

中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6142—2023

粮食真菌毒素快速检测方法性能评价

Evaluation protocol for rapid detection method of mycotoxins in grains

2023-03-20 发布

2023-09-20 实施

国家粮食和物资储备局 发布
中国标准出版社 出版

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。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本文件起草单位：国家粮食和物资储备局科学研究院、国家粮食和物资储备局标准质量中心、福建省粮油质量监测所、北京市粮油食品检验所、河北省粮油质量检测中心、安徽省粮油产品质量监督检测站、新疆维吾尔自治区粮油产品质量监督检验站、山东省粮油检测中心、河南省粮油饲料产品质量监督检测中心、中储粮成都储藏研究院有限公司、山西粮食质量监测中心、江南大学、北京工商大学、中国储备粮管理集团有限公司、山西中储粮粮油质监中心有限公司、大庆市粮食质量检验监测站、北京市农林科学院。

本文件主要起草人：王松雪、叶金、王正友、张艳、韩煜晖、尚艳娥、谢刚、杨永坛、易伟民、黄建立、马宏、王培、尹成华、兰盛斌、陈晋莹、王丽娟、孙秀兰、李健、张志航、孔繁霞、高玉杰、陆安祥。

粮食真菌毒素快速检测方法性能评价

1 范围

本文件规定了粮食真菌毒素快速检测方法性能评价的术语和定义、产品通用要求、评价原则、评价步骤、计算、评价结果和评价报告等内容。

本文件适用于粮食及其制品中真菌毒素快速检测方法的性能评价。

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 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

JJF 1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

检出率 probability of detection

被检样品总数中阳性出现的百分率。

3.2

阳性临界值 positive cut-off value

当检测结果高于该值时，有 95% 的概率为阳性结果。

3.3

阴性临界值 negative cut-off value

当检测结果低于该值时，有 95% 的概率为阴性结果。

3.4

定性临界值 qualitative cut-off value

当检测结果为阴性时，样品含量有 95% 的概率小于定性临界值。

3.5

参考方法 reference method

已经证明具有与预期用途准确度相称的其他测量方法。

4 产品通用要求

4.1 应有中文标签和标识，包括产品名称、批号、规格、数量、有效期限、保存条件、生产者、地址、联系方式等。

4.2 应有说明书，包括简介、适用范围、用途、原理、产品组分、储存条件、操作程序和注意事项等。

4.3 应有合格证书。

5 评价原则

5.1 分析时间

快速检测方法及其产品的分析时间包括从样品的提取到最后得出结果的整个过程的总时间。整个分析时间应小于 30 min。分析时间不包括样品的缩分、粉碎、混匀等制备过程。对于适用于批处理样品的快速检测方法及其产品,每个样品的平均分析时间应小于 30 min。

5.2 评价基质

不同基质应独立评价,除非快检方法采用特异性识别原理且经过评估不同基质对测定结果无显著影响。

5.3 评价标准

对于定量快速检测方法及其产品,至少应包含评价含量的 50%、100%、150% 3 个含量水平,评价含量应为 GB 2761 中规定的限量或用户检测需求的含量。对于定性快速检测方法及其产品,样品中评价含量应为该方法及其产品标示含量的 0%、20%、40%、60%、80%、100%、120%、140%、160%、180%。

6 评价步骤

6.1 样品准备

使用有证标准物质或自然污染样品。其中,自然污染样品通过以下方式获得:筛选真菌毒素含量在评价含量水平 $\pm 15\%$ 范围内的自然污染样品,质量不少于 2 kg,粉碎后过筛,使其全部通过 1 mm~2 mm 孔径试验筛,混合均匀后缩分至 500 g,储存于样品瓶/袋中,密封 4℃保存,按照 JJF 1343 规定的测试程序进行样品均匀性检验并采用参考方法定值。

6.2 定量快速检测方法(含产品)

采用有证标准物质或已知含量的自然污染样品,根据 5.3 每个评价含量准备 3 组,每组 7 份评价样品。由 3 位试验员按照快速检测方法分别独立检测。

6.3 定性快速检测方法(含产品)

采用有证标准物质或已知含量的自然污染样品,根据 5.3 每个评价含量准备 3 组,每组 3 份评价样品。由 3 位试验员按照快速检测方法分别独立检测。

6.4 温度敏感性评价(针对无恒温措施的方法及其产品)

在试验温度分别在 18℃、24℃和 30℃时按照 6.2 或 6.3 规定的测试程序进行操作。所有试验开始前需在试验温度下平衡 1 h。

7 计算

7.1 定量快速检测方法(含产品)

定量快速检测方法及其产品的评价结果应包含评价含量 C_t ,回收率 R ,相对标准偏差 RSD 和判定

临界值。

回收率 R 按式(1)计算:

$$R = C_m / C_t \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

判定临界值按式(2)、式(3)计算:

$$I_{\text{neg}} = C_m - 1.72S \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$I_{\text{pos}} = C_m + 1.72S \quad \dots\dots\dots (3)$$

相对标准偏差按式(4)计算:

$$\text{RSD} = S / C_m \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- R ——回收率;
- C_t ——评价含量;
- C_m ——3组相同评价含量样品的检测平均值;
- S ——3组相同评价含量样品的标准偏差;
- I_{neg} ——阴性临界值;
- I_{pos} ——阳性临界值;
- RSD ——相对标准偏差。

7.2 定性快速检测方法(含产品)

定性快速检测方法及其产品的评价结果应包含定性临界值,偏离度 B 。

计算每个含量水平的检出率。以含量为 x 轴,检出率为 y 轴作图,拟合后得到检出率为 95% 的含量 $C_{95\%}$ 作为定性临界值。

偏离度 B 按式(5)计算:

$$B = |C_{95\%} - C_A| \div C_A \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- B ——偏离度;
- $C_{95\%}$ ——拟合后得到检出率为 95% 的含量;
- C_A ——快速检测方法和其产品的标示含量。

8 评价结果

8.1 定量快速检测方法(含产品)

- 8.1.1 当检测结果小于阴性临界值,样品判定为阴性。
- 8.1.2 当检测结果大于阳性临界值,样品判定为阳性。
- 8.1.3 当检测结果在阳性临界值和阴性临界值之间,无法判定结果,需使用参考方法复检。

注:评价结果适用于同一批次产品。

8.2 定性快速检测方法(含产品)

- 8.2.1 当检测结果为阴性时,该样品含量小于定性临界值。
- 8.2.2 当检测结果为阳性时,需使用参考方法复检。

注:评价结果适用于同一批次产品。

9 评价报告

评价报告应包含:

LS/T 6142—2023

- 产品基本信息；
- 评价样品信息；
- 评价方法；
- 试验人员、试验日期；
- 评价结果。

快速检测产品评价表见资料性附录 A。快速检测产品评价的实例见资料性附录 B。部分快速检测产品评价结果推荐要求见资料性附录 C。

附 录 A
(资料性)
快速检测产品评价表示例

A.1 定量快速检测产品评价表示例见表 A.1。

表 A.1 定量快速检测产品评价表示例

		评价人 1	评价人 2	评价人 3
评价数据	评价含量 1 样品			
	评价含量 2 样品			
	评价含量 3 样品			
评价结果				
评价含量	回收率/%	RSD/%	阴性临界值	阳性临界值

A.2 定性快速检测产品评价表示例见表 A.2。

表 A.2 定性快速检测产品评价表示例

评价数据	含量百分比	0%	20%	40%	60%	80%	100%	120%	140%	160%	180%	
	含量											
	1											
	2											
	3											
	4											
	5											
	6											
	7											
	8											
	9											
	检出率											
评价结果	概率 曲线图						定性临界值					
							偏离度					

附 录 B

(资料性)

快速检测产品评价的实例

B.1 黄曲霉毒素 B₁ 定量试纸条评价实例见表 B.1。表 B.1 黄曲霉毒素 B₁ 试纸条评价结果

评价数据	评价含量 1 样品/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	评价人 1	评价人 2	评价人 3
		22.39	24.21	22.84
		20.95	21.65	22.54
		26.70	27.65	23.47
		20.65	25.84	18.88
		21.82	24.92	22.50
		24.61	24.89	23.10
	24.52	20.13	23.84	
	评价含量 2 样品/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	8.14	10.56	10.87
		8.93	9.00	9.61
		8.59	9.18	8.84
		8.60	8.14	11.09
		8.96	9.50	12.56
		9.86	8.58	10.08
		11.25	9.62	9.51
	评价含量 3 样品/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	4.71	4.54	5.62
		4.02	4.24	4.73
		4.44	5.39	4.74
		3.95	3.99	4.65
		5.18	3.96	4.79
		4.15	7.48	4.98
4.26		5.53	5.41	
评价结果				
评价含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率/%	RSD/%	阴性临界值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	阳性临界值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
20	116	9.4	20.0	26.4
10	96	11.8	7.6	11.6
5	96	17.0	3.4	6.2

B.2 玉米赤霉烯酮定性试纸条评价实例见表 B.2。

表 B.2 玉米赤霉烯酮定性试纸条评价结果表

含量百分比	0%	20%	40%	60%	80%	100%	120%	140%	160%	180%
含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0	12	24	36	48	60	72	84	96	108
1	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳	阳
2	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳	阳
3	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳	阳
4	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳	阳
5	阴	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳
6	阴	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳
7	阴	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳
8	阴	阴	阴	阳	阴	阳	阳	阳	阳	阳
9	阴	阴	阴	阴	阳	阳	阳	阳	阳	阳
检出率	0%	0%	0%	55.60%	88.90%	100%	100%	100%	100%	100%

通过不同含量下该定性产品的检出率,以含量为 x 轴,检出率为 y 轴作图,见图 B.1。

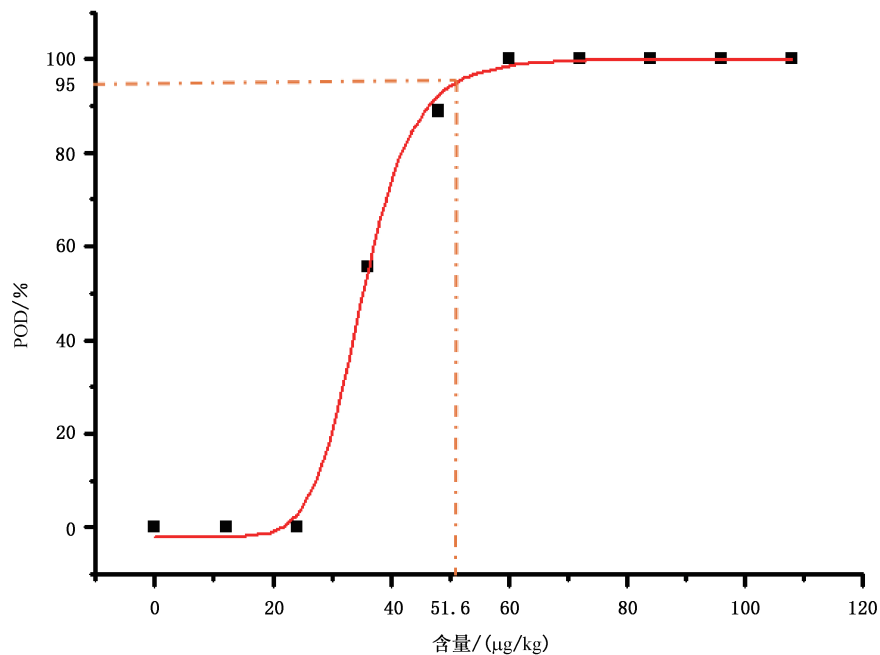


图 B.1 玉米赤霉烯酮定性试纸条结果

拟合后,图中得到检出率为 95% 的含量为 $51.6 \mu\text{g}/\text{kg}$, 偏离度为 14%。

结果判定为:

当检测结果为阴性时,该样品含量小于 $51.6 \mu\text{g}/\text{kg}$;

当检测结果为阳性时,需使用参考方法复检。

附 录 C

(资料性)

部分快速检测产品评价结果推荐要求

C.1 定量快速检测产品评价结果推荐要求见表 C.1。

表 C.1 定量快速检测产品评价结果推荐要求

真菌毒素	评价指标	要求
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	回收率	80%~120%
	RSD	不大于 15%
玉米赤霉烯酮	回收率	80%~120%
	RSD	不大于 20%
黄曲霉毒素 B ₁	回收率	80%~120%
	RSD	不大于 20%
赭曲霉毒素 A	回收率	80%~120%
	RSD	不大于 20%

C.2 定性快速检测产品评价结果推荐要求见表 C.2。

表 C.2 定性快速检测产品评价结果推荐要求

真菌毒素	定性含量	偏离度
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 000 μg/kg	不大于 20%
玉米赤霉烯酮	60 μg/kg	不大于 20%
黄曲霉毒素 B ₁	5 μg/kg、10 μg/kg、20 μg/kg	不大于 20%
赭曲霉毒素 A	5 μg/kg	不大于 20%