

高效液相色谱串联质谱法测定花生及制品中的五种真菌毒素

曾宪远¹, 宁焕焱¹, 尹艳², 唐丽娜¹, 黄飞¹, 刘胜国³, 奉夏平¹

(1. 惠州市质量计量监督检测所, 广东惠州 516003) (2. 惠州学院生命科学学院, 广东惠州 516007)

(3. 惠州市出入境检验检疫局综合技术中心, 广东惠州 516001)

摘要: 建立了高效液相色谱-串联质谱 (HPLC-MS/MS) 测定花生及制品中黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素M₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素A、玉米赤霉烯酮五种真菌毒素的快速分析方法。用甲醇-水 (55:45, V/V) 对样品进行提取, 采用真菌毒素免疫亲和柱萃取, 在ESI+模式下采用多反应监测(MRM)模式进行检测。目标物在C₁₈色谱柱上实现了有效分离, 在6 min内完成一个样品的分析, 相关系数(r^2 , $n=6$)大于0.999, 检测结果稳定、灵敏。黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素M₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇线性范围0.5~50.0 $\mu\text{g/L}$, 检出限为0.05 $\mu\text{g/kg}$ (LOD, $S/N=3$), 赭曲霉毒素A、玉米赤霉烯酮线性范围5.0~100.0 $\mu\text{g/L}$, 检出限为0.5 $\mu\text{g/kg}$ (LOD, $S/N=3$), 方法回收率为86.8~102.7%, 精密度RSD为0.36~4.79%。该方法快速、灵敏, 适用于花生及制品中黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素M₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素A、玉米赤霉烯酮五种真菌毒素的检测与确证。

关键词: 高效液相色谱串联质谱; 多反应监测; 黄曲霉毒素B₁; 黄曲霉毒素M₁; 脱氧雪腐镰刀菌烯醇; 赭曲霉毒素A; 玉米赤霉烯酮; 花生及制品

文章篇号: 1673-9078(2014)1-217-221

Determination of Five Mycotoxins in Peanuts and Products by HPLC-MS/MS

ZENG Xian-yuan¹, NING Huan-yan¹, YIN yan², TANG Li-na¹, HUANG Fei¹, LIU Sheng-guo³, FENG Xia-ping¹

(1. Huizhou Quality and Measuring Supervision Testing Institute, Huizhou 516003, China)

(2. Department of Life Science, Huizhou University, Huizhou 516007, China)

(3. Comprehensive Technology Centre, Huizhou Entry-exit Inspection & Quarantine Bureau, Huizhou 516001, China)

Abstract: A method based on high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) was developed for simultaneous determination of five mycotoxins, namely aflatoxin B₁ (AFB₁), aflatoxin M₁ (AFM₁), Deoxynivalenol (DON), Zearalenone (ZEA) and Ochratoxin A (OTA), in peanut and its products. The samples were extracted with methanol-aqueous solution (55:45, V/V), cleaned up and enriched by mycotoxin affinity column, and then analyzed by HPLC-MS/MS under the multiple reaction monitoring (MRM) mode. All the analytes were successfully detected in positive ion mode within 6 min, and the correlation coefficients (r^2 , $n=6$) were more than 0.999. The linear ranges for AFB₁, AFM₁, and DON were between 0.5 $\mu\text{g/L}$ to 50.0 $\mu\text{g/L}$, with detection limit of (LOD, $S/N=3$) 0.05 $\mu\text{g/kg}$. While ZEA and OTA were ranging from 5.0 $\mu\text{g/L}$ to 100.0 $\mu\text{g/L}$, and the detection limit (LOD, $S/N=3$) was 0.5 $\mu\text{g/kg}$. The spiked recoveries were in the range of 86.8~102.7%, and relative standard deviations (RSD , $n=3$) were 0.36~4.79%. The method was simple, effective and sensitive, and was suitable for the determination and confirmation of five mycotoxins in peanuts and products samples.

Key words: high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry; multi reaction monitoring; aflatoxin B₁; aflatoxin M₁; Deoxynivalenol; Zeatalenone; OchratoxinA; peanuts and products

真菌毒素是真菌产生的次级代谢产物, 具有毒性强和污染频率高的特点, 现今为止已发现 400 多种真

收稿日期: 2013-08-29

作者简介: 曾宪远, 硕士研究生, 工程师, 研究方向: 食品安全检测方面的研究

通讯作者: 奉夏平, 硕士研究生, 工程师, 研究方向: 食品检测

菌毒素, 已知的真菌毒素有数百种。主要产毒真菌为曲霉属、青霉属、镰刀菌属的真菌以及其他菌属的真菌。在潮湿温暖的季节, 粮食、油料及干果中很易查出多种真菌毒素, 特别是在花生及其制品中尤其明显。研究较多的真菌毒素主要包括黄曲霉毒素、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮等。这些

真菌毒素不仅具有致癌、致畸和致突变等作用,还具有肝细胞毒性、中毒性肾损害、生殖紊乱及免疫抑制等作用,对人类身体健康造成极大危害^[1-2]。因此,开发食品基质中真菌毒素的检测方法十分必要。

随着对真菌毒素危害的深入研究,对食品中真菌毒素的限量和检测逐渐受到了各国政府的重视,我国也已相继出台了关于真菌毒素限量的法定标准,食品中单一真菌毒素的测定方法已得到很多学者的关注,相关的研究方法主要有薄层色谱法(TLC)^[3]、酶联免疫吸附法(ELISA)^[4-8]、高效液相色谱法(HPLC)^[9-11]、液相色谱-质谱联用检测法(LC-MS)^[12]、气相色谱-质谱联用检测法(GC-MS)^[13]等;但对多种真菌毒素同时测定的方法研究较少。据此本研究发展了采用高效液相色谱—串联质谱(HPLC-MS/MS)同时测定花生及制品中黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素M₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素A、玉米赤霉烯酮的分析方法。该法快速、灵敏,适用于花生及制品中痕量黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素M₁、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素A、玉米赤霉烯酮五种真菌毒素的检测。

1 实验部分

1.1 仪器与装置

液相色谱仪:岛津 LC-30 系列,日本岛津公司;质谱仪:API 4000 配有电喷雾离子源(ESI),美国应用生物系统公司;平行蒸发仪:瑞士 BUCHI;超纯水仪:美国 Millipore 公司。

1.2 试剂与材料

标准品购置:黄曲霉毒素 B₁ (≥98%)、黄曲霉毒素 M₁ (≥98%) (Fermentek 公司);脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (≥98%)、玉米赤霉烯酮 (≥98%)、赭曲霉毒素 A (≥98%) (trilogy 公司);真菌毒素免疫亲和柱(美国 VICAM 公司);甲醇为色谱纯试剂;花生及制品样品市购。

标准工作溶液:准确称取各种真菌毒素标准品,用甲醇溶解配制成 10 mg/L 标准储备液,于 4 °C 下保存。准确量取各真菌毒素标准储备液 1.0 mL,用甲醇定容至 10 mL,配制成 1000 μg/L 混合标准储备液。使用时,用流动相逐级稀释成 0.5、1、5、10、20、50 μg/L 混合标准工作液。

1.3 HPLC-MS/MS 条件

色谱条件:Agilent ZORBAX Extend C18 色谱柱 (4.6×150 mm, 5 μm),柱温 35 °C,流速 0.5 mL/min;

进样量 4 μL;流动相 A 为甲醇,B 为 0.1% 甲酸 5 mmol/L 乙酸铵甲醇/水溶液 (40/60, V/V)。梯度洗脱程序为:0 min B50%、3.0 min B 50.0%、4.5 min B 95.0%; 4.6 min B 95.0%; 6.00 min B 40.0%。

质谱条件:电喷雾离子源(ESI),正离子扫描模式;碰撞气(CAD)为 8 psi;气帘气(CUR)为 20 psi;雾化气(GS1)为 45 psi;辅助加热器(GS2)为 60 psi;喷雾电压(IS)为 5500 V;离子源温度(TEM)为 450 °C。多反应监测各离子对及各优化参数见表 1。

1.4 样品前处理

提取:称取 5 g (精确至 0.01 g) 试样,置于 100 mL 具塞比色管中,用 25 mL 石油醚 (30~60 °C) 将其溶解后,加 30 mL 甲醇-水 (55:45, V/V) 进行提取,涡旋混匀 2 min,将全部液体移于分液漏斗中,振荡 3~5 次,静置分层,收集下层提取液,将分液漏斗中石油醚再用 20 mL 50% 甲醇水溶液萃取一次,合并甲醇-水溶液 (55:45, V/V) (50 mL),供净化处理^[14]。

净化:将 50 mL 注射器筒与亲和柱上顶部相串联,亲和柱连接固相萃取装置。准确移取上述样品提取液 20 mL 于注射器筒中,调节固相萃取装置的真空系统,控制试样以 2 mL/min~3 mL/min 稳定的流速过柱。取下注射器筒,加水以稳定的流速洗柱,然后,抽干亲和柱。脱开真空系统,在亲和柱下部放入 10 mL 刻度试管,加入 4 mL 乙腈,洗脱待测物,洗脱液收集在刻度试管中,洗脱时间不少于 60 s。然后用氮气缓慢地在 30 °C 下将洗脱液蒸发至近干(如果蒸发至干,会损失待测物),用乙腈-水溶液(2+8)稀释定容至 1 mL。

2 结果与讨论

2.1 提取溶剂的选择优化

黄曲霉毒素难溶于水,不溶于石油醚、正己烷和乙醚等非极性溶剂,但易溶于甲醇、丙酮和三氯甲烷等极性有机溶剂。若提取剂中有水的存在,则可增强有机溶剂在样品中的渗透能力,提高萃取效率。根据不同食品基质的性质来选择合适的提取剂,分别以甲醇、乙腈与水不同体积比的溶剂进行回收率实验。结果表明,以甲醇-水(55:45, V/V)为提取试剂时,满足 5 种组分回收率均可达 80% 以上要求,并且杂质干扰较少,故本方法最终选定甲醇-水(55:45, V/V)作为提取试剂。

2.2 色谱条件的优化

2.2.1 色谱柱的选择

本实验比较了 Thermo Hypersil BDS-2 Column (2.1 mm×100 mm×5 μm)、Thermo Hypersil ODS-2 Column (4.6 mm×150 mm×5 μm)、Agilent ZORBAX Extend Column (4.6 mm×150 mm×5 μm) 三种柱子,发现以 Agilent ZORBAX Extend Column 对 5 种真菌毒素的保留性、灵敏度和峰型表现出明显的优势,最终选择以 Agilent ZORBAX Extend Column 色谱柱为分离柱。柱子的选择前后优化图分别见图 1 和图 3。

2.2.2 流动相的选择

优化前以甲醇(A)和水(B)为流动相,赭曲霉毒素 A 和玉米赤霉烯酮峰型重叠,分离效果不好(见图 2),优化后采用甲醇和 0.1%甲酸 5 mmol/L 乙酸铵甲醇/水溶液 (40:60, V/V) 为流动相进行梯度洗脱,5 种真菌毒素均分离良好,峰型尖锐对称,6 min 内就能完成 5 种真菌毒素的检测(见图 3),其中四种目标峰无基质干扰,大大提高了工作效率。

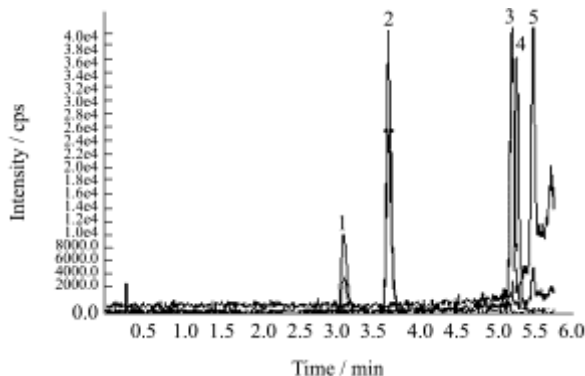


图 1 Thermo Hypersil ODS-2 柱分离效果

Fig.1 Thermo Hypersil ODS-2 column separation

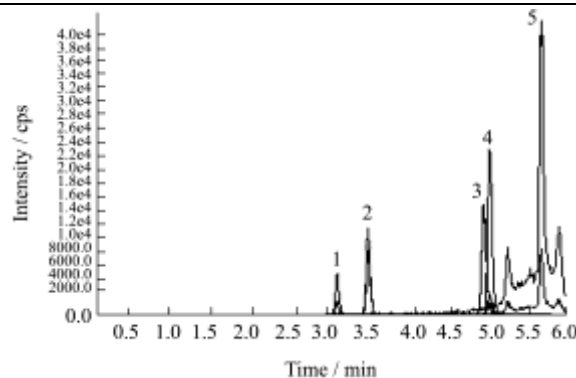


图 2 流动相优化前色谱图

Fig.2 Mobile phase chromatogram before optimization

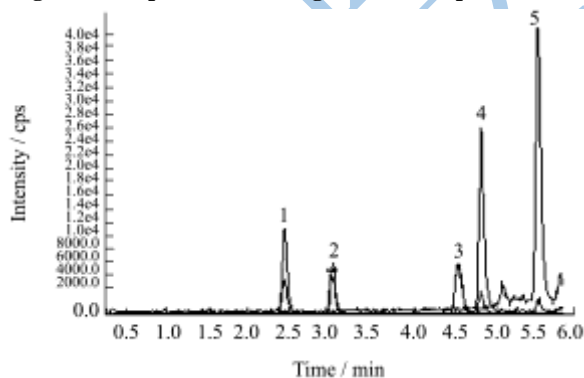


图 3 五种混标检测参数优化后 LC-MS/MS 图

Fig.3 The LC-MS/MS figure of five kinds of mixed standard testing parameters optimized

注: 1.黄曲霉毒素 M₁ (10 μg/L); 2.黄曲霉毒素 B₁ (10 μg/L); 3.赭曲霉毒素 A (50 μg/L); 4.玉米赤霉烯酮 (100 μg/L); 5.脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (50 μg/L)。

2.3 质谱条件的优化

表 1 MRM 监测模式下质谱优化条件

Table 1 The optimized MRM conditions for Aflatoxins

名称	出峰时间/min	定量离子	定性离子	DP/V	CE/V
黄曲霉毒素 M ₁	3.07	329.09/273.08	329.09/273.08	95	33
		329.09/259.23			33
黄曲霉毒素 B ₁	3.56	313.10/241.08	313.10/241.08	100	50
		313.10/285.00			34
赭曲霉毒素 A	4.86	403.97/239.10	403.97/239.10	75	32
		403.97/358.20			20
玉米赤霉烯酮	5.09	319.10/187.00	319.10/187.00	60	25
		319.10/215.20			32
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	5.67	297.00/281.10	297.00/281.10	130	16
		297.00/265.02			32

本实验首先采用 0.8 μg/mL 的混标溶液,以蠕动泵注射方式在电喷雾负离子模式下进行母离子全扫描,找出准确的分子离子作为母离子,然后以分子离子为母离子对其子离子进行全扫描,最后选取丰度较

强的 2 个子离子,优化其锥孔电压、碰撞能量等质谱参数。选取丰度较大并且响应稳定的来做定量离子。碰撞气、雾化气、气帘气、碰撞气能量、聚焦电压和碰撞室出口电压均为最优(见表 1)。

2.4 标准曲线、线性范围及检出限

对各监测离子峰与质量浓度进行线性拟合,结果表明各监测离子的质谱峰面积与质量浓度在 5.0~50.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内具有很好的线性关系,相关系数均优于 0.999,表明所选定的特征离子具有很好的稳

定性。依据各定量离子色谱峰 3~10 倍信噪比 (S/N) 所对应的样品中该物质的浓度分别确定为方法检出限 (LOD) 和定量下限 (LOQ),得到目标分析物的检出限为 0.05~0.5 $\mu\text{g/kg}$, 定量下限为 0.15~1.5 $\mu\text{g/kg}$ (见表 2)。

表 2 五种真菌毒素线性方程、相关系数和检出限、定量限

Table 2 The calibration curves, correlation coefficient and LOD-LOQ of Aflatoxins

名称	线性范围 /($\mu\text{g/mL}$)	标准曲线方程	R^2	检出限 /($\mu\text{g/kg}$)	定量限 /($\mu\text{g/kg}$)
黄曲霉毒素 M_1	0.5~50	$Y=64.322X+1.391$	0.9997	0.05	0.15
黄曲霉毒素 B_1	0.5~50	$Y=190.691X+0.900$	0.9998	0.05	0.15
赭曲霉毒素 A	1~50	$Y=63.636X-0.222$	0.9992	0.5	1.5
玉米赤霉烯酮	5~100	$Y=75.518X-0.261$	0.9993	0.5	1.5
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	5~100	$Y=31.220X+2.264$	0.9990	0.1	0.3

2.5 回收率及精密度分析

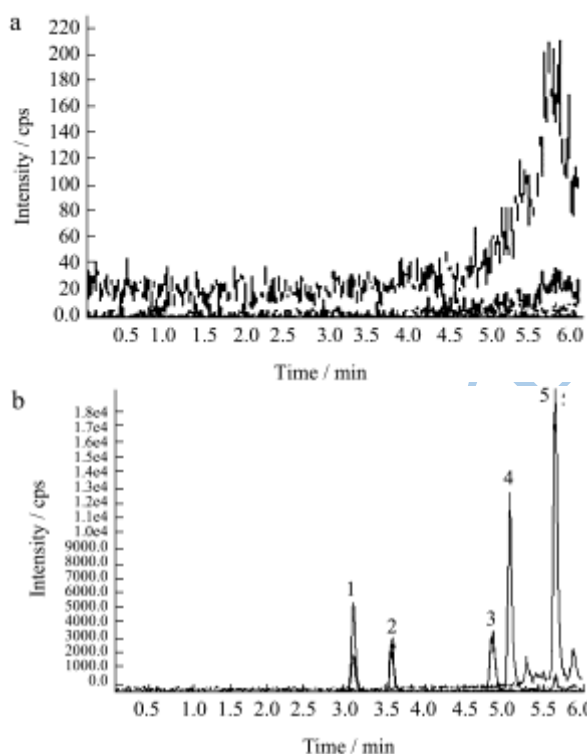


图 4 花生及花生加标 (20 $\mu\text{g/L}$) LC-MS/MS 图谱

Fig. 4 Chromatogram and spectra of peanuts standard addition recovery

注: a: 花生空白, b: 花生加标 (20 $\mu\text{g/L}$); 1.黄曲霉毒素 M_1 , 2.黄曲霉毒素 B_1 , 3.玉米赤霉烯酮, 4.赭曲霉毒素 A, 5.脱氧雪腐镰刀菌烯醇。

在花生、花生油、花生糖、炒花生样品中添加 5、10、20、50 $\mu\text{g/L}$ 的混合标物,经上述方法提取、净化处理后进行 HPLC-MS/MS 测定,花生样品和样品加

标的高效液相色谱串联质谱图如图 4 所示。结果表明:在此色谱条件下能很好的将 5 种目标物质分离。本研究按测量值和真实值计算回收率,6 次重复计算变异系数,加标回收率及精密度结果见表 3。样品中黄曲霉毒素 B_1 、黄曲霉毒素 M_1 、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮的本底值均为 0 mg/kg ,5 种标准物质的平均回收率在 86.8~102.7%,相对标准偏差(RSD)为 0.36~4.79%,符合残留检测方法对回收率与精密度的要求。

2.6 实际样品的测定

运用本方法对 36 个随机采集到的花生、花生油、花生酱及花生调和油等样品进行分析测定,测试结果显示,其中 8 个样品检出含有黄曲霉毒素 B_1 ,含量在 3.4 $\mu\text{g/kg}$ ~61.7 $\mu\text{g/kg}$,其他真菌毒素均未检出。

3 结论

本研究建立了 HPLC-MS/MS 多反应监测(MRM)模式分析花生及制品中黄曲霉毒素 B_1 、黄曲霉毒素 M_1 、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮 5 种真菌毒素的方法。本方法具有快速、灵敏的特点,分析时间小于 6 min,黄曲霉毒素 B_1 、黄曲霉毒素 M_1 、脱氧雪腐镰刀菌烯醇线性范围 1.0~50.0 $\mu\text{g/L}$,检出限为 0.05 $\mu\text{g/kg}$ (LOD, $S/N=3$),赭曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮线性范围 5.0~100.0 $\mu\text{g/L}$,检出限为 0.5 $\mu\text{g/kg}$ (LOD, $S/N=3$),相关系数 $r^2 > 0.999$,检出限为 0.1~0.50 $\mu\text{g/kg}$,定量下限为 0.3~1.5 $\mu\text{g/kg}$ 。该法的建立为花生及制品中真菌毒素系列污染物的风险监测提供了技术支持。

表 3 5 种标准物质在样品中的加标回收率及精密度分析 (n=6)

Table 3 Addition recovery and RSD of the five standard substances in six kinds of samples (n=6)

Fruit	Standard concentration ($\mu\text{g/L}$)	Peanut		Peanut candy		Peanut oil		Fried peanut	
		Recovery	RSD	Recovery	RSD	Recovery	RSD	Recovery	RSD
		R/%	s_r /%	R/%	s_r /%	R/%	s_r /%	R/%	s_r /%
AFM ₁	0.5	84.1~93.2	4.24	94.3~102.2	3.65	84.1~93.3	4.21	92.3~102.3	4.92
	1	85.3~92.1	3.09	95.4~102.7	2.76	84.1~92.8	4.14	94.3~102.6	3.53
	2	84.1~91.9	3.53	94.4~101.5	3.03	84.7~93.9	4.26	94.4~101.5	2.86
	4	84.0~92.8	4.44	93.8~101.0	3.11	85.0~93.0	4.77	93.5~102.3	3.73
AFB ₁	5	85.0~88.4	2.96	83.7~86.4	3.82	83.6~87.4	2.51	83.8~89.0	2.57
	10	84.8~88.5	3.08	84.5~86.3	2.58	83.7~87.3	3.24	84.0~88.5	2.04
	20	84.5~88.2	2.98	84.4~87.3	3.45	83.6~87.8	2.42	83.6~89.2	2.32
	50	83.8~87.6	2.37	84.9~86.9	2.36	84.5~87.7	2.38	83.9~89.5	2.53
ZEA	0.5	85.5~92.0	3.07	85.3~91.8	2.96	83.8~89.5	2.71	95.2~101.9	2.97
	1	87.7~92.8	2.55	86.9~92.6	2.74	83.9~89.2	2.66	97.7~102.5	2.32
	2	86.4~93.3	3.25	86.6~91.6	2.63	83.8~89.1	2.64	96.7~101.9	2.23
	4	87.8~93.0	3.08	86.5~91.8	5.79	83.7~86.3	2.62	90.5~101.0	4.21
OTA	0.5	86.6~88.6	2.76	84.1~89.6	2.62	84.3~88.6	2.93	92.6~101.5	3.52
	1	84.5~88.3	3.14	83.8~92.7	4.26	84.2~88.5	3.04	91.5~102.3	4.43
	2	83.7~89.5	3.37	84.7~89.9	2.43	83.7~89.8	3.33	93.1~101.5	3.67
	4	85.5~88.8	5.06	86.8~91.5	4.36	86.8~89.3	2.91	93.3~102.3	3.32
DON	0.5	83.6~92.1	4.07	93.8~100.4	3.53	85.6~92.8	3.41	95.3~101.2	2.64
	1	85.2~93.4	3.52	95.7~100.4	3.05	85.4~93.3	3.75	95.0~101.2	2.66
	2	83.9~92.8	4.23	93.2~102.6	3.85	83.6~92.7	4.01	95.1~101.5	2.85
	4	85.5~93.3	4.08	94.8~101.5	3.03	88.0~93.0	2.67	95.3~101.3	2.63

参考文献

[1] 陈丽星.真菌毒素研究进展[J].河北工业科技,2006,23(2): 124-126
Chen L X. The research progress of fungus toxin [J]. Hebei industrial science and technology, 2006, 23(2): 124-126

[2] 李凤琴.真菌毒素分析及质量控制[J].国外医学卫生化学分册,2004,31(5):265-272
Li F Q. Fungi toxin analysis and quality control [J]. Foreign medical health chemical volume, 2004, 31(5): 265-272

[3] 郝仙娣,顾慰平.中药污染黄曲霉毒素检验方法的研究[J].北京医药,1991,1:36-39
Hao X D, Gu W P. Research of aflatoxin pollution testing method in traditional Chinese medicine (TCM) [J]. Beijing pharmaceutical, 1991, 1: 36-39

[4] Goryacheva I Y, Saeger S D, Delmulle B, et al. Simultaneous non-instrumental detection of aflatoxin B₁ and ochratoxin A using a clean-up tandem immunoassay column [J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 590(1): 118-124

[5] Ghali R, Hmaissia-khlifa K, Ghorbel H, et al. Incidence of aflatoxins, ochratoxin A and zearalenone in tunisian foods [J]. Food Control, 2008, 19: 921-924

[6] Saha D, Acharya D, Roy D, et al. Simultaneous enzyme immunoassay for the screening of aflatoxin B₁ and ochratoxin A in chili samples [J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 584: 343-349

[7] Mazzotti F, Di Donna L, Maiuolo L, et al. Assay of the Set of All Sudan Azodye (I, II, III, IV, and Para-Red) Contaminating Agents by Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry and Isotope Dilution Methodology [J]. J. Agric. Food Chem., 2008, 56: 63-67

[8] Saeger S D, Sibanda L, Desmet A, et al. A collaborative study to validate novel field immunoassay kits for rapid mycotoxin detection [J]. International Journal of Food Microbiology, 2002, 75: 135-142

[9] Wang Ya-ling, Chai Tong-jie, Lu Guo-zhong, et al. Simultaneous detection of airborne Aflatoxin, Ochratoxin and

- Zearalenone in a poultry house by immunoaffinity clean-up and high-performance liquid chromatography [J]. *Environmental Research*, 2008, 107: 139-144
- [10] G kmen V, Acar J. Simultaneous determination of 5-hydroxymethylfurfural and patulin in apple juice by reversed-phase liquid chromatography [J]. *Journal of Chromatography A*, 1999, 847: 69-74
- [11] Chan D, MacDonald S J, Boughtflower V, et al. Simultaneous determination of aflatoxins and ochratoxin A in food using a fully automated immunoaffinity column clean-up and liquid chromatography-fluorescence detection [J]. *Journal of Chromatography A*, 2004, 1059: 13-16
- [12] Tanaka T, Yoneda A, Inoue S, et al. Simultaneous determination of trichothecene mycotoxins and zearalenone in cereals by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Journal of Chromatography A*, 2000, 882: 23-28
- [13] 蔡增轩,潘红锋,王丽丽,等.应用超高压液相-质谱联用技术同时测定花生及其制品中的6种黄曲霉毒素[J].*中国卫生检验杂志*,2009,19(5):970-974
- Cai Z X, Pan H F, Wang L L, et al. Simultaneous determination of 6 kinds of aflatoxins in peanut and its products by ultra high pressure liquid-mass spectrometry technique for [J]. *Chinese health inspection journal* 2009,19(5): 970-974
- [14] 冯伟科,罗佳玲,赖毅东.高效液相色谱-串联质谱法同时测定花生制品中的黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂[J].*现代食品科技*,2011,8(27):1040-1042
- Feng W K, Luo J L, Lai Y D. Simultaneous determination of aflatoxins B₁, B₂, G₁, G₂ in peanut products by high performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry [J]. *Modern food science and technology*,2011, 8(27): 1040-1042