

# 坚果中黄曲霉毒素的光化学柱后衍生-高效液相色谱法测定

王桂苓\*, 张岩岩, 李琳琳, 张伟伟

(安徽省阜阳市产品质量监督检验所, 阜阳 236000)

**摘要:** **目的** 建立坚果中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的高效液相色谱荧光检测器测定方法。**方法** 样品以甲醇-水(70:30, v/v)溶液匀质提取, 过黄曲霉毒素总量免疫层析亲和柱净化, 经 LaChrom C<sub>18</sub> 色谱柱分离和光化学柱后衍生反应器衍生后, 用带有荧光检测器的高效液相色谱仪测定。采用峰面积外标法定量坚果中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 含量。**结果** 四种黄曲霉毒素在各自的浓度范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的检出限依次为 0.10、0.05、0.10、0.05 μg/kg。在 3 个添加水平下回收率为 77.5%~109.8%, 相对标准偏差为 1.43%~2.71%。**结论** 该方法的灵敏度、准确度、精密性均符合黄曲霉毒素的检测技术要求, 适用于坚果中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的日常检测。

**关键词:** 黄曲霉毒素; 坚果; 光化学柱后衍生; 高效液相色谱法

## Determination of aflatoxins in nuts by high performance liquid chromatography coupled with post-column photochemical derivatization

WANG Gui-Ling\*, ZHANG Yan-Yan, LI Lin-Lin, ZHANG Wei-Wei

(Fuyang Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Fuyang 236000, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a high performance liquid chromatography (HPLC) coupled with post-column photochemical derivatization method for the determination of the aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, and G<sub>2</sub> in nuts. **Methods** The sample was tested by HPLC with fluorescence detector after being extracted from methanol-water (70:30, v/v), purified by immunoaffinity chromatography column of aggregated aflatoxin, separated by LaChrom C<sub>18</sub> chromatographic column, and derived from post column photochemical derivative reactor. The contents of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, and G<sub>2</sub> in nuts were measured using peak area external standard method. **Results** The calibration curves showed a good linearity in each concentration range with correlation coefficient greater than 0.999. The limits of detection (LODs) were 0.10, 0.05, 0.10, and 0.05 μg/kg for the aflatoxins B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, and G<sub>2</sub> in nuts, respectively. The recovery rate was within 77.5%~109.8% at three adding levels with the relative standard deviation (RSDs) of 1.43%~2.71%. **Conclusion** This method is sensitive, accurate and precise which is in accordance with technical standards of the aflatoxins detection. It is proper for routine detection of the aflatoxins B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, and G<sub>2</sub> in nuts.

**KEY WORDS:** aflatoxins; nuts; post-column photochemical derivatization; high performance liquid chromatography

\*通讯作者: 王桂苓, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: wangguiling0536@126.com

\*Corresponding author: WANG Gui-Ling, Master, Engineer, Fuyang Institute of Product Quality Supervision and Inspection, No. 3, Business Street, Fuyang Economic-Technological Development Area, Fuyang 236112, China. E-mail: wangguiling0536@126.com

## 1 引言

黄曲霉毒素(aflatoxin, AFT)是一类由黄曲霉和寄生曲霉等真菌产生的一类含有二氢咪喃环结构次级代谢物<sup>[1-4]</sup>,是迄今发现的毒性最强的一类真菌毒素,目前已发现的有20多种,在食品中较常见的包括黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>和M<sub>1</sub>等,它们毒性大小的排列顺序为AFTB<sub>1</sub>>AFTM<sub>1</sub>>AFTG<sub>1</sub>>AFTB<sub>2</sub>>AFTG<sub>2</sub><sup>[5-7]</sup>。黄曲霉毒素对动物及人体的危害主要是肝脏损害,可引发肝炎、肝硬化、肝部坏死、肝癌等疾病,是诱发恶性肿瘤原发性肝细胞癌的主要因素之一<sup>[8-9]</sup>。黄曲霉毒素常存在于玉米、谷物、花生及其他坚果中。GB 2761-2011中明确规定了B<sub>1</sub>在玉米、花生及其制品中的限量为20 μg/kg,在其他熟制坚果及籽类中的限量为5.0 μg/kg<sup>[10]</sup>,坚果中的黄曲霉毒素B<sub>1</sub>的限量值明显低于花生、玉米等,因此坚果中黄曲霉毒素的检测要满足检出限低的要求。有关玉米<sup>[11]</sup>、花生<sup>[12-13]</sup>、粮食谷物<sup>[14-15]</sup>中黄曲霉毒素的检测研究较多,但有关坚果中黄曲霉毒素的检测研究较少。GB/T 18979-2003只适用于玉米、花生及其制品(花生酱、花生仁、花生米)、大米、小麦、植物油、酱油、食醋等食品中黄曲霉毒素的测定<sup>[16]</sup>。本文以开心果、核桃、扁桃仁、杏仁等坚果为研究对象,以甲醇-水溶液匀质提取,经离心、过滤、稀释后用黄曲霉毒素总量免疫层析亲和柱净化,进行光化学柱后衍生,液相色谱-荧光检测器测定。该方法简便、快速、净化效果好,回收率高,检出限低,满足坚果中黄曲霉毒素的限量检测要求。

## 2 材料与方法

### 2.1 主要仪器

L-2000型液相色谱仪,配荧光检测器(FLD)(日本日立高新技术公司);T18型高速均质机(广州市科学实验室技术有限公司);TG16-WS型高速离心机(湖南赛特湘仪离心机仪器有限公司);Pribofast KRC-25光化学柱后衍生反应器。

### 2.2 试剂与材料

甲醇:色谱纯,安谱科学仪器有限公司;水:屈臣氏蒸馏水;甲醇-水溶液:(70:30, v:v);黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>总量混合标准样品:总量浓度5.0

μg/mL,1.0 mL,Pribolab Pte.Ltd;黄曲霉毒素总量免疫层析亲和柱:PriboFast IAC-011-3,Pribolab Pte.Ltd。

### 2.3 色谱条件

色谱柱:LaChrom C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm,5 μm);柱温:25℃;流动相:甲醇:水(55:45, v:v);流速:0.800 mL/min;荧光检测器:激发波长(*Ex*)360 nm,发射波长(*Em*)450 nm;进样量20 μL。

### 2.4 样品的处理与净化

将开心果、核桃等坚果去壳后粉碎。用减量法称取25.000 g左右粉碎好的样品于100 mL的具塞玻璃容量瓶中;用甲醇-水溶液(70:30, v:v)定容,摇匀后倒入250 mL的三角瓶中,并用25 mL的甲醇-水溶液(70:30, v:v)清洗容量瓶一并倒入三角瓶中,在高速匀质机上匀质2~3 min,取40 mL匀质后的样液于50 mL的具塞离心管中以4000 r/min离心5 min;取上层清液10 mL于另一50 mL的具塞离心管中加入30 mL水稀释,摇匀后过玻璃纤维滤纸过滤,取10 mL的过滤液过免疫亲和柱净化,直至2~3 mL的空气通过柱体,用10 mL的水冲洗柱子2次,弃去全部流出液,并使2~3 mL的空气通过柱体。取下柱子用2 mL的甲醇进行缓慢洗脱,收集全部洗脱液,用带有光化学柱后衍生反应器的荧光液相色谱进行测定。

## 3 结果

### 3.1 光化学柱后衍生反应器的应用

由于黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>具有较强的荧光性,但接触水后易发生荧光的淬灭现象,荧光性基本消失,很难用液相色谱检测出来,所以需要用衍生的方法使黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>的荧光性增强。目前衍生的方法主要有三氟乙酸衍生法和碘衍生法等。三氟乙酸衍生法操作步骤繁琐,试验重复性差,而且三氟乙酸毒性很强,对人体和环境的危害较大;碘衍生法需要柱后衍生泵,还要配置碘衍生液,操作也很繁琐<sup>[17]</sup>。而光化学柱后衍生反应器主要是由反应线圈和纳米灯管组成,利用光化学的方法对黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>进行衍生,黄曲霉毒素B<sub>2</sub>和G<sub>2</sub>不受该衍生步骤的影响,该装置不需要任何化学试剂,直接连接于色谱柱与荧光检测器之间,操作简单,检测结果准确,灵敏度高。GB/T 18979-2003中应用的就是操作繁琐的碘衍生法<sup>[16]</sup>。本文应用的是光化学柱后衍生反应器,操作便捷,大大提高了工作效率。

### 3.2 激发、发射波长的优化

在激发波长( $E_x$ )360 nm 和发射波长( $E_m$ )420、440、450 nm 几种情况下分别研究了黄曲霉毒素  $B_1$ 、 $B_2$ 、 $G_1$ 、 $G_2$  的色谱峰情况,发现在  $E_x$  360 nm,  $E_m$  420 nm 下  $B_1$  的峰响应较好,但  $B_2$  特别是  $G_1$ 、 $G_2$  的峰响应值偏低,随着发射波长的增加  $B_2$ 、 $G_1$ 、 $G_2$  的响应值有增加的趋势,特别是  $G_1$ 、 $G_2$  的峰响应值增加明显,在发射波长 450 nm 下黄曲霉毒素  $B_1$ 、 $B_2$ 、 $G_1$ 、 $G_2$  的峰响应值均较好,详见图 1。故本文采用激发波长 360 nm 和发射波长 450 nm。

### 3.3 色谱柱及流动相的优化

本文采用甲醇-水作为流动相,试验了三种不同厂家的色谱柱(LaChrom  $C_{18}$ 、BDS HYPERSIL  $C_{18}$  和 CNW Athena  $C_{18}$ ),分别在三种不同流动相配比(水:甲醇,45:55、50:50、55:45,  $v/v$ )情况下对目标物的分离进行对比。三种色谱柱的规格一致,均为 250 mm $\times$ 4.6 mm, 5  $\mu$ m)。BDS HYPERSIL  $C_{18}$  色谱柱分离

的峰有拖尾现象,详见图 2。CNW Athena  $C_{18}$  色谱柱分离的峰较多,无法判断目标峰的位置,详见图 3。LaChrom  $C_{18}$  色谱柱在水:甲醇(45:55,  $v/v$ )流动相情况下,分离的色谱峰峰型单一、尖锐、对称,四个目标峰的分离度好,出峰时间最短,大大缩短了分析时间,节约分析资源。同时样品及加标样品色谱图中无干扰峰,详见图 4、5。故本文采用 LaChrom  $C_{18}$  色谱柱,采用水:甲醇(45:55,  $v/v$ )作为流动相。

### 3.4 线性范围与检出限

用黄曲霉毒素总量标准溶液逐级稀释配制成  $B_1$ 、 $G_1$  浓度为 0.5、1.0、2.5、5.0、10.0、20.0  $\mu$ g/L,  $B_2$ 、 $G_2$  浓度为 0.125、0.250、0.625、1.250、2.500、5.000  $\mu$ g/L 的混合标准系列溶液,对每个浓度水平分别测定,以响应峰面积为纵坐标,待测物质浓度为横坐标,绘制标准曲线。结果显示:  $B_1$ 、 $G_1$  在 0~20.0  $\mu$ g/L,  $B_2$ 、 $G_2$  在 0~5.000  $\mu$ g/L 范围内,峰面积与浓度呈现良好的线性关系,相关系数( $r$ )均在 0.999 以上。详见表 1。

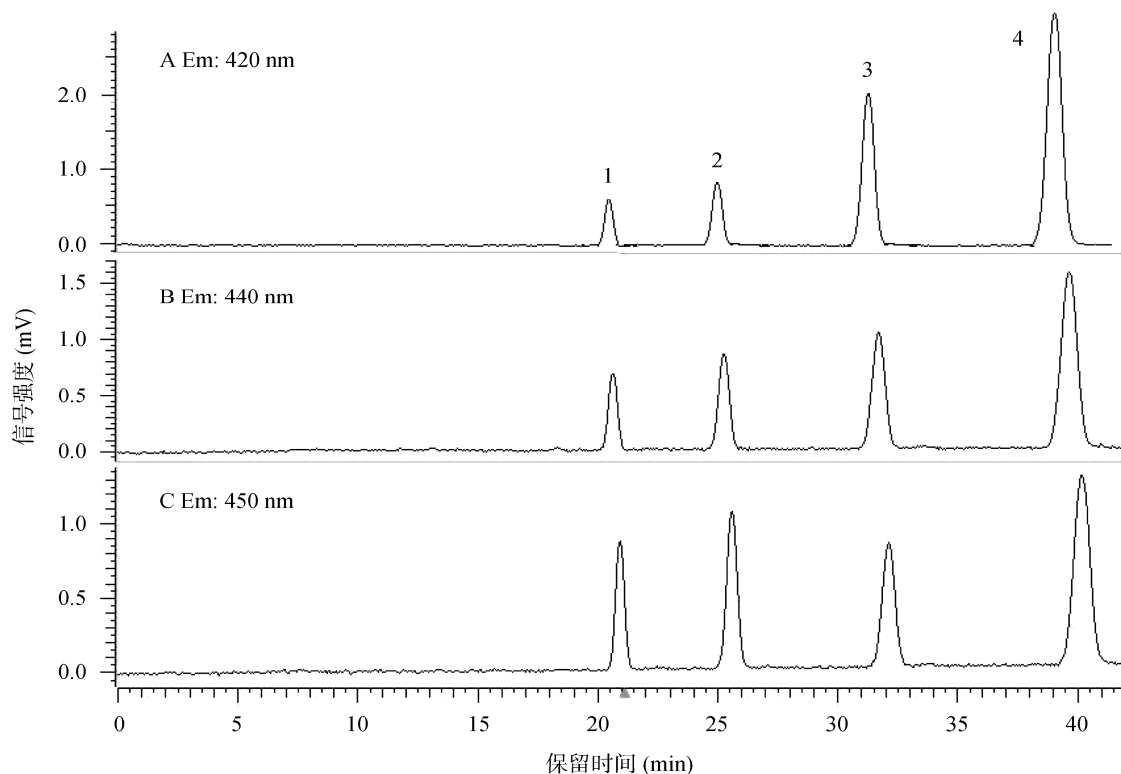


图 1 不同发射波长下黄曲霉毒素  $B_1$ 、 $B_2$ 、 $G_1$ 、 $G_2$  的色谱图

Fig. 1 The chromatograms of aflatoxin  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $G_1$  and  $G_2$  under different emission wavelength ( $E_m$ )

(1: 黄曲霉毒素  $G_2$ ; 2: 黄曲霉毒素  $G_1$ ; 3: 黄曲霉毒素  $B_2$ ; 4: 黄曲霉毒素  $B_1$ )

(1: AFT $G_2$ ; 2: AFT $G_1$ ; 3: AFT $B_2$ ; 4: AFT $B_1$ )

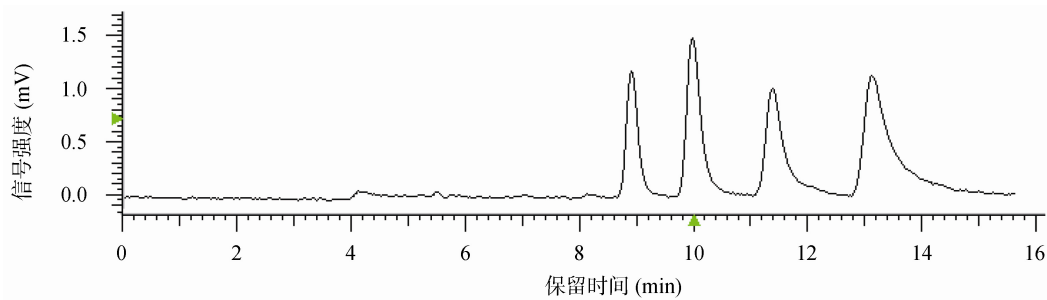


图2 BDS HYPERSIL C<sub>18</sub> 色谱柱分离的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub> 色谱图

Fig. 2 The chromatogram of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> and G<sub>2</sub> separated by BDS HYPERSIL C<sub>18</sub> column

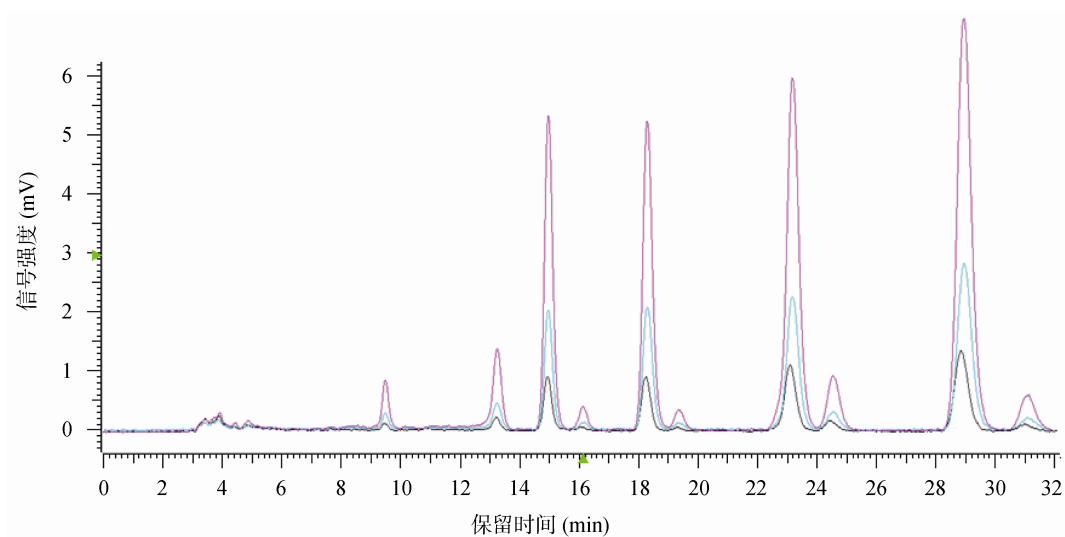


图3 CNW Athena C<sub>18</sub> 色谱柱分离的不同浓度的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub> 色谱图

Fig. 3 The chromatogram of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> and G<sub>2</sub> separated by CNW Athena C<sub>18</sub> column

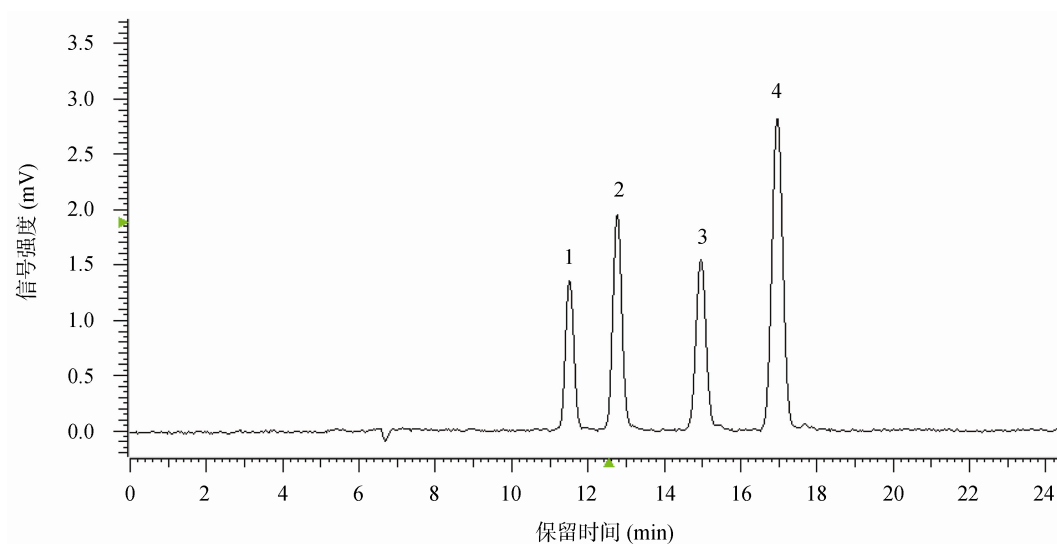


图4 LaChrom C<sub>18</sub> 色谱柱分离的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub> 色谱图

Fig. 4 The chromatogram of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> and G<sub>2</sub> separated by LaChrom C<sub>18</sub> column

(1: 黄曲霉毒素 G<sub>2</sub>; 2: 黄曲霉毒素 G<sub>1</sub>; 3: 黄曲霉毒素 B<sub>2</sub>; 4: 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>)

(1: AFTG<sub>2</sub>; 2: AFTG<sub>1</sub>; 3: AFTB<sub>2</sub>; 4: AFTB<sub>1</sub>)

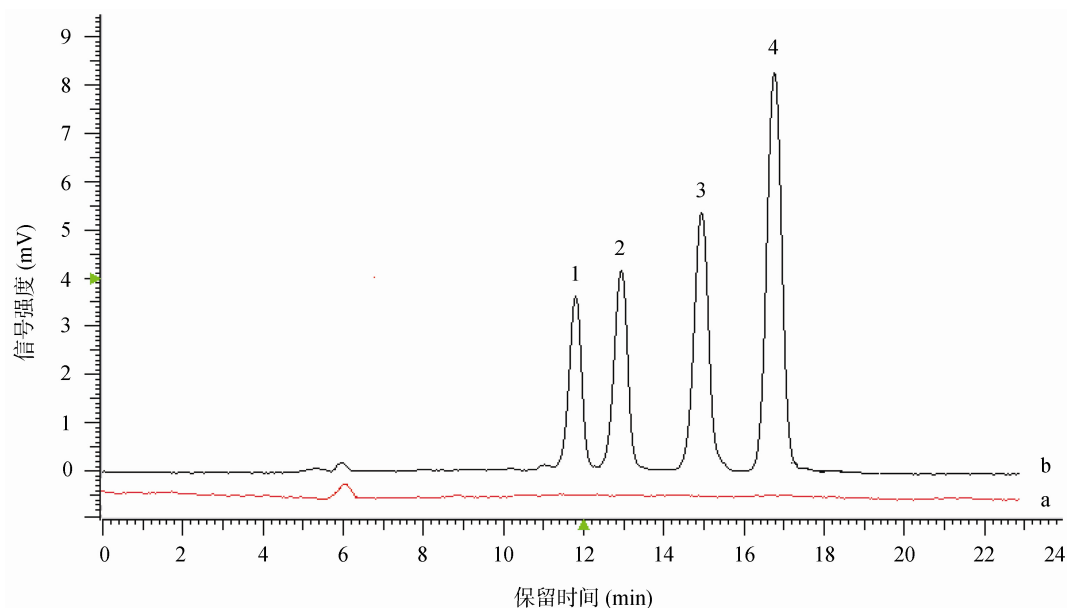


图 5 坚果样品(a)及坚果加标样品(b)色谱图

Fig. 5 The chromatograms of nut sample (a) and nut sample fortified with aflatoxin B<sub>1</sub>, G<sub>1</sub> and B<sub>2</sub>, G<sub>2</sub> at 8 and 2 µg/kg (b)  
(1: 黄曲霉毒素 G<sub>2</sub>; 2: 黄曲霉毒素 G<sub>1</sub>; 3: 黄曲霉毒素 B<sub>2</sub>; 4: 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>)  
(1: AFTG<sub>2</sub>; 2: AFTG<sub>1</sub>; 3: AFTB<sub>2</sub>; 4: AFTB<sub>1</sub>)

用坚果空白样平行测定 10 次, 求出空白响应值的标准偏差, 以 3 倍空白值的标准偏差除以方法校准曲线的斜率, 得黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的检出限分别为 0.10、0.05、0.10、0.05 µg/kg, 总量检出限为 0.3 µg/kg, 检出限明显低于花生<sup>[12-13]</sup>、粮食谷物<sup>[15]</sup>等文献中黄曲霉毒素的检出限, 也优于 GB/T 18979-2003 中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 及 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的总量检出限 1 µg/kg<sup>[16]</sup>, 该检出限同样远低于我国坚果中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的限量标准 5.0 µg/kg<sup>[14]</sup>。

表 1 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的线性方程、相关系数及检出限

Table 1 Regression equations, linear ranges, correlation coefficients (*r*) and limits of detection (LODs) of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> and G<sub>2</sub>

组分	线性方程	线性范围 (µg/L)	相关系数 <i>r</i>	LOD (µg/kg)
B <sub>1</sub>	$Y = 91980X + 19070$	0~20.0	0.9995	0.10
B <sub>2</sub>	$Y = 231000X - 8409$	0~5.00	0.9997	0.05
G <sub>1</sub>	$Y = 55760X + 2713$	0~20.0	0.9998	0.10
G <sub>2</sub>	$Y = 167000X - 7947$	0~5.00	0.9997	0.05

### 3.5 回收率与精密度

采用空白样品中添加标准溶液的方法进行回收实验。以空白试样为基底, 分别进行 B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub> 加标量为 2.0、8.0、24 µg/kg, B<sub>2</sub>、G<sub>2</sub> 加标量为 0.5、2.0、6.0 µg/kg 三个水平的回收率试验, 回收率结果见表 1。结果表明: 在总量添加浓度为 5~60 µg/kg 时黄曲霉毒素各组分的回收率在 77.5%~109.8% 之间, 回收率的测定结果符合《实验室质量控制规范 食品理化检测》<sup>[18]</sup> 中的要求(60~120%)。方法的精密度实验以加标溶液进行多次测定( $n=6$ ), 得出相对标准偏差 RSD 在 1.43~2.71% 之间, 结果表明精密度良好。

### 3.6 实际样品测定

应用本方法对本地区市售样品进行分析检测, 抽取了 20 组样品, 包括开心果、核桃、扁桃仁、杏仁等, 经检测只有一组开心果样品检测出含有黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>, 含量为 0.161 µg/kg, 低于我国的限量标准(5.0 µg/kg)<sup>[10]</sup>, 其余均未检出有黄曲霉毒素污染。

## 4 结论

本文建立了光化学柱后衍生-高效液相色谱法测

表2 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 在坚果中的加标回收率和精密度(n=6)

Table 2 Recoveries and relative standard deviations of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub> in nuts (n=6)

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测得量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)	RSD(%)
B <sub>1</sub>	2.0	1.801250	90.1	1.93
	8.0	7.800720	97.5	
	24	23.44944	97.7	
B <sub>2</sub>	0.5	0.526340	105.3	1.43
	2.0	2.196048	109.8	
	6.0	6.528120	108.8	
G <sub>1</sub>	2.0	1.663481	83.2	2.47
	8.0	6.879080	86.0	
	24	18.59632	77.5	
G <sub>2</sub>	0.5	0.449648	89.9	2.71
	2.0	1.739668	87.0	
	6.0	5.041080	84.0	

定坚果中黄曲霉毒素的方法。坚果样品去壳粉碎后经甲醇-水溶液提取, 过滤、稀释后采用含有黄曲霉毒素单克隆抗体的免疫亲和层析柱净化, 用甲醇进行洗脱后, 直接使用带有光化学柱后衍生反应器的 HPLC 进行检测。样品前处理有效的除去了杂质物质, 并对黄曲霉毒素进行了有效的富集, 大大提高了灵敏度, 明显降低了方法检出限。应用化学柱后衍生反应器进行衍生化, 操作简单, 污染少。该方法在一定浓度范围内线性关系、检出限、回收率、精密度等都达到了较理想的结果, 适用于坚果中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的日常检测, 便于在检测领域推广应用。

#### 参考文献

- [1] Deiner UL, Cole RJ, Sanders TH, *et al.* Epidemiology of aflatoxin formation by *Aspergillus flavus*[J]. *Annu Rev Phytopathol*, 1987, 25: 240-270.
- [2] Kurtzman CP, Horn BW, Hesseltine CW. *Aspergillus nomius*, a new aflatoxin producing species related to *Aspergillus flavus* and *Aspergillus tamari* [J]. *Antoine van Leeuwenhoek*, 1987, 53: 147-158.
- [3] Cotty PJ, Bhatnagar D. Variability among atoxigenic *Aspergillus flavus* strains in ability to prevent aflatoxin contamination and production of aflatoxin biosynthetic pathway enzymes [J]. *Appl Environ Microbiol*, 1994, 60: 2248-2251.
- [4] Chang HL, Devries JW. Rapid high pressure liquid chro-magraphic determination of aflatoxin M1 in milk and nonfat dry milk [J]. *J Assoc Offic Anal Chem*, 1982, 66(4): 913-917.
- [5] 马志科, 咎林森. 黄曲霉毒素危害、检测方法 & 生物降解研究进展[J]. *动物医学进展*, 2009, 30(9): 91-94.  
Ma ZK, Zan LS. Progress on hazard, detection techniques and biodegradation of aflatoxin [J]. *Chin J Prog Veter Med*, 2009, 30(9): 91-94.
- [6] 范蓓, 李庆鹏, 哈益明. 关注黄曲霉毒素国内外限量标准, 完善食品安全保障措施[J]. *食品工业科技*, 2010, (12): 26-27.  
Fan L, Li QP, HA YM. Focus on aflatoxin limited standards at home and abroad, perfect food safety guarantee measures [J]. *Chin J Sci Technol Food Ind*, 2010, (12): 26-27.
- [7] 潘威, 庞广昌, 张昀. 黄曲霉毒素与食品安全[J]. *食品研究与开发*, 2004, 25(6): 11-13.  
Pan W, Pang GC, Zhang Y. Aflatoxin and food security [J]. *Chin J Food Res Develop*, 2004, 25(6): 11-13.
- [8] Parkin DM, Bray F, Ferlay J. Global cancer statistics, 2002[J]. *CA Cancer J Clin*, 2005, 55(2): 74-108.
- [9] 曾运红, 谭卫仙. 原发性肝癌发病主要危险因素的 Meta 分析[J]. *现代预防医学*, 2004, 31(2): 172-174.  
Zeng YH, Tan WX. Meta analysis on the risk factors of primary hepatocellular cancer in Chinese people [J]. *Chin J Mod Prev Med*, 2004, 31(2): 172-174.
- [10] GB 2761-2011 食品中真菌毒素限量[S].  
GB 2761-2011 The limited standards of fungal toxin in food [S].
- [11] 高秀芬, 计融, 李燕俊, 等. 高效液相色谱法测定玉米中的黄曲霉毒素[J]. *中国食品卫生杂志*, 2007, 19(2): 105-108.  
Gao XF, Ji R, Li YJ, *et al.* Determination of aflatoxins in corns by high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Food Hyg*, 2007, 19(2): 105-108.
- [12] 王娜, 潘治利, 杨君丽, 等. 花生中黄曲霉毒素检测方法的研究[J]. *安徽农业科学*, 2008, 36(24): 10305-10306, 10310.  
Wang N, Pan ZL, Yang JL, *et al.* Study on the method for determination of aflatoxin in peanu [J]. *Chin J Anhui Agric Sci*, 2008, 36(24): 10305-10306, 10310.
- [13] 张浩, 杨毅, 潘见. LC-MS 法测定花生中黄曲霉毒素的研究[J]. *安徽化工*, 2007, 33(4): 68-70.  
Zhang H, Yang Y, Pan J. The research of aflatoxins in peanut measured by LC-MS method [J]. *Chin J Anhui Chem Ind*, 2007, 33(4): 68-70.
- [14] 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, 41(2): 223-228.  
Xie G, Wang SX, Zhang Y. Rapid analysis of aflatoxins (B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>,

- G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>) in grain by immuno-affinity clear-up column and ultra performance liquid chromatography without derivation [J]. *Chin J Anal Chem*, 2013, 41(2): 223–228.
- [15] 刘坚, 余敦年, 熊宁, 等. 高效液相色谱法对稻谷及稻谷籽粒中黄曲霉毒素的测定研究[J]. *中国粮油学报*, 2011, 26(4): 107–110.
- Liu J, Yu DN, Xiong N, *et al.* Study on aflatoxin in paddy and in whole paddy seed by immunoaffinity column-photochemical derivatization and HPLC [J]. *J Chin Cer Oils Assoc*, 2011, 26(4): 107–110.
- [16] GB/T 18979-2003 食品中黄曲霉毒素的测定 免疫亲和层析净化高效液相色谱法和荧光液相法[S].
- GB/T 18979-2003 Determination aflatoxins content in food—Cleanup by immunoaffinity chromatography and determination by high-performance liquid chromatography and fluoromete [S].
- [17] GOBEL R, LUSKY K. Simultaneous determination of aflatoxins, ochratoxin A, and zearalenone in grains by new immunoaffinity column/liquid chromatography [J]. *J AOAC Int*, 2004, 2: 411–415.
- [18] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
- GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-chemical testing of food [S].

(责任编辑: 张宏梁)

### 作者简介



王桂苓, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: wangguiling0536@126.com