

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2023.03.021

曹晶晶, 刘莹, 王雅楠, 等. 全自动免疫磁珠法与免疫亲和柱法测定食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的对比研究[J]. 粮油食品科技, 2023, 31(3): 153-158.CAO J J, LIU Y, WANG Y N, et al. Comparative study on the determination of aflatoxin B<sub>1</sub> in edible oil by automated immunomagnetic bead purification method and immunoaffinity column purification method[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2023, 31(3): 153-158.

# 全自动免疫磁珠法与免疫亲和柱法测定食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的对比研究

曹晶晶, 刘莹✉, 王雅楠, 赵胜男, 毋修远, 高海军

(河南省食品和盐业检验技术研究院, 河南 郑州 450003)

**摘要:** 采用全自动免疫磁珠净化与免疫亲和柱净化的前处理方法, 结合超高效液相色谱法对不同食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 进行定量检测, 并对两种前处理方法结果准确性、加标回收率、检测时间进行了对比。结果表明: 全自动免疫磁珠净化与免疫亲和柱净化测定植物油标准物质, 结果分别为 15.59 μg/kg 和 14.64 μg/kg, 均在标准值范围内; 对不同种类食用油添加不同量的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准物质, 加标回收率均在 88%~110%之间, 相对标准偏差均在 5%以内。采用 Bland-Altman 法对全自动免疫磁珠净化法和免疫亲和柱净化法进行差异分析, 结果显示这两种净化方法的差异在可接受范围内。两种方法在净化和富集食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 均可满足实验要求, 可以互相代替使用。通过检测时间对比, 全自动免疫磁珠净化搭配使用真菌毒素全自动净化仪前处理方法可同时处理多个样品, 平均一个样品净化时间小于 3 min, 处理时间短、实验效率更高。

**关键词:** 全自动免疫磁珠; 免疫亲和柱; 超高效液相色谱法; 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>; 食用油

中图分类号: TS207.7; S-3 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2023)03-0153-06

## Comparative Study on the Determination of Aflatoxin B<sub>1</sub> in Edible Oil by Automated Immunomagnetic Beadpurification Method and Immunoaffinity Column Purification Method

CAO Jing-jing, LIU Ying✉, WANG Ya-nan, ZHAO Sheng-nan, WU Xiu-yuan, GAO Hai-jun  
(Henan Institute of Food and Salt Industry Inspection Technology, Zhengzhou, Henan 450003, China)

**Abstract:** In this experiment the pretreatment methods of automatic immunomagnetic bead purification and immunoaffinity chromatography purification were used to quantitatively detect aflatoxin B<sub>1</sub> in different edible oils by ultra-high performance liquid chromatography, and the accuracy, spike recovery and detection time of the two pretreatment methods were compared. The results showed that the results of automatic immunomagnetic bead purification and immunoaffinity chromatography purification for the determination of vegetable oil standard materials were 15.59 μg/kg and 14.64 μg/kg, respectively, both of which were within the standard range. Different amounts of aflatoxin B<sub>1</sub> standard materials were added to different kinds of

收稿日期: 2023-02-03

作者简介: 曹晶晶, 女, 1993 年出生, 硕士, 工程师, 研究方向为粮油食品检验。E-mail: jingjing050802@163.com.

通讯作者: 刘莹, 女, 1981 年出生, 硕士, 工程师, 研究方向为粮油食品检验。E-mail: 349750426@qq.com.

edible oils, and the recovery rate of spikes was between 88%~110%, and the relative standard deviation was within 5%. The Bland-Altman method was used to analyze differences between the automatic immunomagnetic bead purification method and the immunoaffinity chromatography purification method, and the results showed that differences between the two purification methods were within the acceptable range. Both methods could meet the experimental requirements in purification and enrichment of aflatoxin B<sub>1</sub> in edible oil and can be used instead of each other. Through the comparison of detection time, automatic immunomagnetic bead purification combined with mycotoxin automatic purification instrument pretreatment method can process multiple samples at the same time, and the average purification time of one sample is less than 3 min, indicating that the treatment time is shorter, and the experimental efficiency is higher.

**Key words:** automated immunomagnetic bead; immunoaffinity chromatography; ultra high liquid chromatography; aflatoxin B<sub>1</sub>; edible oil

黄曲霉毒素 (Aflatoxin) 是由曲霉属中寄生曲霉和黄曲霉产生的次生有毒代谢产物, 属于剧毒类小分子物质。其中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 毒性与危害最大, 为 1A 类致癌物, 研究表明痕量的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 也会导致人体致癌、致畸及肝脏功能受损等<sup>[1-2]</sup>, 且热稳定性好, 268 °C 以上的高温下才裂解。当霉菌处于高温 (25~32 °C)、高湿 (90%~110%) 环境或处于与其他霉菌竞争的应激情况时, 会产生霉菌毒素, 且经常在粮食、油料及其制品中能检测到。现阶段, 世界各国均对其制定了相应的限量标准<sup>[3]</sup>。因此, 对粮食及油料作物中黄曲霉毒素的准确检测就显得十分关键。

样品前处理作为食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 分析方法的重要步骤, 直接影响检测结果准确度与精密度。目前, 食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 前处理净化方法主要有免疫亲和柱法、固相萃取法等<sup>[4-7]</sup>, 其中免疫亲和柱因基质干扰少、可选择性吸附、特异性强、灵敏度高特性得到广泛应用, 国内外已有大量市售黄曲霉毒素免疫亲和柱。但前处理过程均需要采用手动净化, 过程繁琐、耗时过长的缺点。因此, 采用自动净化的前处理方法具有重要意义。

免疫磁珠 (Immunomagnetic beads, IMBs) 是一种新型磁性纳米粒子材料, 近几年, 免疫磁珠净化法基于灵敏度高、操作简单、耗时短、可批量处理样品、人员要求低等优点受到了广泛关注与研究<sup>[8-9]</sup>, 并逐渐应用于真菌毒素检测<sup>[10-12]</sup>。刘伟伟等<sup>[13]</sup>利用化学共沉淀方法, 制备超顺磁性

纳米磁珠, 通过与黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 多抗偶联得到免疫磁珠, 结合高效液相色谱来共同检测植物油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 含量。该方法线性良好, 检出限为 0.5 μg/L, 平均回收率为 96%, 相对标准偏差为 12.5%。李红洲等<sup>[14]</sup>采用免疫磁珠净化法测定粮食中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>, 平均回收率在 88.58%~107.61%, 变异系数小于 10%; 上述免疫磁珠净化方法虽然能够满足黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的分离与纯化, 但是步骤仍较为复杂, 因此, 采用自动化、高通量的前处理方法具有重要意义。

真菌毒素全自动净化仪是一款用于真菌毒素检测中全自动免疫磁珠净化的专用仪器。本实验采用真菌毒素全自动净化仪与免疫亲和柱净化的前处理方法, 结合超高效液相色谱法测定食用油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的方法进行比较, 系统地分析两种前处理方法的差异性, 为植物油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 快速、准确检测提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准品 (SB05-195-2008): 农业部环境保护科研监测所; 植物油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 分析检测质控样品 (天然污染) TMQC0107: 坛墨质检科技股份有限公司; 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 免疫亲和柱: 北京华安麦科生物技术有限公司; 真菌毒素净化试剂盒-粮油中黄曲霉毒素净化试剂盒: 北京东孚久恒仪器技术有限公司; 甲醇、乙腈: 默克; 玻璃纤维滤纸和双圈定量滤纸: Whatman; 植

物油(低芥酸菜籽油、浓香花生油、金龙鱼大豆油):超市。

## 1.2 仪器与设备

JJHZ 10 真菌毒素全自动净化仪:北京东孚久恒仪器技术有限公司;UPH-III-20L 超纯水系统:西安优普仪器设备有限公司;涡旋振荡器:IKA Dancer;MNT-2800 氮吹仪:上海旌派仪器有限公司;超高效液相色谱仪配荧光检测器:Waters/Acquity UPLC H-class。

## 1.3 样品提取

参考 GB 5009.22—2016《食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》<sup>[15]</sup>第三法高效液相色谱-柱后衍生法(无衍生器法,大体积流通池直接检测)进行,准确称取 5 g(精确到 0.01 g)油样品于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 甲醇-水(v/v:70/30),涡旋混匀,摇床中震荡 20 min,以 6 000 r/min 离心 5 min,取上清液备用。

## 1.4 样品净化

### 1.4.1 免疫亲和柱净化

将经 1.3 处理得到的上清液过定量滤纸,准确移取 10 mL 滤液,加入 20 mL 水混匀,过 whaman 滤纸。将低温下保存的免疫亲和柱恢复至室温。免疫亲和柱内的液体排干后,取 10 mL 滤液至 10 mL 注射器筒中,调节下滴速度,控制样液以 1~2 滴/秒的速度流出。待样液滴完后,往注射器筒内加入 20 mL 水,以 2~3 滴/秒流速淋洗免疫亲和柱。待水滴完后,用真空泵抽干亲和柱。用 1 mL 甲醇洗脱,收集全部洗脱液至试管中。在 50 °C 下用氮气缓缓地将洗脱液吹至近干,用甲醇-水(v/v:50/50)定容至 1.0 mL,涡旋 30 s 溶解残留物,0.22 μm 滤膜过滤,收集滤液于进样瓶中以备进样。

### 1.4.2 真菌毒素全自动净化仪

准确移取 1 mL 1.3 中上清液入试剂盒样品孔中,将试剂盒放入真菌毒素全自动净化仪,启动仪器,进入程序。自动完成样品稀释、毒素富集、杂质清洗和目标物的洗脱流程。待程序完成后,在 5 孔位加入 0.5 mL 纯水,混合后使用 0.22 μm 滤膜过滤,收集滤液于进样瓶中以备进样。

其中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 全自动净化仪净化程序:

磁珠转移到样品孔,混合 5 min,磁吸 7.5 min;磁珠转移到清洗孔(2个),每个清洗孔清洗 1 min,磁吸 1 min;磁珠转移到洗脱孔,洗脱 1 min,磁吸 1 min 后将磁珠转移到磁珠回收孔,净化结束。单条试剂盒中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的自动净化时间为 26 min。

## 1.5 标准溶液配置

配置 10 μg/mL 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准中间储备液,梯度稀释配置成浓度为 0.625、1.25、2.5、5.0、10.0 ng/mL 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 标准工作液。

## 1.6 液相色谱工作条件

参考 GB 5009.22—2016,采用无衍生器(大流通池直接检测)方法进样测定。流动相:A相,水;B相,甲醇;等度洗脱条件:A,50%;B,50%;色谱柱:ACQUITY UPLC® BEH C18 1.7 μm 2.1×100 mm 色谱柱;流速:0.3 mL/min;柱温:40 °C;进样量:2 μL;激发波长:365 nm;发射波长:436 nm。

## 2 结果与分析

### 2.1 线性关系、检出限和定量限

在 0.625~10 ng/mL 范围内制备了一系列标准溶液建立标准曲线。以峰面积(Y)与标准溶液质量浓度(X)拟合线性(一阶)校正曲线; $A=-7.047\ 720e+004$ ;  $b=13\ 699\ 236E+005$ ,  $R^2=0.999\ 8$ ,其具有良好的线性;确定方法的检出限(LOD)为 0.02 μg/kg,定量限(LOQ)为 0.05 μg/kg,完全能满足我国油脂及其制品中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的测定需求。

### 2.2 检测结果的准确性

为对比两种方法的准确度,选用花生油基质中含有玉米黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 成分的国家有证标准物质,分别采用全自动免疫磁珠与免疫亲和柱净化法结合超高效液相色谱法对花生油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 进行检测,检测结果如表 1 所示,测定值在标准值及其扩展不确定度范围内,RSD 不大于 5%,检测结果较理想。

真菌毒素全自动净化仪与免疫亲和柱净化方式测定值分别是 15.59 μg/kg 和 14.64 μg/kg,均在

表 1 两种净化方法对质控样品的检测结果 (n=3)  
Table 1 Test results of two purification methods (n=3)

| B <sub>1</sub> 标准值/(μg/kg) | 净化方式  | B <sub>1</sub> 测定值/(μg/kg) |        |        | 平均值/(μg/kg) | RSD/% |
|----------------------------|-------|----------------------------|--------|--------|-------------|-------|
| 14.6 ± 2.1                 | 磁珠净化  | 15.309                     | 15.964 | 15.495 | 15.59       | 2.17  |
|                            | 亲和柱净化 | 14.237                     | 14.895 | 14.778 | 14.64       | 2.40  |

标准参考物质的标准值范围之内,说明两种净化方式的准确度都较高,可以满足检测要求。

### 2.3 样品的加标回收率

为考察两种方法的准确度和精密度,对花生油、玉米油和大豆油阴性样品(未检出黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的样品)分别添加 3 个不同水平的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 进行加标回收率测定,结果见表 2。其中三种不同的油中全自动免疫磁珠净化法加标回收率

在 96.65%~109.06%之间;免疫亲和柱净化法加标回收率在 88.48%~105.76%。两种方法相对标准偏差(RSD)均在 5%以内,满足日常检测需要。

### 2.4 差异性分析

分别采用全自动免疫磁珠和免疫亲和柱净化法对 17 个不同类型的植物油阳性样品(可检出黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的样品)进行检测。采用配对 t 检验,评价两种净化方法测定结果的一致性。如表 3 所

表 2 两种净化方法的加标回收率 (n=3)  
Table 2 Recovery rate of standard addition of two purification methods (n=3)

| 油样本底值/(μg/kg) | 加标量/(μg/kg) | 磁珠净化平均值/(μg/kg) | 免疫磁珠净化回收率/% | RSD/% | 亲和柱净化平均值/(μg/kg) | 亲和柱净化回收率/% | RSD/% |
|---------------|-------------|-----------------|-------------|-------|------------------|------------|-------|
| 花生油           | 5           | 5.00            | 96.65       | 4.76  | 5.01             | 100.13     | 2.10  |
|               | 10          | 9.91            | 97.39       | 1.42  | 9.66             | 96.65      | 0.51  |
|               | 15          | 15.95           | 105.17      | 1.07  | 13.71            | 91.37      | 0.39  |
| 玉米油           | 4           | 4.15            | 103.85      | 0.47  | 4.15             | 103.80     | 0.82  |
|               | 8           | 8.69            | 108.68      | 0.36  | 7.39             | 92.33      | 1.95  |
|               | 12          | 12.57           | 104.73      | 0.21  | 10.62            | 88.48      | 2.02  |
| 大豆油           | 3           | 3.27            | 109.06      | 3.91  | 3.17             | 105.76     | 0.16  |
|               | 6           | 6.53            | 108.85      | 0.84  | 5.92             | 98.71      | 2.01  |
|               | 9           | 9.44            | 104.85      | 2.43  | 8.41             | 93.49      | 1.61  |

表 3 两种净化方法对不同食用类型食用油测定结果 (n=2)  
Table 3 Determination results of different types of edible oils by two purification methods (n=2)

| 样品编号 | 样品种类 | 平均测定值/(μg/kg) |         | 差值/(μg/kg) | 平均差值/(μg/kg) | 标准偏差/(μg/kg) | t    | t0.05(17) |
|------|------|---------------|---------|------------|--------------|--------------|------|-----------|
|      |      | 免疫磁珠净化        | 免疫亲和柱净化 |            |              |              |      |           |
| 1    | 花生油  | 2.50          | 2.51    | 0.00       | 0.57         | 0.79         | 0.75 | 2.11      |
| 2    |      | 4.95          | 4.83    | 0.12       |              |              |      |           |
| 3    |      | 7.97          | 6.86    | 1.12       |              |              |      |           |
| 4    |      | 13.43         | 13.94   | -0.51      |              |              |      |           |
| 5    |      | 21.33         | 20.71   | 0.62       |              |              |      |           |
| 6    |      | 15.59         | 14.64   | 0.95       |              |              |      |           |
| 7    | 大豆油  | 5.69          | 5.52    | 0.17       |              |              |      |           |
| 8    |      | 11.36         | 10.30   | 1.06       |              |              |      |           |
| 9    |      | 16.42         | 14.63   | 1.79       |              |              |      |           |
| 10   |      | 4.15          | 4.14    | 0.01       |              |              |      |           |
| 11   |      | 8.72          | 8.38    | 0.34       |              |              |      |           |
| 12   |      | 13.36         | 13.73   | -0.37      |              |              |      |           |
| 13   | 玉米油  | 4.99          | 4.98    | 0.01       |              |              |      |           |
| 14   |      | 10.43         | 8.87    | 1.57       |              |              |      |           |
| 15   |      | 15.08         | 12.74   | 2.34       |              |              |      |           |
| 16   | 菜籽油  | 3.73          | 3.17    | 0.56       |              |              |      |           |
| 17   |      | 10.51         | 10.55   | -0.04      |              |              |      |           |

示, 通过  $t$  检验可知,  $t$  值 (0.75) 小于理论  $t_{0.05}$  (17) 值 (2.11),  $P > 0.05$ , 说明两种净化方法的测定结果无显著差异。

采用 Bland-Altman 法对全自动免疫磁珠与免疫亲和柱净化法进行差异分析, 结果如图 1 所示, 两种净化方法效果一致。两种方法只有 5.9% (1/17) 的点在 95% 一致性界限之外。其中, 在一致性界限范围以内, 两种净化方法的测定值相比, 差值的绝对值最大为  $2.34 \mu\text{g}/\text{kg}$ , 差值平均值为  $-0.57 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。这两种净化方法的差异在可接受范围内, 因此可以认为这两种方法的净化效果具有较好的一致性, 在净化和富集植物油中黄曲霉毒素  $B_1$  时, 可以互相代替使用, 与李丽等<sup>[12]</sup>、李红洲等<sup>[14]</sup>研究结果一致。

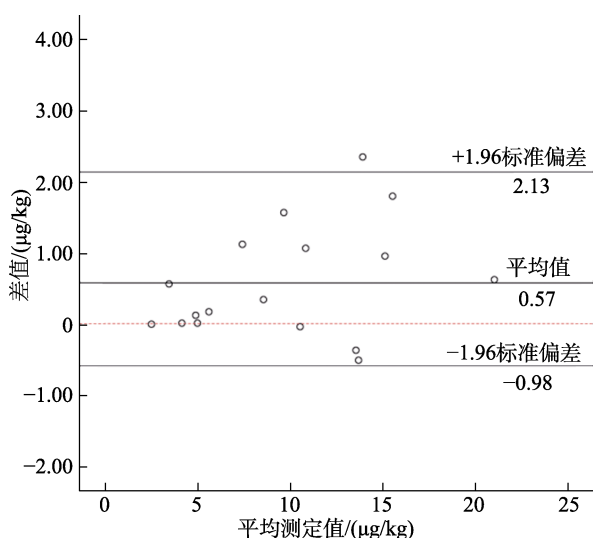


图 1 两种净化方法 Bland-Altman 差值法分析图

Fig. 1 Bland-Altman plot showing good agreement between two purification methods

## 2.5 净化处理时间的比较

免疫磁珠净化方法配套使用的真菌毒素全自动净化仪可一次处理 10 个样品, 平均每个样品的净化时间约为 2~3 min, 实现粮食中黄曲霉毒素  $B_1$  的高通量自动净化。免疫亲和柱手动净化, 一人最多可同时处理 10 个样品, 全过程需要近 1 h, 平均每个样品的净化时间约为 5~6 min; 由此可知, 处理一个样品磁珠净化法能节约 2~3 min 的时间, 相较于免疫亲和柱手动净化, 磁珠净化在净化时间上具有绝对优势。在处理大批量样品的

时候, 能够大大提高工作效率。

## 3 结论

本实验对比了食用油中黄曲霉毒素  $B_1$  测定时全自动免疫磁珠法和免疫亲和柱净化法两种前处理方法, 通过对不同品种的食用油中添加不同梯度的黄曲霉毒素测定其加标回收率、使用国家有证书的标准物质对两种前处理方法测得的数据准确性进行了验证。实验结果表明: 在进行食用油中黄曲霉毒素  $B_1$  的检测时, 两种前处理方法均能达到实验效果, 满足实验要求。全自动免疫磁珠净化植物油中黄曲霉毒素  $B_1$  的成本更低, 每个样品检测成本约是免疫亲和柱法的二分之一。相比于目前使用广泛的免疫亲和柱净化方法, 免疫磁珠法全自动净化方法具有操作简单、检测时间短, 检测效率高, 成本低等特点, 实验中仪器是自动处理, 使用试剂盒均是一次性耗材, 接触有害试剂较少, 可以用于食用油中黄曲霉毒素  $B_1$  的检测。

## 参考文献:

- 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.  
WANG B, YANG L, ZHANG Y H, et al. Progress on detoxification methods of aflatoxin[J]. China Oils and Fats, 2011, 36(2): 60-63.
- 劳文艳, 林素珍. 黄曲霉毒素对食品的污染及危害[J]. 北京联合大学学报(自然科学版), 2011, 25(1): 64-69.  
LAO W Y, LIN S Z. The contamination and hazards of aflatoxin on food[J]. Journal of Beijing Union University (Natural Sciences), 2011, 25(1): 64-69.
- 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.  
SHANG Y E, YANG W M. Variation analysis of cereals mycotoxin limit standards of CAC, EU, USA, and China[J]. Journal of Food Science and Technology, 2019, 37(1): 10-15.
- 林涛, 邵金良, 陈兴连, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法快速测定农产品中 14 种真菌类生物毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(13): 3237-3244.  
LIN T, SHAO J L, CHEN X L, et al. Rapid determination of 14 kinds of fungal biotoxins in agricultural products and foods by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2018, 9(13): 3237-3244.

- [5] 马梦戈, 吕佼, 杨柳, 等. 食品中黄曲霉毒素检测方法研究进展[J]. 粮食与油脂, 2020, 33(1): 26-28.  
MAM G, LYU J, YANG L, et al. Research progress on the detection of aflatoxins in food[J]. Cereals and oils, 2020, 33(1): 26-28.
- [6] 韩青, 钱珍珠, 张瑞雪, 等. 免疫亲和柱-液相色谱法快速测定面粉中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的条件优化[J]. 食品科技, 2017, 42(1): 267-271.  
HAN Q, QIAN Z Z, ZHANG R X, et al. Rapid determination of aflatoxin B<sub>1</sub> in wheat flour by immunoaffinity column-high liquid chromatography[J]. Food technology, 2017, 42(1): 267-271.
- [7] 杨静, 张晓燕, 洪玲, 等. 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[J]. 中国油脂, 2020, 45(7): 102-105.  
YANG J, ZHANG X Y, HONG L, et al. Comparison of three improved liquid chromatography methods for determination of aflatoxins in vegetable oil[J]. China Oils and Fats, 2020, 45(7): 102-105.
- [8] 柳心梅, 田巍, 肖治理. 免疫磁珠的制备及其在食品安全检测中的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(18): 4775-4780.  
LIU X M, TIAN W, XIAO Z L. Preparation of immunomagnetic beads and their application in food safety detection[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2018, 9(18): 4775-4780.
- [9] 雷方, 李承龙, 张新, 等. 免疫磁珠亲和纯化-超高效液相色谱串联质谱法快速检测小麦中多种真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 1252-1260.  
LEI F, LI C L, ZHANG X, et al. Rapid determination of mycotoxins in wheat by immune magnetic beads affinity purification with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2016, 7(3): 1252-1260.
- [10] 吴宇, 叶金, 李丽, 等. 免疫亲和柱全自动固相萃取-高效液相色谱法测定粮油中玉米赤霉烯酮[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(3): 176-180.  
WU Y, YE J, LI L, et al. Zearalenone in cereals and the oil by high performance liquid chromatography[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2020, 35(3): 176-180.
- [11] 李丽, 吴宇, 王海波, 等. 全自动免疫亲和固相萃取超高效液相色谱法测定粮油中黄曲霉毒素[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(7): 157-164.  
LI L, WU Y, WANG H B, et al. High throughput method for analysis of aflatoxins in cereals and oils using automated immunoaffinity cleaning up and ultra-high performance liquid chromatography[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2020, 35(7): 157-164.
- [12] 李丽, 叶金, 轩志宏, 等. 基于免疫磁珠黄曲霉毒素全自动净化方法适用性评价[J]. 粮油食品科技, 2020, 28(3): 37-41.  
LI L, YE J, XUAN Z H, et al. Evaluation of the applicability of an automatic method for aflatoxin purification based on immunomagnetic beads[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2020, 28(3): 37-41.
- [13] 刘伟伟, 孙秀兰, 张银志, 等. 超顺磁性免疫磁珠体系用于植物油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的检测研究[J]. 分析测试学报, 2011(12): 1345-1350.  
LIU W W, SUN X L, ZHANG Y Z, et al. Research of the super paramagnetic immune magnetic beads system for detection of aflatoxin B<sub>1</sub> in vegetable oil[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2011(12): 1345-1350.
- [14] 李红洲, 卢红洋, 鲍闯业, 等. 粮食中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 检测的免疫磁珠法样本前处理应用研究[J]. 粮食与饲料工业, 2021, 396(2): 54-57.  
LI H Z, LU H Y, BAO C Y, et al. Study on the application of immunomagnetic beads for sample pretreatment in the detection of aflatoxin B<sub>1</sub> in grain[J]. Cereal and Feed Industry, 2021, 396(2): 54-57.
- [15] 邵亮亮, 杜京霖, 盛林霞, 等. 全自动免疫磁珠净化高效液相色谱法快速测定小麦中的呕吐毒素[J]. 分析仪器, 2021, 234(1): 146-151.  
SHAO L L, DU J L, SHENG L X, et al. Rapid determination of vomitoxin in wheat by HPLC with automatic immunomagnetic bead purification[J]. Analytical Instrumentation, 2021, 234(1): 146-151.
- [16] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 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 5009.22—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016 National Health and Family Planning Commission of PRC, China Food and Drug Administration. National standards for food safety the determination of aflatoxins B group and G group in food: GB 5009.22—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2016. 完