

# 免疫亲和净化-液相色谱-串联质谱法测定 广式莲蓉月饼中黄曲霉毒素

王 勇<sup>1</sup>, 李 蓉<sup>1\*</sup>, 张宪臣<sup>1</sup>, 张朋杰<sup>1</sup>, 陈定虎<sup>1</sup>, 蒋跃明<sup>2</sup>, 段学武<sup>2</sup>,  
李涛涛<sup>2</sup>, 胡伟文<sup>1</sup>, 杨 芳<sup>1</sup>, 卢俊文<sup>1</sup>

(1. 中山出入境检验检疫局, 中山 528403; 2. 中国科学院华南植物园, 广州 510650)

**摘 要:** **目的** 建立广式莲蓉月饼中的4种黄曲霉毒素(黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>)定性和定量的液相色谱-串联质谱检测方法。**方法** 样品经甲醇-水(7:3, v:v)提取后, 用免疫亲和柱净化, 经甲醇洗脱, 在 C<sub>18</sub> 色谱柱上梯度洗脱分离, 采用电喷雾正离子多反应监测(MRM)模式测定。**结果** 标准曲线在 0.1~20.0 ng/mL 范围内线性良好; 用本法测定 4 种黄曲霉毒素的回收率在 78.4%~107.8%之间, 相对标准偏差在 2.5%~9.8%之间。采用该方法对市售 5 种广式莲蓉月饼中黄曲霉毒素进行分析, 其中 1 份月饼样品能够检测到含有少量的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>(1.2 μg/kg)和 B<sub>2</sub>(0.21 μg/kg)。**结论** 该方法具有简单快速, 准确可靠等特点, 适用于广式莲蓉月饼中 4 种黄曲霉毒素的同时测定。

**关键词:** 液相色谱串联质谱法; 黄曲霉毒素; 广式莲蓉月饼; 多反应监测; 免疫亲和柱

## Determination of aflatoxins in moon paste cake containing lotus seed produced in Canton by liquid chromatography-tandem mass spectrometry with immunoaffinity purification

WANG Yong<sup>1</sup>, LI Rong<sup>1\*</sup>, ZHANG Xian-Chen<sup>1</sup>, ZHANG Peng-Jie<sup>1</sup>, CHEN Ding-Hu<sup>1</sup>,  
JIANG Yue-Ming<sup>2</sup>, DUAN Xue-Wu<sup>2</sup>, LI Tao-Tao<sup>2</sup>, HU Wei-Wen<sup>1</sup>, YANG Fang<sup>1</sup>, LU Jun-Wen<sup>1</sup>

(1. Zhongshan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Zhongshan 528403, China;  
2. South China Botanical Garden, Chinese Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China)

**ABSTRACT: Objective** A method for the determination of four aflatoxins in moon paste cake containing lotus seed produced in Canton using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) was developed. **Methods** The sample was extracted with methanol-water (7:3, v:v) solution, followed by a cleanup procedure with immunoaffinity column, and then eluted with 1 mL methanol. Four aflatoxins were separated on a C<sub>18</sub> column within 7 min using a mobile phase of acetonitrile and ammonium acetate solution and then detected using electrospray ionization (ESI) MS/MS in positive ion mode with multiple reaction monitoring (MRM). **Results** The linear ranges of aflatoxin were 0.1~20.0 ng/mL, and the recovery rates for the four aflatoxins were 78.4%~107.8%, while the relative standard deviations were

基金项目: 国家自然科学基金项目(海外及港澳学者合作研究基金-延续项目(31229004)、中山市科技计划项目(2013A3FC0254)、广东出入境检验检疫局科技计划项目(2014GDK80)

**Fund:** Supported by the National Natural Science Foundation of China(31229004), the Science and Technology Program of Zhongshan City(2013A3FC0254), and the Science and Technology Program of Guangdong CIQ(2014GDK80)

\*通讯作者: 李蓉, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。E-mail: lirong828@126.com

\*Corresponding author: LI Rong, Senior Engineer, Zhongshan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, No.2, Zhongshan Road, Zhongshan 528403, China. E-mail: lirong828@126.com

2.5%~9.8%。Little amounts of aflatoxin B<sub>1</sub> (1.2 μg/kg) and B<sub>2</sub> (0.21 μg/kg) were detected in one of five moon paste cakes containing lotus seed using this method. **Conclusion** The developed method is simple, fast, accurate, and it can be applied for the simultaneous determination of four aflatoxins in Cantonese moon paste cake.

**KEY WORDS:** liquid chromatography-tandem mass spectrometry; aflatoxins; Cantonese lotus seed paste moon cake; multi-reaction monitor; immunoaffinity column

## 1 引言

广式月饼是中国月饼的一大主要类型,是我国南方民间传统应节食品,早在清末民初就已享誉国内市场,并远传至东南亚及欧美各国的华侨聚居地。广式月饼中最有代表性的一类月饼是莲蓉月饼。广式莲蓉月饼于 2009 年正式进入广州非物质文化遗产名录,成为首次上榜的美食之一。广式莲蓉月饼馅料的主要成分是莲子和植物油等。适合莲子种植的地区温度高、湿度大,莲子在生长和贮藏过程中有可能产生黄曲霉毒素。植物油的主要生产原料是花生、玉米、大豆等,它们在生长和贮藏过程中很容易霉变而产生黄色曲霉毒素。上述因素都表明广式莲蓉月饼存在被黄曲霉毒素污染的风险。因此黄曲霉毒素是食品监管部门对广式月饼质量安全监管的重点检测项目之一。

黄曲霉毒素(aflatoxin, AF)是上世纪 60 年代发现的具有较强毒性和致癌性的物质<sup>[1-3]</sup>。1993 年,它被世界卫生组织(WHO)的癌症研究机构划定为 I 类致癌物<sup>[4]</sup>。黄曲霉毒素是由黄曲霉和寄生曲霉产生的一类有毒次生代谢物<sup>[5]</sup>。在世界不同地区都发现了这些真菌大量存在于谷物、食品和饲料中;其中黄曲霉毒素污染已导致严重的安全问题<sup>[6]</sup>。在天然污染的食品中以黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 最为多见,其毒性和致癌性最强<sup>[7]</sup>。黄曲霉毒素对人类和动物健康的危害主要是损害肝脏,发生肝炎、肝硬化、肝坏死等。目前世界各个国家和地区都对黄曲霉毒素制定了严格的限量规定,欧盟规定食品中黄曲霉毒素的最高限量为 B<sub>1</sub> 为 2 μg/kg, B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的总量为 4 μg/kg<sup>[8]</sup>。我国规定月饼中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的限量标准为 5 μg/kg。

黄曲霉毒素的测定方法有很多种,概括起来主要有化学分析法、仪器分析法、生物鉴定法及免疫分析法等<sup>[9]</sup>。具体来说,常用的方法主要有酶联免疫法(enzyme-linked immunosorbent assay, ELISA)、薄层层析法(thin layer chromatography, TLC)、高效液相色谱

法(high performance liquid chromatography, HPLC)等<sup>[10,11]</sup>。TLC 方法具有操作简单、不需要复杂精密的仪器设备等优点,但灵敏度较低、准确性不高。高效液相色谱法在黄曲霉毒素检测中有一定的应用<sup>[12]</sup>,但需要荧光检测器,还需要用到柱后衍生装置;一般的实验室很少配备柱后衍生装置,因此也在一定程度上限制了该方法的应用。近年来,超高效液相色谱-串联质谱仪(ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)联用在食品安全检测领域应用较为广泛。关于应用超高效液相色谱-串联质谱法检测食品中黄曲霉毒素含量也有一些报道<sup>[12,13]</sup>;但目前还没有用液质联用法测定广式莲蓉月饼中黄曲霉毒素含量的报道。广式莲蓉月饼生产原料成分种类多,生产工艺比较复杂,广式莲蓉月饼的基质比较复杂,检测其黄曲霉毒素含量难度较大。免疫亲和柱分离法是利用生物体内存在的抗原、抗体之间高度特异性的亲和力进行分离的方法。因其特异性较高,一般而言,净化处理的效果较好<sup>[14,15]</sup>。本实验拟研究采用免疫亲和柱净化,超高效液相色谱-电喷雾三重四级杆串联质谱仪测定广式莲蓉月饼中黄曲霉毒素含量的方法,以期为保障我国广式月饼的质量与安全提供理论与技术支持。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与试剂

乙腈、甲醇(色谱纯,德国 Merck 公司);乙酸铵(色谱纯,德国 CNW 公司);氯化钠(分析纯,广州化学试剂厂);实验用水为 Milli-Q 制备的超纯水。

黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub> 和 G<sub>2</sub> 标准品,购自于美国 Sigma 公司;黄曲霉毒素免疫亲和柱、1.5 m 玻璃纤维滤纸购自美国 VICAM 公司;折叠式槽纹滤纸购自美国 3M 公司;国产 0.22 μm 有机相滤膜。

广式莲蓉月饼购于中山市本地市场。

## 2.2 仪器与设备

美国 AB Sciex Triple Quad 5500 超高效液相色谱串联质谱联用仪(ESI 源)、Analyst 工作站软件。免疫亲和柱分离 6 位泵流操作架, 中检维康公司。高速均质器, 18000~22000 r/min, 美国 Warning 公司。德国 Retsch GM200 刀式捣磨仪。涡旋振荡器为德国 IKA 公司产品。德国 Sartorius 电子天平(感量 0.1 mg 和 0.001 g)。

## 2.3 方 法

### 2.3.1 样品的制备

选取有代表性的约 500 g 广式莲蓉月饼, 用刀式捣磨仪粉碎至粉末状备用。

### 2.3.2 提 取

参照国家标准 GB/T 18979-2003 的前处理方法, 准确称取 25.0 g 粉碎的试样于高速均质器的搅拌杯中, 向搅拌杯中加入 5.0 g 氯化钠, 再加入 125.0 mL 70% 甲醇(v/v), 将搅拌杯放在 Waring Blender 搅拌器的基座上, 12000 r/min 高速匀浆 2 min。将搅拌杯里的提取液倒入槽纹滤纸上过滤, 滤液收集于干净的烧杯中, 移取 15.0 mL 滤液于 50.0 mL 的塑料试管中, 用纯水将滤液稀释至 30.0 mL, 混匀备用。

### 2.3.3 样品净化

将上述稀释后的滤液用玻璃纤维滤纸过滤, 移取滤液 10.0 mL(相当于 1.0 g 样品)过黄曲霉毒素免疫亲和柱, 调节流速约 1~2 滴/s, 直至空气完全通过免疫亲和柱。用 10.0 mL 纯水以 1~2 滴/s 的流速通过亲和柱, 对亲和柱进行清洗。用 20.0 mL 纯水分两次清洗。用 1.0 mL 色谱纯级的甲醇以 1~2 滴/s 的流速淋洗亲和柱, 将所有样品洗脱液收集于玻璃试管中, 溶液过 0.22  $\mu\text{m}$  的尼龙膜, 装入 2 mL 的进样小瓶中。

### 2.3.4 高效液相色谱/三重四极杆串联质谱(UPLC-MS/MS)测定

色谱条件: 色谱柱: Thermo C<sub>18</sub> 柱, 100 mm×2.1 mm, 粒径 3  $\mu\text{m}$ ; 柱温: 30  $^{\circ}\text{C}$ ; 样品室温度: 30  $^{\circ}\text{C}$ 。进样体积: 10  $\mu\text{L}$ ; 流速: 400  $\mu\text{L}/\text{min}$ 。流动相: 乙腈和 5 mmol/L 乙酸铵缓冲液, 梯度洗脱程序见表 1, 流动相梯度变化为线性变化。

质谱条件: 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI)正离子模式; 电喷雾电压(spray voltage): 5500 V; 离子源温度: 450  $^{\circ}\text{C}$ ; 多反应监测模式(multi-reaction monitoring, MRM), 源内气体 1(GS1, N<sub>2</sub>)压力 45 psi, 源内气体 2(GS2, N<sub>2</sub>)压力 50 psi, 碰撞气(CAD, N<sub>2</sub>)7

psi、气帘气体(CUR, N<sub>2</sub>)压力 35 psi、碰撞室出口电压(CXP)14eV。

表 1 流动相梯度洗脱

Table 1 Mobile phase gradients for HPLC analysis

时间(min)	0	0.5	4	6.5	7
5 mmol/L 乙酸铵(体积分数%)	90	90	40	90	90
乙腈(体积分数%)	10	10	60	10	10

## 3 结果与讨论

### 3.1 样品前处理方法的选择

黄曲霉毒素样品前处理的方法比较多, 主要有液液萃取法、固相萃取法、免疫亲和柱分离法和多功能净化柱分离法。考虑到广式莲蓉月饼的生产工艺复杂、馅料的基质较为复杂, 为了尽量减少样品提取溶液中大量杂质的干扰, 本研究选取特异性较高的免疫亲和柱分离法。免疫亲和柱分离法是利用生物体内存在的抗原、抗体之间高度特异性的亲和力进行分离的方法。因其特异性较高, 一般而言, 净化处理的效果较好, 本研究的结果表明, 免疫亲和柱分离法能够有效排除广式莲蓉月饼复杂基质的干扰。

### 3.2 色谱条件的优化

本实验选择 Thermo C<sub>18</sub>(100 mm×2.1 mm, 3  $\mu\text{m}$ ) 用于色谱峰分离, 获得了良好的分离效果。实验对流动相进行了选择, 最初用甲醇-5.0 mmol/L 乙酸铵为流动相, 结果黄曲霉毒素 B<sub>2</sub> 和黄曲霉毒素 G<sub>1</sub> 的保留时间基本相同, 不能很好地分离, 且峰型不够尖锐; 选择甲醇-0.1% 甲酸溶液、甲醇-5.0 mmol/L 乙酸铵(含 0.1% 甲酸溶液)分离效果都不太理想; 最终确定乙腈-5.0 mmol/L 乙酸铵为流动相, 采用合适的梯度洗脱, 可很好实现各检测的标准物质分离, 各峰峰形尖锐, 峰对称性好。4 种黄曲霉毒素混合标准品溶液的色谱图如图 1 所示。

### 3.3 质谱条件的优化

取适当浓度的 AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub>、AFG<sub>2</sub> 标准溶液, 以 7  $\mu\text{L}/\text{min}$  的速度注入离子源, 在 ESI(+) 模式下进行一级谱全扫描分析, 获得 4 种黄曲霉毒素的分子离子峰。对获得的分子离子峰进行二级质谱扫描, 得到碎片离子信息, 优化碰撞能量和锥孔电压, 确定最佳质谱条件, 见表 2。

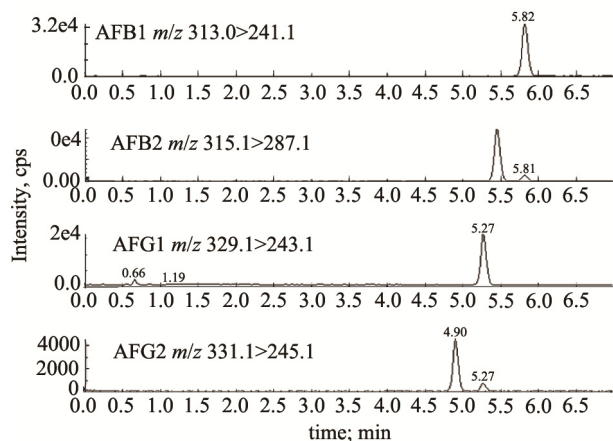


图 1 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的 MRM 色谱图

Fig. 1 MRM chromatograms of AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub> and AFG<sub>2</sub>

AFB<sub>1</sub>: 1.0 μg/L; AFB<sub>2</sub>: 1.0 μg/L; AFG<sub>1</sub>: 1.0 μg/L; AFG<sub>2</sub>: 1.0 μg/L

表 2 黄曲霉毒素的母离子、子离子、锥孔电压和碰撞能量

Table 2 Parent ions, daughter ions, cone voltages and collision energies of MS for aflatoxins

化合物	母离子 ( <i>m/z</i> )	子离子 ( <i>m/z</i> )	锥孔电压 eV	碰撞能量 eV
AFB <sub>1</sub>	313.0	241.1*	52	45
		285.1	52	31
AFB <sub>2</sub>	315.1	287.1*	54	35
		259.1	54	39
AFG <sub>1</sub>	329.1	243.1*	52	36
		283.0	52	34
AFG <sub>2</sub>	331.1	245.1*	52	40
		257.1	52	38

\*定量离子(quantitative ion)

### 3.4 方法学验证

#### 3.4.1 标准曲线、检出限和定量限

为了尽量减小 ESI 模式下共流出基质对 4 种化合物相应的影响(基质效应), 本实验用空白基质样品提取溶液溶解氮气吹干后的相应浓度的标准溶液。

准确量取适量混合标准储备工作液, 用空白基质样品提取溶液稀释成质量浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 ng/mL 的混合标准品工作液, 在上述色谱条件和质谱条件下进行分析测定。分别以 AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub>、AFG<sub>2</sub> 的峰面积对标准品的相应浓度进行回归分析。结果显示各种化合物的质量浓度在 0.1~20.0 ng/mL 范围内线性良好, 相关系数(*r*)均大于 0.999(见表 3)。在 0.2 μg/kg 添加水平时, 各化合物峰的信噪比均大于 3, 故将其定为检出限。在

0.5 μg/kg 添加水平时, 各化合物峰的信噪比均大于 10, 且回收率、相对标准偏差(RSD)满足条件, 各种指标均满足水产品中药物残留分析的要求, 故将其定为定量限。

表 3 4 种黄曲霉毒素的线性回归方程和相关系数  
Table 3 Regression equations, and correlation coefficients of aflatoxins

化合物	回归方程	相关系数 <i>r</i>
AFB <sub>1</sub>	$Y=183000X-136$	0.9999
AFB <sub>2</sub>	$Y=220000X-317$	0.9999
AFG <sub>1</sub>	$Y=162000X+1290$	0.9999
AFG <sub>2</sub>	$Y=76700X+40.3$	0.9997

#### 3.4.2 方法精密度和回收率

取 25.0 g 阴性样品, 添加水平分别为 0.5、1.0、5.0 μg/kg, 每个添加水平 6 个平行样品, 其平均回收率和精密度的结果见表 4, 平均回收率在 78.4%~107.8%之间, 相对标准偏差在 2.5%~9.8%之间, 说明方法重复性较好。另外, 对上述 3 个添加水平各 6 个平行样品进行连续 6 天的测定, 数据分析表明, 平均回收率和相对标准偏差均符合实验室质量控制的要求。

表 4 样品加标回收率和相对标准偏差(*n*=6)  
Table 4 Recoveries of 4 compounds in sample and CV(*n*=6)

化合物	添加水平(μg/kg)					
	0.5		1.0		5.0	
	回收率 /%	RSD/%	回收率 /%	RSD/%	回收率 /%	RSD/%
AFB <sub>1</sub>	86.7	6.8	93.7	6.8	101.4	5.6
AFB <sub>2</sub>	78.4	8.9	82.3	7.1	91.4	4.5
AFG <sub>1</sub>	85.7	7.1	89.1	6.2	107.8	2.5
AFG <sub>2</sub>	80.2	9.8	83.3	7.4	89.2	5.2

### 3.5 实际样品分析

选取 5 款广式莲蓉月饼, 按照本研究方法进行黄曲霉毒素含量检测, 其中有一款广式月饼检出黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 1.2 μg/kg, 黄曲霉毒素 B<sub>2</sub> 0.21 μg/kg, 黄曲霉毒素 G<sub>1</sub> 和 G<sub>2</sub> 未检出, 该月饼样品的色谱图如图 2 所示。另外四款月饼均未检出黄曲霉毒素。总的来说, 所检测的五款月饼的黄曲霉毒素指标均符合我国月饼的相关国家标准的要求。

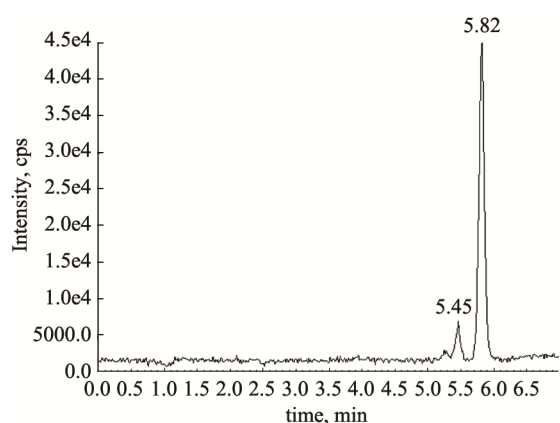


图 2 某款广式莲蓉月饼的提取离子流色谱图

Fig. 2 Chromatogram of aflatoxins in one kind of Cantonese lotus seed paste moon cake

## 4 结 论

本研究建立了同时检测广式莲蓉月饼中 4 种黄曲霉毒素含量的液相色谱-串联质谱法, 样品经甲醇-水溶液提取, 黄曲霉毒素免疫亲和柱净化, 用液相色谱-串联质谱测定。实验结果表明, 该方法能够实现黄曲霉毒素与样品基质的良好分离。该方法灵敏度高、准确度、重复性均较好, 适合广式月饼中黄曲霉毒素的检测, 同时为其他种类的月饼或食品黄曲霉毒素的检测提供参考。

## 参考文献

- [1] Wilson TJ, Romer TR. Mycotoxins: use of the mycosep multifunctional clean-up column for liquid chromatographic determination of aflatoxins in agricultural products [J]. *J Assoc Off Anal Chem*, 1991, 74: 951-956.
- [2] Newbern PM, Bulter WH. Acute and chronic effects of aflatoxin on the liver of domestic and laboratory animal: a review [J]. *Cancer Res*, 1969, 29: 236-250.
- [3] Asao T, Buchi GN. The structure of aflatoxins B and G [J]. *J Am Chem Soc*, 1965, 87: 882-886.
- [4] Oakley EJ, Schmitt F, Jost JP, *et al.* Some naturally occurring substances: food items and constituents, heterocyclic aromatic amines and mycotoxins [J]. *IARC Sci Publ*, 1993, 56(6): 489-521.
- [5] 马志科, 咎林森. 黄曲霉毒素危害、检测方法及生物降解研究进展[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]. *Prog Vet Med*, 2009, 30(9): 91-94.
- [6] Wilson CL, Droby S. *Microbial Food Contamination* [M]. New York: CRC Press, 2001.
- [7] Bhatnagar D, Yu J, Ehrlich KC. Toxins of filamentous fungi [C]. *Fungal Allergy and Pathogenicity, Chem Immunol*, 2002.
- [8] (EU) No. 165/2010 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs as regards aflatoxins[S].
- [9] 邱宏, 钟汉怀, 全德甫. 高效液相色谱法同时测定食品中四种黄曲霉毒素的方法探讨[J]. *现代预防医学*, 2006, 33(5): 790-791.  
Qiu H, Zhong HH, Quan DF. Determination of aflatoxin B1, B2, G1, G2 in foods by HPLC with multifunctional cleaning column [J]. *Mod Prev Med*, 2006, 33(5): 790-791.
- [10] Guan D, Li PW, Zhang Q, *et al.* An ultra-sensitive monoclonal antibody-based competitive enzyme immunoassay for aflatoxin M1 in milk and infant milk products [J]. *Food Chem*, 2011, 125(4): 1359-1364.
- [11] 付朝晖, 黄雪祥, 闵顺耕. 超高效液相色谱法快速测定发酵茶叶中的黄曲霉毒素[J]. *分析试验室*, 2009, 28(6): 112-115.  
Fu ZH, Huang XX, Min SG. Rapid determination of aflatoxins B1, B2, G1 and G2 in fermented tea by ultra performance liquid chromatography [J]. *Chin J Anal Lab*, 2009, 28(6): 112-115.
- [12] 毕瑞锋, 范志先, 付萌. 高效液相色谱-串联质谱法检测腰果中的黄曲霉毒素[J]. *色谱*, 2011, 29(12): 1155-1159.  
Bi RF, Fan ZX, Fu M. Determination of aflatoxins in cashew by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2011, 29(12): 1155-1159.
- [13] 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.
- [14] 陈思颖, 朱迪, 王永林, 等. 免疫亲和柱净化 UPLC-MS-MS 测定天麻药材中黄曲霉毒素的含量[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2014, 20(1): 51-55.  
Chen SY, Zhu D, Wang YL, *et al.* UPLC-MS-MS analysis of aflatoxins in *Gastrodia elata* by Immunoaffinity column cleanup[J]. *Chin J Exp Trad Med Formulae*, 2014, 20(1): 51-55.
- [15] 牛军小, 苏军, 徐晓枫, 等. 免疫亲和柱净化-反相高效液相色谱法检测乳与乳制品中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub>[J]. *中国卫生检验杂志*, 2014, 24(7): 940-945.  
Niu JX, Su J, Xu XF, *et al.* Immunoaffinity column-reversed phase high performance liquid chromatography for detection of aflatoxin M<sub>1</sub> in milk and milk products [J]. *Chin J Heal Lab Technol*, 2014, 24(7): 940-945.

(责任编辑: 赵静)

## 作者简介



王 勇, 博士, 农艺师, 主要研究方向为食品安全检测技术。

E-mail: wrone@163.com



李 蓉, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。

E-mail: lirong828@126.com