

超高效液相色谱大体积流通池荧光法检测花生油中黄曲霉毒素 B₁ 的不确定度评定

曹妍^{1,2}, 龙锦林^{2*}

(1. 济南市南部山区管理委员会市场监管局柳埠市场监管所, 济南 250113;

2. 济南市食品药品检验检测中心食品检验所, 济南 250014)

摘要: **目的** 评定超高效液相色谱大体积流通池荧光法测定花生油中黄曲霉毒素 B₁ 含量的不确定度。**方法** 依据 GB 5009.22—2016《食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法无衍生器法测定花生油中黄曲霉毒素 B₁ (aflatoxin B₁, AFTB₁), 根据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》建立超高效液相色谱大体积流通池测定花生油中 AFTB₁ 含量的数学模型, 对各个不确定度分量进行评定和分析。**结果** 在 95%置信区间下, 当花生油中 AFTB₁ 含量为 1.0655 μg/kg 时, 其扩展不确定度为 0.1864 μg/kg, $k=2$ 。**结论** 花生油中黄曲霉毒素 B₁ 检测结果的不确定度主要受标准曲线拟合、样品回收率、标准溶液配制、重复性测定影响。**关键词:** 黄曲霉毒素 B₁; 花生油; 超高效液相色谱法; 大体积流通池荧光法; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of aflatoxin B₁ in peanut oil by ultra performance liquid chromatography and fluorimetric detection combined with large volume flow cell

CAO Yan^{1,2}, LONG Jin-Lin^{2*}

(1. Jinan Southern Mountain Management Committee Market Regulatory Authority Liubu Market Supervision Institute, Jinan 250113, China; 2. Jinan Food and Drug Inspection and Testing Center, Jinan 250014, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of aflatoxin B₁ in peanut oil by ultra performance liquid chromatography and fluorimetric detection combined with large volume flow cell. **Methods** The residues of aflatoxin B₁ (AFTB₁) in peanut oil were determined according to the third method of GB 5009.22—2016 *National food safety standard-Determination of aflatoxin B and G in food*. According to JJF 1059.1—2012 *Evaluation and expression of measurement uncertainty*, a mathematical model for the uncertainty of determination of the residues of AFTB₁ in peanut oil by ultra performance liquid chromatography and fluorimetric detection combined with large volume flow cell was established, and the uncertainty components of each source were analyzed and quantified. **Results** At the 95% confidence interval, the expanded uncertainty was 0.1864 μg/kg ($k=2$) when the AFTB₁ content in peanut oil was 1.0655 μg/kg. **Conclusion** The uncertainty of AFTB₁ in peanut oil is mainly affected by standard curve fitting, sample recovery rate, standard solution preparation and repeatability determination. **KEY WORDS:** aflatoxin B₁; peanut oil; ultra performance liquid chromatography; fluorimetric detection combined with large volume flow cell; uncertainty

*通信作者: 龙锦林, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 377101574@qq.com

*Corresponding author: LONG Jin-Lin, Master, Senior Engineer, Jinan Food and Drug Inspection and Testing Center, North Section of Gangxing Third Road, Gaoxin District, Jinan 250014, China. E-mail: 377101574@qq.com

0 引言

黄曲霉毒素 B₁ (aflatoxin B₁), 简称 AFTB₁, 被世界卫生组织划定为 I 类致癌物, 对肝脏组织的破坏性极强^[1-2]。由于食用植物油的原料特性和加工属性, 极易受到黄曲霉毒素的污染^[3-5]。GB 2761—2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》中规定了花生及其制品中 AFTB₁ 的限量值为 20 μg/kg。日常检测发现, 食用植物油中以花生油中的 AFTB₁ 检出率和不合格率最高^[6-7]。检测 AFTB₁ 的方法主要有薄层色谱法^[8]、酶联免疫吸附测定法^[9-10]、荧光探针法^[11]、高效液相色谱法^[12-14]和液相色谱质谱联用法^[15-17]。配有大批量流通池的荧光检测器对黄曲霉毒素进行检测, 简便快速、灵敏度高、重复性好, 近年来得到广泛应用^[18-20]。

本研究采用超高效液相色谱系统, 并配有大批量流通池的荧光检测器, 依据 GB 5009.22—2016《食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法, 对花生油中黄曲霉毒素 B₁ 进行测定, 根据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》中的有关规定和程序, 建立数学模型, 分析超高效液相色谱-无衍生器法测定花生油中黄曲霉毒素 B₁ 过程中所引入的不确定度来源, 并对各个不确定度来源进行评定和分析, 得出花生油中黄曲霉毒素 B₁ 含量的扩展不确定度, 为花生油中黄曲霉毒素 B₁ 检测的准确性提供一定的试验依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Waters ACQUITY UPLC 超高效液相色谱仪(配有大批量流通池荧光检测器, 美国 Waters 公司); ME303E 型电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司); AflaStar R 黄曲霉毒素免疫亲和柱(3 mL, 500 ng, 美国 Romer 公司); 0.22 μm 水系滤膜(天津津滕公司)。

黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液(2.00 μg/mL, 坛墨质检-标准物质中心); 乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 甲醇(色谱纯, 德国 Merck 公司); 实验室用水为 Milli-Q 超纯水。

花生油: 济南市食品药品检验检测中心食品检验所监督抽检样品。

1.2 试验方法

1.2.1 标准溶液配制

准确移取黄曲霉毒素 B₁ 标准溶液 0.5 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 配制成 100 ng/mL 黄曲霉毒素 B₁ 标准储备溶液。用初始流动相配制成质量浓度为 0.1、0.5、2、5、10、20、40 ng/mL 系列标准工作液, 现用现配。

1.2.2 样品前处理

称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈-

水溶液(84:16, V:V), 涡旋混匀, 置于摇床中振荡 20 min, 9000 r/min 离心 10 min, 准确移取 4 mL 上清液, 加入 46 mL 含 1%吐温-20 的 PBS 溶液稀释, 待净化。

取 1.2.2 中待净化液过免疫亲和柱, 再用 10 mL 水重复淋洗 2 次, 最后用 1 mL 甲醇重复洗脱 2 遍。氮吹至近干, 用初始流动相定容至 1 mL, 0.22 μm 有机系滤膜过滤上机。

1.2.3 液相色谱条件

Waters ACQUITY 色谱柱 BEH C₁₈ (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm); 流动相: 甲醇:水=38:62(V:V); 流速: 0.3 mL/min; 进样体积: 10 μL; 柱温: 40 °C; 激发波长: 365 nm; 检测波长 436 nm。

1.3 数学模型

花生油中黄曲霉毒素 B₁ 的残留量测定计算公式如式(1)。

$$X = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times 1000}{V_2 \times m \times 1000} \quad (1)$$

式中:

X —试样中 AFTB₁ 的含量, μg/kg;

ρ —进样溶液中 AFTB₁ 按照外标法在标准曲线中对应的质量浓度, ng/mL;

V_1 —试样提取液体积, mL;

V_3 —样品经免疫亲和柱净化洗脱后的最终体积, mL;

V_2 —用于免疫亲和柱的分取样品体积, mL;

1000—换算系数;

m —试样的称样量, g。

2 结果与分析

2.1 不确定度的来源分析

根据测定 AFTB₁ 的数学模型, 分析整个过程不确定度来源主要有: (1)样品称量引入的不确定度; (2)样品定容引入的不确定度; (3)样品重复性测定引入的不确定度; (4)标准溶液配制引入的不确定度; (5)标准工作曲线的拟合引入的不确定度; (6)方法回收率测定引入的不确定度。

2.2 样品称量引入的不确定度

由天平的检定证书查得, 所用天平在 $0 \leq m \leq 50$ g 范围示值误差为 ± 0.005 g, 属于 B 类不确定度, 按均匀分布 $k = \sqrt{3}$, 准确称取样品 5.029 g, 称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{0.005}{5.029 \times \sqrt{3}} = 0.000574。$$

2.3 试样提取和定容引入的不确定度

2.3.1 提取剂加入体积引入的不确定度

用 25 mL 可调移液器加入 20 mL 提取剂, 25 mL 的可

调加液器设定值为 10 时,其容量允许误差为 $\pm 0.6\%$,由此引入的不确定度为: $u_1(V_{10}) = \frac{0.006}{\sqrt{3}} = 0.003464$, 则提取剂加入体积引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{20}) = \sqrt{2 \times u_1^2(V_{10})} = 0.004899。$$

2.3.2 待测液浓缩引入的不确定度

试验中用 5.0 mL 移液器量取 4 mL 提取液稀释上柱,洗脱收集后氮气吹干,用 1.0 mL 移液器定容。5.0 mL 移液器的容量允许误差 $\pm 0.6\%$,由此引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_4) = \frac{0.006}{\sqrt{3}} = 0.003464;$$

1.0 mL 移液器的容量允许误差 $\pm 1.0\%$,由此引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_1) = \frac{0.01}{\sqrt{3}} = 0.005774。$$

2.3.3 样品提取及定容引入的相对标准不确定度的合成

样品提取及定容引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{20}) + u_{\text{rel}}^2(V_4) + u_{\text{rel}}^2(V_1)} = 0.008327。$$

2.4 样品的重复性测定引入的不确定度

样品测试过程中随机效应引入的不确定度可以通过样品的重复测定进行表示。准确称取试验样品各 6 份,按照上述试验条件进行处理并平行测定,测得结果见表 1。

则由样品重复性引入的相对标准不确定度计算如下:

$$\text{平均值 } \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = 1.0655 \mu\text{g/kg};$$

$$\text{标准偏差 } S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.03533 \mu\text{g/kg};$$

$$\text{相对标准不确定度 } u_{\text{rel}}(x) = \frac{s(x)/\sqrt{n}}{\bar{x}} = 0.013537。$$

2.5 标准溶液配制引入的不确定度

2.5.1 标准物质引入的不确定度

根据 AFTB₁ 标准物质证书可知,标准溶液质量浓度 2.00 $\mu\text{g/mL}$,不确定度为 $\pm 3.0\%$,属于 B 类不确定度,按 95%置信区间取 $k=2$,则 AFTB₁ 标准物质浓度的标准不确定度为: $u(P) = 0.0150 \mu\text{g/mL}$;

AFTB₁ 相对标准不确定度为: $u_{\text{rel}}(P) = 0.00750$ 。

2.5.2 标准储备溶液配制引入的不确定度

根据标准溶液配制过程,此过程不确定主要来源包括:容量瓶及移液器引入的标准不确定度。用 1 mL 的移液器移取质量浓度为 2.00 $\mu\text{g/mL}$ 0.5 mL,定容至 10 mL,得到质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的工作液。

10 mL A 级容量瓶的容量允许差为 ± 0.020 mL,不考虑温度对其膨胀系数的影响,按均匀分布考虑, $k = \sqrt{3}$,计算出 10 mL A 级容量瓶定容引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{10}) = \frac{0.020}{10\sqrt{3}} = 0.001155。$$

1 mL 移液器经检定后的移取 0.5 mL 时容量允许误差为 0.4%,按均匀分布考虑, $k = \sqrt{3}$,计算出移液器引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_1) = \frac{0.004}{\sqrt{3}} = 0.002309。$$

标准储备溶液配制引入的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(V_{10}) + u_{\text{rel}}^2(V_1)} = 0.002582。$$

2.5.3 标准系列溶液配制引入的不确定度

分别移取 0.01、0.05、0.2、0.5、1、2、4 mL 标准储备溶液于 10 mL 容量瓶中,用初始流动相定容至刻度,该过程的标准不确定度主要是通过移液和定容过程引入(见表 2)。

标准系列溶液配制过程中用到 10 mL 容量瓶 7 次,已知 10 mL A 级容量瓶定容引入的标准不确定度为: 0.001155,则标准系列溶液配制过程引入的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(V_c) = \sqrt{\begin{matrix} u^2(V_{10 \mu\text{L}}) + u^2(V_{50 \mu\text{L}}) + u^2(V_{200 \mu\text{L}}) \\ + u^2(V_{500 \mu\text{L}}) + u^2(V_{1000 \mu\text{L}}) + u^2(V_{2000 \mu\text{L}}) \\ + u^2(V_{4000 \mu\text{L}}) + 7u_{\text{rel}}^2(V_{10 \text{ mL}}) \end{matrix}} = 0.051036。$$

2.5.4 标准溶液配制引入的相对标准不确定度的合成

$u_{\text{rel}}(\text{std})$ 计算结果为:

$$u_{\text{rel}}(\text{std}) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(P) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(V_c)} = 0.051649。$$

2.6 标准曲线拟合测定样品浓度引入的不确定度

2.6.1 AFTB₁ 标准曲线的绘制

配制质量浓度为 0.1、0.5、2、5、10、20、40 ng/mL 系列标准工作液,各浓度分别测定 3 次,峰面积取平均值,结果见表 3。

2.6.2 最小二乘法拟合标准工作曲线过程所引入的不确定度

以平均峰面积和浓度作标准曲线,采用最小二乘法进行线性拟合,得到标准曲线方程为 $A = 2695208c + 237935$, $r^2 = 0.9999$,其中 A 为峰面积, c 为溶液中 AFTB₁ 浓度 (ng/mL),斜率 $b = 2695208$,截距 $a = 237935$ 。

对 2.4 中被测样液 1 重复测量 7 次,由该回归方程计算得试样中 AFTB₁ 的质量浓度分别为 1.09340、1.09343、1.09301、1.09550、1.09626、1.09707、1.09763 ng/mL ,平均值 $c_{\text{样}} = 1.09519 \text{ ng/mL}$ 。

表 1 花生油中 AFTB₁ 重复性测定结果(n=6)
Table 1 Repeatability test results of AFTB₁ in peanut oil (n=6)

序号	1	2	3	4	5	6
含量/(μg/kg)	1.0889	1.0875	1.0007	1.0483	1.0890	1.0784
平均值/(μg/kg)	1.0655					

表 2 移液器移液引入的不确定度
Table 2 Uncertainty from the pipetting process of standard curve

移取体积/μL	移液器量程/μL	容量允许误差/%	计算公式	相对标准不确定度
10	10~100	8.0	$0.080/\sqrt{3}$	0.046188
50	10~100	3.0	$0.030/\sqrt{3}$	0.017320
200	20~200	1.5	$0.015/\sqrt{3}$	0.008660
500	100~1000	1.0	$0.010/\sqrt{3}$	0.005774
1000	100~1000	1.0	$0.010/\sqrt{3}$	0.005774
2000	500~5000	0.5	$0.005/\sqrt{3}$	0.002887
4000	500~5000	0.6	$0.006/\sqrt{3}$	0.003464

表 3 标准工作液峰面积测定结果
Table 3 Determination of peak area of standard working solutions

质量浓度 c/(ng/mL)	峰面积 A			平均峰面积
0.1	279485	280608	280396	280163
0.5	1462320	1472947	1475329	1470199
2	5430872	5427419	5437360	5431889
5	13885708	13893735	13905319	13894921
10	27162761	27156144	27155190	27158032
20	54912213	54942381	54929297	54927964
40	107753168	107588946	107609532	107650549

则可得最小二乘法拟合标准工作曲线求得样液中 AFTB₁ 含量过程所引入的标准不确定度为:

$$u(c) = \frac{S_A}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(c_{\text{样}} - \bar{c})^2}{S_c}} = 0.06565 \text{ ng/mL};$$

式中: S_A —标准使用液峰面积残差的标准偏差;

\bar{c} —标准使用液平均浓度, ng/mL;

S_c —标准使用液浓度残差的平方和;

n —标准使用液的测定次数, 此方法为 21 次, $n=21$;

P —样液的测定次数, 此方法为 7 次, $P=7$;

b —校准曲线的斜率;

a —校准曲线的截距;

$c_{\text{样}}$ —由校准曲线求得的样品溶液浓度, ng/mL。

$$\text{其中: } S_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + bc_i)]^2}{n-2}} = 380536.199;$$

$$\frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n} = \bar{c} = 11.086;$$

$$S_c = \sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2 = 3807.026。$$

样液中 AFTB₁ 含量过程所引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(c) = \frac{u(c)}{c_{\text{样}}} = 0.059944。$$

2.7 回收率测定引入的不确定度

对试样以 0.8 μg/kg 的添加水平进行 6 次加标回收试验, 回收率测定结果分别为 83.255%、94.077%、91.860%、105.564%、94.437%、86.963%, 平均回收率 \bar{R} 为 92.693%, 则由回收率引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\bar{R}) = \frac{S_{\bar{R}}/\sqrt{n}}{\bar{R}} = 0.033728;$$

式中: $S_{\bar{R}}$ —加标回收率的标准偏差, %;

n —加标回收率的测定次数, 此方法为 6 次, $n=6$;

$$\text{其中: } S_{\bar{R}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{n-1}} = 7.658\%。$$

2.8 合成不确定度

根据花生油中 AFTB₁ 含量的测量数学模型, 影响 AFTB₁ 测定结果的不确定度分类如表 4 所示, 合成的相对

标准不确定度公式为:

$$u_{\text{rel}}(X) = \sqrt{\frac{u_{\text{rel}}(\text{std})^2 + u_{\text{rel}}(c)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2}{+u_{\text{rel}}(x)^2 + u_{\text{rel}}(\bar{R})^2}} = 0.087472。$$

表 4 测量不确定度分量一览表
Table 4 Uncertainty components of measurement

不确定度分量	不确定度来源	相对标准不确定度
$u_{\text{rel}}(m)$	样品称量	0.000574
$u_{\text{rel}}(V)$	样品提取及定容	0.008327
$u_{\text{rel}}(x)$	样品的重复性测定	0.013537
$u_{\text{rel}}(\text{std})$	标准溶液配制	0.051649
$u_{\text{rel}}(c)$	标曲拟合测定样品浓度	0.059944
$u_{\text{rel}}(\bar{R})$	回收率测定	0.033728

2.9 扩展不确定度的计算

本研究测定花生油样品中的 AFTB₁ 含量为 1.0655 μg/kg, 按照包含因子 $k=2$ (置信水平 95%), 计算出花生油中黄曲霉毒素 B₁ 的相对扩展不确定度。

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{rel}}(X) = 2 \times 0.087472 = 0.17494;$$

扩展不确定度 $U = 1.0655 \times 0.17494 = 0.1864 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.10 测量结果及其不确定度的报告

用超高效液相色谱无衍生器法测定花生油中黄曲霉毒素 B₁ 含量, 取包含因子 $k=2$, 测定结果可表示为 $X = (1.0655 \pm 0.1864) \mu\text{g}/\text{kg}$, $k=2$ 。

3 结论

本研究按照 GB 5009.22—2016 第三法超高效液相色谱大体积流通池荧光法检测花生油中 AFTB₁ 的含量, 通过对不确定分量的分析和评定得出, 标准曲线拟合测定样品浓度引入的不确定分量最大, 标准溶液的配制以及回收率测定引入的不确定度次之, 样品称量引入的不确定度最小。在标准溶液配制过程中, 定容稀释部分, 主要受天平、移液器、容量瓶等试验器具不确定度影响, 数值较为固定, 高质量的标准物质有助于降低检测结果的不确定度。试验过程中, 应注意样品的前处理过程, 尽量平行处理质控样品, 同时加强实验人员常规操作技能, 减少损失, 提高回收率, 从而降低测量不确定度, 提高测量结果准确性。该模型为实验室检测黄曲霉毒素提供科学参考。

参考文献

- MAAHATO DK, LEE KE, KAMLE M, *et al.* Aflatoxins in food and feed: An overview on prevalence, detection and control strategies [J]. *Front Microbiol*, 2019, 10: 2266.
- 肖利龙, 花锦. 高效液相色谱法测定花生酱中黄曲霉毒素 B₁ 结果不确定度的评定[J]. *食品与机械*, 2018, 34(3): 79–81, 150.
- XIAO LL, HUA J. Uncertainty evaluation of the determination of aflatoxin B₁ in peanut butter by high performance liquid chromatography [J]. *Food Mach*, 2018, 34(3): 79–81, 150.
- 罗小虎, 齐丽君, 房文苗, 等. 电子束辐照降解玉米中黄曲霉毒素 B₁ 及对玉米品质的影响[J]. *食品与机械*, 2016, 32(10): 111–114.
- LUO XH, QI LJ, FANG WM, *et al.* Effects of electron beam irradiation on the degradation of aflatoxins and the physicochemical properties of corn [J]. *Food Mach*, 2016, 32(10): 111–114.
- KLICH, MAREN A. *Aspergillus flavus*: The major producer of aflatoxin [J]. *Mol Plant Pathol*, 2007, 8(6): 713–722.
- 罗自生, 秦雨, 徐艳群, 等. 黄曲霉毒素的生物合成、代谢和毒性研究进展[J]. *食品科学*, 2015, 36(3): 250–257.
- LUO ZS, QIN Y, XU YQ, *et al.* Research progress on biosynthesis, metabolism and toxicity of aflatoxins [J]. *Food Sci*, 2015, 36(3): 250–257.
- 李昕, 秦泽明, 张维嘉, 等. 2015 年山东部分地区食用植物油中黄曲霉毒素 B₁ 和玉米赤霉烯酮污染状况调查[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(1): 198–203.
- LI X, QIN ZM, ZHANG WJ, *et al.* Contaminations aflatoxin B₁ and zearalenone in edible oil in Shandong province in 2015 [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(1): 198–203.
- 周子焱, 邢家溧, 应璐, 等. 食用植物油中黄曲霉毒素 B₁ 调查分析[J]. *中国油脂*, 2017, 42(12): 66–69.
- ZHOU ZY, XING JL, YING L, *et al.* Investigation and analysis of aflatoxin B₁ in edible vegetable oil [J]. *China Oils Fats*, 2017, 42(12): 66–69.
- QU LL, QIN J, LIU C, *et al.* Thin layer chromatography combined with surface-enhanced raman spectroscopy for rapid sensing aflatoxins [J]. *J Chromatogr A*, 2018, 1579: 115–120.
- 胡成国, 宋春宏, 顾文佳, 等. 酶联免疫法检测复合调味料中黄曲霉毒素 B₁ 含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(11): 3490–3494.
- HU CG, SONG CH, GU WJ, *et al.* Determination of aflatoxin B₁ in compound seasoning by competitive enzyme-linked immunosorbent assay [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(11): 3490–3494.
- 王重阳, 吴小慧, 张喆昌, 等. 酶联免疫法检测混合植物油中黄曲霉毒素 B₁ 的含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(4): 881–885.
- WANG CY, WU XH, ZHANG JC, *et al.* Determination of aflatoxin B₁ in mixed vegetable oil by enzyme-linked immunosorbent assay [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(4): 881–885.
- CHMANGUI A, DRISS MR, TOUIL S, *et al.* Aflatoxins screening in non-dairy beverages by Mn-doped ZnS quantum dots-Molecularly imprinted polymer fluorescent probe [J]. *Talanta*, 2019, 199: 65–71.
- 甘仁榕, 彭浏宇, 肖靖松, 等. 超高效液相色谱法检测花生油中 4 种黄曲霉毒素的含量[J]. *中国卫生检验杂志*, 2016, (8): 1109–1111.
- GAN RR, PENG LY, XIAO JS, *et al.* Determination of aflatoxin content in peanut oil by UPLC [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2016, (8): 1109–1111.
- 谢刚, 王松雪, 张艳. 超高效液相色谱法快速检测粮食中黄曲霉毒素的含量[J]. *分析化学*, 2013, (2): 223–228.
- XIE G, WANG SX, ZHANG Y. Rapid analysis of aflatoxins (B₁, B₂, G₁, G₂) in grain by immunoaffinity clear-up column and ultra performance liquid chromatography without derivation [J]. *Chin J Anal Chem*, 2013, (2): 223–228.

- [14] 王培, 王春霞, 巩性涛, 等. 全自动在线免疫亲和固相萃取-液相色谱法快速定量检测植物油中的黄曲霉毒素 B₁[J]. 食品安全导刊, 2020, 7: 50-54.
WANG P, WANG CX, GONG XT, *et al.* Rapid and quantitative determination of aflatoxin B₁ in vegetable oil by automatic on-line immunoaffinity solid phase extraction and liquid chromatography [J]. Chin Food Saf Magaz, 2020, 7: 50-54.
- [15] 曾宪远, 宁焕焱, 尹艳, 等. 高效液相色谱串联质谱法测定花生及制品中的五种真菌毒素[J]. 现代食品科技, 2014, 30(1): 217-221, 164.
ZENG XY, NING HY, YIN Y, *et al.* Determination of five mycotoxins in peanuts and products by HPLC-MS/MS [J]. Mod Food Sci Technol, 2014, 30(1): 217-221, 164.
- [16] 任宏彬, 贾晓婷, 杨晓伟, 等. 高效液相色谱-串联质谱法快速检测粮油制品中黄曲霉毒素 B₁ 的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(19): 6438-6442.
REN HB, JIA XT, YANG XW, *et al.* Rapid determination of aflatoxin B₁ in grain and oil products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(19): 6438-6442.
- [17] 王一晨, 刘奇, 吴学贵, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定花生中的黄曲霉毒素 B₁[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(7): 325-329.
WANG YC, LIU Q, WU XG, *et al.* Determination of aflatoxin B₁ in peanut by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(7): 325-329.
- [18] AL-GHOUTI MA, ALHUSAINI A, ABU-DIEYEH MH, *et al.* Determination of aflatoxins in coffee by means of ultra-high performance liquid chromatography-fluorescence detector and fungi isolation [J]. Int J Environ Anal Chem, 2020, (1): 1-16.
- [19] 李丽, 吴宇, 王海波, 等. 全自动免疫亲和固相萃取超高效液相色谱法测定粮油中黄曲霉毒素[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(7): 157-164.
LI L, WU Y, WANG HB, *et al.* High throughput method for analysis of aflatoxins in cereals and oils using automated immunoaffinity cleaning up and ultra-high performance liquid chromatography [J]. J Cere Oils Ass, 2020, 35(7): 157-164.
- [20] YU PH, ZHANG L, QIN JA, *et al.* Simultaneous determination of aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂, M₁, M₂ in *Eupolyphaga Steleophaga* by immunoaffinity column clean-up and HPLC-FLD with post-column photochemical derivatization [J]. China J Chin Mater Med, 2019, 44(23): 5083-5087.

(责任编辑: 张晓寒 韩晓红)

作者简介



曹 妍, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: 541165984@qq.com



龙锦林, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: 377101574@qq.com