

奶酪及牛奶中黄曲霉毒素B₁含量检测方法的研究

芦光业¹, 张慧萍^{1*}, 张美娟¹, 靳伟¹, 仪虹伯¹, 芦光辉², 吴腾², 李浩², 刘军军²

(1.内蒙古智慧质量中心有限公司, 内蒙古呼和浩特 011517; 2.内蒙古特康瑞营养食品有限责任公司, 内蒙古呼和浩特 011517)

摘要: [目的]建立基于同位素稀释液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)测定奶酪及牛奶中黄曲霉毒素B₁含量的分析方法检测。[方法]样品经提取后, 采用免疫亲和柱净化处理, 随后经氮吹浓缩, 以初始流动相复溶后采用LC-MS/MS法测定其中黄曲霉毒素B₁的含量。[结果]目标分析物分离效果良好, 分析方法快速简便。在浓度1~80 ng/mL范围内, 采用低至高浓度标准溶液依次进样检测, 以黄曲霉毒素B₁色谱峰与各对应内标物色谱峰的峰面积比值为纵坐标、浓度为横坐标进行线性回归, 得标准曲线方程: $Y=0.631\ 69-3.151\ 51\times 10^{-4}X$, 线性相关系数(R²)为0.999 82。奶酪样品中黄曲霉毒素B₁的检出限为0.02 μg/kg, 定量限为0.05 μg/kg, 加标回收率为74.59%~90.52%; 牛奶样品的检出限为0.02 μg/kg, 定量限为0.1 μg/kg, 加标回收率为79.85%~100.63%。[结论]该方法具有较高的准确性、快速的检测速率以及良好的分离效果, 适用于奶酪及牛奶样品中黄曲霉毒素B₁含量的定量分析。

关键词: 黄曲霉毒素B₁; 乳制品; LC-MS/MS法

文章编号: 1671-4393 (2026) 01-0084-06

DOI:10.12377/1671-4393.26.01.13

Study on the Detection Method of Aflatoxin B₁ in Cheese and Milk

LU Guangye¹, ZHANG Huiping^{1*}, ZHANG Meijuan¹, JIN Wei¹, YI Hongbo¹,
LU Guanghui², WU Teng², LI Hao², LIU Junjun²

(1.Inner Mongolia Smart Quality Center Co., Ltd., Hohhot Inner Mongolia 011517; 2.Inner Mongolia Tekang Rui Nutrition Food Co., Ltd., Hohhot Inner Mongolia 011517)

Abstract: [Objective]To establish an analytical method for determining the content of aflatoxin B₁ in cheese and

作者简介: 芦光业(1992-), 女, 内蒙古阿尔山人, 本科, 高级工程师, 研究方向为食品安全检测;
张美娟(1990-), 女, 内蒙古呼和浩特人, 本科, 中级工程师, 研究方向为食品安全检测;
靳伟(1992-), 女, 内蒙古呼伦贝尔人, 本科, 中级工程师, 研究方向为食品安全检测;
仪虹伯(1988-), 女, 内蒙古呼和浩特人, 本科, 中级工程师, 研究方向为食品安全检测;
芦光辉(1992-), 女, 内蒙古阿尔山人, 本科, 高级工程师, 研究方向为食品安全检测;
吴腾(1990-), 男, 内蒙古包头人, 硕士, 高级工程师, 研究方向为食品安全检测;
李浩(1992-), 男, 内蒙古扎赉特旗人, 本科, 初级工程师, 研究方向为食品安全检测;
刘军军(1990-), 男, 内蒙古呼和浩特人, 本科, 研究方向为食品安全检测。

通信作者: 张慧萍(1980-), 硕士, 高级工程师, 研究方向为食品安全检测。

milk using isotope dilution liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS).[Method]After sample extraction, it was purified using an immunoprecipitation column, then concentrated by nitrogen evaporation. The content of aflatoxin B₁ was subsequently determined by LC-MS/MS after re-dissolution with the initial mobile phase.[Result]The separation effect of the target analyte was good, and the analytical method was rapid and simple. Within the concentration range of 1 to 80 ng/mL, the samples were analyzed by sequentially injecting concentration standard solutions. The linear regression was performed using the ratio of the chromatographic peak area of aflatoxin B₁ to that of each corresponding internal standard as the ordinate and the concentration as the abscissa. The standard curve equation obtained was: $Y=0.631\ 69-3.151\ 51\times 10^{-4}X$, with a linear correlation coefficient (R^2) of 0.999 82. The detection limit of aflatoxin B₁ in cheese samples was 0.02 μg/kg, and the quantification limit was 0.05 μg/kg, and the recovery rate ranged with spiked samples was 74.59% to 90.52%; the detection limit of aflatoxin B₁ in milk was 0.02 μg/kg, and the quantitative limit was 0.1 μg/kg, and the recovery rate with spiked samples was 79.85% to 100.63%.[Conclusion]This method had high accuracy, fast detection speed and excellent separation performance, and is suitable for quantitative analysis of aflatoxin B₁ content in cheese and milk samples.

Keywords: aflatoxin B₁; dairy products; liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

黄曲霉毒素主要由黄曲霉菌产生，其他曲霉菌和青霉菌^[1]也可产生少许，这些真菌主要寄生于花生、玉米、大米、小麦等谷物及油料中。1993年黄曲霉毒素被世界卫生组织（WHO）的癌症研究机构划定为1类致癌物^[2]，是一种毒性极强的剧毒物质。黄曲霉毒素是一组化学结构类似的化合物，其基本结构中都含有二呋喃环和香豆素，主要分子式含B₁、B₂、G₁、G₂、M₁、M₂^[3]等，其中黄曲霉毒素B₁（AFB₁）的毒性及致癌性^[4]最强，是迄今为止发现的毒性最强的致癌物质。在高温、高湿的环境中，如厨房、食品加工厂等，也容易滋生AFB₁。AFB₁可通过消化道、呼吸道和皮肤等途径进入人体，并在体内蓄积。长期摄入该物质可能会导致肝脏损伤、肝癌、胃癌等疾病^[5]。AFB₁广泛存在于^[6]玉米、坚果等粮油类食品及其制品中，其毒力相当于氰化钾的10倍^[7]、砒霜的68倍。人食用AFB₁污染的食品后会出现发热、腹痛、呕吐、下肢浮肿等症状^[8]。因此，几乎所有国家和地区均对农产品^[9]、食品和饲料中AFB₁的最高残留限量作出明确规定，而《GB2761—

2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》规定乳及乳制品中的限量标准为≤0.5 μg/kg^[10]，欧盟标准EU Regulation2023/915中规定的限量标准为≤0.05 μg/kg，美国食品药品监督管理局（US Food and Drug Administration，USFDA）规定奶牛饲料中限量标准为≤20 μg/kg，中国规定奶牛精饲料中限量标准为≤10 μg/kg，南非规定乳基饲料中限量标准为≤10 μg/kg。AFB₁主要通过奶牛食用发霉的饲料（如玉米、花生等）进入动物体内，经代谢过程最终转化为毒素。其在健康影响、监管要求、经济效益、社会责任等多个维度均具有显著风险，因此必须实施严格检测^[11]。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

以下试剂，除特殊标明以外均为分析纯试剂。

乙腈（CH₃CN，质谱级）、甲醇（CH₃OH，质谱级）、甲酸（CH₂O₂，质谱级）、AFB₁（标准品，纯度≥98%）、同位素内标¹³C₁₇-AFTB₁（纯

度 $\geq 98\%$ ， $0.5\ \mu\text{g/mL}$ ），德国默克集团；石油醚（ $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$ ，沸程为 $30\sim 60\ ^\circ\text{C}$ ），西陇科学股份有限公司。

乙腈-水溶液（1：4，V/V）：在400 mL水中加入100 mL乙腈，混匀，备用；乙腈-水溶液（1：9，V/V）：在450 mL乙腈中加入50 mL水，混匀，备用；0.1%甲酸水溶液（V/V）：吸取1 mL甲酸，用水稀释至1 000 mL，混匀，备用；乙腈-甲醇（1：1，V/V）：在500 mL乙腈中加入500 mL甲醇，混匀，备用。

未开封的 AFB_1 标准品应严格依据标准物质证书规定的条件进行储存与使用，开封后经溶剂溶解制备的 AFB_1 储备液应于冷冻保存6个月。若标准物质为固体， AFB_1 标准储备液（ $0.1\ \text{mg/mL}$ ）则应按照相应规范进行配制与贮存：称取1 mg AFB_1 标准品，用乙腈溶解并定容至10 mL。密封后冷冻保存24个月。若标准物质为液体（通常为1 mL或2 mL），则用刻度吸管（或移液管）取一定体积于容量瓶中，用乙腈溶解并定容，配成浓度为 $1\sim 100\ \mu\text{g/mL}$ 标准储备液。 AFB_1 标准工作液可依据待测样品浓度可以适当调整浓度，并用乙腈-水溶液（1：9）逐级稀释，现用现配。 $^{13}\text{C}_{17}\text{-AFB}_1$ 工作液：准确移取 $0.5\ \mu\text{g/mL}^{13}\text{C}_{17}\text{-AFB}_1$ 2.0 mL于10 mL容量瓶中，用乙腈定容，混匀备用，在 $-20\ ^\circ\text{C}$ 保存3个月。

1.2 仪器与设备

数控超声清洗器（KQ-400DE），昆山市超声仪器有限公司；万分之一天平（ME204E）、十万分之一天平（MS105DU），梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司；高速离心机（TGL-16M），上海卢湘仪离心机仪器有限公司；旋涡混合器（MS 3），德国艾卡IKA集团；固相萃取装置，沃特世公司；真空泵（HPD-25），天津市恒奥科技发展有限公司；LC-MS/MS质谱仪-带电喷雾离子源（6500），上海爱博才思分析仪器贸易有限公司；免疫亲和柱（G1024，25支/盒），美国维康国际集团。

1.3 试验方法

1.3.1 前处理过程

（1）生乳、灭菌乳、巴氏杀菌乳、调制乳等牛奶样品

称取5 g样品（精确到 $0.01\ \text{g}$ ）于50 mL具塞塑料离心管中，加入适量的同位素内标 $^{13}\text{C}_{17}\text{-AFB}_1$ 工作液，振荡混匀后静置30 min。加入20 mL甲醇-水（7+3，V/V），涡旋混匀，置于超声波清洗机中超声20 min，以6 000 r/min离心10 min，加水定容至50 mL容量瓶，混匀备用，供净化处理。

（2）奶油及奶酪

称取5 g左右（精确至 $0.01\ \text{g}$ ）试样，置于50 mL烧杯中，加入适量的同位素内标 $^{13}\text{C}_{17}\text{-AFB}_1$ 工作液振荡混匀后静置30 min。用20 mL石油醚将其溶解并移入250 mL具塞锥形瓶中^[12]。加20 mL水和30 mL甲醇，振荡30 min后^[13]，将全部液体移至分液漏斗中，待分层后，将下层溶液全部移至500 mL圆底烧瓶中，在旋转蒸发仪 $50\sim 60\ ^\circ\text{C}$ 中减压浓缩至约5 mL^[14]，加水定容至50 mL容量瓶，混匀备用，供净化处理。

上述过程中，处理奶油类样品时，加入石油醚的目的是去除样品基质中的脂溶性干扰物质。石油醚作为一种非极性的有机溶剂，依据相似相溶原理，可有效萃取脂类物质。此外，脂溶性成分如脂肪、油脂等物质进入液相色谱-串联质谱（LC-MS/MS）系统，将严重污染色谱柱和离子源，加剧基质效应。通过石油醚萃取，可有效去除通过脂溶性物质基质干扰物，提高检测方法灵敏度和准确性。

1.3.2 样品净化

将50 mL注射器筒与免疫亲和柱的顶部相连^[15]，将免疫亲和柱与固相萃取装置连接。待免疫亲和柱内原有液体流完后，将离心后的上述样液转移至柱上，控制样液以 $1\sim 3\ \text{mL/min}$ 的速度稳定下滴。待样液滴完后，用20 mL的一级水润洗注射器，以稳定流速淋洗免疫亲和柱。待水滴完后，吹干亲和柱，加入 $2\times 2\ \text{mL}$ 乙腈（或甲醇）洗脱亲和柱^[16]，以 $1\sim 3\ \text{mL/min}$ 的速度稳定下滴。收集全部洗脱液在 $40\sim 50\ ^\circ\text{C}$ 下用氮气缓慢吹干，加入1 mL初始流动相，涡旋30 s，采用 $0.22\ \mu\text{m}$ 有机滤膜过滤，收集滤液于进样瓶中，供联用仪检测。

1.3.3 安全提示

标准溶液配置过程及分析操作过程应在制定区域内进行。该区域应避光（直射阳光）并具备相对独立的操作台和废弃物储存装置。在试验过程中，操作者须参照剧毒化学品接触标准采取相应防护措施。试验产生的废弃物应统一收集，并用次氯酸钠溶液浸泡等方法进行处理^[17]。

1.4 结果计算

$$X=\frac{p\times V1\times V3\times F\times 1000}{V2\times m\times 1000}$$

式中：
X: AFB₁的含量，单位 μ g/kg;
p: 样液的进样浓度，单位ng/mL;
V1: 试样的提取液体积，单位mL;
m: 试样的质量，单位g;
F: 稀释因子;
V2: 用于净化分取的样品体积，单位mL;
V3: 样品经净化洗脱后的最终定容体积，单位mL;
1 000: 换算系数。
计算结果保留三位有效数字；在重复性条件下获得2 次测定结果的绝对差不得超过算术平均值的20%，结果需要保留三位有效数字。

1.5 色谱条件

液相色谱参考条件：
流动相中A相为0.1%甲酸水溶液，B相为乙腈溶液^[18]，色谱柱：ACQUITY UPLC，2.1×100 mm，1.8 μ m，或相当者；流速0.3 mL/min；柱温35 ℃；进样体积5 μ L（不同仪器进样量不同）；梯度洗脱程序见表1。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Gradient Elution Procedure		
时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	77	23
0.5	77	23
2.0	20	80
5.0	20	80
5.1	77	23
6.0	77	23

注：以上为仪器参考条件，实际操作过程中可根据情况适当调整^[19]，下同
质谱参考条件：
A: 0.1%甲酸水溶液 B: 100%乙腈溶液。
B: 方式为多离子反应监测（MRM）；离子源气体1为55 psi，离子源气体2为60 psi，气帘气为35 psi，喷射电压：为5 500 v；
C: 离子化方式为ESI+。AFB₁离子选择参数见表2。

2 结果与分析

在奶酪、纯牛奶样品中加入4 个浓度的 AFB₁进行加标回收率试验，奶酪的回收率为74.59%~90.52%，RSD为1.44%~2.75%；纯牛奶的回收率为79.85%~100.63%，RSD为1.49%~6.55%；回收率符合《GB/T27417—2017合格评定 化学分析方法确认和验证指南》^[20]附录A中方法回收率偏差<0.1 mg/kg、回收率60%~120%的要求；综上所述，针对奶酪及牛奶中AFB₁的含量测定，在回收率与变异系数两个维度均表现良好，能够保证检测结果的准确性。样品的准确度和标准偏差分析见表3。
本研究方法检测牛奶样品中 AFB₁含量为0.744 μ g/kg，三方实验室检测结果为0.723 μ g/kg，检测结果比对精密密度为2.86%，符合《GB5009.22—

表 2 黄曲霉毒素 B₁ 离子选择参数

Table 2 AFB ₁ Ion Selectivity Parameters					
化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压（V）	入口电压（V）	碰撞能量（V）
AFB ₁	313.000	241.000	14.0	10.0	48.0
AFB ₁	313.000	269.000	14.0	10.0	39.0
¹³ C ₁₇ -AFTB ₁	330.100	301.300	14.0	10.0	33.0
¹³ C ₁₇ -AFTB ₁	330.100	255.300	14.0	10.0	46.0

2023 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定》^[6]中不低于20%的要求。

表 3 样品的准确度和标准偏差分析

Table 3 Analysis of Accuracy and Standard Deviation of Samples				
基质	加标量 ($\mu\text{g/kg}$)	回收率(%)	标准偏差 (%)	相对标准偏差 (%)
奶酪	0.05	74.59	0.53	1.44
	0.10	80.66	0.80	2.75
	0.30	90.52	3.12	1.98
	0.50	88.96	4.25	1.75
纯牛奶	0.10	79.85	0.278	1.49
	0.25	80.95	1.34	2.05
	0.50	94.36	2.52	3.85
	1.00	100.63	6.12	6.55

回收率数据显示，在低加标水平下，奶酪样品中AFB₁含量回收率偏低。通过重复试验验证发现偏低的原因有：奶酪中的磷脂、脂肪酸、钙离子等共流出物抑制了AFB₁的电离效率，尤其在ESI-模式，导致响应信号降低；还有可能在前处理阶段存在提取不充分、固相萃取柱过载或流速过快等技术性问题，致使目标化合物在净化过程中损失。建议在每次检测前对固相萃取柱进行柱容量验证，并在检测过程中加强对上述关键环节的质量控制。

表 4 实验室间 AFB₁ 含量检测结果对比

Table 4 Comparison of AFB ₁ Content Detection Results among Laboratories				
样品名称	本研究检测结果 ($\mu\text{g/k}$)	三方实验室检测结果 ($\mu\text{g/kg}$)	精密度 (%)	精密度要求 (%)
ACAS-PT1999-015 牛奶-24-P462	0.744	0.723	2.86	10

通过以上加标回收试验、精密度试验，从两个维度评估检测方法的准确性和可靠性。所得数据对进一步优化试验方法和提高检测精度有重要参考价值，同时为深入研究提供了数据支持。

如图1、图2、图3所示，目标化合物分离度较好，AFB₁目标物的色谱峰型呈良好的对称性，且其保留时间能够实现与其他色谱峰的充分分离，表现

出较高的特异性。浓度为1~80 ng/mL的浓度范围内，依次对由低到高浓度的标准溶液进样检测，以AFB₁色谱峰与各对应内标色谱峰的峰面积比值-浓度进行线性回归，得到标准曲线回归方程为： $Y=0.631\ 69-3.151\ 51\times 10^{-4}X$ ，线性相关系数（R²）为0.999 82，奶酪制品检出限为0.02 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为0.05 $\mu\text{g/kg}$ ，回收率为74.59%~90.52%；牛奶检出限为0.02 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为0.10 $\mu\text{g/kg}$ ，回收率为

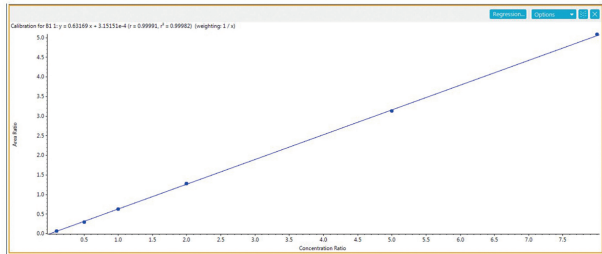


图 1 AFB₁ 标准曲线
Figure 1 Standard Curve of AFB₁ Content

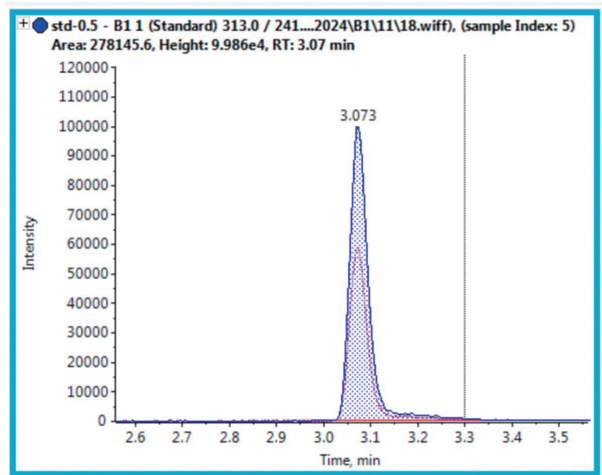


图 2 AFB₁ 标准溶液色谱图
Figure 2 Chromatogram of the AFB₁ Standard Solution

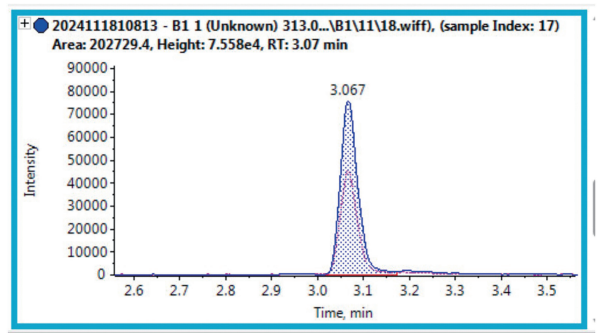


图 3 AFB₁ 加标样品色谱图
Figure 3 Chromatogram of AFB₁ Spiked Samples

79.85%~100.63%。

3 结论与讨论

目前检测乳品中AFB₁含量的方法众多,如薄层色谱法(TLC)、近红外分析仪测定法、高效液相色谱法(HPLC)-柱后衍生方法^[21]等。然而,TLC、近红外分析仪测定法等检测测定法存在分辨率较低、重复性差及适用性有限等缺点。本研究采用LC-MS/MS法,该法前处理效率高,分离度^[22]、准确性、灵敏度均较高,并具备良好的重复性和特异性,检验结果稳定,方法具有创新性。所有检测结果均符合相关标准中的要求,如GB/T27417—2017^[20]和《GB5009.295—2023食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》^[23]中相关规定,适用于企业对牛奶及奶酪制品进行质量检测。奶酪样品中脂肪、蛋白含量较高,且成分较复杂。在样品前处理过程中,需对奶酪中的脂肪、蛋白进行提取。本研究方法通过加入石油醚等试剂,可高效去除脂类干扰物质,能较好满足牛奶、奶酪中AFB₁含量的检测需求。鉴于黄曲霉毒素有强致癌性,全球范围内对其监管日益严格,进而推动检测技术的进步。黄曲霉毒素的检测方法持续演进,其中以LC-MS/MS法应用最为广泛,相关研究较为深入。该法衍生出多种样品前处理步骤,包括取样、净化、衍生等,并针对不同食品基质优化处理流程,以实现最佳准确性、最高效率及最优操作简洁性。

本研究采用LC-MS/MS法检测奶酪和牛奶中AFB₁含量,证实该法在乳品检测领域具有显著应用价值,但是在高脂肪、高蛋白类产品中的适用性仍存在局限性,需进一步优化与完善,以期为行业提供更可靠的检验技术支持。

参考文献

- [1] 吴海倩, 陈林. 黄曲霉毒素的研究进展[J]. 中国科技纵横, 2022 (1): 160-162.
- [2] 龙凌云, 刘胜利, 姚慧慧, 等. HPLC柱后衍生测定元宵中黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂的含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2013, 23 (18): 3610, 3617.
- [3] 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. GB5009.24—2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素M族的测定[S].
- [4] 邱文倩, 张焯, 蒋建云. 液液萃取-高效液相色谱法测定食品中4种黄曲霉毒素方法研究[J]. 海峡预防医学杂志, 2012, 18 (5): 44-45.
- [5] 黄惠明, 徐群英, 胡敏. 黄曲霉毒素检测方法研究的概述[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 11 (4): 510-512.
- [6] 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. GB5009.22—2023 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定[S].
- [7] 吴国华, 赵榕, 里南, 等. 茶叶中黄曲霉毒素B₁的检测方法研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5 (3): 808-812.
- [8] 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. GB2761—2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量[S].
- [9] 许梓荣, 史莹华, 冯建蕾, 等. 光化学衍生法结合HPLC测定食品和饲料中的黄曲霉毒素[J]. 中国粮油学报, 2005, 20 (2): 71-75.
- [10] 李平, 谢体波, 易重任, 等. 黄曲霉毒素M₁ ELISA试剂盒的检测效果研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2015 (6): 2297-2302.
- [11] 陈建民, 张雪辉, 杨美华, 等. 黄曲霉毒素检测方法研究进展[J]. 中国中药杂志, 2013, 10 (15): 54-58.
- [12] 龚燕, 赵春城, 张东升, 等. ELISA法检测五类食品中黄曲霉毒素B₁前处理方法的改进研究[J]. 食品工业科技, 2003, 24 (4): 82-84.
- [13] 王蕾. 牛奶中黄曲霉毒素M₁检测方法的建立及饲料中黄曲霉毒素对牛奶品质影响[D]. 郑州: 河南农业大学, 2008.
- [14] 马良, 李培武, 张文, 等. 花生及其制品中黄曲霉毒素B₁免疫亲和柱净化-荧光快速检测技术[J]. 中国油料作物学报, 2007, 29 (2): 199-203.
- [15] 黄洁. 黄曲霉毒素检测方法的研究进展[J]. 化学分析计量, 2013, 22 (3): 100-104.
- [16] 孟昭赫. 真菌毒素研究进展[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1979.
- [17] 居乃琥. 黄曲霉毒素[M]. 北京: 轻工业出版社, 1980.
- [18] 李秀缺, 张薇, 张爱菊, 等. 花生中黄曲霉毒素的防控及去除方法[J]. 食品工程, 2010 (2): 25-27, 50.
- [19] 刘柱, 陈万勤, 沈潇冰, 等. 多功能净化柱-柱后光化学衍生-高效液相色谱法同时检测玉米和花生中9种真菌毒素[J]. 分析科学学报, 2014, 30 (2): 168-172.
- [20] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T27417—2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南[S].
- [21] 李娟娟, 索德成, 苏晓鸥. 3种吸附剂对黄曲霉毒素B₁吸附能力的研究[J]. 中国农业科学, 2009, 42 (11): 4027-4034.
- [22] 张继斌, 汪永曾, 王昕, 等. 免疫亲和柱同时净化-HPLC法测定高粱中黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮[J]. 粮食科技与经济, 2013, 38 (6): 19-20.
- [23] 中华人民共和国国家标准, GB5009.295-2023 食品安全国家标准 化学分析方法验证通则.