DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20260123006
引用格式: 李雯雯, 杜蒙, 王晓军, 等. 直接萃取-超高效液相色谱串联质谱法测定小麦中真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(13): 50–57.
Li Wenwen, Du Meng, Wang Xiaojun, et al. Determination of mycotoxins in wheat and its products by direct extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(13): 50–57. (in Chinese with English abstract).

直接萃取-超高效液相色谱串联质谱法测定小麦及其制品中真菌毒素

李雯雯, 杜　蒙, 王晓军, 张　新, 贾瑞杰, 王璐莹, 曾　坤, 孙允超, 冯盛烨*, 郭延伟*

(聊城市农业科学院, 聊城　252000)

摘　要: 目的　建立直接萃取-超高效液相色谱-串联质谱方法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)测定小麦及其制品中多种真菌毒素的方法。**方法**　取 2 g 样品用 10 mL 80%乙腈水(含 1%甲酸)溶液提取, 经超声提取、离心和氮吹复溶后, 采用电喷雾离子源(electronspray ionization, ESI)进行正负离子同时测定, 小麦粉基质标准曲线外标法定量。**结果**　7 种真菌毒素在一定的质量浓度范围内线性关系良好, 决定系数(r^2)大于 0.998, 定量限为 0.40~7.70 μg/kg, 3 个水平下的加标回收率为 77.9%~109.2%, 相对标准偏差为 0.9%~9.0% (n=6)。**结论**　该方法精密度良好, 灵敏度高, 适用于小麦及制品中真菌毒素的测定及高通量筛查。

关键词: 真菌毒素; 小麦及其制品; 直接萃取; 超高效液相色谱-串联质谱法
中图分类号: TS210.7　　**文献识别码:** A　　**文章编号:** 2095–0381(2026)13–0050–08

Determination of mycotoxins in wheat and its products by direct extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LI Wen-Wen, DU Meng, WANG Xiao-Jun, ZHANG Xin, JIA Rui-Jie, WANG Lu-Ying, ZENG Kun, SUN Yun-Chao, FENG Sheng-Ye*, GUO Yan-Wei*

(*Liaocheng Academy of Agricultural Sciences*, *Liaocheng* 252000, *China*)

收稿日期: 2026-01-23
基金项目: 聊城市重点研发计划(政策引导类)项目(2024YD88); 山东省农产品质量安全监测项目(20250120); 国家小麦产业技术体系专项(CARS-03-64); 山东省重点研发计划项目(2025TSGCCZZB0924); 稳产多抗小麦突破性新品种选育与丰产模式构建项目(2025YD85); 2026 年度聊城市哲学社会科学规划课题(NDKT2026036); 山东省小麦产业技术体系聊城试验站(SDAIT-01-19)

第一作者: 李雯雯(1990—), 女, 硕士, 农艺师, 主要研究方向为农产品质量检测。E-mail: goodliwenwen@163.com
***通信作者:** 冯盛烨(1985—), 女, 硕士, 高级农艺师, 主要研究方向为小麦新品种培育、栽培技术研究、新技术集成及示范推广。E-mail: lcsnkyfengshengye@lc.shandong.cn
郭延伟(1975—), 男, 主要研究方向为农业管理和农业技术推广。E-mail: 13963504720@139.com

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of multiple mycotoxins in wheat and its products by direct extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** Samples (2 g) were extracted with 10 mL 80% acetonitrile-water solution (containing 1% formic acid). After ultrasonic extraction, centrifugation, nitrogen blow-drying and reconstitution, the analytes were detected using an electrospray ionization (ESI) source in both positive and negative ion modes. Quantification was performed using the external standard method calibrated with a wheat flour matrix-matched standard curve. **Results** The linear relationship of the 7 kinds of mycotoxins was good within a certain mass concentration range, with a determination coefficient (r^2) greater than 0.998. The limits of quantitation were 0.40–7.70 μg/kg. The spiked recovery rates at the 3 levels were 77.9%–109.2%, and the relative standard deviations were 0.9%–9.0% (n=6). **Conclusion** The method has excellent precision and high sensitivity, it is suitable for the determination and high-throughput screening of mycotoxins in wheat and its products.

KEY WORDS: mycotoxins; wheat and its products; direct extraction; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

0　引　言

小麦作为我国三大主粮之一, 种植面积约 3.46 亿亩, 占全国耕地总面积的 22%~30%[1]。2024 年全国小麦总产量是 14009.9 万吨[2], 小麦安全生产对国家粮食安全和人民健康至关重要。然而, 小麦赤霉病、茎基腐病等病害的发生[3–5], 间接导致真菌毒素污染问题突出, 其中以脱氧雪腐镰刀菌烯醇(又名呕吐毒素, deoxynivalenol, DON)、黄曲霉毒素(aflatoxins, AFs)、赭曲霉毒素(ochratoxin A, OTA)等最为常见[6–7]。真菌毒素是由曲霉属、镰刀菌属、青霉属等丝状真菌在适宜的温湿度条件下, 产生的具有强毒性的次级代谢产物[8]。这些毒素具有热稳定性强、毒性高的特点, 可通过食物链累积, 损害人体的免疫系统、神经系统, 导致氧化应激诱导细胞发生癌变, 干扰正常新陈代谢, 甚至损害人体生命健康[9–11]。研究证实, 粮食中真菌毒素常以复合污染形式存在, 如朱佐银等[12]发现高达 87.76%的粮食样品受 2 种以上毒素联合污染, Zhao 等[13]也证实不同地区小麦中存在多种毒素共存现象, 因此建立高效、准确、多毒素同时检测的方法, 对于全面评估小麦及小麦粉的真实污染状况、科学预警真菌复合污染风险及监管筛查具有重要的现实意义。

在小麦真菌毒素的分析中, 由于样品中的复杂基质和低目标物浓度形成了基质效应, 易对分析过程造成干扰。因此, 在仪器分析前, 须对目标毒素进行有效提取、分离和净化浓缩处理, 保证检测的准确性。目前, 国内外常用的真菌毒素前处理方法主要包括免疫亲和柱法(immunoaffinity column, IAC)[14]、固相萃取法、液-液萃取法和 QuEChERS 技术等[15–16]。其中免疫亲和柱法基于抗体和抗原特异性吸附, 选择性好但成本高, 且不能重复使用; 固相萃取法和液-液萃取法简便但前处理时间较长, 消耗有机溶剂较多; QuEChERS 法较简单, 但难以同时满足多种真菌毒素的提取效率需求。本研究在液-液萃取技术基础上, 优化萃取溶剂的比例, 减少有机溶剂的使用, 简化除杂步骤, 以期实现 7 种真菌毒素的同时检测。

真菌毒素的检测技术主要包括薄层色谱法[17]、酶联免疫吸附法[18]、气相色谱法[19]和液相色谱法等。目前, 大部分检测机构的实验室常用液相色谱-荧光/紫外检测法结合柱后衍生系统[20–21], 但该方法存在局限性: 一方面, 前处理及上机操作烦琐, 需要匹配免疫亲和柱, 不同毒素需匹配不同检测器, 检测周期长、效率低; 另一方面, 复杂基质易产生杂峰干扰, 导致假阳性结果, 影响数据可靠性。GB 5009.209—2016《食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》和 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》等采用同位素内标法定量的液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS), 虽然提高了灵敏度和抗基质干扰, 但同样存在前处理复杂, 且成本较高的问题, 难以满足大批量样品中多种真菌毒素的快速筛查需求。

超高效液相色谱-串联四极杆质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)多应用于中药和食品中多种真菌毒素的筛查[22–23], 对粮谷中的多真菌毒素筛查是目前的研究趋势[24]。本研究针对现有真菌毒素的前处理技术成本高、效率低、难以满足大批量筛查的问题, 采用直接萃取的前处理方法, 以小麦中 7 种常见真菌毒素为目标物, 结合 UPLC-MS/MS 的高选择性与灵敏度, 建立基于小麦粉基质标准曲线外标法定量的真菌毒素检测技术, 以满足小麦真菌毒素污染的快速筛查与复合污染风险防控需求。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

25 份小麦样品来自本单位收集的小麦资源, 5 份市售

小麦粉购自当地超市。

甲醇、乙腈、甲酸(色谱纯, 美国赛默飞世尔科技公司); 乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)净化粉末、C_{18}净化粉末(天津博纳艾杰尔科技有限公司); 纯净水(杭州娃哈哈集团有限公司); 0.22 μm 微孔滤膜(上海安谱实验科技股份有限公司); 黄曲霉毒素 B_1 (aflatoxin B_1, AFB_1)、黄曲霉毒素 B_2 (aflatoxin B_2, AFB_2)、黄曲霉毒素 G_1 (aflatoxin G_1, AFG_1)、黄曲霉毒素 G_2 (aflatoxin G_2, AFG_2)、脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)、赭曲霉毒素 A (ochratoxinA, OTA)、玉米赤霉烯酮(zearalenone, ZEN)(质量浓度 100 μg/mL, 坛墨质检科技股份有限公司)。

1.2 仪器和设备

H-class 超高效液相色谱仪(美国 Waters 公司); Triple Quad 5500+质谱仪(美国 AB Sciex 公司); TGL-16A 冷冻离心机(湖南平凡科技有限公司); BE-2600 多管涡旋混合器(海门市其林贝尔仪器制造有限公司); JYS-M01 多功能粉碎磨(九阳股份有限公司); MFV-24 氮吹浓缩仪(广州得泰仪器科技有限公司); YP20002 电子天平(精度 0.01 g, 上海佑科仪器仪表有限公司); 多功能净化柱(深圳逗点生物技术有限公司); Acquity UPLC BEH C_{18} 色谱柱(2.1 mm×50 mm, 1.7 μm, 美国 Waters 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 溶液配制

将 7 种真菌毒素标准品用乙腈配制成 AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 混合储备液, 质量浓度为 100 μg/L; DON, OTA 和 ZEN 混合储备液, 质量浓度为 500 μg/L, 置于 4 ℃冰箱暂存, 使用前用小麦基质溶液稀释成适当浓度的工作液用于上机分析。

1.3.2 样品前处理

取 500 g 小麦样品经多功能粉碎磨粉碎, 过 20 目实验筛, 混匀后密封于样品盒中备用。小麦粉直接混合取样。称取 2 g 粉碎的小麦样品于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 80%乙腈水溶液(含 1%甲酸), 混匀后超声提取 40 min, 8000 r/min 离心 5 min, 转移 2 mL 上清液, 45 ℃氮吹至近干, 用初始流动相复溶至 1 mL, 过 0.22 μm 有机滤膜后待上机。

1.3.3 仪器条件

(1)液相色谱条件

Waters Acquity UPLC BEH C_{18} 色谱柱(2.1 mm×50 mm, 1.7 μm); 进样量 2 μL, 柱温 35 ℃, 流动相: A 相为 0.1%甲酸水溶液, B 相为 0.1%甲酸甲醇, 流速为 0.3 mL/min, 梯度洗脱条件见表 1。

(2)质谱条件

电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI), 正离子模式(ESI^+)喷雾电压为 5500 V, 负离子模式(ESI^-)喷雾电压为 –4500 V; 离子源温度 350 ℃, 气帘气 35 psi, 离子源气体 Gas I和 Gas II分别设置为 50 psi 和 55 psi, 检测方式用多反应监测(multi-reaction monitoring, MRM), 正负离子同时扫描。具体质谱参数见表 2。

1.4 数据处理

数据采集用 AB SCIEX Analyst Version 1.7 工作站, 样品重复采集 3 次, 图谱数据处理用 SCIEX OS Version 2.2 工作站, 采用 Origin 2022 进行数据分析和图表绘制。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution program

流动相	时间/min							
	0	2.0	6.0	8.0	10.0	12.0	12.1	16.0
水(0.1%甲酸)/%	75	75	45	45	20	20	75	75
甲醇(0.1%甲酸)/%	25	25	55	55	80	80	25	25

表 2 7 种真菌毒素的质谱参数

Table 2 Mass spectrum parameters of 7 kinds of mycotoxins

名称	保留时间/min	化学式	去簇电压/V	母离子(*m*/*z*)	定量离子	碰撞电压/V	定性离子	碰撞电压/V
DON	0.81	$C_{15}H_{20}O_6$	100	296.9 [M+H]+	249.1	17	231.1	20
AFB_1	5.17	$C_{17}H_{12}O_6$	155	313.1 [M+H]+	285.1	33	241.3	52
AFB_2	4.55	$C_{17}H_{14}O_6$	155	315.1 [M+H]+	287.2	37	259.1	41
AFG_1	4.04	$C_{17}H_{12}O_7$	150	329.1 [M+H]+	243.2	38	215.2	44
AFG_2	3.34	$C_{17}H_{14}O_7$	157	331.1 [M+H]+	245.1	42	189.1	58
OTA	10.19	$C_{20}H_{18}ClNO_6$	–80	402.1 [M-H]–	358.1	–29	211.0	–38
ZEN	10.66	$C_{18}H_{22}O_5$	–139	317.1 [M-H]–	175.2	–34	131.1	–39

2　结果与分析

2.1　色谱和质谱的条件优化

乙腈和甲醇是常用流动相的有机相, 本研究比对了甲醇/水和乙腈/水的分离效果, 采用乙腈/水作为流动相时, 目标真菌毒素的保留时间比较靠前, 但 DON 的响应较差, 综合多种真菌毒素的响应值和分离效果, 最终选择甲醇/水。向流动相中加入适当甲酸可以促进真菌毒素目标物的电离, 有利于改善峰型和灵敏度[25]。最终确定流动相为 0.1%甲酸甲醇和 0.1%甲酸水溶液。

7 种真菌毒素利用针泵分别在正负离子模式下进行母离子扫描(Q1 scan)和子离子扫描, 确定每一种化合物的母离子和子离子的质荷比, 每个目标化合物各选择 2~3 个子离子作为定性和定量离子, 并对每对离子对的去簇电压和碰撞电压进行优化, 获得最佳响应值, 优化后的 MRM 色谱图如图 1。经过对比 ESI^+和 ESI^-不同模式下, 各种真菌毒素的响应和峰型, OTA 和 ZEN 用 ESI^-模式扫描的响应和灵敏度高于 ESI^+模式, DON、AFB_1、AFB_2、AFG_1、AFG_2 用 ESI^+模式扫描的响应和灵敏度高于 ESI^-模式, 故 OTA 和 ZEN 用 ESI^-模式, 其他真菌毒素用 ESI^+模式。

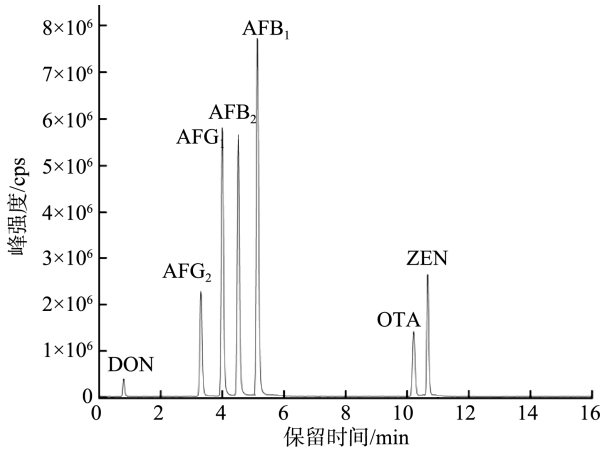


图 1　7 种真菌毒素的 MRM 色谱图
Fig.1　MRM chromatograms of the 7 kinds of mycotoxins

2.2　前处理条件优化

前处理方式的选择对真菌毒素的提取至关重要, 既要达到净化的目的, 又需兼顾不同真菌毒素的提取效果。本研究对比了多功能净化柱法(与免疫亲和柱特异性相比, 该柱可适配多种真菌毒素)、QuEChERS 法和溶剂直接萃取法的实验操作和回收率(图 2), 其中, 多功能提取柱法需要活化、洗脱等, 步骤烦琐且成本较高; QuEChERS 法使用了 PSA 和 C_{18} 等净化材料, 该法结果显示 OTA 和 ZEN 的提取效果较差; 而溶剂直接萃取法步骤简单, 成本较低, 回收率在可接受范围。综合考虑最终建立溶剂直接萃取法处理真菌毒素样品。

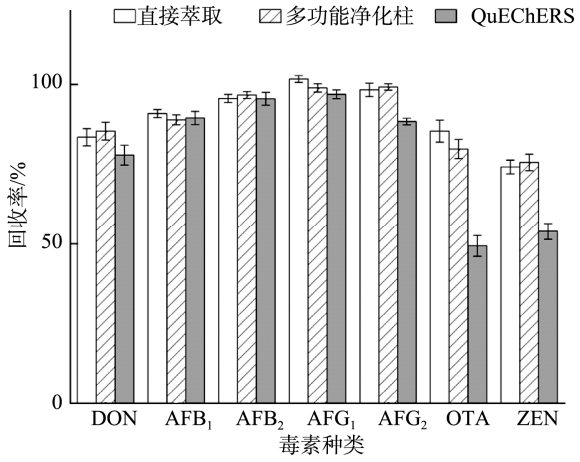
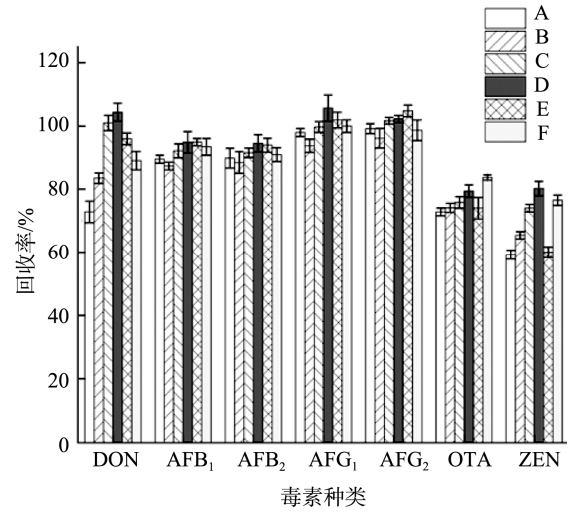


图 2　不同样品前处理方式对 7 种真菌毒素的回收率影响
Fig.2　Effects of different sample pretreatment methods on the recovery rates of 7 kinds of mycotoxins

乙腈和甲醇是常用的有机提取溶剂, 但甲醇易将小麦粉中的淀粉、蛋白质等杂质也溶解出来, 导致基质干扰较多[26], 故本研究选择乙腈作为有机提取溶剂。研究选取了不同提取溶剂-乙腈比例(70%/80%)和不同超声时间(30 min/40 min)两个实验参数, 图 3 对比了 7 种真菌毒素在不同前处理组合条件下回收率的变化情况, 70%乙腈作为提取溶剂时, 提取 7 种毒素目标物的平均回收率为 85.5%和 84.1%, 80%乙腈作为提取溶剂时, 平均回收率高于 90%。以 80%乙腈作为提取溶剂时, 超声 40 min 时的提取效率最高, 7 种真菌毒素的回收率为 79.4%~105.7%。



注: A. 70%乙腈超声 30 min; B. 70%乙腈超声 40 min; C. 80%乙腈超声 30 min; D. 80%乙腈超声 40 min; E. 90%乙腈超声 30min; F. 90%乙腈超声 40 min。

图 3　不同溶剂比例和超声时间对 7 种真菌毒素的回收率影响
Fig.3　Effects of different solvent ratio and ultrasonication time on the recovery rates of 7 kinds of mycotoxins

因 OTA 结构中含有羧基基团，在前处理中通过降低提取溶剂的 pH，可以更好的促进毒素离子化，提高基团的稳定性，因此本研究在提取溶剂中添加了 1%甲酸。综合多种真菌毒素的回收率水平，最终选择 80%乙腈(含 1%甲酸)作为提取溶剂，超声 40 min 作为提取处理条件。

2.3 基质效应

基质效应是指液相色谱-质谱分析中，样品基质中的共流出物干扰目标物离子化效率，导致出现离子增强或离子抑制现象[27]，从而影响方法准确性。目前 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》等检测标准中，液相色谱-串联质谱法多采用同位素内标定量减少基质效应，但每种真菌毒素同位素内标不统一，且成本较高，本方法考察了多种真菌毒素的基质效应。分别用小麦粉空白样品基质和初始流动相配制标准溶液，上机进行测试，按公式基质效应/%= (基质标准曲线斜率/溶剂标准曲线斜率–1)×100%[28]，计算基质效应数值，结果见图 4。其中，OTA 的基质效应值为–36.9%，AFB_1 的基质效应为 22%，这 2 种真菌毒素存在中等基质效应，其余真菌毒素的|基质效应|均小于 20%，为弱基质效应。因此，本研究采用空白基质溶液配制标准曲线可完全消除由基质效应引起的结果偏差的问题，大福降低实验成本，同时满足方法准确度要求。

2.4 方法学验证

2.4.1 线性关系、检出限和定量限

在优化后的仪器条件下，在合适的线性范围下，以小麦粉空白样品基质标准溶液的质量浓度为横坐标(X, μg/L)，以对应的特征离子色谱峰的峰面积为纵坐标(Y)，绘制每种目标物的基质标准曲线。具体线性关系等结果如表 3 所示。结果显示，7 种真菌毒素标准曲线的线性良好，r^2 均大于 0.99858。以基线噪声的 3 倍(S/N=3)确定方法检出限(limit of detection, LOD)为 0.12~2.32 μg/kg，以基线噪声的 10 倍(S/N=10)确定方法定量限(limit of quantitation, LOQ)为 0.40~7.70 μg/kg，7 种真菌毒素的定量限均低于欧盟(European Union, EU)、国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)和我国的真菌毒素限量法规标准[29–30]。

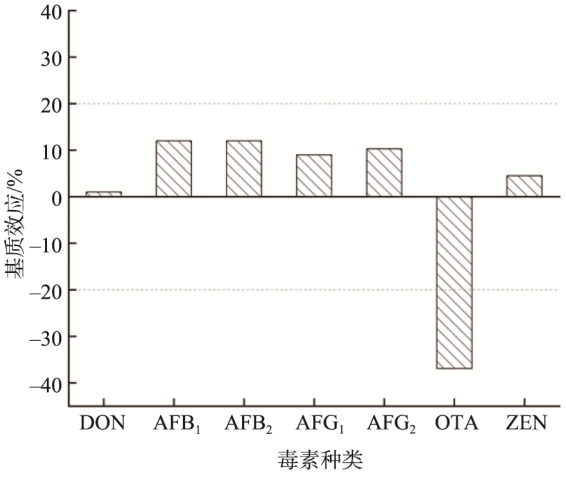


图 4 不同真菌毒素的基质效应

Fig.4 Matrix effects of different mycotoxins

2.4.2 回收率及精密度

在不含待测毒素的空白小麦粉样品中，添加 3 个不同浓度水平的真菌毒素混合标液，其中 AFB_1、AFB_2、AFG_1、AFG_2 加标浓度分别为 2、4、10 μg/kg; DON 加标浓度为 20、40、100 μg/kg; OTA 和 ZEN 的加标浓度为 8、16、40 μg/kg，每个浓度测试 6 次平行，计算目标物的平均回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)，见表 4。本方法的加标回收率在 77.9%~109.2%之间，RSDs 在 0.9%~9.0%之间，结果良好，符合 GB/T 27404—2026《实验室质量控制规范 食品理化检测》对实验室质控的要求。

2.5 实际样品测定

收集 30 份小麦和小麦粉样品，按本研究处理后测定真菌毒素含量，其中 5 份小麦粉样品全部未检出，25 份小麦样品中 4 份有检出，检出结果见表 5。同样样品参照 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》进行了复测，结果一致。DON 检出率为 13.3%，ZEN 检出率为 3.3%，检出含量均未超过 GB 2761—2017

表 3 7 种真菌毒素的线性关系、LODs 和 LOQs

Table 3 Linear relationships, LODs and LOQs of 7 kinds of mycotoxins

化合物	线性方程	线性范围/(μg/L)	决定系数(r^2)	LODs/(μg/kg)	LOQs/(μg/kg)
AFB_1	Y=4.179e4X–6596.3749	1~50	0.99962	0.12	0.40
AFB_2	Y=3.5030e7X–1595.2865	1~50	0.99934	0.12	0.40
AFG_1	Y=3.2734e7X–7111.0780	1~50	0.99858	0.12	0.40
AFG_2	Y=1.0903e7X+2784.9404	1~50	0.99971	0.27	0.89
DON	Y=1.6906e6X+13917.0718	2~200	0.99938	2.32	7.70
OTA	Y=1.3610e7X–5906.7884	2~200	0.99984	0.30	1.00
ZEN	Y=8.3838e6X–890.2178	2~200	0.99979	0.40	1.30

表 4　加标回收率和精密度
Table 4　Additive recoveries and precision

目标物	加标浓度/(μg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%	加标浓度/(μg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%	加标浓度/(μg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%
AFB_1	2	100.0	7.1	4	93.3	3.2	10	91.5	5.0
AFB_2	2	94.2	7.1	4	86.3	4.8	10	89.9	2.7
AFG_1	2	109.2	4.5	4	101.7	5.1	10	98.9	2.5
AFG_2	2	95.8	9.0	4	95.8	7.9	10	102.5	2.0
DON	20	107.0	3.6	40	93.4	2.8	100	83.1	0.9
OTA	8	98.3	3.6	16	101.5	3.7	40	93.3	3.3
ZEN	8	77.9	2.4	16	85.9	2.6	40	78.0	3.2

表 5　实际样品测定结果(μg/kg)
Table 5　Determination results of actual samples (μg/kg)

化合物	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	限量
DON	14.0	312	70.0	35.0	1000
ZEN	6.00	ND	ND	ND	60

注: ND 为未检出。

《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》对小麦和小麦粉中真菌毒素的限量规定。其中小麦中检出率最高的为 DON, 这与文献[31–34]等的研究结果一致, 在小麦及小麦粉的储藏过程中, 要注意对 DON 的重点防控。

3　结　论

本研究建立了直接萃取-UPLC-MS/MS 检测小麦及小麦粉中 7 种常见真菌毒素的分析技术。对比常见的小麦真菌毒素检测技术, 该方法避免了免疫亲和柱法和同位素内标法成本高的问题, 解决了 QuEChERS 法对 OTA、ZEN 提取效率低的问题, 在保证检测灵敏度与准确性的前提下, 该方法更符合大批量筛查检测需求和基层实验室的设备条件。

但研究也存在局限性, 如仅考察了小麦及小麦粉单一基质的检测效果, 未对其他粮食品种开展研究, 且实际样品应用数量有限, 未对全国不同产区的基质差异进行系统性考察, 未来将收集多种粮食作物, 涵盖不同产区样品, 提高方法的适用性。为了进一步研究小麦真菌毒素的变化情况, 下一步将在此基础上, 以新收获小麦为研究对象, 模拟不同储藏方式和初始毒素含量下, 小麦中不同真菌毒素含量的变化规律, 为小麦的科学储藏和真菌毒素复合防控提供参考依据, 保障小麦质量安全。

参考文献

[1] 张笑晴. “十三五”期间我国小麦品种试验审定工作的改革发展与成效[J]. 中国种业, 2021(12): 21–23.
Zhang Xiaoqing. Reform, development and effects of wheat variety trial and approval in China during the ‘13th Five-Year Plan’ period [J]. China Seed Industry, 2021(12): 21–23.

[2] 姜长云, 李俊茹, 巩慧臻. 中国粮食安全形势演变及“十五五”粮食需求研判[J]. 改革, 2025(8): 35–51.
Jiang Changyun, Li Junru, Gong Huizhen. The evolution of China’s food security situation and judgement of the food demand during the 15th five-year plan period [J]. Reform, 2025(8): 35–51.

[3] Shang Shengping, He Yuhan, Zhao Ruihua, et al. Fumarylacetoacetate hydrolase targeted by a fusarium graminearum effector positively regulates wheat FHB resistance [J]. Nature Communications, 2025, 16: 5582.

[4] 巫琪, 余曼丽, 曹立冬, 等. 中国小麦茎基腐病的农药防治策略与展望[J]. 现代农药, 2024, 23(4): 22–28.
Wu Qi, Yu Manli, Cao Lidong, et al. Strategies and prospects of utilizing pesticides to control Fusarium crown rot on wheat in China [J]. Modern Agrochemicals, 2024, 23(4): 22–28.

[5] Kazan K, Gar-diner D M. Fusarium crown rot caused by *Fusarium pseudograminearum* in cereal crops: recent progress and future prospects [J]. Molecular Plant Pathology, 2018, 19(7): 1547–1562.

[6] Eskola M, Kos G, Elliott CT, *et al*. Worldwide contamination of food-crops with mycotoxins: validity of the widely cited ‘FAO estimate’ of 25% [J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2020, 60(16): 2773–2789.

[7] 闫兆凤, 黄常刚, 杨欣. 中国主粮中真菌毒素污染现状[J]. 卫生研究, 2022, 51(4): 685–691.
Yan Zhaofeng, Huang Changgang, Yang Xin. Current status of mycotoxin contamination in staple foods in China [J]. Journal of Hygiene Research, 2022, 51(4): 685–691.

[8] Yao Jiayi, Ouyang Binbin, Xu Wei, et al. An overview of the physical, chemical and biological strategies for the removal of emerging mycotoxins: recent advances and future perspectives [J]. Food Control, 2026, 181:

111700.

[9] 黄晓静, 王少敏, 毛丹, 等. 曲霉属真菌毒素的毒性研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(5): 1679–1687.
Huang Xiaojing, Wang Shaomin, Mao Dan, et al. Research progress on toxicity of aspergillus mycotoxins [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(5): 1679–1687.

[10] Li Jiefeng, Wang Yating, Deng Ying, et al. Toxic mechanisms of the trichothecenes T-2 toxin and deoxynivalenol on protein synthesis [J]. Food and Chemical Toxicology, 2022, 164: 113044.

[11] Wang Yanxia, Hu Junqiang, Dai Yijun, et al. Design and characterizaion of an artificial two-strain bacterial consortium for the efficient b-iodegradation of deoxynivalenol [J]. Biological Control, 2023, 179: 105172.

[12] 朱佐银, 赵含珂, 程海生, 等. 2021—2022 年上海地区大米、玉米、大豆和面粉中多种真菌毒素混合污染特征和交互作用分析[J]. 中国农业科学, 2024, 57(12): 2454–2466.
Zhu Zuoyin, Zhao Hanke, Cheng Haisheng, et al. Study on characterization and interaction analysis of co-contamination of multi-mycotoxins in the flours of rice, maize, soybean and wheat flour in Shanghai from 2021 to 2022 [J]. Scientia Agricultura Sinica, 2024, 57(12): 2454–2466.

[13] Zhao Jianyun, Cheng Tianxiao, Xu Wenjing, et al. Natural co-occurrence of multimycotoxins in unprocessed wheat grains from China [J]. Food Control, 2021, 130: 108321.

[14] 张萌萌, 雷美康, 庞明利, 等. 复合免疫亲和柱净化-超高效液相色谱-串联质谱法测定衢枳壳中 5 种真菌毒素的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2024, 60(10): 1061–1066.
Zhang Mengmeng, Lei Meikang, Pang Mingli, et al. Determination of 5 mycotoxins in Quzhou *Aurantii fructus* by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with composite immunoaffinity column purification [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2024, 60(10): 1061–1066.

[15] 郝伟, 杨利芳, 王亮, 等. 食品中常见真菌毒素检测技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(10): 165–172.
Hao Wei, Yang Lifang, Wang Liang, et al. Development of detecting method of mycotoxins in the food [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(10): 165–172.

[16] 程裕贵, 胡靖康, 江湖, 等. 粮食中主要真菌毒素及分析方法研究进展[J]. 中国粮油学报, 2024, 39(6): 225–234.
Cheng Yugui, Hu Jingkang, Jiang Hu, et al. Mycotoxins contamination in cereals and analytical methods [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2024, 39(6): 225–234.

[17] Jorquera-Pereira D, Pavón-Pérez J, Ríos-Gajardo G. Identification of type B trichothecenes and zearalenone in Chilean cereals by planar chromatography coupled to mass spectroscopy [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2021, 38(10): 1778–1787.

[18] Tarannum N, Nipa M N, Das S, et al. Aflatoxin M_1 detection by ELISA in raw and processed milk in Bangladesh [J]. Toxicology Reports, 2020, 7: 1339–1343.

[19] 唐喆, 施雨桐, 巩寒茹, 等. 基于气相色谱-质谱法检测禾谷镰孢菌丝胞内外的脱氧雪腐镰刀菌烯醇和 15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇[J]. 质谱学报, 2024, 45(5): 691–698.
Tang Zhe, Shi Yutong, Gong Hanru, et al. Detection of intracellular and extracellular deoxynivalenol and 15-acetyl deoxynivalenol of *Fusarium graminearum* by GC-MS [J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2024, 45(5): 691–698.

[20] 孙艳杰, 赵磊, 李正刚, 等. 免疫亲和柱净化柱后光化学衍生高效液相色谱-荧光检测法同时测定制马肾中 4 种黄曲霉毒素[J]. 中国民族民间医药, 2023, 32(23): 19–22.
Sun Yanjie, Zhao Lei, Li Zhenggang, et al. Simultaneous determination of content of four aflatoxins in Equi Penis Et Testivulus by mmunoaffinity column clean-up and HPLC-FLD with post-column photochemical derivatization [J]. Chinese Journal of Ethnomedicine and Ethnopharmacy, 2023, 32(23): 19–22.

[21] 战宏利, 刘东平, 刘华, 等. 超声提取-免疫亲和柱净化-柱后光化学衍生高效液相色谱法同时测定吉林省内蜂花粉中 4 种黄曲霉毒素[J]. 质量安全与检验检测, 2025, 35(6): 34–37.
Zhan Hongli, Liu Dongping, Liu Hua, et al. Simultaneous determination of four aflatoxins in *Apis* pollen in Jilin province by ultrasonic extraction-immunoaffinity column purification-post column photochemical derivatization HPLC [J]. Quality Safety Inspection and Testing, 2025, 35(6): 34–37.

[22] 许婧, 潘惠勤, 谭琰南, 等. LC-MS/MS 在中药真菌毒素检测中的应用进展[J]. 分析测试学报, 2025, 44(9): 1856–1870.
Xu Jing, Pan Huiqin, Tan Yannan, et al. Advances in LC-MS/MS for mycotoxins analysis in traditional Chinese medicines [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2025, 44(9): 1856–1870.

[23] 何卓霖, 穆蕾, 王涛, 等. 超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱快速测定乳及乳制品中 21 种真菌毒素[J]. 食品工业科技, 2022, 43(6): 302–310.
He Zhuolin, Mu Lei, Wang Tao, et al. Rapid determination of 21 mycotoxins in milk and dairy products by ultra performanceliquid chromatography-quadrupole/orbitrap high resolution mass spectrometry [J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(6): 302–310.

[24] 周彬, 丁同仁, 杨昳津, 等. 粮食作物中真菌毒素的检测方法研究进展[J/OL]. 食品与发酵工业, 2026-04-21. https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.045475.
Zhou Bin, Ding Tongren, Yang Yijin, et al. Multiplex detection methods for mycotoxins in grain crops [J/OL]. Food and Fermentation Industries, 2026-04-21. https: //doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.045475.

[25] 邵亮亮, 黄珊, 邢嘉琪, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定小麦中的 4 种限量真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 505–513.
Shao Liangliang, Huang Shan, Xing Jiaqi, et al. Simultaneous determination of 4 limited mycotoxins in wheat by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(2): 505–513.

[26] 齐春艳, 许秀丽, 国伟, 等. QuEChERS 结合 UPLC-Q/Orbitrap HRMS 法测定小麦粉中 9 种真菌毒素[J]. 食品科学, 2022, 43(4): 315–320.
Qi Chunyan, Xu Xiuli, Guo Wei, et al. Determination of nine mycotoxins in wheat flour by QuEChERS-ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole/orbitrap high-resolution mass spectrometry [J]. Food Science, 2022, 43(4): 315–320.

[27] 蔡沅锟, 张巍巍, 钱承敬, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱法测定谷物中 34 种真菌毒素[J]. 中国粮油学报, 2025, 40(10): 170–181.
Cai Yuankun, Zhang Weiwei, Qian Chengjing, et al. Determination of 34 mycotoxins in cereals by QuEChERS-ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole/orbitrap high-resolution mass spectrometry [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2025, 40(10): 170–181.

[28] Besil N, Cesio V, Heinzen H, et al. Matrix effects and interferences of different citrus fruits co-extractives in pesticide residue analysis using ultra high-performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2017, 65(23): 4819–4829.

[29] Commission Regulation (EU) NO 1881/2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs [Z]. Official Journal of the European Union, 2006.

[30] Codex Alimentarius Commission (CAC). Commission codex stan 193-1995 codex general standard for contaminants and toxins in food and feed [Z]. 1995.

[31] 赵含珂, 朱佐银, 马君梅, 等. 上海仓储粮食中 14 种真菌毒素污染状况分析[J]. 南京农业大学学报, 2025, 48(5): 1170–1179.
Zhao Hanke, Zhu Zuoyin, Ma Junmei, et al. Analysis of 14 mycotoxin contaminations in granary in Shanghai [J]. Journal of Nanjing Agricultural University, 2025, 48(5): 1170–1179.

[32] 赵柬云, 韩小敏, 徐文静, 等. 2019 年中国四省小麦中 12 种真菌毒素污染情况调查[J]. 中国食品卫生杂志, 2021, 33(6): 765–770.
Zhao Jianyun, Han Xiaomin, Xu Wenjing, et al. Investigation of 12 mycotoxins in wheat grains from four provinces of China in 2019 [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2021, 33(6): 765–770.

[33] 杨晓倩, 刘岚铮, 曹小丽, 等. 2022 年山东省市售小麦粉真菌毒素污染情况调查[J]. 预防医学论坛, 2023, 29(8): 577–581.
Yang Xiaoqian, Liu Lanzheng, Cao Xiaoli, et al. Investigation on mycotoxin pollution of wheat flour on market in Shandong Province in 2022 [J]. Preventive Medicine Tribune, 2023, 29(8): 577–581.

[34] 程玲云, 胡明燕, 高牡丹, 等. 小麦粉真菌毒素污染、国内外限量标准与防控研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(7): 38–44.
Cheng Lingyun, Hu Mingyan, Gao Mudan, et al. Research progress on fungal toxins pollution of wheat flour, limit standard and control at home and abroad [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(7): 38–44.

(责任编辑: 韩晓红　曹岱琳)