



中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX—20XX

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

Determination of 19 mycotoxins in feeds—

Isotope Dilution Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

(公开征求意见稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1 – 2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

饲料中真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法

警示——本方法涉及多种真菌毒素，其中包括高致癌化合物黄曲霉毒素，整个实验过程需在通风橱中（避免直射阳光）进行且尽量做好防护措施，避免危害操作人员的健康。

1 范围

本文件描述了饲料中 19 种真菌毒素测定的同位素稀释液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和植物性饲料原料中黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇、15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇、T-2 毒素，HT-2 毒素、伏马毒素 B₁、伏马毒素 B₂、伏马毒素 B₃、杂色曲霉毒素、交链孢酚、交链孢酚单甲醚、腾毒素、霉酚酸的测定。

本文件中 19 种真菌毒素的检出限、定量限按附录 A 的规定执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的待测物用甲酸乙腈溶液提取，经多毒素固相净化柱净化，液相色谱-串联质谱仪检测，同位素内标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

- 5.1 水：GB/T 6682，一级。
- 5.2 甲醇。
- 5.3 甲醇：色谱纯。
- 5.4 乙腈。
- 5.5 乙腈：色谱纯。
- 5.6 甲酸：色谱纯。
- 5.7 乙酸铵：色谱纯。
- 5.8 碳酸氢铵：色谱纯。
- 5.9 提取溶液：量取700 mL乙腈（5.4），加入10 mL甲酸（5.6），加入水290 mL，混匀。
- 5.10 甲酸乙腈溶液：量取70 mL乙腈（5.5），加入1 mL甲酸（5.6），加入水129 mL，混匀。
- 5.11 乙腈溶液：量取50 mL乙腈（5.5），加入水50 mL，混匀。
- 5.12 乙酸铵甲酸溶液：称取0.385 g乙酸铵（5.7），加水溶解，加入1 mL甲酸（5.6），用水稀释至1000 mL，混匀。
- 5.13 碳酸氢铵溶液：称取0.039 g碳酸氢铵（5.8），加水溶解并稀释至1000 mL，混匀。
- 5.14 标准储备溶液：准确称取适量真菌毒素标准品（纯度均不低于98%，相关信息见附录B中的表B.1），精确至0.01 mg。分别置于10 mL容量瓶中，按照附录B中的表B.2所示浓度及溶剂配制标准储备溶液。伏马毒素B₁、伏马毒素B₂、伏马毒素B₃于2℃~8℃避光保存，其余真菌毒素标准储备溶液于-18℃以下避光保存，有效期6个月。或有证标准溶液。
- 5.15 混合标准中间溶液：准确移取适量真菌毒素标准储备溶液（5.14）于10 mL容量瓶中，按照附录B中表B.3所示浓度及溶剂配制混合标准中间溶液A和B。混合标准中间溶液A于2℃~8℃及以下避光保存，混合标准中间液B于-18℃以下避光保存，有效期6个月。或有证标准溶液。
- 5.16 混合标准工作溶液：准确移取混合标准中间溶液A和B（5.15）各1 mL于10 mL容量瓶中，甲酸乙腈溶液（5.10）定容、混匀，临用现配，混合标准工作溶液浓度见附录B中的表B.4。
- 5.17 同位素内标标准储备溶液：准确称取适量同位素内标标准品（纯度均不低于98%，相关信息见附录B中的表B.1），精确至0.01 mg。分别置于10 mL容量瓶中，按照附录B表中B.5所示浓度及溶剂配制同位素内标标准储备溶液。伏马毒素B₁、伏马毒素B₂、伏马毒素B₃于2℃~8℃及以下避光保存外，其余真菌毒素标准溶液于-18℃以下避光保存，有效期6个月。或性能相当的有证同位素内标标准溶液。
- 5.18 同位素内标混合标准中间溶液：准确移取适量同位素内标标准储备溶液（5.17）于5 mL容量瓶中，按附录B中表B.6所示浓度及溶剂配制同位素内标混合标准中间溶液A和B。同位素内标混合标准中间溶液A于2℃~8℃及以下避光保存，同位素内标混合标准中间溶液B于-18℃以下避光保存，有效期6个月。或性能相当的有证同位素内标混合标准溶液。
- 5.19 同位素内标混合标准工作溶液：准确移取同体积同位素内标混合标准中间溶液A和B（5.18），按附录B中的表B.7规定浓度配制，临用现配。
- 5.20 混合标准系列工作溶液：准确移取适量的混合标准工作溶液（5.16），用甲酸乙腈溶液（5.10）逐级稀释至附录B中的表B.8所示的标准系列溶液浓度；准确移取180 μL标准系列溶液于进样小瓶内衬管中，加入20 μL同位素内标混合标准工作溶液（5.19），涡旋混匀，临用现配。

- 5.21 微孔滤膜：聚四氟乙烯有机系微孔滤器，孔径 0.22 μm 。
- 5.22 多毒素固相净化柱（混合填料净化柱）：100 mg/1 mL 或性能相当者。

6 仪器设备

- 6.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。
- 6.2 分析天平：精度 0.01 mg 和 0.01 g。
- 6.3 离心机：转速不低于 8000 r/min。
- 6.4 涡旋振荡器：转速不低于 2 500 r/min。
- 6.5 超声波清洗器。
- 6.6 涡旋混合器。

7 样品

按照 GB/T 20195 制备样品，至少 200 g，粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的试验筛，充分混匀，装入磨口瓶中，备用。湿样通过均质或机械搅拌混合均匀，装于清洁干燥的容器中备用。

8 试验步骤

8.1 提取

平行做两份试验。准确称取试样 5 g（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，准确加入 25 mL 提取溶液（5.9），2500 r/min 涡旋振荡 30 min，超声提取 30 min，8 000 r/min 离心 5 min，上清液备用。

8.2 净化

移取备用液（8.1）800 μL 过多毒素固相净化柱（5.22），1 000 r/min 离心 5 min，收集净化液，备用。

8.3 稀释

准确移取 400 μL 净化液（8.2）和 400 μL 水于 2 mL 离心管中，涡旋混匀，过微孔滤膜（5.21）。准确移取 180 μL 滤液和 20 μL 同位素内标混合标准工作溶液（5.19）于进样瓶内插管中，涡旋混匀，待测。

8.4 测定

8.4.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, 柱长 50 mm, 柱内径 2.1 mm, 粒径 1.7 μm 或性能相当者;
- b) 柱温: 30 °C;
- c) 进样量: 5 μL;
- d) 流速: 0.3 mL/min;
- e) 正离子模式流动相: A 相为乙酸铵甲酸溶液 (5.12); B 相为甲醇 (5.3), 梯度洗脱程序见表 1;
- f) 负离子模式流动相: A 相为碳酸氢铵溶液 (5.13); B 相为甲醇 (5.3), 梯度洗脱程序见表 2。

表 1 正离子模式液相色谱梯度洗脱程序

时间(min)	A 相(%)	B 相(%)
0	95	5
1	95	5
2	82	18
3.2	55	45
4	55	45
7.5	5	95
8.5	5	95
8.7	95	5
10	95	5

表 2 负离子模式液相色谱梯度洗脱程序

时间(min)	A 相(%)	B 相(%)
0	95	5
0.8	95	5
1.8	62	38
6	25	75
7.5	5	95
8.5	5	95
8.7	95	5
10	95	5

8.4.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下:

- a) 电离方式: 电喷雾电离, 正离子模式(ESI⁺)和负离子模式(ESI⁻);
- b) 检测方式: 多反应监测模式 (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;
- g) 多反应监测离子对、碰撞能量等见附录 C。

8.4.3 标准系列溶液和试样溶液的测定

在仪器的最佳条件下, 分别取标准系列工作溶液 (5.20) 和试样溶液 (8.3) 上机测定。真菌毒素的定量离子色谱图见附录D。

8.4.4 定性

在相同实验条件下, 试样中待测物的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5 %之内; 且试样质谱图中定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液谱图中对应的定性离子的相对丰度进行比较, 若偏差不超过表3规定的范围, 则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

8.4.5 定量

以标准系列溶液中待测物浓度为横坐标, 待测物和相对应内标的峰面积比为纵坐标, 绘制标准曲线, 其相关系数应不低于 0.99。试样溶液中目标物与相对应内标的响应值应在仪器检测的线性范围内, 如超出线性范围, 备用液 (8.1) 用提取溶液 (5.9) 稀释后, 从 8.2 开始重新测定。单点校准定量时, 试样溶液 (8.3) 中待测物的质量浓度与标准溶液质量浓度相差不超过 30%。

9 试验数据处理

试样中待测物的含量以质量分数 ω_i 计, 数值以微克每千克 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) 表示。多点校正按式 (1) 计算, 单点校正按式 (2) 计算;

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V \times 1000}{m \times 1000} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_i ——标准曲线查得的试样溶液中待测物的质量浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);

V ——试样提取液体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样的质量, 单位为克 (g);

f ——提取液稀释倍数;

1 000——单位换算系数;

$$\omega_i = \frac{A \times \rho_s \times V \times 1000}{A_s \times m \times 1000} \times f \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——试样溶液中待测物和相对应内标的峰面积比;

ρ_s ——标准溶液中待测物的质量浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);

V ——试样提取液体积, 单位为毫升 (mL);

A_s ——标准溶液中待测物和相对应内标的峰面积比;

m ——试样的质量, 单位为克 (g);

f ——提取液稀释倍数;

1 000——单位换算系数;

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留 3 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下, 两次独立测定结果与算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 20%。

附 录 A
(规范性)
方法检出限和定量限

方法检出限和定量限见表 A.1

表 A.1 方法检出限和定量限

化合物名称	简称	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	化合物名称	简称	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
黄曲霉毒素 B ₁	AFB ₁	0.6	2	伏马毒素 B ₃	FB ₃	10	30
黄曲霉毒素 B ₂	AFB ₂	0.6	2	交链孢酚	AOH	12	40
黄曲霉毒素 G ₁	AFG ₁	0.6	2	交链孢酚单甲醚	AME	1.2	4
黄曲霉毒素 G ₂	AFG ₂	1.2	4	赈毒素	TEN	3	10
赈曲霉毒素 A	OTA	1.5	5	玉米赤霉烯酮	ZEN	3	10
T-2 毒素	T-2	3	10	脱氧雪腐镰刀菌烯醇	DON	15	50
HT-2 毒素	HT-2	12	40	3-乙酰基脱氧雪腐 镰刀菌烯醇	3-AcDON	15	50
杂色曲霉毒素	ST	0.6	2	15-乙酰基脱氧雪 腐镰刀菌烯醇	15-AcDON	15	50
伏马毒素 B ₁	FB ₁	10	30	霉酚酸	MPA	12	40
伏马毒素 B ₂	FB ₂	10	30	/	/	/	/

附录 B
(规范性)

真菌毒素及其同位素内标的相关信息和标准溶液浓度信息

真菌毒素及其同位素的分子式等信息见表B.1。

表B.1 真菌毒素及其同位素的相关信息

化合物名称	英文名称	简称	分子式	相对分子质量	CAS 号
黄曲霉毒素 B ₁	Aflatoxin B ₁	AFB ₁	C ₁₇ H ₁₂ O ₆	312.3	1162-65-8
黄曲霉毒素 B ₂	Aflatoxin B ₂	AFB ₂	C ₁₇ H ₁₄ O ₆	314.3	7220-81-7
黄曲霉毒素 G ₁	Aflatoxin G ₁	AFG ₁	C ₁₇ H ₁₂ O ₇	328.3	1165-39-5
黄曲霉毒素 G ₂	Aflatoxin G ₂	AFG ₂	C ₁₇ H ₁₄ O ₇	330.3	7241-98-7
赭曲霉毒素 A	Ochratoxin A	OTA	C ₂₀ H ₁₈ ClNO ₆	403.8	303-47-9
T-2 毒素	T-2 Toxin	T-2	C ₂₄ H ₃₄ O ₉	466.5	21259-20-1
HT-2 毒素	HT-2 Toxin	HT-2	C ₂₂ H ₃₂ O ₈	424.5	26934-87-2
杂色曲霉素	Sterigmatocystin	ST	C ₁₈ H ₁₂ O ₆	324.28	10048-13-2
伏马毒素 B ₁	Fumonisin B ₁	FB ₁	C ₃₄ H ₅₉ NO ₁₅	721.8	116355-83-0
伏马毒素 B ₂	Fumonisin B ₂	FB ₂	C ₃₄ H ₅₉ NO ₁₄	705.8	116355-84-1
伏马毒素 B ₃	Fumonisin B ₃	FB ₃	C ₃₄ H ₅₉ NO ₁₄	705.8	136379-59-4
交链孢酚	Alternariol	AOH	C ₁₄ H ₁₀ O ₅	258.23	641-38-3
交链孢酚单甲醚	Alternariol monomethyl Ether	AME	C ₁₅ H ₁₂ O ₅	272.25	26894-49-5
腾毒素	Tentoxin	TEN	C ₂₂ H ₃₀ N ₄ O ₄	414.5	28540-82-1
玉米赤霉烯酮	Zearalenone	ZEN	C ₁₈ H ₂₂ O ₅	318.4	17924-92-4
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	Dehydronivalenol	DON	C ₁₅ H ₂₀ O ₆	296.31	51481-10-8
3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	3-Acetyl-Deoxynivalenol	3-AcDON	C ₁₇ H ₂₂ O ₇	338.4	50722-38-8
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	15-Acetyl-Deoxynivalenol	15-AcDON	C ₁₇ H ₂₂ O ₇	338.4	88337-96-6
霉酚酸	Mycophenolic Acid	MPA	C ₁₇ H ₂₀ O ₆	320.3	24280-93-1
黄曲霉毒素 B ₁ 同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	¹³ C ₁₇ H ₁₂ O ₆	329.12	1217449-45-0
黄曲霉毒素 B ₂ 同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	¹³ C ₁₇ H ₁₄ O ₆	331.13	1217470-98-8
黄曲霉毒素 G ₁ 同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	¹³ C ₁₇ H ₁₂ O ₇	345.12	1217444-07-9
黄曲霉毒素 G ₂ 同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	¹³ C ₁₇ H ₁₄ O ₇	347.13	1217462-49-1
赭曲霉毒素 A 同位素内标	/	[¹³ C ₂₀]-OTA	¹³ C ₂₀ H ₁₈ ClNO ₆	423.15	911392-42-2
T-2 毒素同位素内标	/	[¹³ C ₂₄]-T-2	¹³ C ₂₄ H ₃₄ O ₉	490.32	/
HT-2 毒素同位素内标	/	[¹³ C ₂₂]-HT-2	¹³ C ₂₂ H ₃₂ O ₈	446.28	1486469-92-4

化合物名称	英文名称	简称	分子式	相对分子质量	CAS 号
杂色曲霉素同位素内标	/	[¹³ C ₁₈]-ST	¹³ C ₁₈ H ₁₂ O ₆	342.12	/
伏马毒素 B ₁ 同位素内标	/	[¹³ C ₃₄]-FB ₁	¹³ C ₃₄ H ₅₉ NO ₁₅	755.58	1217458-62-2
伏马毒素 B ₂ 同位素内标	/	[¹³ C ₃₄]-FB ₂	¹³ C ₃₄ H ₅₉ NO ₁₄	739.51	1217481-36-1
伏马毒素 B ₃ 同位素内标	/	[¹³ C ₃₄]-FB ₃	¹³ C ₃₄ H ₅₉ NO ₁₄	739.51	1217494-88-6
交链孢酚同位素内标	/	[¹³ C ₁₄]-AOH	¹³ C ₁₄ H ₁₀ O ₅	272.23	/
交链孢酚单甲醚同位素内标	/	[¹³ C ₁₅]-AME	¹³ C ₁₅ H ₁₂ O ₅	287.26	/
腾毒素同位素内标	/	[¹³ C ₂₂]-TEN	¹³ C ₂₂ H ₃₀ N ₄ O ₄	436.5	/
玉米赤霉烯酮同位素内标	/	[¹³ C ₁₈]-ZEN	¹³ C ₁₈ H ₂₂ O ₅	336.21	911392-43-3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇同位素内标	/	[¹³ C ₁₅]-DON	¹³ C ₁₅ H ₂₀ O ₆	311.18	911392-36-4
3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	¹³ C ₁₇ H ₂₂ O ₇	355.19	1217476-81-7
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	¹³ C ₁₇ H ₂₂ O ₇	355.23	911392-39-7
霉酚酸同位素内标	/	[¹³ C ₁₇]-MPA	¹³ C ₁₇ H ₂₀ O ₆	337.21	1202866-92-9

标准储备溶液浓度信息见表B.2。

表B.2 标准储备溶液

化合物名称	浓度 (µg/mL)	溶剂	化合物名称	浓度 (µg/mL)	溶剂
AFB ₁	50	甲醇 (5.3)	FB ₃	100	乙腈溶液 (5.11)
AFB ₂	50	甲醇 (5.3)	AOH	500	甲醇 (5.3)
AFG ₁	50	甲醇 (5.3)	AME	100	甲醇 (5.3)
AFG ₂	100	甲醇 (5.3)	TEN	100	甲醇 (5.3)
OTA	50	甲醇 (5.3)	ZEN	100	甲醇 (5.3)
T-2	100	甲醇 (5.3)	DON	500	甲醇 (5.3)
HT-2	200	甲醇 (5.3)	3-AcDON	500	甲醇 (5.3)
ST	50	甲醇 (5.3)	15-AcDON	500	甲醇 (5.3)
FB ₁	100	乙腈溶液 (5.11)	MPA	500	甲醇

FB ₂	100	乙腈溶液 (5.11)	/	/	/
-----------------	-----	-------------	---	---	---

混合标准中间溶液A和B浓度信息见表B.3。

表B.3 混合标准中间溶液A和B

组别	化合物名称	浓度 (µg/mL)	化合物名称	浓度 (µg/mL)	化合物名称	浓度 (µg/mL)
A	FB ₁	15	FB ₂	15	FB ₃	15
	溶剂: 乙腈溶液 (5.11)					
B	AFB ₁	1	HT-2	20	ZEN	5
	AFB ₂	1	ST	1	DON	25
	AFG ₁	1	AOH	20	3-AcDON	25
	AFG ₂	2	AME	2	15-AcDON	25
	OTA	2.5	TEN	5	MPA	20
	T-2	5	/	/	/	/
	溶剂: 甲醇 (5.3)					

混合标准工作溶液浓度信息见表B.4。

表B.4 混合标准工作溶液

化合物名称	浓度 (µg/mL)	化合物名称	浓度 (µg/mL)	化合物名称	浓度 (µg/mL)
AFB ₁	0.1	ST	0.1	TEN	0.5
AFB ₂	0.1	FB ₁	1.5	ZEN	0.5
AFG ₁	0.1	FB ₂	1.5	DON	2.5
AFG ₂	0.2	FB ₃	1.5	3-AcDON	2.5
OTA	0.25	AOH	2	15-AcDON	2.5
T-2	0.5	AME	0.2	MPA	2

HT-2	2	/	/	/	/
------	---	---	---	---	---

同位素内标标准储备溶液浓度信息见表B.5。

表B.5 同位素内标标准储备溶液

化合物名称	浓度 (µg/mL)	溶剂	化合物名称	浓度 (µg/mL)	溶剂
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	4	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₃₄]-FB ₃	10	乙腈溶液 (5.11)
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	4	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₁₄]-AOH	80	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	4	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₁₅]-AME	8	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	8	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₂₂]-TEN	40	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₂₀]-OTA	20	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₁₈]-ZEN	40	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₂₄]-T-2	20	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₁₅]-DON	200	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₂₂]-HT-2	80	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	200	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₁₈]-ST	4	甲醇 (5.3)	[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	200	甲醇 (5.3)
[¹³ C ₃₄]-FB ₁	10	乙腈溶液 (5.11)	[¹³ C ₁₇]-MPA	200	甲醇
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	10	乙腈溶液 (5.11)	/	/	/

同位素内标混合标准中间溶液A、B浓度见表B.6。

表B.6 同位素内标混合标准中间溶液A、B

组别	化合物名称	浓度 (ng/mL)	化合物名称	浓度 (ng/mL)	化合物名称	浓度 (ng/mL)
A	[¹³ C ₃₄]-FB ₁	1000	[¹³ C ₃₄]-FB ₂	1000	[¹³ C ₃₄]-FB ₃	1000
	溶剂: 乙腈溶液 (5.11)					
B	[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	40	[¹³ C ₂₂]-HT-2	800	[¹³ C ₁₈]-ZEN	400
	[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	40	[¹³ C ₁₈]-ST	40	[¹³ C ₁₅]-DON	2000
	[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	40	[¹³ C ₁₄]-AOH	800	[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	2000

[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	80	[¹³ C ₁₅]-AME	80	[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	2000
[¹³ C ₂₀]-OTA	200	[¹³ C ₂₂]-TEN	400	[¹³ C ₁₇]-MPA	2000
[¹³ C ₂₄]-T-2	200	/	/	/	/
溶剂: 甲醇 (5.3)					

同位素内标混合标准工作溶液浓度见表B.7。

表B.7 同位素内标混合标准工作溶液

化合物名称	浓度 (ng/mL)	化合物名称	浓度 (ng/mL)	化合物名称	浓度 (ng/mL)
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	20	[¹³ C ₁₈]-ST	20	[¹³ C ₂₂]-TEN	200
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	20	[¹³ C ₃₄]-FB ₁	500	[¹³ C ₁₈]-ZEN	200
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	20	[¹³ C ₃₄]-FB ₂	500	[¹³ C ₁₅]-DON	1000
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	40	[¹³ C ₃₄]-FB ₃	500	[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	1000
[¹³ C ₂₀]-OTA	100	[¹³ C ₁₄]-AOH	400	[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	1000
[¹³ C ₂₄]-T-2	100	[¹³ C ₁₅]-AME	40	[¹³ C ₁₇]-MPA	1000
[¹³ C ₂₂]-HT-2	400				

混合标准系列工作溶液浓度见表B.8。

表B.8 混合标准系列工作溶液

化合物名称	系列 1 ng/mL	系列 2 ng/mL	系列 3 ng/mL	系列 4 ng/mL	系列 5 ng/mL	系列 6 ng/mL
AFB ₁	0.1	0.5	1	5	10	20
AFB ₂	0.1	0.5	1	5	10	20
AFG ₁	0.1	0.5	1	5	10	20
AFG ₂	0.2	1	2	10	20	40
OTA	0.25	1.25	2.5	12.5	25	50
T-2	0.5	2.5	5	25	50	100
HT-2	2	10	20	100	200	400
ST	0.1	0.5	1	5	10	20
FB ₁	1.5	7.5	15	75	150	300

FB ₂	1.5	7.5	15	75	150	300
FB ₃	1.5	7.5	15	75	150	300
AOH	2	10	20	100	200	400
AME	0.2	1	2	10	20	40
TEN	0.5	2.5	5	25	50	100
ZEN	0.5	2.5	5	25	50	100
DON	2.5	12.5	25	125	250	500
3-AcDON	2.5	12.5	25	125	250	500
15-AcDON	2.5	12.5	25	125	250	500
MPA	2	10	20	100	200	400

附录 C
(资料性)
质谱参考条件

质谱参考条件见表 C.1

表 C.1 质谱参考条件

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
AFB ₁	313.1>285.1*	22	30	ESI+
	313.1>241	38		
[¹³ C ₁₇]-AFB ₁	330.2>301.1	22	30	ESI+
AFB ₂	315.2>287.1*	25	30	ESI+
	315.2>259	27		
[¹³ C ₁₇]-AFB ₂	332.2>303.2	26	30	ESI+
AFG ₁	329.1>243*	27	30	ESI+
	329.1>200	41		
[¹³ C ₁₇]-AFG ₁	346.3>299.1	23	30	ESI+
AFG ₂	331.2>189*	40	30	ESI+
	331.2>245	29		
[¹³ C ₁₇]-AFG ₂	348.2>259.2	29	30	ESI+
OTA	404.2>239*	23	30	ESI+
	404.2>221	34		
[¹³ C ₂₀]-OTA	424.1>232	35	30	ESI+
T-2	489.3>387.2*	25	60	ESI+
	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+
	447.3>285.2	18		
[¹³ C ₂₂]-HT-2	469.4>362.2	18	30	ESI+
ST	325.2>281*	37	30	ESI+
	325.2>310	22		
[¹³ C ₁₈]-ST	343>297.1	36	30	ESI+
FB ₁	722.5>334.3*	39	30	ESI+
	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+
	706.5>318.4	39		

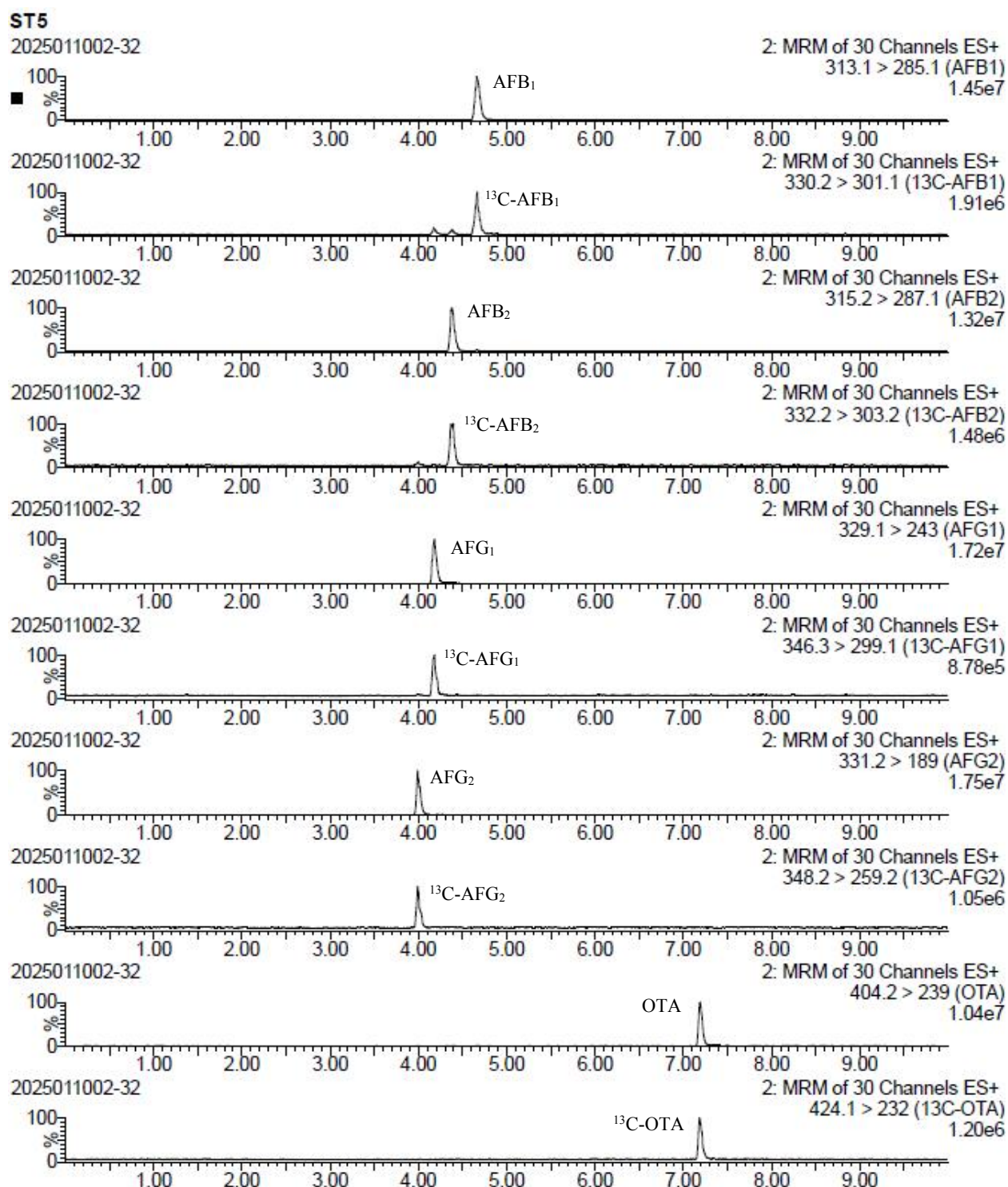
化合物名称	监测离子对 m/z	碰撞能量 (eV)	锥孔电压 (V)	离子化方式
[¹³ C ₃₄]-FB ₂	740.6>358.4	36	30	ESI+
FB ₃	706.5>336.4*	36	30	ESI+
	706.5>318.4	39		
[¹³ C ₃₄]-FB ₃	740.6>358.4	36	30	ESI+
AOH	257.2>215*	24	30	ESI-
	257.2>213	22		
[¹³ C ₁₄]-AOH	271.1>226.1	23	50	ESI-
AME	271.2>256*	21	30	ESI-
	271.2>228	30		
[¹³ C ₁₅]-AME	286.1>270.1	23	30	ESI-
TEN	413.3>141*	21	30	ESI-
	413.3>271.1	17		
[¹³ C ₂₂]-TEN	435.3>147.1	21	30	ESI-
ZEN	317.2>131*	23	30	ESI-
	317.2>175	28		
[¹³ C ₁₈]-ZEN	335.3>185	24	30	ESI-
DON	295.2>265.1*	10	10	ESI-
	295.2>138	17		
[¹³ C ₁₅]-DON	310.2>279.2	11	10	ESI-
3-DON	337.2>307.2*	11	10	ESI-
	337.2>173	9		
[¹³ C ₁₇]-3-AcDON	354.3>323.2	12	10	ESI-
15-DON	337.3>150*	16	10	ESI-
	337.3>219.1	11		
[¹³ C ₁₇]-15-AcDON	354.3>158	19	10	ESI-
MPA	319.2>191*	23	30	ESI-
	319.2>275.1	16		
[¹³ C ₁₇]-MPA	336.3>291.2	15	30	ESI-
*为定量离子				

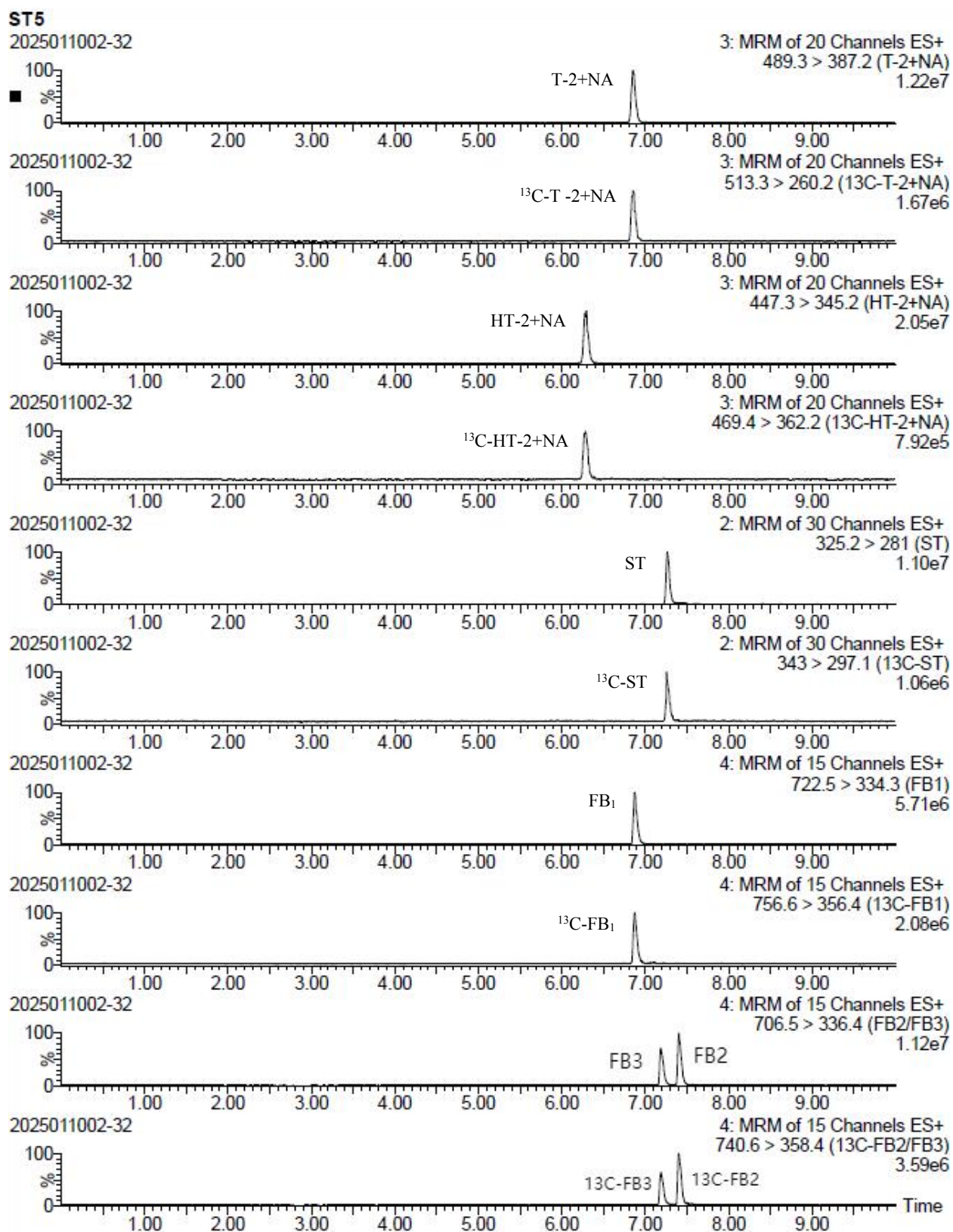
附录 D

(资料性)

混合标准溶液中真菌毒素及其同位素内标定量离子色谱图

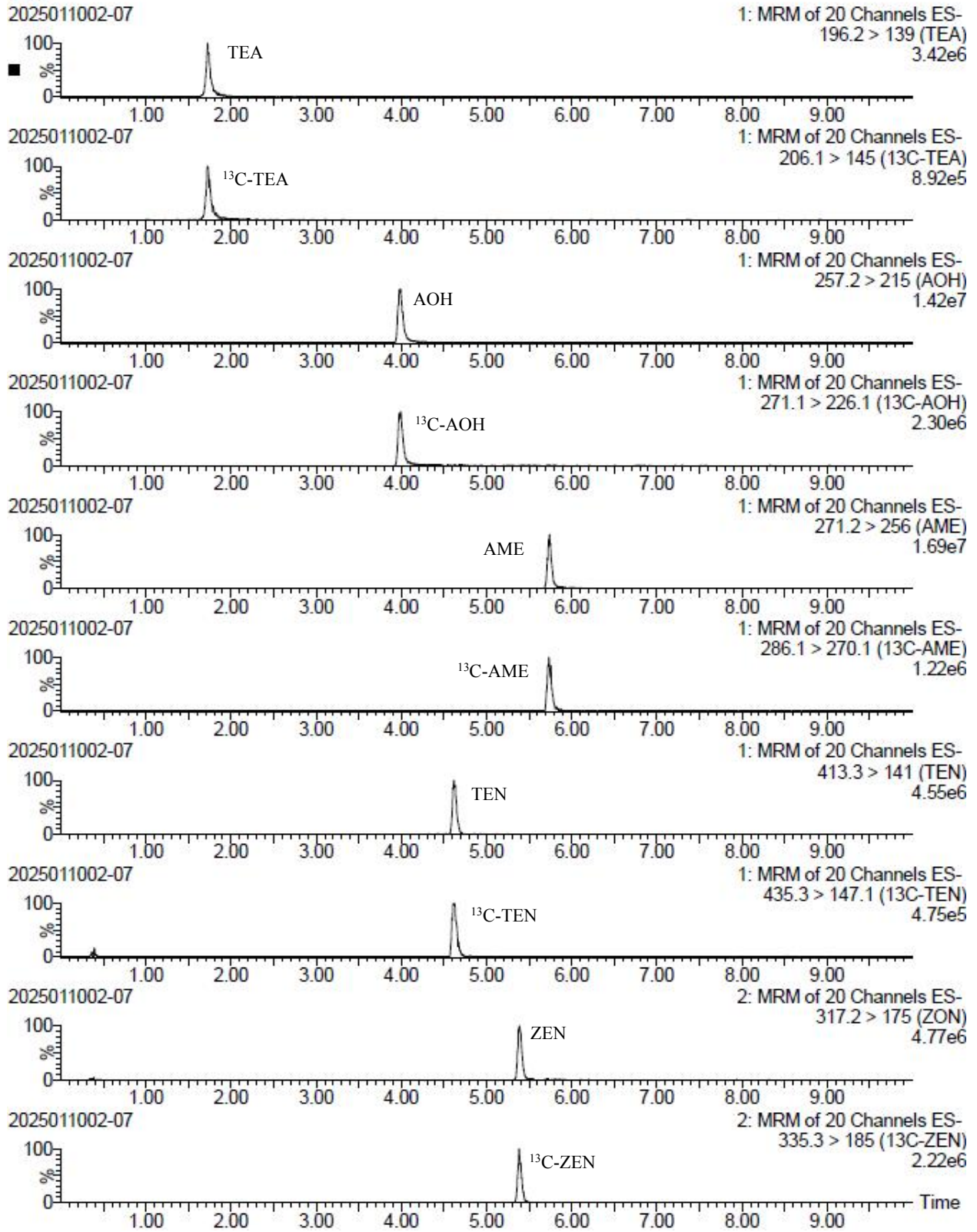
混合标准溶液中真菌毒素及其同位素内标定量离子色谱图见图D.1及D.2





D.1 正离子模式下混合标准溶液（浓度？）中真菌毒素及其同位素内标定量离子色谱图

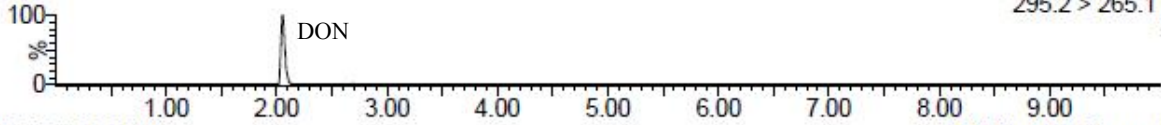
ST5



ST5

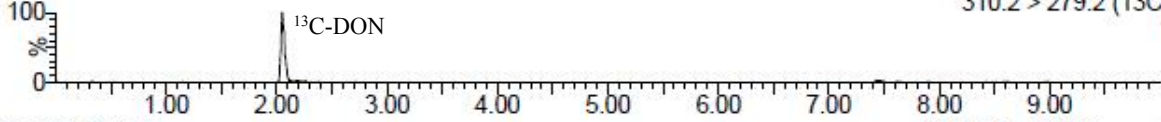
2025011002-07

2: MRM of 20 Channels ES-
295.2 > 265.1 (DON)
5.11e6



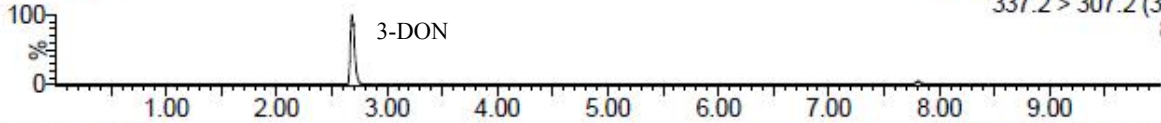
2025011002-07

2: MRM of 20 Channels ES-
310.2 > 279.2 (13C-DON)
1.31e6



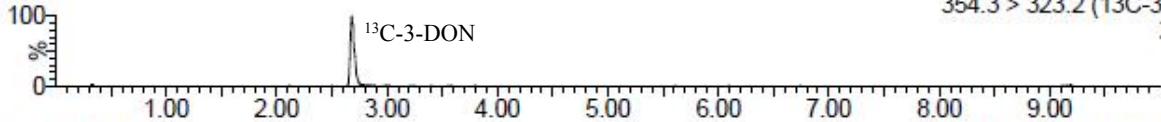
2025011002-07

2: MRM of 20 Channels ES-
337.2 > 307.2 (3-DON)
8.82e6



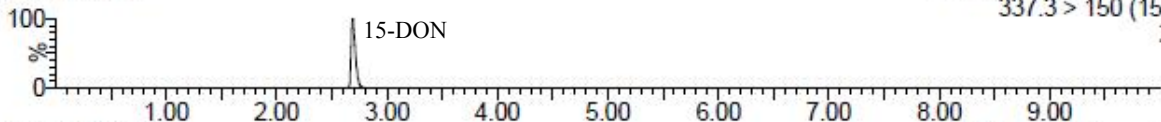
2025011002-07

2: MRM of 20 Channels ES-
354.3 > 323.2 (13C-3-DON)
2.15e6



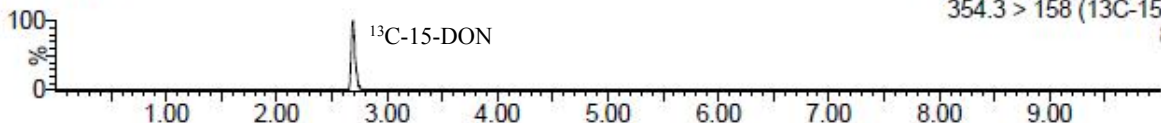
2025011002-07

2: MRM of 20 Channels ES-
337.3 > 150 (15-DON)
2.68e6



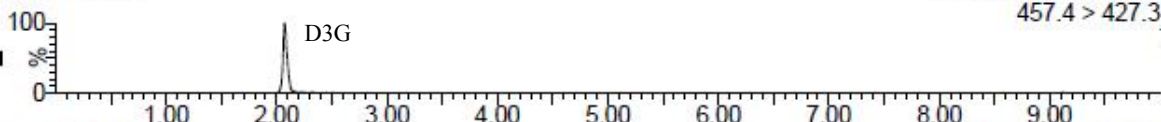
2025011002-07

2: MRM of 20 Channels ES-
354.3 > 158 (13C-15-DON)
8.95e5



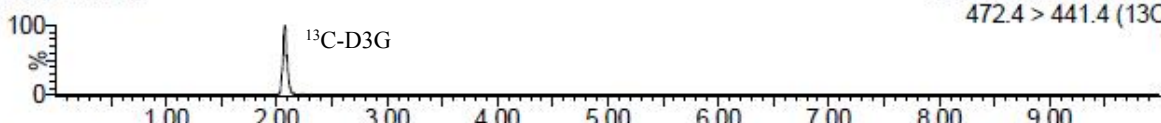
2025011002-07

3: MRM of 20 Channels ES-
457.4 > 427.3 (D3G)
7.95e6



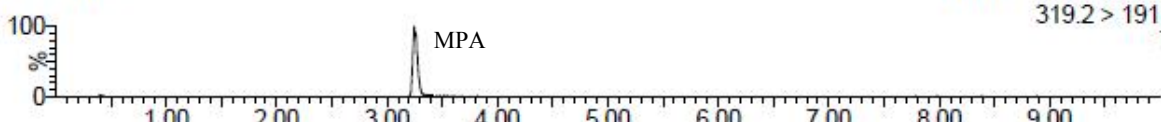
2025011002-07

3: MRM of 20 Channels ES-
472.4 > 441.4 (13C-D3G)
1.46e6



2025011002-07

3: MRM of 20 Channels ES-
319.2 > 191 (MPA)
7.58e6



2025011002-07

3: MRM of 20 Channels ES-
336.3 > 291.2 (13C-MPA)
9.48e5



D.2 负离子模式下混合标准溶液 (标点 5) 中真菌毒素及其同位素内标定量离子色谱图