

柱前衍生-高效液相色谱法同时测定乳 及乳制品中5种黄曲霉毒素

邵金良, 王 丽, 杨东顺, 杜丽娟, 邹艳虹, 兰珊珊, 樊建麟, 刘宏程*
(云南省农业科学院质量标准与检测技术研究所, 昆明 650223)

摘要: **目的** 建立柱前衍生-高效液相色谱法同时测定乳及乳制品中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 残留的分析方法。 **方法** 样品用乙腈作为提取溶剂辅以超声波提取、离心, 上清液浓缩至近干, 加入 0.25 mL 三氟乙酸在 50 °C 的温度下衍生 15 min 后氮吹浓缩近干。采用 Thermo scientific Hypersil Green PAH(4.6 mm×250 mm *i.d.*, 5 μm) 色谱柱, 乙腈和水作为流动相, 激发波长为 367 nm, 发射波长为 436 nm 荧光检测。 **结果** 5 种黄曲霉毒素在 0.20~50.0 μg/L 范围内具有良好的线性关系(0.9991~0.9998), 检出限为 0.05~0.08 μg/L。在 0.50 μg/kg、1.0 μg/kg 和 2.0 μg/kg 三个添加水平的平均回收率为 77.6%~122.7%, 85.8%~112.7% 和 89.7%~115.6%; 相对标准偏差(RSD)均小于 8.92%。 **结论** 与其他方法相比, 本法具有简便、灵敏、准确和可重复等优点, 适合乳及乳制品中 5 种黄曲霉毒素残留的同时检测和定量。

关键词: 柱前衍生; 高效液相色谱法; 乳; 乳制品; 黄曲霉毒素

Determination of five aflatoxin residues in milk and dairy products using high performance liquid chromatography coupled with pre-column derivatization

SHAO Jin-Liang, WANG Li, YANG Dong-Shun, DU Li-Juan, ZOU Yan-Hong, LAN Shan-Shan, FAN Jian-Lin, LIU Hong-Cheng*

(Institute of Agriculture Quality Standards & Testing Technique, Yunnan Academy of Agricultural Science, Kunming 650223, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method of simultaneous determination of AFTM₁, G₁, B₁, G₂ and B₂ residues in milk and dairy products by high performance liquid chromatography coupled with pre-column derivatization. **Methods** The samples were extracted with 0.25 mL acetonitrile and ultrasonic-assisted, after centrifuged and concentrated to dryness, pre-column derivatization with trifluoroacetic acid at 50 °C and 15 min. Chromatographic analysis was performed on Thermo scientific Hypersil Green PAH(4.6 mm×150 mm *i.d.*, 5 μm) column eluted with an acetonitrile-water and ultraviolet detector at Ex=367 nm, Em=436 nm. **Results** All the five aflatoxin from 0.20 μg/L to 50.0 μg/L with an excellent linear relationship (0.9991~0.9998). The detection limits of five aflatoxin were 0.05~0.08 μg/L, and the average recoveries were 77.6%~122.7%, 85.8%~112.7% and 89.7%~115.6%, respectively, with the RSD both less 8.92%. **Conclusion** This method of determining five aflatoxin residues of milk and dairy products showed a more convenient operation, higher

基金项目: 云南省科技惠民计划(2013RA012)

Fund: Supported by Yunnan Benefit S&T Program(2013RA012)

*通讯作者: 刘宏程, 博士, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全与风险评估。E-mail: liuorg@163.com

*Corresponding author: LIU Hong-Cheng, Research Associate, Institute of Agriculture Quality Standards & Testing Technique, Yunnan Academy of Agricultural Science, No.9, Xueyun Road, Wuhua District, Kunming 650223, China. E-mail: liuorg@163.com

sensitivity, higher accuracy and better repeatability than other methods. This quantitative method can be applied to simultaneously determination and quantification of the five aflatoxin residues in milk and dairy products.

KEY WORDS: pre-column derivatization; high performance liquid chromatography; milk; dairy products; aflatoxin

1 引言

黄曲霉毒素(aflatoxin, AF/AFT)是一类主要由黄曲霉(*Aspergillus flavus*)和寄生曲霉(*Aspergillus parasiticus speare*)产生的次级代谢产物,极易污染花生、麦类、饲料等农畜产品,对动物有剧烈的急性毒性和明显的慢性毒性,具有很强的致突变、致畸、致癌作用^[1]。目前已分离出并明确结构的有 12 种以上,常见的有 AFTB₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂等^[2]。它们毒性大小的排列顺序为 AFTB₁ > AFTM₁ > AFTG₁ > AFTB₂ > AFTG₂^[3]。牛奶含有人体所需的各种营养素,且营养均衡,其必需氨基酸组成非常接近人体氨基酸模式,同时富含维生素 A、维生素 B₁、维生素 B₂、维生素 D,营养价值高且易于消化吸收。黄曲霉毒素的产毒菌株在自然界中的分布极其广泛,我国广大南方地区,高温潮湿的气候给菌体繁殖和毒素产生提供了更加有利的条件,每年有大量农产品、饲料受到黄曲霉毒素的污染^[4]。牛奶中黄曲霉毒素的存在,主要是由于奶牛食用了受黄曲霉毒素污染的饲料。黄曲霉毒素 M₁ 相对稳定,牛奶常规处理方法如巴氏灭菌对其没有作用,因此如果原奶中存在黄曲霉毒素 M₁,其最终产品也将存在^[5],故控制原奶及饲料中黄曲霉毒素的含量非常重要。为确保乳及乳制品的安全性,我国食品安全《真菌毒素限量标准》GB/T 2761-2011 规定,乳与乳制品中黄曲霉毒素 B₁ 的限量值为 0.50 μg/kg,黄曲霉毒素 M₁ 的限量值为 0.50 μg/kg^[6]。

目前,测定牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 残留,我国国家标准(GB/T 23212-2008、GB/T 5009.24-2010、SN/T 1664-2005)和文献报道的方法主要有免疫亲和柱净化-高效液相色谱荧光法^[7]、薄层色谱法^[8]、免疫亲和柱净化-柱前衍生高效液相色谱荧光法^[9]、碘和电化学柱后衍生法^[10]、酶联免疫法^[11]、液相色谱-质谱/质谱法^[12]、在线固相萃取富集-高效液相色谱法^[13]。其中薄层色谱法操作繁琐,不利于普通实验室开展;酶联免疫法为快速筛查法,

容易产生假阳性;液相色谱-质谱/质谱法结合了液相色谱对复杂化合物的高分离能力和质谱独特的选择性、灵敏度、相对分子质量及结构信息于一体,但是检测仪器价格比较昂贵,对操作人员技能要求比较高;目前国内较多采用免疫亲和柱净化-高效液相色谱荧光法,该方法通过免疫亲和柱与黄曲霉毒素抗原键合,形成抗体-抗原复合体,该方法具有准确度高、灵敏度好等优点。但使用免疫亲和柱作为净化材料,检测成本高,免疫亲和柱易堵塞、影响分析测试速度。

本实验通过优化样品前处理方法,采用一定比例的乙腈作为提取溶剂,沉淀蛋白同时提取乳及乳制品黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂,离心、上清液经氮吹浓缩至近干后,筛选三氟乙酸最佳衍生条件,通过回收率和精密度实验验证,得到一种同时测定乳及乳制品中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 残留量的方法,并对待测样品进行了测定。

2 材料与amp;方法

2.1 仪器与试剂

Waters Alliance 2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司),包括四元泵溶剂淋洗系统、自动进样系统,2475 荧光检测器,Empower 色谱工作站;Organomation Associates 氮吹仪(美国 Jnc. 公司);JJ200 电子分析天平(江苏省常熟市双杰测试仪器厂);KQ500-E 型超声清洗器(江苏昆山市超声仪器有限公司)。

黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂、B₂ 标准品(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司);乙腈为色谱纯(德国默克公司);三氟乙酸和氯化钠均为分析纯(国药集团化学试剂有限公司);去离子水由实验室自制。

2.2 样品处理

准确称取 5.00 g 牛奶样品(奶粉样品 0.50 g,先加入 4 mL 水充分溶解)于 50 mL 离心管中,加入 20.0 mL 乙腈溶液,超声提取 15 min 后,以 5000 r/min 离心 5 min,吸取 10.0 mL 上清液于刻度试管中氮吹浓

缩至近干,加入 0.25 mL 三氟乙酸,避光振荡 1 min, 50℃烘箱中衍生 15 min 后,氮吹浓缩至近干,用 1.0 mL 初始流动相溶解残渣,漩涡混匀 0.5 min, 0.22 μm 微孔滤膜过滤后供 HPLC 测定。

2.3 色谱条件

色谱条件: Thermo scientific Hypersil Green PAH 色谱柱(4.6 mm×150 mm *i.d.*, 5 μm); 柱温: 30℃; 进样体积: 10.0 μL; 检测波长: Ex=367 nm, Em=436 nm; 洗脱程序见下表。

表 1 梯度洗脱条件

Table 1 The conditions of gradient elution

时间/min	流速 mL/min	乙腈/%	水/%
0.00	0.60	20.0	80.0
12.00	0.85	25.0	75.0
18.00	0.85	45.0	55.0
22.00	0.85	45.0	55.0
24.00	0.60	20.0	80.0

3 结果与分析

3.1 提取溶剂的选择

目标化合物的种类不同,化学性质差异较大,若按极性分类,目标化合物可分为强极性、中等极性、弱极性等三个类别,黄曲霉毒素属于中等极性化合物。常用的提取溶剂有乙醚、三氯甲烷、二氯甲烷、叔丁基甲醚、乙酸乙酯、甲醇和乙腈等。实验比较二氯甲烷、甲醇和乙腈等作为提取溶剂的提取率。结果表明:添加 0.10 μg/kg 的 5 种黄曲霉毒素的回收率为乙腈(85.8%~105.2%)> 甲醇(70.4%~86.3%)> 二氯甲

烷(56.9%~68.6%), 首选乙腈作为提取溶剂。进一步研究料液比为 1:1、1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 对沉淀蛋白的影响,以提取溶剂中可溶性杂质^[14]的含量作为评价指标。试验结果表明:试样与乙腈的配比为 1:1、1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 的可溶性杂质含量 10.6 > 9.82 > 9.21 > 8.82 > 8.65 > 8.62。随着乙腈比例的增加,提取溶剂中的可溶性杂质含量逐渐减少,提取效果较好,当料液比大于 1:4 时,提取溶剂中的可溶性杂质含量变化很小并趋于平衡。提取过程中,乙腈的用量增加,造成浓缩时间变长和增加实验成本。综合提取效率和节约成本的原则,本实验选择液比为 1:4,即称取 5.00 g 牛奶样品,加入 20.0 mL 乙腈。

3.2 色谱条件的优化

从选择性、灵敏度和分离效果三方面考察甲醇:水(v:v)和乙腈:水(v:v)对 5 种黄曲霉毒素的色谱行为。结果表明:①采用甲醇:水(v:v)和乙腈:水(v:v)的配比为 20%:80%作为流动相, M₁、G₁、B₁ 等 3 种黄曲霉毒素实现良好分离,但是 G₂、B₂ 的保留时间严重偏后、且峰形变宽、拖尾比较严重。乙腈:水(v:v)作为流动相比甲醇:水(v:v)的洗脱能力更强。②乙腈:水(v:v)的比例为 20:80 逐渐变为 25:75 时, G₁ 和 B₁ 依次流出,随着洗脱能力的进一步增强, G₂ 和 B₂ 依次流出,峰面积信号也最强,流动相比例中增加了乙腈,灵敏度增加,且柱压显著降低。③流速为 0.60 mL/min 时,梯度洗脱的 G₂ 和 B₂ 保留时间比等度洗脱的保留时间稍有提前,为保证良好的分离效果和节省分析时间。流速由 0.60 mL/min 逐渐增加为 0.85 mL/min,结合梯度洗脱,22 min 内能实现 5 种黄曲霉毒素的同时分离,且峰形对称(见图 1)。

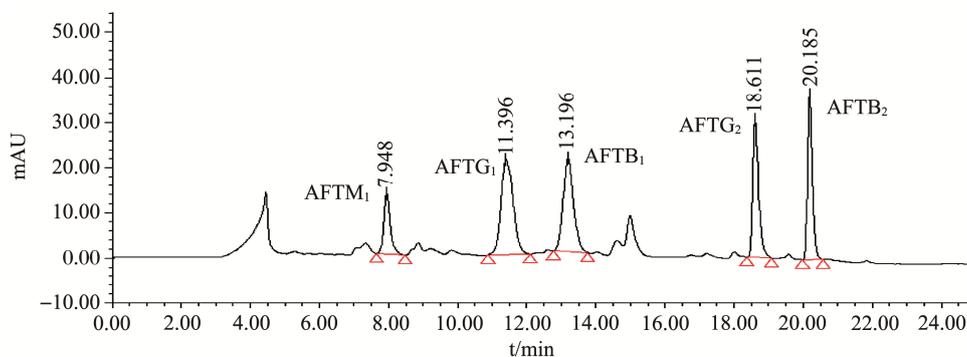


图 1 标准溶液色谱图

Fig. 1 The chromatograms of the standard solution

3.3 衍生条件的优化

3.3.1 衍生温度

分别考察 30℃、40℃、50℃、60℃、70℃ 温度下衍生 15 min 对黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂、B₂ 衍生产物的影响。衍生温度为 50℃ 时 5 种黄曲霉毒素衍生产物的荧光响应值达到最大。故本文选择最佳的衍生温度为 50℃。

3.3.2 衍生时间

选择衍生温度为 50℃, 考察衍生时间为 5、10、15、20、25、30、35 min 对黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂、B₂ 衍生产物的影响。在 50℃ 条件下, 5 种黄曲霉毒素衍生产物衍生 15 min 后荧光响应值趋于平衡。故本文选择最佳的衍生时间为 15 min。

3.3.3 衍生剂用量

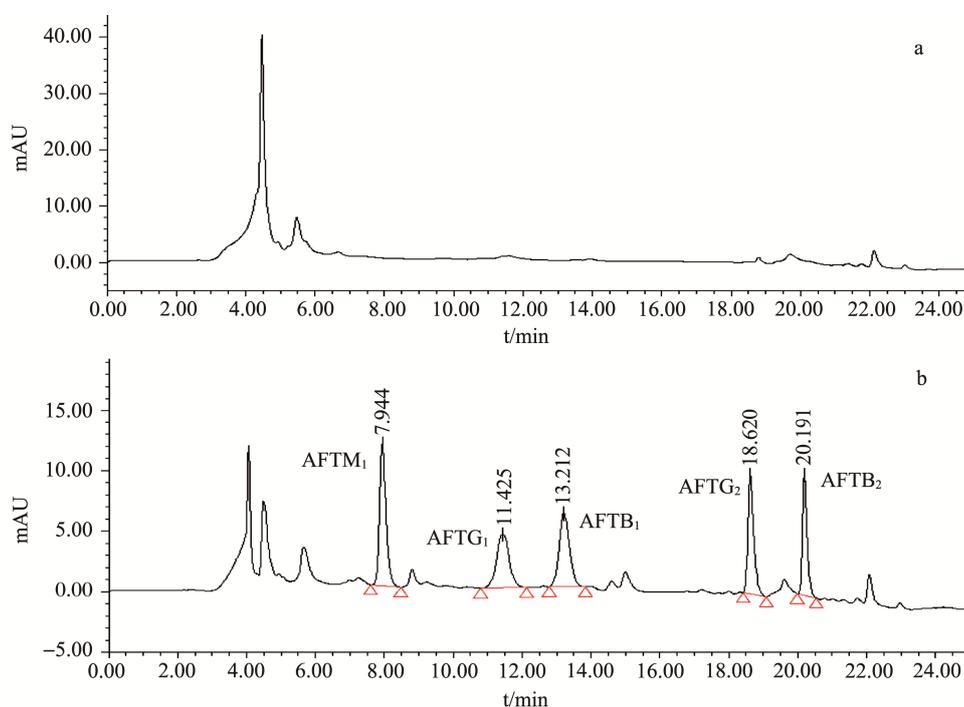
三氟乙酸柱前衍生的原理是在三氟乙酸的作用下, 黄曲霉毒素分子上的活性双键发生羟基化反应, 生成荧光特性更强、更稳定的分子, 可解决黄曲霉毒素灵敏度低的现象。衍生温度为 50℃, 衍生时间为 15 min, 考察三氟乙酸衍生试剂的用量为 0.10、0.15、

0.20、0.25、0.30、0.35、0.40、0.45 和 0.50 mL 对 1.0 μg/L 黄曲霉毒素混合标准溶液衍生产物的影响。结果显示: 当三氟乙酸的用量大于 0.25 mL 时, 5 种黄曲霉毒素衍生产物的荧光响应值基本保持不变。

综上所述, 柱前衍生-高效液相色谱法测定黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂、B₂ 的最优条件为: 称取 5.00 g 牛奶样品, 加入 20 mL 乙腈提取后, 离心、取乙腈层减压浓缩至近干, 加入 0.25 mL 三氟乙酸作为衍生试剂, 50℃ 温度衍生 15 min。衍生后的牛奶样品和牛奶加标样品色谱图见图 2。

3.4 衍生产物稳定性

0.50 μg/L 的黄曲霉毒素 M₁、B₁、G₂、B₂ 和 1.0 μg/L 黄曲霉毒素 G₁ 经三氟乙酸衍生后的样品于当天进样分析后, 将样品置于 4℃ 冰箱中保存。分别放置 7 d 和 15 d 后, 采用同一梯度系统再次进样分析, 对比贮藏前后样品中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂、B₂ 衍生产物峰面积的变化, 考察衍生产物的稳定性, 结果见表 2, 由表 2 可以看出, 衍生产物至少在 15 d 内具有很好的稳定性。



(a. 牛奶空白; b. 牛奶加标)

图 2 牛奶加标色谱图

Fig. 2 HPLC chromatograms of milk blank and control sample

表 2 5 种黄曲霉毒素衍生产物稳定性
Table 2 The stabilities of the derivatization products of five aflatoxin

测定时间	峰面积 (mV·s)				
	化合物				
	黄曲霉毒素 M ₁	黄曲霉毒素 G ₁	黄曲霉毒素 B ₁	黄曲霉毒素 G ₂	黄曲霉毒素 B ₂
1 d	204840.3	129635.69	659345.7	538778.6	587147.5
7 d	200320.5	118115.28	625892.6	512652.4	552642.3
15 d	199258.2	108045.11	600105.4	502263.1	523645.7

3.5 线性范围、检出限和定量限

用流动相配制黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 质量浓度均为 0.20、0.50、2.0、5.0、10.0、20.0 和 50.0 μg/L 的混合标准溶液。在优化的条件下进行测定, 分别以目标化合物的峰面积(Y)对目标化合物的质量浓度(X)做标准曲线, 黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 在 0.20~50.0 μg/L 范围内有良好的线性关系。测定质量浓度为 0.50 μg/L 混合标准溶液 6 次, 计算 RSD 和方法的检出限。表 3 为方法的线性范围、线性方程、相关系数、检出限和精密度。

表 3 5 种黄曲霉毒素的线性范围、相关系数、检出限和精密度

Table 3 Linear ranges, calibration curve, correlation coefficient, limits of detection and quantification in five aflatoxin

化合物	线性方程	线性范围 (μg/L)	r	检出限 (μg/L)	RSD (% , n=6)
黄曲霉毒素 M ₁	Y=20526X+94534	0.20~50.0	0.9996	0.05	4.6
黄曲霉毒素 G ₁	Y=1736.7X+3992.8	0.50~50.0	0.9991	0.08	3.9
黄曲霉毒素 B ₁	Y=71285X+182567	0.20~50.0	0.9998	0.05	5.1
黄曲霉毒素 G ₂	Y=47784X+180367	0.20~50.0	0.9992	0.05	4.7
黄曲霉毒素 B ₂	Y=49570X+19442	0.20~50.0	0.9989	0.05	3.2

3.6 实际样品测定

采用本文建立的方法, 对随机购买 3 份乳及乳制品样品按 2.2 方法处理测定, 每个样品重复三次。样品中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂、B₂ 残留量检测结果见表 4。其中有 2 个样品检出黄曲霉毒素 M₁, 含量

分别为 0.082 μg/kg 和 0.26 μg/kg。其余样品均未检出上述 5 种黄曲霉毒素。

表 4 样品测定结果和黄曲霉毒素的加标回收率(n=3)

Table 4 The determination of five aflatoxin residues detected in milk and its products and the recoveries and RSDs of aflatoxin (n=3)

样品	化合物	含量 μg/kg	回收率(%)±RSD(%)		
			添加 0.50 μg/kg	添加 1.0 μg/kg	添加 2.0 μg/kg
牛奶 1	黄曲霉毒素 M ₁	0.082	81.6±2.57	86.9±4.65	95.8±5.25
	黄曲霉毒素 G ₁	ND	82.7±3.93	90.5±3.78	89.7±3.78
	黄曲霉毒素 B ₁	ND	79.8±4.62	85.9±5.24	110.6±5.48
	黄曲霉毒素 G ₂	ND	84.3±3.81	85.8±2.98	105.7±3.68
	黄曲霉毒素 B ₂	ND	122.7±5.68	98.7±3.56	97.1±5.78
奶粉	黄曲霉毒素 M ₁	ND	77.6±6.25	97.6±4.52	94.5±6.25
	黄曲霉毒素 G ₁	ND	86.7±4.61	102.5±2.98	110.6±3.78
	黄曲霉毒素 B ₁	ND	102.4±7.44	110.8±5.14	115.7±4.66
	黄曲霉毒素 G ₂	ND	110.6±3.97	108.7±6.21	94.3±5.85
	黄曲霉毒素 B ₂	ND	80.6±5.66	94.2±5.22	91.7±2.98
牛奶 2	黄曲霉毒素 M ₁	0.26	107.1±8.92	89.7±2.79	108.4±4.68
	黄曲霉毒素 G ₁	ND	89.5±7.65	112.7±1.95	97.2±4.24
	黄曲霉毒素 B ₁	ND	96.8±5.62	92.6±2.64	115.6±2.65
	黄曲霉毒素 G ₂	ND	91.7±3.48	97.6±3.12	106.4±4.36
	黄曲霉毒素 B ₂	ND	84.8±5.24	89.7±2.58	113.7±2.55

ND 表示未检出。

4 结论

建立了乳及乳制品中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 残留的柱前衍生-高效液相色谱荧光测定方法。在保证 5 种黄曲霉毒素完全分离的前提下, 选择乙腈和水作为梯度洗脱的流动相, 黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 与距其最近的杂质峰达到基线分离, 分离效果良好, 且色谱峰峰形尖锐。黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 在 0.20~50.0 μg/L 范围内具有良好的线性关系 (0.9991~0.9998), 检出限为 0.05~0.08 μg/L。在 0.50 μg/kg、1.0 μg/kg 和 2.0 μg/kg 三个添加水平的平均回收率为 77.6%~122.7%、85.8%~112.7%和 89.7%~115.6%; 相对标准偏差(RSD) 为均小于 8.92%。采用一次提取富集、无需免疫亲和柱净化, 柱前衍生和色谱分离进行 5 种黄曲霉毒素残

留的测定, 本方法具有操作简便、灵敏度高、选择性好、试剂用量少, 可用于乳及乳制品中黄曲霉毒素 M₁、G₁、B₁、G₂ 和 B₂ 残留的同时检测和定量。

参考文献

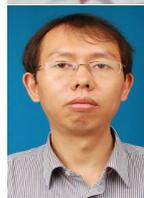
- [1] 兰珊珊, 陈锦玉, 邵金良, 等. 酶联免疫法测定苦荞制品中的黄曲霉毒素 B₁ [J]. 现代食品科技, 2013, 29(6): 1417-1419.
Lan SS, Chen JY, Shao JL, *et al.* Determination of aflatoxin B₁ in tartary buckwheat products by enzyme-linked immunosorbent assay [J]. Mod Food Sci Technol, 2013, 29(6): 1417-1419.
- [2] 彭庚年, 王元兴. 液相色谱-串联质谱法测定动物肝脏中黄曲霉毒素 [J]. 分析科学学报, 2012, 28(3): 303-307.
Peng GN, Wang YX. Determination of aflatoxins in animal liver by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Anal Sci, 2012, 28(3): 303-307.
- [3] 王桂苓, 张岩岩, 李琳琳, 等. 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 [J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(3): 833-839.
Wang GL, Zhang YY, Li LL, *et al.* Determination of aflatoxins in nuts by high performance liquid chromatography coupled with post-column photochemical derivatization [J]. J Food Safe Qual, 2014, 5(3): 833-839.
- [4] 翟红艳, 黄天壬. 黄曲霉毒素与肝癌关系研究现状 [J]. 医学研究杂志, 2008, 37(11): 93.
Zhai HY, Huang TR. Aflatoxin and research status of hepatocellular carcinoma [J]. J Med Res, 2008, 37(11): 93.
- [5] 谭洪涛, 简兵云. 超高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中黄曲霉毒素 M₁ [J]. 理化检验-化学分册, 2012, 48: 923-925.
Tan HT, Jian BY. UHPLC-MS/MS determination of aflatoxin M₁ in milk [J]. Phys Testing Chem Anal Part B (Chem Anal), 2012, 48: 923-925.
- [6] GB/T 2761-2011. 食品安全国家标准: 食品中真菌毒素限量 [S].
GB/T 2761-2011. National food safety standard: Limits Level of Mycotoxins in food [S].
- [7] GB/T 23212-2008. 牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B₁, B₂, G₁, G₂, M₁, M₂ 的测定: 液相色谱-荧光检测法 [S].
GB/T 23212-2008. Determination of aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂, M₁, M₂ content in milk and milk powder: HPLC-fluorescence detection method [S].
- [8] GB 5009.24-2010. 食品安全国家标准: 食品中黄曲霉毒素 M₁ 和 B₁ 的测定 [S].
GB 5009.24-2010. National food safety standard: Determination of aflatoxins M₁ and B₁ in foods [S].
- [9] SN/T 1664-2005. 牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 M₁、B₁、B₂、G₁、G₂ 含量的测定 [S].
SN/T 1664-2005. Determination of aflatoxin M₁, B₁, B₂, G₁, G₂ content in milk and milk powder [S].
- [10] 沙东旭, Uwe Gasser, 孙苓苓, 等. 2 种 HPLC-柱后衍生化-荧光检测法测定陈皮中黄曲霉毒素的比较 [J]. 药物分析杂志, 2013, 33(8): 1367-1371.
Sha DX, Gasser U, Sun LL, *et al.* Comparison of two post-column derivatization systems for HPLC determination of aflatoxins in Citri Reticulatae Pericarpium [J]. Chin J Pharm Anal, 2013, 33(8): 1367-1371.
- [11] 李娇, 余之蕴, 林耀文, 等. 月饼中黄曲霉毒素 B₁ 检测前处理方法的改进 [J]. 现代食品科技, 2012, 28(3): 364-366.
Li J, She ZY, Lin YW, *et al.* Optimization of the extraction method of aflatoxin B₁ in moon cake [J]. Mod Food Sci Technol, 2012, 28(3): 364-366.
- [12] 胡文彦, 许磊, 杨军, 等. 基于 QuEChERS 提取的快速液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿谷基辅助食品中的 9 种真菌毒素 [J]. 色谱, 2014, 32(2): 133-138.
Hu WY, Xu L, Yang J, *et al.* QuEChERS-based extraction procedure and rapid resolution liquid chromatography coupled to triple quadrupole mass spectrometry for the determination of nine mycotoxins in cereal-based complementary foods for infants and young children [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(2): 133-138.
- [13] 丁俭, 李培武, 李光明, 等. 在线固相萃取富集-高效液相色谱法快速测定牛奶中的黄曲霉毒素 M₁ [J]. 食品科学, 2013, 29(10): 289-293.
Ding J, Li PW, Li GM, *et al.* Determination of aflatoxin M₁ in milk by high performance liquid chromatography using on-line solid phase extraction [J]. Food Sci, 2013, 29(10): 289-293.
- [14] 祝伟霞, 刘亚风, 袁萍, 等. 液相色谱-串联质谱法快速测定婴幼儿配方奶粉中 39 种激素残留量 [J]. 色谱, 2010, 34(10): 1031-1037.
Zhu WX, Liu YF, Yuan P, *et al.* Quick determination of 39 hormones residues in infant formula by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2010, 34(10): 1031-1037.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



邵金良, 硕士, 副研究员, 主要从事农产品质量安全与分析检测。
Email: shaojinliang@126.com



刘宏程, 博士, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全与风险评估。
E-mail: liuorg@163.com