

# 固相萃取净化-超高效液相色谱串联质谱法 测定菜籽油中交链孢霉毒素含量

李磊<sup>1</sup>, 韦柳丹<sup>2</sup>, 周贻兵<sup>1</sup>, 张权<sup>1</sup>, 刘文政<sup>1</sup>, 刘利亚<sup>1</sup>

(1. 贵州省疾病预防控制中心, 贵阳 550002; 2. 贵州医科大学 公共卫生学院, 贵阳 550001)

**摘要:**建立了固相萃取净化-超高效液相色谱串联质谱法测定菜籽油中交链孢霉毒素含量的方法。将菜籽油与甲醇混匀后使用 Captive EMR-Lipid 固相萃取柱(3 mL, 300 mg)净化, 收集净化液经氮吹浓缩后, 采用超高效液相色谱串联质谱测定, 内标法定量。以回收率为指标对固相萃取柱的净化载量及洗脱剂体积进行优化。结果表明, 菜籽油最佳净化载量为 0.15 g, 最佳洗脱剂体积为 2.0 mL。4 种交链孢霉毒素在线性范围内相关系数均大于 0.998, 4 种交链孢霉毒素加标回收率为 68.8%~117.3%, 精密密度为 8.6%~11.4%, 方法检出限为 0.1~2.0 μg/kg, 定量限为 0.3~6.0 μg/kg。方法具有较好的灵敏度及回收率, 简单、易于操作, 适用于菜籽油中交链孢霉毒素的检测。

**关键词:**交链孢霉毒素; 固相萃取; 超高效液相色谱串联质谱法; 菜籽油

中图分类号: O657.72; TS201.6 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2021)08-0119-05

## Determination of alternaria mycotoxins in rapeseed oil by solid phase extraction with ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LI Lei<sup>1</sup>, WEI Liudan<sup>2</sup>, ZHOU Yibing<sup>1</sup>, ZHANG Quan<sup>1</sup>, LIU Wenzheng<sup>1</sup>, LIU Liya<sup>1</sup>

(1. Guizhou Provincial Center for Disease Control and Prevention, Guiyang 550002, China;

2. School of Public Health, Guizhou Medical University, Guiyang 550001, China)

**Abstract:** A method for analysis of alternaria mycotoxins in rapeseed oil was established by solid phase extraction with ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. The rapeseed oil was mixed with methanol and purified by Captive EMR-Lipid solid phase extraction column (3 mL, 300 mg). The purification liquid was collected and concentrated by nitrogen blowing. The alternaria mycotoxins were determined by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) and quantified by internal standard method. The purification capacity and eluent volume were optimized by investigating the recovery rate of alternaria mycotoxins. The results showed that the optimal purification capacity of rapeseed oil was 0.15 g, and the optimal eluent volume was 2.0 mL. The correlation coefficients of alternaria mycotoxins within linear range were greater than 0.998, and the recovery rates of alternaria mycotoxins ranged from 68.8% to 117.3% with the relative standard deviations of 8.6%~11.4%. The limit of detection and limit of quantification were 0.1~2.0 μg/kg and 0.3~6.0 μg/kg, respectively. The method had good sensitivity and recovery rate, and it was simple and easy to operate. The method was suitable for determination of alternaria mycotoxins in rapeseed oil.

**Key words:** alternaria mycotoxins; solid phase extraction; ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; rapeseed oil

收稿日期: 2020-12-22; 修回日期: 2021-01-25

作者简介: 李磊(1986), 男, 副主任技师, 硕士, 研究方向为环境及食品卫生检测(E-mail) shadow\_ne@126.com。

通信作者: 刘利亚, 主任技师(E-mail) liuliya7588@sina.com。

粮油作物在入库储存前若水分未降至安全水分界限(≤14%)则易发生霉变<sup>[1]</sup>, 油菜籽水分含

量较高<sup>[2]</sup>,极易发生霉变<sup>[3]</sup>,而以霉变的油菜籽制取的菜籽油中可能存在被生物毒素污染的风险。

交链孢霉毒素是由广泛分布于粮油作物和土壤中的交链孢霉(*Alternaria* spp.)产生的一种常见生物毒素<sup>[4]</sup>,主要包括细交链孢菌酮酸(TeA)、交链孢酚(AOH)、腾毒素(TEN)及交链孢酚单甲醚(AME)<sup>[5-6]</sup>。交链孢霉毒素对人畜具有一定的致癌、致畸等毒性作用<sup>[7-9]</sup>。虽然菜籽油存在被交链孢霉毒素污染的风险,但目前交链孢霉毒素的检测方法研究主要集中在玉米、小麦及水果等食品<sup>[10-12]</sup>,而植物油中交链孢霉毒素的检测方法鲜见报道。目前油菜籽有多种制油方式<sup>[13-14]</sup>,但尚无研究证明高温制油与冷榨工艺能去除霉变油菜籽中的交链孢霉毒素,因此建立菜籽油中交链孢霉毒素的测定方法非常重要。本研究采用新型填料SPE小柱对菜籽油进行净化处理,建立了菜籽油中4种交链孢霉毒素的检测方法,并用于实际样品检测,以期对菜籽油中交链孢霉毒素的检测提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

细交链孢菌酮酸(TeA)、交链孢酚(AOH)、腾毒素(TEN)、交链孢酚单甲醚(AME)、细交链孢菌酮酸-D<sub>13</sub>(TeA-D<sub>13</sub>)、交链孢酚-D<sub>2</sub>(AOH-D<sub>2</sub>)、腾毒素-D<sub>3</sub>(TEN-D<sub>3</sub>)、交链孢酚单甲醚-D<sub>3</sub>(AME-D<sub>3</sub>)标准品,TRC公司;乙腈(色谱纯)、甲醇(色谱纯),美国Fisher公司;其他试剂均为分析纯。

Captive EMR-Lipid固相萃取柱(3 mL, 300 mg),美国安捷伦科技有限公司;SCIEX QTRAP 6500+三重四极杆串联质谱仪、ExionLC超高效液相色谱仪,美国AB SCIEX公司;3-30KS型高速离心机,德国Sartorius Sigma公司;SB25-12YDTD型超声水浴锅;Milli-Q超纯水机,美国Millipore公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 标准溶液配制

分别称取10 mg TeA、AOH、TEN、AME标准品用甲醇定容至10 mL,得到1.0 mg/mL单标储备液。将单标储备液移取不同体积后用甲醇定容为混标应用液(AME为10 μg/mL, AOH、TEN为100 μg/mL, TeA为250 μg/mL)。分别将1.0 mg内标TeA-D<sub>13</sub>、AOH-D<sub>2</sub>、TEN-D<sub>3</sub>、AME-D<sub>3</sub>用甲醇定容为10 mL内标储备液,将内标储备液移取不同体积后

用甲醇定容为混合内标应用液(AME-D<sub>3</sub>为10 ng/mL, AOH-D<sub>2</sub>、TEN-D<sub>3</sub>为100 ng/mL, TeA-D<sub>13</sub>为250 ng/mL)。根据配制系列标准溶液的质量浓度移取不同体积混标应用液,加入50 μL混合内标应用液后,使用1.0 mmol/L碳酸氢铵溶液-5%甲醇溶液(体积比95:5)定容至1.0 mL,待测。

#### 1.2.2 样品前处理

取0.15 g菜籽油样品,先加入25 μL混合内标应用液,然后加入2.0 mL甲醇,旋涡混匀后呈混悬态,待净化。向Captive EMR-Lipid固相萃取柱加入2.0 mL水活化,待水流至近干后将混悬态待净化样品上固相萃取柱并收集洗脱液,上样完毕后加入2.0 mL甲醇并收集洗脱液,将两次洗脱液合并后氮气吹至近干,用流动相1.0 mmol/L碳酸氢铵溶液-5%甲醇溶液(体积比95:5)定容至0.5 mL,待测。

#### 1.2.3 仪器条件及参数

##### 1.2.3.1 超高效液相色谱条件

Hypersil Gold色谱柱(200 mm × 2.1 mm, 1.9 μm);流动相A为1.0 mmol/L碳酸氢铵溶液,流动相B为5%甲醇溶液;流动相流速0.30 mL/min;进样量2 μL;柱温40℃。超高效液相色谱梯度洗脱程序见表1。

表1 超高效液相色谱梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95.0	5.0
0.5	95.0	5.0
4.5	5.0	95.0
8.0	5.0	95.0
8.1	95.0	5.0
11.0	95.0	5.0

##### 1.2.3.2 质谱条件

采用电喷雾离子源,负离子采集(ESI模式);喷雾电压-4 500 V;吹帘气(CUR)压力241.15 kPa;雾化温度(TEM)550℃;雾化气(Gas 1)压力310.05 kPa;辅助气(Gas 2)压力344.5 kPa;多反应监测MRM模式进行采集,质谱参数见表2。

表2 质谱参数

目标物	离子对(m/z)	去簇电压/V	碰撞能量/eV
交链孢酚	257 > 213 *	-110	-31
	257 > 147	-110	-44
交链孢酚单甲醚	271 > 256 *	-120	-31
	271 > 228	-120	-38
细交链孢菌酮酸	196 > 112 *	-60	-31
	196 > 139	-60	-31

续表 2

目标物	离子对 ( <i>m/z</i> )	去簇电压/ V	碰撞能量/ eV
腾毒素	413 > 141 *	-100	-27
交链孢酚 - D <sub>2</sub>	413 > 271	-100	-23
交链孢酚单 甲醚 - D <sub>3</sub>	259 > 215	-90	-34
细交链孢菌酮 酸 - D <sub>13</sub>	274 > 256	-90	-32
腾毒素 - D <sub>3</sub>	209 > 143	-80	-34
	416 > 141	-90	-24

注: \* 为定量离子对。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱条件优化

交链孢霉毒素检测使用碳酸氢铵-甲醇体系能够有较为对称的色谱峰及灵敏度。而在实际样品测定中发现,在碳酸氢铵-甲醇梯度体系中 TeA 对定容液中有有机相比例存在选择性,当进样量为 10 μL 且最终标准品定容液中甲醇比例大于 20% 时,会出现较为严重的色谱峰分叉。若选择高灵敏度的检测仪器并降低进样量至 2 μL 时,最终标准品定容液中甲醇比例在不高于 40% 情况下能够获得良好的峰形。

本方法采用内标法进行定量,而测定过程中会引入甲醇内标应用液,而 TeA 对甲醇比例的选择性会影响分析过程中的峰形表现。操作者可根据检测设备的灵敏度选择合适的进样量,对样品及标准溶液的有机溶剂添加量进行调整,避免出现 TeA 在过多甲醇的定容环境下出现色谱峰分叉情况。

### 2.2 固相萃取柱净化载量优化

目前尚缺乏有效的对菜籽油中交链孢霉毒素的净化手段,现有谷物制品及水果制品中的交链孢霉毒素多采用亲水亲脂平衡型固相萃取小柱通过分子间作用力吸附目标物后洗脱收集达到净化效果。但对油脂使用亲水亲脂平衡型固相萃取小柱净化后再洗脱时有明显的油脂基质残留而影响测定结果。因此,本研究采用针对油脂进行净化的 Captive EMR-Lipid 固相萃取柱对油脂进行净化。在相同加标量 (AME 为 2.5 μg/kg, AOH 及 TEN 为 25.0 μg/kg, TeA 为 50.0 μg/kg) 条件下,考察 Captive EMR-Lipid 固相萃取柱 (3 mL, 300 mg) 不同菜籽油净化载量对 4 种交链孢霉毒素回收率的影响,结果见图 1。

由图 1 可知,0.10 g 与 0.15 g 菜籽油净化载量的 Captive EMR-Lipid 固相萃取柱对菜籽油基质有较好的净化效果,4 种交链孢霉毒素回收率在

68.2% ~ 105.4% 之间,而 0.20、0.25 g 菜籽油净化载量下固相萃取柱则出现了超载,主要表现为有少量的油脂进入净化后的样品,对回收率产生影响,4 种交链孢霉毒素回收率均不超过 81.3%。为获得较好回收率的同时提高方法灵敏度,选择菜籽油最佳净化载量为 0.15 g。

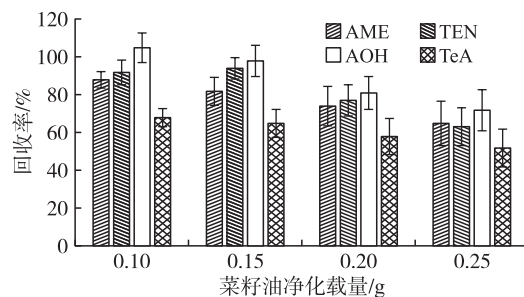


图 1 不同菜籽油净化载量对 4 种交链孢霉毒素回收率的影响

### 2.3 固相萃取柱洗脱剂体积优化

本方法采用的 Captive EMR-Lipid 固相萃取柱可不经洗脱直接收集洗脱液完成油脂的净化,研究了不洗脱和采用不同体积的甲醇洗脱对 4 种交链孢霉毒素回收率的影响,结果见图 2。

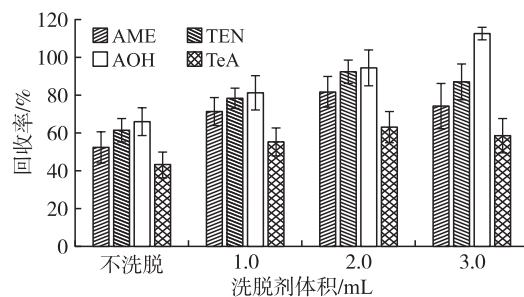


图 2 不同洗脱剂体积对 4 种交链孢霉毒素回收率的影响

由图 2 可知,未经洗脱的样品净化后回收率低于洗脱剂洗脱后样品的回收率,但过多的洗脱剂同样会将油脂洗脱而影响净化效果。因此,选择洗脱剂体积为 2.0 mL。

### 2.4 方法线性、检出限与定量限

按 1.2.1 方法配制系列标准溶液,按 1.2.3 进行测定,以标准溶液峰面积与内标溶液峰面积之比对标准溶液质量浓度绘制标准曲线。通过向空白菜籽油样品中加入低质量浓度交链孢霉毒素混合标准溶液,经上述方法处理后测定,以响应值 3 倍信噪比计算检出限,10 倍信噪比计算定量限。方法的线性回归方程、线性范围、相关系数、检出限和定量限见表 3。

由表 3 可知:交链孢酚单甲醚的线性范围均为 0.05 ~ 2.0 μg/L,检出限与定量限均分别为 0.1、0.3 μg/kg;腾毒素、交链孢酚的线性范围为 0.5 ~ 20 μg/L,检出限与定量限分别为 1.0、3.0 μg/kg;细交链孢菌酮酸的线性范围为 1.0 ~ 50 μg/L,检出限与

定量限分别为 2.0、6.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ; 4 种交链孢霉毒素的相关系数均大于 0.998。

表 3 方法线性回归方程、线性范围、相关系数、检出限和定量限

化合物	线性范围/ $(\mu\text{g}/\text{L})$	回归方程	相关系数( $r$ )	检出限/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	定量限/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$
交链孢酚单甲醚(AME)	0.05 ~ 2.0	$Y = 1.272\ 10X - 0.001\ 29$	0.999 9	0.1	0.3
腾毒素(TEN)	0.5 ~ 20	$Y = 0.159\ 08X + 0.006\ 69$	0.999 9	1.0	3.0
交链孢酚(AOH)	0.5 ~ 20	$Y = 0.296\ 34X + 0.017\ 10$	0.999 8	1.0	3.0
细交链孢菌酮酸(TeA)	1.0 ~ 50	$Y = 0.196\ 29X + 0.128\ 71$	0.998 7	2.0	6.0

## 2.5 准确度及精密度

采用空白菜籽油样品以低、中、高 3 个加标量做加标回收实验:低加标量组 AME 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , AOH 及 TEN 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , TeA 10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ; 中加标量组

AME 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , AOH 及 TEN 25.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , TeA 50.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ; 高加标量组 AME 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , AOH 及 TEN 50.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , TeA 100.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。每个加标量同时设计 6 组平行实验做精密度实验,结果见表 4。

表 4 方法回收率和精密度( $n=6$ )

化合物	低加标量		中加标量		高加标量	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
交链孢酚单甲醚(AME)	89.6	11.3	91.5	10.4	96.8	8.6
腾毒素(TEN)	91.2	10.2	92.7	11.1	98.4	10.5
交链孢酚(AOH)	92.4	9.6	102.6	8.6	117.3	9.4
细交链孢菌酮酸(TeA)	68.8	11.4	70.8	10.4	75.4	10.8

由表 4 可知,4 种交链孢霉毒素加标回收率为 68.8% ~ 117.3%, 相对标准偏差(RSD)为 8.6% ~ 11.4%。

## 2.6 样品测定

随机抽取市售定型菜籽油包装样品 20 份,散装菜籽油样品 20 份,采用本方法测定 4 种交链孢霉毒素含量。结果表明:定型菜籽油包装样品中 4 种交链孢霉毒素均未检出,而 2 份散装菜籽油样品检出 TeA,含量分别为 8.61、10.42  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ; 3 份散装菜籽油样品检出 AOH,含量分别为 6.88、7.42、9.63  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 3 结论

本研究建立了菜籽油中 4 种交链孢霉毒素的分析方法。通过使用 Captive EMR - Lipid 固相萃取柱对菜籽油进行净化后进行检测,解决了目前对菜籽油样品难以进行净化检测的问题。菜籽油最佳净化载量为 0.15 g、最佳洗脱剂体积为 2.0 mL。4 种交链孢霉毒素在线性范围内相关系数均大于 0.998,4 种交链孢霉毒素加标回收率为 68.8% ~ 117.3%, 精密度为 8.6% ~ 11.4%, 方法检出限为 0.1 ~ 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 定量限为 0.3 ~ 6.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。本方法具有较好的精密度和准确度,能满足菜籽油中 4 种交链孢霉毒素的检测要求。

## 参考文献:

[1] 苏爽,张二鹏,韩月哲,等. 玉米中 4 种交链孢霉毒素的

测定方法研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2020, 41(3):72-77.

[2] TOLRÀ R P, ALONSO R, POSCHENRIEDER C, et al. Determination of glucosinolates in rapeseed and *Thlaspi caerulescens* plants by liquid chromatography - atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2000, 889(1):75-81.

[3] 杨国峰,丁超,蔡浩飞,等. 油菜籽干燥技术研究进展[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(5):124-128.

[4] 谢继安,刘柏林,赵紫薇,等. 同位素稀释-液相色谱-串联质谱法在小麦粉细交链孢菌酮酸和腾毒素标准物质制备和定值中的应用[J]. 色谱, 2020, 38(7):833-840.

[5] ARCELLA D, ESKOLA M, RUIZ J A G. Dietary exposure assessment to *Alternaria* toxins in the European population, EFSA report [J/OL]. EFSA J, 2016, 14(12):e04654 [2020-12-10]. <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2016.4654>.

[6] 李凤琴. 链格孢毒素及其食品卫生问题[J]. 中国食品卫生杂志, 2001, 13(6):45-49.

[7] SOLHAUG A, VINES L L, IVANOVA L, et al. Mechanisms involved in *Alternariol* - induced cell cycle arrest[J]. Mutat Res, 2012, 738/739(1):1-11.

[8] BENSASSI F, GALLERNE C, DEIN O S E, et al. Mechanism of *Alternariol* monomethyl ether - induced mitochondrial apoptosis in human colon carcinoma cells [J]. Toxicology, 2011, 290(2/3):231-241.

(下转第 139 页)

- [35] GUYON F, ABSALON C, ELOY A, et al. Comparative study of matrix – assisted laser desorption/ionization and gas chromatography for quantitative determination of cocoa butter and cocoa butter equivalent triacylglycerol composition[J]. *Rapid Commun Mass Spectrom*, 2003, 17(20): 2317 – 2322.
- [36] FOUBERT I, FREDRICK E, VERECKEN J, et al. Stop – and – return DSC method to study fat crystallization [J]. *Thermochimica Acta*, 2008, 471:7 – 13.
- [37] BRICKNELL J, HARTEL R W. Relation of fat bloom in chocolate to polymorphic transition of cocoa butter[J]. *J Am Oil Chem Soc*, 1998, 75(11): 1609 – 1615.
- [38] LONCHAMPT P, HARTEL R W. Surface bloom on improperly tempered chocolate[J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2006, 108(2): 159 – 168.
- [39] NOPENS I, FOUBERT I, GRAEF V D, et al. Automated image analysis tool for migration fat bloom evaluation of chocolate coated food products [J]. *LWT – Food Sci Technol*, 2008, 41: 1884 – 1891.
- [40] BRIONES V, AGUILERA J M. Image analysis of changes in surface color of chocolate[J]. *Food Res Int*, 2005, 38(1): 87 – 94.
- [41] PASTOR C, SANTAMARIA J, CHIRALT A, et al. Gloss and colour of dark chocolate during storage[J]. *Food Sci Technol Int*, 2007, 13(1): 27 – 34.
- [42] ANDERSEN M D. Heat stable chocolate; WO 2015/088434A1[P]. 2015 – 06 – 18.
- [43] DE LA H S M, DICKERSON S T. Temperature tolerant chocolate; WO 2012/146921A1[P]. 2012 – 11 – 01.
- [44] BEST E, OAKENFULL D, MALADEN – PERCY M, et al. Tropicalizing agent, and methods for making and using the same; 2005/0118327 A1[P]. 2005 – 06 – 02.
- [45] LONCHAMPT P, HARTEL R W. Fat bloom in chocolate and compound coatings [J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2004, 106: 241 – 274.
- [46] JUUL B. Method for obtaining bloom – retarding components for confectionery products; US 2015/0296830 A1 [P]. 2015 – 10 – 22.
- [47] ZHAO H H, BINGOL G, JAMES B J. Influence of non – fat particulate network on fat bloom development in a model chocolate[J]. *J Food Eng*, 2018, 225: 12 – 17.
- [48] WATANABEA S, YOSHIKAWAA S, SATO K. Formation and properties of dark chocolate prepared using fat mixtures of cocoa butter and symmetric/asymmetric stearic – oleic mixed – acid triacylglycerols: impact of molecular compound crystals [J/OL]. *Food Chem*, 2021, 339: 127808[2020 – 08 – 19]. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127808>.
- [49] STORTZ T A, MARANGONI A G. Heat resistant chocolate [J]. *Trends Food Sci Technol*, 2011, 22: 201 – 214.
- [50] FRANCIS F P, CHIDAMBARAM R. Hybrid hydrogel dispersed low fat and heat resistant chocolate[J]. *J Food Eng*, 2019, 256: 9 – 17.
- [51] GLAZIER B D, WILD K, WENTZEL J, et al. Heat resistant chocolate; WO 2014/052430A1 [P]. 2014 – 04 – 03.
- [52] WENTZEL J, GLAZIER B D, MAXIMILLENNE VAN DAMME I B. Heat resistant confections; WO 2015/138168A1[P]. 2015 – 09 – 17.
- [53] ANDERSON M D, JUUL B. Process for producing solid heat stable chocolate; WO 2016/200326A1 [P]. 2016 – 12 – 15.
- [54] KOYANO T, HACHIYA I, SATO K. Fat polymorphism and crystal seeding effects on fat bloom stability of dark chocolate[J]. *Food Struct*, 1990,9: 231 – 240.
- [55] KOYANO T, SAGI N, IZUMI T, et al. Chocolate and chocolate additive; US 4877636[P]. 1989 – 10 – 31.
- [56] NAOHIRO K, YOJIRO F, EIJI I. Chocolate and method for manufacturing same; WO 2020031539A1 [P]. 2020 – 02 – 13.

(上接第 122 页)

- [9] SHIGEURA H T, GORDON C N. The biological activity of tenuazonic acid [J]. *Biochemistry*, 1963, 2(5): 1132 – 1137.
- [10] 王硕, 孙灵利, 刘焯, 等. 超高效液相色谱 – 串联质谱法同时测定小麦制品中 4 种交链孢霉毒素[J]. *中国食品卫生杂志*, 2019(1): 35 – 40.
- [11] 罗毅, 刘峰, 冯建林, 等. 高效液相色谱和高效液相色谱 – 质谱法测定粮食中互隔交链孢霉醇, 互隔交链孢霉醇单甲醚及玉米赤霉烯酮[J]. *色谱*, 1994(5): 342 – 344.
- [12] 吴振兴, 程果, 肖西志, 等. 固相萃取 – 液相色谱 – 串联质谱法检测番茄酱中 6 种交链孢霉毒素[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019(3): 700 – 704.
- [13] 刘大川. 中国油菜籽加工业的现状[J]. *中国油脂*, 2004, 29(5): 5 – 9.
- [14] 刘大川, 张麟, 刘金波, 等. 油菜籽脱皮、低温压榨、膨化浸出制油新工艺[J]. *中国油脂*, 2005, 30(2): 13 – 16.