₁ 定量限谱图

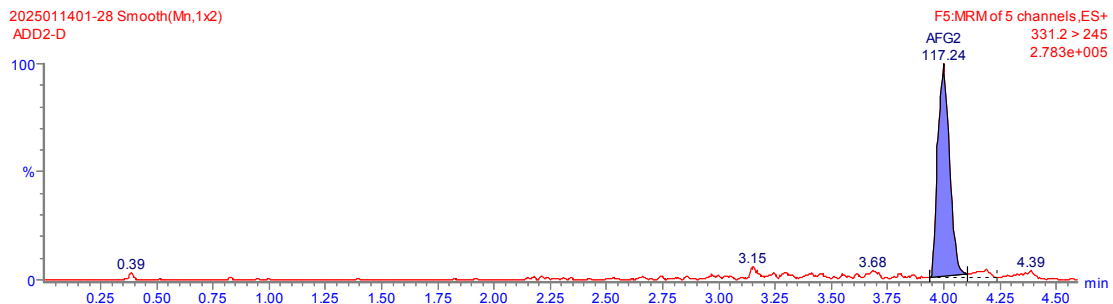
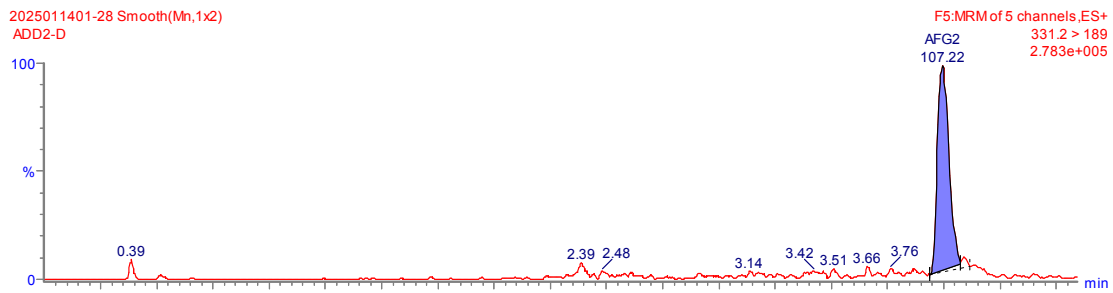


图 31 猪浓缩饲料中 AFG₂ 定量限谱图

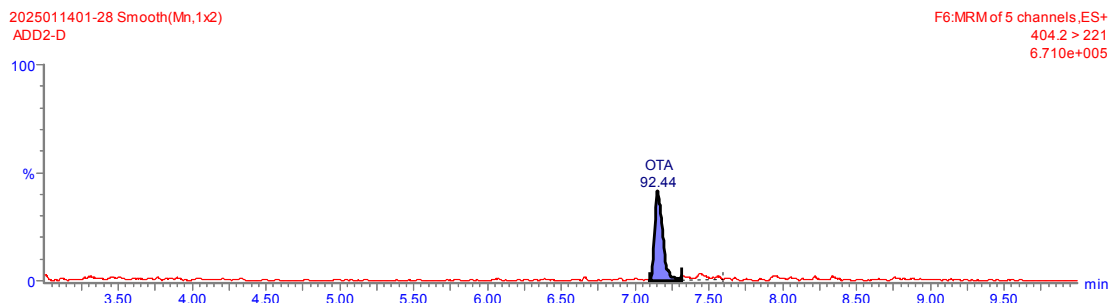
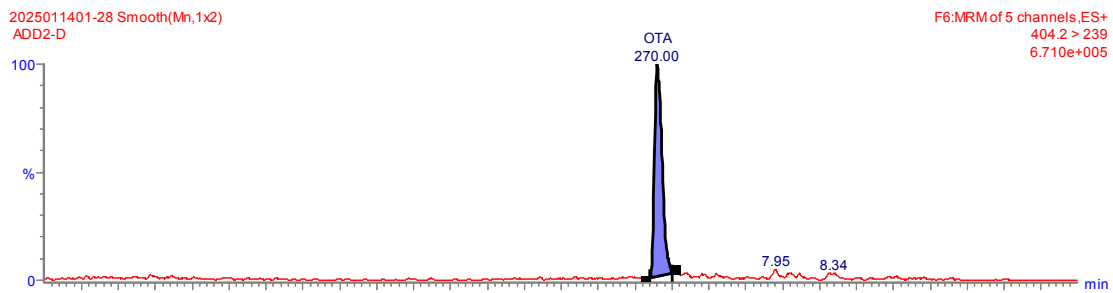


图 32 猪浓缩饲料中 OTA 定量限谱图

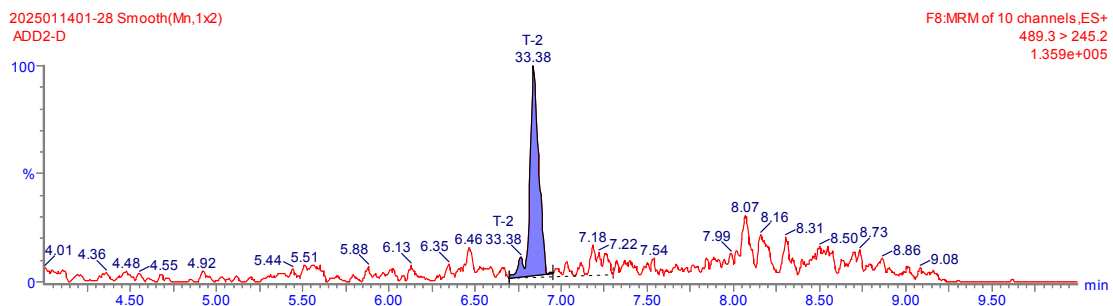
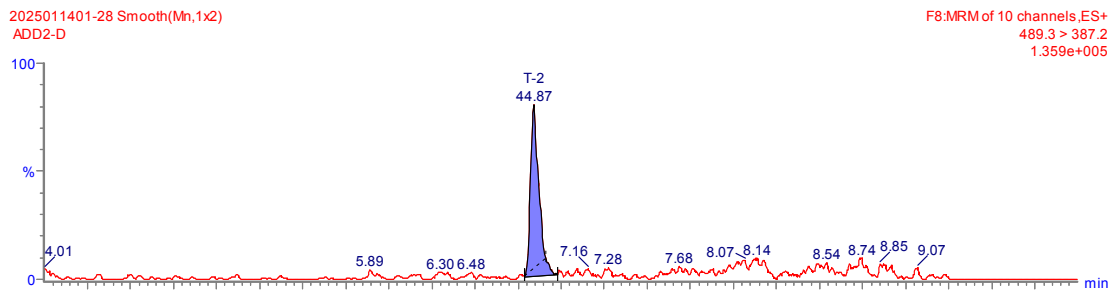


图 33 猪浓缩饲料中 T-2 定量限谱图

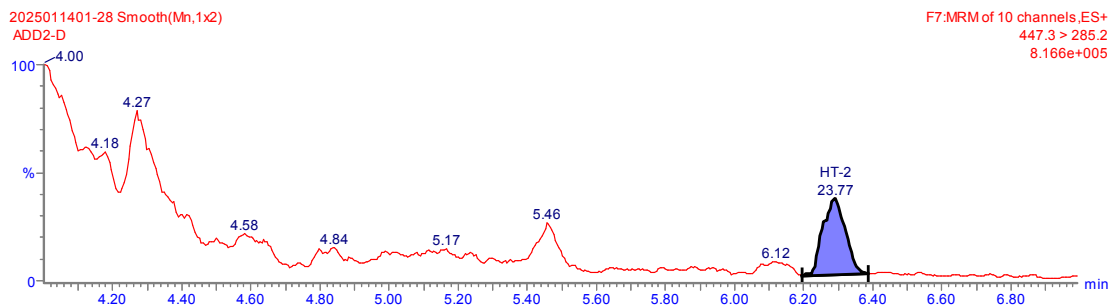
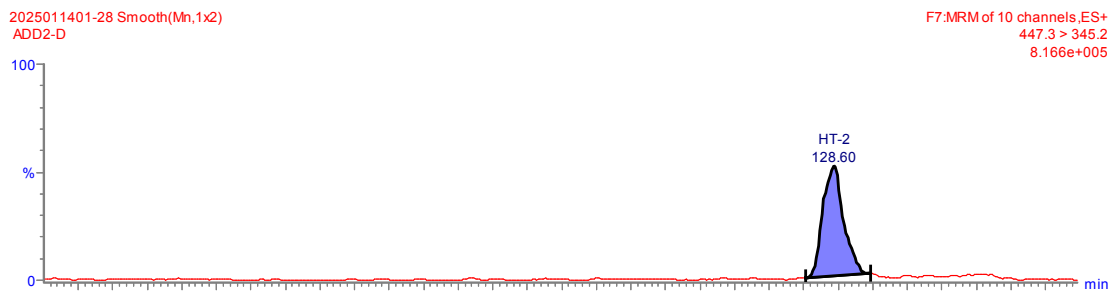


图 34 猪浓缩饲料中 HT-2 定量限谱图

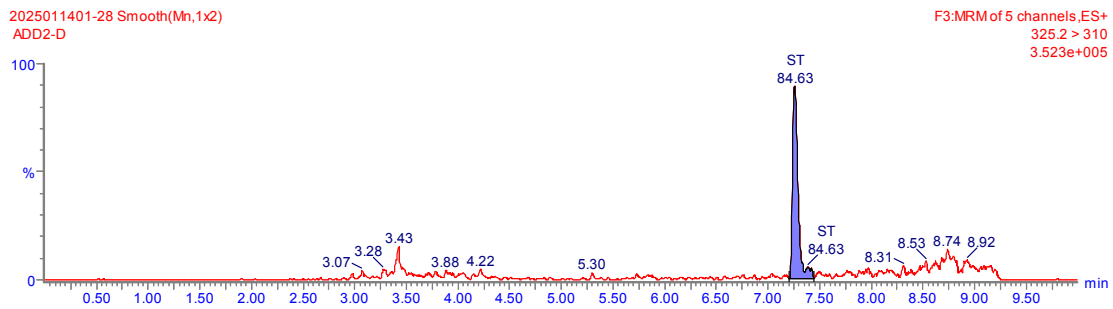
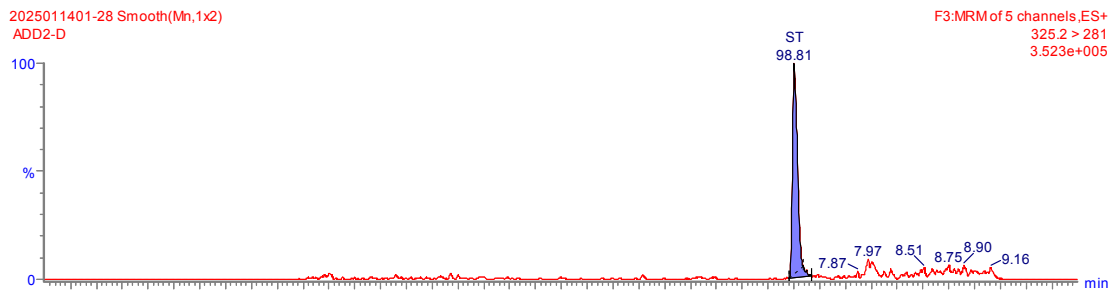


图 35 猪浓缩饲料中 ST 定量限谱图

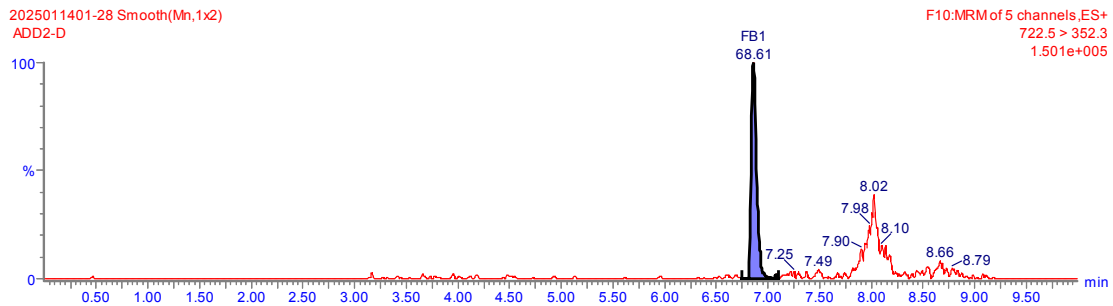
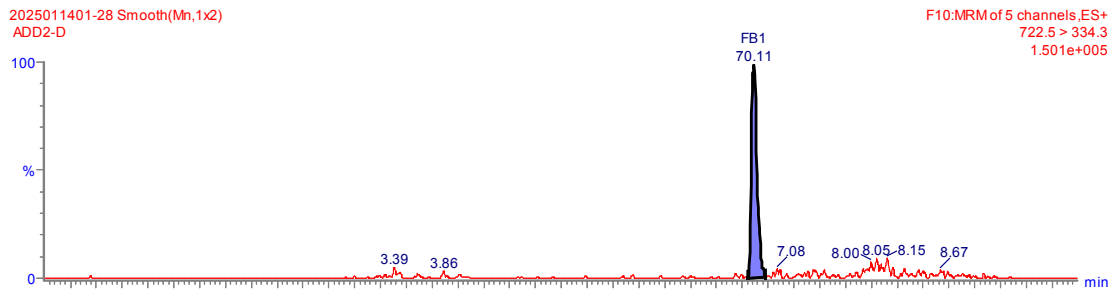


图 36 猪浓缩饲料中 FB₁ 定量限谱图

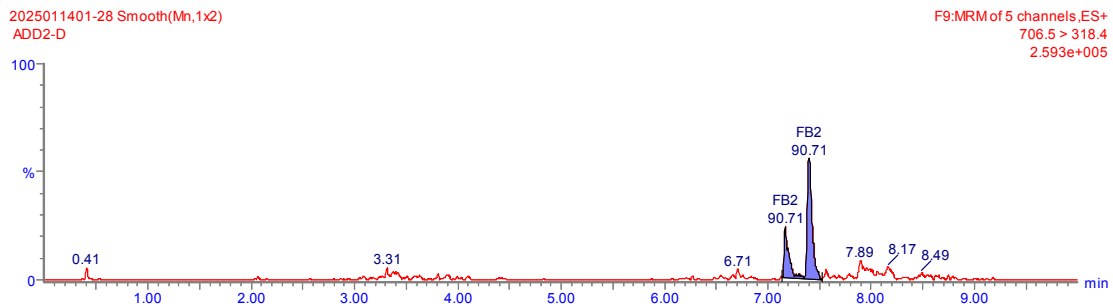
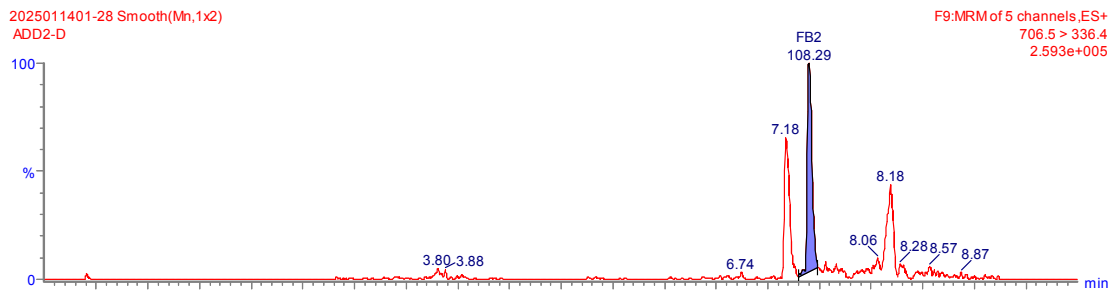


图 37 猪浓缩饲料中 FB₂ 定量限谱图

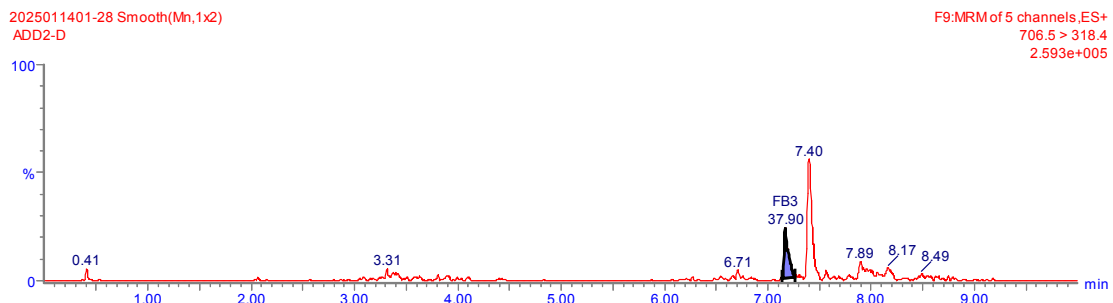
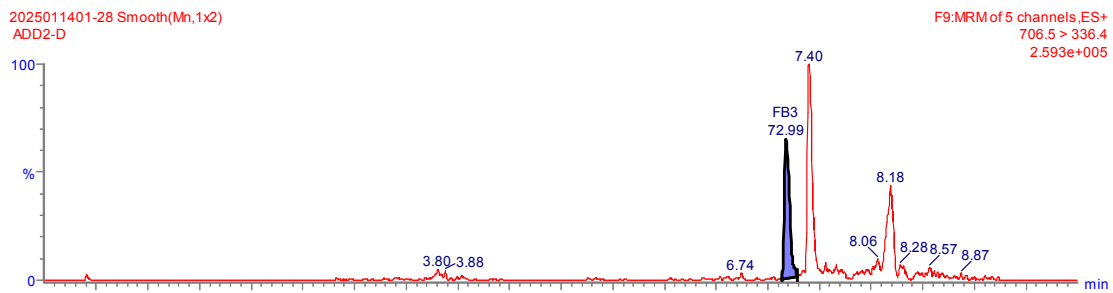


图 38 猪浓缩饲料中 FB₃ 定量限谱图

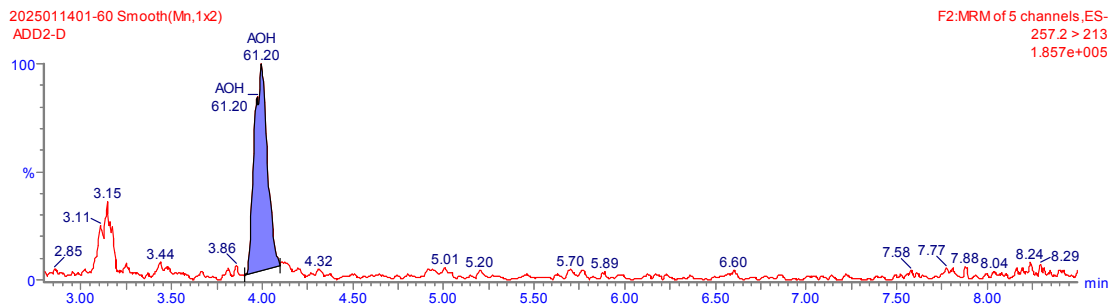
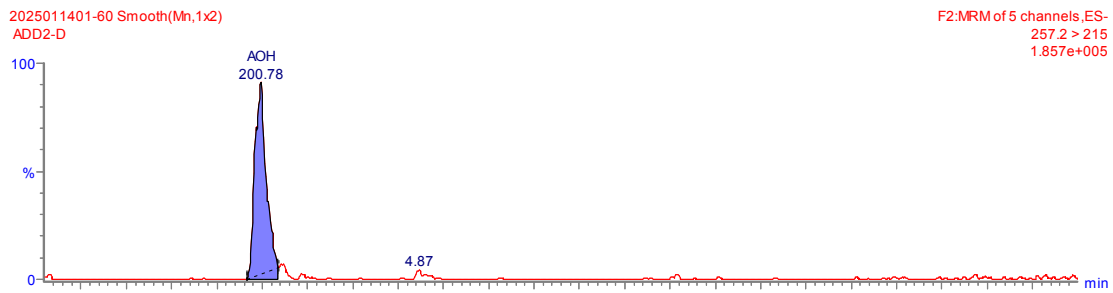


图 39 猪浓缩饲料中 AOH 定量限谱图

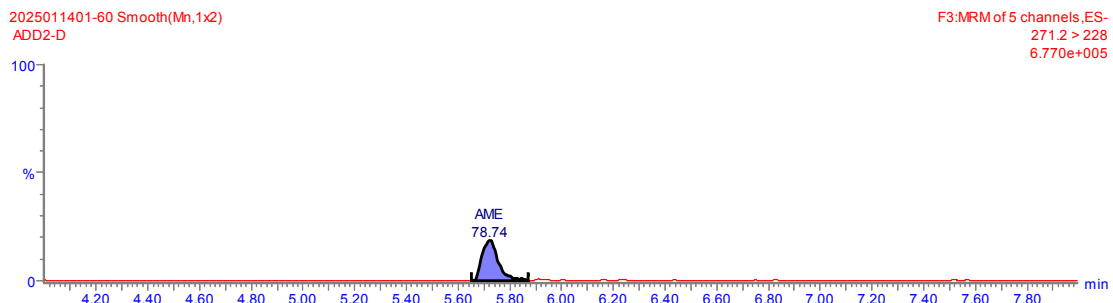
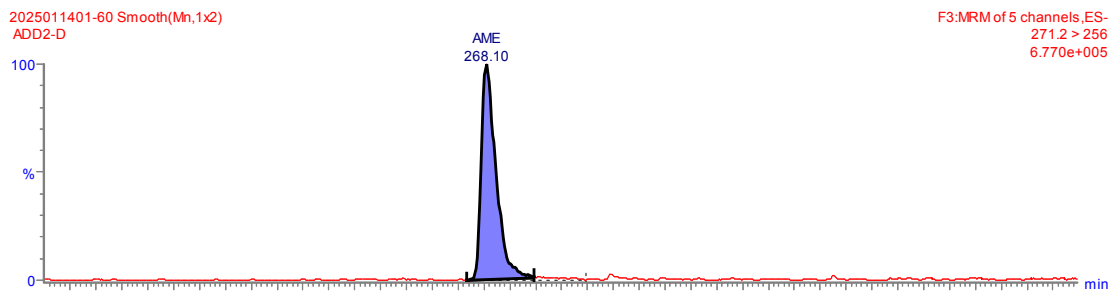


图 40 猪浓缩饲料中 AME 定量限谱图

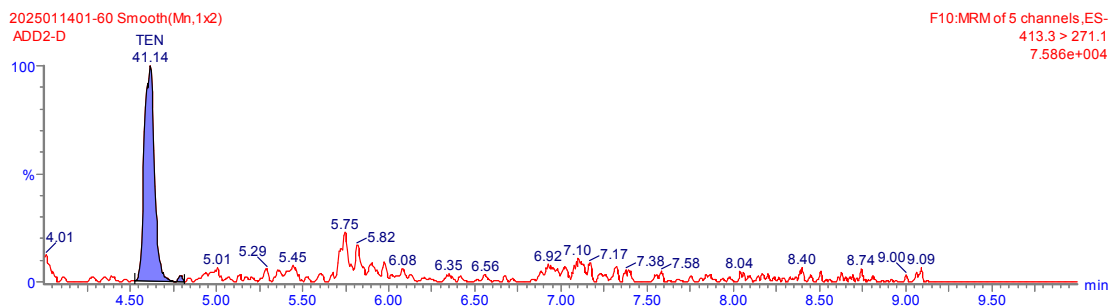
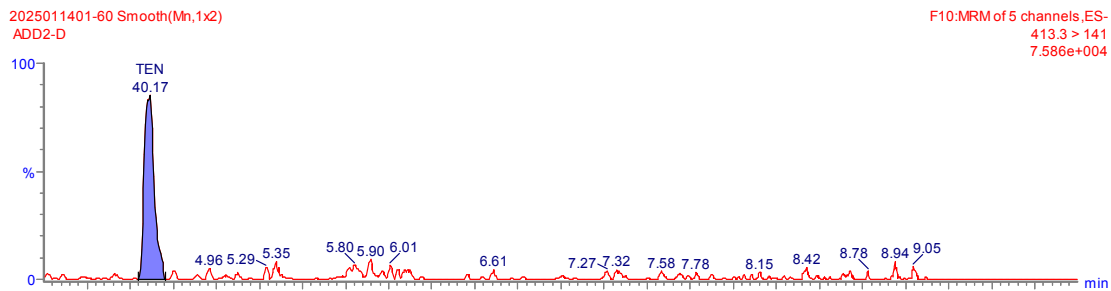


图 41 猪浓缩饲料中 TEN 定量限谱图

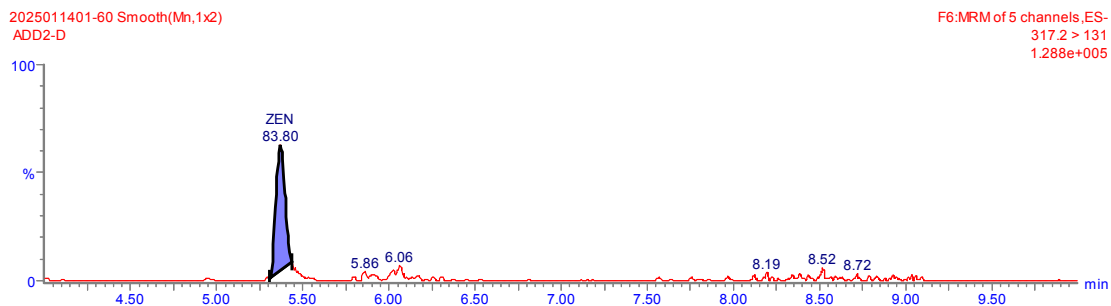
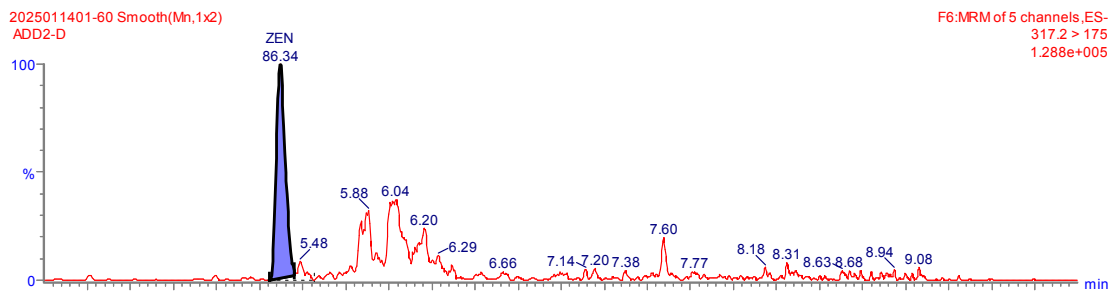


图 42 猪浓缩饲料中 ZEN 定量限谱图

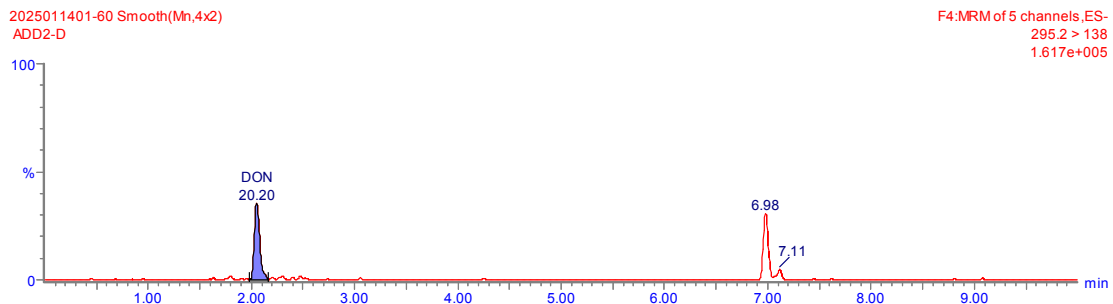
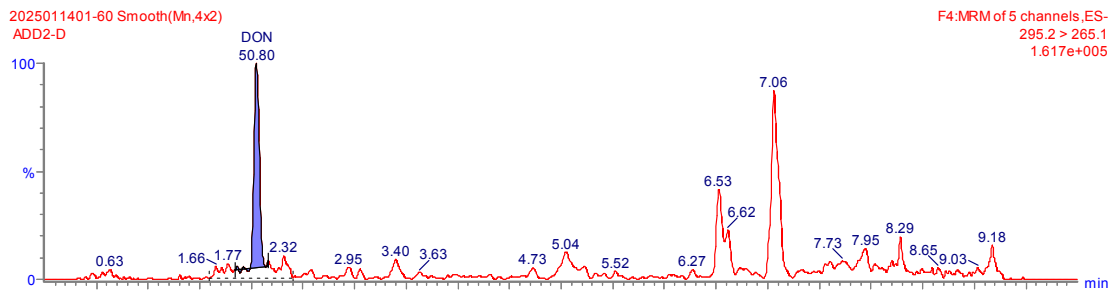


图 43 猪浓缩饲料中 DON 定量限谱图

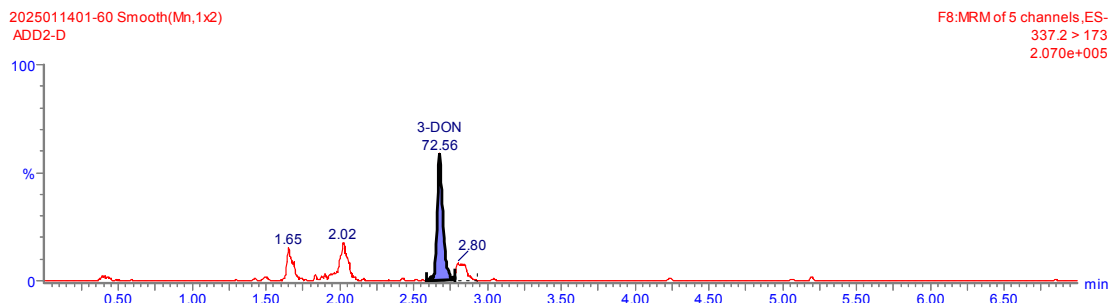
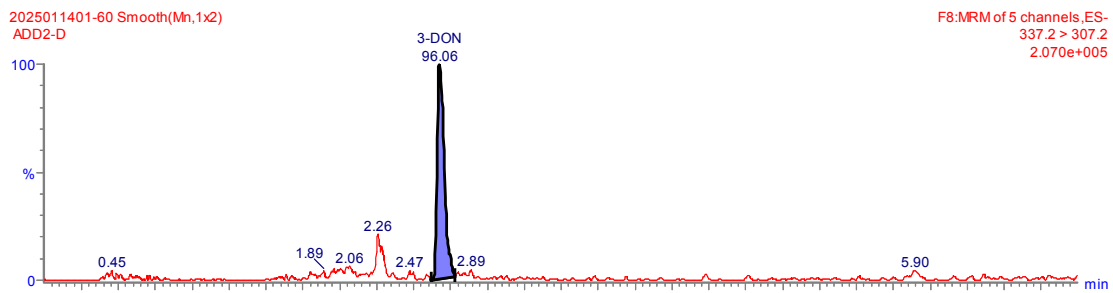


图 44 猪浓缩饲料中 3-AcDON 定量限谱图

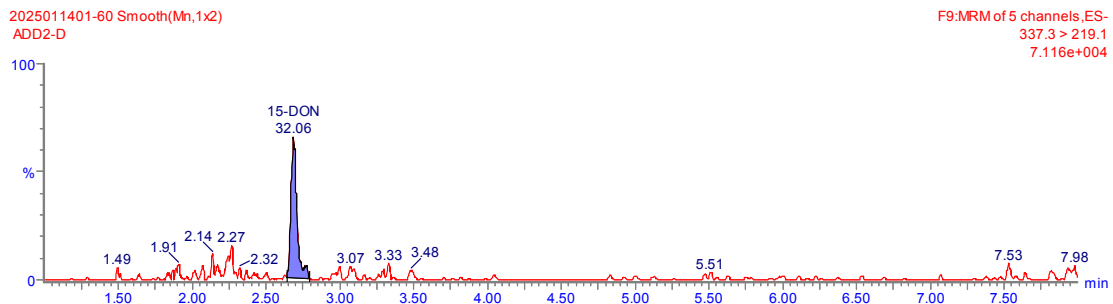
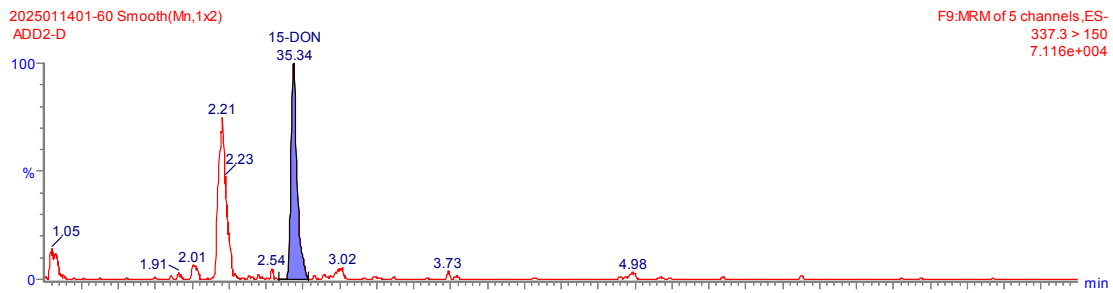


图 45 猪浓缩饲料中 15-AcDON 定量限谱图

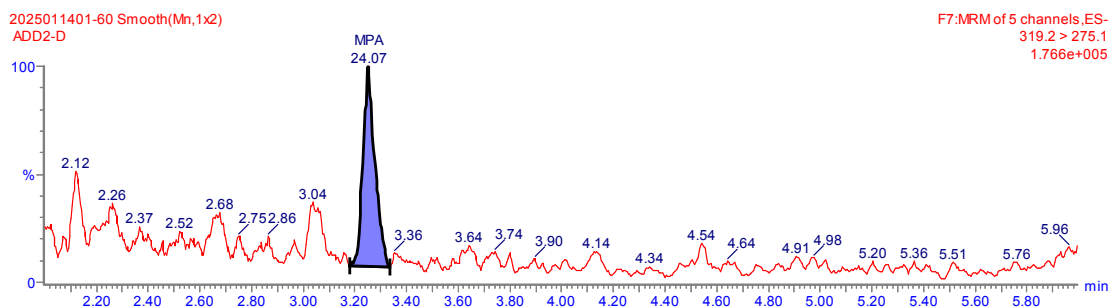
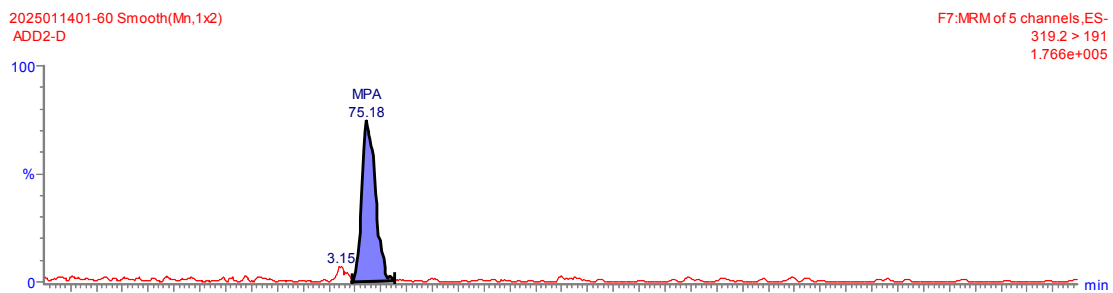


图 46 猪浓缩饲料中 MPA 定量限谱图

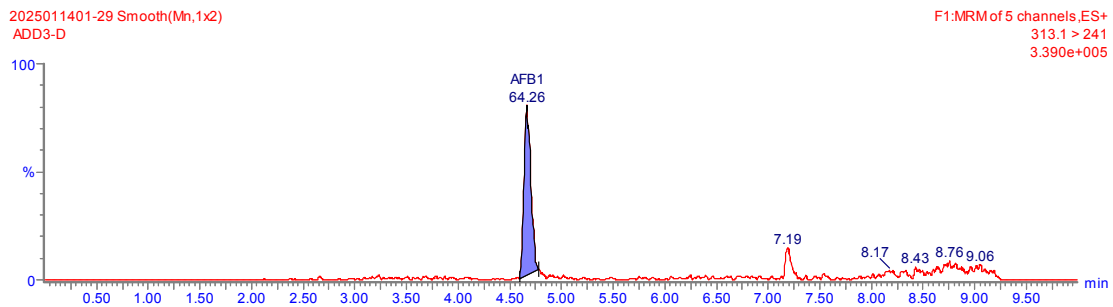
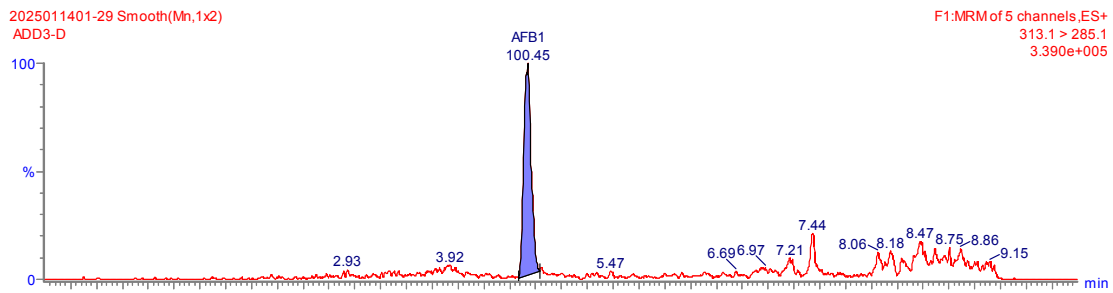


图 47 猪配合饲料中 AFB₁ 定量限谱图

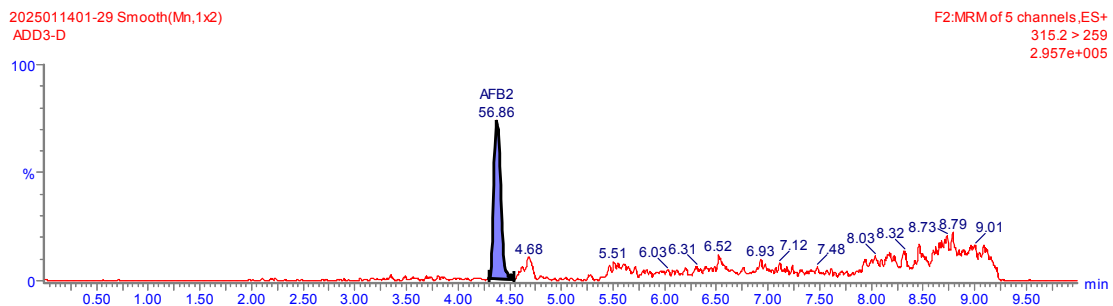
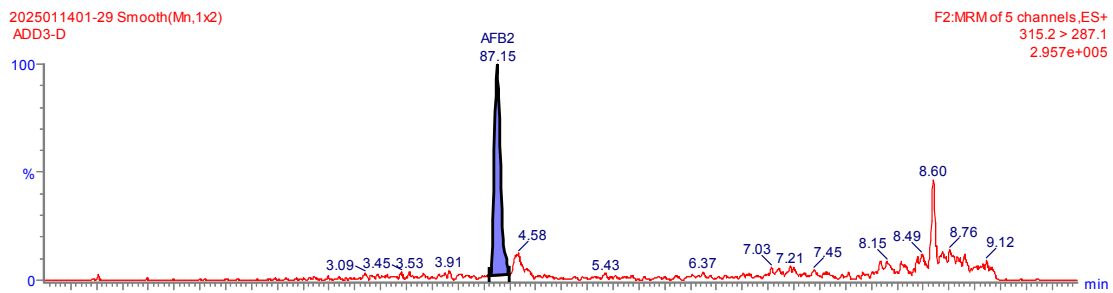


图 48 猪配合饲料中 AFB₂ 定量限谱图

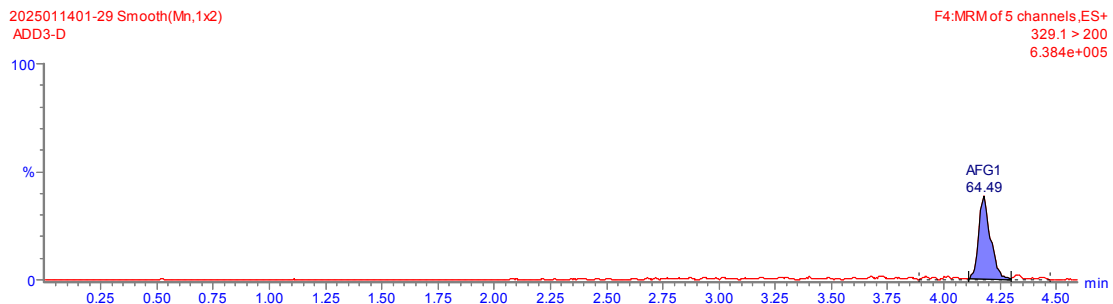
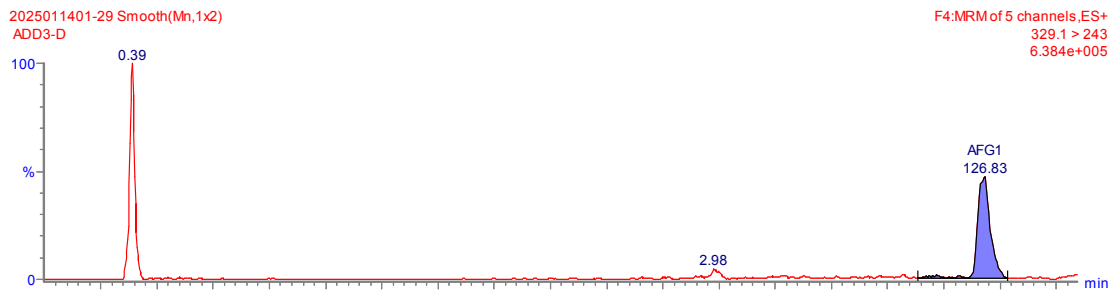


图 49 猪配合饲料中 AFG₁ 定量限谱图

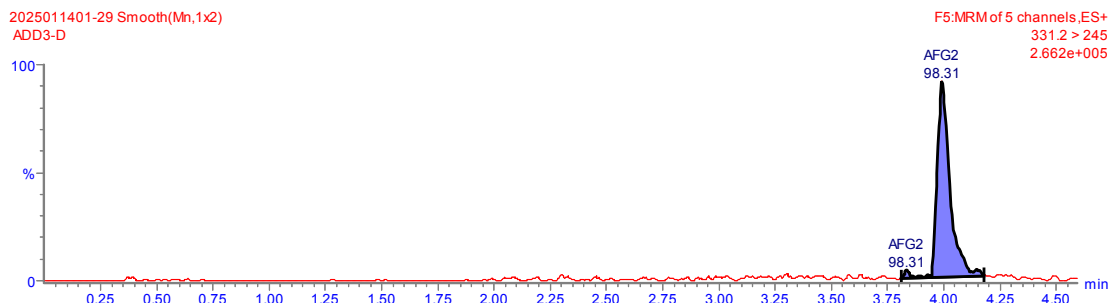
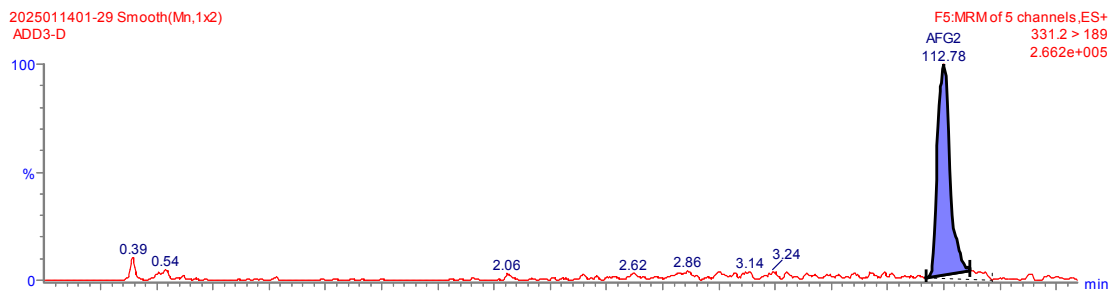


图 50 猪配合饲料中 AFG₂ 定量限谱图

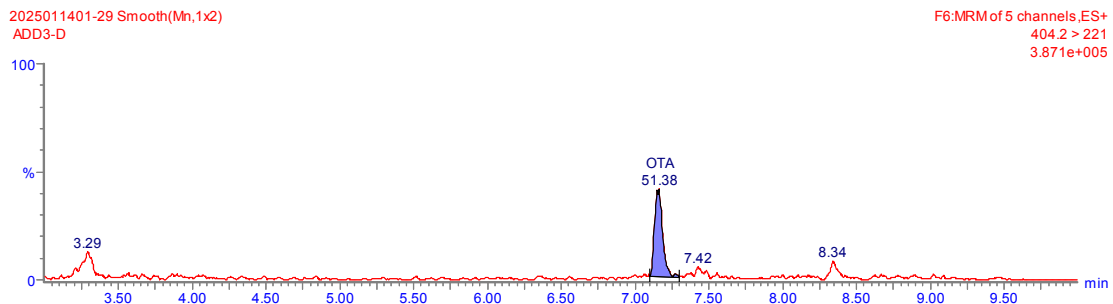
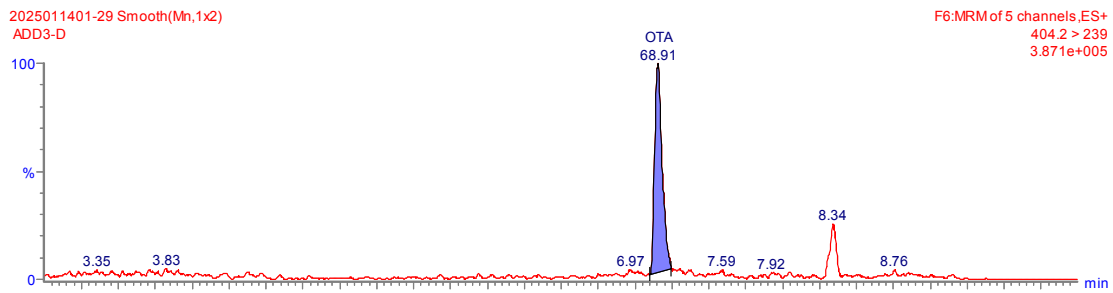


图 51 猪配合饲料中 OTA 定量限谱图

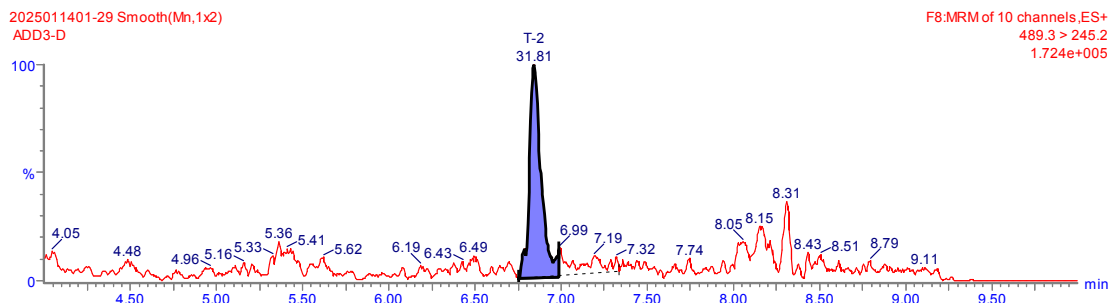
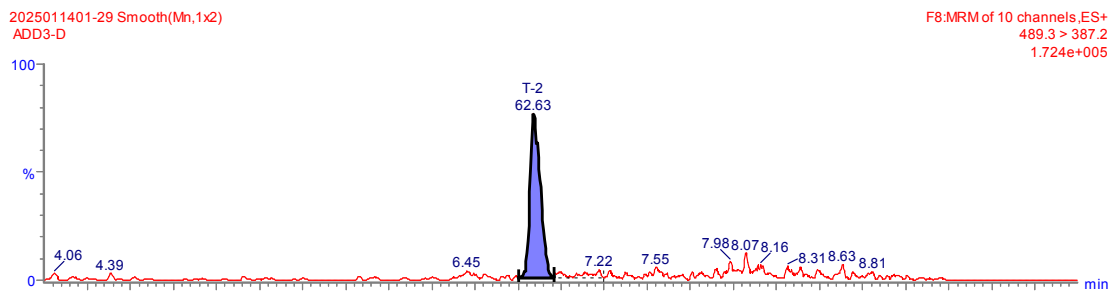


图 52 猪配合饲料中 T-2 定量限谱图

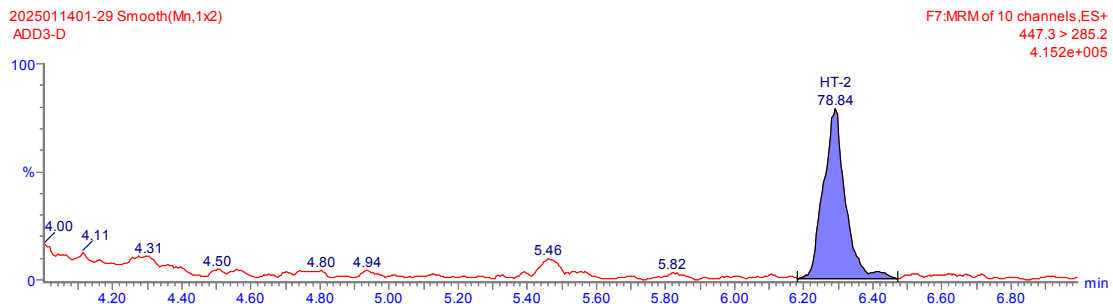
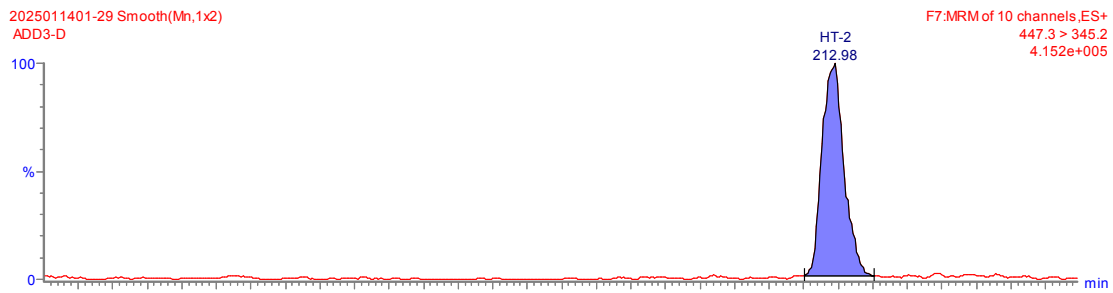


图 53 猪配合饲料中 HT-2 定量限谱图

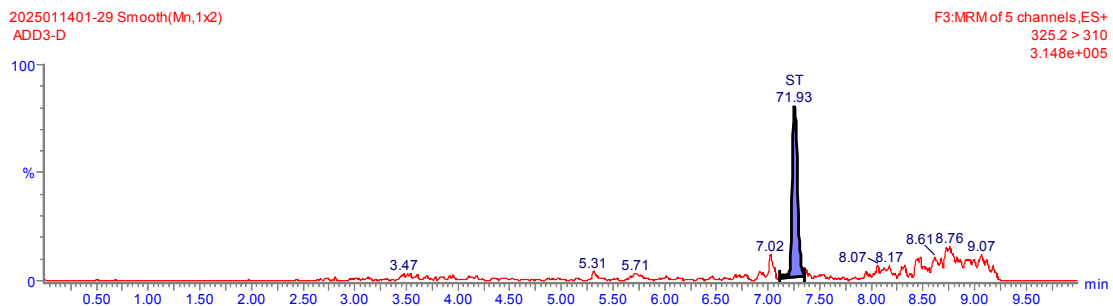
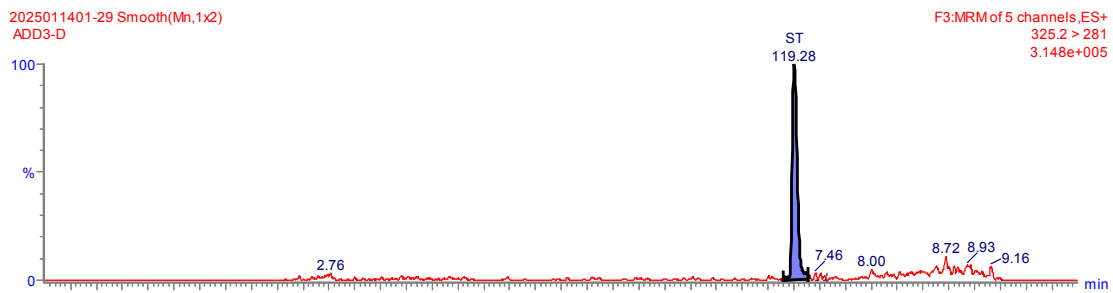


图 54 猪配合饲料中 ST 定量限谱图

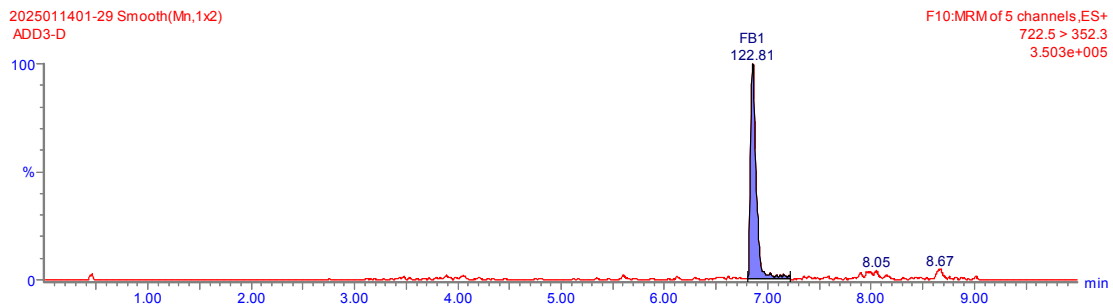
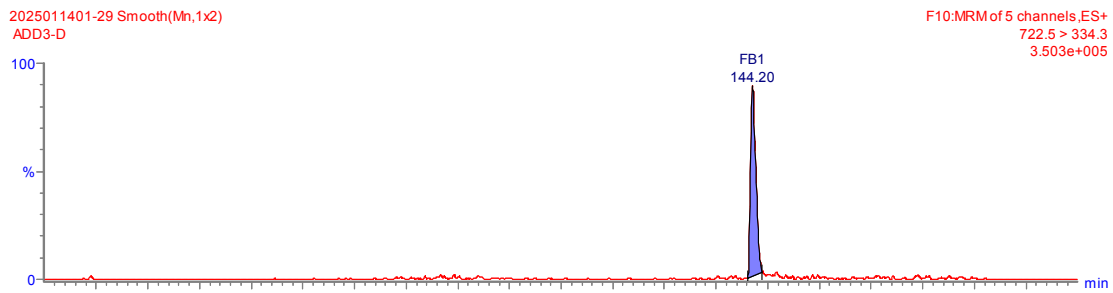


图 55 猪配合饲料中 FB₁ 定量限谱图

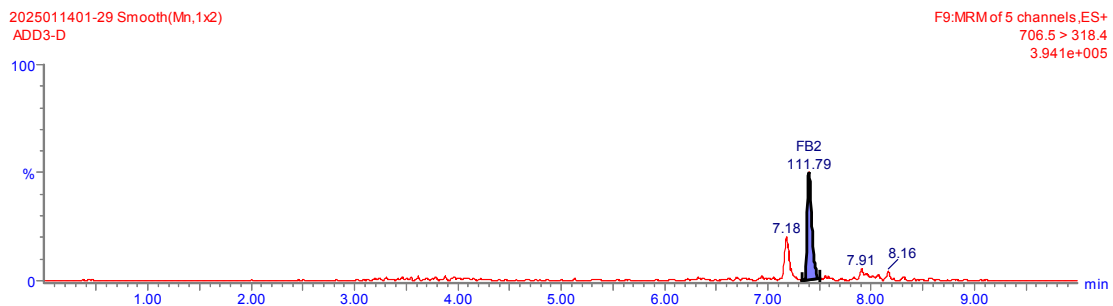
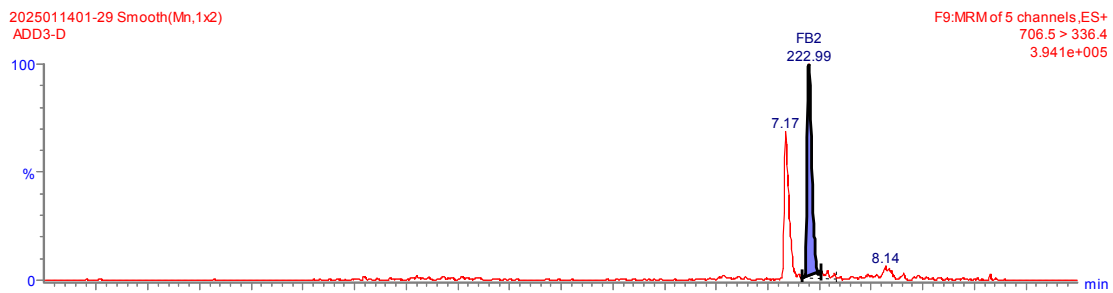


图 56 猪配合饲料中 FB₂ 定量限谱图

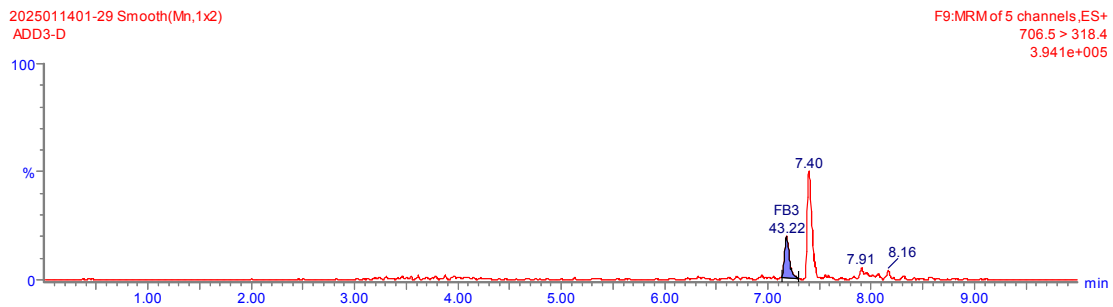
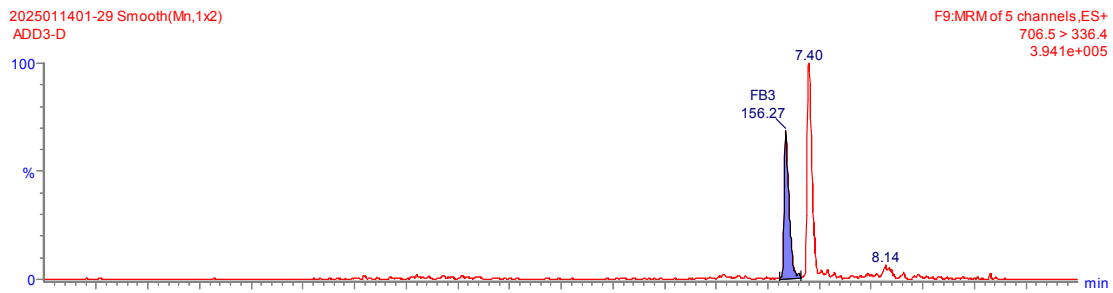


图 57 猪配合饲料中 FB₃ 定量限谱图

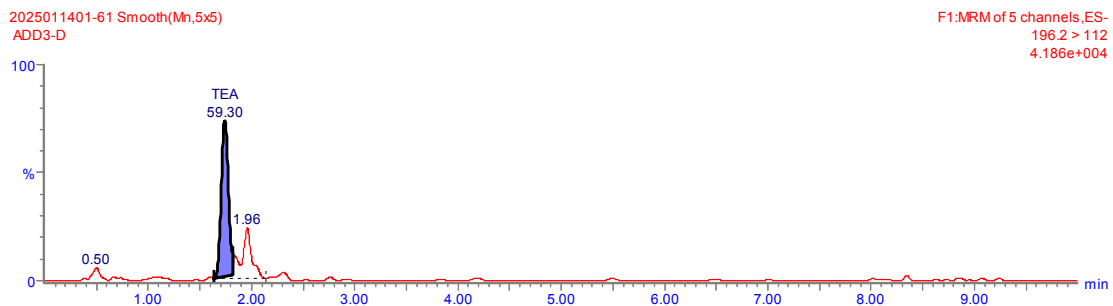
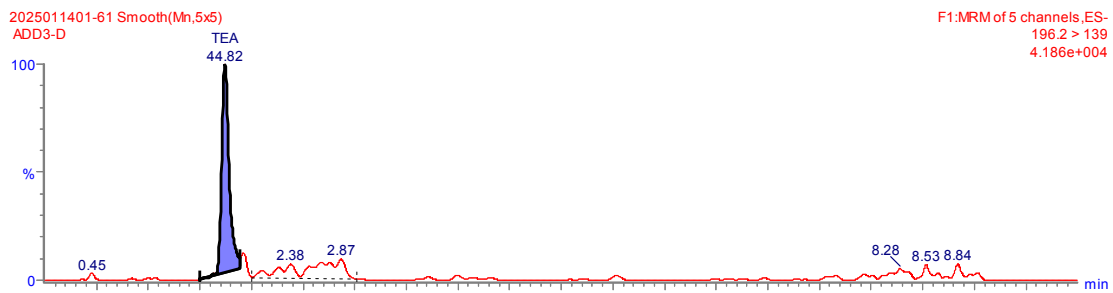


图 58 猪配合饲料中 TEA 定量限谱图

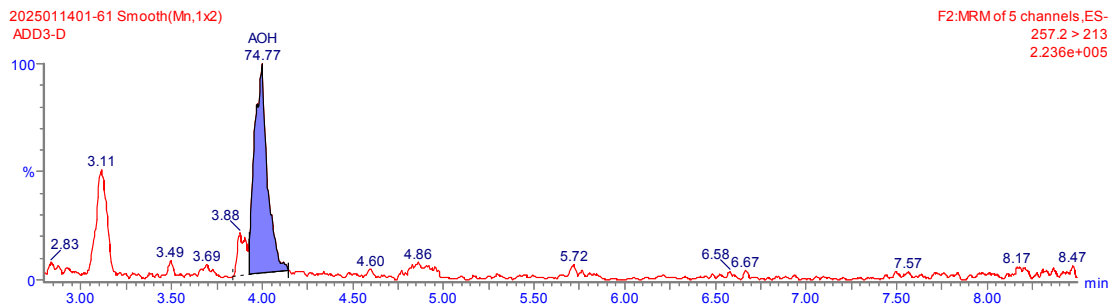
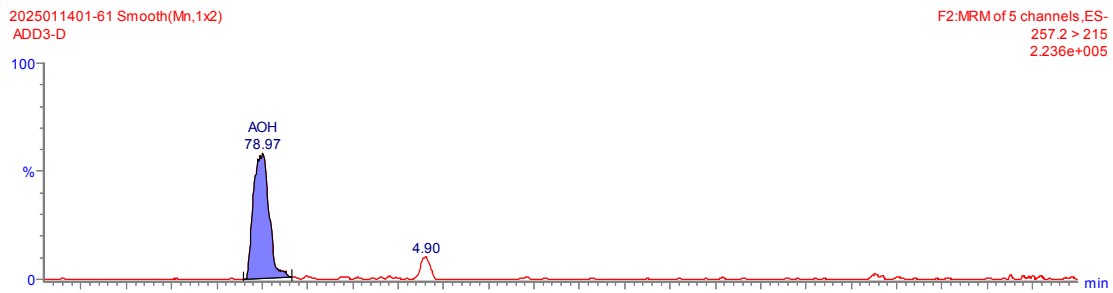


图 59 猪配合饲料中 AOH 定量限谱图

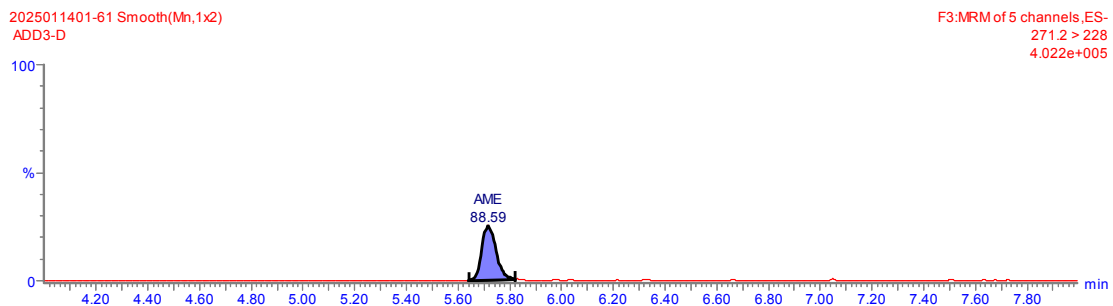
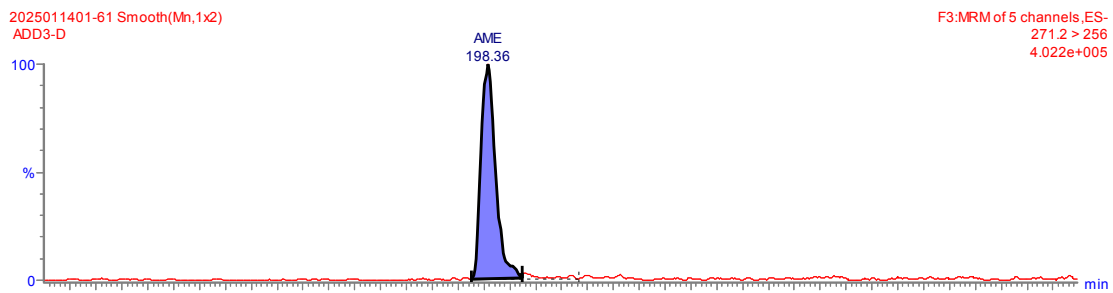


图 60 猪配合饲料中 AME 定量限谱图

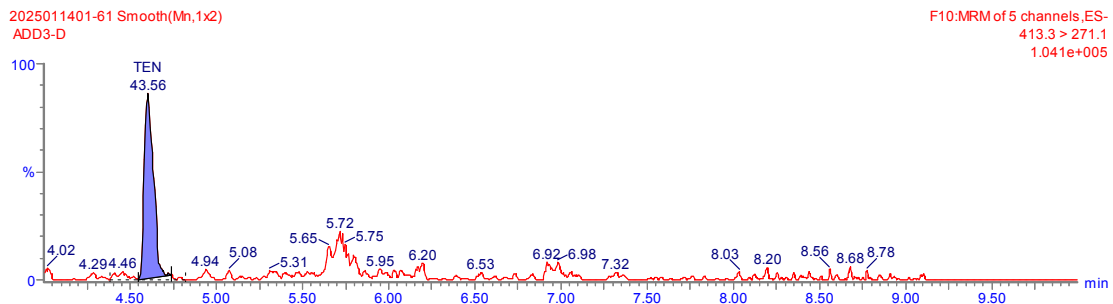
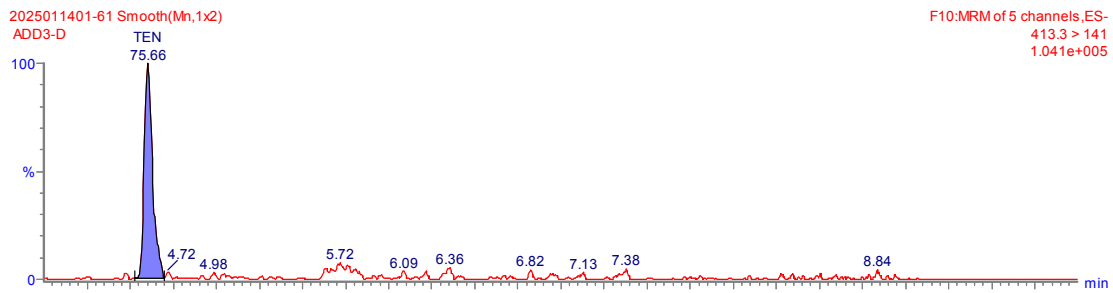


图 61 猪配合饲料中 TEN 定量限谱图

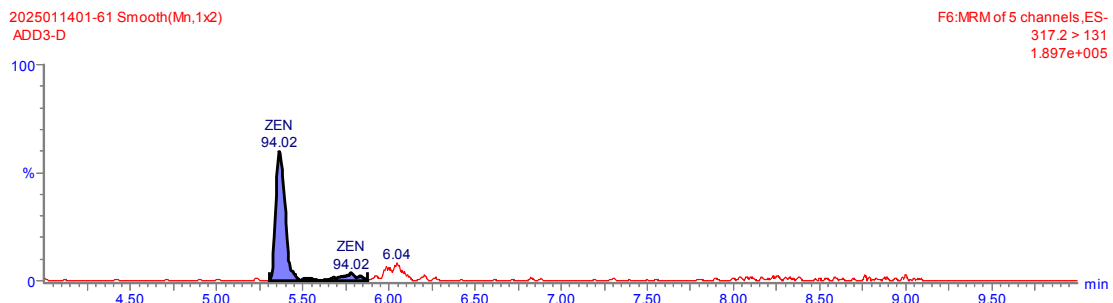
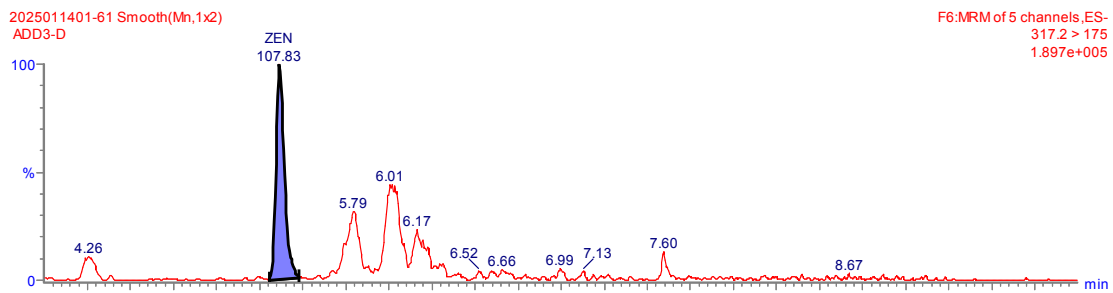


图 62 猪配合饲料中 ZEN 定量限谱图

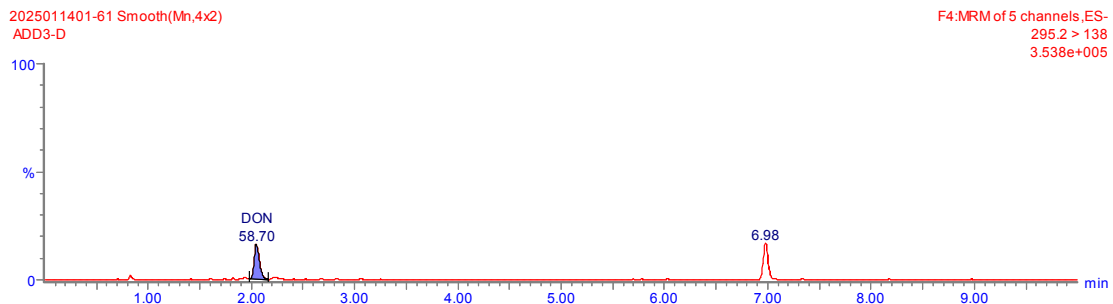
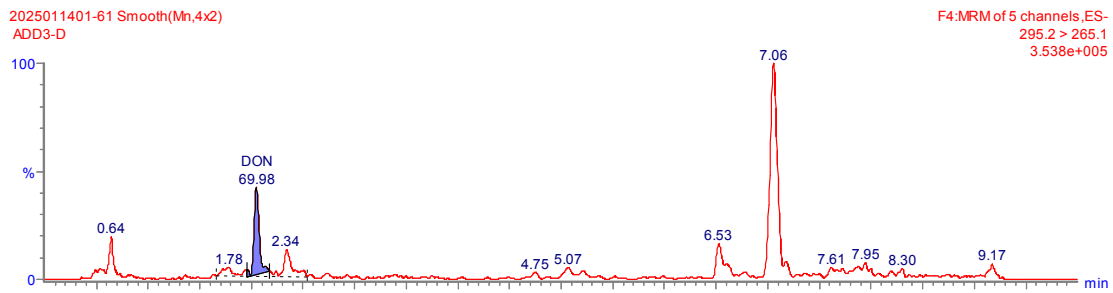


图 63 猪配合饲料中 DON 定量限谱图

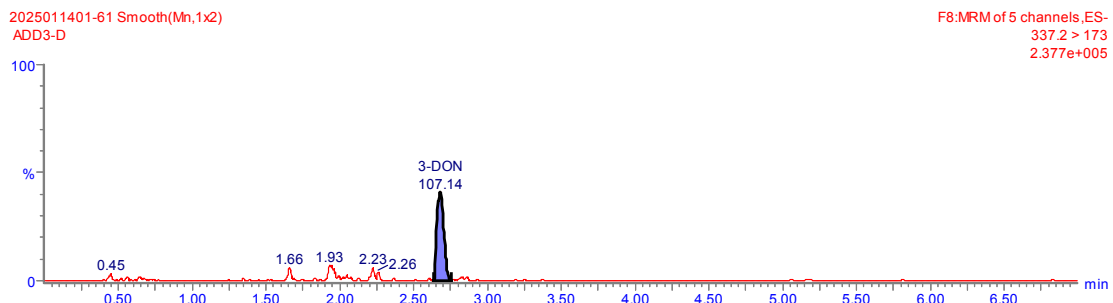
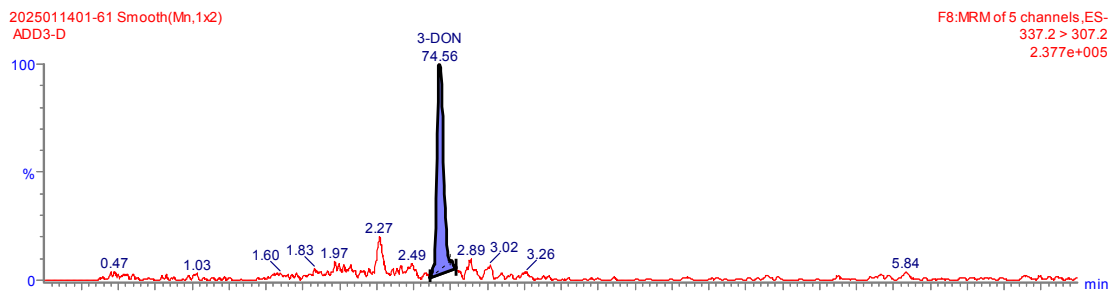


图 64 猪配合饲料中 3-AcDON 定量限谱图

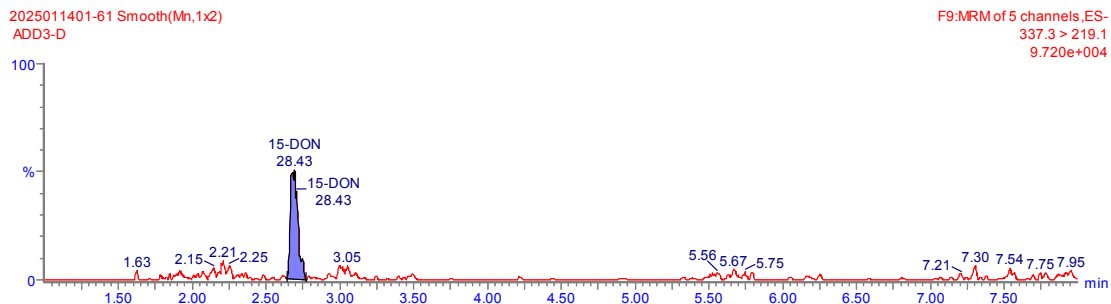
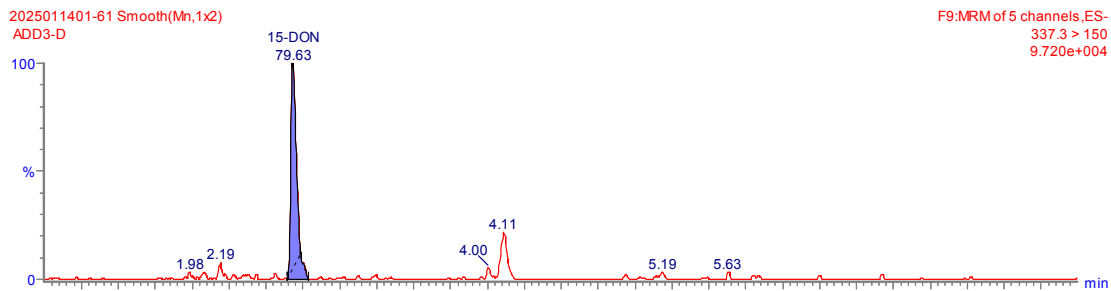


图 65 猪配合饲料中 15-AcDON 定量限谱图

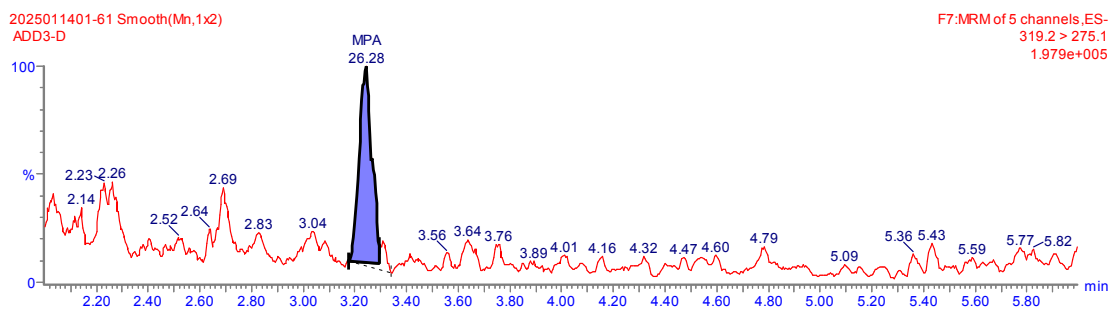
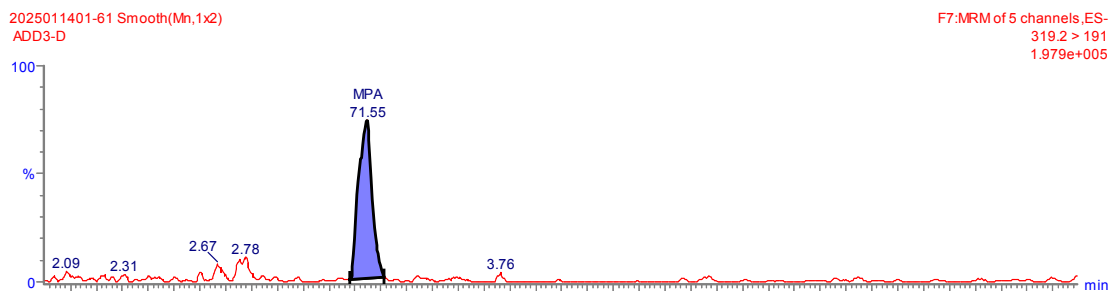


图 66 猪配合饲料中 MPA 定量限谱图

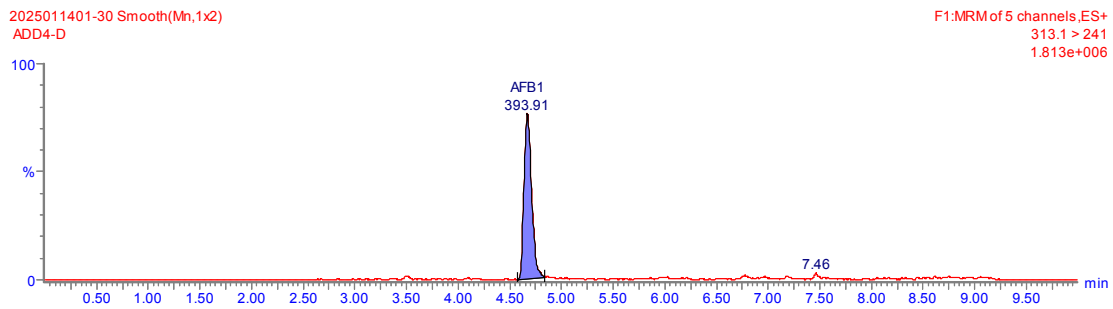
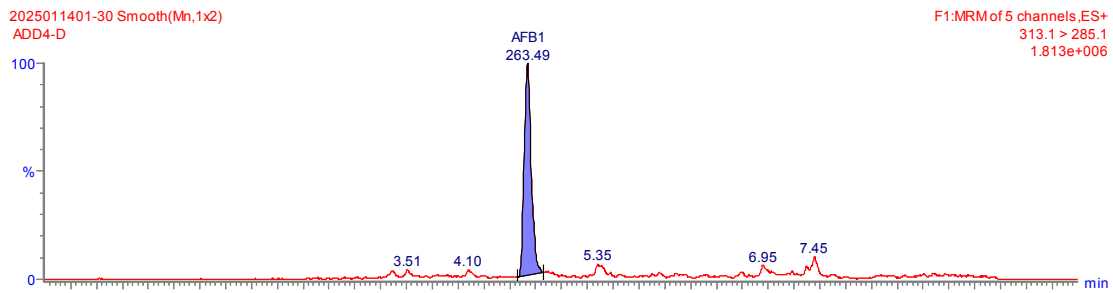


图 67 牛精料补充料中 AFB₁ 定量限谱图

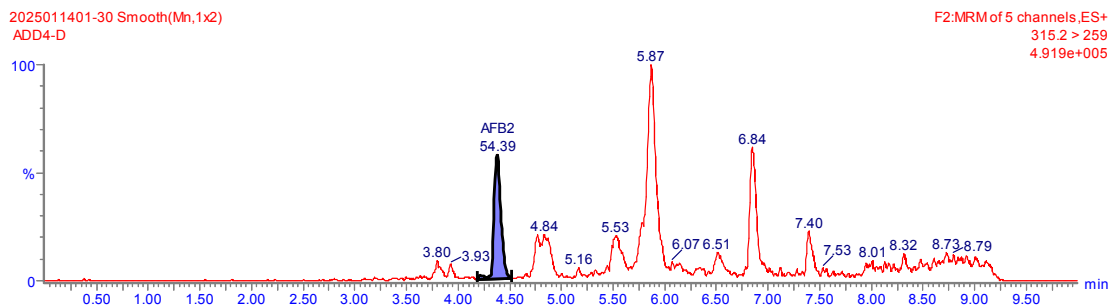
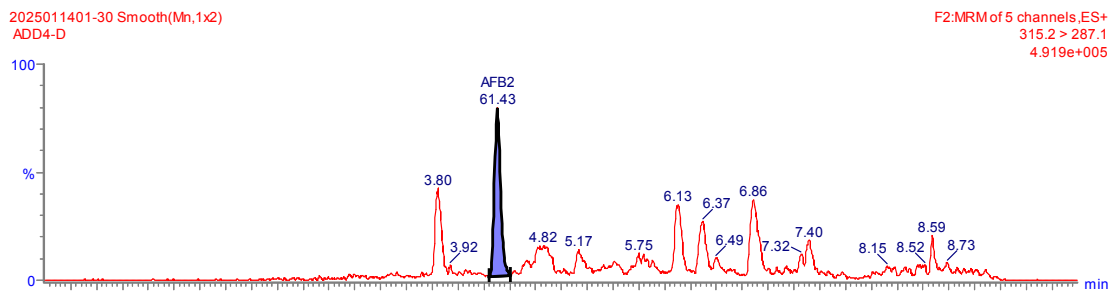


图 68 牛精料补充料中 AFB₂ 定量限谱图

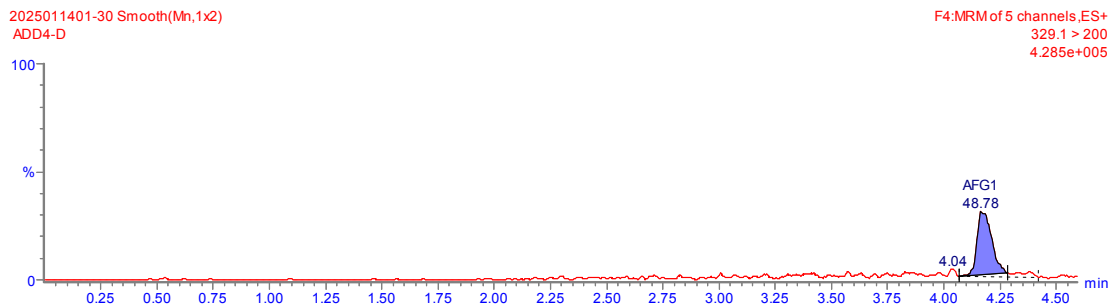
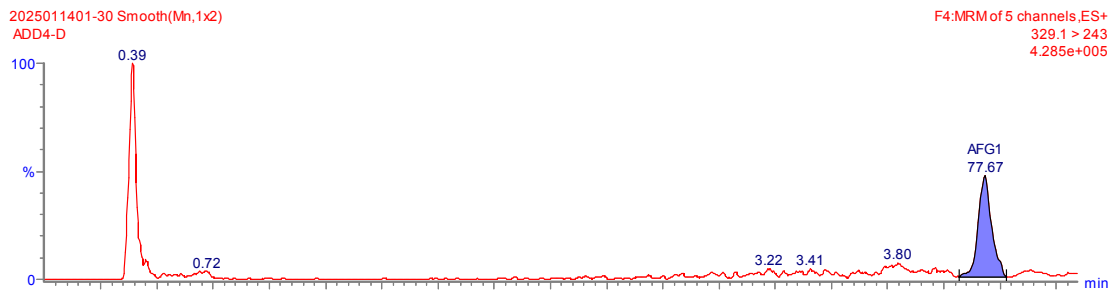


图 69 牛精料补充料中 AFG₁ 定量限谱图

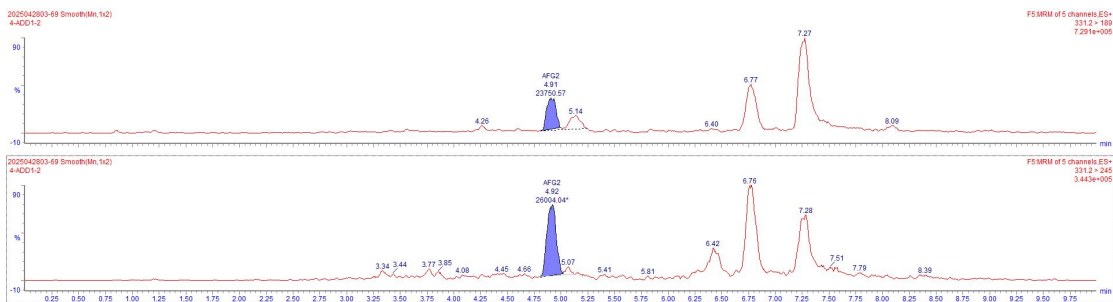


图 70 牛精料补充料中 AFG₂ 定量限谱图

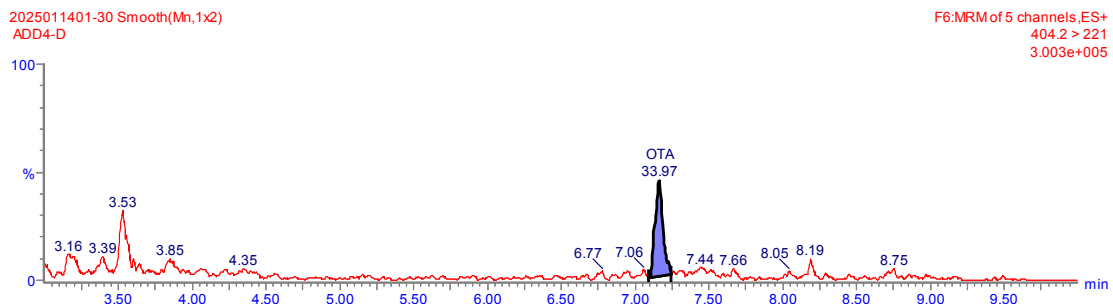
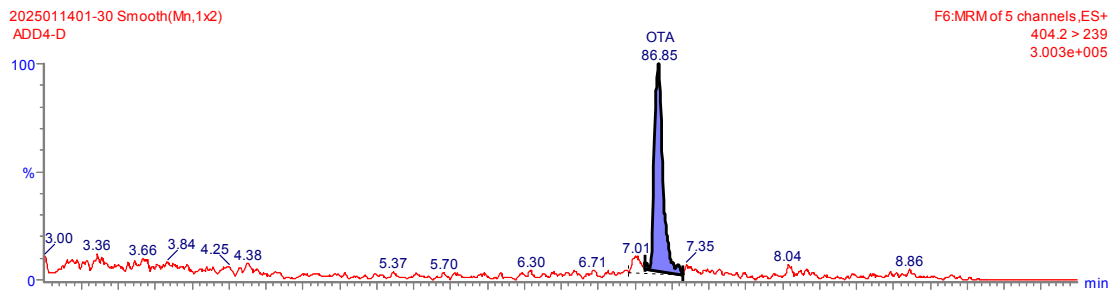


图 71 牛精料补充料中 OTA 定量限谱图

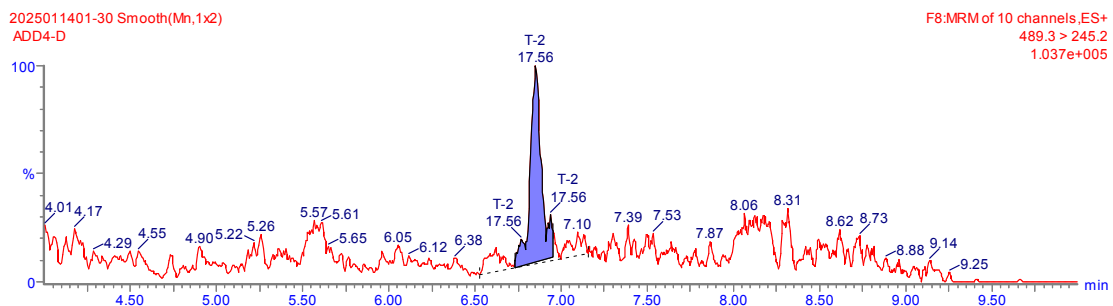
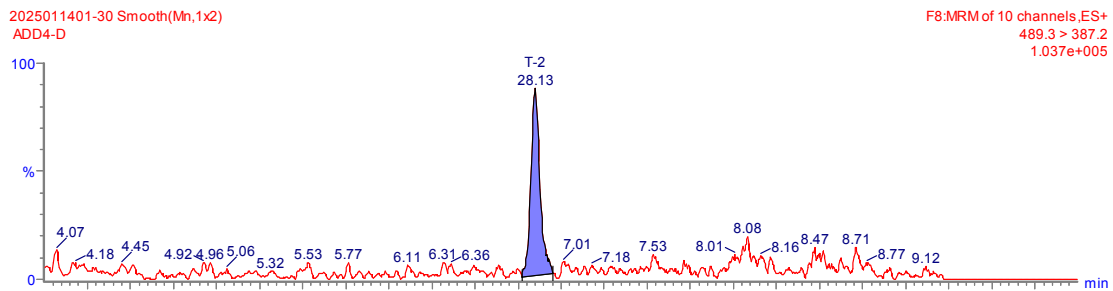


图 72 牛精料补充料中 T-2 定量限谱图

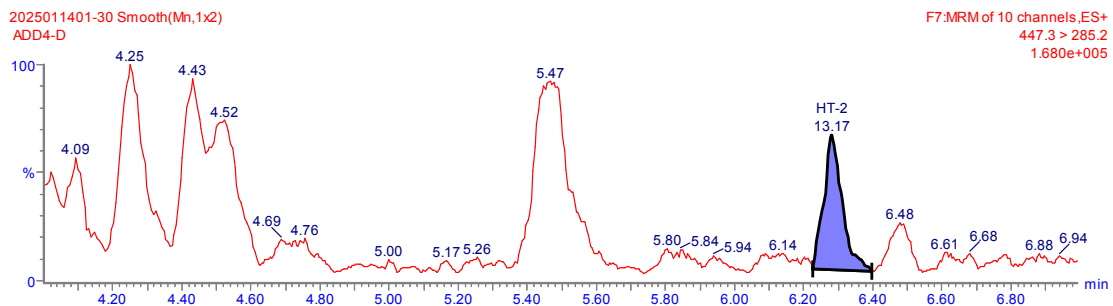
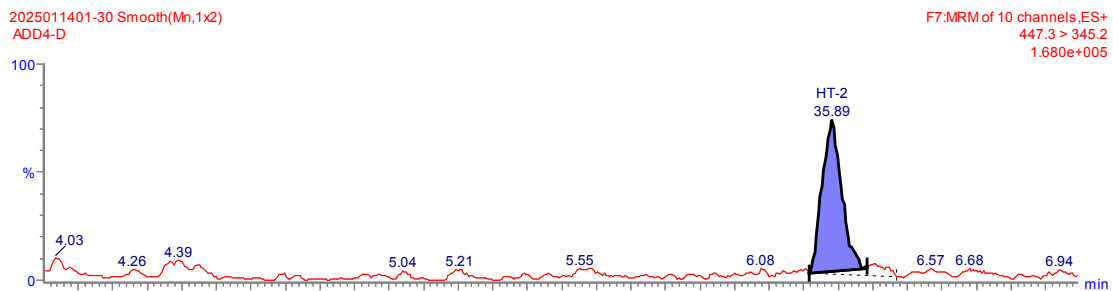


图 73 牛精料补充料中 HT-2 定量限谱图

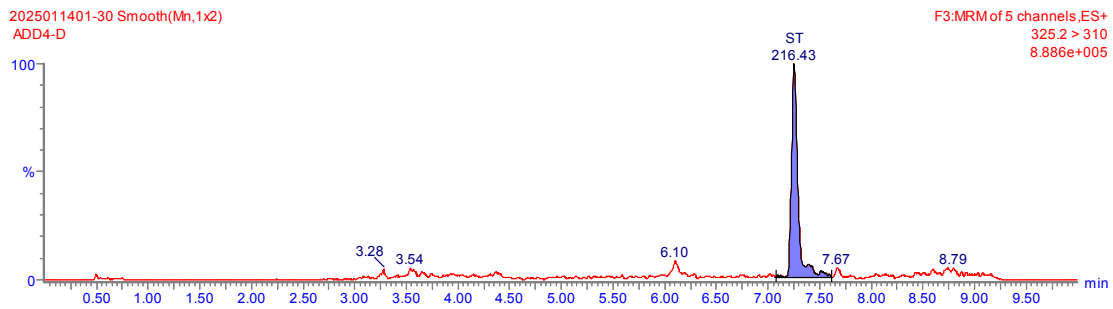
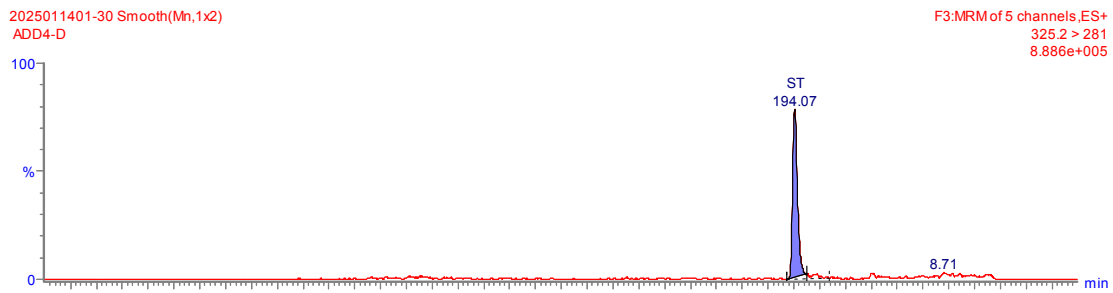


图 74 牛精料补充料中 ST 定量限谱图

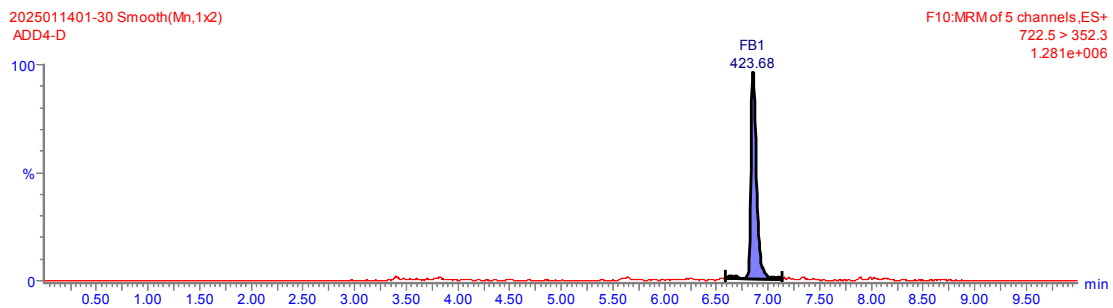
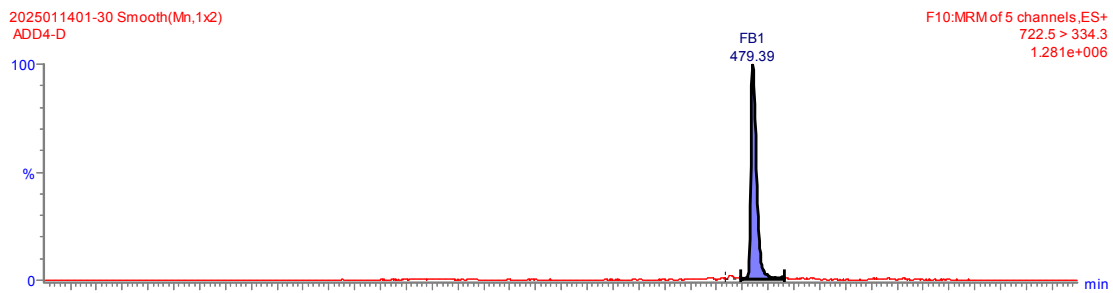


图 75 牛精料补充料中 FB₁ 定量限谱图

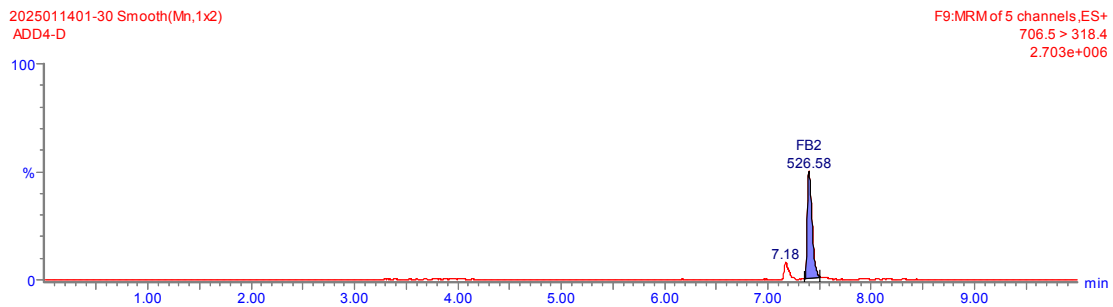
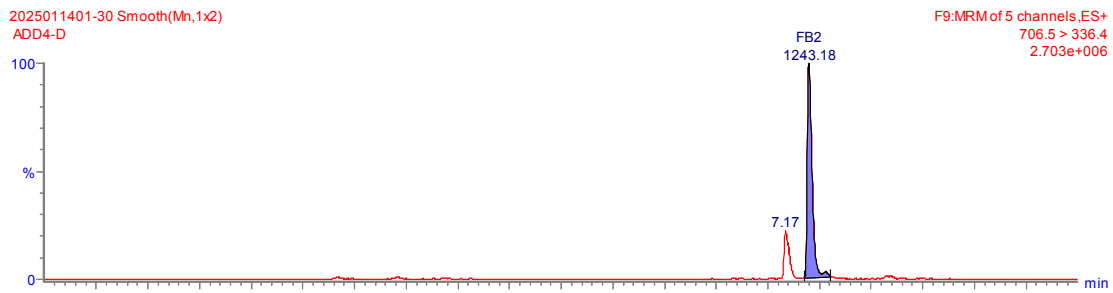


图 76 牛精料补充料中 FB₂ 定量限谱图

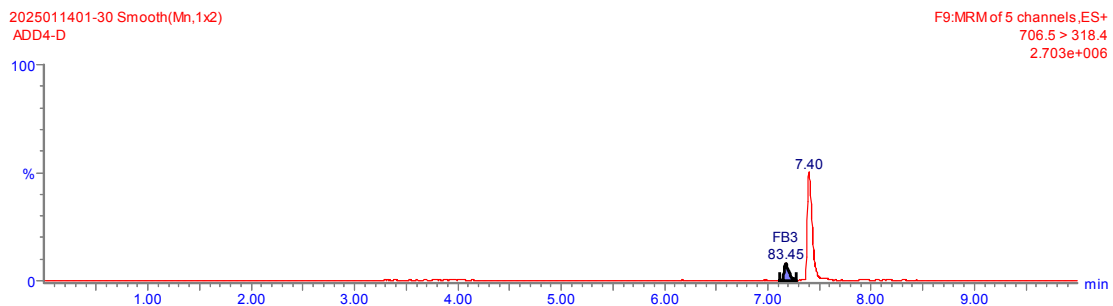
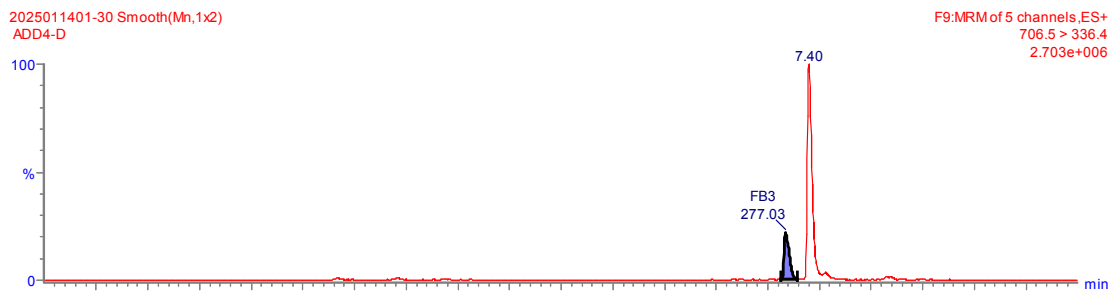


图 77 牛精料补充料中 FB₃ 定量限谱图

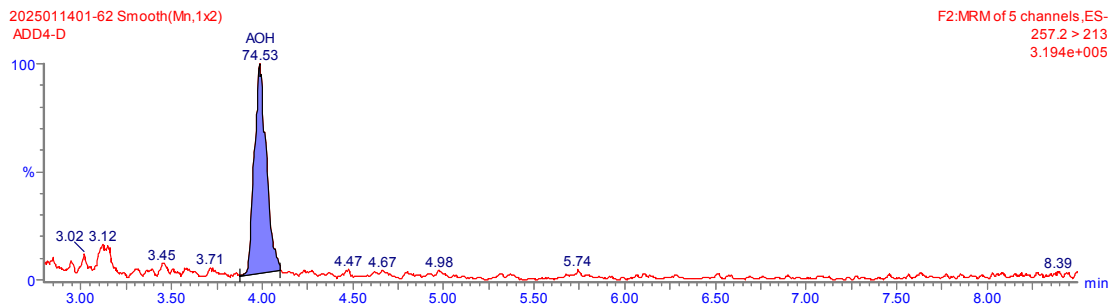
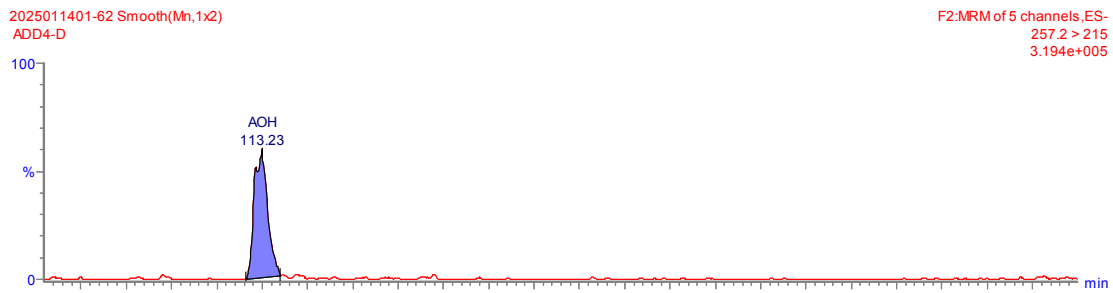


图 78 牛精料补充料中 AOH 定量限谱图

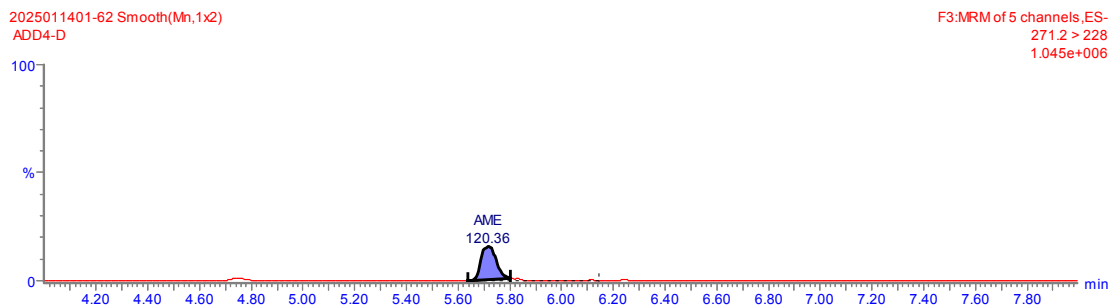
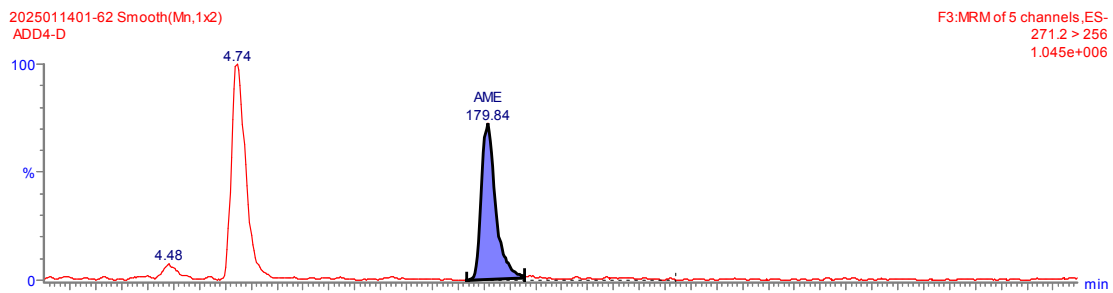


图 79 牛精料补充料中 AME 定量限谱图

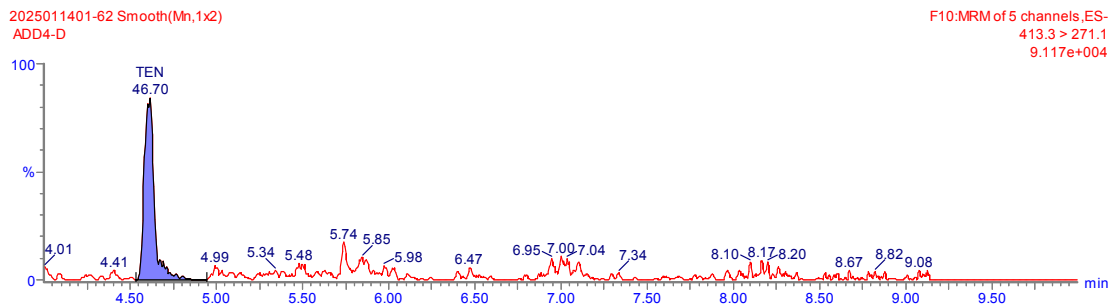
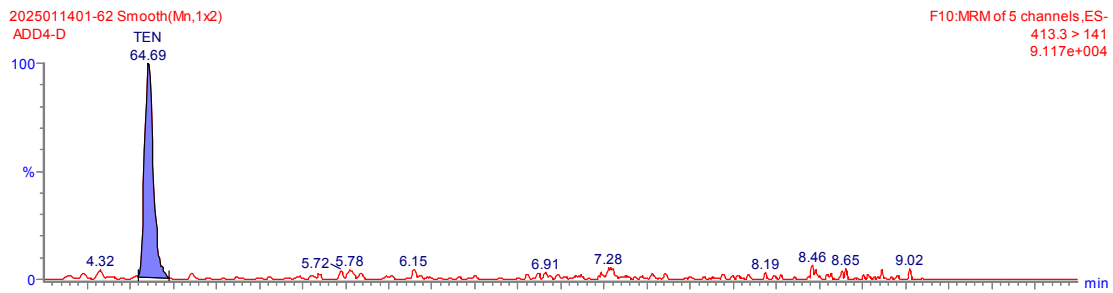


图 80 牛精料补充料中 TEN 定量限谱图

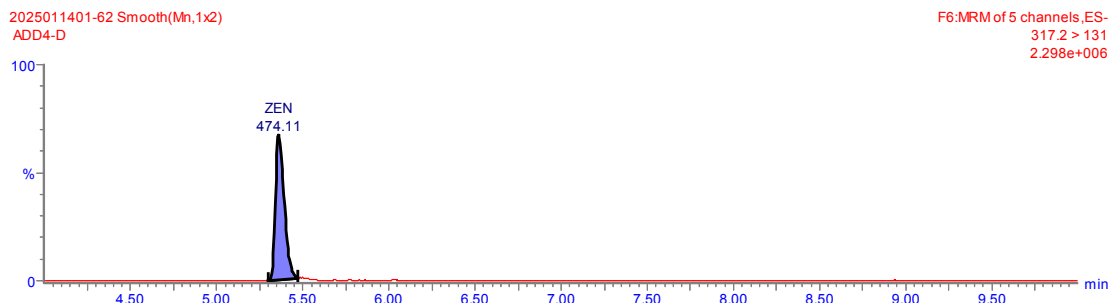
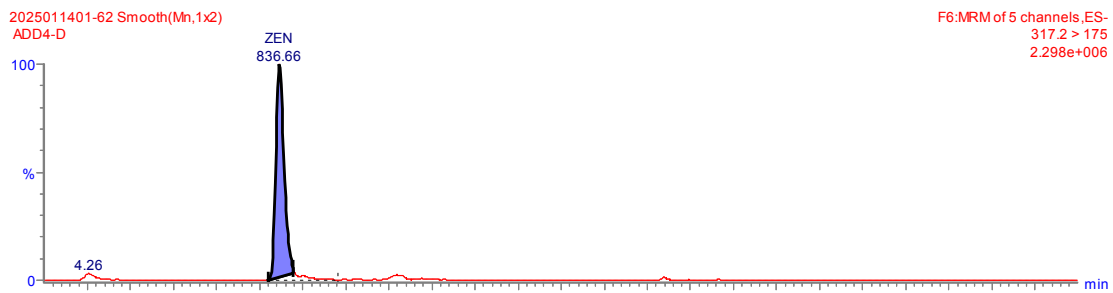


图 81 牛精料补充料中 ZEN 定量限谱图

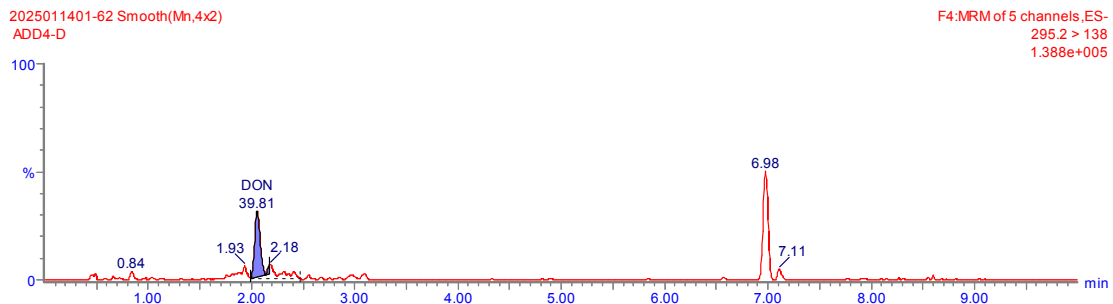
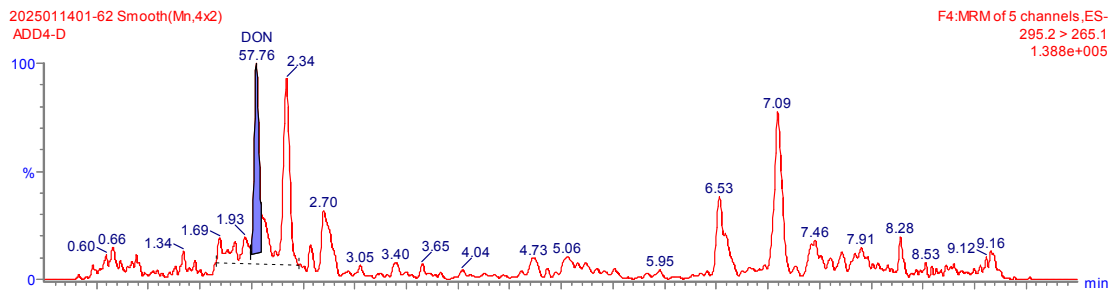


图 82 牛精料补充料中 DON 定量限谱图

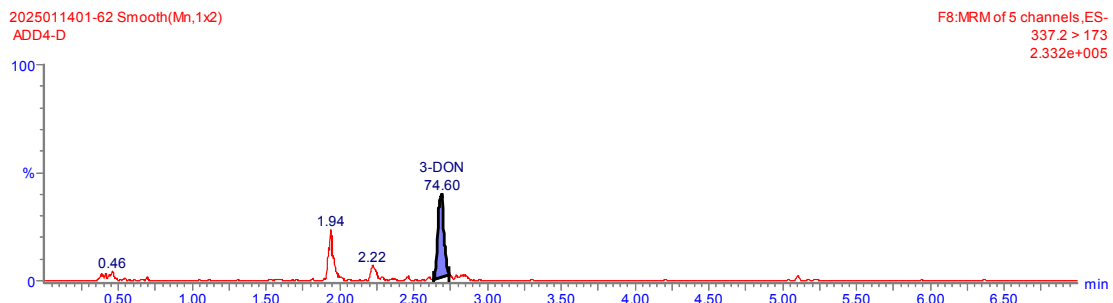
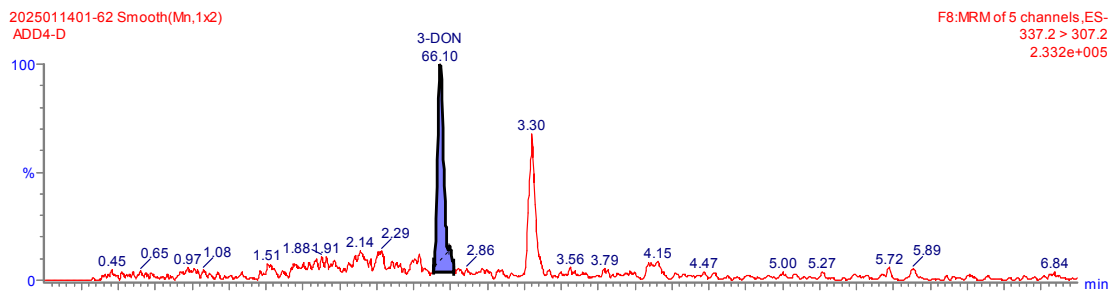


图 83 牛精料补充料中 3-AcDON 定量限谱图

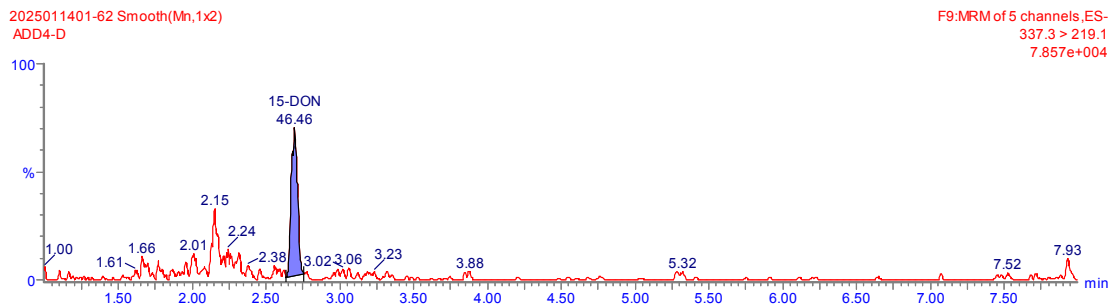
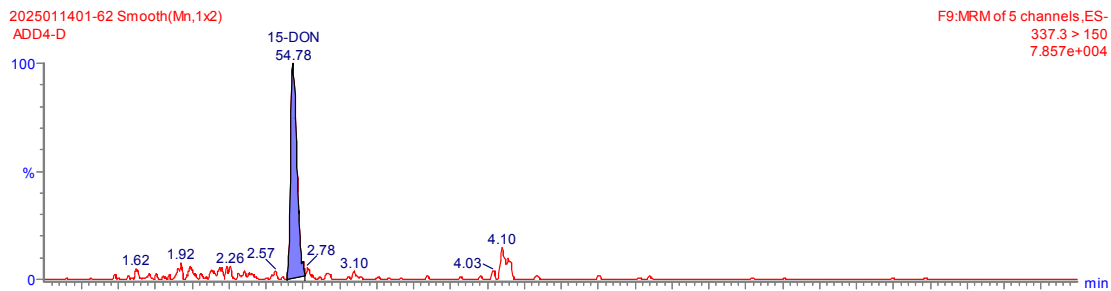


图 84 牛精料补充料中 15-AcDON 定量限谱图

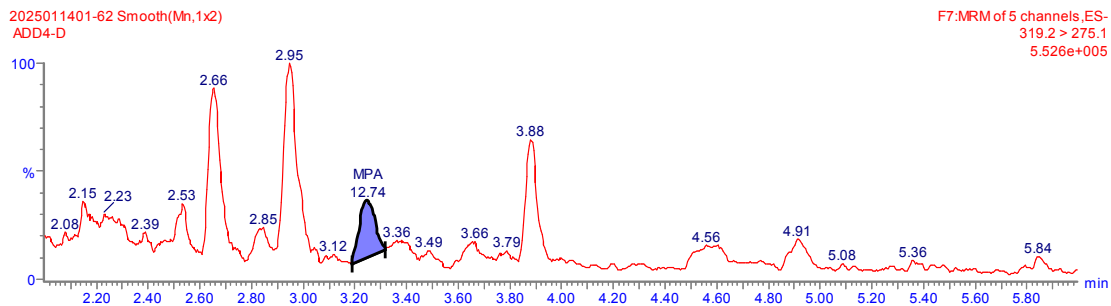
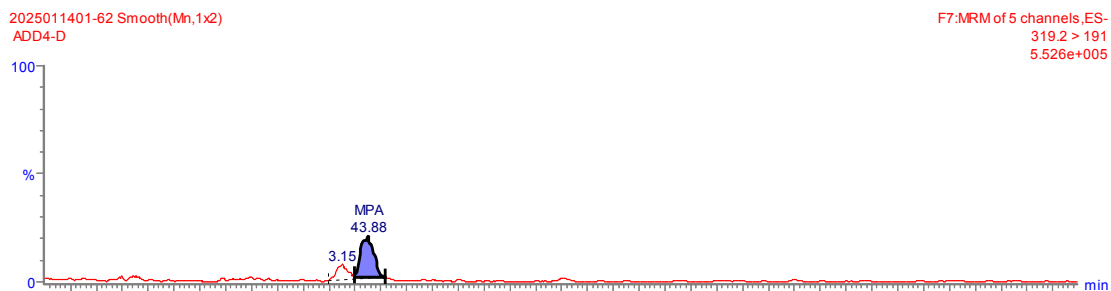


图 85 牛精料补充料中 MPA 定量限谱图

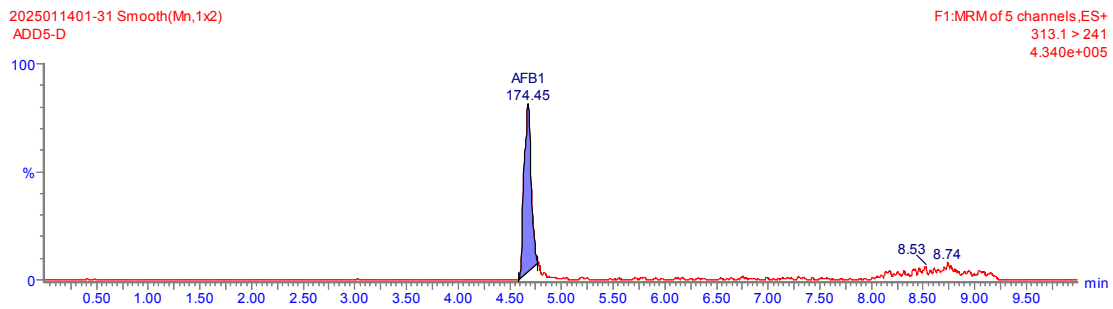
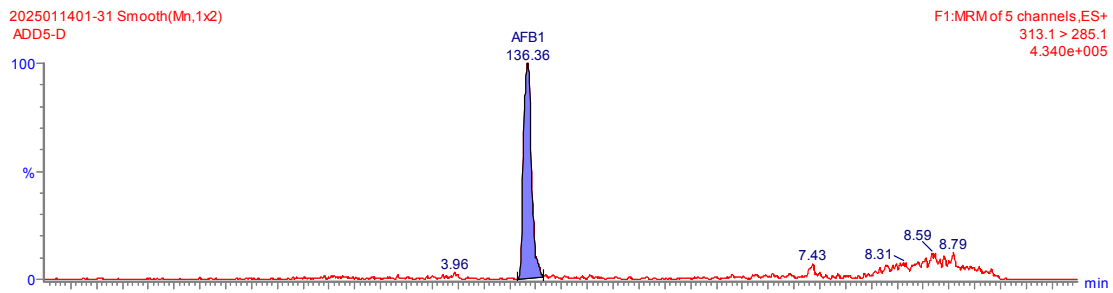


图 86 玉米粉中 AFB₁ 定量限谱图

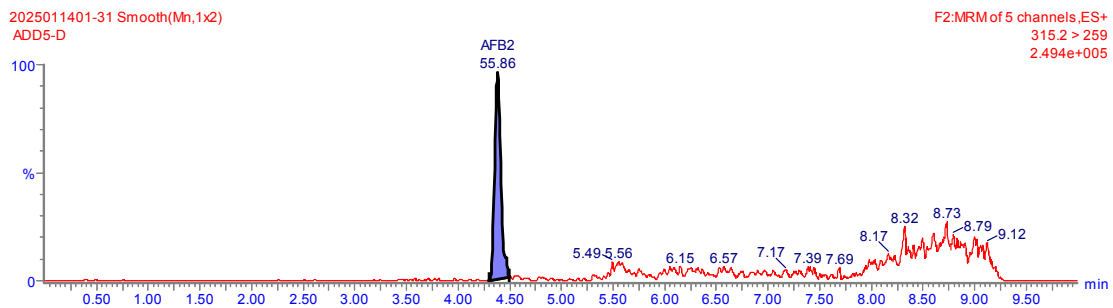
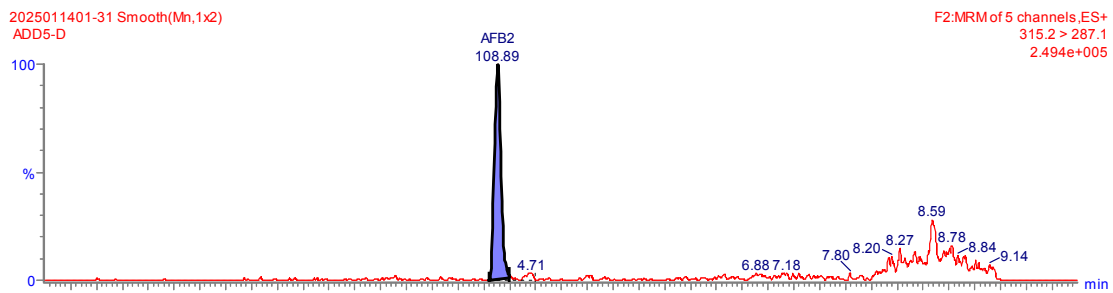


图 87 玉米粉中 AFB₂ 定量限谱图

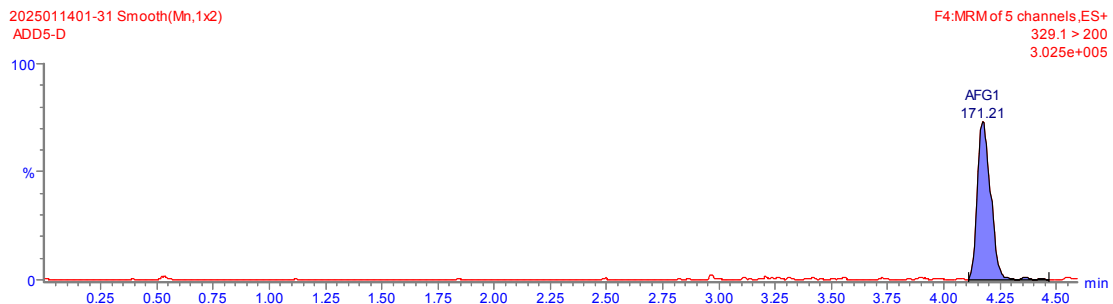
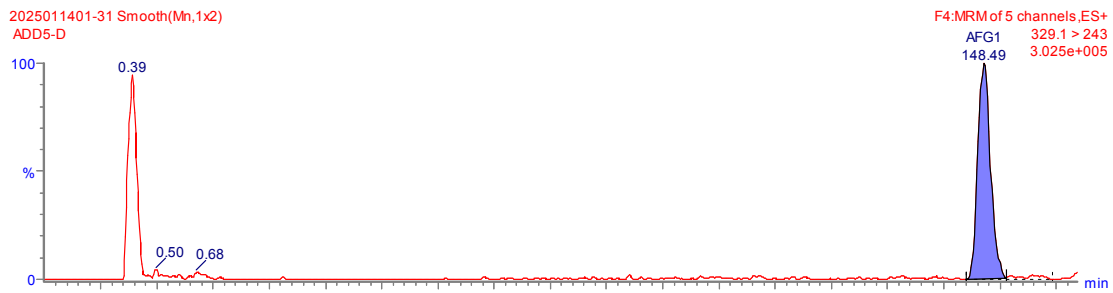


图 88 玉米粉中 AFG₁ 定量限谱图

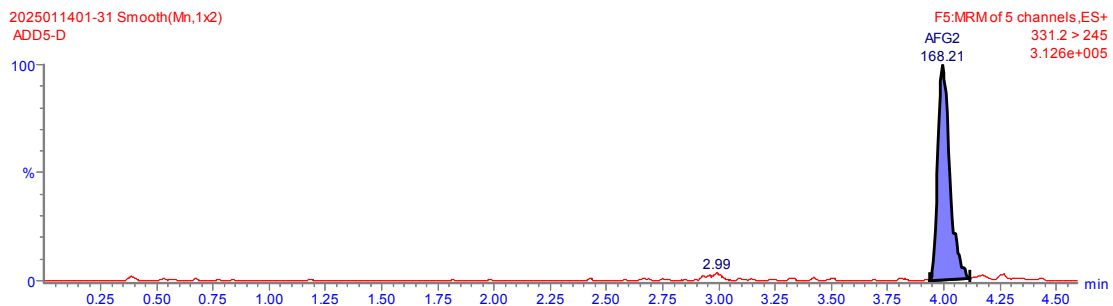
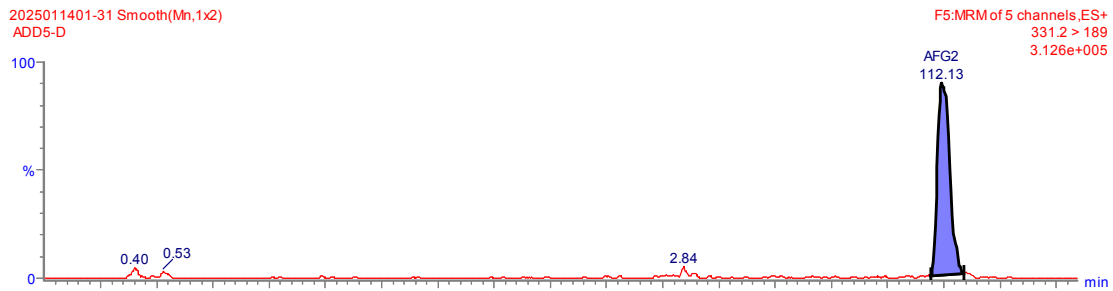


图 89 玉米粉中 AFG₂ 定量限谱图

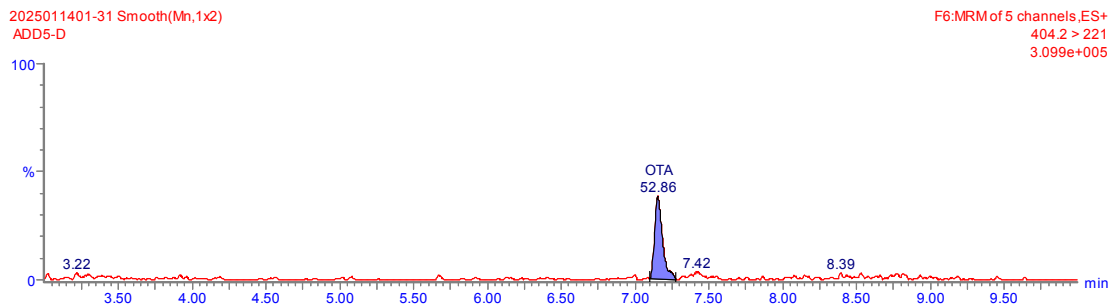
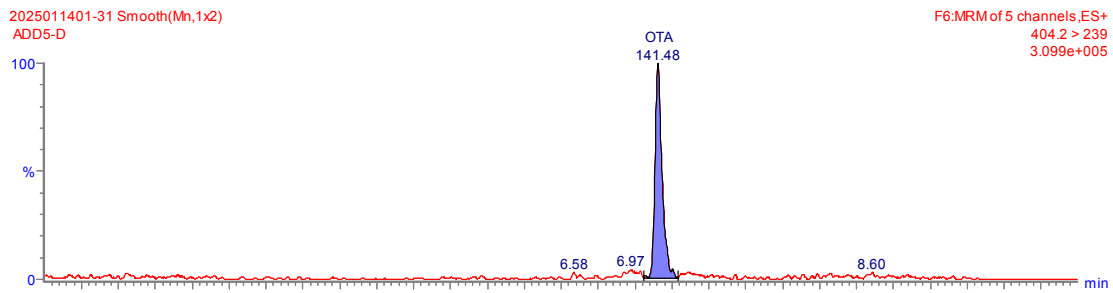


图 90 玉米粉中 OTA 定量限谱图

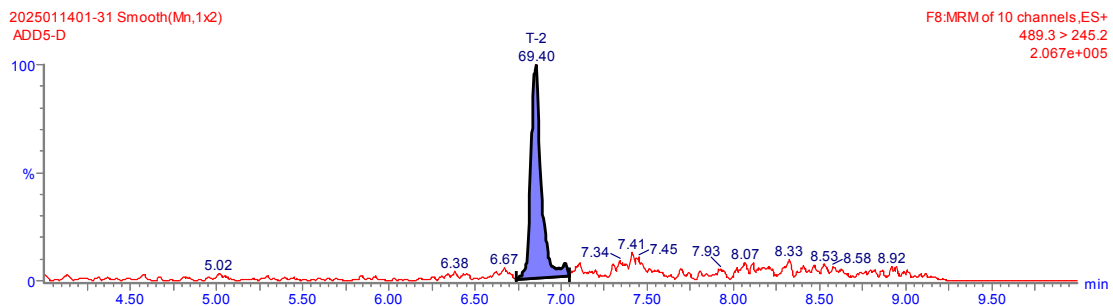
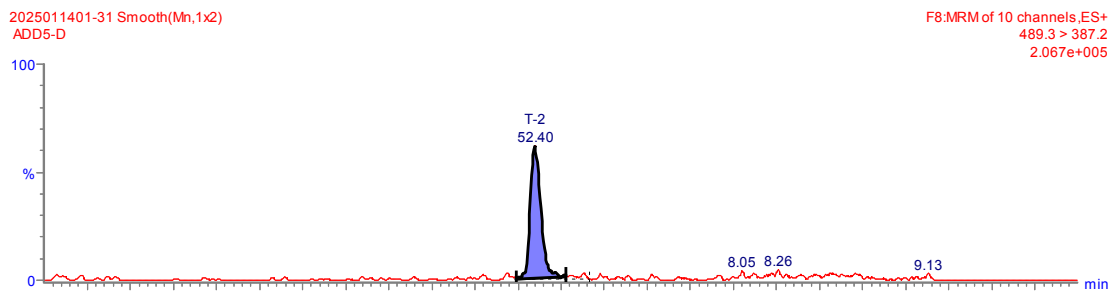


图 91 玉米粉中 T-2 定量限谱图

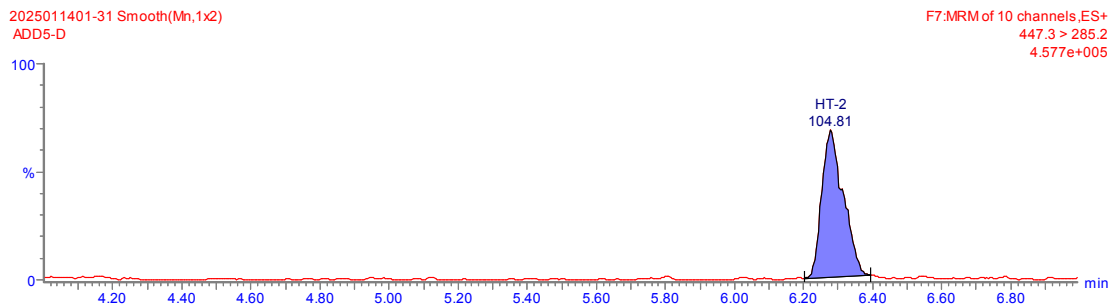
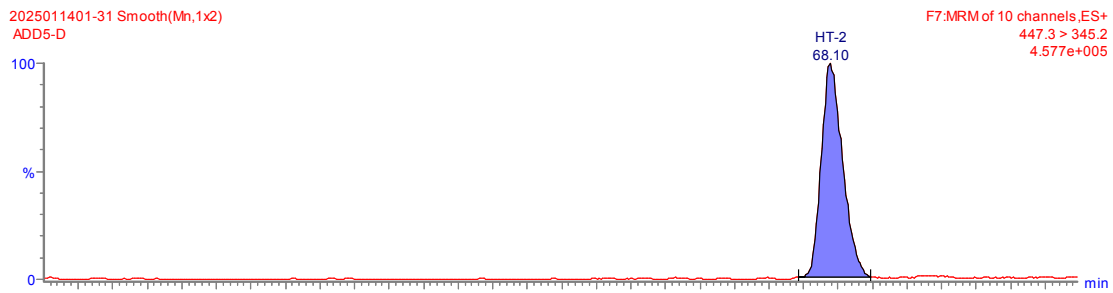


图 92 玉米粉中 HT-2 定量限谱图

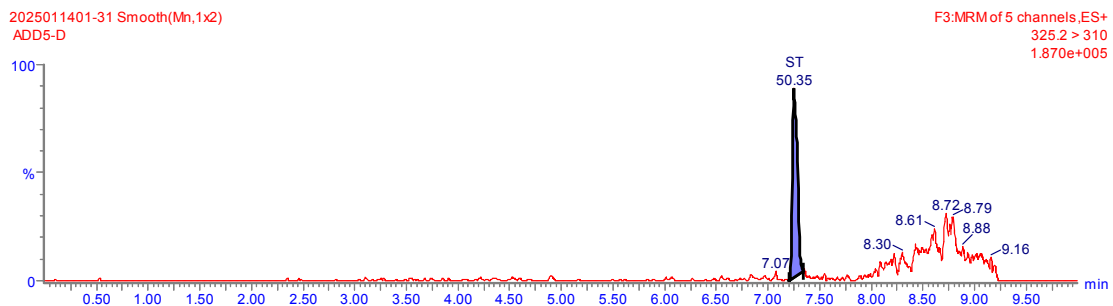
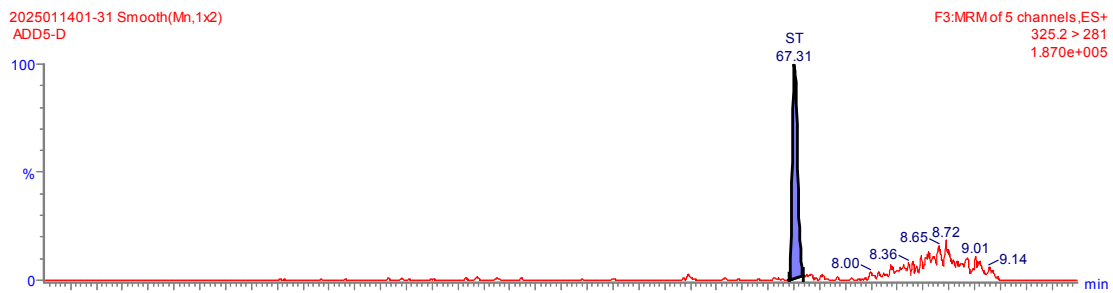


图 93 玉米粉中 ST 定量限谱图

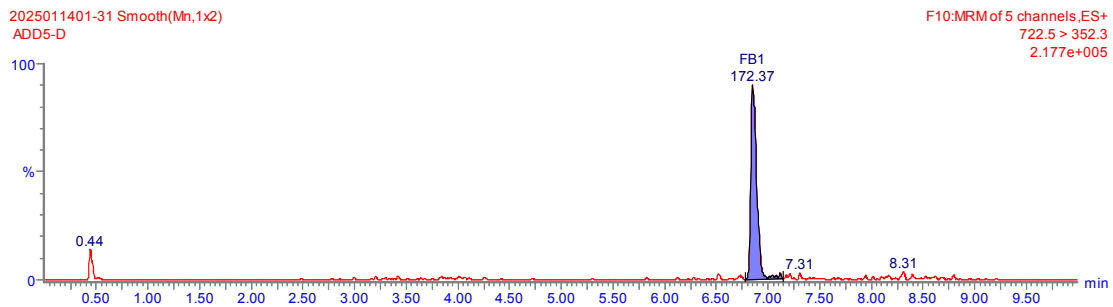
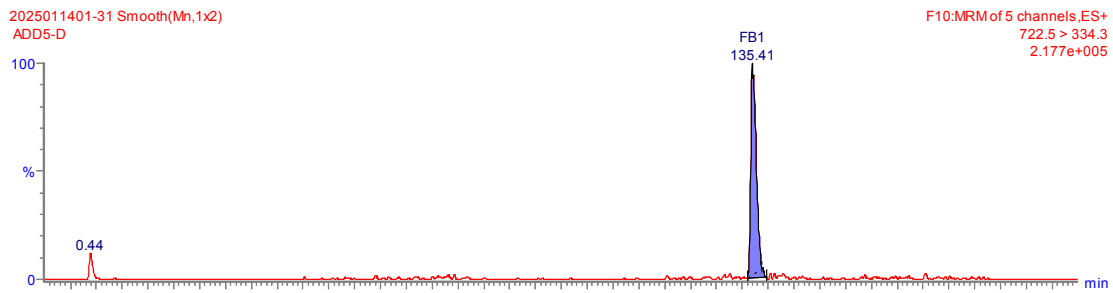


图 94 玉米粉中 FB₁ 定量限谱图

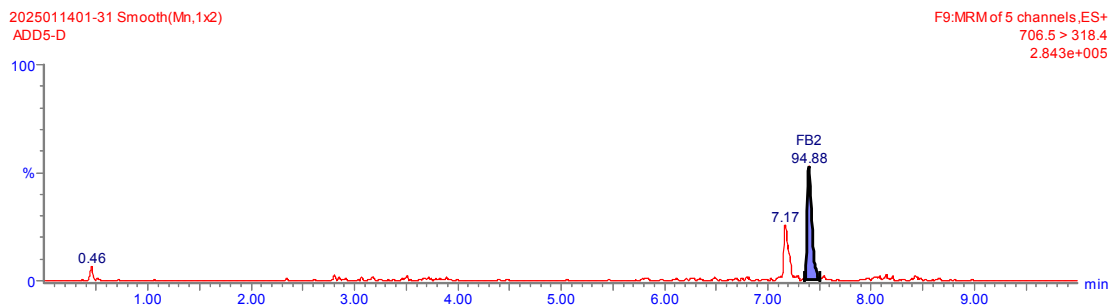
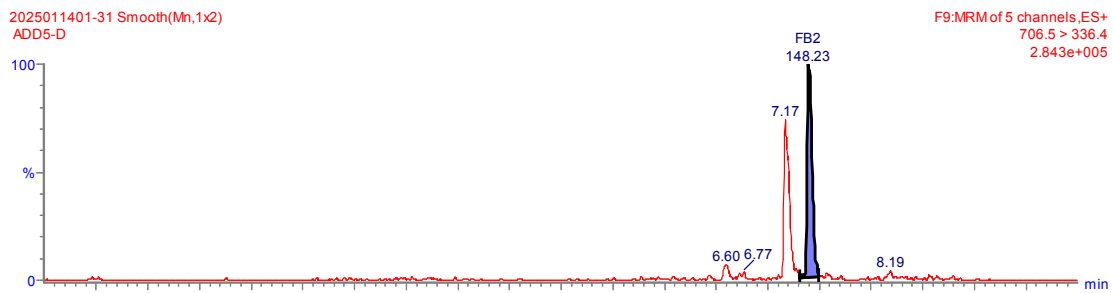


图 95 玉米粉中 FB₂ 定量限谱图

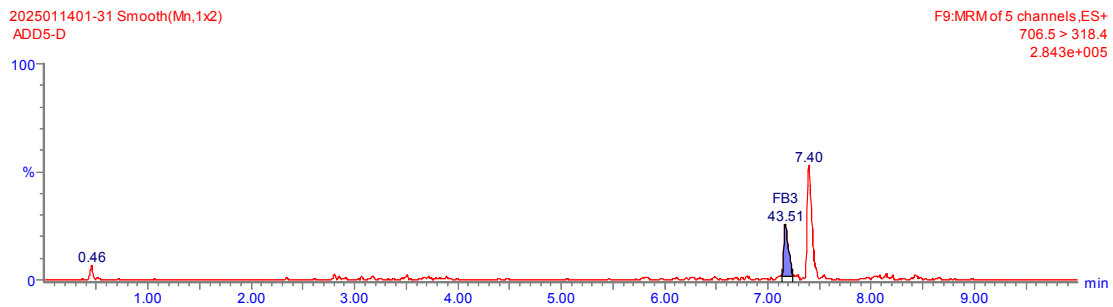
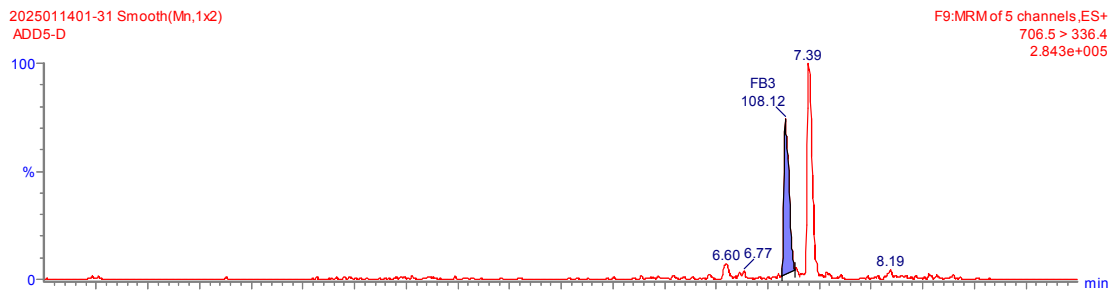


图 96 玉米粉中 FB₃ 定量限谱图

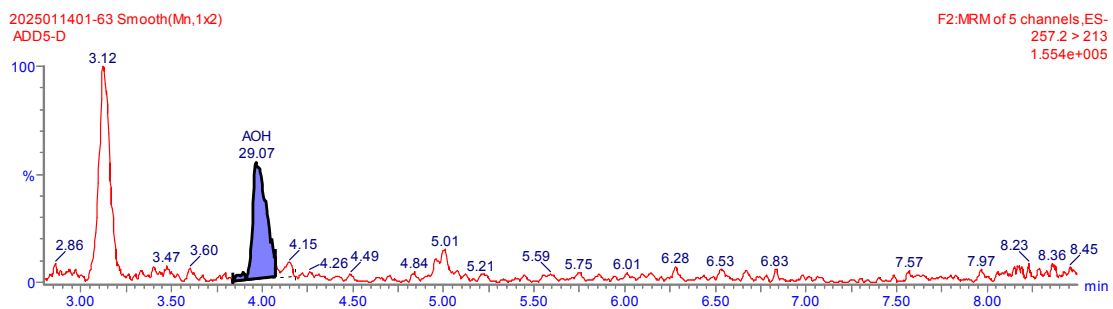
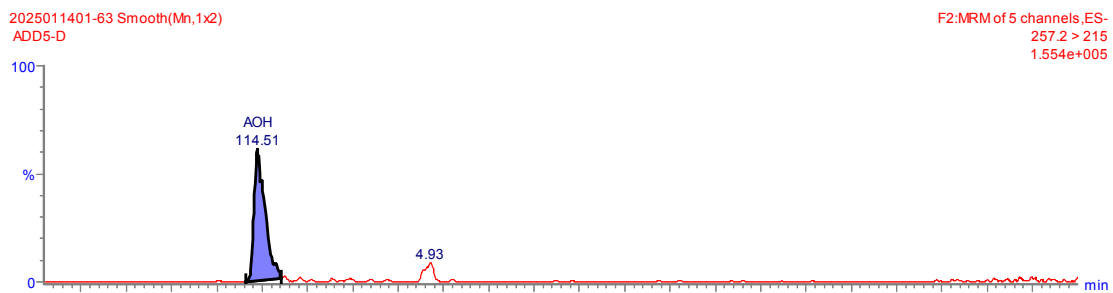


图 97 玉米粉中 AOH 定量限谱图

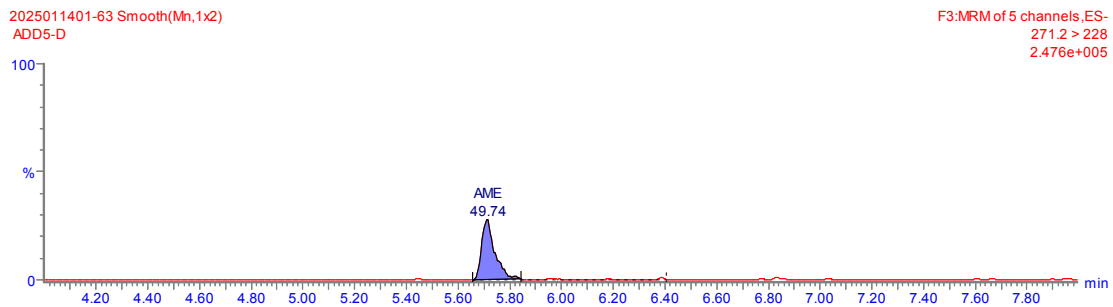
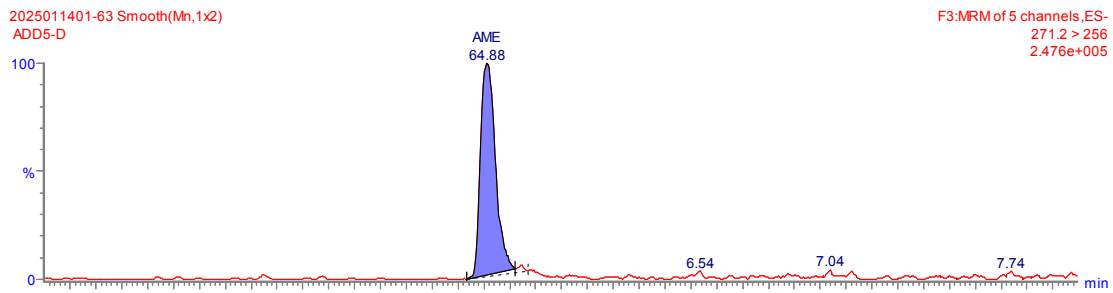


图 98 玉米粉中 AME 定量限谱图

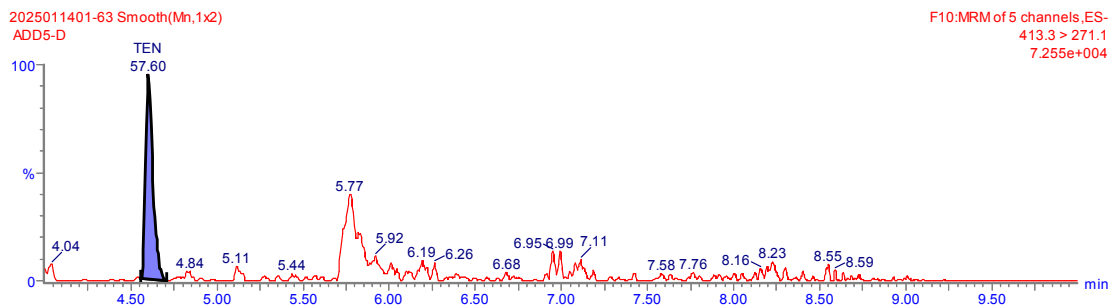
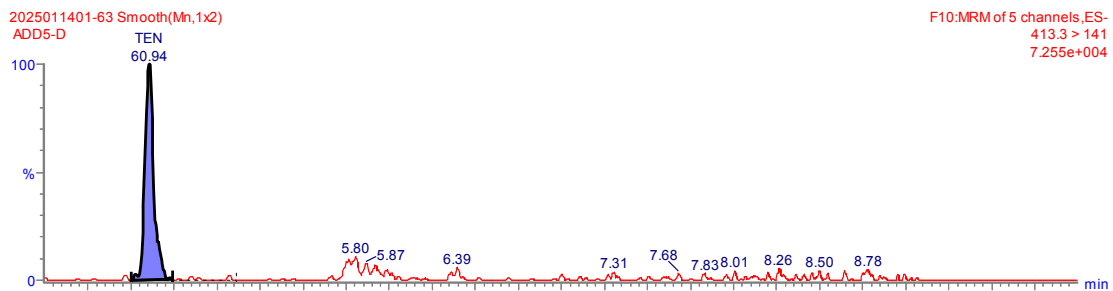


图 99 玉米粉中 TEN 定量限谱图

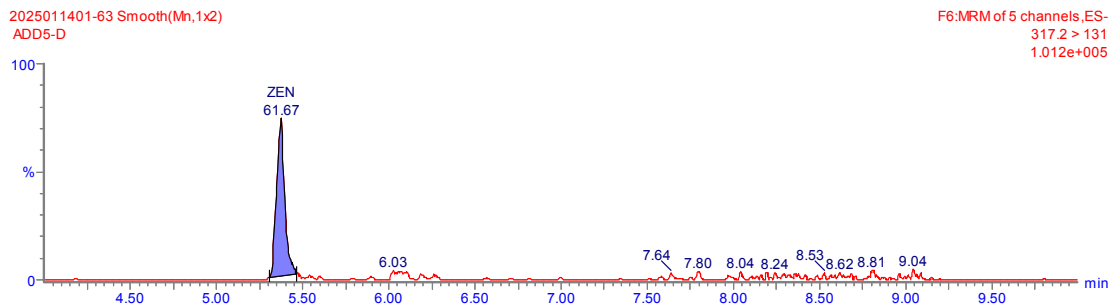
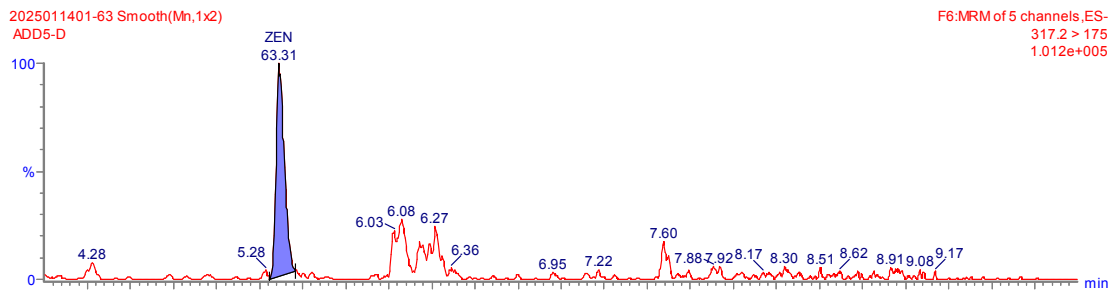


图 100 玉米粉中 ZEN 定量限谱图

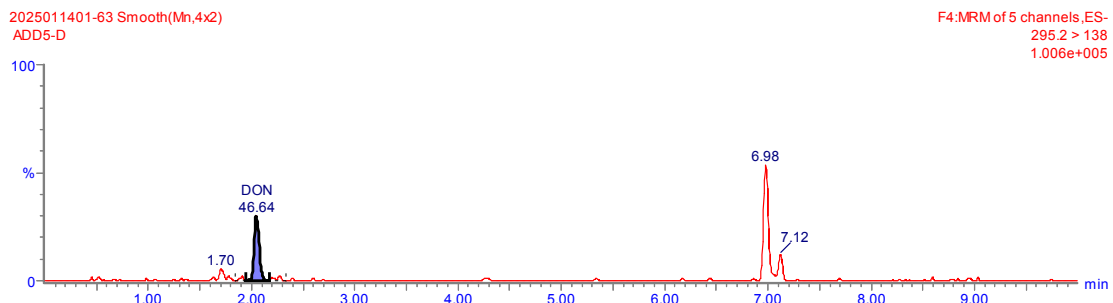
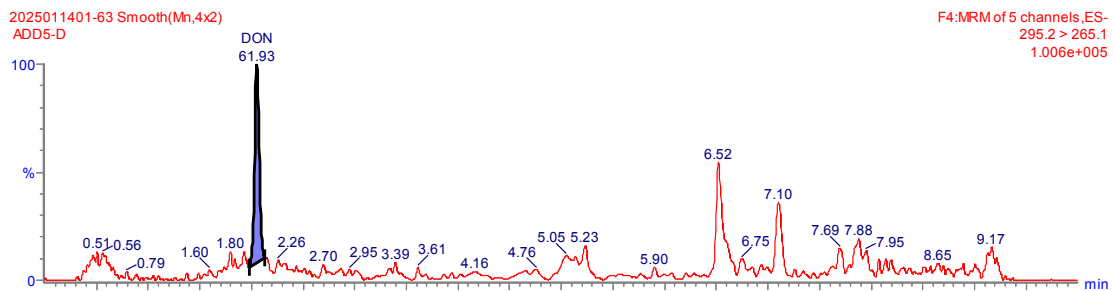


图 101 玉米粉中 DON 定量限谱图

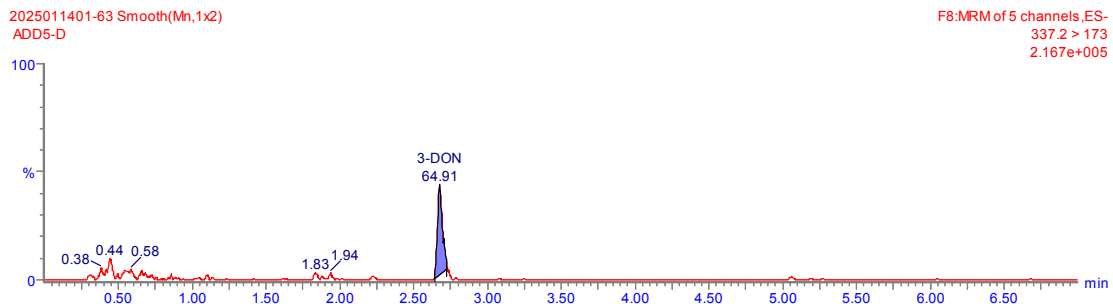
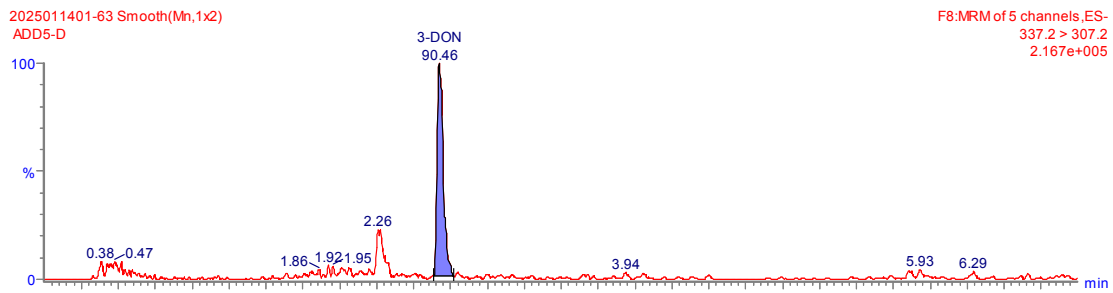


图 102 玉米粉中 3-AcDON 定量限谱图

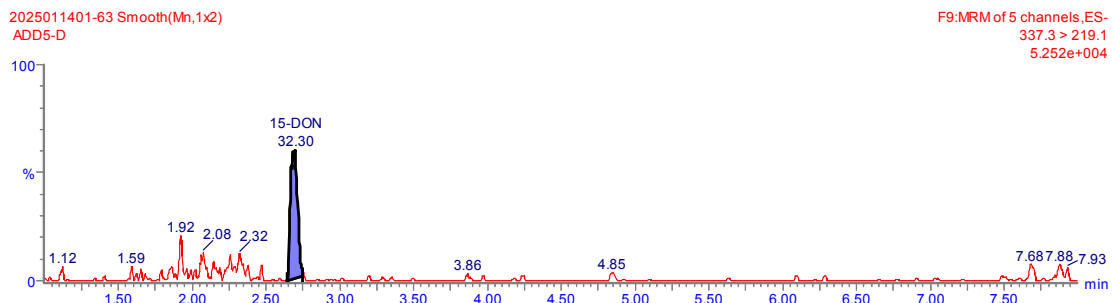
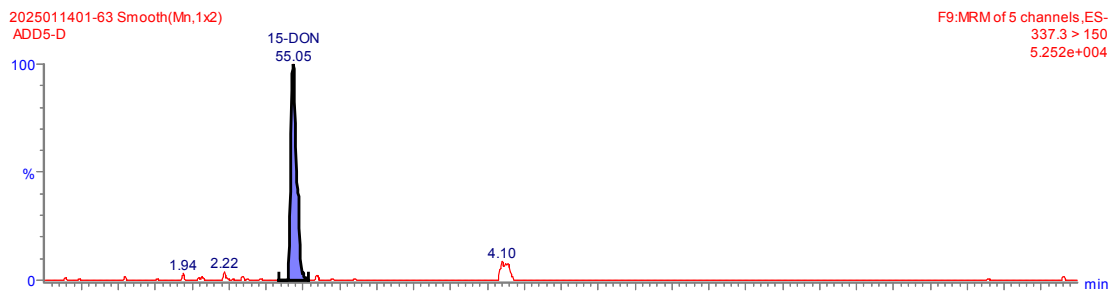


图 103 玉米粉中 15-AcDON 定量限谱图

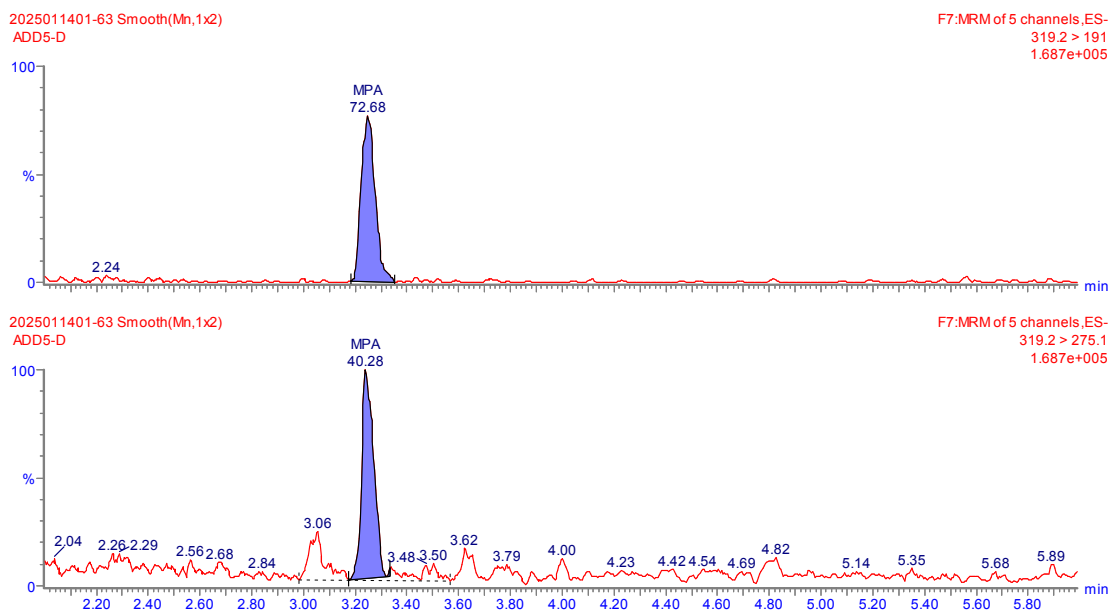


图 104 玉米粉中 MPA 定量限谱图

2.3.3 方法的准确度和精密度

按一倍定量限、两倍定量限以及五倍定量限的浓度进行批内以及批间添加回收实验，考察回收率以及精密度，添加浓度见表 23，6 种基质批内以及批间的测定结果见表 23~29。

结果表明，在鸡添加剂预混合料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、牛精料补充料、玉米粉、豆粕等 6 种基质的方法准确度和精密度实验，实验数据显示回收率及精密度均符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》要求，说明本方法适用于鸡添加剂预混合料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、牛精料补充料、玉米粉、豆粕等基质的方法中 19 种真菌毒素的测定。

表 23 准确度和精密度实验添加浓度表

单位 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	一倍定量限添加量	两倍定量限添加量	五倍定量限添加量
AFB ₁	2.0	4.0	10
AFB ₂	2.0	4.0	10
AFG ₁	2.0	4.0	10
AFG ₂	4.0	8.0	20
OTA	5.0	10	25
T-2	10	20	50
HT-2	40	80	200
ST	2.0	4.0	10

FB ₁	30	60	150
FB ₂	30	60	150
FB ₃	30	60	150
TEA	30	60	150
AOH	40	80	200
AME	4.0	8.0	20
TEN	10	20	50
ZEN	10	20	50
DON	50	100	250
3-AcDON	50	100	250
15-AcDON	50	100	250
DON-3G	50	100	250
MPA	40	80	200

表 24 准确度及精密度的试验结果-鸡预混合饲料

鸡预混合饲料	添加量 /μg/kg	批次	回收率 (%)						平均回收率 /%	批内 RSD/ %	批间 RSD /%
AFB ₁	2.0	I	106.5	102.5	95.0	98.5	103.5	108.5	102.4	4.89	7.17
		II	108.0	104.5	109.0	112.0	110.0	97.5	106.8	4.87	
		III	115.3	94.8	107.3	105.8	85.3	97.8	101.0	10.5	
	4.0	I	99.8	96.3	97.5	98.5	100.5	97.3	98.3	1.64	8.44
		II	92.5	93.5	81.0	80.5	100.3	110.0	93.0	12.2	
		III	104.4	104.9	110.1	107.1	103.4	105.1	105.8	2.30	
	10	I	94.5	91.3	96.4	96.1	94.2	95.1	94.6	1.94	8.02
		II	88.2	85.1	80.6	82.8	87.1	90.8	85.8	4.33	
		III	101.4	99.3	97.9	106.4	92.5	108.8	101.0	5.86	
AFB ₂	2.0	I	92.3	89.3	108.8	94.3	95.8	103.8	97.3	7.62	7.31
		II	103.8	103.3	94.8	105.3	102.3	111.3	103.4	5.14	
		III	110.8	113.8	107.3	111.8	111.8	108.8	110.7	2.11	
	4.0	I	108.6	106.4	108.4	105.9	104.4	106.9	106.8	1.49	7.32
		II	109.9	112.4	84.4	102.1	104.1	111.9	104.1	10.1	
		III	110.9	109.4	89.9	115.9	112.4	106.4	107.5	8.54	
	10	I	100.2	101.8	98.2	98.0	97.3	96.5	98.6	2.00	4.73
		II	93.9	97.5	91.3	90.2	89.6	100.2	93.7	4.56	
		III	91.6	100.5	95.6	105.7	103.8	99.6	99.4	5.24	
AFG ₁	2.0	I	101.8	115.3	97.8	114.3	106.3	104.3	106.6	6.51	6.35
		II	113.3	118.8	102.8	111.3	110.8	101.8	109.8	5.90	

		III	97.5	103.0	97.5	105.0	109.5	116.0	104.8	6.85	
	4.0	I	91.4	101.9	94.4	97.9	106.4	111.9	100.6	7.61	5.59
		II	99.1	95.9	95.1	98.1	93.1	103.4	97.5	3.70	
		III	107.0	106.3	104.5	105.3	102.3	97.8	103.8	3.28	
	10	I	92.2	115.4	95.8	79.2	92.7	110.8	97.6	13.6	8.75
		II	103.6	99.5	96.2	100.9	104.8	110.2	102.5	4.72	
		III	109.3	108.4	101.3	105.1	112.0	109.1	107.5	3.51	
AFG ₂	4.0	I	113.6	114.4	112.4	104.1	112.1	104.9	110.3	4.11	12.8
		II	116.5	110.0	103.5	107.5	103.5	106.3	107.9	4.54	
		III	84.1	85.1	81.6	81.4	82.6	87.6	83.8	2.85	
	8.0	I	107.6	105.2	107.2	101.3	105.1	107.9	105.7	2.34	7.37
		II	112.8	95.0	95.8	79.0	107.0	98.0	97.9	11.9	
		III	101.8	100.4	103.6	106.1	109.3	106.9	104.7	3.20	
	20	I	95.5	103.9	96.0	97.0	99.8	107.1	99.9	4.71	6.85
		II	102.4	100.3	86.0	93.2	101.1	100.1	97.2	6.53	
		III	108.9	104.5	110.6	110.8	111.6	109.4	109.3	2.32	
OTA	5.0	I	111.8	111.0	110.4	107.8	113.6	113.8	111.4	2.00	18.7
		II	88.6	80.8	72.0	95.6	78.2	95.6	85.1	11.4	
		III	77.7	69.9	80.7	75.1	69.9	76.1	74.9	5.76	
	10	I	118.3	104.0	107.3	96.4	101.5	106.6	105.7	6.94	12.7
		II	107.2	86.3	81.1	101.6	110.4	91.1	96.3	12.3	
		III	84.7	78.5	103.5	88.7	79.7	82.8	86.3	10.6	
	25	I	80.0	89.4	94.5	88.2	93.4	95.2	90.1	6.33	14.3
		II	83.9	82.0	82.2	77.1	88.2	97.1	85.1	8.11	
		III	63.2	69.7	68.4	61.6	66.5	72.6	67.0	6.13	
T-2	10	I	108.5	109.2	92.5	99.2	108.8	97.2	102.6	7.02	6.34
		II	105.1	105.5	108.7	108.6	103.5	111.3	107.1	2.71	
		III	112.5	116.3	116.6	114.1	114.1	99.4	112.2	5.74	
	20	I	103.5	106.2	96.1	96.8	108.0	108.2	103.1	5.28	7.11
		II	106.0	92.1	98.9	95.3	112.2	108.9	102.2	7.83	
		III	115.6	111.9	115.6	110.6	113.1	115.1	113.6	1.87	
	50	I	107.8	99.9	105.3	100.4	104.1	107.8	104.2	3.31	9.39
		II	88.0	97.4	81.9	87.9	90.5	92.6	89.7	5.79	
		III	107.2	118.4	102.4	106.0	101.8	112.3	108.0	5.89	
HT-2	40	I	110.8	106.3	102.3	100.6	117.1	106.7	107.3	5.60	4.72
		II	103.8	115.0	112.0	110.6	113.9	108.8	110.7	3.64	
		III	116.3	116.5	114.4	111.1	106.7	116.8	113.6	3.53	
	80	I	100.4	90.8	93.0	89.6	94.1	95.0	93.8	4.04	8.23
		II	114.8	107.5	106.6	112.9	101.6	103.5	107.8	4.81	
		III	110.2	113.3	96.8	115.6	106.8	105.5	108.0	6.18	
	200	I	101.9	93.3	92.8	105.7	105.1	98.8	99.6	5.66	4.79
		II	101.5	95.6	103.6	103.8	94.1	96.7	99.2	4.30	
		III	94.4	100.6	90.3	97.4	93.9	96.0	95.4	3.67	

ST	2.0	I	106.0	104.0	104.5	112.5	107.0	100.5	105.8	3.77	6.37
		II	97.5	94.0	113.0	114.5	104.0	105.5	104.8	7.78	
		III	114.5	110.0	116.0	117.0	118.0	112.0	114.6	2.68	
	4.0	I	101.5	90.5	97.5	86.8	92.3	87.5	92.7	6.25	9.80
		II	101.0	90.0	83.0	96.5	110.0	109.0	98.3	10.8	
		III	96.8	93.8	83.0	91.8	75.0	84.8	87.5	9.24	
	10	I	69.1	72.1	75.3	76.1	80.0	70.7	73.9	5.43	14.2
		II	104.3	97.8	93.1	81.2	73.8	91.8	90.3	12.3	
		III	77.1	71.5	63.9	68.1	71.4	74.7	71.1	6.60	
FB ₁	30	I	110.9	110.3	101.7	103.1	107.2	112.5	107.6	4.12	8.41
		II	116.9	115.2	115.6	92.7	114.7	91.7	107.8	11.2	
		III	106.7	113.3	114.1	108.9	105.0	86.0	105.7	9.73	
	60	I	118.9	107.4	111.3	97.3	113.9	117.6	111.1	7.15	10.2
		II	105.9	107.1	99.2	84.8	111.3	86.9	99.2	11.2	
		III	111.1	85.4	100.4	96.6	98.7	98.7	98.5	8.37	
	150	I	100.9	95.7	98.6	97.9	100.0	102.0	99.2	2.28	4.19
		II	101.8	105.3	104.2	100.3	96.2	99.9	101.3	3.23	
		III	107.0	106.5	94.8	94.4	95.1	106.2	100.7	6.41	
FB ₂	30	I	107.2	98.8	99.0	116.4	84.9	80.8	97.8	13.7	11.2
		II	97.3	95.2	117.0	111.8	116.7	112.7	108.4	8.93	
		III	114.5	115.2	107.3	88.9	113.2	113.0	108.7	9.29	
	60	I	102.6	100.2	111.3	99.0	106.5	90.8	101.8	6.85	7.45
		II	106.6	84.6	100.3	117.2	103.5	110.4	103.8	10.7	
		III	99.7	104.7	109.9	110.0	106.3	98.0	104.8	4.81	
	150	I	96.5	95.9	98.5	102.0	98.7	98.0	98.3	2.20	5.07
		II	109.6	103.0	98.0	106.3	89.1	108.6	102.4	7.59	
		III	99.1	100.9	99.8	107.1	105.5	101.7	102.4	3.13	
FB ₃	30	I	112.1	116.8	111.7	89.5	91.3	96.8	103.0	11.5	8.55
		II	98.2	107.6	101.6	115.0	87.0	104.2	102.3	9.22	
		III	101.4	95.5	103.7	95.2	96.2	100.9	98.8	3.66	
	60	I	106.9	106.4	98.1	94.4	114.0	98.1	103.0	7.14	8.45
		II	98.6	99.6	98.1	103.4	106.3	101.9	101.3	3.15	
		III	80.5	87.8	98.4	97.6	112.4	88.6	94.2	11.8	
	150	I	95.5	103.5	92.8	110.6	96.9	97.2	99.4	6.55	5.30
		II	100.8	98.7	100.6	102.9	96.4	104.3	100.6	2.82	
		III	97.7	95.3	87.2	98.4	94.3	103.3	96.0	5.59	
AOH	40	I	118.1	105.4	107.8	107.0	109.9	113.3	110.2	4.26	6.19
		II	112.9	115.7	108.0	101.5	112.5	104.2	109.1	5.07	
		III	89.8	106.1	117.0	106.4	101.8	109.5	105.1	8.60	
	80	I	97.8	93.1	100.9	95.3	98.1	96.4	96.9	2.75	8.00
		II	108.6	85.6	106.9	114.6	109.0	105.8	105.1	9.55	
		III	102.2	92.8	88.0	95.2	108.0	107.5	98.9	8.30	
	200	I	84.3	96.2	96.4	88.5	96.7	98.4	93.4	6.05	5.92

		II	96.5	100.2	89.9	99.1	96.2	102.9	97.5	4.60	
		III	101.2	87.3	86.2	89.8	98.5	91.8	92.5	6.62	
AME	4.0	I	112.3	108.5	97.0	94.0	96.5	91.5	100.0	8.39	7.35
		II	115.5	110.3	112.0	103.8	92.8	102.8	106.2	7.71	
		III	99.1	95.4	95.4	101.4	108.1	99.9	99.9	4.73	
	8.0	I	91.8	93.1	95.5	93.0	100.4	83.1	92.8	6.09	7.98
		II	101.1	96.1	106.5	92.1	95.8	92.6	97.4	5.66	
		III	98.1	97.6	73.4	94.4	100.2	85.3	91.5	11.2	
	20	I	90.9	83.8	91.7	93.2	89.2	103.3	92.0	6.97	7.68
		II	82.9	85.3	92.4	97.1	78.1	94.4	88.3	8.40	
		III	86.7	92.3	82.4	98.2	95.2	102.8	92.9	8.07	
TEN	10	I	102.9	93.6	103.0	88.0	99.6	104.6	98.6	6.61	7.96
		II	111.0	112.4	107.9	116.5	102.4	105.4	109.2	4.65	
		III	118.5	113.8	118.6	107.4	118.0	111.8	114.7	3.96	
	20	I	109.5	94.5	102.8	89.5	98.3	82.8	96.2	9.88	9.47
		II	116.7	103.0	111.1	107.8	107.3	117.9	110.6	5.22	
		III	116.6	104.0	116.6	116.0	115.1	106.5	112.4	5.06	
	50	I	94.3	92.8	82.0	96.3	99.5	103.0	94.7	7.61	9.55
		II	105.4	98.6	92.7	109.9	104.1	115.5	104.3	7.72	
		III	113.3	113.8	89.5	105.7	105.0	117.3	107.4	9.32	
ZEN	10	I	110.5	113.0	118.5	100.8	115.3	117.2	112.6	5.72	6.67
		II	104.3	109.8	111.5	107.0	107.5	99.8	106.7	3.91	
		III	107.4	116.6	110.5	98.8	102.8	91.9	104.6	8.39	
	20	I	112.1	105.0	101.1	105.3	107.2	104.4	105.8	3.44	6.54
		II	111.6	86.6	97.7	100.5	104.7	101.4	100.4	8.24	
		III	89.6	105.0	93.8	99.3	104.0	103.5	99.2	6.31	
	50	I	90.6	99.3	92.7	93.9	92.9	93.5	93.8	3.12	6.84
		II	93.7	92.7	81.0	83.6	92.2	86.9	88.3	6.03	
		III	81.5	90.7	77.3	89.8	86.9	100.5	87.8	9.19	
DON	50	I	102.9	105.8	109.6	101.4	102.7	101.2	103.9	3.12	8.53
		II	112.8	95.2	86.0	87.8	97.7	117.0	99.4	12.92	
		III	105.6	101.1	104.2	116.4	99.5	115.9	107.1	6.85	
	100	I	94.9	91.2	94.7	96.7	103.2	97.9	96.4	4.16	6.70
		II	87.5	105.0	86.1	102.1	85.2	89.1	92.5	9.41	
		III	102.5	93.8	91.6	87.1	89.4	98.8	93.9	6.22	
	250	I	93.6	93.6	96.7	99.4	99.6	100.2	97.2	3.12	7.10
		II	85.9	87.4	81.0	82.1	81.3	82.1	83.3	3.21	
		III	86.3	88.6	87.5	88.3	88.0	88.4	87.9	0.97	
3-AcDO N	50	I	117.1	115.1	103.3	105.6	94.5	103.2	106.4	7.88	7.42
		II	113.2	114.4	113.5	115.7	99.2	117.3	112.2	5.83	
		III	102.3	115.3	109.7	104.6	102.4	91.6	104.3	7.66	
	100	I	102.6	94.4	96.3	100.0	98.3	96.7	98.1	2.97	4.93
		II	97.9	99.6	102.2	91.0	105.4	108.8	100.8	6.15	

	250	III	105.1	104.7	106.6	102.8	92.6	101.9	102.3	4.91	4.41	
		I	82.7	88.4	91.2	85.9	87.6	91.1	87.8	3.70		
		II	91.3	92.4	81.3	83.9	82.5	91.7	87.2	5.88		
		III	85.1	81.1	85.2	85.6	83.5	83.9	84.1	1.99		
15-AcDON	50	I	77.2	93.3	105.1	85.1	89.5	69.5	86.6	14.4	11.1	
		II	87.3	80.6	83.2	90.9	74.9	67.3	80.7	10.6		
		III	92.4	92.1	86.1	93.8	94.4	92.1	91.8	3.23		
	100	I	95.7	85.5	91.1	91.2	80.7	82.0	87.7	6.75	5.53	
		II	93.1	91.7	91.3	85.6	86.9	88.9	89.6	3.32		
		III	85.2	93.4	93.8	95.3	90.5	80.0	89.7	6.64		
	250	I	90.6	93.0	89.6	97.7	96.5	99.0	94.4	4.15	5.99	
		II	88.5	82.0	82.3	92.0	82.6	89.1	86.1	5.01		
		III	86.5	88.1	87.6	87.9	85.4	81.1	86.1	3.09		
	MPA	40	I	108.7	112.7	106.2	99.6	119.4	113.3	110.0	6.18	4.52
			II	107.7	114.7	108.8	105.8	103.9	117.6	109.7	4.83	
			III	106.7	108.7	113.5	108.9	110.2	114.9	110.5	2.80	
80		I	111.3	99.7	109.2	107.7	104.3	96.9	104.9	5.36	7.16	
		II	97.1	98.5	102.3	109.0	93.3	113.0	102.2	7.36		
		III	114.5	118.5	98.9	109.0	118.4	106.0	110.9	6.99		
200		I	89.5	94.8	93.4	93.3	96.2	95.7	93.8	2.56	5.50	
		II	100.0	94.9	90.1	100.2	88.2	99.1	95.4	5.51		
		III	101.7	106.8	91.1	106.3	95.1	95.3	99.4	6.53		

表 25 准确度及精密度的试验结果-猪浓缩饲料

猪浓缩饲料	添加量 μg/kg	批次	回收率 (%)						平均回收率/%	批内RSD/%	批间RSD/%
AFB ₁	2.0	I	106.0	101.5	91.0	103.0	105.5	100.0	101.2	5.42	7.15
		II	88.0	91.0	86.0	86.0	102.0	100.5	92.3	7.83	
		III	97.3	91.3	88.8	89.8	92.8	99.8	93.3	4.67	
	4.0	I	89.8	97.8	97.3	99.3	101.0	101.5	97.8	4.37	8.33
		II	84.3	76.3	89.5	96.5	91.0	95.5	88.8	8.54	
		III	85.4	87.6	99.9	98.1	106.9	85.1	93.8	9.66	
	10	I	103.5	99.2	102.8	94.3	97.8	103.4	100.2	3.72	9.37
		II	80.8	87.9	88.6	95.4	100.3	92.4	90.9	7.42	
		III	110.0	113.7	95.4	102.1	112.9	114.7	108.1	7.15	
AFB ₂	2.0	I	110.8	107.3	97.3	101.8	96.8	106.3	103.3	5.50	7.24
		II	86.5	92.0	95.5	89.5	96.5	87.5	91.3	4.54	
		III	91.3	107.3	102.3	102.3	98.3	98.8	100.0	5.36	
	4.0	I	105.1	98.6	101.4	102.1	103.1	97.9	101.4	2.70	8.20
		II	87.8	104.8	84.5	94.8	103.3	95.5	95.1	8.49	
		III	104.4	114.4	112.4	108.4	115.6	109.4	110.8	3.78	

	10	I	106.4	101.5	99.6	99.6	101.6	99.3	101.3	2.65	6.41
		II	91.9	102.2	104.4	101.0	112.4	101.3	102.2	6.45	
		III	109.3	112.8	110.4	108.2	117.9	115.5	112.3	3.36	
AFG ₁	2.0	I	83.0	96.5	115.0	91.5	96.5	106.0	98.1	11.4	8.32
		II	98.5	99.5	98.5	107.5	111.5	110.0	104.3	5.83	
		III	116.5	107.0	99.5	104.0	96.0	107.0	105.0	6.77	
	4.0	I	115.3	104.0	113.8	117.0	100.8	111.3	110.3	5.92	7.07
		II	113.3	103.5	103.0	105.8	118.0	109.0	108.8	5.45	
		III	101.8	98.8	97.8	98.8	91.3	107.3	99.3	5.27	
	10	I	98.3	104.3	110.1	110.1	107.5	109.4	106.6	4.35	5.01
		II	111.1	114.7	109.3	112.1	114.4	114.5	112.7	1.97	
		III	99.6	100.8	100.3	101.6	108.5	107.5	103.1	3.79	
AFG ₂	4.0	I	115.4	113.9	102.9	110.6	101.6	104.4	108.1	5.48	15.6
		II	67.1	83.9	90.1	73.9	81.4	70.9	77.9	11.2	
		III	103.9	101.4	112.1	93.1	103.4	96.4	101.7	6.50	
	8.0	I	111.7	119.2	117.1	96.3	104.7	102.9	108.6	8.15	6.06
		II	107.9	107.9	98.1	114.2	99.2	108.2	105.9	5.80	
		III	103.6	102.9	112.3	105.3	102.7	112.9	106.6	4.45	
	20	I	115.0	109.4	104.1	109.6	105.9	113.2	109.6	3.78	4.23
		II	109.8	109.1	103.7	102.5	107.8	116.1	108.2	4.50	
		III	118.8	107.4	111.5	116.4	112.9	113.6	113.4	3.47	
OTA	5.0	I	100.8	69.6	105.4	92.0	81.2	97.4	91.1	14.7	11.1
		II	84.3	97.3	77.3	78.7	92.9	83.5	85.7	9.23	
		III	93.6	88.4	88.0	99.6	75.8	83.6	88.2	9.27	
	10	I	104.1	95.5	105.7	93.3	82.7	70.0	91.9	14.8	9.32
		II	99.0	85.7	87.8	87.5	86.4	84.8	88.5	5.93	
		III	89.2	97.5	100.1	94.6	92.2	92.6	94.4	4.17	
	25	I	95.8	81.7	95.0	85.2	82.3	98.0	89.7	8.23	8.00
		II	80.1	90.9	92.1	85.6	89.5	86.3	87.4	5.00	
		III	79.2	87.6	87.3	75.6	77.3	75.6	80.4	6.93	
T-2	10	I	96.3	96.3	113.1	107.3	106.1	105.8	104.2	6.4	9.43
		II	85.1	104.6	106.7	111.3	101.7	83.0	98.7	12.0	
		III	93.3	118.9	106.1	111.9	99.2	92.8	103.7	10.1	
	20	I	98.0	108.8	96.0	104.4	107.9	99.3	102.4	5.26	5.27
		II	99.6	108.5	107.3	110.3	114.2	116.7	109.4	5.47	
		III	109.1	111.5	111.2	106.1	107.0	103.9	108.1	2.78	
	50	I	113.2	106.7	100.1	96.9	104.9	101.4	103.9	5.54	5.64
		II	110.8	107.1	105.5	116.4	113.5	115.7	111.5	4.05	
		III	113.3	116.3	116.2	110.3	115.2	115.6	114.5	2.02	
HT-2	40	I	82.1	83.8	94.7	77.4	73.6	73.4	80.8	9.94	11.4
		II	97.7	99.9	93.6	116.0	98.6	92.9	99.8	8.45	
		III	96.1	97.7	91.8	90.2	91.2	93.6	93.4	3.15	
	80	I	116.0	104.7	97.8	114.5	105.5	83.6	103.7	11.5	8.04

		II	107.2	100.2	107.3	115.4	106.1	108.8	107.5	4.55			
		III	108.8	113.3	117.5	117.9	116.2	116.8	115.1	3.04			
		200	I	104.5	91.6	95.3	105.1	103.2	104.3	100.7		5.71	4.34
			II	103.5	101.3	109.0	107.1	103.8	103.3	104.7		2.72	
			III	95.6	105.3	104.0	107.5	103.7	103.7	103.3		3.93	
ST	2.0	I	89.3	71.3	91.3	93.8	109.8	97.8	92.2	13.6	10.8		
		II	90.3	99.8	108.8	107.8	106.8	97.3	101.8	7.18			
		III	101.5	112.5	83.0	97.0	106.5	94.0	99.1	10.4			
	4.0	I	89.9	93.1	93.9	86.4	89.6	87.4	90.0	3.33	8.04		
		II	79.1	80.6	89.4	90.6	81.9	92.6	85.7	6.79			
		III	80.8	92.5	99.0	90.8	109.5	87.5	93.3	10.6			
	10	I	94.3	70.7	83.7	81.8	81.3	80.9	82.1	9.18	7.98		
		II	81.5	82.1	91.5	83.0	91.8	88.0	86.3	5.48			
		III	80.1	77.3	70.7	75.4	79.6	77.9	76.8	4.48			
FB ₁	30	I	93.0	103.0	97.8	83.6	93.8	86.9	93.0	7.57	9.39		
		II	100.6	101.1	110.1	104.7	94.9	103.9	102.5	4.93			
		III	93.5	109.4	97.2	105.3	94.6	74.3	95.7	12.8			
	60	I	90.3	100.0	101.1	93.4	84.8	78.2	91.3	9.69	9.37		
		II	98.1	92.5	75.0	101.6	96.2	72.6	89.3	13.9			
		III	95.0	94.6	93.4	92.8	96.5	89.5	93.6	2.57			
	150	I	100.8	89.2	92.5	86.6	87.0	86.1	90.4	6.21	8.12		
		II	98.3	87.0	95.7	98.1	86.2	84.3	91.6	7.03			
		III	89.3	101.8	97.0	82.1	84.5	108.8	93.9	11.1			
FB ₂	30	I	108.3	103.0	90.9	86.6	96.0	106.9	98.6	8.99	7.66		
		II	104.5	104.8	101.1	96.1	108.7	81.6	99.5	9.79			
		III	105.3	108.4	103.9	101.4	99.9	104.7	103.9	2.89			
	60	I	87.7	93.7	96.3	91.6	90.7	105.0	94.2	6.41	10.2		
		II	98.0	108.6	114.2	115.9	103.0	108.4	108.0	6.23			
		III	82.5	103.4	101.8	113.7	111.9	118.1	105.2	12.1			
	150	I	105.4	92.0	104.2	100.9	95.3	93.4	98.5	5.82	5.57		
		II	103.8	100.3	99.2	93.2	107.3	107.6	101.9	5.39			
		III	100.6	88.6	104.3	94.7	99.2	100.7	98.0	5.66			
FB ₃	30	I	110.9	114.9	107.3	110.1	107.2	109.8	110.0	2.59	13.6		
		II	97.9	64.4	85.6	99.6	85.8	84.8	86.3	14.6			
		III	109.3	106.6	116.2	97.4	90.8	111.9	105.4	9.04			
	60	I	108.4	104.5	103.9	102.5	106.1	100.8	104.4	2.55	5.30		
		II	100.3	99.1	96.4	104.8	111.7	99.7	102.0	5.37			
		III	94.7	92.3	102.7	110.1	96.0	96.7	98.8	6.63			
	150	I	97.7	100.7	102.6	95.3	94.0	100.9	98.5	3.50	5.29		
		II	104.0	104.4	107.6	103.8	108.2	109.4	106.2	2.30			
		III	93.7	96.2	94.1	102.2	93.6	96.9	96.1	3.42			
AOH	40	I	103.2	97.4	92.3	102.0	107.1	86.5	98.1	7.77	9.58		
		II	91.0	114.8	117.9	107.2	109.6	93.7	105.7	10.4			

		III	88.6	116.1	112.2	112.2	103.3	99.2	105.2	9.82	
	80	I	115.5	115.1	114.8	108.9	106.7	113.0	112.3	3.27	9.52
		II	107.9	107.8	112.2	103.0	110.8	114.3	109.3	3.64	
		III	106.1	81.0	104.8	88.9	105.3	87.3	95.5	11.6	
	200	I	80.8	106.1	106.6	97.0	101.1	100.3	98.6	9.61	10.3
		II	105.2	100.5	108.6	107.3	87.7	86.7	99.3	9.87	
		III	98.9	109.5	82.3	104.9	80.2	106.2	97.0	13.1	
AME	4.0	I	97.4	86.1	108.9	82.6	96.1	99.6	95.1	10.0	10.9
		II	88.4	115.1	114.4	100.4	91.4	103.4	102.2	11.0	
		III	94.9	95.1	115.1	99.1	80.9	88.1	95.5	12.1	
	8.0	I	110.6	111.1	115.3	117.8	117.1	83.6	109.2	11.8	11.3
		II	99.3	108.9	94.9	98.3	111.3	104.4	102.9	6.25	
		III	90.6	97.6	76.8	104.8	110.6	94.2	95.8	12.3	
	20	I	89.7	105.7	99.9	97.8	116.4	112.0	103.6	9.44	7.84
		II	101.4	103.6	106.5	102.3	110.5	109.2	105.6	3.55	
		III	89.1	109.9	99.5	92.0	92.3	108.0	98.5	8.97	
TEN	10	I	82.9	101.7	95.6	95.6	109.5	100.9	97.7	9.08	10.8
		II	98.0	102.8	104.5	79.6	95.2	81.6	93.6	11.4	
		III	117.7	109.0	93.0	100.8	109.8	114.2	107.4	8.45	
	20	I	109.4	104.8	102.5	79.3	103.5	88.6	98.0	11.8	8.46
		II	110.1	111.6	114.7	105.5	107.9	105.1	109.1	3.41	
		III	115.1	106.3	111.9	101.9	99.4	108.6	107.2	5.54	
	50	I	98.8	86.6	92.9	98.1	90.7	97.4	94.1	5.17	9.47
		II	112.4	104.2	108.2	117.0	115.0	108.3	110.9	4.31	
		III	112.6	117.2	116.9	117.6	113.2	112.4	115.0	2.17	
ZEN	10	I	87.4	82.7	95.4	90.2	78.4	76.2	85.1	8.60	11.1
		II	103.3	93.5	85.0	113.2	96.1	92.4	97.2	10.1	
		III	77.8	85.6	105.4	90.5	98.1	81.8	89.8	11.6	
	20	I	72.0	78.2	71.8	66.0	66.5	84.0	73.1	9.53	11.4
		II	66.0	84.9	91.9	89.1	88.2	83.8	84.0	11.0	
		III	74.5	66.9	70.9	85.1	78.0	69.9	74.2	8.84	
	50	I	93.7	91.4	87.3	92.4	89.9	91.2	91.0	2.45	6.96
		II	93.7	94.4	111.6	98.9	86.3	99.8	97.4	8.66	
		III	89.1	87.5	96.3	102.7	85.7	93.8	92.5	6.90	
DON	50	I	91.9	105.7	101.1	114.7	98.8	98.7	101.8	7.61	12.9
		II	85.1	75.6	101.0	86.1	72.5	88.1	84.7	11.9	
		III	78.2	105.5	88.7	106.1	83.5	83.9	91.0	13.1	
	100	I	100.7	101.9	95.2	99.3	102.6	104.4	100.7	3.18	5.91
		II	90.0	97.7	91.9	92.3	93.9	90.5	92.7	3.02	
		III	103.2	104.8	108.0	102.5	108.4	96.5	103.9	4.19	
	250	I	97.2	99.2	102.5	104.3	99.3	98.9	100.2	2.61	3.68
		II	104.3	97.9	94.0	93.3	102.4	101.2	98.9	4.58	
		III	100.5	98.2	96.9	107.5	103.7	98.6	100.9	3.97	

3-AcDON	50	I	113.4	117.4	119.4	119.4	116.1	106.3	115.3	4.31	7.50
		II	95.2	100.3	106.2	103.5	94.9	100.9	100.2	4.48	
		III	103.4	103.9	115.6	115.5	116.5	110.2	110.8	5.42	
	100	I	93.7	99.3	96.0	100.7	96.8	97.0	97.3	2.53	7.84
		II	87.0	92.0	84.6	112.3	99.2	89.7	94.1	10.9	
		III	105.5	108.9	108.2	103.7	105.0	104.5	106.0	1.99	
	250	I	101.4	103.1	102.7	97.6	104.0	103.4	102.0	2.32	2.62
		II	102.5	103.4	100.3	98.2	104.0	107.3	102.6	3.07	
		III	105.2	106.4	104.8	106.4	106.0	105.1	105.6	0.67	
15-AcDON	50	I	87.6	78.0	84.4	109.8	104.0	108.5	95.4	14.4	11.5
		II	112.5	105.3	112.3	103.8	103.7	98.3	106.0	5.20	
		III	94.2	91.5	106.3	111.0	77.7	107.1	98.0	12.8	
	100	I	98.0	96.2	108.9	107.8	105.5	107.2	103.9	5.23	7.44
		II	104.1	98.8	104.8	106.3	104.4	107.4	104.3	2.87	
		III	90.8	87.8	90.9	93.5	90.4	90.6	90.7	1.97	
	250	I	105.3	103.1	104.0	96.6	106.8	105.2	103.5	3.50	3.68
		II	102.6	103.4	106.4	95.8	107.2	105.7	103.5	4.03	
		III	109.8	109.5	100.6	106.3	107.5	107.2	106.8	3.12	
MPA	40	I	79.0	78.5	78.2	78.8	77.7	80.6	78.8	1.25	8.69
		II	81.4	82.8	66.6	84.1	89.1	93.4	82.9	11.0	
		III	73.0	94.4	85.7	80.5	72.3	87.1	82.2	10.5	
	80	I	103.0	98.1	96.4	104.2	109.9	105.7	102.9	4.85	6.30
		II	96.3	98.2	95.7	102.1	99.9	96.2	98.1	2.58	
		III	91.2	115.5	98.5	112.1	96.1	100.4	102.3	9.27	
	200	I	106.1	103.8	98.4	106.4	106.0	100.2	103.5	3.29	4.18
		II	102.2	103.6	101.4	92.7	109.0	106.2	102.5	5.42	
		III	107.4	97.2	97.5	106.9	102.2	103.5	102.4	4.32	

表 26 准确度及精密度的试验结果-猪配合饲料

猪配合饲料	添加量 μg/kg	批次	回收率 (%)						平均回收率/%	批内RSD/%	批间RSD/%
AFB ₁	2.0	I	102.3	98.3	99.8	106.3	97.3	103.3	101.2	3.34	5.54
		II	98.8	97.8	104.3	103.3	100.8	83.3	98.0	7.80	
		III	97.8	100.3	91.3	106.3	99.8	95.3	98.4	5.15	
	4.0	I	98.1	100.6	100.1	97.6	103.1	98.4	99.7	2.07	8.73
		II	90.1	96.6	90.9	103.6	74.4	96.4	92.0	10.8	
		III	116.6	104.9	106.1	102.4	103.4	93.6	104.5	7.08	
	10	I	101.0	100.2	101.5	99.2	102.5	104.6	101.5	1.86	7.72
		II	98.0	96.4	94.3	89.5	87.0	94.8	93.3	4.52	
		III	104.9	111.6	98.4	116.1	94.2	113.5	106.4	8.26	
AFB ₂	2.0	I	110.0	109.5	109.5	91.5	107.0	100.0	104.6	7.10	8.63
		II	109.5	114.0	110.0	105.5	96.0	105.0	106.7	5.79	

		III	92.8	88.8	94.8	91.3	91.8	90.3	91.6	2.26	
	4.0	I	102.8	100.8	101.5	101.3	100.3	101.0	101.3	0.84	5.27
		II	98.0	107.5	112.0	105.8	95.8	107.3	104.4	5.95	
		III	98.6	103.9	118.4	106.6	107.1	100.1	105.8	6.66	
	10	I	100.8	100.0	91.5	101.6	102.6	109.0	100.9	5.57	5.96
		II	103.4	115.0	94.1	101.6	104.3	99.6	103.0	6.71	
		III	112.4	106.7	104.3	95.3	107.4	97.2	103.8	6.26	
AFG ₁	2.0	I	101.8	110.8	101.8	97.3	115.8	99.3	104.4	6.92	9.80
		II	91.0	88.0	95.5	86.5	87.0	88.5	89.4	3.77	
		III	113.5	99.0	105.5	110.0	110.0	112.0	108.3	4.90	
	4.0	I	109.6	110.1	104.1	113.1	98.1	100.9	106.0	5.54	5.69
		II	108.5	98.5	96.8	117.8	105.3	97.5	104.0	7.88	
		III	106.3	110.8	103.5	107.8	110.8	112.0	108.5	3.00	
	10	I	98.9	112.5	109.1	111.7	101.4	110.1	107.2	5.32	4.24
		II	99.8	100.4	105.7	109.3	102.0	107.9	104.2	3.85	
		III	104.5	101.5	101.5	105.5	100.5	101.3	102.5	1.97	
AFG ₂	4.0	I	103.8	98.0	109.5	107.5	109.3	109.3	106.2	4.30	19.9
		II	72.5	85.0	74.8	72.5	65.8	60.5	71.8	11.6	
		III	76.8	80.3	78.0	93.3	64.8	74.3	77.9	11.9	
	8.0	I	113.4	106.8	105.6	106.6	112.3	111.9	109.4	3.14	8.86
		II	93.8	90.4	104.3	86.8	91.5	98.5	94.2	6.67	
		III	114.9	112.4	115.8	111.6	98.5	111.0	110.7	5.65	
	20	I	114.7	112.5	109.0	110.2	108.5	110.8	110.9	2.08	4.21
		II	110.6	100.5	109.8	108.2	105.5	106.5	106.8	3.42	
		III	115.4	112.3	118.9	118.5	112.6	116.8	115.7	2.46	
OTA	5.0	I	108.0	113.2	117.6	117.0	113.4	109.2	113.1	3.47	14.6
		II	102.7	117.3	99.9	83.9	112.9	108.5	104.2	11.3	
		III	100.6	74.0	93.2	69.6	89.0	92.4	86.5	13.9	
	10	I	101.8	107.5	98.4	104.1	112.7	109.5	105.7	4.97	12.1
		II	82.3	92.5	116.4	105.9	107.8	103.9	101.4	12.0	
		III	96.5	76.1	84.3	83.8	90.3	85.5	86.1	7.96	
	25	I	101.8	91.5	93.6	82.5	89.4	104.0	93.8	8.53	9.76
		II	89.2	100.3	90.4	84.2	91.5	84.9	90.1	6.46	
		III	85.1	71.9	92.6	88.0	77.9	75.0	81.7	9.84	
T-2	10	I	114.2	116.3	103.8	101.6	101.9	91.3	104.9	8.77	7.56
		II	93.8	100.9	98.7	94.7	84.7	100.7	95.6	6.39	
		III	99.7	96.8	98.1	107.1	95.0	96.7	98.9	4.36	
	20	I	91.6	96.6	94.0	102.6	95.6	105.9	97.7	5.55	6.82
		II	111.8	107.4	109.3	113.3	113.2	116.0	111.8	2.76	
		III	110.4	109.6	108.2	100.1	104.8	106.2	106.6	3.57	
	50	I	103.6	102.4	104.2	99.6	99.1	104.6	102.3	2.32	5.44
		II	103.1	113.3	104.7	107.4	98.2	105.3	105.3	4.75	
		III	112.9	114.8	103.1	103.6	114.1	117.1	110.9	5.45	

HT-2	40	I	88.9	98.0	93.9	114.0	110.8	88.5	99.0	11.1	11.2
		II	93.4	81.2	81.1	101.3	101.7	102.5	93.5	10.8	
		III	108.1	109.0	109.4	119.8	95.5	112.2	109.0	7.25	
	80	I	111.8	112.1	89.0	100.8	100.2	116.7	105.1	9.81	6.90
		II	110.3	116.6	117.4	108.3	111.5	114.8	113.1	3.23	
		III	118.7	111.0	114.0	105.3	114.5	117.7	113.5	4.32	
	200	I	106.6	106.2	106.2	109.1	103.6	96.7	104.7	4.12	3.33
		II	107.3	108.4	101.1	105.8	102.2	107.0	105.3	2.83	
		III	100.7	109.7	105.4	102.0	101.7	108.1	104.6	3.55	
ST	2.0	I	113.0	111.5	118.5	117.0	116.0	108.5	114.1	3.30	14.6
		II	102.0	87.5	94.5	94.0	86.0	110.5	95.8	9.62	
		III	98.8	86.3	76.8	96.8	68.3	94.8	86.9	14.1	
	4.0	I	99.8	96.0	104.8	108.0	86.5	103.8	99.8	7.75	13.5
		II	77.3	87.8	86.5	91.3	84.0	94.5	86.9	6.89	
		III	80.6	67.1	78.9	69.6	82.4	77.4	76.0	8.15	
	10	I	89.7	87.6	86.2	85.6	90.7	92.8	88.8	3.14	13.4
		II	76.8	78.5	80.8	75.2	71.1	76.5	76.5	4.27	
		III	61.5	63.4	66.5	71.0	61.5	69.5	65.5	6.24	
FB ₁	30	I	112.4	78.8	91.0	86.0	111.8	90.0	95.0	14.6	12.3
		II	105.2	95.0	97.9	103.0	83.2	79.2	93.9	11.2	
		III	102.9	102.8	85.0	83.5	80.4	80.2	89.1	12.1	
	60	I	108.9	92.8	79.3	98.5	93.0	112.3	97.5	12.3	9.08
		II	108.5	103.3	115.8	90.9	106.7	94.9	103.4	8.87	
		III	113.5	105.2	100.4	103.1	98.3	105.3	104.3	5.08	
	150	I	105.7	93.7	104.5	96.1	103.5	102.1	100.9	4.83	3.88
		II	92.0	97.1	95.3	97.6	98.3	100.1	96.7	2.89	
		III	99.5	98.8	96.6	96.7	99.7	104.3	99.2	2.83	
FB ₂	30	I	87.5	81.5	82.1	84.3	82.7	76.3	82.4	4.5	10.2
		II	73.7	65.8	92.9	77.0	83.3	70.5	77.2	12.6	
		III	76.6	72.5	76.0	62.0	75.3	89.1	75.2	11.5	
	60	I	115.2	105.3	119.7	103.2	97.2	102.3	107.1	7.97	10.5
		II	93.2	111.4	99.0	107.7	96.7	99.5	101.3	6.81	
		III	86.5	74.6	100.8	104.3	106.3	89.6	93.7	13.1	
	150	I	108.2	98.7	106.0	105.3	108.8	103.5	105.1	3.50	3.85
		II	107.9	106.4	100.5	99.5	100.2	107.1	103.6	3.77	
		III	97.6	109.6	102.5	98.3	100.9	101.6	101.7	4.20	
FB ₃	30	I	89.8	88.6	98.1	101.8	106.5	92.9	96.3	7.38	11.2
		II	86.7	86.5	90.3	75.2	72.2	94.4	84.2	10.3	
		III	105.4	79.2	82.1	81.5	81.4	80.0	84.9	11.9	
	60	I	108.1	109.6	112.0	112.2	107.5	114.4	110.6	2.44	5.88
		II	98.5	98.1	105.7	111.6	110.3	106.3	105.1	5.43	
		III	99.1	101.5	108.1	112.9	93.1	113.9	104.8	7.89	
	150	I	109.0	105.5	102.2	107.9	107.2	105.8	106.3	2.25	4.21

		II	105.1	105.1	105.6	100.5	101.7	103.1	103.5	2.03	
		III	104.7	101.7	92.5	98.5	99.0	95.8	98.7	4.35	
TEA	30	I	112.8	115.0	98.0	116.5	100.2	107.2	108.3	7.23	8.82
		II	113.6	109.8	103.5	99.4	76.3	103.6	101.0	13.0	
		III	103.3	97.0	104.0	99.1	101.3	101.8	101.1	2.63	
	60	I	88.9	116.4	105.3	93.3	100.2	89.1	98.9	10.9	10.0
		II	89.1	93.3	84.7	83.1	84.0	83.7	86.3	4.67	
		III	110.0	98.3	95.7	99.1	104.1	96.3	100.6	5.47	
	150	I	84.0	83.1	83.5	94.4	87.9	87.9	86.8	4.97	5.26
		II	89.4	91.6	88.0	92.7	91.6	90.9	90.7	1.85	
		III	80.0	82.3	90.7	88.9	98.1	91.9	88.6	7.45	
AOH	40	I	90.6	102.3	102.0	94.5	100.4	101.7	98.6	5.0	7.30
		II	97.2	109.1	112.9	116.7	115.1	114.2	110.9	6.47	
		III	110.3	99.7	104.4	115.1	101.7	107.3	106.4	5.35	
	80	I	84.5	88.4	88.9	90.0	93.0	91.4	89.3	3.26	10.2
		II	103.8	93.1	84.0	84.3	87.5	96.9	91.6	8.55	
		III	102.5	97.1	71.0	80.5	72.3	80.8	84.0	15.4	
	200	I	82.5	89.7	84.1	80.8	83.7	83.5	84.1	3.57	5.67
		II	83.0	83.6	80.8	80.3	86.3	85.2	83.2	2.85	
		III	92.8	96.8	91.9	92.4	91.5	86.7	92.0	3.51	
AME	4.0	I	91.8	113.3	115.8	93.5	105.8	113.3	105.5	10.0	7.59
		II	117.0	112.8	103.8	111.8	90.0	102.8	106.3	9.12	
		III	107.4	112.6	102.9	111.1	109.9	107.4	108.5	3.19	
	8.0	I	101.1	94.4	114.0	85.9	101.0	99.5	99.3	9.30	12.7
		II	80.0	73.5	88.3	72.4	86.4	92.8	82.2	10.1	
		III	83.4	106.1	111.6	93.3	97.6	99.2	98.5	9.98	
	20	I	93.0	84.6	85.5	84.7	85.1	88.2	86.8	3.78	9.88
		II	78.5	75.9	88.6	70.2	76.4	80.2	78.3	7.76	
		III	81.1	95.0	92.2	62.1	81.2	84.1	82.6	14.0	
TEN	10	I	100.3	103.2	97.0	96.2	103.8	105.2	101.0	3.70	10.3
		II	111.7	116.2	110.6	117.6	116.4	116.7	114.8	2.56	
		III	102.0	101.3	84.2	86.5	92.1	90.3	92.7	8.03	
	20	I	107.7	101.4	105.7	113.8	106.5	118.1	108.8	5.54	4.93
		II	114.0	114.6	114.0	115.0	112.4	115.9	114.3	1.04	
		III	105.8	104.4	114.3	98.8	109.9	110.8	107.3	5.10	
	50	I	109.7	98.6	108.9	102.1	101.7	105.3	104.4	4.18	5.41
		II	96.2	111.3	106.1	113.7	112.1	110.9	108.4	6.00	
		III	117.6	110.3	111.2	98.8	107.1	105.3	108.4	5.83	
ZEN	10	I	117.2	102.4	116.2	99.9	104.3	111.1	108.5	6.78	14.0
		II	85.1	105.7	112.6	100.9	76.2	107.1	97.9	14.5	
		III	95.8	79.6	92.5	93.3	68.7	98.1	88.0	13.0	
	20	I	89.9	82.8	95.1	87.8	89.2	95.3	90.0	5.25	10.6
		II	88.3	101.8	88.4	90.1	86.9	108.5	94.0	9.51	

		III	75.3	87.6	73.0	71.1	82.1	93.1	80.4	10.9	
	50	I	103.1	96.3	99.6	98.1	101.0	89.3	97.9	4.92	12.0
		II	69.1	85.2	87.9	88.8	86.4	71.5	81.5	10.8	
		III	81.2	112.9	90.4	94.1	86.3	82.6	91.2	12.8	
DON	50	I	99.7	97.6	108.8	111.7	106.9	98.8	103.9	5.73	11.8
		II	72.0	85.5	96.0	99.5	82.3	83.2	86.4	11.6	
		III	110.1	109.4	104.1	108.9	91.8	109.9	105.7	6.80	
	100	I	99.9	97.1	104.2	94.3	101.4	105.5	100.4	4.23	6.49
		II	83.0	90.8	98.4	108.3	89.5	106.5	96.1	10.4	
		III	103.9	101.5	100.9	102.5	97.4	98.9	100.8	2.35	
	250	I	94.4	92.7	100.9	95.3	104.3	97.3	97.5	4.48	6.52
		II	84.7	84.9	88.1	86.4	93.3	86.6	87.3	3.66	
		III	95.2	103.9	90.6	98.2	90.7	97.4	96.0	5.26	
3-AcDON	50	I	105.6	101.7	109.1	113.2	114.4	107.4	108.6	4.37	7.43
		II	113.5	104.2	115.7	117.0	110.5	99.4	110.1	6.29	
		III	109.7	108.2	102.0	91.9	88.9	115.0	102.6	10.1	
	100	I	107.1	104.7	99.5	101.9	108.2	102.0	103.9	3.21	3.58
		II	96.3	99.1	103.7	95.9	99.6	100.1	99.1	2.88	
		III	100.6	95.5	96.3	100.5	100.9	100.4	99.0	2.50	
	250	I	103.3	96.8	100.5	96.4	96.9	95.5	98.2	3.10	4.22
		II	102.3	98.1	105.5	106.1	92.9	106.2	101.9	5.28	
		III	101.0	103.4	103.9	98.8	107.6	103.2	103.0	2.87	
15-AcDON	50	I	112.4	79.5	96.9	93.2	95.6	77.3	92.5	13.9	12.0
		II	113.8	105.5	114.9	111.5	108.3	116.0	111.7	3.64	
		III	88.6	89.7	112.1	99.3	98.9	108.1	99.5	9.53	
	100	I	99.3	86.8	108.6	104.3	102.6	104.3	101.0	7.51	5.53
		II	106.1	107.9	100.6	91.1	96.3	100.9	100.5	6.19	
		III	98.2	101.3	95.0	98.3	99.5	100.5	98.8	2.21	
	250	I	104.7	97.7	108.1	105.6	103.9	94.3	102.4	5.14	4.49
		II	93.0	104.4	102.7	99.8	106.3	108.5	102.5	5.36	
		III	101.1	106.2	105.2	108.8	98.9	102.9	103.9	3.48	
DON-3G	50	I	110.1	100.0	100.8	104.4	97.3	99.7	102.0	4.46	8.82
		II	99.4	107.2	98.2	81.1	100.7	106.9	98.9	9.63	
		III	102.2	108.8	104.2	77.6	88.9	99.4	96.8	11.9	
	100	I	91.6	90.8	95.1	109.2	100.3	98.8	97.6	6.98	14.1
		II	77.4	93.8	60.2	71.6	73.6	73.0	74.9	14.6	
		III	96.0	96.7	92.5	93.9	95.7	89.4	94.0	2.91	
	250	I	89.1	101.0	97.7	82.1	86.2	84.2	90.1	8.47	7.68
		II	85.0	102.0	96.8	104.6	89.9	92.5	95.1	7.84	
		III	89.9	86.2	92.2	86.4	85.3	82.7	87.1	3.91	
MPA	40	I	101.5	91.6	76.6	103.1	84.1	86.0	90.5	11.4	10.9
		II	115.3	102.8	115.1	100.5	110.3	107.7	108.6	5.66	
		III	107.4	106.9	97.8	101.5	87.6	106.3	101.2	7.56	

	80	I	105.6	98.8	108.3	103.7	103.5	94.9	102.5	4.70	5.94
		II	102.9	102.8	108.1	105.9	102.2	102.2	104.0	2.35	
		III	115.0	109.3	115.4	115.6	111.3	94.7	110.2	7.27	
	200	I	101.2	102.3	103.1	96.6	101.4	96.6	100.2	2.85	3.82
		II	105.9	98.4	95.3	107.4	103.8	102.9	102.3	4.51	
		III	107.6	97.6	99.3	98.0	102.9	96.4	100.3	4.21	

表 27 准确度及精密度的试验结果-牛精料补充料

牛精料补充料	添加量 μg/kg	批次	回收率 (%)							平均回收率/%	批内 RSD/%	批间 RSD/%
AFB ₁	2.0	I	96.7	96.3	113.8	92.7	92.8	106.8	99.8	8.56	6.79	
		II	95.0	100.0	90.5	109.0	97.0	93.0	97.4	6.72		
		III	90.7	96.2	91.3	93.8	93.3	93.8	93.2	2.13		
	4.0	I	90.4	98.6	70.1	89.9	99.4	104.4	92.1	13.2	9.36	
		II	87.5	87.5	100.5	99.8	100.0	110.0	97.5	8.90		
		III	103.1	100.6	104.1	101.4	98.1	101.9	101.5	2.06		
	10	I	90.3	98.7	101.4	100.1	87.0	101.2	96.4	6.44	12.5	
		II	87.4	81.7	93.6	82.3	69.2	91.0	84.2	10.3		
		III	90.4	95.4	97.5	117.6	107.1	115.9	103.9	10.9		
AFB ₂	2.0	I	115.3	105.8	100.3	92.8	112.3	106.8	105.5	7.73	9.72	
		II	115.5	109.5	94.0	111.5	87.5	111.0	104.8	10.8		
		III	111.3	99.3	88.8	95.3	89.8	116.3	100.1	11.4		
	4.0	I	103.1	105.6	99.6	100.1	91.1	97.4	99.5	5.04	9.86	
		II	113.5	117.5	98.0	116.0	104.3	96.0	107.5	8.74		
		III	85.1	78.4	103.9	108.4	107.1	100.1	97.2	12.8		
	10	I	84.3	89.9	86.5	82.3	84.1	81.1	84.7	3.72	9.64	
		II	96.0	85.5	95.6	97.9	93.1	99.9	94.7	5.32		
		III	100.1	97.0	105.3	98.6	85.7	114.5	100.2	9.51		
AFG ₁	2.0	I	114.3	98.8	81.8	83.3	102.3	92.8	95.5	12.9	9.52	
		II	115.8	101.8	105.3	113.3	107.8	100.8	107.4	5.66		
		III	103.0	114.5	110.0	104.5	111.5	108.0	108.6	3.99		
	4.0	I	97.4	105.6	106.4	87.4	97.6	87.1	96.9	8.67	6.25	
		II	99.4	93.1	103.4	98.9	103.4	107.1	100.9	4.81		
		III	100.0	108.5	107.8	100.5	101.0	102.3	103.3	3.67		
	10	I	97.8	98.4	88.6	100.1	93.9	103.2	97.0	5.28	5.45	
		II	104.4	102.4	112.3	101.0	107.9	107.0	105.8	3.89		
		III	97.5	101.5	108.2	102.4	105.2	102.0	102.8	3.52		
AFG ₂	4.0	I	99.6	90.6	112.6	107.1	74.6	107.1	98.6	14.2	12.2	
		II	100.9	108.1	112.6	89.9	98.6	89.6	100.0	9.37		
		III	91.5	94.0	84.8	71.8	90.8	97.3	88.3	10.3		
	8.0	I	95.9	109.8	118.3	100.9	115.2	99.2	106.6	8.62	10.5	

		II	103.2	78.7	90.8	101.3	98.7	117.7	98.4	13.2	
		III	95.9	118.8	100.1	93.1	111.6	100.0	103.3	9.56	
	20	I	99.7	103.5	110.9	104.3	96.7	96.4	101.9	5.39	7.21
		II	92.0	109.0	85.4	104.6	104.0	104.8	100.0	9.17	
		III	111.9	111.3	103.0	96.4	109.8	111.3	107.3	5.84	
OTA	5.0	I	86.4	96.2	86.8	80.6	76.4	69.0	82.6	11.4	11.9
		II	65.8	87.6	97.0	91.4	88.4	93.0	87.2	12.6	
		III	99.2	99.6	98.4	93.2	101.0	101.2	98.8	2.97	
	10	I	84.1	81.2	98.0	89.1	96.4	78.2	87.8	9.24	6.85
		II	87.5	86.2	94.1	84.6	85.7	96.8	89.2	5.65	
		III	89.2	97.6	97.1	94.5	94.7	94.3	94.6	3.16	
	25	I	78.1	79.8	85.9	84.1	83.8	89.2	83.5	4.83	8.02
		II	80.5	87.5	88.5	87.3	89.6	85.2	86.4	3.76	
		III	89.1	75.6	71.5	84.2	65.2	84.8	78.4	11.7	
T-2	10	I	115.2	94.5	103.0	109.6	107.5	115.6	107.6	7.42	11.4
		II	82.6	85.3	89.7	109.4	105.0	99.0	95.2	11.5	
		III	84.7	87.7	92.1	85.9	91.2	89.1	88.4	3.30	
	20	I	107.0	105.9	104.2	97.8	94.4	97.3	101.1	5.20	13.1
		II	69.0	76.9	88.6	85.2	73.6	93.5	81.1	11.7	
		III	96.9	95.3	103.6	109.3	81.7	108.3	99.2	10.4	
	50	I	102.3	103.6	105.9	102.6	99.2	102.5	102.7	2.10	8.02
		II	101.0	90.7	83.2	94.8	98.4	109.7	96.3	9.42	
		III	100.5	96.3	109.9	113.4	115.1	112.7	108.0	7.16	
HT-2	40	I	111.0	101.9	110.3	99.1	101.8	105.0	104.9	4.64	8.41
		II	88.9	95.8	79.5	96.0	97.5	106.6	94.1	9.68	
		III	107.1	108.9	97.8	115.3	99.2	104.8	105.5	6.12	
	80	I	93.7	95.7	101.4	90.6	93.4	86.8	93.6	5.26	8.37
		II	102.8	94.1	85.0	95.4	112.3	97.0	97.8	9.36	
		III	101.2	87.6	90.8	110.2	102.3	110.0	100.3	9.43	
	200	I	95.2	98.4	89.6	89.7	106.6	103.1	97.1	7.18	5.39
		II	109.7	101.4	99.2	100.0	97.0	104.4	102.0	4.44	
		III	92.4	97.6	101.7	98.1	95.9	99.5	97.5	3.28	
ST	2.0	I	96.3	101.8	108.8	74.3	83.3	100.3	94.1	13.7	11.2
		II	115.8	109.8	99.8	97.3	103.3	99.3	104.2	6.9	
		III	108.8	117.8	102.3	117.8	104.8	117.8	111.5	6.42	
	4.0	I	78.1	68.4	93.4	73.4	96.9	88.1	83.0	13.8	10.8
		II	87.6	85.4	83.9	90.1	85.4	91.4	87.3	3.39	
		III	72.9	102.1	94.1	93.4	94.9	99.4	92.8	11.1	
	10	I	83.8	77.2	80.5	78.9	67.9	75.0	77.2	7.07	9.51
		II	66.1	78.6	65.7	67.5	72.9	76.7	71.2	7.89	
		III	66.5	64.4	61.8	63.8	64.6	70.2	65.2	4.41	
FB ₁	30	I	100.4	103.4	91.0	98.2	83.5	94.8	95.2	7.55	8.81
		II	102.2	105.2	92.3	87.1	92.8	94.9	95.8	7.04	

		III	93.9	82.1	85.8	89.7	94.3	73.3	86.5	9.25	
	60	I	77.1	80.3	111.6	95.0	93.1	106.0	93.8	14.5	11.1
		II	93.7	87.2	88.2	96.4	112.1	77.4	92.5	12.6	
		III	91.5	87.9	93.9	86.8	86.9	84.3	88.5	3.97	
	150	I	108.3	91.1	109.4	110.5	108.9	93.5	103.6	8.51	8.26
		II	102.6	99.2	98.2	100.9	102.3	99.0	100.4	1.84	
		III	80.4	85.4	106.3	96.5	104.1	98.3	95.2	10.8	
FB ₂	30	I	80.8	87.5	101.8	76.2	100.6	76.4	87.2	13.3	11.8
		II	85.0	82.1	108.2	101.9	111.2	98.5	97.8	12.3	
		III	103.7	105.9	85.5	94.9	95.6	99.7	97.5	7.5	
	60	I	112.2	116.5	110.5	96.6	117.7	105.3	109.8	7.13	13.5
		II	97.1	102.7	93.3	73.4	89.4	84.0	90.0	11.5	
		III	90.8	81.6	98.1	74.4	99.6	100.7	90.9	11.9	
	150	I	101.3	103.1	102.1	102.6	102.9	108.5	103.4	2.49	3.78
		II	102.1	108.4	107.6	108.6	102.0	106.3	105.8	2.87	
		III	96.7	99.3	97.9	99.9	96.6	103.9	99.1	2.73	
FB ₃	30	I	79.5	77.2	82.7	76.8	81.5	75.9	78.9	3.50	11.8
		II	93.6	72.4	69.4	71.2	72.0	71.1	74.9	12.25	
		III	84.9	96.6	75.9	73.2	102.6	86.2	86.6	13.21	
	60	I	108.5	115.6	116.5	106.2	100.6	116.3	110.6	5.94	11.1
		II	100.2	99.7	82.5	93.7	103.6	87.2	94.5	8.72	
		III	97.3	79.1	91.7	103.5	89.0	106.7	94.5	10.7	
	150	I	96.4	107.9	109.3	106.7	107.1	102.7	105.0	4.55	4.74
		II	88.5	108.6	108.8	105.6	105.1	106.7	103.9	7.42	
		III	103.5	104.8	105.8	104.7	104.3	105.4	104.8	0.78	
AOH	40	I	108.5	86.3	96.5	93.7	115.9	97.7	99.8	10.7	8.19
		II	93.8	107.7	99.4	113.6	106.9	110.9	105.4	7.06	
		III	97.5	103.6	108.9	108.3	95.9	114.5	104.8	6.83	
	80	I	98.6	93.0	102.5	88.0	108.6	102.6	98.9	7.49	7.99
		II	92.8	83.8	94.3	99.8	110.4	92.0	95.5	9.34	
		III	102.6	107.6	107.1	111.7	97.8	95.3	103.7	6.06	
	200	I	94.5	94.8	99.9	90.6	88.8	98.0	94.4	4.48	4.27
		II	93.2	89.0	94.8	94.8	102.3	103.0	96.2	5.66	
		III	96.9	96.8	91.5	97.6	95.1	92.1	95.0	2.74	
AME	4.0	I	117.4	106.4	97.6	87.1	86.9	110.1	100.9	12.4	17.4
		II	76.8	78.5	86.3	99.3	82.0	102.5	87.5	12.4	
		III	62.5	74.5	67.3	83.3	80.8	73.8	73.7	10.7	
	8.0	I	77.2	79.9	91.9	64.6	81.2	97.8	82.1	14.2	15.0
		II	81.4	108.5	108.4	109.8	95.9	93.4	99.5	11.4	
		III	92.1	85.5	72.4	97.3	69.8	90.9	84.6	13.2	
	20	I	92.6	93.3	95.1	84.9	93.5	93.4	92.1	3.96	9.82
		II	83.3	82.6	82.4	76.2	75.3	102.2	83.6	11.6	
		III	87.5	92.4	94.0	89.9	77.2	107.8	91.5	10.9	

TEN	10	I	115.0	116.5	99.7	106.0	110.4	100.6	108.0	6.61	8.55
		II	117.8	111.7	84.2	101.0	102.0	99.6	102.7	11.2	
		III	91.3	115.0	103.9	97.8	103.4	108.7	103.3	7.99	
	20	I	98.9	105.4	98.1	108.6	102.3	103.8	102.8	3.88	8.39
		II	97.1	79.0	103.0	88.2	107.9	108.7	97.3	12.1	
		III	103.5	103.4	107.5	114.7	107.0	91.4	104.6	7.32	
	50	I	102.8	105.6	102.9	104.8	101.3	100.9	103.1	1.79	7.81
		II	86.3	106.6	117.3	95.2	94.0	103.8	100.5	10.9	
		III	114.5	109.1	111.9	94.9	111.0	114.1	109.3	6.68	
ZEN	10	I	106.9	79.2	81.9	89.7	104.5	103.8	94.3	13.0	11.2
		II	101.0	115.7	91.3	102.2	89.3	89.7	98.2	10.5	
		III	99.2	91.4	101.6	74.2	88.0	94.9	91.6	10.8	
	20	I	101.6	83.1	76.3	69.6	92.1	87.0	84.9	13.4	13.5
		II	94.2	78.1	109.7	108.1	109.5	92.7	98.7	12.9	
		III	78.4	88.9	78.6	80.0	87.2	85.5	83.1	5.60	
	50	I	101.3	100.4	94.2	88.2	100.9	101.9	97.8	5.63	10.3
		II	84.5	74.9	102.4	91.1	76.5	87.4	86.1	11.8	
		III	85.8	90.9	112.5	99.0	94.9	96.7	96.6	9.38	
DON	50	I	105.7	102.5	116.3	97.2	102.0	107.4	105.2	6.17	12.7
		II	88.4	92.4	87.3	115.7	103.3	95.4	97.1	11.1	
		III	94.7	83.5	81.7	68.8	85.7	94.3	84.8	11.3	
	100	I	107.9	106.4	107.3	105.8	106.2	105.8	106.6	0.78	10.9
		II	85.2	86.0	83.3	96.8	97.9	92.3	90.3	6.97	
		III	83.6	81.0	89.6	86.2	81.0	89.9	85.2	4.67	
	250	I	95.2	107.6	104.5	98.0	98.6	100.3	100.7	4.53	6.26
		II	106.4	103.8	83.7	103.6	101.4	95.2	99.0	8.49	
		III	96.9	94.2	101.3	99.3	90.8	108.2	98.5	6.15	
3-AcDON	50	I	107.9	91.8	93.4	108.4	102.7	100.5	100.8	6.99	8.57
		II	102.9	103.4	79.1	107.8	104.0	96.7	99.0	10.5	
		III	111.4	116.8	102.7	112.2	104.8	111.3	109.8	4.72	
	100	I	93.0	102.7	101.5	99.2	103.2	95.2	99.2	4.24	3.69
		II	99.9	92.0	102.9	96.2	96.2	95.2	97.1	3.93	
		III	101.9	98.4	102.9	101.3	102.6	100.6	101.3	1.62	
	250	I	98.0	89.9	103.6	96.6	88.6	94.6	95.2	5.80	4.35
		II	97.7	98.9	98.0	98.7	103.0	103.1	99.9	2.49	
		III	100.6	99.4	97.8	103.6	99.8	102.9	100.7	2.17	
15-AcDON	50	I	90.1	69.8	82.8	97.1	87.5	86.0	85.6	10.6	12.6
		II	112.9	95.1	76.6	102.3	91.0	95.9	95.6	12.61	
		III	95.3	85.4	95.8	103.3	75.7	74.0	88.3	13.4	
	100	I	105.2	108.5	103.1	81.2	91.7	96.9	97.8	10.4	9.77
		II	105.0	103.2	86.3	82.7	82.2	86.6	91.0	11.3	
		III	103.1	97.4	96.4	86.8	105.4	89.4	96.4	7.60	
	250	I	104.3	90.0	95.2	96.2	106.6	94.9	97.9	6.44	6.56

		II	98.4	109.9	86.3	108.6	95.1	99.3	99.6	8.83	
		III	98.6	103.9	98.9	108.0	102.4	105.4	102.9	3.59	
MPA	40	I	93.3	109.9	106.8	102.7	91.8	119.0	103.9	9.92	7.46
		II	105.9	115.7	112.1	93.2	99.5	105.1	105.3	7.77	
		III	96.4	103.4	103.0	99.1	96.2	102.9	100.2	3.36	
	80	I	87.7	101.7	111.8	87.7	112.4	85.8	97.8	12.7	10.4
		II	91.9	114.7	104.0	105.5	110.3	96.5	103.8	8.15	
		III	95.9	84.0	99.4	107.4	86.0	108.3	96.8	10.7	
	200	I	92.6	92.8	103.8	99.8	96.8	90.6	96.1	5.25	5.32
		II	98.6	101.3	102.2	100.2	97.3	102.5	100.3	2.07	
		III	106.5	94.5	95.7	88.5	105.3	103.7	99.0	7.29	

表 28 准确度及精密度的试验结果-玉米粉

玉米粉	添加量 μg/kg	批次	回收率 (%)						平均 回收 率/%	批内 RSD/ %	批间 RSD/ %
AFB ₁	2.0	I	106.8	106.8	98.3	104.8	102.8	107.8	104.5	3.39	5.64
		II	106.8	113.8	102.3	97.8	97.8	100.3	103.1	6.02	
		III	105.0	99.0	114.5	114.0	115.5	102.5	108.4	6.57	
	4.0	I	99.6	98.6	96.1	104.9	98.1	106.6	100.7	4.11	7.95
		II	86.9	102.1	92.1	89.9	103.4	102.1	96.1	7.58	
		III	118.8	113.0	106.3	98.0	112.3	102.3	108.4	7.07	
	10	I	96.8	93.3	92.2	92.5	94.6	90.2	93.2	2.42	9.21
		II	84.3	80.4	91.2	85.9	100.2	89.8	88.6	7.75	
		III	100.5	108.2	99.5	94.6	108.6	114.4	104.3	7.01	
AFB ₂	2.0	I	105.5	113.0	102.0	95.5	102.0	98.0	102.7	5.99	5.37
		II	113.8	111.8	110.3	114.3	103.3	106.3	109.9	3.96	
		III	109.3	115.8	110.8	104.8	105.8	111.3	109.6	3.66	
	4.0	I	104.0	104.0	105.0	106.3	109.3	102.5	105.2	2.24	3.50
		II	95.9	107.1	107.1	97.9	107.4	104.4	103.3	4.97	
		III	106.6	98.4	102.6	105.4	100.6	104.6	103.0	3.03	
	10	I	99.2	100.4	97.7	99.5	101.9	101.7	100.1	1.60	4.67
		II	94.8	93.1	94.6	90.9	96.4	89.2	93.1	2.88	
		III	93.1	102.7	93.7	102.9	103.2	102.8	99.7	4.93	
AFG ₁	2.0	I	106.3	115.8	112.3	113.8	113.8	102.8	110.8	4.60	5.44
		II	118.5	117.5	100.5	117.0	110.0	107.5	111.8	6.37	
		III	108.5	111.5	108.0	111.5	100.0	100.5	106.7	4.86	
	4.0	I	99.6	100.4	116.6	100.1	102.4	106.1	104.2	6.27	5.49
		II	99.8	109.0	106.8	113.0	103.0	117.3	108.1	5.94	
		III	99.3	102.5	107.0	102.5	106.0	112.0	104.9	4.25	
	10	I	105.3	98.9	99.1	100.5	106.7	109.4	103.3	4.28	5.50
		II	99.1	93.1	105.7	99.0	108.5	100.8	101.0	5.39	

		III	110.5	116.6	104.8	109.4	108.7	108.0	109.7	3.56	
AFG ₂	4.0	I	114.8	108.8	96.0	115.5	114.3	115.3	110.8	6.91	5.75
		II	113.8	108.5	109.3	109.3	106.3	104.5	108.6	2.90	
		III	103.6	98.1	106.6	96.1	109.1	106.4	103.3	4.99	
	8.0	I	104.6	105.4	111.1	110.4	103.3	107.1	107.0	2.98	7.52
		II	96.8	115.1	112.6	116.3	108.9	112.8	110.4	6.48	
		III	88.6	106.2	108.8	96.4	113.6	92.1	100.9	9.92	
	20	I	101.7	103.1	98.0	96.9	99.7	105.1	100.7	3.10	4.66
		II	104.3	106.5	108.4	110.9	106.9	103.7	106.8	2.50	
		III	104.9	98.2	107.7	112.9	102.6	113.5	106.6	5.60	
OTA	5.0	I	114.0	105.0	112.2	115.6	114.6	108.6	111.7	3.66	9.53
		II	101.8	77.4	106.0	109.6	103.2	99.6	99.6	11.5	
		III	94.1	94.7	98.7	92.5	98.1	94.7	95.5	2.53	
	10	I	102.7	93.5	103.1	98.9	98.5	95.0	98.6	3.96	13.2
		II	77.5	89.9	101.3	82.2	96.3	83.1	88.4	10.3	
		III	78.4	75.7	75.2	68.6	75.6	102.9	79.4	15.1	
	25	I	87.4	95.2	89.3	90.2	87.0	88.3	89.6	3.38	9.42
		II	77.0	86.8	87.0	78.4	99.0	83.8	85.3	9.23	
		III	67.5	78.0	81.8	79.9	75.2	74.1	76.1	6.67	
T-2	10	I	108.6	92.2	106.3	116.5	110.9	110.3	107.5	7.64	5.31
		II	114.5	113.6	111.6	112.2	108.8	117.0	112.9	2.47	
		III	108.5	117.9	109.1	118.2	110.7	108.1	112.0	4.20	
	20	I	106.3	107.0	103.7	97.6	103.6	100.9	103.2	3.40	4.71
		II	97.0	107.1	106.5	105.9	100.0	101.5	103.0	3.98	
		III	111.8	110.4	111.3	111.6	111.2	112.0	111.4	0.49	
	50	I	114.8	104.6	116.0	117.2	107.3	102.8	110.4	5.69	6.81
		II	101.5	102.0	97.7	100.2	97.8	93.7	98.8	3.13	
		III	109.1	110.2	111.1	116.3	114.2	111.1	112.0	2.42	
HT-2	40	I	111.2	104.6	101.2	88.0	90.2	108.5	100.6	9.52	7.97
		II	112.3	111.6	108.9	108.2	110.6	113.0	110.8	1.71	
		III	118.7	115.6	112.2	117.3	118.4	117.3	116.6	2.07	
	80	I	90.4	96.8	93.7	103.4	101.7	91.0	96.2	5.70	8.10
		II	101.8	114.5	109.4	109.1	104.5	103.2	107.1	4.48	
		III	102.3	113.4	117.7	113.7	117.4	106.1	111.7	5.60	
	200	I	102.7	106.7	107.9	96.9	104.0	98.9	102.9	4.18	5.72
		II	99.7	96.9	101.8	93.9	105.8	106.0	100.7	4.79	
		III	91.5	97.2	85.7	99.8	96.9	98.6	95.0	5.62	
ST	2.0	I	98.5	85.5	91.0	90.0	88.0	94.0	91.2	5.03	11.4
		II	73.5	96.0	79.5	83.0	87.0	82.0	83.5	9.07	
		III	69.8	88.3	78.3	66.3	70.8	74.8	74.7	10.5	
	4.0	I	74.5	92.5	80.5	78.0	92.8	86.0	84.0	9.08	13.0
		II	68.3	77.5	70.3	72.0	76.8	69.5	72.4	5.36	
		III	61.1	61.9	61.6	67.4	67.4	69.4	64.8	5.62	

	10	I	75.0	84.8	73.3	75.6	69.9	75.5	75.7	6.55	8.93
		II	60.1	61.1	62.8	74.8	66.8	69.6	65.9	8.59	
		III	68.6	68.4	69.0	66.1	63.1	66.9	67.0	3.31	
FB ₁	30	I	110.5	89.9	90.9	109.8	93.0	83.3	96.2	11.7	10.5
		II	105.8	102.0	82.2	101.3	117.3	105.7	102.4	11.2	
		III	116.3	105.2	97.3	98.6	87.6	96.3	100.2	9.64	
	60	I	101.3	107.1	110.1	104.0	94.4	102.3	103.2	5.23	9.54
		II	83.3	98.9	101.3	107.7	91.8	85.1	94.7	10.1	
		III	93.3	93.4	113.3	89.2	81.9	93.2	94.0	11.1	
	150	I	98.5	96.3	94.8	99.6	102.1	107.7	99.8	4.62	6.19
		II	109.2	102.9	102.0	109.0	95.0	109.8	104.7	5.57	
		III	84.9	101.2	97.9	103.6	98.2	104.9	98.4	7.32	
FB ₂	30	I	94.7	94.0	93.3	87.0	92.7	91.9	92.3	3.0	11.4
		II	93.9	111.5	78.4	89.4	79.0	101.5	92.3	14.0	
		III	91.4	115.0	79.2	106.3	105.7	105.6	100.5	12.9	
	60	I	80.4	94.4	93.1	90.4	84.1	87.2	88.3	6.11	10.4
		II	93.6	112.6	109.6	94.4	90.9	106.5	101.3	9.25	
		III	107.2	101.9	106.9	109.3	111.9	107.8	107.5	3.06	
	150	I	103.8	104.3	91.5	95.6	101.1	99.6	99.3	4.99	4.20
		II	102.7	100.5	99.9	106.4	110.5	100.5	103.4	4.08	
		III	102.5	99.5	105.1	98.6	104.0	97.9	101.3	2.99	
FB ₃	30	I	108.5	94.1	100.7	93.1	91.8	91.3	96.6	7.00	6.18
		II	103.4	98.4	101.8	101.0	97.0	95.4	99.5	3.06	
		III	108.3	105.5	106.5	110.5	100.4	108.8	106.6	3.32	
	60	I	102.3	101.7	114.2	107.3	106.0	100.4	105.3	4.81	8.76
		II	112.8	104.2	103.9	95.9	103.7	116.5	106.2	6.92	
		III	87.9	82.3	100.7	99.7	102.4	88.4	93.6	8.98	
	150	I	104.4	103.2	97.4	106.8	105.4	106.3	103.9	3.30	5.15
		II	98.6	90.1	95.3	104.0	103.7	99.7	98.6	5.37	
		III	97.6	106.3	99.1	106.6	95.1	92.9	99.6	5.72	
AOH	40	I	114.1	111.5	114.3	108.2	112.2	112.1	112.0	1.98	4.57
		II	101.9	113.6	109.3	110.9	112.3	114.8	110.5	4.19	
		III	103.9	100.8	105.4	117.2	118.5	114.8	110.1	6.93	
	80	I	107.5	100.5	97.7	99.7	98.7	114.9	103.2	6.53	7.85
		II	104.1	114.6	109.9	106.0	102.1	86.5	103.9	9.24	
		III	88.1	110.6	98.8	94.8	107.3	108.7	101.4	8.83	
	200	I	92.0	99.9	96.0	97.3	95.7	94.9	96.0	2.72	5.08
		II	89.6	103.9	103.0	89.1	97.2	97.9	96.8	6.56	
		III	89.4	87.8	89.8	92.0	92.9	98.4	91.7	4.09	
AME	4.0	I	102.9	111.6	117.6	102.9	112.6	99.1	107.8	6.67	9.27
		II	92.5	99.5	109.5	105.8	115.5	102.8	104.3	7.66	
		III	89.3	90.8	99.5	95.0	103.3	83.0	93.5	7.85	
	8.0	I	94.2	99.7	111.1	107.2	95.6	109.4	102.9	7.12	10.0

		II	76.9	100.9	96.9	103.6	87.4	84.0	91.6	11.46	
		III	94.1	93.9	113.4	90.4	88.3	99.5	96.6	9.40	
	20	I	92.0	86.3	87.6	84.3	94.3	97.8	90.4	5.75	6.98
		II	83.8	79.9	71.2	91.3	91.6	87.4	84.2	9.24	
		III	83.5	90.3	82.5	84.3	84.5	90.8	86.0	4.20	
TEN	10	I	89.6	104.7	96.1	105.8	88.8	94.0	96.5	7.58	9.35
		II	115.9	106.8	107.5	108.8	115.5	115.4	111.7	3.92	
		III	118.1	117.4	96.7	116.2	107.5	96.6	108.8	9.31	
	20	I	98.1	106.0	106.2	97.5	95.4	96.6	100.0	4.85	5.20
		II	111.8	99.6	104.8	108.2	104.6	104.0	105.5	3.92	
		III	112.1	108.3	108.2	105.5	106.4	113.8	109.0	2.96	
	50	I	103.2	100.9	93.5	92.9	91.9	90.8	95.5	5.41	5.70
		II	102.2	108.7	96.4	106.0	103.1	99.7	102.7	4.26	
		III	100.8	105.4	100.7	92.2	106.8	104.7	101.8	5.22	
ZEN	10	I	96.8	111.6	113.7	110.8	108.0	110.0	108.5	5.55	10.7
		II	84.9	83.4	92.1	100.4	87.3	85.0	88.8	7.24	
		III	97.8	99.3	86.3	85.6	95.7	96.0	93.4	6.38	
	20	I	105.9	106.0	109.6	107.7	93.4	99.0	103.6	5.93	9.25
		II	86.3	88.7	95.5	89.9	81.3	78.5	86.7	7.06	
		III	92.6	97.7	92.4	94.8	90.5	89.3	92.9	3.26	
	50	I	92.1	94.9	94.8	93.2	99.3	97.5	95.3	2.84	11.7
		II	72.4	87.7	68.9	82.3	99.8	95.4	84.4	14.6	
		III	72.8	92.7	80.8	75.7	99.5	82.6	84.0	12.1	
DON	50	I	110.2	72.2	98.9	90.2	83.1	90.2	90.8	14.3	12.5
		II	115.9	101.8	113.5	114.8	116.7	112.5	112.5	4.87	
		III	119.3	108.2	103.7	110.2	94.7	101.1	106.2	7.95	
	100	I	83.1	81.1	86.9	95.2	85.0	84.4	85.9	5.71	9.85
		II	109.4	100.7	99.1	94.9	102.5	108.5	102.5	5.48	
		III	107.2	91.5	96.6	102.9	91.7	109.1	99.8	7.70	
	250	I	83.0	95.2	82.6	82.2	89.2	86.0	86.4	5.87	8.14
		II	102.9	99.7	97.5	98.8	108.9	101.1	101.5	4.01	
		III	101.0	98.1	100.2	99.8	95.0	91.5	97.6	3.77	
3-AcDON	50	I	107.5	82.7	101.8	109.6	99.6	97.5	99.8	9.59	9.73
		II	85.9	108.7	103.5	95.2	83.1	102.9	96.5	10.7	
		III	95.5	108.6	117.5	99.8	113.3	103.3	106.3	7.86	
	100	I	90.6	95.9	107.1	100.4	88.2	88.5	95.1	7.92	6.13
		II	96.9	89.3	106.8	96.1	95.0	92.7	96.1	6.14	
		III	99.2	101.1	98.2	102.8	98.0	105.3	100.8	2.83	
	250	I	93.7	89.9	89.1	91.4	95.3	85.9	90.9	3.70	5.96
		II	93.3	95.9	85.8	91.3	87.7	92.5	91.1	4.08	
		III	93.7	95.7	97.5	103.3	107.6	97.4	99.2	5.24	
15-AcDON	50	I	112.0	102.0	102.3	108.5	102.5	108.5	106.0	4.01	6.82
		II	102.4	113.2	116.1	107.2	105.8	99.6	107.4	5.87	

	100	III	105.4	114.3	115.6	118.3	94.5	93.2	106.9	10.3	3.68	
		I	103.1	97.4	104.9	108.8	106.9	95.6	102.8	5.10		
		II	105.8	99.6	104.4	107.1	109.7	106.4	105.5	3.20		
	250	III	102.9	104.1	103.4	100.9	108.5	102.8	103.8	2.45	4.75	
		I	95.1	90.4	93.9	94.1	98.6	96.6	94.8	2.91		
		II	97.8	104.7	110.1	103.9	99.2	98.3	102.3	4.67		
	MPA	40	III	96.8	102.9	96.3	100.5	103.5	100.4	100.0	3.01	5.92
			I	101.6	111.7	109.3	107.3	113.4	92.6	106.0	7.28	
			II	111.1	113.4	114.5	117.6	114.5	104.9	112.7	3.85	
80		III	115.9	118.2	117.6	116.2	113.3	117.4	116.4	1.50	7.09	
		I	95.0	95.4	106.5	108.4	96.2	95.7	99.5	6.19		
		II	85.1	105.1	106.2	109.4	106.6	102.4	102.5	8.60		
200		III	108.9	111.3	108.3	109.8	109.4	111.1	109.8	1.10	6.62	
		I	87.9	89.8	85.1	87.7	89.1	92.3	88.6	2.72		
		II	88.0	91.8	88.8	105.4	98.2	93.1	94.2	6.97		
		III	101.9	92.1	100.0	91.5	101.1	102.8	98.3	5.16		

表 29 准确度及精密度的试验结果-豆粕

豆粕	添加量 μg/kg	批次	回收率 (%)							平均 回收 率/%	批内 RSD/ %	批间 RSD/ %
AFB ₁	2.0	I	104.5	103.0	104.0	101.5	100.0	99.0	102.0	2.17	3.57	
		II	102.5	97.0	106.5	101.0	97.5	102.5	101.2	3.50		
		III	111.0	108.0	101.5	107.5	104.5	105.0	106.3	3.10		
	4.0	I	103.3	109.5	101.0	105.3	103.7	105.5	104.7	2.72	2.77	
		II	102.8	103.5	102.2	104.2	106.7	104.8	104.0	1.54		
		III	99.5	102.5	104.3	109.3	110.5	104.5	105.1	3.95		
	10	I	102.3	103.9	102.8	103.2	96.1	97.9	101.0	3.19	4.86	
		II	109.4	110.0	113.4	108.7	109.2	112.8	110.6	1.81		
		III	112.9	111.3	107.2	107.1	112.0	111.9	110.4	2.33		
AFB ₂	2.0	I	98.5	100.5	97.0	98.0	101.0	100.0	99.2	1.58	4.04	
		II	98.5	97.0	96.0	100.5	108.5	105.0	100.9	4.85		
		III	109.5	94.5	99.5	97.0	102.0	102.5	100.8	5.17		
	4.0	I	109.0	111.2	103.0	105.5	101.7	103.2	105.6	3.56	3.84	
		II	104.0	99.5	100.5	95.0	96.7	101.3	99.5	3.27		
		III	99.3	103.0	104.2	102.3	98.7	101.7	101.5	2.10		
	10	I	104.4	110.7	104.7	100.9	96.9	107.2	104.1	4.62	5.07	
		II	107.2	113.7	115.6	114.7	115.6	112.9	113.3	2.79		
		III	115.3	109.8	105.3	105.6	113.3	104.9	109.0	4.12		
AFG ₁	2.0	I	96.5	96.0	101.5	97.5	100.0	103.0	99.1	2.88	4.41	
		II	104.5	102.5	105.0	103.0	98.0	103.5	102.8	2.44		
		III	99.0	94.0	101.0	107.5	109.5	93.5	100.8	6.63		
	4.0	I	104.8	104.2	105.7	107.8	108.7	99.2	105.1	3.20	3.28	
		II	97.3	103.7	101.7	102.2	102.5	107.5	102.5	3.20		

		III	98.7	101.8	107.0	98.7	102.5	101.8	101.7	3.02	
	10	I	106.1	105.3	104.4	99.2	101.6	104.1	103.5	2.49	4.46
		II	109.5	112.3	113.5	112.8	100.7	108.2	109.5	4.36	
		III	102.8	103.4	105.5	107.0	116.1	103.3	106.4	4.74	
AFG ₂	4.0	I	102.0	105.0	101.5	97.3	100.5	104.8	101.8	2.83	4.96
		II	103.5	100.8	98.3	101.8	103.8	98.0	101.0	2.47	
		III	112.0	90.3	108.5	93.8	101.3	104.8	101.8	8.29	
	8.0	I	105.8	106.9	106.7	106.0	105.4	106.9	106.3	0.59	3.44
		II	97.2	101.1	103.8	105.1	102.8	105.8	102.6	3.06	
		III	103.3	99.9	103.8	95.9	99.9	109.0	102.0	4.37	
	20	I	102.7	99.0	100.8	103.4	105.5	103.5	102.5	2.22	3.32
		II	98.3	104.0	103.0	102.4	99.1	100.6	101.2	2.25	
		III	103.0	110.2	104.8	104.2	98.5	110.1	105.1	4.23	
OTA	5.0	I	99.8	101.6	91.8	102.2	103.4	106.0	100.8	4.83	5.16
		II	104.2	103.6	101.2	107.4	99.0	106.0	103.6	2.98	
		III	92.2	99.0	110.8	100.6	96.6	110.2	101.6	7.36	
	10	I	104.0	104.1	108.1	109.4	100.0	105.9	105.2	3.18	4.63
		II	95.1	102.4	103.1	91.1	95.3	102.1	98.2	5.08	
		III	101.2	103.5	107.3	100.8	105.7	100.1	103.1	2.84	
	25	I	96.2	102.2	93.0	85.6	94.3	97.3	94.8	5.81	4.70
		II	97.8	101.1	100.2	95.1	101.6	102.6	99.7	2.80	
		III	101.0	102.6	99.8	105.8	98.0	97.3	100.7	3.14	
T-2	10	I	106.8	99.6	100.9	111.6	102.9	105.7	104.6	4.20	5.62
		II	105.3	104.2	97.5	103.7	106.6	110.3	104.6	4.02	
		III	106.2	90.3	104.8	94.7	100.7	114.0	101.8	8.35	
	20	I	103.9	112.1	108.8	114.2	108.4	103.2	108.4	3.99	4.61
		II	107.6	102.0	105.9	99.8	110.6	112.1	106.3	4.52	
		III	110.2	103.7	100.1	98.2	108.4	113.4	105.7	5.64	
	50	I	101.9	108.4	92.5	105.4	98.3	110.6	102.9	6.56	4.93
		II	104.8	110.9	108.7	114.0	109.3	107.8	109.3	2.83	
		III	102.7	109.9	110.4	104.7	109.2	110.8	108.0	3.15	
HT-2	40	I	98.8	95.4	101.6	104.6	99.5	97.1	99.5	3.29	4.03
		II	102.5	93.3	99.2	97.7	103.6	101.2	99.6	3.74	
		III	103.1	101.2	106.7	102.4	110.3	104.1	104.6	3.18	
	80	I	98.5	103.5	107.1	99.9	104.4	100.8	102.4	3.16	3.12
		II	104.1	106.2	99.5	96.6	101.1	104.9	102.1	3.55	
		III	107.1	103.3	99.1	102.0	107.1	101.6	103.4	3.08	
	200	I	99.4	102.6	98.9	104.2	99.3	99.4	100.6	2.18	5.07
		II	101.8	110.8	106.1	104.8	113.7	107.0	107.4	3.98	
		III	109.3	102.3	109.0	112.6	113.0	114.1	110.1	3.93	
ST	2.0	I	97.5	94.0	94.5	97.5	95.0	101.5	96.7	2.90	5.59
		II	107.5	98.0	110.5	91.5	97.5	98.0	100.5	7.06	
		III	95.5	89.0	95.5	101.0	94.0	90.5	94.3	4.51	
	4.0	I	103.0	96.8	101.3	107.0	94.3	102.3	100.8	4.51	5.19
		II	89.2	93.2	99.3	88.7	91.2	98.3	93.3	4.91	

		III	102.5	100.8	98.2	100.8	96.3	94.7	98.9	3.05	
	10	I	93.1	103.6	91.0	94.1	95.5	93.8	95.2	4.60	5.09
		II	93.9	94.9	91.7	96.3	103.0	104.8	97.4	5.40	
		III	104.8	101.6	95.9	100.3	95.5	105.9	100.7	4.33	
FB ₁	30	I	98.9	93.9	96.5	97.9	95.5	91.5	95.7	2.83	6.61
		II	96.5	93.1	105.8	106.1	92.4	108.9	100.5	7.27	
		III	92.9	107.7	109.4	104.8	91.2	105.3	101.9	7.66	
	60	I	97.4	94.4	97.6	87.4	99.3	91.5	94.6	4.72	4.01
		II	92.2	96.5	102.3	96.7	93.9	92.0	95.6	4.02	
		III	101.4	93.6	95.9	92.1	91.4	97.4	95.3	3.95	
	150	I	101.9	97.6	94.4	93.9	91.4	98.0	96.2	3.87	3.81
		II	95.4	97.9	94.5	93.5	98.1	99.1	96.4	2.34	
		III	97.7	106.5	100.9	100.1	102.4	99.9	101.2	2.95	
FB ₂	30	I	100.0	100.7	106.6	97.2	100.5	104.4	101.6	3.32	4.54
		II	102.0	101.3	91.2	92.7	93.8	101.8	97.1	5.23	
		III	98.7	91.6	97.5	96.4	101.4	104.2	98.3	4.40	
	60	I	89.0	94.5	95.9	92.4	89.1	88.8	91.6	3.39	4.82
		II	94.5	93.1	91.6	95.0	99.6	100.6	95.7	3.77	
		III	95.6	99.6	103.4	102.0	90.7	91.8	97.2	5.48	
	150	I	83.2	88.1	88.6	82.5	85.4	83.8	85.3	3.03	7.16
		II	95.3	101.8	99.9	100.7	98.1	95.8	98.6	2.68	
		III	93.9	100.0	97.1	96.0	102.0	95.2	97.4	3.14	
FB ₃	30	I	91.1	99.6	102.9	100.6	97.0	103.1	99.1	4.54	5.50
		II	105.1	103.6	100.8	103.3	111.4	103.1	104.6	3.48	
		III	99.8	91.2	96.5	96.8	92.6	92.1	94.8	3.58	
	60	I	94.9	94.3	89.7	90.0	92.9	92.2	92.3	2.34	5.17
		II	88.2	92.7	92.2	83.9	88.4	84.7	88.4	4.13	
		III	100.1	91.4	101.8	97.8	94.5	96.8	97.1	3.89	
	150	I	90.9	95.0	89.8	86.6	88.8	85.1	89.4	3.89	5.57
		II	97.4	94.4	91.6	96.0	89.1	91.4	93.3	3.38	
		III	103.1	95.3	98.5	97.2	101.3	101.3	99.5	2.98	
AOH	40	I	82.8	81.1	82.3	85.8	84.8	97.3	85.7	6.96	4.79
		II	80.2	82.5	86.7	81.7	81.4	81.6	82.3	2.74	
		III	80.9	81.4	80.8	82.7	81.9	80.2	81.3	1.08	
	80	I	83.9	82.4	86.6	85.8	81.7	80.2	83.4	2.95	3.99
		II	86.9	85.5	94.8	82.0	86.1	84.3	86.6	5.03	
		III	82.9	82.4	82.3	83.0	80.2	82.8	82.2	1.28	
	200	I	83.0	80.7	82.2	82.0	81.3	80.7	81.7	1.13	2.08
		II	81.1	81.7	81.4	83.3	85.9	82.8	82.7	2.17	
		III	81.6	86.0	81.7	80.8	84.0	84.9	83.2	2.53	
AME	4.0	I	91.3	101.0	89.3	98.5	97.0	95.3	95.4	4.66	6.51
		II	99.5	108.5	103.8	107.3	94.5	103.5	102.8	5.02	
		III	101.5	106.5	89.3	93.3	88.5	96.0	95.8	7.37	
	8.0	I	96.2	99.3	97.9	94.9	89.9	92.9	95.2	3.58	4.71
		II	92.4	89.6	103.4	83.5	94.2	91.2	92.4	7.07	

		III	93.8	91.8	95.2	98.7	91.4	92.7	93.9	2.88	
	20	I	92.0	94.9	93.0	95.6	97.8	91.7	94.1	2.50	5.88
		II	84.4	87.5	86.8	89.1	90.5	86.9	87.5	2.39	
		III	94.5	101.7	99.8	98.0	102.4	100.1	99.4	2.87	
TEN	10	I	102.1	96.8	91.3	111.0	107.7	113.8	103.8	8.35	5.52
		II	102.5	107.6	105.7	105.6	101.8	112.5	106.0	3.65	
		III	102.0	110.1	108.5	101.4	112.2	107.4	106.9	4.08	
	20	I	102.8	96.2	113.8	111.4	102.7	110.7	106.3	6.38	5.60
		II	104.5	101.1	106.0	91.2	102.8	109.0	102.4	5.98	
		III	100.2	101.6	113.0	103.8	107.6	101.3	104.6	4.68	
	50	I	104.8	95.2	104.1	98.2	107.3	100.4	101.7	4.45	2.94
		II	105.9	101.1	102.4	104.0	100.4	101.7	102.6	1.98	
		III	100.1	102.4	103.9	107.0	102.7	102.3	103.1	2.21	
ZEN	10	I	90.8	106.8	99.4	111.3	113.4	99.0	103.5	8.29	7.38
		II	105.9	108.9	100.0	96.3	103.6	107.2	103.7	4.58	
		III	84.5	96.1	110.1	103.1	98.5	96.6	98.2	8.65	
	20	I	100.0	103.1	95.1	101.2	94.2	101.6	99.2	3.69	5.56
		II	110.2	113.3	106.9	108.3	101.1	100.5	106.7	4.73	
		III	95.3	95.0	99.8	98.4	96.8	95.5	96.8	2.03	
	50	I	100.9	98.2	102.6	98.8	102.4	96.6	99.9	2.43	3.38
		II	98.0	103.3	97.5	89.5	96.3	99.4	97.3	4.65	
		III	99.4	97.6	95.7	100.6	94.3	96.1	97.3	2.43	
DON	50	I	97.5	109.1	102.8	92.7	106.9	101.0	101.7	5.91	3.91
		II	101.1	103.8	106.1	100.6	97.6	107.5	102.8	3.62	
		III	102.7	103.5	104.3	101.1	100.3	99.7	101.9	1.82	
	100	I	106.3	104.5	106.7	98.7	104.0	105.8	104.3	2.84	3.64
		II	95.8	98.0	109.4	100.7	100.1	107.8	102.0	5.32	
		III	102.8	105.1	100.4	99.6	105.3	101.3	102.4	2.34	
	250	I	100.4	102.7	102.0	93.4	97.3	97.2	98.8	3.55	2.79
		II	99.6	103.3	100.6	103.5	99.6	103.4	101.7	1.88	
		III	101.4	99.9	103.2	102.2	103.7	104.1	102.4	1.52	
3-AcDON	50	I	102.0	96.3	107.0	100.1	105.6	97.1	101.4	4.32	4.49
		II	100.9	93.9	98.3	105.4	98.1	104.2	100.1	4.25	
		III	100.3	104.7	108.3	111.3	103.3	105.8	105.6	3.65	
	100	I	105.3	96.7	101.9	103.4	109.2	101.0	102.9	4.10	4.75
		II	100.1	105.5	97.7	104.1	94.8	106.6	101.5	4.63	
		III	106.4	110.7	106.1	111.4	102.5	111.7	108.2	3.42	
	250	I	103.3	104.1	99.7	97.3	100.1	100.9	100.9	2.47	3.10
		II	96.1	103.0	96.4	101.2	100.6	101.5	99.8	2.86	
		III	102.1	105.5	103.0	104.9	107.6	104.9	104.7	1.88	
15-AcDON	50	I	103.5	104.4	100.1	105.0	100.4	107.4	103.5	2.71	4.96
		II	104.9	102.6	102.2	104.7	97.5	103.3	102.5	2.62	
		III	111.8	112.1	101.1	108.4	99.2	90.3	103.8	8.23	
	100	I	99.6	104.7	106.2	103.6	94.4	102.5	101.8	4.22	3.01
		II	101.3	102.3	97.5	100.5	100.1	101.8	100.6	1.71	

		III	102.4	100.0	98.5	101.4	107.2	102.1	101.9	2.92	
	250	I	93.2	98.9	102.2	102.4	100.5	94.2	98.6	4.04	4.39
		II	103.0	99.0	99.6	106.4	96.0	106.5	101.8	4.19	
		III	107.1	106.0	108.2	106.3	102.5	102.9	105.5	2.16	
MPA	40	I	107.2	106.9	107.1	110.4	106.5	111.2	108.2	1.87	4.88
		II	97.1	100.8	99.7	96.7	105.1	97.3	99.4	3.22	
		III	101.1	107.1	111.4	107.2	101.4	111.9	106.7	4.37	
	80	I	97.5	107.7	104.3	105.7	102.9	108.0	104.3	3.72	3.92
		II	96.2	101.9	108.3	97.7	101.4	104.8	101.7	4.38	
		III	98.6	102.5	108.6	104.3	104.1	97.7	102.6	3.91	
	200	I	108.8	101.3	99.7	103.9	101.6	109.8	104.1	4.03	4.21
		II	105.1	110.8	112.2	109.5	113.7	108.5	110.0	2.75	
		III	109.1	112.5	113.7	111.2	114.9	110.7	112.0	1.86	

2.3.4 方法的适用性

2.3.4.1 基质适用性加标回收验证

实验随机选取了两份豆粕样品、两份麦麸样品、一份犬宠物配合饲料样品进行方法的适应性验证试验，5份样品的添加量、回收率和RSD结果见表30~34。实验数据表明，本方法在豆粕中的回收率在65.8%~117.3%之间，RSD在0.61%~0.64%之间，在麦麸中的回收率在65.4%~112.1%之间，RSD在0.37%~10.7%之间，在宠物配合饲料中的回收率在86.0%~107.8%之间，RSD在0.47%~7.84%之间，符合方法的适应性验证要求。

表30 豆粕-1 基质适应性验证实验结果表

豆粕-1	添加量	平均回收率/%			平均回收率/%	RSD/%
	($\mu\text{g}/\text{kg}$)					
AFB ₁	6	104.0	106.3	103.3	104.6	1.51
AFB ₂	6	98.2	96.3	103.3	99.3	3.66
AFG ₁	6	103.5	103.0	105.7	104.1	1.36
AFG ₂	12	104.3	103.4	102.9	103.6	0.69

OTA	15	97.2	101.1	106.6	101.6	4.64
T-2	30	100.5	101.7	100.8	101.0	0.66
HT-2	120	105.7	103.5	105.6	104.9	1.18
ST	6	95.5	101.3	97.2	98.0	3.07
FB ₁	90	112.7	117.3	111.0	113.7	2.88
FB ₂	90	88.8	92.6	95.4	92.3	3.58
FB ₃	90	92.0	94.7	94.9	93.9	1.70
TEA	90	91.8	83.6	81.0	85.5	6.64
AOH	120	92.2	97.0	91.3	93.5	3.31
AME	12	92.1	97.6	88.9	92.9	4.72
TEN	30	95.0	98.5	95.4	96.3	1.99
ZEN	30	96.7	97.2	96.0	96.6	0.61
DON	150	92.0	95.6	94.7	94.1	2.02
3-AcDON	150	103.5	102.4	99.4	101.8	2.09
15-AcDON	150	101.2	99.1	103.6	101.3	2.25
DON-3G	150	89.8	88.7	88.2	88.9	0.88
MPA	120	104.0	101.1	105.6	103.6	2.21

表 31 豆粕-2 基质适应性验证实验结果表

豆粕-2	添加量	平均回收率/%			平均回收率/%	RSD/%
	($\mu\text{g}/\text{kg}$)					
AFB ₁	6	105.3	107.2	108.2	106.9	1.34
AFB ₂	6	100.0	101.3	101.0	100.8	0.69
AFG ₁	6	104.8	109.8	103.8	106.2	3.03
AFG ₂	12	99.1	97.0	93.7	96.6	2.83
OTA	15	103.0	95.2	96.1	98.1	4.34
T-2	30	105.4	98.6	105.7	103.2	3.93
HT-2	120	107.5	104.4	100.9	104.3	3.15
ST	6	102.8	98.8	99.3	100.3	2.17

FB ₁	90	87.3	85.8	88.3	87.2	1.43
FB ₂	90	91.8	93.4	93.3	92.8	0.97
FB ₃	90	94.9	94.5	99.3	96.2	2.78
TEA	90	69.9	69.4	65.8	68.4	3.26
AOH	120	101.9	89.3	95.4	95.5	6.58
AME	12	97.5	91.3	101.0	96.6	5.07
TEN	30	100.8	96.3	100.7	99.3	2.57
ZEN	30	100.0	99.0	94.6	97.8	2.92
DON	150	102.8	103.3	100.6	102.2	1.41
3-AcDON	150	102.9	105.1	102.4	103.5	1.40
15-AcDON	150	94.8	94.8	105.7	98.5	6.39
DON-3G	150	87.5	93.6	92.6	91.2	3.58
MPA	120	99.1	104.8	104.8	102.9	3.22

表 32 麦麸-1 基质适应性验证实验结果表

麦麸-1	添加量	平均回收率/%			平均回收率/%	RSD/%
	($\mu\text{g}/\text{kg}$)					
AFB ₁	6	105.3	104.2	106.0	105.2	0.88
AFB ₂	6	103.7	106.2	103.8	104.6	1.34
AFG ₁	6	104.7	101.2	101.5	102.4	1.89
AFG ₂	12	100.4	101.7	100.3	100.8	0.74
OTA	15	96.7	99.5	94.1	96.8	2.79
T-2	30	104.5	99.1	99.1	100.9	3.11
HT-2	120	99.7	100.2	102.7	100.9	1.60
ST	6	80.2	80.0	84.2	81.4	2.90
FB ₁	90	104.6	106.8	112.1	107.9	3.59
FB ₂	90	97.1	94.6	101.2	97.6	3.41
FB ₃	90	107.1	108.6	109.7	108.5	1.18
TEA	90	65.4	72.4	66.8	68.2	5.39

AOH	120	92.1	99.0	88.7	93.3	5.67
AME	12	97.1	84.2	89.8	90.3	7.17
TEN	30	87.4	88.4	84.2	86.7	2.52
ZEN	30	97.6	101.3	99.6	99.5	1.84
DON	150	93.8	106.5	90.1	96.8	8.87
3-AcDON	150	94.9	93.5	99.6	96.0	3.35
15-AcDON	150	105.7	106.6	102.9	105.1	1.88
DON-3G	150	99.5	100.3	102.5	100.8	1.56
MPA	120	104.3	101.8	106.6	104.3	2.30

表 33 麦麸-2 基质适应性验证实验结果表

麦麸-2	添加量	平均回收率/%			平均回收率/%	RSD/%
	($\mu\text{g}/\text{kg}$)					
AFB ₁	6	102.5	98.5	100.0	100.3	2.01
AFB ₂	6	104.2	102.8	103.2	103.4	0.67
AFG ₁	6	105.0	102.7	103.3	103.7	1.16
AFG ₂	12	99.3	92.9	96.8	96.3	3.31
OTA	15	96.7	97.7	97.4	97.3	0.56
T-2	30	104.7	106.4	104.2	105.1	1.12
HT-2	120	95.0	92.4	100.5	96.0	4.30
ST	6	86.8	82.5	80.2	83.2	4.07
FB ₁	90	106.4	99.9	99.8	102.0	3.73
FB ₂	90	104.2	100.9	100.0	101.7	2.20
FB ₃	90	101.0	101.0	100.4	100.8	0.37
TEA	90	104.1	90.6	84.8	93.2	10.7
AOH	120	91.5	97.5	94.6	94.5	3.16
AME	12	98.5	90.5	94.3	94.4	4.24
TEN	30	103.0	100.0	98.5	100.5	2.29
ZEN	30	103.3	100.4	100.8	101.5	1.53

DON	150	100.6	90.7	96.5	95.9	5.19
3-AcDON	150	95.9	93.6	95.2	94.9	1.24
15-AcDON	150	105.9	104.9	101.1	104.0	2.42
DON-3G	150	95.9	99.2	104.3	99.8	4.22
MPA	120	97.3	102.3	105.4	101.7	4.04

表 34 犬宠物配合饲料基质适应性验证实验结果表

犬 宠物配合饲料	添加量	平均回收率/%			平均回收率/%	RSD/%
	($\mu\text{g}/\text{kg}$)					
AFB ₁	6	101.7	104.3	105.5	103.8	1.89
AFB ₂	6	105.7	104.2	102.0	103.9	1.77
AFG ₁	6	107.5	107.3	106.0	106.9	0.77
AFG ₂	12	93.1	96.3	107.8	99.1	7.84
OTA	15	97.1	104.9	94.0	98.7	5.67
T-2	30	105.1	103.5	104.7	104.4	0.82
HT-2	120	102.6	99.9	102.0	101.5	1.39
ST	6	89.3	86.0	94.5	89.9	4.76
FB ₁	90	102.7	101.6	104.8	103.0	1.56
FB ₂	90	101.8	99.3	99.9	100.3	1.26
FB ₃	90	99.2	98.8	99.7	99.2	0.47
TEA	90	95.5	102.6	90.0	96.1	6.58
AOH	120	97.1	93.8	89.1	93.3	4.29
AME	12	102.8	104.8	92.2	99.9	6.79
TEN	30	106.1	101.3	100.1	102.5	3.10
ZEN	30	106.6	102.2	104.0	104.3	2.11
DON	150	96.2	92.2	95.8	94.7	2.34
3-AcDON	150	102.5	98.6	97.8	99.6	2.51
15-AcDON	150	101.5	101.0	99.6	100.7	0.99
DON-3G	150	99.5	99.3	97.6	98.8	1.06

MPA	120	104.4	98.1	100.0	100.8	3.22
-----	-----	-------	------	-------	-------	------

2.3.4.2 混合型饲料添加剂不适用说明

采用混合型饲料添加剂 枯草芽孢杆菌+纤维素酶、混合型饲料添加剂 紫苏籽提取物 V 型、混合型饲料添加剂葡萄糖氧化酶、混合型添加剂三丁酸甘油酯 IV 型、新粮酶拌料、饲料添加剂葡萄糖氧化酶、混合型饲料添加剂姜黄素、混合型饲料添加剂甘草提取物等 8 种添加植物载体的混合型饲料添加剂或饲料添加剂对方法的适用性进行了验证。结果表明 19 种毒素在这 7 种混合型饲料添加剂种会有个别毒素，如 OTA、ST、MPA 等在部分产品中受到基质离子的强干扰，影响检测结果准确性。因此本方法不适用于混合型饲料添加剂产品。

2.3.4.3 实际样本限量水平添加回收验证

为了进一步验证的方法的适用性，根据《饲料卫生标准》（GB 13078）的限量要求，对玉米粉、猪配合饲料、猪浓缩饲料、牛精料补充料和豆粕等 5 类样品的限量水平添加回收情况进行了验证，结果见表 35。平均回收率，批间精密度实验结果表明 5 类样品限量水平的添加回收可以满足回收率和精密度要求。

表 35 实际样品限量水平添加回收统计表

玉米粉	添加量 μg/kg	批 次	回收率 (%)						平均回 收率/%	批内 RSD/%	批间 RSD/%
AFB ₁	30	I	113.0	111.0	106.0	94.0	99.0	118.0	106.8	8.44	7.96
		II	91.0	99.0	97.0	96.0	92.0	112.0	97.8	7.74	
		III	97.0	100.0	113.0	105.0	106.0	97.0	103.0	6.05	
ZEN	500	I	91.1	84.7	81.6	81.7	80.3	80.3	83.3	4.97	7.31
		II	96.7	83.5	98.2	94.6	82.1	75.0	88.3	10.69	
		III	81.2	84.1	85.0	88.4	90.5	83.2	85.4	4.02	
DON	5000	I	98.2	106.4	111.3	94.2	84.8	101.9	99.5	9.42	8.79

		II	103.5	101.8	109.3	113.1	94.8	108.2	105.1	6.20	
		III	119.3	103.4	111.1	105.4	96.7	86.9	103.8	10.82	
OTA	100	I	104.4	93.0	95.4	88.5	105.6	100.8	98.0	6.90	7.16
		II	95.1	104.4	97.5	88.5	90.9	99.9	96.1	6.09	
		III	84.3	96.6	87.0	107.1	90.0	96.6	93.6	8.85	
FB ₁	60000	I	109.1	98.4	113.1	91.1	98.5	112.6	103.8	8.74	9.15
		II	118.8	103.9	129.1	116.3	93.7	119.5	113.5	11.12	
		III	101.6	111.9	111.0	101.3	101.0	108.0	105.8	4.80	
FB ₂	6000	I	104.2	91.2	98.9	93.1	93.1	95.8	96.1	5.00	8.47
		II	99.6	88.8	87.7	83.7	85.0	84.0	88.1	6.80	
		III	96.7	113.9	104.2	99.3	98.9	102.4	102.6	6.01	
T-2	500	I	109.7	95.8	102.4	97.8	95.3	96.5	99.6	5.59	8.01
		II	114.2	96.4	115.4	86.8	86.0	109.7	101.4	13.25	
		III	101.3	98.6	102.1	103.6	96.5	100.4	100.4	2.55	
猪配合饲料	添加量 (μg/kg)	批次	回收率 (%)						平均回收率/%	批内RSD/%	批间RSD/%
AFB ₁	20	I	101.5	97.2	101.3	115.1	102.0	117.1	105.7	7.82	6.86
		II	95.5	102.9	107.6	102.1	88.5	92.4	98.2	7.36	
		III	106.5	107.4	101.9	107.4	101.8	100.6	104.3	3.03	
ZEN	250	I	81.9	83.6	88.7	103.9	88.4	102.4	91.5	10.31	7.28
		II	85.7	86.7	90.9	95.6	79.9	91.0	88.3	6.17	
		III	96.7	91.3	93.4	91.3	89.6	99.4	93.6	3.97	
DON	1000	I	105.2	95.8	104.0	114.9	111.7	97.0	104.8	7.31	6.31
		II	108.2	103.4	115.4	100.2	93.9	102.1	103.9	7.06	
		III	104.2	104.7	102.1	102.1	91.5	104.8	101.5	5.00	
OTA	100	I	102.7	100.7	104.0	111.1	104.0	106.6	104.9	3.47	4.56
		II	112.7	108.3	108.7	108.1	94.9	101.6	105.7	6.05	
		III	111.2	102.5	107.6	108.3	112.0	112.7	109.0	3.49	
FB ₁	5000	I	98.6	97.4	98.1	108.1	98.5	106.6	101.2	4.72	6.79
		II	112.2	114.3	120.2	114.4	108.1	118.5	114.6	3.80	
		III	106.2	101.9	112.1	97.6	108.7	107.6	105.7	4.90	
FB ₂	500	I	111.3	102.5	99.2	101.2	114.3	104.2	105.5	5.69	8.64
		II	91.9	104.0	96.6	91.9	83.4	99.5	94.5	7.58	

		III	97.8	106.9	119.6	97.9	102.5	112.5	106.2	8.14	
T-2	500	I	108.9	110.2	111.1	119.4	117.9	119.6	114.5	4.35	3.57
		II	108.9	117.1	113.3	119.2	106.2	110.4	112.5	4.43	
		III	115.2	116.2	111.7	113.2	111.4	114.7	113.7	1.72	
猪浓缩饲料	添加量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	批 次	回收率 (%)						平均回 收率/%	批内 RSD/%	批间 RSD/%
AFB ₁	20	I	104.8	101.0	91.3	97.0	94.1	109.7	99.7	6.91	6.06
		II	100.8	107.6	109.8	105.9	92.9	102.2	103.2	5.86	
		III	98.1	96.1	112.2	103.9	104.3	97.2	102.0	5.98	
ZEN	/	无限量要求									
DON	/	无限量要求									
OTA	/	无限量要求									
FB ₁	5000	I	86.8	89.2	91.5	83.8	75.2	86.1	85.4	6.65	6.95
		II	91.9	99.3	95.3	94.4	101.3	99.3	96.9	3.73	
		III	89.5	86.6	91.4	93.2	91.3	97.0	91.5	3.83	
FB ₂	500	I	95.1	84.5	93.5	96.0	78.8	93.4	90.2	7.69	6.81
		II	93.8	89.1	89.2	89.3	99.9	85.9	91.2	5.41	
		III	100.6	96.7	92.8	101.7	98.3	102.3	98.7	3.65	
T-2	/	无限量要求									
牛精料补充料	添加量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	批 次	回收率 (%)						平均回 收率/%	批内 RSD/%	批间 RSD/%
AFB ₁	30	I	106.0	100.0	117.0	107.0	96.0	110.0	106.0	6.98	8.85
		II	103.0	108.0	100.0	109.0	100.0	87.0	101.2	7.84	
		III	87.0	89.0	97.0	112.0	89.0	102.0	96.0	10.12	
ZEN	/	无限量要求									
DON	5000	I	80.3	98.1	96.7	98.1	90.0	107.0	95.0	9.50	8.46
		II	102.8	91.2	89.5	92.8	113.9	105.2	99.2	9.72	
		III	100.5	109.2	108.0	103.0	105.1	99.4	104.2	3.79	
OTA	/	无限量要求									
FB ₁	60000	I	99.1	108.4	95.4	94.8	105.6	106.6	101.7	5.88	8.82
		II	129.1	109.1	108.9	115.7	126.4	104.5	115.6	8.73	
		III	97.2	114.1	117.0	105.6	103.3	112.6	108.3	6.96	

FB ₂	6000	I	108.0	100.5	89.5	93.0	100.1	106.7	99.6	7.36	10.37
		II	98.5	87.8	83.7	85.3	93.5	87.8	89.5	6.21	
		III	105.0	100.1	113.6	113.0	117.6	105.5	109.1	6.07	
T-2	/	无限量要求									
豆粕	添加量 μg/kg	批 次	回收率(%)						平均回 收率/%	批内 RSD/%	批间 RSD/%
AFB ₁	30	I	98.5	98.2	97.2	107.5	104.9	104.9	101.9	4.30	4.73
		II	104.8	109.2	97.2	101.5	98.3	103.6	102.4	4.33	
		III	100.6	109.3	95.9	107.8	101.3	111.7	104.4	5.84	
ZEN	1000	I	86.9	91.3	97.6	96.0	91.7	91.5	92.5	4.10	7.22
		II	114.4	105.3	106.2	111.7	100.5	102.0	106.7	5.10	
		III	101.7	101.0	100.0	101.1	97.2	107.1	101.4	3.21	
DON	5000	I	96.5	97.5	94.0	95.1	97.3	96.9	96.2	1.42	4.64
		II	108.3	101.8	100.4	107.2	108.0	104.2	105.0	3.20	
		III	106.6	98.9	95.4	100.0	102.0	103.2	101.0	3.81	
OTA	/	无限量要求									
FB ₁	/	无限量要求									
FB ₂	/	无限量要求									
T-2	/	无限量要求									

2.3.4.4 实际样本检测

为了进一步验证方法的适用性，比较现行标准与采用《饲料卫生标准》《宠物饲料卫生规定》指定标准检测结果的一致性，选取了麦麸、青贮饲料、玉米油、花生粕、复合预混合饲料、喷浆玉米皮、DDGS、仔猪浓缩饲料、羊精料补充料、宠物配合料猫粮、宠物配合料幼犬粮、宠物配合饲料犬粮、牛配合饲料等不同类别样品，分别采用不同的分析方法进行了真菌毒素含量的检测，检测方法所用标准见表 36，检测结果比对见表 37。从检测结果看，本标准方法的检测结果与指定方法检测结果的相比偏差在 1%~20%的范围，结果基本一致。

表 36 《饲料卫生标准》《宠物饲料卫生规定》指定标准方法明细表

真菌毒素种类	AFB ₁	OTA	ZEN	DON	FB ₁	FB ₂	T-2	HT-2
宠物饲料	NY/T 2071	GB/T 30957	NY/T 2071	GB/T 30956	NY/T 1970	NY/T 1970	SN/T 3136	SN/T 3136
饲料及饲料原料	NY/T 2071	GB/T 30957	NY/T 2071	GB/T 30956	NY/T 1970	NY/T 1970	NY/T 2071	/

表 37 典型样本不同标准测定结果比对

样品名称	采用标准	AFB ₁	相对偏差%	OTA	相对偏差%	ZEN	相对偏差%	DON	相对偏差%	T-2	相对偏差%	HT-2	相对偏差%	FB ₁	FB ₂	FUMA(B ₁ +B ₂)	相对偏差%
小麦麸	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	18	10	218	8	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	<LOQ	#VALUE!
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	15		255		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	
青贮饲料	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	62	4	1337	3	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	230	67	297	19
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	67		1407		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	367	
玉米油	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	43	13	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	<LOQ	#VALUE!
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	33		<LOQ		#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	
喷浆玉米皮	指定标准	74	15	<LOQ	#VALUE!	187	14	4992	1	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	13137	1976	15113	1
	本标准	100		<LOQ	#VALUE!	248		5056		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	12424	
玉米DDGS	指定标准	6	11	<LOQ	#VALUE!	189	3	1363	16	17	11	<LOQ	#VALUE!	1172	284	1456	5
	本标准	5		<LOQ	#VALUE!	199		991		21		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	1116	
花生粕	指定标准	134	1	10	7	22	0	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	<LOQ	#VALUE!
	本标准	135		12		21		<LOQ		#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	
复合预混合饲料	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	39	13	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	<LOQ	#VALUE!
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	30		<LOQ		#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	
仔猪浓缩饲料	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	94	4	653	1	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	1561	426	1987	14
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	101		641		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	2114	
育肥羊精料补充料	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	188	9	1040	4	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	1450	419	1869	20
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	223		969		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	2244	
肉牛育肥配合饲料	指定标准	34	7	<LOQ	#VALUE!	2307	1	1634	15	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	3913	1020	4933	16
	本标准	29		<LOQ	#VALUE!	2255		2189		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	5461	
宠物配合料犬粮	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	318	16	149	5	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	313	191	504	17
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	441		165		<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	470	
宠物配合料猫粮	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	80	16	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	196	62	258	11
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	110		<LOQ		#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	
宠物配合料犬粮	指定标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	20	4	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	<LOQ	#VALUE!
	本标准	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	22		<LOQ		#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	#VALUE!	<LOQ	<LOQ	
宠物配合料猫粮	指定标准	/	#VALUE!	/	#VALUE!	/	#VALUE!	/	#VALUE!	551	1	910	5	/	/	/	#VALUE!
	本标准	/	#VALUE!	/	#VALUE!	/	#VALUE!	/	#VALUE!	564		818		/	/	/	

2.3.5 混合标准中间液的稳定性试验

对混合标准中间液A、B进行为期6个月的稳定性验证，每次以固体重新配制中间液作为标点，分别对第0、1、2、3、4、5、6个月时的混合标准中间溶液进行定值，由于混合标准中间液的浓度偏高，每次上机前用中间液稀释溶剂进行100倍稀释。数据结果以实际浓度和理论浓度的比值表示。试验结果表明，混合标准中间溶液A、B在-18℃下避光保存6个月是稳定的，数据结果见表38~39。

表 38 混合标准中间液 A 的稳定性试验结果表

比值%	0 天	1 个月	2 个月	3 个月	4 个月	5 个月	6 个月	平均值	RSD %
AFB ₁	96.4	96.4	100.7	94.5	93.2	92.4	105.3	97.0	4.72
AFB ₂	96.2	96.4	100.2	95.0	92.5	92.6	98.7	95.9	3.00
AFG ₁	96.1	103.4	98.3	96.3	91.7	89.8	99.0	96.4	4.75
AFG ₂	96.2	99.1	99.1	96.6	93.9	97.1	100.2	97.5	2.21
OTA	99.8	103.4	100.9	94.7	97.8	96.0	102.0	99.2	3.21
T-2	102.4	100.7	100.7	100.1	94.1	100.2	100.2	99.8	2.63
HT-2	99.0	100.0	100.9	97.7	98.0	96.0	101.6	99.0	1.99
ST	98.5	98.1	103.2	100.1	101.9	105.5	100.7	101.1	2.60
AOH	95.6	97.8	100.8	95.7	99.4	102.0	96.3	98.2	2.60
AME	99.6	99.2	99.4	93.9	98.0	100.0	105.7	99.4	3.47
TEN	91.0	100.3	100.0	95.9	100.6	101.5	105.6	99.3	4.67
ZEN	98.3	99.0	97.2	93.7	93.6	98.1	103.9	97.7	3.59
DON	99.4	98.5	99.7	95.3	95.6	95.8	100.7	97.9	2.31
3-AcDON	96.4	99.4	100.3	100.7	94.2	96.1	104.3	98.8	3.49
15-AcDON	100.7	100.7	99.4	99.3	94.9	97.6	103.1	99.4	2.63
MPA	100.4	104.1	99.3	91.5	91.3	92.2	93.3	96.0	5.37

表 39 混合标准中间液 B 的稳定性试验结果表

比值%	0 天	1 个月	2 个月	3 个月	4 个月	5 个月	6 个月	平均值	RSD%
FB ₁	100.1	103.3	100.7	102.2	100.7	102.8	101.1	101.57	1.2
FB ₂	100.0	100.0	100.6	100.2	101.1	100.3	100.8	100.44	0.4
FB ₃	100.1	99.0	101.5	100.5	101.2	102.0	100.5	100.69	1.0

2.3.6 稳定同位素内标混合标准中间液的稳定性试验

对稳定同位素内标混合标准中间液 A、B 进行为期 3 个月的稳定性验证，每次以稳定同位素单标标准储备溶液重新配制中间液作为标点，分别对第 0、15 天、1 个月、2 个月、3 个月时的混合标准中间溶液进行定值，由于稳定同位素内标混合标准中间液的浓度偏高，每次上机前用中间液稀释溶剂进行 10 倍稀释。数据结果以实际浓度和理论浓度的比值表示。试验结果表明，稳定同位素内标混合标准中间液 A、B 在-18℃下避光保存 3 个月是稳定的，数据结果见表 40~41。

表 40 稳定同位素内标混合标准中间液 A 的稳定性试验结果表

比值%	0 天	15 天	1 个月	2 个月	3 个月	平均值	RSD%
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	99.9	100.4	100.6	98.1	104.8	100.8	2.46
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	100.5	100.8	101.3	98.1	102.0	100.5	1.49
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	103.2	101.9	102.0	98.3	104.9	102.1	2.38
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	103.3	104.9	102.1	104.4	104.6	103.8	1.11
[¹³ C ₂₀]-OTA	96.1	104.1	102.6	100.5	94.7	99.6	4.08
[¹³ C ₂₄]-T-2	97.5	98.8	103.2	98.6	96.3	98.9	2.64
[¹³ C ₂₂]-HT-2	96.9	99.8	104.3	104.6	96.3	100.4	3.93
[¹³ C ₁₈]-ST	105.1	102.5	103.4	102.4	98.6	102.4	2.31
[¹³ C ₁₄]-AOH	96.6	102.9	100.6	103.6	102.3	101.2	2.77

[¹³ C ₁₅]-AME	95.8	100.7	99.8	101.2	100.1	99.5	2.15
[¹³ C ₂₂]-TEN	97.0	100.5	100.8	99.7	96.1	98.8	2.15
[¹³ C ₁₈]-ZEN	100.6	103.5	101.7	100.4	98.4	100.9	1.86
[¹³ C ₁₅]-DON	98.6	97.1	99.2	95.9	94.7	97.1	1.93
[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	98.3	107.4	98.3	105.6	101.4	102.2	4.08
[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	102.3	102.5	98.1	104.2	95.2	100.5	3.66
[¹³ C ₁₇]-MPA	102.2	101.9	96.9	99.3	97.8	99.6	2.40

表 41 稳定同位素内标混合标准中间液 B 的稳定性试验结果表

比值%	0 天	15 天	1 个月	2 个月	3 个月	平均值	RSD%
[¹³ C ₃₄]-FB ₁	100.3	99.4	100.6	99.9	100.0	100.1	0.46
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	99.7	99.4	99.8	100.9	100.0	100.0	0.58
[¹³ C ₃₄]-FB ₃	100.2	100.6	99.5	99.5	99.4	99.8	0.51

2.3.7 试样溶液的稳定性试验

将制备好的 5 种基质样品溶液（五倍定量限水平加标），在 24 h 内连续进样测定，由于基质复杂，且方法为内标法，所以结果以外标峰面积与内标峰面积的比值表示，结果显示在 5 种试液基质中 19 种真菌毒素的稳定较好，详见表 42-表 46。

表 42 鸡预混合饲料试样溶液的稳定性试验结果表

鸡预混合饲料	外标峰面积/内标峰面积						平均值	RSD/%
	0 h	2h	4h	8h	16h	24h		
AFB ₁	0.63	0.60	0.60	0.66	0.63	0.63	0.6	3.15
AFB ₂	0.54	0.58	0.55	0.57	0.58	0.57	0.6	2.99
AFG ₁	1.19	1.38	1.27	1.22	1.25	1.20	1.3	5.57
AFG ₂	0.92	1.02	0.89	0.93	0.92	1.09	1.0	7.94

OTA	0.65	0.56	0.55	0.57	0.68	0.55	0.6	9.50
T-2	0.43	0.42	0.40	0.44	0.40	0.43	0.4	4.45
HT-2	2.06	2.15	1.98	2.18	2.12	1.86	2.1	5.81
ST	0.84	0.65	0.80	0.79	0.75	0.76	0.8	8.50
FB ₁	0.26	0.29	0.27	0.27	0.24	0.26	0.3	6.02
FB ₂	0.30	0.32	0.33	0.28	0.36	0.29	0.3	9.34
FB ₃	0.38	0.38	0.40	0.36	0.35	0.36	0.4	4.54
AOH	0.38	0.37	0.40	0.37	0.44	0.44	0.4	8.23
AME	0.88	0.74	0.72	0.88	0.84	0.86	0.8	8.53
TEN	0.40	0.48	0.48	0.42	0.38	0.43	0.4	9.31
ZEN	0.28	0.27	0.25	0.25	0.29	0.26	0.3	6.14
DON	0.24	0.24	0.23	0.22	0.25	0.24	0.2	2.89
3-AcDON	0.23	0.24	0.23	0.25	0.22	0.23	0.2	3.71
15-AcDON	0.16	0.15	0.16	0.18	0.17	0.19	0.2	7.97
MPA	0.40	0.38	0.39	0.41	0.39	0.42	0.4	3.87

表 43 猪浓缩饲料试样溶液的稳定性试验结果表

猪浓缩饲料	外标峰面积/内标峰面积						平均值	RSD/%
	0 h	2h	4h	8h	16h	24h		
AFB ₁	0.84	0.87	0.85	0.85	0.81	0.86	0.8	2.43
AFB ₂	0.64	0.63	0.63	0.75	0.65	0.62	0.7	7.21
AFG ₁	1.55	1.51	1.53	1.47	1.52	1.47	1.5	2.34
AFG ₂	1.11	1.12	1.12	1.18	0.97	1.12	1.1	6.33
OTA	0.78	0.73	0.79	0.75	0.80	0.79	0.8	3.34
T-2	0.57	0.58	0.55	0.57	0.53	0.54	0.6	3.63
HT-2	2.63	2.57	2.56	2.54	2.65	2.49	2.6	2.21
ST	0.89	0.87	0.83	0.86	0.76	0.82	0.8	5.77
FB ₁	0.28	0.26	0.26	0.24	0.29	0.24	0.3	8.68
FB ₂	0.33	0.34	0.33	0.35	0.36	0.32	0.3	3.76

FB ₃	0.43	0.41	0.40	0.40	0.38	0.40	0.4	4.18
AOH	0.45	0.45	0.43	0.44	0.49	0.45	0.5	4.72
AME	0.95	1.16	0.98	0.97	1.11	1.02	1.0	8.05
TEN	0.50	0.51	0.53	0.49	0.50	0.50	0.5	2.81
ZEN	0.44	0.44	0.43	0.39	0.45	0.45	0.4	5.33
DON	0.35	0.36	0.35	0.36	0.37	0.36	0.4	1.97
3-AcDON	0.34	0.32	0.33	0.34	0.35	0.35	0.3	3.12
15-AcDON	0.21	0.21	0.21	0.25	0.21	0.21	0.2	6.04
MPA	0.47	0.47	0.46	0.47	0.46	0.49	0.5	2.19

表 44 猪配合饲料试样溶液的稳定性试验结果表

猪配合饲料	外标峰面积/内标峰面积						平均值	RSD/%
	0 h	2h	4h	8h	16h	24h		
AFB ₁	0.81	0.77	0.77	0.74	0.80	0.70	0.8	5.30
AFB ₂	0.63	0.62	0.64	0.58	0.63	0.71	0.6	6.74
AFG ₁	1.43	1.43	1.46	1.40	1.36	1.33	1.4	3.62
AFG ₂	1.14	1.08	1.04	1.19	1.11	1.20	1.1	5.71
OTA	0.70	0.65	0.64	0.59	0.67	0.74	0.7	7.78
T-2	0.53	0.56	0.57	0.57	0.54	0.53	0.5	3.31
HT-2	2.55	2.48	2.38	2.43	2.41	2.69	2.5	4.59
ST	0.68	0.66	0.71	0.76	0.77	0.62	0.7	8.31
FB ₁	0.37	0.37	0.35	0.39	0.32	0.35	0.4	6.48
FB ₂	0.36	0.37	0.42	0.39	0.41	0.39	0.4	5.25
FB ₃	0.44	0.45	0.45	0.42	0.47	0.44	0.4	3.74
AOH	0.26	0.32	0.29	0.32	0.28	0.33	0.3	8.92
AME	0.77	0.92	0.77	0.73	0.86	0.86	0.8	8.76
TEN	0.45	0.46	0.49	0.45	0.48	0.53	0.5	6.15
ZEN	0.37	0.33	0.38	0.36	0.32	0.39	0.4	7.69
DON	0.38	0.36	0.37	0.39	0.39	0.38	0.4	3.59

3-AcDON	0.32	0.32	0.30	0.29	0.33	0.34	0.3	5.91
15-AcDON	0.21	0.24	0.22	0.21	0.22	0.23	0.2	4.98
MPA	0.45	0.49	0.44	0.48	0.45	0.46	0.5	4.48

表 45 牛精料补充料试样溶液的稳定性试验结果表

牛精料补充料	外标峰面积/内标峰面积						平均值	RSD/%
	0 h	2h	4h	8h	16h	24h		
AFB ₁	1.77	1.80	1.84	1.75	1.83	1.90	1.8	2.95
AFB ₂	0.68	0.64	0.67	0.66	0.64	0.69	0.7	2.92
AFG ₁	1.30	1.25	1.39	1.35	1.37	1.46	1.4	5.36
AFG ₂	1.18	1.08	1.24	1.09	1.21	0.95	1.1	9.38
OTA	0.74	0.74	0.67	0.72	0.71	0.80	0.7	5.81
T-2	0.53	0.52	0.64	0.51	0.58	0.54	0.6	8.63
HT-2	2.24	2.27	2.59	2.40	2.24	2.27	2.3	5.93
ST	0.92	0.83	1.06	0.97	0.97	0.86	0.9	8.87
FB ₁	0.67	0.66	0.61	0.63	0.59	0.62	0.6	4.88
FB ₂	0.80	0.83	0.77	0.72	0.79	0.75	0.8	5.06
FB ₃	0.50	0.50	0.51	0.55	0.51	0.50	0.5	3.35
AOH	0.44	0.42	0.44	0.47	0.47	0.43	0.4	4.53
AME	1.01	1.06	1.09	1.04	1.05	1.11	1.1	3.58
TEN	0.42	0.46	0.43	0.51	0.49	0.47	0.5	7.30
ZEN	1.68	1.65	1.77	1.67	1.73	1.71	1.7	2.62
DON	0.49	0.49	0.49	0.49	0.45	0.49	0.5	3.48
3-AcDON	0.32	0.30	0.31	0.30	0.31	0.32	0.3	3.28
15-AcDON	0.24	0.23	0.24	0.22	0.24	0.24	0.2	3.51
MPA	0.40	0.44	0.46	0.39	0.43	0.43	0.4	5.48

表 46 玉米粉试样溶液的稳定性试验结果表

玉米粉	外标峰面积/内标峰面积	平均值	RSD/%
-----	-------------	-----	-------

	0 h	2h	4h	8h	16h	24h		
AFB ₁	0.65	0.70	0.76	0.67	0.67	0.73	0.7	5.65
AFB ₂	0.57	0.57	0.61	0.59	0.56	0.56	0.6	3.52
AFG ₁	1.37	1.34	1.28	1.20	1.28	1.25	1.3	4.88
AFG ₂	1.02	0.97	0.86	0.91	1.01	0.97	1.0	6.58
OTA	0.65	0.67	0.58	0.56	0.57	0.61	0.6	7.65
T-2	0.46	0.45	0.48	0.48	0.45	0.47	0.5	2.67
HT-2	2.07	2.05	2.11	2.12	2.09	2.03	2.1	1.71
ST	0.76	0.77	0.68	0.67	0.76	0.60	0.7	9.64
FB ₁	0.32	0.30	0.34	0.32	0.32	0.30	0.3	4.82
FB ₂	0.35	0.37	0.32	0.35	0.31	0.35	0.3	5.99
FB ₃	0.40	0.40	0.38	0.41	0.42	0.42	0.4	3.18
AOH	0.38	0.41	0.41	0.40	0.36	0.47	0.4	9.51
AME	0.87	0.80	0.76	0.91	0.69	0.83	0.8	9.56
TEN	0.41	0.42	0.45	0.41	0.40	0.47	0.4	6.60
ZEN	0.35	0.29	0.34	0.31	0.28	0.30	0.3	8.93
DON	0.28	0.29	0.29	0.30	0.28	0.28	0.3	2.96
3-AcDON	0.29	0.28	0.29	0.30	0.28	0.30	0.3	3.56
15-AcDON	0.18	0.17	0.18	0.18	0.17	0.18	0.2	2.27
MPA	0.42	0.42	0.39	0.39	0.42	0.42	0.4	3.55

2.3.8 标准工作液的稳定性试验

以制备好的标准系列溶液中的 ST6 标点进行 24 h 的连续进样测定，结果以 ST6 标点浓度定值表示，结果显示工作液中 19 种真菌毒素的 24 h 稳定性良好。试验结果见表 47。

表 47 玉米粉试样溶液的稳定性试验结果表

浓度 (μg/L)	0h	2h	4h	8h	16h	24h	平均值	RSD%
AFB ₁	20.0	20.9	18.8	19.7	20.8	20.0	20.0	3.75
AFB ₂	20.0	19.5	18.7	19.1	18.8	18.5	19.1	2.98
AFG ₁	20.0	21.1	20.8	20.8	21.3	21.2	20.8	2.21
AFG ₂	40.0	42.8	39.9	41.3	38.7	41.1	40.6	3.52
OTA	50.0	50.7	51.3	52.0	51.5	51.8	51.2	1.45
T-2	100.0	91.5	99.5	97.2	95.8	93.3	96.2	3.53
HT-2	400.0	398.2	390.0	414.7	410.4	379.3	398.7	3.26
ST	20.0	20.8	20.7	20.3	19.9	19.9	20.3	2.04
FB ₁	300.0	321.5	303.2	301.1	303.6	300.2	304.9	2.70
FB ₂	300.0	304.7	315.2	287.6	292.2	295.7	299.2	3.28
FB ₃	300.0	299.8	298.9	324.1	308.2	321.1	308.7	3.67
AOH	400.0	409.2	415.6	398.6	418.2	411.4	408.8	1.97
AME	40.0	41.3	42.4	41.0	39.1	40.3	40.7	2.79
TEN	100.0	98.4	102.1	97.1	100.8	94.9	98.9	2.65
ZEN	100.0	96.4	95.7	96.8	97.0	94.7	96.7	1.86
DON	500.0	487.9	494.3	510.7	497.6	493.3	497.3	1.56
3-AcDON	500.0	501.6	506.1	497.5	509.9	497.7	502.1	0.99
15-AcDON	500.0	474.7	500.1	476.7	485.1	474.6	485.2	2.50
MPA	400.0	387.4	395.2	399.4	394.9	392.9	394.9	1.17

三、验证结果、综述报告，技术经济论证，预期经济效果

3.1 验证单位试验结果

委托农业农村部农产品及加工品质量检验检测中心（北京）、农业农村部蜂产品质量检验检测中心（北京）和北京市兽药饲料监测中心

3 家单位对标准方法的线性与范围、检出限与定量限、准确度与精密度进行验证确认，验证结果符合相关标准要求，表明方法可行。

3.2 预期经济效果

本标准制定有助于强化监管饲料以及饲料原料中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ (AFB₁、AFB₂、AFG₁、AFG₂)、赭曲霉毒素 A(OTA)、T-2、HT-2、杂色曲霉毒素(ST)、伏马毒素 B₁、B₂、B₃ (FB₁、FB₂、FB₃)、细交链孢菌酮酸(TEA)、交链孢酚(AOH)、交链孢酚单甲醚(AME)、赭毒素(TEN)、玉米赤霉烯酮(ZEN)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)、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)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇-3-葡萄糖苷(DON-3G)、霉酚酸(MPA)的含量监管，直接保证了畜禽产品的安全，保障了人民的健康。同时，本标准制定还为饲料生产者提供技术服务，保障其生产饲料符合要求，避免因不达标遭受损失，提高生产者的经济效益。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

目前国内外尚无饲料中黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ (AFB₁、AFB₂、AFG₁、AFG₂)、赭曲霉毒素 A(OTA)、T-2、HT-2、杂色曲霉毒素(ST)、伏马毒素 B₁、B₂、B₃ (FB₁、FB₂、FB₃)、细交链孢菌酮酸(TEA)、交链孢酚(AOH)、交链孢酚单甲醚(AME)、赭毒素(TEN)、玉米赤霉烯酮(ZEN)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)、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)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇-3-葡萄糖苷(DON-3G)、霉酚酸(MPA)的多毒素测定标准。目前，对比现行应用 LC-MS/MS 检测霉菌毒素的国际/国家/行业标准见表 48。

表 48 现行应用 LC-MS/MS 检测霉菌毒素的国家/行业标准汇总分析表

序号	目标物	适用范围	称样量(g)	提取溶液	提取液 体积 (mL)	提取稀 释倍数	提取方式	净化方式	净化 浓缩 倍数	样品—上机 浓缩/稀释 倍数	检测方法	定量方法	定量限	标准来源
1	AFB ₁ , AFB ₂ , AFG ₁ ,AFG ₂	食品(分类列 出)	5(精确至 0.01g)	乙腈-水 (84+16) 或甲 醇-水(70+30)	20	4	涡旋/振荡/ 超声 20min	免疫亲和柱	4	相等	LC-MS/MS	同位素稀释	LOD: 0.03 µg/kg LOQ: 0.1 µg/kg	1
2	杂色曲霉毒素 (STE)	大米、玉米、 小麦、黄豆及 花生	5(精确至 0.01g)	乙腈-水 (80+20)	20	4	涡旋后超声 10min	免疫亲和柱 /固相萃取 柱(WCX)	2	稀释 2 倍	LC-MS/MS	同位素稀释	LOD: 0.6 µg/kg LOQ: 2 µg/kg	2
3	OTA	食品(分类列 出)	25	甲醇-水 (80+20)	100	4	高速均质提 取 2 min	免疫亲和柱	5	浓缩 1.25 倍	LC-MS/MS	外标法	LOD: 1 µg/kg LOQ: 3 µg/kg	3
4	DON,15-ACD ON,3-ACDON	食品(分类列 出)	2(准确至 0.01 g)	乙腈-水 (84+16)	20	10	涡旋/振荡/ 超声 20min	免疫亲和柱 /固相萃取 柱(WCX)	5	稀释 2 倍	LC-MS/MS	同位素稀释	LOD: 10 µg/kg LOQ: 20 µg/kg	4
5	展青霉素 (PAT)	水果及制品	1	乙酸乙酯	10×2	5(蒸干 复溶)	涡旋 5 min	固相萃取柱 /净化柱	5	相等	LC-MS/MS	同位素稀释	LOD: 3/6 µg/kg LOQ: 10/20 µg/kg	5
6	FB ₁ ,FB ₂ ,FB ₃	玉米及其制品	5(精确至 0.01g)	乙腈-水溶液 (50+50)	20	4	涡旋/振荡 20 min	免疫亲和柱 /固相萃取 柱(WCX)	2/3	稀释 2/1.3 倍	LC-MS/MS	同位素稀释	LOD: 7/3/3 µg/kg LOQ: 20/10/10 µg/kg	6

7	ZEA	动物性食品	5 (精确至 0.1g)	酶解+乙醚	15×2	蒸干	振荡 5 min	固相萃取柱	-	浓缩 5 倍	LC-MS/MS	外标法	LOD: 1 µg/kg LOQ: 4 µg/kg	7
---	-----	-------	--------------	-------	------	----	----------	-------	---	--------	----------	-----	------------------------------	---

表 62 (续)

序号	目标物	适用范围	称样量(g)	提取溶液	提取液体积 (mL)	提取稀释倍数	提取方式	净化方式	净化浓缩倍数	样品—上机浓缩/稀释倍数	检测方法	定量方法	定量限	标准来源
8	玉米赤霉醇、β-玉米赤霉醇、α-玉米赤霉烯醇、β-玉米赤霉烯醇、玉米赤霉酮和赤霉烯酮	动物性食品	5 (精确至 0.1g)	酶解+乙醚	15×2	蒸干	振荡 5 min	固相萃取柱	-	浓缩 5 倍	LC-MS/MS	外标法	检测下限: 0.001 mg/kg	8
9	FB ₁ ,FB ₂	饲料(植物性饲料原料、精料补充料、配合饲料和浓缩饲料)	2 (精确至 0.01g)	甲醇-水 (75+25)	10	5	超声 5 min	固相萃取柱	2	稀释 2.5 倍	LC-MS/MS	外标法	LOD: 0.01 mg/kg LOQ: 0.05 mg/kg	9
10	AFs,T-2,ZEA	单一饲料、配合饲料、精料补充料、浓缩饲料、复合预混合饲料	5±0.02	乙腈-水 (84+16)	25	5	超声 20 min	多功能净化柱	5	相等	LC-MS/MS	外标法	LOD: 1/1/5 µg/kg LOQ: 2/2/10 µg/kg	10
11	ZEN	配合饲料、精料补充料、浓缩饲料和植物性饲料原料	5 (精确至 0.1g)	乙腈-水 (80+20)	25	蒸干	超声 30 min	免疫亲和柱	1.5/1	相等	LC-MS/MS	外标法	LOQ: 2 µg/kg	11

12	T-2/HT-2	配合饲料（不包括水产配合饲料）、浓缩饲料、精料补充料、复合预混合饲料、植物性饲料原料和宠物配合饲料	5（精确至0.01g）	乙腈-水（80+20）	25	8	振荡 10 min	免疫亲和柱	20/1	相等	LC-MS/MS	外标法	LOD: 2 µg/kg LOQ: 5 µg/kg	12
13	37种	配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和植物性饲料原料	5（精确至0.01g）	乙腈-水-甲酸 （84+15.9+0.1）	20	-	振荡 20 min	多功能净化柱	相等	相等	LC-MS/MS	外标法	只有检出限	13

注：1. 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

2. GB 5009.25-2016 食品安全国家标准 食品中杂色曲霉毒素的测定

3. GB 5009.96-2016 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定

4. 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

5. GB 5009.185-2016 食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定

6. GB 5009.240-2016 食品安全国家标准 食品中伏马毒素的测定

7. GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定

8. GB_T 21982-2008 动物源食品中玉米赤霉醇、β-玉米赤霉醇、α-玉米赤霉烯醇、β-玉米赤霉烯醇、玉米赤霉酮和赤霉烯酮残留量检测方法 液相色谱-质谱_质谱法

9. NY_T 1970-2010 饲料中伏马毒素的测定

10. NY_T 2071-2011 饲料中黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮和 T-2 的测定 液相色谱-串联质谱法

11. GB/T 19540-2025 饲料中玉米赤霉烯酮的测定

12. NY/T 4124-2022 饲料中 T-2 和 HT-2 的测定 液相色谱-串联质谱法

13. NY/T 3803-2020 饲料中 37 种霉菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

未采用国际标准或国外标准。

六、与有关法律、法规的关系

本标准与现行的有关饲料法律、法规、规章和政策以及有关基础标准和强制性标准方向统一一致，相互支持，互相配合、协调一致，形成统一的有机整体。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、涉及专利的有关说明

本标准未明确涉及某一具体专利，但某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

无

九、贯彻国家标准的要求，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) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作。

(3) 建议本标准正式发布后, 设定 6 个月的过渡期, 过渡 6 个月后实施。

十、其他应当说明的事项

无。

参考文献

- [1] 龚豪杰, 李冰杰. 超高效液相色谱-串联三重四级杆质谱法同时测定运动马饲料中 12 种真菌毒素[J]. 中国饲料, 2025, (5): 118-124.
- [2] 王瑞国, 郭丽丽, 王培龙, 等. 杂质吸附型净化结合超高效液相色谱-串联质谱法同时测定谷物和动物饲料中 37 种霉菌毒素[J]. 色谱, 2020, 38(7): 817-825.
- [3] 吴红涛, 李萌萌, 关二旗, 等. 四极杆-轨道阱液质联用法同时检测玉米中四种真菌毒素[J]. 食品与发酵工业, 2022, 48(24): 245-251.
- [4] 夏寒, 谢瑜杰, 严晓贤, 等. 一步式 QuEChERS 结合超高效液相色谱-串联质谱快速测定风干牦牛肉中 20 种真菌毒素[J]. 食品科技, 2025, 50(1): 337-346.
- [5] 朱怡平, 戴承兵, 赵佳伟, 等. 固相萃取/超高效液相色谱-串联质谱法测定咖啡中 19 种真菌毒素[J]. 分析测试学报, 2024, 43(9): 1458-1466.
- [6] 高庆辉, 翟亚楠, 孙红轩, 等. 同位素内标稀释-UPLC-MS/MS 法测定小麦中 16 种真菌毒素及河北省小麦中污染状况分析 [J]. 职业与健康, 2026, 42 (04): 453-458+464. DOI:10.13329/j.cnki.zyyjk.2026.0077.
- [7] 胡珀, 卜媛媛, 金鹏, 等. QuEChERS EMR-Lipid 净化结合同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定蜂房及其制剂中 10 种真菌毒素 [J]. 食品与药品, 2024, 26 (04): 316-322.
- [8] 曾宪冬, 柳洁, 曾灼祥, 等. 同位素稀释-液相色谱/串联质谱法测定粮食产品中多组分真菌毒素 [J]. 职业卫生与病伤, 2020, 35 (06): 365-371+374.
- [9] 李凤华, 郑凤家, 李蔚, 等. 同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法测定中药材中的 17 种真菌毒素 [J]. 理化检验(化学分册), 2019, 55 (01): 56-62.
- [10] 吴宇, 辛媛媛, 叶金, 等. 全碳标记稳定同位素内标-超高效液相色谱-串联质谱法测定粮食中 16 种真菌毒素 [J]. 食品科学, 2017, 38 (18): 297-303.
- [11] 时玲, 国振, 赵光亮, 等. 色谱分析条件对猪肉中沙丁胺醇和克伦特罗质谱基质效应的影响 [J]. 计量科学与技术, 2025, 69 (08): 48-54+47.

[12] M Shipkova 1, C P Strassburg, F Braun, F Streit, H J Gröne, V W Armstrong, R H Tukey, M Oellerich, E Wieland. Glucuronide and glucoside conjugation of mycophenolic acid by human liver, kidney and intestinal microsomes. *Br J Pharmacol.* 2001 Mar;132(5):1027-34.

[13]侯广月,徐志娇,周莉莉,等.谷物及其制品中 11 种真菌毒素污染水平的测定与分析[J].*化学研究与应用*,2025,37(1):33-39.

[14]李玉芳,焦洁,黄铮,等.超高效液相色谱-串联质谱法同时测定当归 9 种真菌毒素[J].*寒旱农业科学*,2024,3(10):974-980.