

### 3种改进液相色谱法测定植物油中 黄曲霉毒素的比较研究

杨静<sup>1,2</sup>, 张晓燕<sup>1,2</sup>, 洪玲<sup>1,2</sup>, 沈娜<sup>1,2</sup>, 黄力<sup>1,2</sup>, 许艳霞<sup>1,2</sup>

(1. 湖南省粮油产品质量监测中心, 长沙 410201; 2. 稻谷及副产物深加工国家工程实验室, 长沙 410201)

**摘要:**对柱后光化学衍生 HPLC 法、柱后碘衍生 HPLC 法及无衍生 UPLC 法测定植物油中 4 种黄曲霉毒素 (AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub>、AFG<sub>2</sub>) 含量的样品前处理条件和色谱条件进行改进并进行方法的比较研究。结果发现: 样品前处理过程不采用氮吹、用 50% 甲醇溶液进样, 用改进的色谱条件检测, 油样中 4 种黄曲霉毒素均能被较好分离、定量, 并简化了前处理过程; 柱后光化学衍生 HPLC 法、柱后碘衍生 HPLC 法及无衍生 UPLC 法 AFB<sub>1</sub> 的检出限分别为 0.035、0.018、0.045 μg/kg, AFB<sub>2</sub> 的检出限分别为 0.016、0.014、0.017 μg/kg, AFG<sub>1</sub> 的检出限分别为 0.067、0.024、0.080 μg/kg, AFG<sub>2</sub> 的检出限分别为 0.029、0.026、0.029 μg/kg; 3 种分析方法线性关系良好 ( $r^2 > 0.99$ ), 回收率为 90.7% ~ 116.1%, 相对标准偏差低于 12%; 3 种分析方法测得花生油样品中 4 种黄曲霉毒素含量基本一致。3 种分析方法均能够满足粮油检测工作的需要, 具有实际应用价值。

**关键词:**黄曲霉毒素; 免疫亲和柱; 柱后光化学衍生 HPLC 法; 柱后碘衍生 HPLC 法; 无衍生 UPLC 法  
**中图分类号:** TS225.1; TS227      **文献标识码:** A      **文章编号:** 1003-7969(2020)07-0102-05

### Comparison of three improved liquid chromatography methods for determination of aflatoxins in vegetable oil

YANG Jing<sup>1,2</sup>, ZHANG Xiaoyan<sup>1,2</sup>, HONG Ling<sup>1,2</sup>, SHEN Na<sup>1,2</sup>,  
HUANG Li<sup>1,2</sup>, XU Yanxia<sup>1,2</sup>

(1. Hunan Provincial Center for Monitoring of Grain Oil Products Quality, Changsha 410201, China; 2. National Engineering Laboratory for Deep Processing of Rice and Byproducts, Changsha 410201, China)

**Abstract:** The sample pretreatment conditions and chromatographic conditions of three methods for determining four aflatoxins (AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFG<sub>2</sub>) in vegetable oil based on post-column photochemical derivatization HPLC, post-column I<sub>2</sub> derivatization HPLC and non-derivatization UPLC were improved and the three methods were compared. The results showed that when the sample was pretreated with no nitrogen blowing, injected to liquid chromatography with 50% methanol solution and the experiment was completed under improved chromatographic conditions, all the four aflatoxins in oil samples could be separated and quantitated, and the pretreatment process was simplified. The detection limits of AFB<sub>1</sub> for post-column photochemical derivatization HPLC, post-column I<sub>2</sub> derivatization HPLC and non-derivatization UPLC were 0.035, 0.018, 0.045 μg/kg, respectively, and they were 0.016, 0.014, 0.017 μg/kg for AFB<sub>2</sub>, 0.067, 0.024, 0.080 μg/kg for AFG<sub>1</sub>, and 0.029, 0.026, 0.029 μg/kg for AFG<sub>2</sub>. The three methods had good linear relationship ( $r^2 > 0.99$ ), the recoveries were in the range of 90.7% - 116.1%, and the relative standard deviation was below 12%. The results of three methods for the determination of

four aflatoxins in peanut oil were basically equivalent. The three methods for determining four aflatoxins in vegetable oil could meet the need of grain and oil inspection and had practical application value.

收稿日期: 2019-09-28; 修回日期: 2020-03-27

基金项目: 粮食公益性行业科研专项经费项目(201513006-4)

作者简介: 杨静(1987), 男, 工程师, 硕士, 主要从事粮油检测及研究工作 (E-mail) yang0011987@163.com。

**Key words:** aflatoxins; immuncaffinity column; post - column photochemical derivatization HPLC; post - column I<sub>2</sub> derivatization HPLC; non - derivatization UPLC

黄曲霉毒素是一类主要由黄曲霉和寄生曲霉产生的次级代谢产物,在农作物中主要是以 AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 及 AFG<sub>2</sub> 4 种形式存在。黄曲霉毒素具有致癌、致畸和引起肝脏损伤的作用<sup>[1-2]</sup>,世界卫生组织(WHO)癌症研究机构已将其确定为 1 类致癌物,世界各国和地区均对其在各类食品中制定了限量标准<sup>[3-5]</sup>。因此,为实现食品中黄曲霉毒素的有效监管,确保食品安全,对食品中黄曲霉毒素进行准确检测显得十分关键。

目前,黄曲霉毒素准确定量的方法主要有柱后光化学衍生 HPLC 法<sup>[6]</sup>、柱后碘衍生 HPLC 法<sup>[7]</sup>及无衍生 UPLC 法<sup>[8]</sup>等。柱后光化学衍生 HPLC 法无需特殊的化学试剂,在线衍生,操作简单,易进行批量样品的检测;柱后碘衍生 HPLC 法检测灵敏度高;无衍生 UPLC 法因采用高压泵、色谱柱小颗粒技术和高灵敏度荧光检测器,从而无需衍生,AFB<sub>1</sub>和 AFG<sub>1</sub> 均能被检测、定量,其耗时短、流动相用量少、进样量低。由于植物油中黄曲霉毒素含量低,并且存在基质干扰现象,常采用免疫亲和柱净化等净化方法<sup>[9-11]</sup>处理样品。免疫亲和柱净化是采用上样、纯甲醇洗脱的方式,由于洗脱液中有有机相比例过高,常采用氮吹的方法挥去过量的有机溶剂,再用流动相复溶。在氮吹过程中,黄曲霉毒素也可能挥发,从而造成样品测定值偏低<sup>[12]</sup>,且氮吹过程耗时。

因此,本文对样品的前处理条件进行改进,采用不氮吹和 50% 甲醇溶液进样,采用柱后光化学衍生 HPLC 法、柱后碘衍生 HPLC 法及无衍生 UPLC 法,在改进的色谱条件下同时检测植物油中 4 种黄曲霉毒素的含量,并从线性关系、检出限、准确度、精密性、实际样品检测等方面对这 3 种改进方法进行了分析和比较,以探讨其对植物油中黄曲霉毒素检测的适用性。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

黄曲霉毒素混合标准物质(Sigma 公司),黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>/B<sub>2</sub>/G<sub>1</sub>/G<sub>2</sub> 免疫亲和柱(北京华安麦科生物技术有公司),乙腈、甲醇为色谱纯(德国默克公司),超纯水,阳性花生油(国家粮食和物资储备局

比对考核样),大豆油(黄曲霉毒素未检出,市售),氯化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司),Whatman 934 - AH 微纤维滤纸。

Agilent 1260 高效液相色谱仪(配荧光检测器、自动进样器,美国 Agilent 公司),Waters acquity UPLC 超高效液相色谱仪(配荧光检测器、自动进样器,美国 Waters 公司),光衍生器(230 V, 50 Hz, 8 W, 美国 Aura Industries 公司),柱后碘衍生系统(美国 Waters 公司),明澈 - D24uv 超纯水机。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 混合标准工作液的配制

取质量浓度为 0.28 μg/mL AFG<sub>2</sub>、0.88 μg/mL AFG<sub>1</sub>、0.32 μg/mL AFB<sub>2</sub>、1.02 μg/mL AFB<sub>1</sub> 混合标准储备液,并将其稀释配成质量浓度分别为梯度 1 (0.14 ng/mL AFG<sub>2</sub>、0.44 ng/mL AFG<sub>1</sub>、0.16 ng/mL AFB<sub>2</sub>、0.51 ng/mL AFB<sub>1</sub>)、梯度 2 (0.28 ng/mL AFG<sub>2</sub>、0.88 ng/mL AFG<sub>1</sub>、0.32 ng/mL AFB<sub>2</sub>、1.02 ng/mL AFB<sub>1</sub>)、梯度 3 (0.56 ng/mL AFG<sub>2</sub>、1.76 ng/mL AFG<sub>1</sub>、0.64 ng/mL AFB<sub>2</sub>、2.04 ng/mL AFB<sub>1</sub>)、梯度 4 (1.40 ng/mL AFG<sub>2</sub>、4.40 ng/mL AFG<sub>1</sub>、1.60 ng/mL AFB<sub>2</sub>、5.10 ng/mL AFB<sub>1</sub>)、梯度 5 (2.80 ng/mL AFG<sub>2</sub>、8.80 ng/mL AFG<sub>1</sub>、3.20 ng/mL AFB<sub>2</sub>、10.20 ng/mL AFB<sub>1</sub>)、梯度 6 (4.20 ng/mL AFG<sub>2</sub>、13.20 ng/mL AFG<sub>1</sub>、4.80 ng/mL AFB<sub>2</sub>、15.30 ng/mL AFB<sub>1</sub>)、梯度 7 (5.60 ng/mL AFG<sub>2</sub>、17.60 ng/mL AFG<sub>1</sub>、6.40 ng/mL AFB<sub>2</sub>、20.40 ng/mL AFB<sub>1</sub>) 的混合标准工作液,且标准工作液使用 50% 甲醇定容。

#### 1.2.2 改进的样品前处理

称取试样(5.00 g)→加入氯化钠(1.0 g)→加入甲醇水溶液提取液(25 mL,体积分数 70%)→涡旋混匀→摇床浸提(200 ~ 300 r/min, 20 min)→离心分离(4 000 r/min, 5 min)→取上层清液(10 mL)→加入去离子水稀释(20 mL)→涡旋混匀→微纤维滤纸过滤→收集滤液→免疫亲和柱净化(15.0 mL)→去离子水洗涤(10 mL/次,2 次)→甲醇洗脱(1.0 mL)→收集洗脱液→水稀释定容至 2.0 mL→微孔滤器过滤(0.22 μm)→高效液相色谱分析。

## 1.2.3 改进的色谱条件(见表1)

表1 3种分析方法的优化色谱条件

分析方法	色谱柱	流动相及等度洗脱条件	流速/(mL/min)	柱温/°C	进样量/ $\mu$ L	荧光检测器波长/nm	衍生系统
柱后光化学衍生 HPLC 法	SB-C18(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5.0 $\mu$ m)	58% 水 + 20% 甲醇 + 22% 乙腈	1.2	30	100	$\lambda_{\text{激发}} = 360$ , $\lambda_{\text{发射}} = 440$	光衍生器(230 V, 50 Hz, 8 W)
柱后碘衍生 HPLC 法	SB-C18(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5.0 $\mu$ m)	58% 水 + 20% 甲醇 + 22% 乙腈	1.2	30	100	$\lambda_{\text{激发}} = 360$ , $\lambda_{\text{发射}} = 440$	0.05% 碘溶液, 0.2 mL/min, 70 °C
无衍生 UPLC 法	BHC C18(50 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 $\mu$ m)	60% 水 + 40% 甲醇	0.2	35	1	$\lambda_{\text{激发}} = 360$ , $\lambda_{\text{发射}} = 440$	无

## 2 结果与讨论

## 2.1 柱后衍生和无衍生的比较

取质量浓度为梯度 5 (2.80 ng/mL AFG<sub>2</sub>、8.80 ng/mL AFG<sub>1</sub>、3.20 ng/mL AFB<sub>2</sub>、10.20 ng/mL AFB<sub>1</sub>) 的混合标准工作液,按照 1.2.3 色谱条件进行测定,4 种黄曲霉毒素的谱图见图 1、图 2。阳性花生油样按照 1.2.2 进行样品前处理,按照 1.2.3 色谱条件进行测定,4 种黄曲霉毒素的谱图见图 3。

且 4 种黄曲霉毒素均能达到较好的分离与定量。总之,柱后光化学衍生 HPLC 法能在线衍生、操作简便,适合处理大批量样品,柱后碘衍生 HPLC 法检测灵敏度高,无衍生 UPLC 法适用于植物油中黄曲霉毒素的快速定量测定。由图 3 可见,采用前处理不氮吹、50% 甲醇溶液环境下直接上样,进行液相色谱分析,花生油样中 4 种黄曲霉毒素均能较好地分离、定量,同时节省了时间。

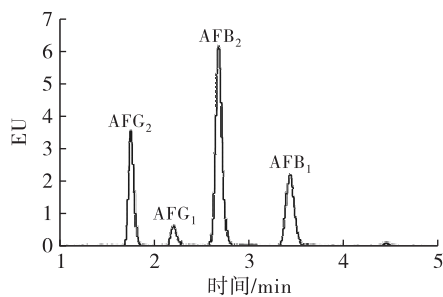


图1 无衍生 UPLC 法测定 4 种黄曲霉毒素的谱图(梯度 5)

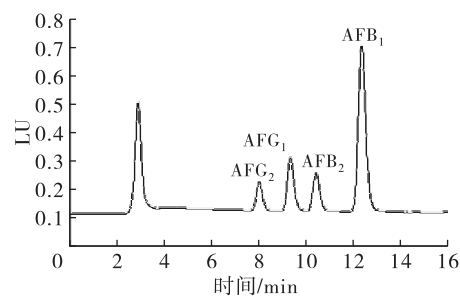


图3 阳性花生油样中 4 种黄曲霉毒素的谱图(柱后碘衍生 HPLC 法)

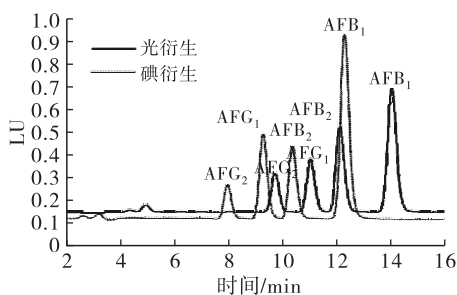


图2 两种衍生 HPLC 法测定 4 种黄曲霉毒素的谱图(梯度 5)

由图 1 可见,无衍生 UPLC 法的 4 种黄曲霉毒素均能在 5 min 内分离,且分离度较好,但仍存在 AFB<sub>1</sub>、AFG<sub>1</sub> 的荧光强度低于 AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>2</sub>,但不影响其定量的要求。由图 2 可见,柱后光化学衍生 HPLC 法和柱后碘衍生 HPLC 法都能提高 AFB<sub>1</sub>、AFG<sub>1</sub> 的荧光强度,柱后碘衍生 HPLC 法尤其突出,

## 2.2 线性关系和检出限的比较

按照 1.2.1 取 AFG<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub> 和 AFB<sub>1</sub> 7 个梯度的标准工作液,按 1.2.3 色谱条件进样测定,每个质量浓度梯度进样 3 次。以峰面积( $y$ )为纵坐标,质量浓度( $x$ )为横坐标,考察 4 种黄曲霉毒素的线性范围,并以  $S/N = 3$ 、 $S/N = 10$  分别为 4 种黄曲霉毒素的检出限和定量限,结果见表 2。从表 2 可见:柱后光化学衍生 HPLC 法 4 种黄曲霉毒素的相关系数均大于 0.999 9,柱后碘衍生 HPLC 法的相关系数均大于 0.999 8,无衍生 UPLC 法的相关系数均大于 0.997 1,可见 3 种方法测定 4 种黄曲霉毒素的标准曲线线性关系均良好;柱后碘衍生 HPLC 法的检出限和定量限最低,无衍生 UPLC 法的最高,充分验证了柱后碘衍生 HPLC 法具有较高的检测灵敏度,但 3 种方法均能满足检测的需求。

表2 不同方法中4种黄曲霉毒素的线性范围、回归方程、相关系数、检出限和定量限

分析方法	化合物	线性范围/ (ng/mL)	回归方程	相关系数	检出限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	定量限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
柱后光化学 衍生 HPLC 法	AFG <sub>2</sub>	0.14 ~ 5.60	$y = 2.534x + 0.003$	0.999 99	0.029	0.097
	AFG <sub>1</sub>	0.44 ~ 17.60	$y = 1.134x - 0.008$	1.000 00	0.067	0.220
	AFB <sub>2</sub>	0.16 ~ 6.40	$y = 5.328x - 0.079$	0.999 98	0.016	0.053
	AFB <sub>1</sub>	0.51 ~ 20.40	$y = 2.526x - 0.021$	1.000 00	0.035	0.120
柱后碘衍生 HPLC 法	AFG <sub>2</sub>	0.14 ~ 5.60	$y = 2.073x + 0.019$	0.999 87	0.026	0.087
	AFG <sub>1</sub>	0.44 ~ 17.60	$y = 1.737x + 0.007$	0.999 89	0.024	0.080
	AFB <sub>2</sub>	0.16 ~ 6.40	$y = 4.479x + 0.047$	0.999 99	0.014	0.047
	AFB <sub>1</sub>	0.51 ~ 20.40	$y = 3.767x + 0.067$	1.000 00	0.018	0.060
无衍生 UPLC 法	AFG <sub>2</sub>	0.14 ~ 5.60	$y = 1.26E + 5x + 1.32E + 3$	0.999 88	0.029	0.097
	AFG <sub>1</sub>	0.44 ~ 17.60	$y = 8.20E + 3x + 6.26E + 3$	0.997 12	0.080	0.267
	AFB <sub>2</sub>	0.16 ~ 6.40	$y = 2.43E + 5x - 2.13E + 3$	0.999 88	0.017	0.057
	AFB <sub>1</sub>	0.51 ~ 20.40	$y = 3.28E + 4x + 6.06E + 2$	0.999 72	0.045	0.150

### 2.3 回收率和精密度的比较

将大豆油样品分成3份,其中1份作本底,另外2份分别加入按1.2.1配制的梯度2混合标准工作液14.0  $\mu\text{L}$ 和60.0  $\mu\text{L}$ ,按照本文改进的方法进行

处理和测定,每份样品进行6次平行测定,考察方法的回收率和精密度,结果见表3。从表3可见,3种分析方法测得加标回收率为90.7% ~ 116.1%,相对标准偏差小于12%,表明3种方法准确性良好。

表3 不同方法大豆油中4种黄曲霉毒素的加标回收率和相对标准偏差(RSD)( $n=6$ )

添加量/ $\mu\text{L}$	化合物	柱后光化学衍生 HPLC 法		柱后碘衍生 HPLC 法		无衍生 UPLC 法	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
60	AFG <sub>2</sub>	104.4	8.9	104.8	11.3	107.9	10.3
	AFG <sub>1</sub>	90.7	8.5	101.0	8.8	94.6	9.8
	AFB <sub>2</sub>	100.9	8.8	106.6	10.3	112.3	9.5
	AFB <sub>1</sub>	112.3	7.7	109.3	2.6	116.1	4.8
14	AFG <sub>2</sub>	102.2	6.8	103.1	8.9	99.8	9.5
	AFG <sub>1</sub>	101.4	6.5	101.9	6.7	101.4	6.9
	AFB <sub>2</sub>	100.5	6.7	105.4	8.0	105.2	7.2
	AFB <sub>1</sub>	98.9	5.4	106.8	6.9	109.4	3.8

### 2.4 实际样品检测的比较

利用已改进的3种检测分析方法对考核花生油样进行3次平行测定,结果取平均值,见表4。由表4可看出,3种方法均能准确地测定花生油中4种黄曲霉毒素的含量,与其比对考核验证结果一致。

表4 不同方法中实际样品4种黄曲霉毒素

分析方法	检测结果的比较			
	AFG <sub>2</sub>	AFG <sub>1</sub>	AFB <sub>2</sub>	AFB <sub>1</sub>
柱后光化学衍生 HPLC 法	1.84	4.32	1.20	6.98
柱后碘衍生 HPLC 法	1.88	4.46	1.24	7.00
无衍生 UPLC 法	1.78	4.10	1.24	6.57

## 3 结论

经过优化样品前处理和色谱条件,采用柱后光化学 HPLC 法、柱后碘衍生 HPLC 法及无衍生 UPLC 法测定了植物油中4种黄曲霉毒素的含量并进行了比较研究。结果发现:采用前处理不氮吹、50% 甲醇

溶液环境下直接上样进行液相色谱分析,油样中4种黄曲霉毒素均能被较好分离、定量,并简化了前处理过程。柱后光化学衍生 HPLC 法、柱后碘衍生 HPLC 法及无衍生 UPLC 法中 AFB<sub>1</sub> 的检出限分别为0.035、0.018、0.045  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , AFB<sub>2</sub> 的检出限分别为0.016、0.014、0.017  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , AFG<sub>1</sub> 的检出限分别为0.067、0.024、0.080  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , AFG<sub>2</sub> 的检出限分别为0.029、0.026、0.029  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;3种分析方法线性关系良好( $r^2 > 0.99$ ),回收率为90.7% ~ 116.1%,相对标准偏差低于12%;3种分析方法测得花生油样品中4种黄曲霉毒素的含量基本一致;柱后光化学衍生 HPLC 法易于批量样品检测,柱后碘衍生 HPLC 法检测灵敏度高,无衍生 UPLC 法检测耗时短,3种方法能够满足粮油检测工作的需要,具有实际应用价值。

(下转第109页)

元/瓶,充氮成本液氮在1.8元/t,气氮在1.6元/t。但是气氮瓶压力在1.6 MPa,属于特种容器,使用费用增加。虽然液氮比气氮成本高0.2元/t,但是使用安全方便。这样确保油瓶内含氧量在5%以内,保证18个月的质保期。

#### (6) 油罐罐体处理

对油罐做好防腐处理,对管壁和罐底进行除锈达St3级;或用硼酸溶液喷涂,静置12 h,再用植物油刷两遍,第三遍用大豆油刷。用0.05% NaOH均匀喷洒在罐底内表面,静置24 h,用刷子刷,用清水冲洗,最后用风机吹干。完成后充压缩空气0.1 MPa,保持15 min做气密性实验。氮气管材质为无缝镀锌管或不锈钢无缝钢管,法兰垫片厚度20 mm,橡胶材质。

#### 5.3 建议采取小分子气泡、微纳米气泡发生器

鉴于国产的气液混合器的混合效果不理想,进口的气液泵和小分子气液鼓泡系统价格高。采取旋回式气液混合型微纳米气泡发生器,进入发生器的气液混合流体进行高速旋转,在发生器中部形成负压轴,利用负压轴的吸力将液体中混合的气体或外部接入的气体集中到负压轴上,高速旋转的液体和气体在适当的压力下从特别设计的喷射口喷出时,

由于喷口处混合气液超高的旋转速度与气液密度比(1:1 000)的力学上的相乘效果,在气液接触界面产生高速强力的剪切和高频率的压力变动,生成大量微米级、纳米级气泡的同时具有打碎聚合分子团,形成小分子气泡,微纳米气泡是以气泡的方式长时间(上升速度6 cm/min)存留。这样氮气存留时间长,有利于高端油脂的储存,但是气液空化高负压,对混合器的强度要求高。这项研究还处在实验之中。

**致谢:**嘉吉黄骅李国荣经理、溢海集团李小雨总监、厦门银祥薛武军对本文的支持!

#### 参考文献:

- [1] 程宏, 魏合贵, 李庆鹏, 等. 油脂充氮储藏技术的研究[J]. 食品科技, 2010, 35(3): 161-163.
- [2] 王高林. 食用油脂瓶体凹陷和变形原因及解决办法浅析[C]//中国粮油学会油脂分会第二十六届学术年会论文集. 北京: 中国粮油学会, 2017.
- [3] 王少振. 浅析PET食用油桶对油品保鲜的影响[C]//中国粮油学会油脂分会第二十四届学术年会论文集. 北京: 中国粮油学会, 2015.
- [4] 马明清. 食用油脂灌装充氮时应注意事项[J]. 粮食与油脂, 2009(8): 41-42.
- [5] 陆峰, 鲍凤军, 李晖, 等. 植物油罐底部充氮对储油品质的影响[J]. 粮食科技与经济, 2015, 40(2): 53-55.
- [6] 王波, 杨琳, 张宇昊, 等. 黄曲霉毒素去毒方法研究进展[J]. 中国油脂, 2011, 36(2): 60-63.
- [7] 吴高芬, 李慧敏. 柱后碘衍生法荧光检测黄曲霉毒素的方法探讨[J]. 中国药业, 2016, 25(18): 64-67.
- [8] 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.
- [9] 张鹏, 张艺兵, 赵卫东, 等. 花生中黄曲霉毒素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>的多功能净化柱-高效薄层色谱分析[J]. 分析测试学报, 1999, 18(6): 62-64.
- [10] 张鹏, 张艺兵, 赵卫东, 等. 免疫亲和柱净化、在线电化学衍生化高效液相色谱法检测花生中的黄曲霉毒素[J]. 色谱, 2000, 18(1): 82-84.
- [11] 王勤, 刘辉, 李秋霞, 等. 固相萃取液相色谱-串联质谱法测定食品中6种黄曲霉毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(22): 5888-5892.
- [12] 蔡增轩, 许娇娇, 王军淋. 氮吹对黄曲霉毒素回收率的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(2): 453-456.
- [1] 黄达明, 林琳, 林克龙. 加热对减少花生中黄曲霉毒素水平的作用[J]. 中国油脂, 2006, 31(7): 51-53.
- [2] Setting maximum levels for certain contaminants in food-stuffs; EC No. 1881/2006[S]. Brussels: Commission of the European Communities, 2006.
- [3] 尚艳娥, 杨卫民. CAC、欧盟、美国与中国粮食中真菌毒素限量标准的差异分析[J]. 食品科学技术学报, 2019, 37(1): 10-15.
- [4] 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量: GB 2761—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- [5] 裴道国, 刘冰, 张立东. 测定花生及花生制品中黄曲霉毒素: 免疫亲和柱净化-光化学在线衍生-高效液相色谱-荧光[J]. 中国国境卫生检疫杂志, 2006, 29(6): 368-371.

(上接第105页)

#### 参考文献: