

玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准物质的研制

李丽, 李鹏, 叶金*, 焦梓毅, 吴宇, 刘彤彤, 陈金男, 王松雪*

(国家粮食和物资储备局科学研究院, 北京 100037)

摘要: **目的** 研制玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 成分分析的标准物质。**方法** 采用高效液相色谱法对玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 候选物进行均匀性检验、稳定性考察, 选取 8 家具有较高检测水平的实验室开展多家实验室联合定值。**结果** 均匀性检验的方差分析结果显示 $F_{\text{统计值}} < F_{\text{临界值}}$ 。稳定性监测结果分析显示, 候选物中黄曲霉毒素 B₁ 未观测到不稳定性。该标准物质具有良好的均匀性, 可在常温(<25 °C)下保存, 在低于 60 °C 的条件下运输。玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准物质定值结果为(27±3) μg/kg, $k=2$ (95%置信区间)。**结论** 本研究的标准物质均匀性、稳定性良好, 定值结果准确。

关键词: 玉米全粉; 黄曲霉毒素 B₁; 标准物质; 均匀性; 稳定性; 定值; 不确定度

Preparation for the certified reference material of aflatoxin B₁ in corn powder

LI Li, LI Peng, YE Jin*, JIAO Zi-Yi, WU Yu, LIU Tong-Tong, CHEN Jin-Nan, WANG Song-Xue*

(Academy of National Food and Strategic Reserves Administration, Beijing 100037, China)

ABSTRACT: Objective To prepare a standard substance for the analysis of aflatoxin B₁ in corn powder. **Methods** The homogeneity and stability of the reference material was inspected by high performance liquid chromatography. The property value was analyzed by 8 laboratories with abundant experiences in characterization of reference material. **Results** The homogeneity was tested by the analysis of variance, and the result was $F_{\text{statistic value}} < F_{\text{critical value}}$. Analysis of stability monitoring results showed that no instability was observed in aflatoxin B₁. The reference material had good uniformity and could be stored at room temperature (<25 °C) and transported at less than 60 °C. The value of aflatoxin B₁ in corn powder was (27±3) μg/kg, $k=2$ (95%CI). **Conclusion** The uniformity and stability of the reference material are good, and the result of determination is accurate

KEY WORDS: corn powder; aflatoxin B₁; certified reference material; homogeneity; stability; certified value;

0 引言

黄曲霉毒素 B₁(aflatoxin B₁)是二氢呋喃氧杂萘邻酮的

衍生物, 含有一个双呋喃环和一个氧杂萘邻酮(香豆素)^[1-2]。黄曲霉毒素 B₁ 是已知的化学物质中致癌性最强的一种, 被世界卫生组织列为 I 类致癌物。其广泛存在于棉籽、玉米、

基金项目: 国家重点研发计划项目(2016YFF0201100)、中国科协青年人才托举工程项目(2018QNRC001)、中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金(ZX2011)

Fund: Supported by the National Key Research and Development Program of China (2016YFF0201100), Young Elite Scientists Sponsorship Program by CAST (2018QNRC001), and the Fundamental Research Funds for the Central Research Institutes (ZX2011)

*通信作者: 叶金, 助理研究员, 主要研究方向为粮油质量安全检测。E-mail: yj@ags.ac.cn

王松雪, 博士, 研究员, 主要研究方向为粮油质量安全与检测与防控。E-mail: wsx@ags.ac.cn

*Corresponding author: YE Jin, Assistant Assistant, Academy of State Administration of Grain, No.11 Baiwanzhuang Street, Beijing 100037, China. E-mail: yj@ags.ac.cn

WANG Xue-Song, Ph.D, Professor, Academy of State Administration of Grain, No.11 Baiwanzhuang Street, Beijing 100037, China. E-mail: wsx@ags.ac.cn

花生、坚果类食品和饲料中, 严重威胁人类及禽畜的健康, 受到世界各国的广泛关注^[3-6]。为控制黄曲霉毒素的危害, 我国 GB 2761—2017《食品中真菌毒素限量》规定粮油及其制品中黄曲霉毒素 B₁ 的限量值, 其中玉米、玉米面及玉米制品限量值为 20 μg/kg。黄曲霉毒素 B₁ 的检测方法很多, 主要有薄层色谱法^[7]、酶联免疫法^[8]、胶体金试纸条法^[9]、高效液相色谱法^[10-12]和液相色谱-质谱联用法等^[13-15]。为确保检测结果的准确性、可靠性, 需要具有溯源性的高准确度的黄曲霉毒素 B₁ 基体标准物质作为日常质控方式^[16-17]。

近年来随着检测技术的提高及真菌毒素检测量的增加, 对测量结果可靠性和溯源性需求日益增长^[18-19]。标准物质可用于量值溯源及实验室质量保证能力的评价, 在实验室的检验活动中发挥着重要作用^[20]。根据标准物质数据库检索, 真菌毒素的相关标准物质无论从品种上还是从数量上都无法满足检测需要。因此有必要开展系统的真菌毒素类标准物质的研制工作, 对保证检测结果准确可靠性具有重要意义。本研究通过对全国代表性区域玉米进行筛查, 选择适宜的玉米候选物, 经粉碎、均匀化技术、均匀性和稳定性检验及多家实验室定值, 研制成玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 基体标准物质, 以期可为粮油及其制品中黄曲霉毒素 B₁ 检测质量控制、校准测量仪器、考核人员操作水平等提供基准物质, 对我国粮食质量安全控制具有重要的意义。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); AutoEVA-60 全自动浓缩氮吹仪[睿科仪器(厦门)有限公司]; 固相萃取仪(上海安谱实验科技股份有限公司); GT10-1 高速台式离心机(北京时代北利离心机有限公司); HY-2 调速多用振荡器(常州国华电器有限公司)。

甲醇、乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); 氯化钠(分析纯, 中国医药集团有限公司); 超纯水(香港 Waston 公司); AflaTest 免疫亲和柱(3 mL, 美国 VICAN 公司); 0.2 μm PTFE 膜针头过滤器(美国 PALL 公司); 有证标准物质 GBW(E)100302 甲醇中黄曲霉毒素 B₁[标准值为(1.96±0.06) μg/mL]、玉米全粉空白(国家粮食和物资储备局科学研究院)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准物质的制备

根据 JJF 1006—1994《一级标准物质技术规范》要求, 从全国代表性区域样品筛选出指标含量满足要求的玉米候选样品, 候选样品经除杂、粉碎、过筛、混合, 用避光铝箔袋真空封装, 按 100 g/袋包装, 共包装 500 个单元, 进行辐照处理, (20±5) °C 保存。

1.2.2 均匀性检验

均匀性是标准物质的基本属性, 用于描述标准物质

特性的空间分布特征。在标准物质的研制(生产)过程中必须进行均匀性评估。均匀性检验按照 JJF 1343—2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》技术规范要求, 从已经分装好的标准物质中抽取 15 个单元进行均匀性检验。检验方法与定值方法相同, 每袋重复测定 3 次。

1.2.3 稳定性考察

稳定性是标准物质的另一个基本属性, 用于描述标准物质的特性值随时间变化的性质, 即描述标准物质特性的时间分布特征。标准物质的稳定性包括长期稳定性和短期稳定性 2 部分。长期稳定性主要考察储存条件下的稳定性, 本标准物质储存于室温(20±5) °C 避光保存的条件下, 分别在第 0、1、2、3、6 个月进行实验, 每次选取 2 个包装单元包装单元。

短期稳定性实验模拟运输过程中出现的极端环境进行考察, 将样品置于 60 °C 条件下, 分别在 0、1、3、5、7 d 进行监测, 测定方法与定值方法相同。

1.2.4 定值方法研究

标准物质样品用甲醇提取, 以免亲和柱净化富集, 采用液相色谱法对玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 进行定值。

前处理方法: 称取玉米粉(5 g, 精确至 0.001 g)于 50 mL 离心管中, 加入 1 g 氯化钠, 准确加入 20 mL 70% 甲醇水, 涡旋提取 30 min, 7000 r/min 离心 5 min, 取 2 mL 上清液于洁净 50 mL 离心管中, 加入 18 mL 水稀释。将上述样液过免疫亲和柱, 上样后加 10 mL 水淋洗 2 次, 淋洗后用真空泵抽干亲和柱, 用 2 mL 甲醇洗脱亲和柱, 真空泵抽干后, 用氮气吹干, 用 1 mL 流动相溶液定容, 过 0.22 μm 滤膜, 待上机检测。

液相色谱条件: Agilent 1260 高效液相色谱仪配光化学衍生器; Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ 液相色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm), 柱温: 40 °C; 流动相: A 相: 乙腈: 甲醇(V:V=1:1), B 相: 水; A:B=35:65 (V:V), 等梯度洗脱; 流速为 1.0 mL/min, 进样量为 50 μL; 激发波长为 360 nm, 发射波长为 440 nm。

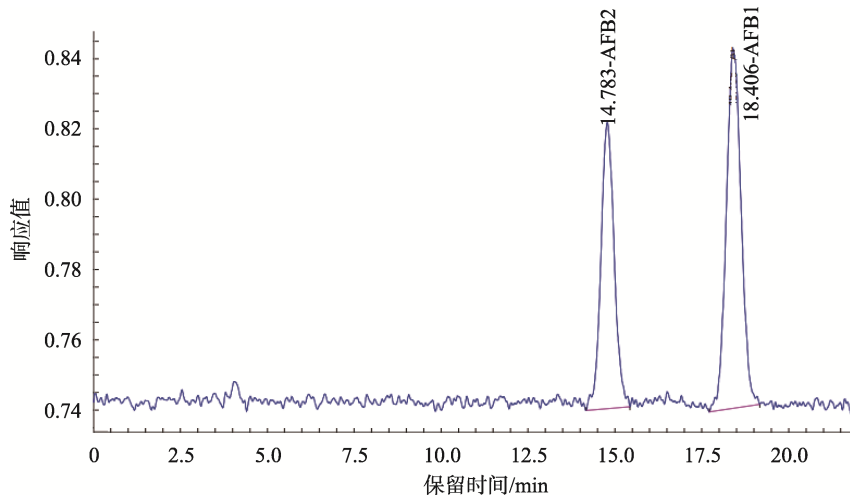
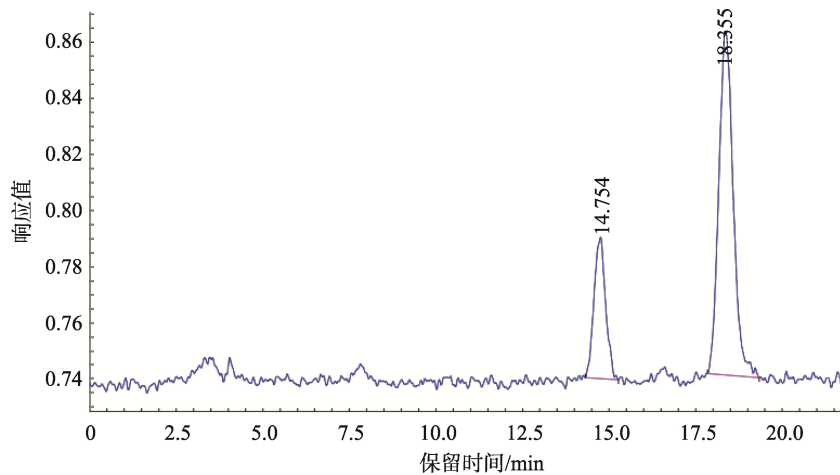
1.2.5 多家实验室联合定值

选择具有中国合格评定国家认可委员会/国家认证认可监督管理委员会等计量认可的实验室为协作定值单位。定值过程中使用的仪器设备、容量器具都通过了计量检定或校准。协助定值单位使用具有量值溯源的标准溶液绘制工作曲线, 并用加标回收进行质量监控, 确保量值的溯源性和准确性。

2 结果与分析

2.1 液相色谱分析

黄曲霉毒素 B₁、B₂ 标准溶液色谱图以及玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 色谱图见图 1 和图 2。标准溶液和样品均有出峰, 而空白样品无杂峰, 同时该峰型良好。

图 1 黄曲霉毒素 B₁、B₂ 标准溶液色谱图Fig.1 Chromatogram of aflatoxin B₁, B₂ standard solution.图 2 玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 色谱图Fig.2 Chromatogram of aflatoxin B₁ in corn powder

2.2 均匀性检验分析

样品的均匀性检验采用单因素方差统计分析进行评定, 样品检测时每次称样量为 5.0 g, 样品间自由度为 14, 样品内自由度为 30, 在显著性水平 $n=0.05$ 时, 计算 F 值, 将计算结果与查表得到的 F 临界值比较; 若计算值小于 F 临界值, 则表明在 $n=0.05$ 的显著水平下, 样品中黄曲霉毒素 B₁ 是均匀的, 反之则不均匀。

通过查表可知, 临界值 $F_{0.05(14, 30)}=2.04$, $F_{\text{统计值}}=1.31 < 2.04$ 。表明在 0.05 的显著性水平时, 样品中黄曲霉毒素 B₁ 的含量均匀, 具体数据及分析结果见表 1、表 2。

由表 2 可知, 瓶间差方和记为 Q_1 , 瓶内差方和记为 Q_2 。瓶间自由度记为 ν_1 , 瓶内自由度记为 ν_2 , 则 $S_1^2 = \frac{Q_1}{\nu_1}$

$$(1), S_2^2 = \frac{Q_2}{\nu_2} \quad (2). \text{均匀性产生的标准偏差记为 } S_H。$$

$$S_H^2 = \frac{1}{n}(S_1^2 - S_2^2) = 0.102 \mu\text{g/kg};$$

$$S_H = \sqrt{S_H^2} = 0.32 \mu\text{g/kg}。$$

2.3 稳定性检验

按照 1.2.3 对标准物质分别进行长期稳定性和短期稳定性实验。采用直线模型作为经验模型, 以时间为横坐标、黄曲霉毒素 B₁ 测定值为纵坐标, 对玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准物质长短期稳定性获得的数据进行分析, 结果见表 3。

稳定性评估基本模型可表示为公式(3)。

表 1 玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准物质均匀性检验结果
Table 1 Results of uniformity test on aflatoxin B₁ content in corn powder

编号	测定值 1/(μg/kg)	测定值 2/(μg/kg)	测定值 3/(μg/kg)	平均值 /(μg/kg)
1	28.0	26.0	28.1	27.4
2	27.0	27.7	25.7	26.8
3	26.9	28.4	29.1	28.1
4	28.0	28.5	27.1	27.9
5	27.8	29.4	28.1	28.4
6	28.4	28.2	27.2	27.9
7	27.9	28.8	28.2	28.3
8	29.4	28.6	27.3	28.4
9	27.7	27.5	27.4	27.6
10	27.9	30.1	27.5	28.5
11	26.5	28.8	28.1	27.8
12	30.1	28.7	28.0	28.9
13	29.7	27.1	27.9	28.3
14	28.9	29.9	28.3	29.0
15	29.1	28.3	30.4	29.3

表 2 方差分析结果
Table 2 Results for analysis of variance

差异源	差方和	自由度	方差	F 统计量	统计 P 值	F 临界值
组间	18.039	14	1.289	1.312	0.258	2.037
组内	29.473	30	0.982			
总计	47.512	44				

$$Y = \beta_0 - \beta_1 * X \quad (3)$$

式中: β_1 、 β_0 为回归系数; X 为时间, d ; Y 为标准物质候选物的特性值, $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

由表 3 可知, 长期稳定性 6 个月内共监测 5 次(n), 所以自由度为 $n-2=3$ 和 $P=0.95$ 的 $t_{0.05}=3.18$, $s(\beta_1) \times t = 0.138 \times 3.18 = 0.439$, $|\beta_1| < s(\beta_1) \times t_{0.05}$, 斜率是不显著的, 未观测到不稳定性。说明玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 基体标准物质在 20 °C 储存条件下, 6 个月内是稳定的。短期稳定性 7 d 内共监测 5 次(n), 所以自由度为 $n-2=3$ (n 为短期稳定性监测次数) 和 $P=0.95$ 的 $t=3.18$, $S(\beta_1) \times t = 0.135 \times 3.18 = 0.429$, $|\beta_1| < S(\beta_1) \times t$, 斜率是不显著的, 未观测到不稳定性。因此说明玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 基体标准物质在极端运输条件下是稳定的。

表 3 稳定性研究线性回归分析
Table 3 Linear regression analysis of the term stability

类型	时间/月	平均 测定值	类型	时间/d	平均测定值
	0	26.3		0	26.7
	1	27.1		1	28.5
	2	26.4		3	27.5
	3	27.5		5	28.7
	6	26.3		7	28.2
长期稳定性	平均值	26.7	短期稳定性	平均值	27.9
	β_1	0.0208		b_1	0.158
	β_0	26.77		b_0	27.42
	s^2	0.00756		s^2	0.304
	$s(\beta_1)$	0.138		$s(b_1)$	0.135
	$t_{0.95,n-2}$	3.18		$t_{0.95,n-2}$	3.18

2.4 标准物质联合定值结果

标准物质特性值的定值方法有许多有效的途径, 包括一个或多个实验室用一种或多种方法进行测量。依据 JJF 1006—1994 《一级标准物质技术规范》, 选取的 8 家实验室使用一种测定方法对该标准物质的含量进行合作定值。对全部数据及各组数的平均值用偏态系数和峰态系数法检验正态性; 对每组数据用格拉布斯(Grubbs)准则和狄克逊准则进行组内、组间可疑值检验, 一般保留可疑值, 剔除异常值; 用科克伦法检验进行各组数据之间等精度检验, 通过计算该组数据为等精度, 本标准物质的标准值各家数据平均值再次计算平均值得出的总平均值, 结果见表 4。

表 4 玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准物质定值结果
Table 4 Results of aflatoxin B₁ content in corn powder

实验室	测定校准值/(μg/kg)	平均值 \bar{X}_i /(μg/kg)	标准偏差 /(μg/kg)
1	25.5, 25.9, 25.7, 23.8, 26.0, 23.7	25.1	1.05
2	26.3, 26.1, 28.1, 28.6, 30.9, 29.5	28.3	1.85
3	26.4, 29.0, 25.6, 27.4, 26.6, 25.4	26.7	1.33
4	25.7, 27.1, 26.6, 29.5, 26.9, 30.5	27.7	1.86
5	25.3, 29.6, 29.0, 23.7, 27.0, 25.8	26.7	2.26
6	24.2, 27.7, 23.5, 24.7, 27.4, 23.5	25.2	1.91
7	25.0, 23.9, 24.5, 26.1, 28.5, 25.0	25.5	1.64
8	29.4, 27.7, 30.1, 28.9, 28.3, 26.8	28.5	1.18
	总平均值 $\bar{\bar{X}}$	26.7	1.36

2.5 不确定度评定

标准值不确定度的评定按照 JJF 1343—2012 进行, 假定各变量是独立的, 需考虑定值、均匀性、稳定性对标准值总不确定度的贡献, 结果见表 5。特性值不确定度计算公式见公式(4)。

$$U_{CRM} = k\sqrt{u_B^2 + u_{char}^2 + u_S^2 + u_H^2} \quad (4)$$

其中, U_{CRM} 为标准值的扩展标准不确定度; u_B 为定值过程中使用同一标准溶液引入的 B 类不确定度; u_{char} 为实验室联合定值过程引入的相对不确定度, 计算公式为平均值的 $\frac{s}{\bar{X}}$; u_S 为稳定性引入不确定度; u_H 为不均匀性引入

的不确定度; k 为包含因子, 置信概率为 95% 时, 值为 2。

由表 5 可知, 该标准物质特性值的相对扩展标准不确定度为 10.6%, 相应的扩展标准不确定度是 3 $\mu\text{g}/\text{kg}$, $k=2$ 。因此, 玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准值表示为 (27 \pm 3) $\mu\text{g}/\text{kg}$, $k=2$ 。

3 结论

本次研制的玉米全粉中黄曲霉毒素 B₁ 标准物质均匀性、稳定性良好、定值结果准确, 该标准物质已通过国家市场监督管理总局审批, 编号为: GBW(E) 100386。可适用于相应粮食类生产的质量控制、校准测量仪器、考核人员操作水平等, 对我国粮食质量安全控制具有重要的意义。

表 5 标准物质不确定度来源
Table 5 Source of uncertainty for reference material

不确定度来源	计算公式	相对标准不确定度/%
标准溶液	证书提供	2.3
均匀性引入	$u_H = \frac{S_H}{\bar{X}}$ (5)	1.13
稳定性引入	$u_S = \sqrt{u_{lts}^2 + u_{sts}^2}$, $u_{lts} = \frac{S_{lts}}{\bar{X}}$, $u_{sts} = \frac{S_{sts}}{\bar{X}}$ (6)	4.57
定值引入	$\frac{S_{\bar{X}}}{\bar{X}} = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^m (\bar{X}_i - \bar{X})^2 / m(m-1)}}{\bar{X}}$ (7)	0.51
合成相对标准不确定度		5.3
$k=2$ (95%置信区间), 相对扩展标准不确定度		10.6

注: 公式(5)中, S_H 为均匀性引入的标准不确定度, \bar{X} 均匀性检测结果平均值; 公式(6)中, S_{lts} 、 S_{sts} 分别表示长期稳定性和短期稳定性引入的标准不确定度, \bar{X} 为长短期稳定性测定结果的平均值; 公式(7)中, $S_{\bar{X}}$ 为总评平均值的标准偏差, \bar{X} 为总评均值, \bar{X}_i 每个实验室测定平均值, m 为参与定值的实验室数目。

参考文献

- BENNETT JW, KLICH M. Mycotoxins [J]. Clin Microbiol Rev, 2003, 16(3): 497-516.
- 谢刚, 王松雪, 张艳. 超高效液相色谱法快速检测粮食中黄曲霉毒素的含量[J]. 分析化学, 2013, 41(2): 223-228.
XIE G, WANG SX, ZHANG Y. Rapid analysis of aflatoxins (B₁, B₂, G₁, G₂) in grain by immuno-affinity clear-up column and ultra performance liquid chromatography without derivation [J]. Chin J Anal Chem, 2013, 41(2): 223-228.
- 吴宇, 叶金, 张冰, 等. 稳定同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法快速测定植物油中 16 种真菌毒素[J]. 分析化学, 2018, 46(6): 975-984.
WU Y, YE J, ZHANG B, et al. A fast analytical approach for determination of 16 kinds of mycotoxins in vegetable oils using stable isotope dilution and ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2018, 46(6): 975-984.
- XUAN ZH, YE J, ZHANG B, et al. An automated and high-throughput immunoaffinity magnetic bead-based sample clean-up platform for the determination of aflatoxins in grains and oils using UPLC-FLD [J]. Toxins, 2019, 11(10): 583-598.
- 叶金, 吴宇, 辛媛媛, 等. 超高效液相色谱-四级杆/静电场轨道阱高分辨质谱快速精准测定粮食中多种真菌毒素[J]. 分析测试学报, 2017, 36(4): 449-456.
YE J, WU Y, XIN YY, et al. Determination of mycotoxins in cereals by UPLC-quadrupole/orbitrap high resolution mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2017, 36(4): 449-456.
- LEWIS L, ONSONGO M, NJAPAU H, et al. Aflatoxin contamination of commercial maize products during an outbreak of acute aflatoxicosis in eastern and central Kenya [J]. Environ Health Perspect, 2005, 113(12): 1763-1767.
- ISSAQ HJ, BARR EW, ZIELINSKI WL. Nondestructive distinction between aflatoxin B₁ and ethoxyquin in thin-layer chromatography [J]. J Chromatogr A, 1977, 132(1): 115-120.
- 胡成国, 宋春宏, 顾文佳, 等. 酶联免疫法检测复合调味料中黄曲霉毒

- 素 B₁ 含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(11): 3490-3494.
- HU CG, SONG CH, GU WJ, *et al.* Determination of aflatoxin B₁ in compound seasoning by competitive enzyme-linked immunosorbent assay [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(11): 3490-3494.
- [9] 卢迪莎, 王序, 杨金易, 等. 同时检测玉米中黄曲霉毒素 B₁ 和赭曲霉毒素 A 的时间分辨荧光免疫层析试纸条的研制[J/OL]. 食品科学: 1-14. [2021-06-17].
http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.ts.20210324.1216.010.html.
- LU DS, WANG X, YANG JY, *et al.* Development of a time-resolved fluorescence immunochromatographic strip for the simultaneous detection of aflatoxin B₁ and ochratoxin A in corn samples [J/OL]. 食品科学: 1-14. [2021-06-17].
http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.ts.20210324.1216.010.html.
- [10] YE J, XUAN ZH, ZHANG B, *et al.* Automated analysis of ochratoxin A in cereals and oil by immunoaffinity magnetic beads coupled to UPLC-FLD [J]. *Food Control*, 2019, 104: 57-62.
- [11] 赵群, 徐振斌. 超高效液相色谱快速测定粮食中黄曲霉毒素含量[J]. 粮食科技与经济, 2017, 42(3): 43-45.
- ZHAO Q, XU ZB. Determination of aflatoxin in grain by ultra performance liquid chromatography [J]. *Food Sci Technol Economy*, 2017, 42(3): 43-45.
- [12] 严凤, 李丹妮, 吴剑平, 等. 超高效液相色谱-四级杆-静电场轨道阱高分辨质谱筛查测定饲料中 19 种磺胺类药物[J]. 中国兽药杂志, 2016, (2): 29-36.
- YAN F, LI DN, WU JP, *et al.* Determination of sulfonamides in feed by ultra-performance liquid chromatography-quadrupole electrostatic field orbit hydrazine high resolution mass spectrometry [J]. *Chin J Vet Med*, 2016, (2): 29-36.
- [13] 吴静娜, 杨秀娟, 韦璐阳, 等. 磁性固相萃取液质联用法测定植物油中的黄曲霉毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(4): 1487-1494.
- WU JN, YANG XJ, WEI LY, *et al.* Determination of aflatoxins in vegetable oil by liquid chromatography-mass spectrometry with magnetic solid phase extraction [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(4): 1487-1494.
- [14] 任宏彬, 贾晓婷, 杨晓伟, 等. 高效液相色谱-串联质谱法快速检测粮油制品中黄曲霉毒素 B₁ 的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(19): 6438-6442.
- REN HB, JIA XT, YANG XW, *et al.* Rapid determination of aflatoxin B₁ in grain and oil products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(19): 6438-6442.
- [15] 张凡, 吕铮, 王海玲, 等. 一种含毒死蜱的黄瓜冻干粉基质标准物质的研制[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(1): 262-268.
- ZHANG F, LV Z, WANG HL, *et al.* Development of a standard substance for freeze-dried cucumber powder matrix containing chlorpyrifos [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(1): 262-268.
- [16] 王有福, 闫超杰, 姚佳, 等. 食品安全检测标准样品的现状分析[J]. 食品科学, 2007, 28(8): 546-548.
- WANG YF, YAN CJ, YAO J, *et al.* Present situation analysis of certified reference materials on food safety test [J]. *Food Sci*, 2007, 28(8): 546-548.
- [17] 张磊. 实验室质量控制与标准物质研究动态[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(18): 6271-6272.
- ZHANG L. Trends in the laboratory quality control and reference materials research [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(18): 6271-6272.
- [18] 黄海霞, 陆柔, 韦植元, 等. 食品检验中标准物质管理及改进措施的探讨[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(18): 6297-6303.
- HUANG HX, LU R, WEI ZY, *et al.* Discussion on standard substance management and improvement measures in food inspection [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(18): 6297-6303.
- [19] 张庆合. 食品安全标准物质研究动态[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(15): 3881-3882.
- ZHANG QH. Advances in research on the certified reference materials of food safety [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(15): 3881-3882.
- [20] VASIL IE, SHABANOVA EV. Plant-matrix certified reference materials as a tool for ensuring the uniformity of chemical measurements [J]. *J Anal Chem*, 2021, 76(2): 137-155.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



李 丽, 助理研究员, 硕士, 主要研究方向为粮油质量安全检测。
E-mail: ll@ags.ac.cn



叶 金, 助理研究员, 硕士, 主要研究方向为粮油质量安全检测。
E-mail: yj@ags.ac.cn



王松雪, 研究员, 博士, 主要研究方向为粮油质量安全检测与防控。
E-mail: wsx@ags.ac.cn