

# QuEChERS-高效液相色谱-柱后光化学衍生法测定 粮谷类食品中黄曲霉毒素

姚誉阳<sup>1</sup>, 顾妍丽<sup>1\*</sup>, 吴宇伉<sup>1</sup>, 朱鹏飞<sup>1</sup>, 孟元华<sup>1,2</sup>, 朱慧敏<sup>1</sup>

(1. 无锡市疾病预防控制中心, 无锡 214023; 2. 江南大学公共卫生研究中心, 无锡 214122)

**摘要: 目的** 建立 QuEChERS-高效液相色谱-柱后光化学衍生法测定粮谷类食品中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的分析方法。**方法** 样品经过 1%甲酸-乙腈提取, MgSO<sub>4</sub>+C<sub>18</sub>+PSA 净化, 高效液相色谱-柱后光化学衍生法检测。**结果** 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub> 和黄曲霉毒素 B<sub>2</sub>、G<sub>2</sub> 分别在 0.5~20、0.125~5 μg/L 范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, 方法检出限为 0.1~0.3 μg/kg, 定量限为 0.3~1.0 μg/kg, 加标回收率为 86.4%~97.8%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.9%~6.3%。**结论** 该方法前处理简便, 回收率稳定, 测定结果准确, 成本低廉, 可用于粮谷类食品中黄曲霉毒素的大批量检测。

**关键词:** QuEChERS 提取; 高效液相色谱法; 柱后光化学衍生法; 粮谷类食品; 黄曲霉毒素

## Determination of aflatoxin in cereal food by QuEChERS-high performance liquid chromatography with post-column photochemical derivatization

YAO Yu-Yang<sup>1</sup>, GU Yan-Li<sup>1\*</sup>, WU Yu-Kang<sup>1</sup>, ZHU Peng-Fei<sup>1</sup>, MENG Yuan-Hua<sup>1,2</sup>, ZHU Hui-Min<sup>1</sup>

(1. Wuxi Centre for Disease Control and Prevention, Wuxi 214023, China; 2. Public Health Research Centre, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub> in cereal food by QuEChERS-high performance liquid chromatography with post-column photochemical derivatization. **Methods** The sample was extracted with 1% formic acid-acetonitrile, purified by MgSO<sub>4</sub>+C<sub>18</sub>+PSA and detected by high performance liquid chromatography with post-column photochemical derivatization. **Results** Aflatoxin B<sub>1</sub>, G<sub>1</sub> and Aflatoxin B<sub>2</sub>, G<sub>2</sub> were good in linear relationship between 0.5–20 and 0.125–5 μg/L separately, and the relative coefficients were more than 0.999. The limits of detection (LOD) of the method were 0.1–0.3 μg/kg and the limits of quantification (LOQ) were 0.3–1.0 μg/kg. The recoveries of the method were 86.4%–97.8%, and the relative standard deviations were 2.9%–6.3%. **Conclusion** This method has simple pretreatment, stable recovery, accurate determination and low cost, and can be applied for the mass detection of aflatoxin in cereal food.

**KEY WORDS:** QuEChERS extraction; high performance liquid chromatography; post-column photochemical derivatization; cereal food; aflatoxin

基金项目: 无锡市“科教强卫工程”项目(CXPT(SYS)002)、江南大学公共卫生研究中心项目(JUPH201818)

Fund: Supported by Wuxi "Science Education Strengthening Sanitation" Project (CXPT(SYS)002), and Jiangnan University Public Health Research Center Project (JUPH201818)

\*通信作者: 顾妍丽, 主管技师, 主要研究方向为食品和水的理化检验。E-mail: 296559670@qq.com

\*Corresponding author: GU Yan-Li, Technician, Wuxi Centre for Disease Control and Prevention, No499, Jincheng Road, Wuxi 214023, China. E-mail: 296559670@qq.com

## 0 引言

黄曲霉毒素(aflatoxin, AFT)是由黄曲霉菌和寄生曲霉在一定的温度和湿度条件下产生的一类真菌毒素<sup>[1]</sup>。世界卫生组织国际癌症研究机构于1993年将其划定为1类致癌物质<sup>[2]</sup>。常见的AFT类有B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>,其中AFT B<sub>1</sub>的毒性和在自然界中的含量均最大。AFT具有诱导突变、抑制免疫和致癌等作用,其主要靶器官为肝脏。我国GB 2761—2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》规定玉米、玉米面(渣、片)及其制品、花生及其制品中AFT B<sub>1</sub>限量为20 μg/kg,稻谷、糙米、大米中AFT B<sub>1</sub>限量为10 μg/kg,小麦、大麦、其他谷物等中AFT B<sub>1</sub>限量为5 μg/kg。黄曲霉毒素主要检测方法有薄层色谱法<sup>[3]</sup>、酶联免疫法<sup>[4]</sup>、液相色谱串联质谱法<sup>[5-6]</sup>、高效液相色谱法<sup>[7-8]</sup>等。其中薄层色谱法已基本淘汰,酶联免疫法主要用于AFT B<sub>1</sub>的快速筛查。液相色谱串联质谱法由于基质抑制效应对定量准确性影响较大。高效液相色谱-荧光检测器法灵敏度、准确度、重现性均较好。AFT的净化方法主要采用免疫亲和柱法<sup>[9-10]</sup>,此法步骤繁琐,处理时间长且检测成本高,不利于黄曲霉毒素的大批量检测。QuEChERS(quick、easy、cheap、effective、rugged、safe),是近年来国际上最新发展起来的一种用于农产品检测的快速样品前处理技术。QuEChERS净化法在蔬菜、粮食的有机污染物检测中广泛应用,其步骤简便、处理时间短、成本低廉,能快速有效地去除蛋白质、脂类、色素、水分等杂质<sup>[11-14]</sup>。经查阅文献,采用QuEChERS-高效液相色谱-柱后光化学衍生法测定粮谷类食品中4种黄曲霉毒素尚未见报道。本研究建立了QuEChERS-高效液相色谱-柱后光化学衍生法测定粮谷类食品中4种黄曲霉毒素,以期解决传统的免疫亲和柱净化法耗时长、检测成本高等问题。

## 1 材料与方 法

### 1.1 主要仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪(配荧光检测器,美国Agilent公司);苏微 SW-3 柱后光化学衍生器(江苏省苏微微生物研究有限公司);Milli Q 型超纯水机(美国Millipore公司);SK3200H 型超声仪(上海科导超声仪器有限公司)。

黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>(其中B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>浓度为2 μg/mL, B<sub>2</sub>、G<sub>2</sub>浓度为0.5 μg/mL,美国Romer Labs公司);甲醇、乙腈(色谱纯,德国Merk公司);甲酸(色谱级,上海安谱实验科技有限公司);无水MgSO<sub>4</sub>、NaCl(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);C<sub>18</sub>、乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)粉末(美国Agilent公司);实验用水为Milli Q超纯水。

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 样品前处理

称取5 g(精确至0.01 g)粉碎均匀的样品于50 mL离心管中,加水5 mL,涡旋30 s使充分润湿,加入10 mL 1%甲酸乙腈溶液,涡旋1 min后超声15 min,加入4 g无水MgSO<sub>4</sub>和1 g NaCl,涡旋1 min,4000 r/min离心5 min。吸取上清液1.5 mL于预先装有200 mg无水MgSO<sub>4</sub>、75 mg C<sub>18</sub>和50 mg PSA粉末的2 mL离心管中,涡旋1 min,6000 r/min离心5 min,取上清液过0.22 μm微孔滤膜,滤液置于进样小瓶中待测。

### 1.2.2 标准溶液的配制

准确吸取1 mL黄曲霉毒素标准物质(其中B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>浓度为2 μg/mL, B<sub>2</sub>、G<sub>2</sub>浓度为0.5 μg/mL)于10 mL容量瓶中,用甲醇:水(1:1, V:V)定容,混匀后得到B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>为200 μg/L, B<sub>2</sub>、G<sub>2</sub>为50 μg/L的混合标准标准储备液。

### 1.2.3 仪器条件

色谱柱为菲罗门Luna C<sub>18</sub>柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm, 美国菲罗门公司);流动相为甲醇-水(48:52, V:V)等度洗脱,流量为1 mL/min,柱温30 °C,进样量20 μL,荧光发射波长360 nm,荧光吸收波长440 nm。采用光化学柱后衍生器,紫外灯照射波长为254 nm。

## 2 结果与分析

### 2.1 样品提取条件的优化

取不含黄曲霉毒素的米粉样品5.00 g进行加标实验,AFT B<sub>1</sub>、G<sub>1</sub>加标量为10 μg/kg, B<sub>2</sub>、G<sub>2</sub>加标量为2.5 μg/kg,放置过夜,使黄曲霉毒素充分渗透到大米基质中,以此来探索前处理条件。

#### 2.1.1 加水量的优化

秦德萍<sup>[13]</sup>研究了QuEChERS法提取大米中的有机磷农药,发现加入适量的水提取效果更好。这可能是由于QuEChERS法最初为含水率在75%以上的样品设计,而大米含水率为15%左右。为提高样品含水率,本研究分别在5 g大米中加入0、3、5、8、10、12 mL纯水,粗提取后,发现加入5 mL纯水后4种黄曲霉毒素提取效率均最高,故采用加入5 mL纯水润湿。

#### 2.1.2 加入盐析试剂的优化

QuEChERS提取法中常用的盐析试剂为无水MgSO<sub>4</sub>和NaCl<sup>[14]</sup>。考察了不同组合的2种试剂用量:无水MgSO<sub>4</sub> 4 g,无水MgSO<sub>4</sub> 5 g,无水MgSO<sub>4</sub> 6 g,无水MgSO<sub>4</sub> 4 g+NaCl 1 g,无水MgSO<sub>4</sub> 3 g+NaCl 2 g,经提取实验发现无水MgSO<sub>4</sub> 4 g+NaCl 1 g提取效率均最高,无水MgSO<sub>4</sub>加入5 g以上易结块,造成提取效率下降。故盐析试剂采用MgSO<sub>4</sub> 4 g+NaCl 1 g。

#### 2.1.3 提取条件的选择

实验发现涡旋与超声提取4种黄曲霉毒素回收率相

差不多,但实际样品仅用涡旋提取测得值偏低。这可能是由于实际样品由霉菌产生的黄曲霉毒素可通过代谢进入到植物细胞内,超声有利于细胞破碎,使提取更充分<sup>[11]</sup>。实验发现超声 15 min 以上提取效率无明显变化。故采用涡旋 1 min 后超声提取 15 min。

#### 2.1.4 提取溶剂的选择

考察了黄曲霉毒素常用的提取溶剂及组合<sup>[14]</sup>: 甲醇、乙腈、1%甲酸-甲醇、1%甲酸-乙腈、1%甲酸-乙腈:甲醇(90:10, V:V), 结果如图 1。结果表明,乙腈提取效果优于甲醇,且酸化乙腈提取效率进一步提高。这可能是由于大米等粮谷类食物中主要杂质是蛋白质,乙腈沉淀蛋白质的效果比甲醇更好,加入少量甲酸更利于蛋白质的变性。实验中也发现,乙腈提取后上清液比甲醇提取更为清澈。经典 QuEChERS 提取法也是用乙腈作为提取剂。国标方法中采用乙腈:水(84:16, V:V)提取,本方法已在 2.1.1 中研究了加水量对提取的影响,故有机溶剂中不再加水。实际上本方法采用 10 mL 1%甲酸-乙腈和 5 mL 水(66:34, V:V)提取,提取液中水的比例比国标法大。这可能是由于本方法加入了盐析试剂(见 2.1.2),需要更多的水参与两相分配。

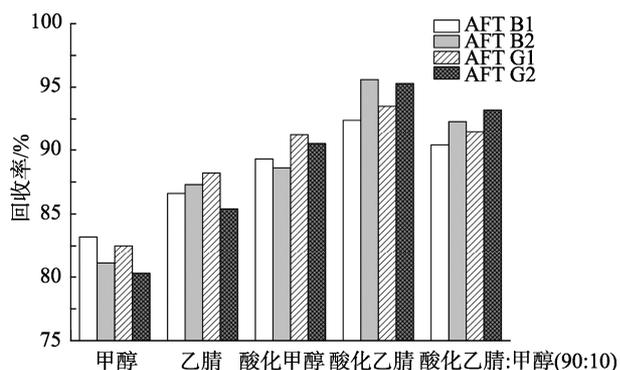


图 1 不同溶剂对回收率的影响 (n=3)

Fig.1 Effect of different solutions on the recovery rate (n=3)

## 2.2 样品净化条件的优化

样品经 1%甲酸-乙腈提取离心后,其上清液中还存在大量杂质<sup>[12]</sup>,会影响到目标物质的测定,故需采用进一步净化。针对大米等粮谷类食品中的成分,选用无水  $MgSO_4$  吸附水分和水溶性杂质,  $C_{18}$  吸附糖类、油脂等非极性组分, PSA 吸附糖类、有机酸、脂肪酸、极性色素等杂质<sup>[11-12,14]</sup>。

取 1.5 mL 提取液于 2 mL 离心管中,分别加入 50、100、150、200、250、300 mg 无水  $MgSO_4$ , 经过涡旋、离心等步骤后测定,发现加入 200 mg 时 4 种黄曲霉毒素回收率最高,继续加入,则回收率下降。这可能是随着无水  $MgSO_4$  的加入,提取液中少量水分和水溶性杂质被吸附,有利于目标物质向乙腈中转移<sup>[14]</sup>,但无水  $MgSO_4$  的加入量过大会出现结块现象,导致其与提取液中目标物质接触

面积变小,同时其吸水过程中产生大量热,也会降低提取效率。同法,加入  $C_{18}$  10、25、50、75、100、125 mg,发现加入 75 mg 时回收率最高,继续加入则回收率下降。加入 PSA 10、25、50、75、100、125 mg,加入 50 mg 时回收率较高,之后回收率下降。这可能是由于  $C_{18}$  和 PSA 选择性吸附了大量杂质,有利于目标物质释放到提取液中,但是  $C_{18}$  和 PSA 过多也会对目标物质产生一定吸附。综合考察,本研究采用净化试剂为无水  $MgSO_4$  200 mg、 $C_{18}$  75 mg、PSA 50 mg。

## 2.3 色谱条件的优化

### 2.3.1 色谱柱的选择

本研究考察了菲罗门 Luna  $C_{18}$  柱、Agilent Eclipse XDB- $C_{18}$  柱(美国 Agilent 公司)、Thermo ODS-2  $C_{18}$  柱(美国赛默飞公司)3 种色谱柱,规格均为 250 mm×4.6 mm, 5  $\mu m$ 。结果发现 Thermo 柱基线波动相对较大,Agilent 柱和菲罗门柱效果相似,菲罗门柱峰型和线性更佳,故采用菲罗门  $C_{18}$  柱。

### 2.3.2 流动相比例的选择

本研究采用甲醇和水等度洗脱,当甲醇:水=50:50(V:V)时,4 种物质的峰基本分离,但是 AFT  $G_1$ 、 $G_2$  未达到基线分离。流动相比例调整为甲醇:水=48:52(V:V)时,4 种物质均达到基线分离。故本研究采用此流动相条件。

### 2.3.3 检测方式的选择

黄曲霉毒素的高效液相色谱测定方法主要有三氟乙酸柱前衍生法、碘溶液柱后衍生法、光化学柱后衍生法。其中三氟乙酸柱前衍生法操作烦琐,试剂具有较强的腐蚀性,增加操作人员和黄曲霉毒素接触的机会,对健康有影响。且衍生化以后 4 种黄曲霉毒素峰型对称性降低,对定量产生影响<sup>[8]</sup>。柱后碘衍生法对试剂的要求较高,且衍生化温度高达 70  $^{\circ}C$ ,不利于节能环保<sup>[15]</sup>。光化学柱后衍生法操作简便,可达到在线实时检测,不消耗化学试剂,耗能少,且灵敏度高,重现性好,明显优于其他 2 种衍生化法。本研究考察了苏微 SW-3 型柱后光化学衍生器,采用 254 nm 紫外灯照射,实现在线检测。开机预热 1 h 后既达到稳定状态,各项指标均达到满意效果。

图 2 为 4 种黄曲霉毒素标准溶液色谱图,可见 4 种黄曲霉毒素均达到基线分离,且峰型良好,基线波动小,满足分析要求。

## 2.4 方法学考察

### 2.4.1 线性关系及检出限、定量限

配制 AFT  $B_1$ 、 $G_1$  为 0.5、1、2、4、10、16、20  $\mu g/L$ , AFT  $B_2$ 、 $G_2$  为 0.125、0.25、0.5、1、2、4、5  $\mu g/L$  的系列标准溶液。以 3 倍信噪比计算检出限(limits of detection, LOD), 10 倍信噪比计算定量限(limits of quantification,

LOQ)。相关结果见表 1。由表 1 可见 4 种黄曲霉毒素标准曲线线性关系良好, 检出限为 0.1~0.3  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 定量限为 0.3~1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 满足检测要求。

#### 2.4.2 回收率及精密度

在阴性样品中分别添加低、中、高 3 个浓度的黄曲霉毒素进行加标回收实验, 4 种黄曲霉毒素的回收率为 86.4%~97.8%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 2.9%~6.3%。结果如表 2 所示。可见此方法回收率较高, 且重现性较好, 可满足不同粮谷类食品中黄曲霉毒素的测定。

#### 2.4.3 本法与国标方法比对

按照 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》的方法进行对照实验。取 5.00 g 大米置于 50 mL 离心管, 按照 3.1 的方法加标。加入 20 mL 乙腈-水溶液(84:16, V:V), 涡旋混匀, 超声 20 min, 在 6000 r/min 下离心 10 min。准确移取上清液 4 mL, 加入 46 mL 1%的 PBS(pH=7.4)溶液, 混匀。将免疫亲和柱内的液体放弃后, 将上述样液移至 50 mL 注射器筒中, 过免疫亲和柱, 再用 2×10 mL 水淋洗, 真空泵抽干, 2×1 mL 甲醇洗脱, 收集洗脱液, 50  $^{\circ}\text{C}$ 下氮气吹至近干, 用初始流动性定容至 1.0 mL, 涡旋 30 s。0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤后待测。

对比结果见表 3。从表 3 可以看出, 本方法和国标方法的回收率和 RSD 无明显差异。虽然本方法的检出限和定量限是国标方法的 2 倍, 但是考虑到粮谷类食品 AFT B<sub>1</sub> 的限量为 5~20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 因此用本方法测定时灵敏度也足够。本方法的主要优点是大大简化了前处理过程, 降低了测定成本, 在一定程度上可取代国标方法。

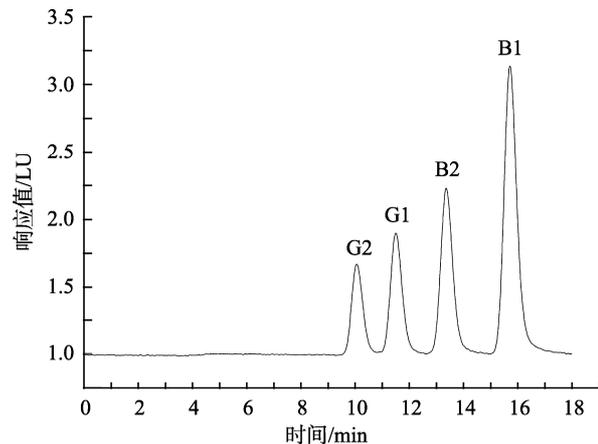


图 2 AFT B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub> 和 G<sub>2</sub> 标准溶液色谱图  
Fig.2 Chromatogram of the standard solution of AFT B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> and G<sub>2</sub>

表 1 4 种黄曲霉毒素的线性范围、回归方程、相关系数和检出限、定量限

Table 1 Linear ranges, regression equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantification of 4 kinds of aflatoxins

物质名称	线性范围/( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	回归方程	相关系数	检出限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	定量限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
AFT B <sub>1</sub>	0.5~20	$Y=5.442X+0.6359$	0.99972	0.3	1.0
AFT B <sub>2</sub>	0.125~5	$Y=13.12X-0.7284$	0.99967	0.1	0.3
AFT G <sub>1</sub>	0.5~20	$Y=2.417X-0.7152$	0.99986	0.3	1.0
AFT G <sub>2</sub>	0.125~5	$Y=5.914X-0.1432$	0.99990	0.1	0.3

表 2 方法的回收率及精密度实验(n=6)

Table 2 Recoveries and precisions of the method (n=6)

物质名称	添加量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	米粉		面粉		玉米粉	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
AFT B <sub>1</sub>	5	89.6	6.3	90.2	5.5	86.4	6.2
	10	92.4	5.5	93.4	5.0	90.5	5.4
	20	95.3	3.2	94.5	3.4	95.2	4.1
AFT G <sub>1</sub>	5	88.8	6.1	87.5	5.9	89.7	5.8
	10	93.5	4.3	91.5	4.9	91.4	4.7
	20	97.3	3.0	95.7	4.0	96.3	3.6
AFT B <sub>2</sub>	1.25	92.5	5.8	91.1	6.0	90.4	5.5
	2.5	95.6	4.3	94.3	5.2	92.5	4.6
	5	97.1	2.9	96.8	3.7	96.7	3.3
AFT G <sub>2</sub>	1.25	91.7	6.0	90.2	5.2	88.8	6.1
	2.5	95.3	4.2	94.3	4.3	91.7	5.0
	5	96.7	3.1	97.8	3.5	95.4	3.2

表 3 本方法与国标方法比较(n=6)  
Table 3 Comparison of this method with the national standard method (n=6)

物质名称	考察项目	本方法	国标方法
AFT B <sub>1</sub>	LOD/(μg/kg)	0.3	0.15
	LOQ/(μg/kg)	1.0	0.5
	回收率/%	92.5	93.6
	RSD/%	5.5	5.9
AFT G <sub>1</sub>	LOD/(μg/kg)	0.3	0.15
	LOQ/(μg/kg)	1.0	0.5
	回收率/%	93.5	92.8
	RSD/%	4.3	4.8
AFT B <sub>2</sub>	LOD/(μg/kg)	0.1	0.05
	LOQ/(μg/kg)	0.3	0.15
	回收率/%	95.6	96.1
	RSD/%	4.3	4.7
AFT G <sub>2</sub>	LOD/(μg/kg)	0.1	0.05
	LOQ/(μg/kg)	0.3	0.15
	回收率/%	95.3	94.2
	RSD/%	4.2	4.5

### 2.5 实际样品的测定

从农贸市场、超市等采集大米、米粉、面粉、玉米粉等粮谷类食品 55 件, 其中 2 件检出黄曲霉毒素, 均未超过国家标准。

## 3 结论

本研究建立了一种 QuEChERS-高效液相色谱-柱后衍生法测定粮谷类食品中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 的方法。该方法前处理简便, 回收率稳定, 测定结果准确, 成本低廉, 可用于粮谷类食品中黄曲霉毒素的大批量检测。

### 参考文献

[1] 吴永宁. 现代食品安全科学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003.  
WU YN. Modern food safety science [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2003.

[2] MEDINA A, RODRIGUEZ A, MAGAN N. Effect of climate change on *Aspergillus flavus* and aflatoxin B<sub>1</sub> production [J]. *Front Microbiol*, 2014, 5: 348.

[3] 冯莉. 薄层色谱法检测玉米中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>[J]. 现代畜牧科技, 2018, 44(8): 20.  
FEN L. Determination of aflatoxin B<sub>1</sub> in corn by TLC [J]. *Mod Anim Husb Sci Technol*, 2018, 44(8): 20.

[4] 杨东顺, 王莉丽, 马芙蓉, 等. 酶联免疫吸附法测定云南铁皮石斛中黄

曲霉毒素 B<sub>1</sub>[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 19(11): 7052-7056.

YANG DS, WANG LL, MA FR, *et al*. Determination of aflatoxin B<sub>1</sub> in *dendrobium candidum* of Yunnan province by enzyme linked immunosorbent assay method [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 19(11): 7052-7056.

[5] 张艾青. 高效液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿辅助饼干食品中黄曲霉毒素及其同系物[J]. 理化检验, 2020, 56(5): 570-576.  
ZHANG AQ. HPLC-MS/MS determination of aflatoxins and their homologus in supplementary cookies for infants and young children [J]. *Phys Test Chem Anal*, 2020, 56(5): 570-576.

[6] 林素琼, 白伟娟, 柳训才, 等. 超高效液相色谱-串联质谱联用技术测定燕窝中黄曲霉毒素[J]. 食品科技, 2020, 45 (11): 312-316.  
LIN SQ, BAI WJ, LIU XC, *et al*. Determination of aflatoxin in edible birds nest using UPLC-MS/MS [J]. *Food Sci Technol*, 2020, 45(11): 312-316.

[7] 朱鹏飞, 刘文卫, 凌霞, 等. 光化学衍生-高效液相色谱法测定粮谷类食品中黄曲霉毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(5): 1798-1802.  
ZHU PF, LIU WW, LIN X, *et al*. Determination of aflatoxins in cereal food by high performance liquid chromatography with post-column derivatization [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(5): 1798-1802.

[8] 朱鹏飞, 刘文卫, 凌霞, 等. 柱前衍生-高效液相色谱荧光法测定粮谷类食物中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(3): 807-809.  
ZHU PF, LIU WW, LIN X, *et al*. Determination of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub> in cereal food by high performance liquid chromatography with fluorescence detector and pre-column derivatization [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2015, 25(3): 807-809.

[9] 董靖, 张潇, 刘越, 等. 2 种高效液相色谱仪测定芝麻酱中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(7): 2190-2196.  
DONG J, ZHANG X, LIU Y, *et al*. Uncertainty evaluation for the determination of aflatoxin B<sub>1</sub> in sesame sauce by 2 kinds of high performance liquid chromatograph [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(7): 2190-2196.

[10] 李桂杰, 马志为, 顾风云, 等. 大米中黄曲霉毒素前处理方法的比较[J]. 现代食品, 2020, 65(10): 190-194.  
LI GJ, MA ZW, GU FY, *et al*. Comparison of pretreatment methods of aflatoxin in rice [J]. *Mod Food*, 2020, 11(7): 190-194.

[11] 程盛华, 杨春亮, 曾绍东, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定植物油中黄曲霉毒素[J]. 化学试剂, 2015, 37(10): 897-902.  
CHENG LH, YANG GL, ZENG SD, *et al*. Determination of four kinds of aflatoxin in vegetable oil using QuEChERS- ultra-high performance liquid chromatography/triple quadrupole mass spectrometry (UPLC-MS/MS) [J]. *Chem Reag*, 2015, 37(10): 897-902.

[12] 梁剑锋, 李亚, 梁燕妮, 等. QuEChERS 萃取-UPLC-MS/MS 测定花生酱中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 方法的研究[J]. 中国调味品, 2020, 45(5): 182-185.  
LIANG JF, LI Y, LIANG YN, *et al*. Study on determination of aflatoxin B<sub>1</sub> in peanut butter by QuEChERS extraction and UPLC-MS/MS [J]. *China Cond*, 2020, 45(5): 182-185.

[13] 秦德萍. QuEChERS-气相色谱法测定大米中 7 种有机磷农药残留[J]. 中国粮油学报, 2017, 32(12): 121-125.  
QING DP. Determination of 7 organic phosphorus pesticides in rice by QuEChERS-gas chromatography [J]. *J Chin Cere Oils Ass*, 2017, 32(12):

121-125.

- [14] 李莉, 李硕. 分散固相萃取-超高效液相色谱-质谱串联法同时测定玉米油中 4 种黄曲霉毒素[J]. 化学计量分析, 2020, 29(6): 182-185.  
LI L, LI S. Simultaneous determination of 4 kinds of aflatoxins in corn oil by dispersive solid phase extraction combined with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chem Anal Meter, 2020, 29(6): 182-185.
- [15] 蔡雪, 周川, 杨淑芬, 等. 大米中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 酶联免疫法与液相色谱-柱后衍生法的比对探讨[J]. 现代食品, 2019, 58(11): 186-191.  
CAI X, ZHOU C, YANG SF, *et al.* Comparison of aflatoxin B<sub>1</sub> ELISA and liquid chromatography-post-column derivatization in rice [J]. Mod Food, 2019, 58(11): 186-191.

(责任编辑: 于梦娇)

## 作者简介



姚誉阳, 实验师, 主要研究方向为理化检验, 有机污染物的检测。

E-mail: 657659592@qq.com



顾妍丽, 主管技师, 主要研究方向为食品和水的理化检验。

E-mail: 296559670@qq.com