

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2024.02.018

吴琴燕, 张文文, 梁红芳, 等. QuEChERS-UPLC-MS/MS 法检测粮食中的黄曲霉毒素[J]. 粮油食品科技, 2024, 32(2): 145-150.

WU Q Y, ZHANG W W, LIANG H F, et al. Determination of aflatoxins in grains by QuEChERS-UPLC-MS/MS[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2024, 32(2): 145-150.

# QuEChERS-UPLC-MS/MS 法检测 粮食中的黄曲霉毒素

吴琴燕<sup>1</sup>, 张文文<sup>2</sup>, 梁红芳<sup>1</sup>, 王建华<sup>1</sup>✉, 陈露<sup>1</sup>

(1. 江苏丘陵地区镇江农业科学研究所 中心实验室, 江苏 句容 212400;

2. 镇江市农产品质量检验检测中心, 江苏 镇江 212009)

**摘要:** 构建 QuEChERS-超高压液相色谱串联质谱(UPLC-MS/MS)检测粮食中 6 种黄曲霉毒素(B1、B2、G1、G2、M1、M2)的方法。样品经过乙腈-0.1%甲酸溶液(84:16)提取后,经 N-丙基乙二胺(PSA)净化,以 0.1%甲酸-乙腈作为流动相,采用 UPLC-MS/MS 在多反应检测模式下进行测定,外标法定量。结果显示:6 种毒素标准曲线相关系数均大于 0.99,线性良好,加标回收率为 80.83%~117.5%,相对标准偏差(RSD)为 1.53%~15.59%。在不同粮食基质中,6 种黄曲霉毒素的基质效应为 0.81~1.12。该方法的准确度和精确度符合相关标准要求,具有前处理技术简单、净化效果好、精确度高等优势,适合小麦、大米、玉米、绿豆和红豆样品中 6 种黄曲霉毒素的定量分析。

**关键词:** QuEChERS; 高效液相色谱串联质谱法; 粮食; 黄曲霉毒素

中图分类号: TS210.7; S-3 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2024)02-0145-06

网络首发时间: 2024-02-26 16:27:30

网络首发地址: <https://link.cnki.net/urlid/11.3863.TS.20240226.1416.010>

## Determination of Aflatoxins in Grains by QuEChERS-UPLC-MS/MS

WU Qin-yan<sup>1</sup>, ZHANG Wen-wen<sup>2</sup>, LIANG Hong-fang<sup>1</sup>, WANG Jian-hua<sup>1</sup>✉, CHEN Lu<sup>1</sup>

(1. Central Laboratory of Zhenjiang Institute of Agricultural Sciences in Hill Area of Jiangsu Province, Jurong, Jiangsu 212400, China; 2. Zhenjiang Agricultural Products Quality Inspection and Testing Center, Zhenjiang, Jiangsu 212009, China)

**Abstract:** A method based on a QuEChERS sample preparation approach coupled with ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) was established to determine six aflatoxins (B1, B2, G1, G2, M1, M2) residues in grains. Samples were extracted with acetonitrile-0.1% formic acid aqueous solution (84:16, v/v), followed by purifying with PSA, and determined by UPLC-MS/MS in multiple reaction detection mode with 0.1% formic acid-acetonitrile as mobile phase. The correlation

收稿日期: 2023-09-19

基金项目: 句容市重点研发项目(社会发展, ZA42221)

Supported by: the Key Research and Development Project of Jurong Province (Social Development, No. ZA42221)

作者简介: 吴琴燕, 女, 1981 年出生, 硕士, 副研究员, 研究方向为农产品质量与安全。E-mail: 64816324@qq.com

通讯作者: 王建华, 男, 1979 年出生, 本科, 副研究员, 研究方向为园艺产品质量与安全。E-mail: 21993394@qq.com

coefficients of the standard curves of the six aflatoxins were all greater than 0.99, showing good linearity. The recoveries were 80.83%~117.5%, and the relative standard deviations (RSD) were 1.53%~15.59%. The matrix effects of six aflatoxins were 0.81~1.12 in different varieties of grains. The accuracy and precision of this method meet the requirements of relevant standards, and have the advantages of simple pretreatment technology, good purification effect and high precision determination, which could be suitable for the quantitative analysis of six aflatoxins in wheat, rice, corn, mung bean and red bean samples.

**Key words:** QuEChERS; UPLC-MS/MS; grains; aflatoxins

黄曲霉毒素主要分为 B1、B2、G1、G2、M1 和 M2 六种,具有极强的毒性和致癌性<sup>[1-2]</sup>,粮食、坚果、饲料中均有可能被污染,严重威胁人类健康<sup>[3]</sup>。我国小麦、玉米、豆类等食物中黄曲霉毒素的限量标准为 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>[4]</sup>,粮油作物中大多限于 B 和 G 两类黄曲霉毒素的监测,M 类毒素为 AFB1 和 AFB2 的羟基化代谢物,目前仅在乳品中进行监测<sup>[5]</sup>,王园梦等<sup>[6]</sup>发现鲜食核桃贮藏中有大量 AFM1 积累,最高可达 18.88  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,说明黄曲霉菌在适宜条件下可在植物样本中分泌 AFM1。王洁<sup>[7]</sup>在核桃仁中发现 AFM1 污染,并可以随其深加工迁移至核桃油和核桃粕。监测粮食样品中 AFM1 和 AFM2,建立粮食中多种黄曲霉毒素快速、准确的痕量检测方法对确保粮食食品质量安全尤为重要。

液相色谱-质谱串联法是目前食品领域真菌毒素检测最为可靠的定性定量方法,但其检测准确性和灵敏度受基质效应影响较大<sup>[8]</sup>。粮食样品种类繁多,基质复杂,待测毒素与杂质之间相互干扰产生的基质效应是黄曲霉毒素检测的主要障碍<sup>[9]</sup>,由于 QuEChERS 具有操作简单、适用性广、检测成本低等特点<sup>[10]</sup>,主要应用于玉米<sup>[11]</sup>、大米<sup>[12]</sup>、乳粉<sup>[13]</sup>等食品中黄曲霉毒素检测的前处理,且存在处理基质种类单一、黄曲霉毒素种类较少的问题。为了监控粮食中黄曲霉毒素的风险因子,本研究选择小麦、大米、玉米、绿豆和红豆 5 种样品和 6 种黄曲霉毒素,考察 QuEChERS 法对不同粮食基质中黄曲霉毒素提取基质效应的影响,并建立粮食中 6 种黄曲霉毒素的 UPLC-MS/MS 方法,为我国粮食中黄曲霉毒素的快速检测及污染风险评估提供技术支持。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

实验所用小麦样品:2023 年购买于江苏句容本地麦农;玉米、大米、绿豆和红豆:本地农贸市场和拼多多网上商城。

乙腈、乙酸铵、甲酸(色谱纯):美国默克公司;标准品黄曲霉毒素 B1(AFB1)、黄曲霉毒素 B2(AFB2)、黄曲霉毒素 G1(AFG1)、黄曲霉毒素 G2(AFG2)、黄曲霉毒素 M1(AFM1)和黄曲霉毒素 M2(AFM2):上海源叶生物科技有限公司;质谱用水为屈臣氏蒸馏水。净化填料乙二胺-N-丙基硅胶(PSA)、石墨化碳(GCB)和十八烷基硅胶(C18):长沙华学生物科技有限公司。

### 1.2 仪器与设备

Agilent 1290 型超高效液相色谱仪-串联质谱联用仪(ABsciex 4500):上海爱博才思分析仪器贸易有限公司;H2050R 型离心机:湖南湘仪实验室仪器开发有限公司;XP105DR 型电子天平(精度 0.0001):美国梅特勒-托利多仪器有限公司。

### 1.3 色谱质谱条件

色谱柱:agilent C18 柱(1.7  $\mu\text{m}$ , 50 $\times$ 2.1 mm),流速 0.25 mL/min,柱温 40  $^{\circ}\text{C}$ ;进样量 1  $\mu\text{L}$ ;流动相 A 为 0.1%甲酸溶液,流动相 B 为乙腈,梯度洗脱程序为:0~3 min, 90%A;3~5min, 90%~10%A;5~7 min, 10%A;7~8 min, 10%~90%A;8~10 min, 90%A。

正离子电喷雾多反应监测(MRM)扫描模式;气帘气:35 psi;电喷雾电压:5 500 V;离子源温度:450  $^{\circ}\text{C}$ ;雾化气:40 psi,加热器:40 psi,6 种黄曲霉毒素的质谱参数见表 1。

### 1.4 标准溶液的配制

将 6 种标准溶液用乙腈配成 AFB1、AFB2、

表 1 6 种黄曲霉毒素的质谱参数

Table 1 Mass spectrum parameters of 6 aflatoxins

化合物	母离子/(m/z)	子离子/(m/z)	去簇电压/kV	碰撞能/kV
AFB1	313.0	285.2*/241.1	80/80	30/50
AFB2	315.1	287.1*/259.	120/120	35/34
AFG1	329.1	243.1*/311.1	120/120	37/30
AFG2	331.1	245.1*/313.1	100/100	40/46
AFM1	329.1	259.2*/273.1	100/100	33/32
AFM2	331.0	273.0*/285.1	100/100	32/27

注: \*表示定量离子。

Note: \*indicates quantitative ions.

AFG1、AFG2 浓度为 25  $\mu\text{g/L}$ , AFM1 和 AFM2 浓度 125  $\mu\text{g/L}$  的混合标准品储备液, 4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存。利用初始流动相将标准品储备液稀释成适当浓度的标准品工作液, 现配现用。

### 1.5 样品前处理

准确称取 2.5 g 粉碎小麦样品于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 乙腈-0.1%甲酸溶液 (84 : 16, 体积比), 振荡提取 30 min, 离心取上清液 2 mL, 加入 40 mg PSA, 振荡 5 min, 离心取上清液, 过 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜后待分析。

### 1.6 数据处理

通过 Excel 2021 软件进行数据计算处理、统计分析及绘图; 实验结果用平均值 $\pm$ 标准差来表示。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱条件优化

比较了 5 mmol/L 乙酸铵-乙腈、5 mmol/L 乙酸铵-甲醇和 0.1%甲酸-乙腈 3 种流动相的色谱峰形和分离效果, 发现各组流动相均获得了较好的分离效果, 但 0.1%甲酸-乙腈作为流动相时各毒素具有更高响应值, 因此选用 0.1%甲酸-乙腈作为流动相进行梯度洗脱, 6 种黄曲霉毒素 TIC 离子流色谱图见图 1。

### 2.2 样品前处理优化

黄曲霉毒素属于极性分子, 主要溶解于甲醇、乙腈和氯仿等有机溶剂<sup>[14]</sup>, 甲醇、乙腈或两者与水的混合溶液是食品中真菌毒素提取的主要溶剂<sup>[15]</sup>。本研究选择乙腈、乙腈-水 (84 : 16), 乙腈-0.1%甲酸溶液 (84 : 16) 为提取溶剂, 提取剂中添加标准品溶液, 使 AFB1、AFB2、AFG1 和 AFG2 浓度为 1.6  $\mu\text{g/L}$ , AFM1 和 AFM2 浓度

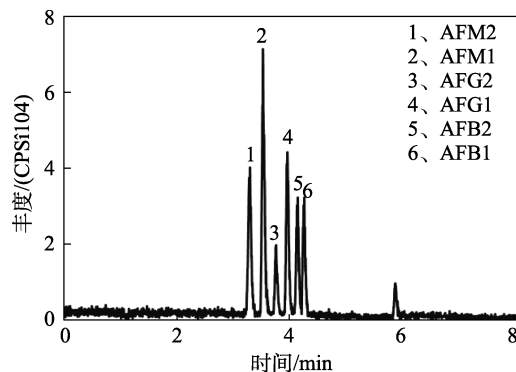


图 1 6 种黄曲霉毒素 TIC 离子流色谱图

Fig.1 TIC chromatograms of 6 aflatoxins

为 8  $\mu\text{g/L}$ , 考察 3 种提取液对 6 种黄曲霉毒素回收率的影响。结果如图 2 所示, 乙腈、乙腈-水 (84 : 16), 乙腈-0.1%甲酸溶液 (84 : 16) 3 种提取剂提取 6 种黄曲霉毒素的回收率分别为 60.5%~79.6%、62.3%~83.8%和 77.7%~85.5%, 乙腈-0.1%甲酸溶液 (84 : 16) 提取时效果较好。因此选择乙腈-0.1%甲酸溶液 (84 : 16) 为提取剂。

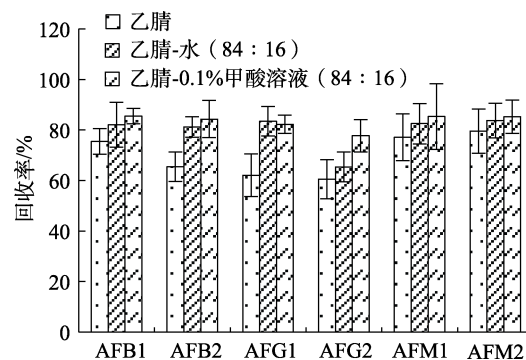


图 2 3 种提取剂对 6 种黄曲霉毒素回收率的影响

Fig.2 Effect of three extraction agents on the recovery rates of six aflatoxins in wheat

QuEChERS 方法的常用净化剂为 C18、PSA 和 GCB, C18 可去除样品提取液中的脂肪和糖类物质, PSA 通过氢键结合去除碳水化合物、脂肪、有机酸和少量色素, GCB 主要去除色素和平面结构化合物<sup>[15]</sup>, C18、PSA 和 GCB 对 6 种黄曲霉毒素的净化结果如图 3 所示, 添加 GCB 净化, 6 种黄曲霉毒素的回收率均小于 50%, GCB 对黄曲霉毒素具有明显的吸附作用。C18 和 PSA 净化回收率分别为 85.2%~95.8%和 86.2%~101.05%, 添加 PSA 优于 C18, 因此采用 PSA 作为净化剂进行净化。

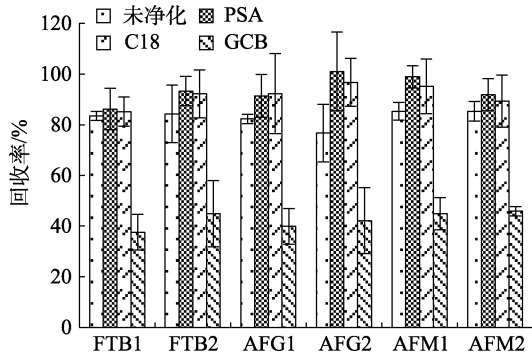


图 3 净化剂质量对小麦中 6 种黄曲霉毒素回收率的影响  
Fig.3 Effect of purifiers on the recovery of six aflatoxins in wheat

### 2.3 基质效应

基质效应 (ME) 是 LC-MS 分析时影响结果准确性的主要因素之一<sup>[16]</sup>, 干扰物与待测组分在雾滴离子化的过程中产生竞争, 影响待测物的离子化效应, 样品前处理过程不能完全去除干扰物是产生基质效应的主要因素<sup>[17]</sup>。本研究采用溶剂标准曲线和基质标准曲线斜率的比值计算 ME 值, ME<0.8 为基质抑制效应; 0.8<ME<1.2 表现为无明显基质效应, ME>1.2 表现为基质增强<sup>[18]</sup>。

本研究采用 2.2 节净化方法, 选择小麦、玉米、大米、绿豆和红豆 5 种样品进行基质效应分析, 实验结果如表 2 所示。净化后小麦、玉米、大米、绿豆和红豆中 6 种黄曲霉毒素的 ME 值维

表 2 6 种黄曲霉毒素在不同样品中的基质效应  
Table 2 Matrix effects of 6 aflatoxins in different samples

毒素	样品	未净化	净化	毒素	样品	未净化	净化
	基质	ME	ME		基质	ME	ME
AFB1	小麦	1.25	1.12	AFG2	小麦	1.15	1.08
	玉米	0.90	0.99		玉米	1.17	0.95
	大米	1.18	0.96		大米	1.27	1.09
	绿豆	1.22	0.95		绿豆	1.34	1.04
	红豆	1.17	1.02		红豆	1.36	1.09
AFB2	小麦	1.19	1.11	AFM1	小麦	0.79	0.90
	玉米	0.90	0.98		玉米	0.91	0.93
	大米	1.07	0.98		大米	1.31	1.10
	绿豆	1.17	1.01		绿豆	0.95	0.96
	红豆	1.21	1.07		红豆	0.80	0.92
AFG1	小麦	1.27	1.11	AFM2	小麦	0.81	0.90
	玉米	1.27	1.04		玉米	0.72	0.81
	大米	1.08	0.96		大米	0.71	0.82
	绿豆	1.24	1.09		绿豆	0.66	0.86
	红豆	1.35	1.10		红豆	0.78	0.82

持在 0.8~1.2 之间, PSA 可有效去除有机酸、糖类杂质, 使目标化合物在色谱柱中更好的分离, 降低了基质效应<sup>[18]</sup>。

### 2.4 方法学验证

采用溶剂配置混合标准工作液, 以目标化合物峰面积为纵坐标 (Y), 质量浓度为横坐标 (X) 绘制标准曲线。线性关系、检出限和定量限见表 3, 6 种真菌毒素在线性范围内线性关系良好, R<sup>2</sup>>0.99, 检出限 (LOD) 和定量限 (LOQ) 分别为 0.14~0.63 μg/L 和 0.47~2.11 μg/L, 符合样品衡量检测要求。

表 3 6 种黄曲霉毒素的线性关系、检出限和定量限  
Table 3 Linear relationships, LOD and LOQ of 6 aflatoxins

	线性方程	线性范围/ (μg/L)	相关系 数(R <sup>2</sup> )	检出限/ (μg/L)	定量限/ (μg/L)
AFB1	Y=7 827.2X+1 279.7	0.2~12.5	0.997 4	0.18	0.61
AFB2	Y=6 440.6X+2 020.6	0.2~12.5	0.997 4	0.14	0.47
AFG1	Y=5 436.4X+1 652.6	0.2~12.5	0.995 8	0.19	0.65
AFG2	Y=2 631.9X+217.9	0.2~12.5	0.993 5	0.63	2.11
AFM1	Y=7 824.7X+572.54	1~62.5	0.998 0	0.29	0.98
AFM2	Y=8 251.5X+6 332.6	1~62.5	0.997 7	0.21	0.69

在小麦、玉米、大米、绿豆和红豆的空白样品中, 添加高中低 3 种不同浓度水平标准液 (AFB1、AFB2、AFG1 和 AFG2 添加 6.13、1.6 和 0.4 ng/mL, AFM1 和 AFM2 添加 62.5、16 和 4 ng/mL), 每个水平重复 4 次, 6 种毒素的加标回收率为: 80.83%~117.50%, 相对标准偏差为: 1.53%~15.59%, 回收率和精密度符合毒素残留分析方法要求。

### 3 结论

本研究对 6 种黄曲霉毒素的色谱条件和样品前处理技术进行了优化, 建立了 QuEChERS 前处理技术联合 UPLC-MS/MS 测定 6 种黄曲霉毒素的检测方法, 该方法具有较好的线性关系和准确度, 标准曲线相关系数(R<sup>2</sup>)>0.99, 方法检出限为 0.14~0.63 μg/L, 定量限为 0.47~2.11 μg/L, 符合痕量分析检测相关参数要求。建立的 QuEChERS 前处理方法适合小麦、大米、玉米、绿豆和红豆样品基质中 6 种黄曲霉毒素的净化除杂, 降低样品基质效应, 对样品中 6 种黄曲霉毒素进行三个浓度水平加标实验, 加标回收率为 80.83%~117.5%, 相对

表 4 6 种黄曲霉毒素精确度及加标回收率  
 Table 4 Precision and additive recovery of 6 aflatoxins

毒素	样品	加标水平/ ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率/%	毒素	样品	加标水平/ ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率/%	毒素	样品	加标水平/ ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率/%
AFB1	小麦	6.13	114.03 $\pm$ 9.73	AFB2	小麦	6.13	102.12 $\pm$ 14.90	AFG1	小麦	6.13	110.98 $\pm$ 9.30
		1.6	109.17 $\pm$ 4.85			1.6	105.63 $\pm$ 9.78			1.6	104.58 $\pm$ 4.96
		0.4	117.50 $\pm$ 4.08			0.4	115.83 $\pm$ 10.47			0.4	108.33 $\pm$ 15.59
	大米	6.13	85.43 $\pm$ 10.97		大米	6.13	103.92 $\pm$ 5.33		大米	6.13	107.29 $\pm$ 3.83
		1.6	88.96 $\pm$ 5.87			1.6	91.46 $\pm$ 6.15			1.6	95.21 $\pm$ 2.99
		0.4	82.50 $\pm$ 14.72			0.4	81.67 $\pm$ 6.56			0.4	109.17 $\pm$ 10.47
	玉米	6.13	95.92 $\pm$ 3.78		玉米	6.13	97.50 $\pm$ 2.73		玉米	6.13	106.69 $\pm$ 4.00
		1.6	87.08 $\pm$ 2.62			1.6	98.54 $\pm$ 7.57			1.6	104.17 $\pm$ 12.83
		0.4	83.33 $\pm$ 8.50			0.4	87.50 $\pm$ 6.12			0.4	87.50 $\pm$ 8.16
	绿豆	6.13	91.41 $\pm$ 5.66		绿豆	6.13	84.45 $\pm$ 11.22		绿豆	6.13	106.85 $\pm$ 5.33
		1.6	91.04 $\pm$ 3.08			1.6	82.29 $\pm$ 14.36			1.6	107.50 $\pm$ 4.54
		0.4	80.83 $\pm$ 5.14			0.4	80.83 $\pm$ 5.14			0.4	113.33 $\pm$ 6.24
红豆	6.13	98.10 $\pm$ 10.40	红豆	6.13	104.30 $\pm$ 2.25	红豆	6.13	110.60 $\pm$ 2.66			
	1.6	82.71 $\pm$ 8.93		1.6	107.50 $\pm$ 3.57		1.6	113.75 $\pm$ 3.10			
	0.4	80.83 $\pm$ 5.14		0.4	113.33 $\pm$ 5.14		0.4	107.50 $\pm$ 14.72			
AFG2	小麦	6.13	103.05 $\pm$ 1.54	小麦	62.5	93.23 $\pm$ 3.51	小麦	62.5	94.63 $\pm$ 4.66		
		1.6	107.08 $\pm$ 13.94		16	93.13 $\pm$ 4.36		16	87.13 $\pm$ 6.68		
		0.4	115.00 $\pm$ 14.72		4	91.83 $\pm$ 4.59		4	84.58 $\pm$ 6.56		
	大米	6.13	97.82 $\pm$ 8.84	大米	62.5	104.21 $\pm$ 2.42	大米	62.5	83.16 $\pm$ 7.64		
		1.6	104.79 $\pm$ 7.68		16	108.96 $\pm$ 3.40		16	94.33 $\pm$ 3.16		
		0.4	109.17 $\pm$ 3.12		4	87.58 $\pm$ 4.64		4	87.58 $\pm$ 10.76		
	玉米	6.13	101.25 $\pm$ 12.74	玉米	62.5	103.89 $\pm$ 3.93	玉米	62.5	82.97 $\pm$ 2.25		
		1.6	95.83 $\pm$ 5.31		16	102.52 $\pm$ 2.49		16	90.88 $\pm$ 1.53		
		0.4	98.33 $\pm$ 10.47		4	109.12 $\pm$ 2.80		4	81.30 $\pm$ 12.19		
	绿豆	6.13	106.53 $\pm$ 3.55	绿豆	62.5	96.44 $\pm$ 6.31	绿豆	62.5	84.61 $\pm$ 13.15		
		1.6	98.54 $\pm$ 8.64		16	93.58 $\pm$ 3.48		16	90.71 $\pm$ 6.02		
		0.4	113.33 $\pm$ 9.20		4	92.78 $\pm$ 2.38		4	89.92 $\pm$ 12.90		
红豆	6.13	105.38 $\pm$ 6.22	红豆	62.5	85.71 $\pm$ 7.28	红豆	62.5	83.37 $\pm$ 3.51			
	1.6	102.08 $\pm$ 2.62		16	85.83 $\pm$ 10.31		16	89.06 $\pm$ 4.54			
	0.4	110.67 $\pm$ 8.37		4	87.04 $\pm$ 8.56		4	81.75 $\pm$ 2.89			

标准偏差 (RSD) 为 1.53%~15.59%，该方法具有前处理技术简单、适用性强、精确度高和分析时间短的特点，完全满足粮食中黄曲霉毒素的定量分析要求。目前，国家尚未建立 M 类黄曲霉毒素在粮食中的检测方法，未对粮食中 M 类黄曲霉毒素建立限量要求，因而该方法可用于粮食中 M 类黄曲霉毒素的监测。

#### 参考文献:

- [1] 陈嘉欣, 何咏欣, 蔡伟谊, 等. 真菌毒素污染引发的潜在食品安全问题及其对策探讨[J]. 食品安全导刊, 2022(24): 24-28.  
CHEN J X, HE Y X, CAI W Y, et al. The discussion and countermeasures on potential food safety problems caused by mycotoxin pollution[J]. China Food Safety Magazine, 2022(24): 24-28.
- [2] 殷锡峰, 梁红芳, 张文文, 等. 快速样品前处理技术-超高效液相色谱串联质谱法测定粮谷中 7 种真菌毒素[J]. 生物加工过程, 2024, 22(1): 106-112.  
YIN X F, LIANG H F, ZHANG W W, et al. Determination of 7 mycotoxins in grains by QuEChERS and ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Bioprocess Engineering, 2024, 22(1): 106-112.
- [3] 李雅静, 秦曙, 杨艳梅, 等. 中国谷物真菌毒素污染研究现状[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(3): 186-194.  
LI Y J, QIN S, YANG Y M, et al. Research status of mycotoxin contamination in grains in China[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2020, 35(3): 186-194.
- [4] 国家食品药品监督管理局. 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.  
National Medical Products Administration. National Food Safety Standards-Maximum Levels of Mycotoxins in Foods: GB 2761—2017[S]. Beijing: Btandards Press of China, 2017.
- [5] 刘云花, 邓敬, 毛建霏, 等. 免疫亲和层析净化-超高效液相

- 色谱法测定生鲜牦牛乳中黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 及 M<sub>2</sub>[J]. 食品与发酵科技, 2019, 55(1): 114-118.
- LIU Y H, DENG J, MAO J F, et al. Quantification of Aflatoxin M<sub>1</sub> and Aflatoxin M<sub>2</sub> in raw yak milk with UHPLC-FLC after IAC purification[J]. Food and Fermentation Sciences & Technology, 2019, 55(1): 114-118.
- [6] 王园梦, 白羽嘉, 冯作山, 等. 含水量对新疆鲜食核桃贮藏期黄曲霉生长及黄曲霉毒素 M<sub>1</sub> 积累的影响[J]. 食品与机械, 2023, 39(6): 143-148.
- WANG Y M, BAI R J, FENG Z S, et al. Effect of water content on the growth A. flavous and Aflatoxin M<sub>1</sub> accumulation during storage of fresh walnut in Xinjiang[J]. Food & Machinery, 2023, 39(6): 143-148.
- [7] 王洁. 霉变核桃中真菌毒素分析及产品迁移率研究[D]. 新疆农业大学, 2023.
- WANG J. Analysis of mycotoxin in moldy walnut and study on product mobility[D]. Xinjiang University, 2023.
- [8] 吴琴燕, 赵飞, 杨红福, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测麦粒中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其衍生物[J]. 分析试验室, 2020, 39(6): 715-719.
- WU Q Y, ZHAO F, YANG H F, et al. Simultaneous determination of 5 deoxynivalenols in wheat grain by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2020, 39(6): 715-719.
- [9] 徐武, 付含, 陈贵堂. 分子印迹技术用于食品中真菌毒素样品前处理的研究进展[J]. 生物加工过程, 2020, 18(4): 417-424.
- XU W, FU H, CHEN G T. Progress in molecular imprinting technique for pretreatment of mycotoxins in food[J]. Chinese Journal of Bioprocess Engineering, 2020, 18(4): 417-424.
- [10] 倪杨, 杨军军, 石磊, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定水果中 9 种真菌毒素[J]. 食品工业科技, 2022, 43(21): 302-309.
- NI Y, YANG J J, SHI L, et al. Simultaneous determination of 9 mycotoxins in fruits by ultraperformance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(21): 302-309.
- [11] 王丽娟, 李超, 陈嘉杰, 等. QuEChERS 结合高效液相色谱-串联质谱法测定粮谷中 16 种真菌毒素[J]. 酿酒科技, 2020, (3): 86-92.
- WANG L J, LI C, CHEN J J, et al. Simultaneous determination of 16 mycotoxins in grains by QuEChERS and HPLC-MS/MS[J]. Liquor-Making Science & Technology, 2020, (3): 86-92.
- [12] 蒋林惠, 陈彬, 周易枚, 等. QuEChERS-液质联用技术同时测定大米中的 4 种真菌毒素及 5 种农药残留量方法的研究[J]. 粮食与食品工业, 2021, 28(5): 54-58.
- JIANG L H, CHEN B, ZHOU Y M, et al. Simultaneous determination of 4 mycotoxins and 5 pesticide residues in rice with QuEChERS-based extraction and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Cereal & Food Industry, 2021, 28(5): 54-58.
- [13] 王小乔, 许晓辉, 张虹艳, 等. QuEChERS-超高效液相色谱串联质谱法快速测定婴幼儿奶粉中 5 种黄曲霉毒素含量[J]. 分析测试技术与仪器, 2022, 28(1): 96-102.
- WANG X Q, XU X H, ZHANG H Y, et al. Rapid determination of five aflatoxins in infant milk powder by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry-QuEChERS[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2022, 28(1): 96-102.
- [14] 闫志光, 田部男. QuEChERS-HPLC-MS/MS 法检测谷物源性运动食品中杂色曲霉毒素和黄曲霉毒素[J]. 中国酿造, 2021, 40(6): 172-175.
- YAN Z G, TIAN B N. Determination of sterigmatocystin and aflatoxins in cereal-derived sports food by QuEChERS-HPLC-MS/MS[J]. China Brewing, 2021, 40(6): 172-175.
- [15] 李子琨, 史晓梅, 何卓霖, 等. QuEChERS-高效液相色谱串联质谱法测定粮谷中 20 种真菌毒素[J]. 中国粮油学报, 2023, 38(5): 1-9.
- LI Z H, SHI X M, HE Z L, et al. Determination of 20 mycotoxins in grains by QuEChERS and high performance of liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2023, 38(5): 1-9.
- [16] 程盛华, 杨春亮, 曾绍东, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定植物油中黄曲霉毒素[J]. 化学试剂, 2015, 37(10): 897-902.
- CHEN S H, YANG C L, CENG S D, et al. Determination of four kinds of aflatoxin in vegetable oil using Qu ECh ERS-Ultra-high performance liquid chromatography/triple quadrupole mass spectrometry (UPLC-MS/MS)[J]. Chemical Reagents, 2022, 56(11): 39-47.
- [17] 徐潇颖, 刘柱, 毛思浩, 等. 全自动在线固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定螺旋藻中 8 种微囊藻毒素[J]. 食品科技, 2023, 48(4): 305-311.
- XU X Y, LIU Z, MAO S H, et al. Simultaneous determination of eight microcystins in spirulina by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with automatic solid phase extraction[J]. Food Science and Technology, 2023, 48(4): 305-311.
- [18] 艾道迎, 郑奕柔, 黄展锐, 等. 湘派卤汁中 10 种真菌毒素液相色谱串联质谱法的建立与评价[J]. 食品与发酵工业, 2023, 49(3): 306-313.
- AI D Y, ZHEN Y R, HUANG Z R, et al. Establishment and evaluation of LC-MS/MS method for ten mycotoxins in Xiangpai brine[J]. Food and Fermentation Industries, 2023, 49(3): 306-313. ㊞