

QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定花生及土榨花生油中9种真菌毒素

吴基任*, 潘望, 谭高好, 潘永波, 王承业, 林青, 梁凤雅

(海南省食品检验检测中心, 海口 570314)

摘要: 目的 建立 QuEChERS 净化-超高效液相色谱-串联质谱法 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 测定花生及土榨花生油中 9 种真菌毒素的分析方法。

方法 样品经 1% 甲酸甲醇溶液提取, 用 QuEChERS 分散吸附剂净化除杂, 以 0.1% 甲酸水溶液和乙腈为流动相梯度洗脱, 经 ACE Excel 3 C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 3 μm) 分离, 在电喷雾 (electrospray ionization, ESI) 正负离子切换扫描模式下, 采用多反应监测 (multiple reaction monitoring, MRM) 进行分析, 外标法进行定量。

结果 9 种真菌毒素在 0.5~50 μg/L 的浓度范围内线性关系良好, 相关系数 (r^2) ≥ 0.9937, 检出限和定量限分别为 0.03~1.14 μg/kg 和 0.10~3.50 μg/kg。在低、中、高 3 个添加水平 (2、10、20 μg/kg) 下的回收率为 73.1%~117.7%, 相对标准偏差范围为 0.6%~6.5% 之间 ($n=6$)。 **结论** 本方法操作简单、灵敏度高、适用性强, 适用于花生及土榨花生油等 9 种真菌毒素的快速筛查及定量检测。

关键词: QuEChERS; 超高效液相色谱-串联质谱法; 土榨花生油; 真菌毒素; 超高比表面积单壁碳纳米管

Determination of 9 kinds of mycotoxins in peanuts and flavor peanut oil by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WU Ji-Ren*, PAN Wang, TAN Gao-Hao, PAN Yong-Bo, WANG Cheng-Ye, LIN Qing, LIANG Feng-Ya

(Hainan Institute for Food Control, Haikou 570314, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of 9 kinds of mycotoxins in peanuts and flavor peanut oil by QuEChERS extraction technology and ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted with 1% formic acid methanol solution, purified with QuEChERS dispersed adsorbent, eluted with 0.1 % formic acid aqueous solution and acetonitrile as mobile phase, and separated by ACE Excel 3 C₁₈ column (2.1 mm×100 mm, 3 μm). In the electrospray ionization (ESI) positive and negative ion switching scanning mode, the samples were analyzed by multi-reaction monitoring multiple reaction monitoring (MRM) and quantified by external standard method. **Results** Nine kinds of mycotoxins had good linear relationships in the concentration range of 0.5–50 μg/L, the correlation coefficient (r^2) ≥ 0.9937, the detection limits and quantitative limits were 0.03–1.14 μg/kg and 0.10–3.50 μg/kg, respectively. The

基金项目: 海南省重点研发计划项目(ZDYF2019111)

Fund: Supported by the Hainan Province Key Research and Development Program (ZDYF2019111)

*通信作者: 吴基任, 高级工程师, 主要研究方向为色谱质谱、食品农产品检测、质量控制。E-mail: 86777984@qq.com

*Corresponding author: WU Ji-Ren, Senior Engineer, Hainan Institute for Food Control, No.285, Nanhai Avenue, Xiuying District, Haikou 570314, China. E-mail: 86777984@qq.com

recoveries at low, medium and high addition levels (2, 10, 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$) were 73.1%–117.7%, and the relative standard deviation were 0.6%–6.5% ($n=6$). **Conclusion** This method has the advantages of simple operation, high sensitivity and strong applicability, and is suitable for rapid screening and quantitative detection of 9 kinds of mycotoxins such as peanut and flavor peanut oil.

KEY WORDS: QuEChERS; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; flavor peanut oil; mycotoxins; ultra-high surface area single-walled carbon nanotubes

0 引言

花生在我国是一种重要的油料作物和经济作物,总产量居中国油料作物首位^[1]。花生油是花生经过一系列生产加工工艺,如物理压榨或溶剂浸出获取的食用油^[2]。花生油含有多达 80% 以上的不饱和脂肪酸,其中就包括人体所必需的亚油酸、亚麻酸、花生四烯酸等。同时微量元素锌的含量是各种食用油类中最高,达到 8.48 mg/100 g^[3-5]。特别是采用简单物理压榨的土榨花生油,因其最大程度上保留花生油的香味,更是深受追求“纯天然”“原生态”的消费者的追捧。但其未经过精炼工艺处理,会导致产品中存在黄曲霉毒素 B₁ 等各种真菌毒素及其他有害物质^[6]。

油料及其制品中常呈现多种真菌、多种毒素复合污染的特征^[7],因此有必要重视真菌毒素的检测及防控工作。目前较为常见的真菌毒素检测方法有薄层色谱法^[8]、酶联免疫法^[9]、气相色谱法^[10]、高效液相色谱法^[11]、以及液相色谱-质谱联用法^[12-13]等。其中液相色谱-质谱联用法具有前处理简单、专一性强、多组分同时检测等特点,逐渐成为广泛应用的检测技术。目前,我国发布的真菌毒素检测标准有 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》、GB 5009.96—2016《食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》、GB 5009.111—2016《食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》、GB 5009.209—2016《食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》、GB 5009.240—2016《食品安全国家标准 食品中伏马毒素的测定》等近 10 个,但这些方法主要针对单一类真菌毒素的检测,而且适用范围并不能覆盖所有食农产品,文献报道的多种真菌毒素同时检测多见于粮食、中药材、饲料等,对于花生及土榨花生油中多种真菌毒素残留的检测很少见。

本研究建立了改进的 QuEChERS 净化-超高效液相色谱-串联质谱法 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 快速筛查和定量测定花生及土榨花生油中黄曲霉毒素类、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮等 9 种真菌毒素的方法,以期花生及土榨花生油中的真菌毒素检测提供有效检测的方法。

1 材料与方法

1.1 仪器

LC-30 超高效液相色谱仪(日本岛津公司); QTRAP 5500 三重四极杆质谱仪(美国 SCIEX 公司); XS-204 电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司); SK7200B 超声波清洗器(上海科导公司); Multi reax(EX)涡旋混合器(德国海道夫公司); Centrifuge 5804 高速离心机(德国艾本德公司); Autovap S60 氮吹仪(美国 ATR 公司); Million Q 型超纯水器(美国密理博公司); 陶瓷均质子(美国安捷伦公司); 0.22 μm 尼龙微孔滤膜(上海安谱科学仪器有限公司)。

1.2 试剂与样品

黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮、T-2 毒素、TH-2 毒素(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、伏马毒素 B₁(50 $\mu\text{g}/\text{mL}$)(新加坡 Pribolab 公司); 乙腈、甲醇、甲酸(色谱纯,德国默克公司); 提取盐包(4 g MgSO₄、1 g NaCl、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 三水合柠檬酸二钠)、净化盐包(150 mg C₁₈、900 mg MgSO₄)(美国安捷伦公司); 石墨化碳(粒径: 100~300 目,比表面积: 100 m²/g)、羟基化多壁碳纳米管(纯度 > 95%,直径: 5~15 nm,长度 10~30 μm ,羟基含量: 5.58 wt%)、超高比表面积单壁碳纳米管(纯度 > 95%,直径 1~2 nm,长度 5~30 μm ,比表面积: >1075 m²/g)(南京纳米先锋公司); Million Q 型超纯水器(美国 Millipore 公司)。

花生油质控样品(批号: MRM-AO-04010,新加坡 Pribolab 公司); 花生质控样品(批号: T04369QC,英国 Fapas 公司)。

花生、土榨花生油样品 37 批,从海口市农户、农贸市场等购买。

1.3 实验方法

1.3.1 样品前处理

将购买的花生置于搅拌机中粉碎均匀,花生油样品混合均匀。

准确称取 2 g(精确至 0.001 g)样品于 50 mL 的离心管中,加入 10 mL 含 1%甲酸甲醇溶液,2 粒陶瓷均质子,加入提取盐包,以 2500 r/min 涡旋混匀 2 min,置于超声波清洗器超

声提取 5 min 后, 再 10000 r/min 离心 3 min, 转移上清液至预先加入净化盐包(150 mg C₁₈、900 mg MgSO₄、15 mL 离心管中, 加入净化盐包、10 mg 超高比表面积单壁碳纳米管, 以 2500 r/min 涡旋混匀 1 min, 再 10000 r/min 离心 3 min, 取 5 mL 上清液于 15 mL 离心管中, 在 40 °C 水浴下氮气吹至近干, 用初始流动相: 含 0.1% 甲酸水-乙腈溶液(20:80, V:V)溶解定容至 1 mL, 过 0.22 μm 尼龙微孔滤膜, 上 UPLC-MS/MS 测定。

1.3.2 标准溶液的配制

准确吸取黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮、T-2 毒素、TH-2 毒素标准溶液各 1.000 mL, 伏马毒素 B₁ 2.00 mL 于 20 mL 棕色容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 配制成 5.00 μg/mL 的标准储备液, 转移到 25 mL 棕色螺纹瓶, 密封存贮于 -20 °C 冰箱中。按照 1.3.1 处理得到的阴性样品处理液, 将混合标准工作液配制成系列空白基质标准曲线。

1.3.3 仪器分析条件

(1) 色谱条件

色谱柱: ACE Excel 3 C₁₈(2.1 mm×100 mm, 3 μm); 流动相: 0.1% 甲酸水(A)-乙腈(B); 流速: 0.3 mL/min; 柱温: 40 °C; 进样量: 5 μL。梯度洗脱程序见表 1。

(2) 质谱条件

离子源: 电喷雾离子(electrospray ionization, ESI)

源; 扫描模式: 正负离子切换扫描; 气帘气(curtain gas, CUR): 20 psi; 碰撞气: 氮气; (1) 正离子扫描, 多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM); 电喷雾电压: 5.5 kV; 离子源温度: 550 °C; 雾化气(nebulizer gas, GS1): 50 psi; 加热气(heating gas, GS2): 50 psi; CUR: 20 psi; 碰撞室入口电压(entrance potential, EP): 10 V; 碰撞室出口电压(collison cell exit potential, CXP): 17 V; (2) 负离子扫描, 多反应监测模式; 电喷雾电压: -4.5 kV; 离子源温度: 550 °C; GS1: 50 psi; GS2: 50 psi; CUR: 20 psi; EP: -10 V; CXP: -17 V。

优化后的 MRM 参数(各化合物母离子、子离子及能量参数)设置如表 2 所示。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution program

时间/min	A/%	B/%
0	80	20
1.00	80	20
3.00	10	90
4.00	10	90
4.10	80	20
5.50	80	20

表 2 质谱参数
Table 2 Mass spectrometry parameters

化合物	保留时间/min	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	驻留时间/ms	碰撞能量/eV	锥孔电压/V	扫描方式
黄曲霉毒素 B ₁	2.02	313.0	285.0*	20	30	183	正
			241	20	49		
黄曲霉毒素 B ₂	1.90	315	287*	20	35	130	正
			259	20	35		
黄曲霉毒素 G ₁	1.89	329	243*	20	36	150	正
			283	20	35		
黄曲霉毒素 G ₂	1.77	331	245*	20	39	160	正
			285	20	38		
赭曲霉毒素 A	2.72	402.1	358.1*	20	-26	-70	负
			166.9	20	-44		
伏马毒素 B ₁	1.59	720.4	157.1*	20	-45	-40	负
			562.3	20	-36		
T-2 毒素	2.09	484.2	305.2*	20	18	40	正
			215.1	20	24		
TH-2 毒素	2.54	442.2	215.2*	20	16	40	正
			263.1	20	15		
玉米赤霉烯酮	2.68	317.2	175*	20	-26	-40	负
			273.1	20	-45		

注: *表示定量离子。

2 结果与分析

2.1 色谱柱的筛选

对比了 ACE Excel 3 C₁₈(2.1 mm×100 mm, 3 μm)、菲罗门 Titank C₁₈(2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)和 Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈(1.7 μm, 2.1 mm×100 mm)3 种代表核壳、全多孔的硅胶填料、杂化颗粒硅胶填料的色谱柱对 9 种真菌毒素的分离效果。图 1 为 ACE Excel 3 C₁₈ 色谱柱的目标化合物总离子色谱图, 其分离效果最好。因此本研究选择 ACE Excel 3 C₁₈ 色谱柱进行方法研究。

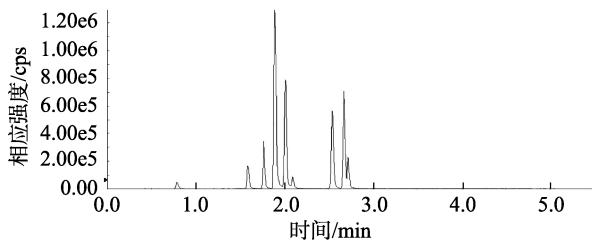


图 1 标准品溶液的总离子流图

Fig.1 Total ion current diagram of standard solution

2.2 提取溶剂的选择

考虑到土榨花生油生产仅是经过简单沉淀过滤工艺, 所含有的杂质多为花生饼末悬浮物、蛋白质、磷脂、

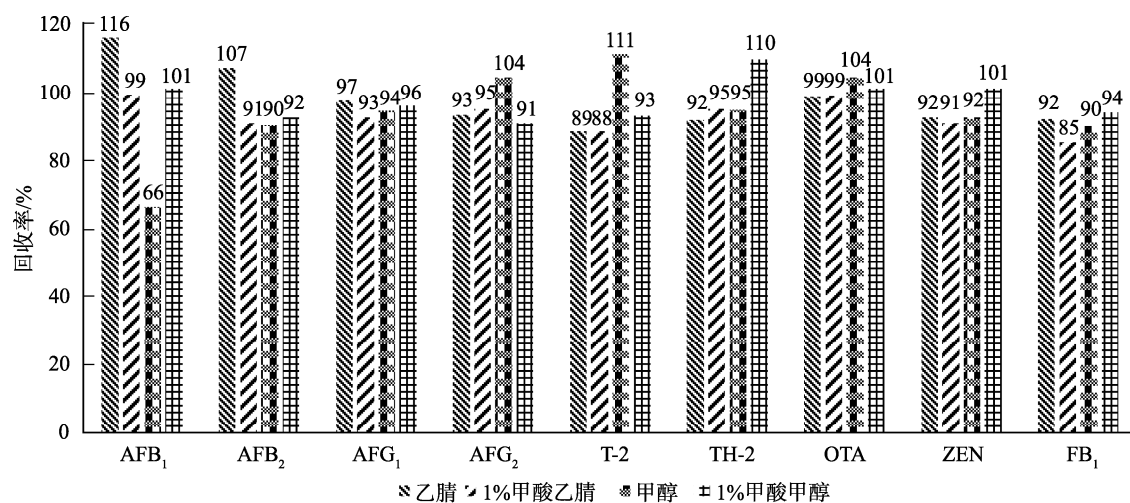
色素、水分等, 有必要使用通用萃取程序将真菌毒素从样品基质中分离出来。本研究考察了乙腈、1%甲酸乙腈、甲醇、1%甲酸甲醇等 4 种溶剂对样品的提取情况, 通过多次实验分析比较, 结果见图 2, 表明使用 1%甲酸甲醇作为提取液时, 9 种真菌毒素回收率均在 91%~110%。因此本研究的提取溶剂最终确定选用 1%甲酸甲醇。

2.3 流动相的筛选

对比了 0.1%氨水、0.1%甲酸、纯水作为水相(A 相), 甲醇、乙腈作为有机相(B 相), 进行多组流动相梯度洗脱比较。9 种真菌毒素分析物的多反应监测 MRM 色谱图见图 3。结果表明 0.1%甲酸水-乙腈作为流动相时, 9 种真菌毒素分析物在 5.5 min 内获得较好的分离度和质谱响应, 获得最佳的梯度洗脱条件列于表 1。

2.4 净化方式的筛选

基于文献报道^[14-17], 本研究中选择 150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄ 作为基础净化吸附剂, 比较了往基础净化吸附剂中各添加 10 mg 石墨化碳、羟基化多壁碳纳米管、超高比表面积单壁碳纳米管对回收率的影响, 以加标量为 50 μg/kg 的回收率为考察指标, 150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄+10 mg 超高比表面积单壁碳纳米管比其他 3 组对照获得更好净化效果及回收率, 目标物回收率达 84.6%~106.8%, 见图 4~5。因此, 本研究采用 150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄+10 mg 超高比表面积单壁碳纳米管吸附剂进行样品净化。



注: 横坐标从左到右依次表示: 黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂、T-2 毒素、TH-2 毒素、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮、伏马毒素 B₁。柱形图从左到右依次为: 甲醇、1%甲酸甲醇、乙腈、1%甲酸乙腈。

图 2 不同提取液的提取情况

Fig.2 Extraction of different extracts

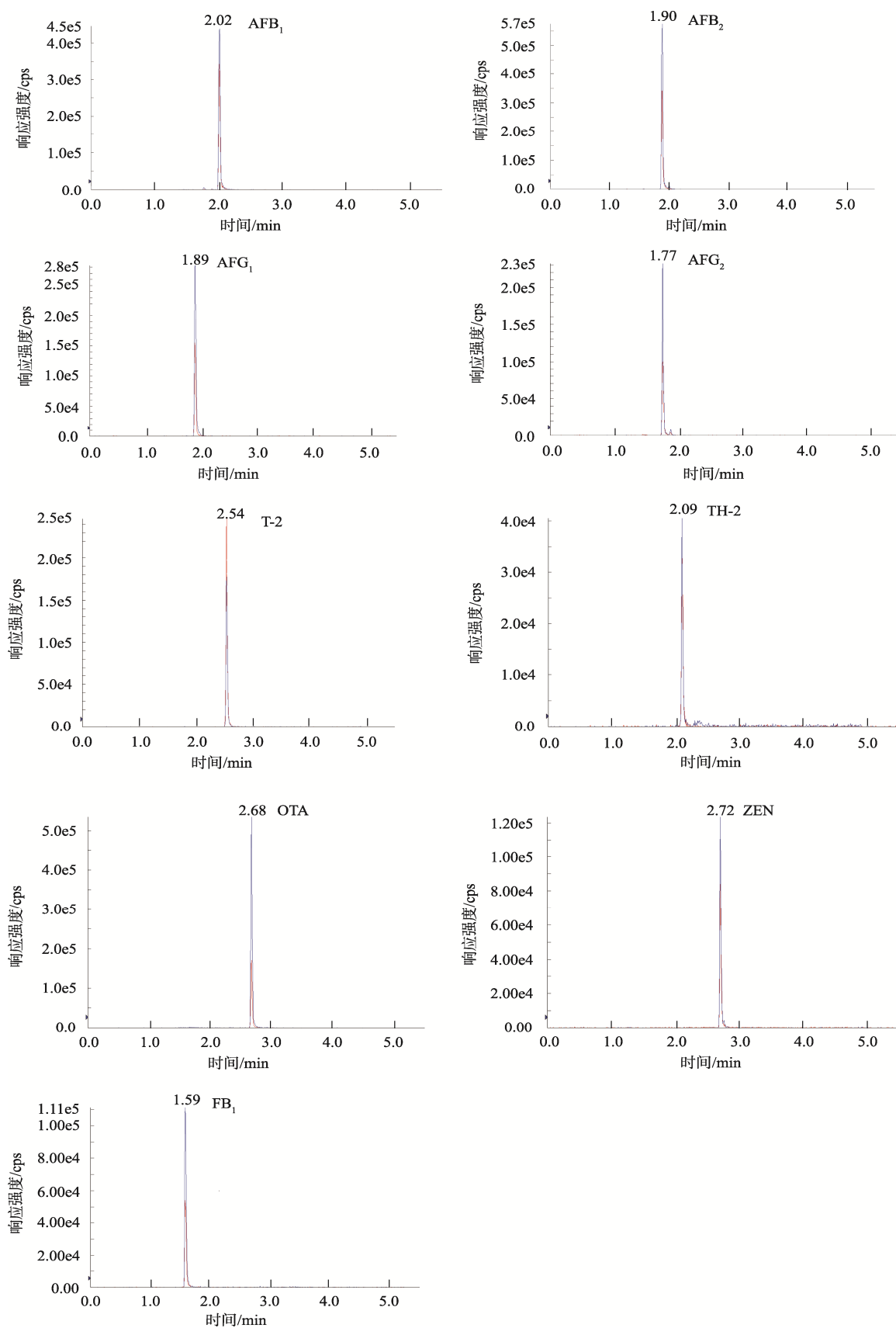


图 3 9 种真菌毒素的 MRN 质谱图
Fig.3 MRN mass spectrograms of 9 kinds of mycotoxins

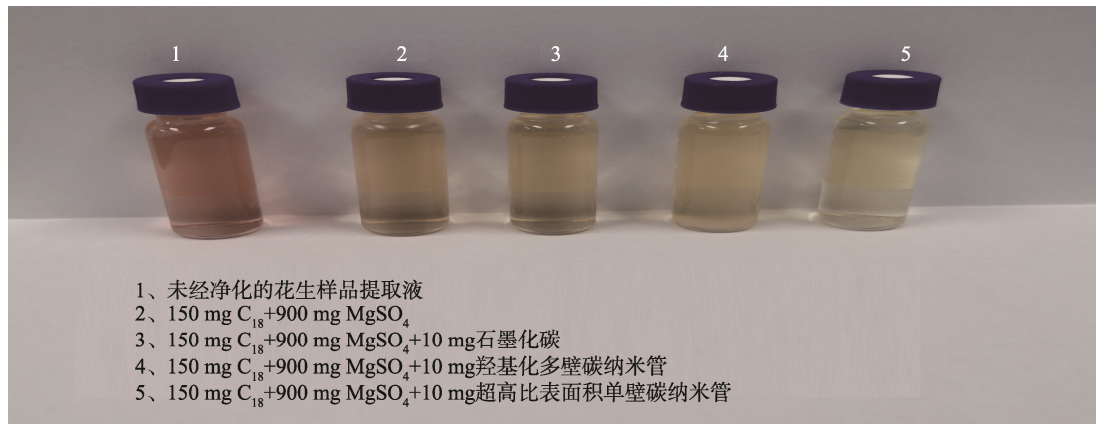
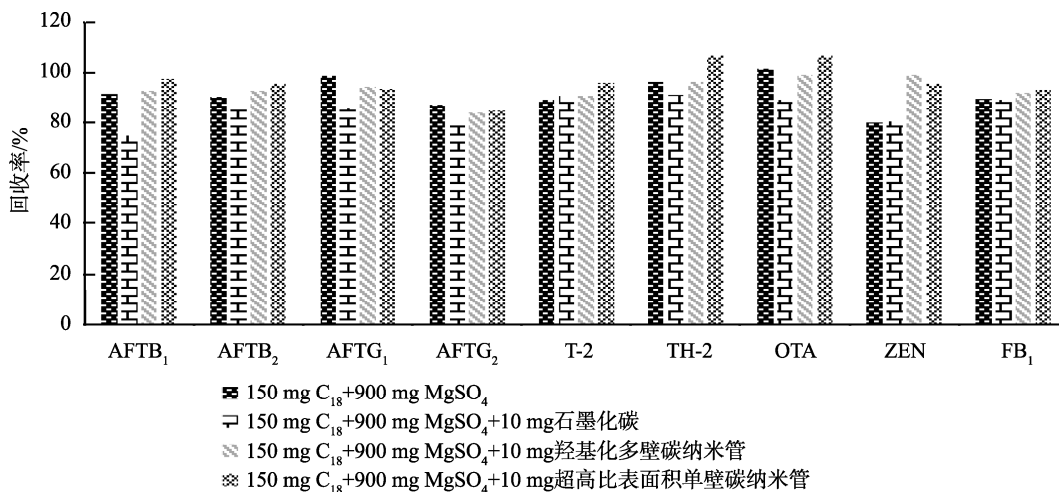


图 4 不同净化材料组合的净化效果

Fig.4 Purification effect of different purification material combinations



注：柱形图从左到右依次为：150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄、150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄+10 mg 石墨化碳、150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄+10 mg 羟基化多壁碳纳米管、150 mg C₁₈+900 mg MgSO₄+10 mg 超高比表面积单壁碳纳米管。

图 5 不同净化材料组合的回收率

Fig.5 Recovery rates of different purification material combinations

2.5 线性范围、检出限、定量限、精密度

按 1.3.3 的工作条件下，对基质匹配混合标准曲线溶液进行测定，以定量离子响应峰面积 Y 为纵坐标，对应的质量浓度(X , ng/mL)为横坐标绘制标准曲线，并计算出本方法检出限、定量限，结果见表 3。GB 5009.209—2016 规定玉米赤霉烯酮检出限为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；SN/T 3136—2012《出口花生、谷类及其制品中黄曲霉毒素、赭曲霉毒素、伏马毒素 B₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、T-2 毒素、HT-2 毒素的测定》规定黄曲霉毒素 B₁、黄曲霉毒素 B₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 G₂、赭曲霉毒素 A、伏马毒素 B₁、TH-2 毒素、T-2 毒素测定低限为 0.5、1、1、1、2、20、10、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。本方法的检出限低于国家强制性标准方法检出限和行业标准方法测定低限，说明本检测方法灵敏度较高。用阴性基质配制成

质量浓度为 10.0 ng/mL 的 9 种真菌毒素混合标准工作液，进行重复测定 6 次，该方法的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD) ($n=6$)为 0.4%~2.3%，说明仪器具有良好的精密度。

2.6 回收率

将 9 种真菌毒素的混合标准溶液添加到空白样品，进行 2、10、20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 三个水平的添加回收实验，每个水平取 6 个平行样，平均回收率为 73.1%~117.7%，方法的 RSD 为 0.6%~6.5%，说明本方法回收率及重复性较好。

2.7 质量控制

分别称取 2 g(精确到 0.01 g)真菌毒素质控样品各 2 份，依据 1.3.1 样品前处理方法进行处理，检测值均符合质控样品证书要求，结果见表 4。实验结果表明本方法具有较高的提取效率和较好的准确度。

表 3 9 种真菌毒素的线性关系、检出限、定量限($n=6$)
Table 3 Linear relationships, limits of detection and limits of quantification of 9 kinds of mycotoxins ($n=6$)

化合物	回归方程	相关系数(r)	线性范围/($\mu\text{g/L}$)	检出限/($\mu\text{g/kg}$)	定量限/($\mu\text{g/kg}$)	精密度/%
黄曲霉毒素 B ₁	$Y=56642.1X+20925.8$	0.9973	0.5~50	0.07	0.23	2.1
黄曲霉毒素 B ₂	$Y=61784.0X+18739.6$	0.9982	0.5~50	0.05	0.17	0.4
黄曲霉毒素 G ₁	$Y=46297.2X+14745.5$	0.9987	0.5~50	0.03	0.10	1.1
黄曲霉毒素 G ₂	$Y=20019.7X-2072.2$	0.9937	0.5~50	0.09	0.30	1.7
T-2 毒素	$Y=30758.6X+7006.0$	0.9976	0.5~50	0.31	1.03	2.3
TH-2 毒素	$Y=5889.2X+2499.6$	0.9981	0.5~50	0.30	1.00	0.5
赭曲霉毒素 A	$Y=74074.2X+6597.5$	0.9978	0.5~50	1.14	3.50	1.3
玉米赤霉烯酮	$Y=16448.0X-116.6$	0.9976	0.5~50	0.94	3.13	2.3
伏马毒素 B ₁	$Y=17148.1X-3371.4$	0.9978	0.5~50	0.18	0.61	1.0

表 4 质控样品检测结果
Table 4 Results of quality control sample

批号	基质	项目	特性值/($\mu\text{g/kg}$)	特性值区间/($\mu\text{g/kg}$)	实测值/($\mu\text{g/kg}$)
T04369QC	花生	黄曲霉毒素 B ₁	4.71	2.64~6.78	4.02±0.08
		黄曲霉毒素 B ₂	1.70	0.95~2.45	1.14±0.09
		黄曲霉毒素 G ₁	4.13	2.31~5.95	3.48±0.10
		黄曲霉毒素 G ₂	2.51	1.40~3.61	2.24±0.07
MRM-AO-04010	花生油	黄曲霉毒素 B ₁	12.06	8.54~15.58	10.20±0.55

注: 实测值: 平均值±相对误差。

2.8 实际样品测定

采用本研究建立的方法对海南省海口市农户、农贸市场购买的花生及土榨花生油样品共 37 批次中 9 种真菌毒素的残留量进行检测, 检测到的真菌毒素有 3 种, 其中 AFB₁ 有 19 批样品检出, 一批样品超限值 2.8 倍, AFB₂ 有 5 批样品检出、T-2 有 4 批样品检出, 总的检出率 51.3%, 检出的 3 种真菌毒素含量在 0.10~56.07 $\mu\text{g/kg}$, 见表 5。现行的 GB 2761—2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》只对花生及花生油中真菌毒素 AFB₁ 的限量作出规定(限量都是 20 $\mu\text{g/kg}$), 并未对花生及花生油中的 AFB₂、T-2 毒素作出规定。虽然 T-2 毒素的检出率及检出含量并不高, 但是 T-2 毒素对人体存在雌激素增高、流产、不孕、皮肤黏膜损伤等潜在性危害^[18-19]。因此, 海口地区的花生及土榨花生油中存在比较普遍的 AFB₁ 及个别的 AFB₂、T-2 毒素污染, 值得引起人们的关注。

3 结论与讨论

本研究通过优化样品提取净化和分离条件, 建立

了 QuEChERS-UPLC-MS/MS 同时测定花生及土榨花生油中 9 种真菌毒素的分析方法。目前真菌毒素测定的国家、行业标准方法大多采用液相色谱法或液相色谱串联三重四极杆质谱方法, 不但需要免疫亲和柱或专用固相萃取柱、昂贵的同位素内标, 还需要单独前处理及上机分析, 检测效率极低。本方法通过改进 QuEChERS 净化前处理和仪器测定条件, 实现了花生及土榨花生油中 9 种真菌毒素的同时前处理和测定, 简化了实验流程, 减少有机试剂的使用, 极大地提高了检测效率。通过质控样测试验证, 本方法测定结果均在质控样特征值的范围内, 证明本方法具有较高的准确性, 适用于花生及土榨花生油中 9 种真菌毒素的快速测定, 可以满足大批量花生及土榨花生油中 9 种真菌毒素的快速筛查及定性、定量分析。

应用本方法对海南省海口市农户、农贸市场购买的 37 批花生及土榨花生油样品进行 9 种真菌毒素污染情况的分析, 结果表明 9 种真菌毒素污染情况差异较大, 有 6 种真菌毒素未检出, 但黄曲霉毒素 B₁ 污染最普遍, 其中有一批超限值 2 倍多, 应给予监测和防控。

表5 样品中真菌毒素的检出结果($\mu\text{g}/\text{kg}$)Table 5 Detection results of mycotoxins in samples ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

检品编号	AFB ₁	AFB ₂	T-2	AFB ₁ 限值
2	0.28	—	—	
4	3.30	0.48	—	
7	2.72	0.50	1.47	
9	0.25	—	—	
10	0.38	—	—	
11	0.78	—	—	
12	0.63	—	—	
16	0.60	—	—	
18	1.26	—	—	
19	1.15	—	—	20
20	56.07	7.62	—	
21	0.63	—	—	
22	3.82	0.73	—	
23	1.00	—	—	
24	2.60	0.40	2.04	
28	1.04	—	1.18	
30	0.63	—	0.38	
36	0.26	—	—	
37	0.10	—	—	

注: —表示无。

参考文献

- [1] 田彩云, 郭心义. 我国花生生产发展及竞争力分析[J]. 粮食与油脂, 2014, 4: 41–43.
TIAN CY, GUO XY. Analysis on the development and competitiveness of peanut production in China [J]. J Cere Oils, 2014, 4: 41–43.
- [2] 郑竟成. 花生油加工技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2019.
ZHENG JC. Peanut oil processing technology [M]. Beijing: China Light Industry Press, 2019.
- [3] 田洪芸, 王爱竹, 冯炜, 等. 市售土榨花生油黄曲霉毒素检测结果及监督建议[J]. 安徽农业科学, 2016, 44(11): 101–102.
TIAN HY, WANG AZ, FENG W, *et al.* Detection results and supervision suggestions of aflatoxin in fried peanut oil sold in the market [J]. Anhui Agric Sci, 2016, 44(11): 101–102.
- [4] CHUN JY. Vitamin E content and stability in peanuts and peanut products during processing and storage [D]. Georgia: University of Georgia, 2002.
- [5] 王琼, 关寒芬, 杨哲林, 等. 花生生产及系列产品深加工浅谈[J]. 安徽农学通报, 2003, (6): 59–60.
WANG Q, GUAN HF, YANG ZL, *et al.* Peanut production and deep processing of a series of products [J]. Anhui Agric Sci Bull, 2003, (6): 59–60.
- [6] SMITH MC, MADEC S, COTON E, *et al.* Natural co-occurrence of mycotoxins in foods and feeds and their *in vitro* combined toxicological effects [J]. Toxins, 2016, 8(4): 94
- [7] AIZZO I, VEDOYA G, MAURUTTO S, *et al.* Assessment of toxigenic fungi on Argentinean medicinal herbs [J]. Microbiol Res, 2004, 159(2): 113.
- [8] ROCHA DFL, OLIVEIRA MDS, FURLONG EB, *et al.* Evaluation of the TLC quantification method and occurrence of deoxynivalenol in wheat flour of southern Brazil [J]. Food Addit Contam, 2017, 34(12): 2220–2229.
- [9] 梁利军, 王丽娟. 检测真菌毒素酶联免疫试剂盒的筛选[J]. 农产品加工, 2017, (11): 53–55.
LIANG LJ, WANG LJ. Screening of enzyme-linked immunosorbent kit in detection mycotoxin [J]. Farm Prod Proc, 2017, (11): 53–55.
- [10] KONG W, ZHANG X, SHEN H, *et al.* Validation of a gas chromatography-electron capture detection of T-2 and TH-2 toxins in Chinese herbal medicines and related products after immunoaffinity column clean-up and pre-column derivatization [J]. Food Chem, 2012, 132(1): 574–581.
- [11] 王伟岗, 强敏, 端礼钦. 复合免疫亲和柱-高效液相色谱法同时测定谷物及其制品中9种真菌毒素[J]. 色谱, 2018, 36(12): 1330–1336.
WANG WG, QIANG M, DUAN LQ, *et al.* Simultaneous determination of nine mycotoxins in cereal and cereal products by high performance liquid chromatography with composite immunoaffinity clean-up column [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(12): 1330–1336.
- [12] 宫小明, 任一平, 董静, 等. 超高效液相色谱串联质谱法测定花生、粮油中18种真菌毒素[J]. 分析测试学报, 2011, 30: 6–12.
GONG XM, REN YP, DONG J, *et al.* Determination of 18 mycotoxin contaminants in peanuts and oils by gel permeation chromatography and ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2011, 30: 6–12.
- [13] 吴振兴, 鲍蕾, 吕宁, 等. 植物油中多种真菌毒素的液相色谱-串联质谱检测方法建立及污染调查分析[J]. 分析测试学报, 2012, 31(1): 106–110.
WU ZX, BAO L, LV N, *et al.* Investigation and analysis of contamination and foundation of LC-MS/MS determination method of mycotoxins in vegetable oils [J]. J Instrum Anal, 2012, 31(1): 106–110.
- [14] 蒋湘, 吴毅, 黄燕红, 等. 多壁碳纳米管净化-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中44种药物残留[J]. 食品工业科技, 2020, 41(10): 230–237.
JIANG X, WU Y, HUANG YH, *et al.* Determination of 44 drug residues in eggs by purified multi-walled carbon nanotubes-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Sci Technol Food Ind, 2020, 41(10): 230–237.
- [15] 蒋明明, 曾小娟, 宋红坤, 等. 多壁碳纳米管/N-丙基乙二胺混合吸附-超高效液相色谱-串联质谱法测定普洱茶中3种手性杀菌剂农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1702–1708.
JIANG MM, ZENG XJ, SONG HK, *et al.* Determination of 3 chiral fungicide pesticide residues in Pu-erh tea by multi-walled carbon nanotubes/primary secondary amine mixed adsorption-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(6): 1702–1708.
- [16] 史娜, 侯彩云, 路勇, 等. QuEChERS-高效液相色谱-质谱法检测食品中14种真菌毒素[J]. 食品科学, 2014, 35(16): 190–196.
SHI N, HOU CY, LU Y, *et al.* Simultaneous screening for 14 mycotoxin

- contaminants in foods by QuEChERS-LC-MS-MS [J]. Food Sci, 2014, 35(16): 190–196.
- [17] 彭晓俊, 曾丽珠, 伍长春, 等. 基于 QuEChERS 提取液相色谱-串联质谱法测定新会陈皮中的 9 种真菌毒素和农药残留[J]. 分析测试学报, 2017, 36(6): 738–743.
- PENG XJ, ZENG LZ, WU CC, *et al.* Determination of 9 mycotoxins and pesticide residues in Xinhui tangerine peel by liquid chromatography-tandem mass spectrometry based on QuEChERS extraction [J]. J Instrum Anal, 2017, 36(6): 738–743.
- [18] 刘青, 邹志飞, 余炆炆, 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, ZOU ZF, YU YY, *et al.* Review of regulations of mycotoxins limit standard in foods [J]. China Brew, 2017, 36(1): 12–18.
- [19] 吴限鑫, 林秋君, 郭春景, 等. 国内外主要粮油产品中真菌毒素限量、

检测标准及风险评估现状分析[J]. 中国粮油学报, 2019, (8): 69–77.

WU XX, LIN QJ, GUO CJ, *et al.* Detection standard and risk assessment of mycotoxin in main grain and oil products at domestic and abroad [J]. J Chin Cere Oils Ass, 2019, (8): 69–77.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



吴基任, 高级工程师, 主要研究方向为色谱质谱、食品农产品检测、质量控制。
E-mail: 86777984@qq.com