

# 超高效液相色谱-串联质谱法测定普洱茶中赭曲霉毒素 A

李文廷, 农蕊瑜, 申颖, 李洁, 冉亚莉, 陈俊秀\*, 张茂镛\*

(昆明市疾病预防控制中心, 昆明 650228)

**摘要:** **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱测定普洱茶中赭曲霉毒素 A 的分析方法。**方法** 普洱茶样品采用乙腈:水(7:3,V:V)提取, PriboFast® Multi-Toxin IAC 免疫亲和净化柱净化, 超高效液相色谱串联质谱进行测定分析, 采用内标法定量。**结果** 赭曲霉毒素 A 在浓度 0.5~199.5  $\mu\text{g/L}$  范围内具有良好的线性关系, 相关系数为 0.9993, 3 个加标水平下的回收率为 92.5%~95.6%, 相对标准偏差为 2.18%~3.25%, 检出限为 0.1  $\mu\text{g/kg}$ 。普洱茶样品中的赭曲霉毒素 A 均为未检出。**结论** 普洱茶中复杂基质的存在对赭曲霉毒素 A 的测定有干扰, 应采用免疫亲和净化柱净化处理, 该方法具有较高的灵敏度及准确度, 适用于普洱茶中赭曲霉毒素 A 的实际检测。

**关键词:** 赭曲霉毒素 A; 普洱茶; 超高效液相色谱-串联质谱法

## Determination of ochratoxin A in Pu-erh tea by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LI Wen-Ting, NONG Rui-Yu, SHEN Ying, LI Jie, RAN Ya-Li, CHEN Jun-Xiu\*, ZHANG Mao-Rong\*

(Kunming Center for Disease Control and Prevention, Kunming 650228, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination of ochratoxin A in Pu-erh tea by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Pu-erh tea samples were extracted with acetonitrile/water (7:3, V:V), purified by PriboFast® Multi-Toxin IAC immunoaffinity purification column, and analyzed by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry, and quantified by internal standard method. **Results** Ochratoxin A had a good linear relationship in the concentration range of 0.5–199.5  $\mu\text{g/L}$ , the correlation coefficient was 0.9993, the recovery rates at the 3 spiked levels were 92.5%–95.6%, the relative standard deviations were 2.18%–3.25%, and the limit of detection was 0.10  $\mu\text{g/kg}$ . Ochratoxin A in Pu-erh tea samples was not detected. **Conclusion** The presence of a complex matrix in Pu-erh tea interferes with the determination of ochratoxin A. The sample should be purified using an immunoaffinity purification column. This method has high

**基金项目:** 昆明市卫生科技人才培养项目暨“十百千”工程培养计划[2018-sw(后备)-20、2019-sw(后备)-50]、昆明市卫生计生科研项目(2017-12-06-003)、昆明市卫生科研课题(2020-12-06-001)

**Fund:** Supported by the Kunming Health Science and Technology Talents Training Project [2018- sw(reserve)-20,2019- sw(reserve)-50], the Kunming Health and Family Planning Research Project (2017-12-06-003), and the Kunming Health Research Project (2020-12-06-001)

\***通信作者:** 陈俊秀, 主管技师, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。E-mail: 752110643@qq.com

张茂镛, 硕士, 主任医师, 主要研究方向为疾病预防与控制。E-mail: zhangmaorong2@sina.com

\***Corresponding author:** CHEN Jun-Xiu, Technician, Kunming Center for Disease Control and Prevention, Ziyun Road, Kunming 650228, China. E-mail: 752110643@qq.com

ZHANG Mao-Rong, Master, Chief Physician, Kunming Center for Disease Control and Prevention, Ziyun Road, Kunming 650228, China. E-mail: zhangmaorong2@sina.com

sensitivity and high accuracy, which is suitable for the actual detection of ochratoxin A in Pu-erh tea.

**KEY WORDS:** ochratoxin A; Pu-erh tea; ultra performance liquid chromatography- tandem mass spectrometry

## 0 引言

赭曲霉毒素 A(ochratoxin A, OTA)是由真菌如曲霉菌和青霉菌产生的一种有毒代谢物, 主要存在于谷物、蔬菜、水果等农作物中, 据许多研究报道, OTA 具有肾毒性、免疫毒性和致畸作用, 它被国际癌症研究机构归类为 2B 级致癌物质, 被认为是仅次于黄曲霉毒素的真菌毒素<sup>[1-3]</sup>。由于其危害广泛存在, 严重影响人类健康, 因此对 OTA 的检测至关重要。欧洲委员会在 2006 年就建立了 OTA 在各种食品中的最大允许量, 国内已将 OTA 列为食品安全监控的重点指标<sup>[4-5]</sup>, GB 2761—2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》<sup>[6]</sup>也逐渐扩大范围至饮料种类如葡萄酒、咖啡等饮品, 其中葡萄酒中真菌毒素限量为 2.0 μg/kg, 烘焙咖啡豆及研磨咖啡均为 5.0 μg/kg, 速溶咖啡为 10.0 μg/kg。

普洱茶是云南大叶种茶经晾晒后在湿热作用和微生物酶特殊发酵工艺形成的特种茶叶, 近年来, 普洱茶由于其降血脂、抗氧化、降血糖、减肥、抗菌等多重保健功效而备受欢迎, 但普洱茶在生产发酵加工和保存过程中, 存在赭曲霉微生物毒素污染的可能, 其卫生安全性曾遭受消费者质疑, 因此对普洱茶中赭曲霉毒素的检测显得尤为重要, 卫生品质也决定了普洱茶产品食用安全性及普洱茶产业发展的可持续性<sup>[7-10]</sup>。

目前 OTA 的检测方法已比较成熟<sup>[11-14]</sup>, GB 5009.96—2016《食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》<sup>[15]</sup>也做了相关规定, 但由于普洱茶茶叶中基质较为复杂, 茶多酚、咖啡碱和茶褐素类物质干扰较为严重, 酶联免疫法受到干扰较大, 一般的净化方法避免不了茶叶中的基质效应。鉴于此, 本研究通过样品前处理条件的改善, 色谱参数的优化, 建立超高效液相色谱串联质谱法检测普洱茶样品中的赭曲霉毒素 A, 为普洱茶中赭曲霉毒素 A 的实际检测提供方法参考。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪 器

1290 Infinity II 超高效液相-串联 QTRAP 4500 质谱(美国 Agilent Technologies 公司、美国 AB SCIEX 公司); XS205DU 型十万分之一分析天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); PriboFast<sup>®</sup> Multi-Toxin IAC 免疫亲和净化柱、PriboFast<sup>®</sup> M226 多功能净化柱(固相净化柱)(Pribolab 中国公司); 3H16RI 型智能台式高速冷冻离心机(湖南赫西仪器

装备有限公司)。

### 1.2 试 剂

OTA 标准物质(100.0 μg/mL)、同位素内标 <sup>13</sup>C<sub>20</sub>-OTA(10.2 μg/mL)(Pribolab 中国公司); 化学纯吐温 80(西陇化工股份有限公司); 甲醇、乙腈(色谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 实验中所使用的水为超纯水。

### 1.3 实验材料

检测普洱茶样品由云南 16 州市疾控中心进行采样提供, 其中昆明市、西双版纳州及普洱市采样分别为 26 份, 德宏州为 28 份, 大理市为 24 份, 其余州市均为 4 份, 生普洱茶和熟普洱茶各为 87 份, 共计 174 份, 每个地方均按照生、熟普洱茶 1:1 数量送样。

### 1.4 实验方法

#### 1.4.1 标准溶液配制

OTA 标准液用乙腈稀释至浓度为 2.0 μg/mL 储备液, 同位素内标液用乙腈稀释为 0.5 μg/mL 工作液, 依据 OTA 在质谱的响应强度, 用乙腈水溶液(2:8, V:V)配制相应浓度的标准系列, 每个标准系列的溶液点内标含量均为 1.0 μg/L, 分别储存于-20 °C 条件下。

#### 1.4.2 样品制备

精确称取 2 g 试样(精确到 0.01 g)于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈水溶液(7:3, V:V), 超声提取 20 min, 涡旋振荡提取 30 min, 10000 r/min 离心 5 min, 取 10 mL 上清液, 用氮吹浓缩仪至 1.0 mL, 加入同位素内标工作液, 使每个样品中内标含量为 1.0 μg/L, 通过 PriboFast<sup>®</sup> Multi-Toxin IAC 免疫亲和净化柱净化, 用 20 mL 0.5%吐温-水溶液、10 mL 水依次淋洗免疫亲和柱, 弃去全部流出液, 加入 2 mL 甲醇甲酸溶液(98:2, V:V)洗脱, 排干后, 再重复操作 1 次, 收集全部洗脱液至试管中, 在 50 °C 下用氮气缓缓地将洗脱液吹至近干, 加入 0.5 mL 乙腈水溶液(2:8, V:V)溶解残留物, 过 0.22 μm 滤膜, 滤液待测。

#### 1.4.3 液相色谱条件

色谱柱为 Waters Acquity UPLC HSS T3 C<sub>18</sub> 柱(2.1 mm × 50 mm, 1.8 μm), 柱温为 40 °C, 流动相 A 相: 乙腈, B 相: 0.2%甲酸水溶液, 洗脱程序为梯度洗脱, 洗脱程序为: 0~1.0 min, 70% B; 1.0~2.5 min, 70% B ~40%B; 2.5~4.0 min, 40% B~0% B; 4.0~5.0 min, 0% B; 5.0~6.0 min, 0% B ~40% B; 6.0~8.0 min, 70% B; 流速为 0.3 mL/min, 进样体积为 15 μL, 检测运行时间为 8.0 min。

#### 1.4.4 质谱条件

离子源为电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI),

温度为 550 °C; 离子喷雾电压(ionspray voltage)为 5500.0 V; 气帘气(curtain gas)为 25 psi; 雾化气(gas 1)为 55 psi; 辅助气(gas 2)为 55 psi; 采用正离子扫描模式; 通过多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式进行检测。

## 2 结果与分析

### 2.1 检测模式的选择

通过对 OTA 和同位素内标的一级和二级质谱碎片离子的寻找, 在同样 OTA 浓度 400 μg/L 的检测中, 负离子模式响应强度为 10<sup>4</sup> 左右, 而正离子模式下响应强度可达 10<sup>6</sup>, 并且 OTA 的二级质谱碎片离子在负离子模式下较少分裂产生碎片离子峰, 响应强度基本在噪声值附近, 在正离子模式下二级质谱碎片离子分裂情况较好, 响应强度层次较为明显, 所以选择正离子模式检测分析样品<sup>[16]</sup>。

### 2.2 质谱色谱条件的优化

分别将 OTA 储备液及同位素内标工作液稀释至 400.0 μg/L, 在流动注射状态下, 利用 Q1 MS 全扫描模式进行 OTA 及同位素内标的一级质谱碎片离子母离子(M1)-*m/z* 的寻找, 通过调节去簇电压并且使扫描处于稳定状态从而得到目标化合物的母离子, 利用 Product Ion Scan(MS2)碎片离子扫描模式进行二级质谱碎片离子信息的寻找, 通过间隔 5 V 逐步从低往高调节碰撞能量, 直到

二级与一级碎片离子处于稳定平衡状态得到二级碎片离子信息, 并采用响应程度最高的前 2 个碎片离子依次作为定量离子和定性离子, 最后通过仪器 MRM 扫描模式自动优化去簇电压及碰撞能量, 记录得到样品检测的质谱参数, 详细参数见表 1, 在此条件下 OTA 及同位素内标的 MRM 谱图见图 1。

### 2.3 样品提取溶剂的选择

实验分别考察了 70%乙腈水、70%甲醇水、50%乙腈水、50%甲醇水、乙腈、甲醇、水 7 种提取溶剂对样品的提取效率, 实验结果如图 2 所示, 70%乙腈水的提取效率为 96%, 在所选实验中为最高值, 70%的甲醇水也达到 91%, 具有较好的提取效率, 而用纯水作为提取溶液则只有 27% 为最低, 因此实验前处理选择了 70%乙腈水作为样品的提取溶剂。

### 2.4 净化过程的优化

#### 2.4.1 净化柱的选择

使用 PriboFast® MFC229 多功能净化柱的净化方法主要为物理吸附, 吸附大部分色素等干扰物质, 虽然净化速度较快, 但未有富集功能, 且杂质也未能全部排除, 所以对基质较为复杂的样品未能达到良好的检测效果, 在目标物的保留时间附近出现严重的杂质干扰, 甚至出现假阳性结果的可能。

表 1 OTA 毒素及同位素内标的质谱参数

Table 1 Mass spectrum parameters for OTA and isotope internal standard

真菌毒素	母离子( <i>m/z</i> )	子离子 ( <i>m/z</i> )	驻留时间/ms	保留时间 /min	去簇电压/V	碰撞能量/V
OTA	404.0	238.9*	50	3.79	120	31
		358.0	50			120
<sup>13</sup> C <sub>20</sub> -OTA	424.0	250.0	50	3.81	70	33

注: \*为定量离子。

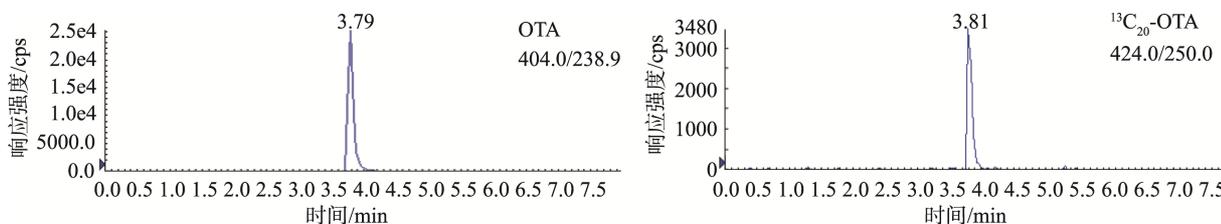


图 1 40 μg/L OTA 及 0.8 μg/L 同位素内标 MRM 谱图

Fig.1 MRM chromatograms of 40 μg/L OTA and 0.8 μg/L isotope internal standard

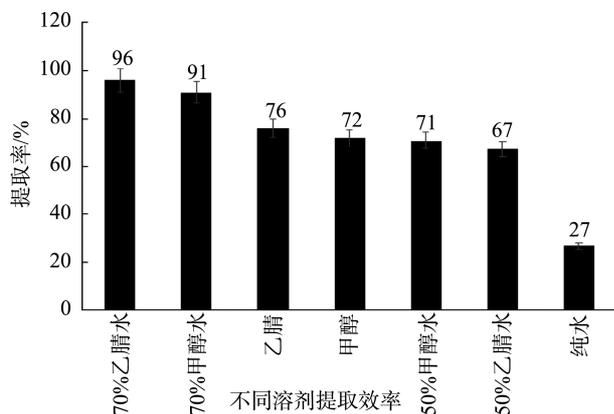


图 2 样品提取效率(n=3)

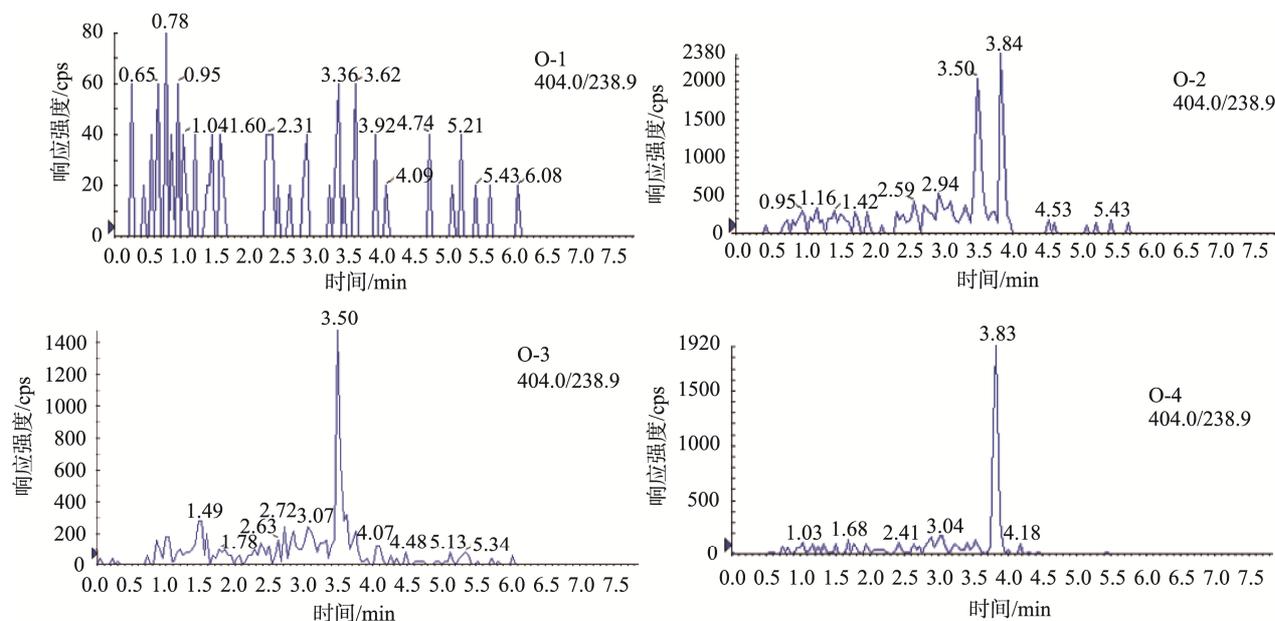
Fig.2 Sample extraction efficiency(n=3)

而 PriboFast® Multi-Toxin IAC 免疫亲和净化柱是通过抗原抗体反应, 将赭曲霉毒素抗体固定于柱内凝胶上, 样品中的赭曲霉毒素缓慢通过免疫亲和柱, 在柱内与抗体特异性结合, 之后洗涤免疫亲和柱, 除去未结合的其他物质, 再经过纯水、0.5%吐温水溶液、纯水依次洗涤, 最后用甲醇甲酸溶液洗脱目标物, 即可得到较为纯化的样品。由于免疫亲和柱具有较强特异性吸附, 富集和去除杂质功能明显, 比较适合于基质较为复杂的样品净化。

通过用 2 种净化柱对空白样品、基质样品及加标样品来进行净化检测分析。2 种净化柱净化后的空白样品均未

出现杂质和目标色谱峰。多功能净化柱净化的样品和加标样品均出现干扰色谱峰, 并且加标样品中有目标峰, 而经免疫亲和净化柱净化的基质样品和加标样品均未有干扰色谱峰出现, 加标样品中亦有目标峰出现。如图 3 所示, 说明色谱图中干扰色谱峰来源于样品, 多功能净化柱未能去除干扰物质, 而免疫亲和净化柱能净化彻底。

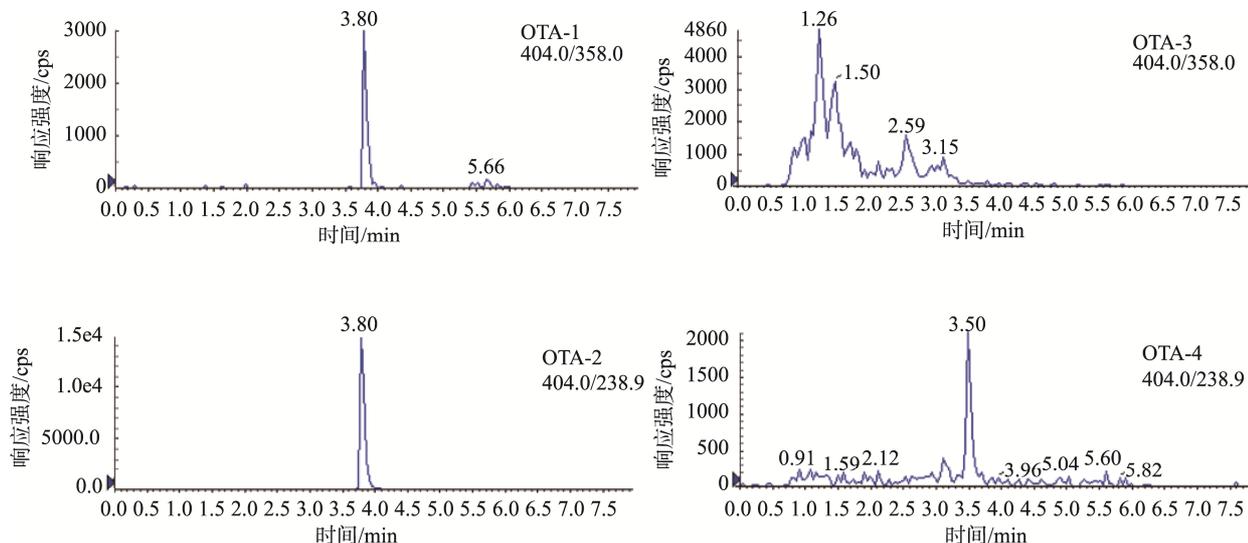
根据 OTA 标准品 MRM 谱图显示, 2 个子离子色谱峰均出峰较好, 而干扰色谱峰出现一个离子对峰(404.0/238.9), 另一个离子对峰(404.0/358.0)未出现; 再根据目标化合物中 2 个子离子(特征离子/定量离子)所对应的色谱峰面积的相对丰度比具有相对固定的数值, 而具有杂质的样品中目标化合物的 2 个子离子的相对丰度比与浓度相当的标准溶液相比, 其相对丰度偏差均在 80%以上, 严重偏离 GB 5009.96—2016《食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》<sup>[15]</sup>规定的范围(20%~50%); 最后依照试样中目标化合物色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较, OTA 标准品的保留时间为 3.81 min, 而具有杂质干扰样品的保留时间为 3.51 min, 保留时间偏差为 8.48%, 超出 GB 5009.96—2016 标准规定的±2.5%变化范围。综合图 3 和图 4 色谱峰的显示情况, 干扰峰实属杂质峰, 说明免疫亲和净化柱比多功能净化柱具有较好的净化效果, 因此普洱茶的前处理净化实验选择 PriboFast® Multi-Toxin IAC 免疫亲和净化柱。



注: O-1 为样品空白谱图; O-2 为多功能净化柱净化的样品加标谱图; O-3 为多功能净化柱净化的基质样品谱图; O-4 为免疫亲和净化柱净化的样品加标谱图。

图 3 样品 OTA 结果分析的 MRM 谱图

Fig.3 MRM Chromatogram analysis of OTA results in samples



注: OTA-1 及 OTA-2 为 100  $\mu\text{g/L}$  标准品 MRM 图, OTA-3 及 OTA-4 为干扰物的 MRM 图。

图 4 OTA 标准品与具有干扰色谱峰的样品离子对 MRM 谱图

Fig.4 MRM chromatogram of OTA standard and samples with impurities

#### 2.4.2 洗脱溶剂体积的选择

实验优化了甲醇:甲酸(98:2, V:V)洗脱液的体积,分别采用了 0.5、1、2、3、4 mL 的甲醇甲酸溶液作为洗脱液,对加标的茶叶样品进行洗脱实验,平均回收率如图 5 所示。洗脱溶剂体积为 2 mL 时,平均回收率高于 80%;洗脱溶剂体系高于 3 mL 时,赭曲霉毒素 A 的回收率稍有下降,可能是因为洗脱杂质的增加影响了质谱的响应。根据添加回收率和实验操作的实际需求,选择 2 mL 甲醇甲酸溶液作为洗脱液。

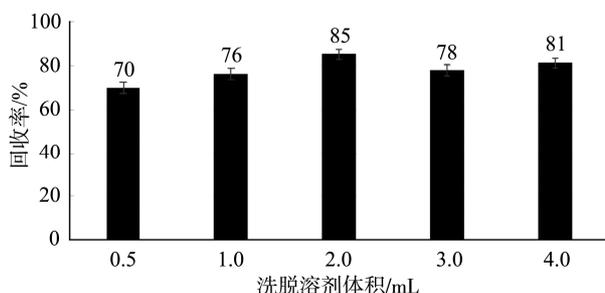


图 5 洗脱溶剂体积对茶叶中赭曲霉毒素 A 提取效率的影响( $n=3$ )

Fig.5 Effect of elution volumes on recovery of ochratoxin A in Pu-erh tea( $n=3$ )

## 2.5 方法学考察

#### 2.5.1 线性关系及检测限

OTA 及同位素内标选取优化的质谱参数,通过乙腈-甲酸水系统的洗脱,以定量离子峰的峰面积为纵坐标,质量浓度( $\mu\text{g/L}$ )为横坐标绘制标准曲线,在 0.5~199.5  $\mu\text{g/L}$  范围内具有良好的线性关系,线性方程为  $Y=839.4X-3905.1$ ,相关系数为 0.9993。以 3 倍信噪比(S/N)对应的浓度为检出限 0.1  $\mu\text{g/kg}$ ,10 倍信噪比对应的浓度为定量限 0.3  $\mu\text{g/kg}$ 。

#### 2.5.2 方法的回收率

选取未含目标物的普洱茶样品进行加标回收实验,精确称取 2.0 g 样品,分别添加至理论浓度为 10、30、50  $\mu\text{g/kg}$  3 种浓度进行加标回收实验,按照样品前处理条件进行处理并测定,每个添加浓度平行测定 6 次,并计算相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)考察方法精密性,结果见表 2。

表 2 OTA 的加标回收率( $n=6$ )  
Table 2 Recoveries of OTA ( $n=6$ )

名称	加标 10 $\mu\text{g/kg}$		加标 30 $\mu\text{g/kg}$		加标 50 $\mu\text{g/kg}$	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
OTA	92.5	3.25	95.6	2.18	95.3	2.84

## 2.6 样品检测分析

174 份普洱茶样品检测中,经过免疫亲和柱净化的检测结果均为未检出。

## 3 讨论与结论

OTA 具有极大的危害性,分布较为广泛,对人类健康和食品安全产生了严重的影响。普洱茶样品经过本方法的检测确认,174 份普洱茶均未检测出 OTA,说明普洱茶具有较好的安全性,可以放心饮用。由于普洱茶的基质较为复杂,样品前处理净化应采用免疫亲和柱,避免假阳性结果的产生,但由于成本较高,难于满足基层实验室对批量样品监测工作的需要,下一步将探索通过玻璃纤维滤纸或活性炭等低成本材料的净化洗脱方式进行深入研究分析,验证能否达到实验

检测要求。实验工作中进行数据分析时, 排除样品的假阳性结果需要注意离子丰度比、保留时间以及定性定量离子等几方面是否均与标准品一致。虽然 OTA 的检测方法趋于成熟, 但对于基质较为复杂且具有特殊制作工艺的普洱茶样品还未出台具体的国家规定及标准检测方法, 本方法可适用于茶叶中 OTA 的检测分析, 从而提供更为科学、准确的检测数据, 为政府职能部门今后制定标准提供依据, 进一步保障人民饮食安全, 维护人民身体健康。

## 参考文献

- [1] 赵军. 赭曲霉毒素 A 直接竞争 ELISA 试剂盒的研制[D]. 郑州: 郑州大学, 2018.  
ZHAO J. Development of ochratoxin A competitive direct ELISA kit [D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2018.
- [2] 赵振军, 刘勤晋. 普洱茶中真菌研究进展[J]. 茶叶科学, 2014, 34(3): 205–212.  
ZHAO ZJ, LIU QJ. Research progress of fungi in Pu'er tea [J]. Tea Sci, 2014, 34(3): 205–212.
- [3] 黄琳. 赭曲霉毒素 A 电化学检测新方法建立[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2015.  
HUANG L. Development of new electrochemical detection methods for ochratoxin A [D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2015.
- [4] 周才碧, 陈文品, 赵振军, 等. 普洱茶优势菌株赭曲霉的功能和安全性研究[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(24): 160–163.  
ZHOU CB, CHEN WP, ZHAO ZJ, *et al.* Research on function and safety of aspergillus ochraceus, a preponderant fungus during the fermentative process of Pu'er tea [J]. Food Res Dev, 2015, 36(24): 160–163.
- [5] 刘青, 邹志飞, 余场扬, 等. 食品中真菌毒素法规限量标准概述[J]. 中国酿造, 2017, 36(1): 12–18.  
LIU Q, ZHOU ZF, YU YY, *et al.* Review of regulations of mycotoxins limit standard in foods [J]. China Brew, 2017, 36(1): 12–18.
- [6] GB 2761—2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量[S].  
GB 2761—2017 National food safety standard-Limits of mycotoxins in food [S].
- [7] 马燕, 张冬莲, 苏小琴, 等. 茶叶中真菌毒素污染的国内外研究概况[J]. 中国食品卫生杂志, 2014, 26(6): 627–631.  
MA Y, ZHANG DL, SU XQ, *et al.* Review of the studies on the contamination of mycotoxins in tea [J]. Chin J Food Hyg, 2014, 26(6): 627–631.
- [8] 姜依何, 胥伟, 朱旗. 黑茶真菌污染研究进展及探讨[J]. 茶叶科学, 2018, 38(3): 227–236.  
JIANG YH, XU W, ZHU Q. Research progress and discussion on fungal contamination of dark tea [J]. Tea Sci, 2018, 38(3): 227–236.
- [9] 胥伟, 姜依何, 田双红, 等. 基于色谱-质谱技术分析高湿条件下霉变黑毛茶品质成分变化及真菌毒素残留[J]. 食品科学, 2019, 40(20): 293–298.  
XU W, JIANG YH, TIAN SH, *et al.* Analysis of quality components and mycotoxins residues in mildewed raw dark tea with high humidity by liquid chromatography and mass spectrometry [J]. Food Sci, 2019, 40(20): 293–298.
- [10] 刘妍, 谭贵良, 刘子雄, 等. 发酵茶中多种真菌毒素超高效液相色谱-串联质谱法的测定[J]. 现代食品科技, 2016, 32(8): 322–327.  
LIU Y, TAN GL, LIU ZX, *et al.* Determination of various mycotoxins in fermented tea by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Mod Food Sci Technol, 2016, 32(8): 322–327.
- [11] 蔡伟谊, 毛新武, 林子豪, 等. 在线免疫亲和固相萃取-高效液相色谱法快速测定食品中赭曲霉毒素 A[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(12): 3100–3106.  
CAI WY, MAO XW, LIN ZH, *et al.* Rapid and sensitive determination of ochratoxin A in foods by on-line automatic immunoaffinity solid-phase extraction with high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(12): 3100–3106.
- [12] 李文廷, 梁志坚, 张瑞雨, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定谷物及其制品中 11 种真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(10): 3747–3755.  
LI WT, LIANG ZJ, ZHANG RY, *et al.* Determination of 11 kinds of mycotoxins in grains and its products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(10): 3747–3755.
- [13] 莫瑾, 龚强, 周慧平, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测茶叶中的赭曲霉毒素 A[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(1): 182–187.  
MO J, GONG Q, ZHOU HP, *et al.* Determination of ochratoxin A in tea by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(1): 182–187.
- [14] 熊欣, 刘青, 张广文, 等. QuEChERS/LC-MS/MS 法测定食品中 7 种真菌毒素[J]. 分析测试学报, 2018, 37(9): 1008–1013.  
XIONG X, LIU Q, ZHANG GW, *et al.* Detection of seven mycotoxins in foods by LC-MS/MS with QuEChERS [J]. J Instrum Anal, 2018, 37(9): 1008–1013.
- [15] GB 5009. 96—2016. 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定[S].  
GB 5009. 96—2016 National food safety standard-Determination of ochratoxin A in food [S].
- [16] 孙月, 赵晋铭, 贾雯晴, 等. 固相萃取-高效液相色谱串联质谱法检测粮食中赭曲霉毒素 A[J]. 江苏农业学报, 2016, 32(6): 1416–1420.  
SUN Y, ZHAO JM, JIA WQ, *et al.* Application of solid-phase extraction to determination of ochratoxin A in grains by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Jiangsu J Agric Sci, 2016, 32(6): 1416–1420.

(责任编辑: 韩晓红)

## 作者简介



李文廷, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。  
E-mail: lwt0883@qq.com



陈俊秀, 主管技师, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。  
E-mail: 752110643@qq.com

张茂镛, 硕士, 主任医师, 主要研究方向为疾病预防与控制。  
E-mail: zhangmaorong2@sina.com