

# 我国部分地区燕麦及其制品中柄曲霉素污染调查

赵亚荣<sup>1,2</sup>, 陈智慧<sup>1,2</sup>, 王琼珊<sup>3</sup>, 王旭<sup>1,2</sup>, 刘香香<sup>1,2</sup>, 王富华<sup>1,2\*</sup>

(1. 广东省农业科学院农产品公共监测中心, 广州 510640; 2. 农业农村部农产品质量安全检测与评价重点实验室, 广州 510640; 3. 广东食品药品职业学院, 广州 510520)

**摘要: 目的** 建立燕麦及其制品中柄曲霉素(sterigmatocystin, STC)检测方法, 并了解我国部分地区燕麦及其制品中 STC 的污染情况。**方法** 在内蒙古农户家中采集新产燕麦 136 份, 同时采集内蒙古超市中散装燕麦粉 5 份以及我国大陆地区市售燕麦片 96 份。采用 QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, safe)前处理结合高效液相色谱串联质谱(high performance liquid chromatography-mass spectrometry, HPLC-MS/MS)方法检测 STC 的含量。**结果** 在燕麦和燕麦片中分别添加低、中、高浓度的 STC, 其平均回收率范围为 83.6%~119.4%, RSD 为 2.3%~15.4%, 方法定量限为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 在燕麦和燕麦片中的检出限分别为 0.02  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 表明该方法可用于燕麦和燕麦片中 STC 含量的检测。分析检测结果可知燕麦、燕麦粉和燕麦片 3 种样品中均检出较低浓度的 STC, 检出率分别为 0.7%、60%和 13.5%, 平均含量分别为 0.1、0.2 和 0.11  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。**结论** 内蒙古地区燕麦、燕麦粉和我国大陆地区市售燕麦片中柄曲霉素污染水平整体较低, 但在监管中仍不容忽视, 该研究同时也为以后开展居民膳食中 STC 风险评估提供基础数据。

**关键词:** 燕麦; 燕麦粉; 燕麦片; 柄曲霉素; 高效液相色谱串联质谱法

## Investigation on contamination of sterigmatocystin in oat and products in some areas of China

ZHAO Ya-Rong<sup>1,2</sup>, CHEN Zhi-Hui<sup>1,2</sup>, WANG Qiong-Shan<sup>3</sup>, WANG Xu<sup>1,2</sup>, WANG Fu-Hua<sup>1,2\*</sup>

(1. *Public Monitoring Center for Agro-product of Guangdong Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou 510640, China;*  
2. *Key Laboratory of Testing and Evaluation for Agro-product Safety and Quality, Ministry of Agriculture, Guangzhou, 510640, China;* 3. *Guangdong Food and Drug Vocational College, Guangzhou 510520, China*)

**ABSTRACT: Objective** To establish the detection method of sterigmatocystin (STC) in oat and their products, and to investigate the contamination of STC in oat in some areas of China. **Methods** The 136 samples of oat in present year were collected from the households, 5 oat flour were collected from supermarket in Inner Mongolia, and 96 oat meals were purchased from supermarket in some areas of mainland China. The content of STC was analyzed using methods based on QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, safe) pre-treated with liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Results** The oat and oatmeal was spiked with low,

**基金项目:** 广州农业高新技术产业示范区关键技术平台建设及农村科技特派员工程-华南特色农产品营养与食品安全关键技术研究平台(2069999)、广东省农产品质量安全风险评估重点实验室(2019年度)(2019B121203009)

**Fund:** Supported by the Key Technology Platform Construction and Rural Science And Technology Special Commissioner Project of Guangzhou Agricultural High Tech Industry Demonstration Zone - Key Technology Research Platform for Nutrition and Food Safety of Agricultural Products with South China Characteristics (2069999) and Guangdong Key Laboratory for Quality and Safety Risk Assessment of Agricultural Products (2019)(2019B121203009)

\***通讯作者:** 王富华, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全。E-mail: wfhwqs@163.com

\***Corresponding author:** WANG Fu-Hua, Professor, Public Monitoring Center for Agro-product of Guangdong Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou 510640, China. E-mail: wfhwqs@163.com

medium and high concentration of STC, the average recoveries were in the range of 83.6%–119.4%. RSD was 2.3%–15.4%, The limit of quantification (LOQ) was 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , limits of detection (LOD) were 0.02  $\mu\text{g}/\text{kg}$  and 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$  for oat and oatmeal, respectively. This means that the developed method can be completely used to detect STC in oat and oatmeal. Analytical detected results showed that the STC was occurrence in three items at a lower concentration, the detection rate of STC in oat, oat flour and oatmeal was 0.7%, 60% and 13.5%, and the average content was 0.1, 0.2 and 0.11  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , respectively. **Conclusion** The contamination levels of STC in oat and oat flour from Inner Mongolia and oatmeal from markets in mainland China are overall low, but can not be ignored in supervise, meanwhile, this study also provides the basic data for the risk assessment of STC in the future.

**KEY WORDS:** oat; oat flour; oatmeal; sterigmatocystin; high performance liquid chromatography-mass spectrometry

## 1 引言

柄曲霉素(sterigmatocystin, STC)主要是由杂色曲霉和构巢曲霉产生的次级代谢产物。STC 结构与黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>(aflatoxin B<sub>1</sub>, AFB<sub>1</sub>)相似, 在生物代谢途径中, STC 是黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>的合成前体, 具有潜在的致癌性、致突变性和致畸性<sup>[1]</sup>。1993 年国际癌症研究机构(International Agency for Research on Cancer, IARC)将柄曲霉素分为 2B 级致癌物<sup>[2]</sup>。柄曲霉素存在于小麦、玉米、大米、谷物基加工品、奶酪、坚果、咖啡豆和调味料中<sup>[3-9]</sup>, 以陈年的小麦和玉米中柄曲霉素污染最为严重。我国大部分地区气候温和、降雨量多, 小麦、燕麦、玉米等谷物在生产、收获、加工、运输和储存等过程中为 STC 的产生提供了良好的环境。STC 污染食品以及饲料后, 会直接或间接进入人类食物链, 从而严重威胁人类健康以及生命安全, 其危害程度与摄入量成正相关。燕麦(*Avena sativa* L.)属于禾本科、燕麦属一年生草本植物, 是世界性栽培作物, 但主要产区是集中在北半球的温带地区。燕麦适宜在干燥和高寒的环境中生长, 因此我国内蒙古种植面积最大。现代研究表明, 燕麦不仅含有营养元素, 具有营养功能, 还含有大量的生物活性分子, 如多糖类、生物碱类等, 因此还具有抗氧化、调节血糖、抗癌、降低胆固醇等功能<sup>[10]</sup>。燕麦在种植、收获、加工和储藏的过程中极易被产毒真菌感染, 当条件合适时便可代谢产生真菌毒素, 作为一种粮饲兼用作物, 所代谢的真菌毒素可直接或间接危害人类健康。随着国家贸易的发展和立法计划的进行, 各个国家和地区对禾谷类食品中重点关注和监控的真菌毒素种类越来越多, 其限量也在不断严格。Versilovskis 等<sup>[11]</sup>对拉脱维亚 2006 年和 2007 年的谷物样品进行分析, 发现燕麦中含有 STC, 但浓度较低。欧洲食品安全局(European Food Safety Agency, EFSA)测定了 51 份燕麦谷物样品以及 6 份燕麦基早餐中 STC 含量, 发现燕麦中 STC 的检出率分别为 22%和 33%<sup>[12]</sup>, 在燕麦谷物和燕麦基早餐中的含量范围分别为 0.2~33  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 0.06~1.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。英国学者 Jarvis 调查了 6 个燕麦基早餐, 结果未检出 STC<sup>[13]</sup>。因此, 掌握我国燕麦及其制品中 STC 的

污染程度, 对于进一步开展燕麦类食物中 STC 的暴露评估研究, 寻找有效可靠的防控措施具有重要的意义。目前, 世界各国还未规定食品中 STC 的限量, 在我国, STC 在燕麦及其制品中的污染程度还没有系统的调查资料。鉴于 STC 的毒性, 加强食品中 STC 含量的监测可保证食品安全, 维护人类健康。本研究采用高效液相色谱串联质谱(high performance liquid chromatography-mass spectrometry, HPLC-MS/MS)测定方法, 对 2016 年我国部分地区新产燕麦及市售燕麦粉和燕麦片中 STC 含量进行调查, 旨在为我国将来制定食品中 STC 限量值提供数据支撑。

## 2 材料与方法

### 2.1 样品来源

2016 年 9 月在内蒙古燕麦主要种植地乌兰察布市和呼和浩特市武川县农户家中采集燕麦样品 136 份, 装入牛皮纸袋内封口后立即送往实验室并保存在 0~4  $^{\circ}\text{C}$ 的冰箱内; 采集内蒙古超市中散装燕麦粉 5 份, 同时采集我国各省市超市市售燕麦片 96 份, 其中 17 份为散装样品, 79 份为包装样品, 各省燕麦片样品数见表 1, 一周内对样品进行检测。

表 1 燕麦片样品采集地点, 数量及阳性样品数量  
Table 1 Location, number and positive number of oat meal samples

采样地区	样品数量/份	阳性样品数量/份
广东	6	1
广西	18	2
贵州	9	0
河南	10	3
黑龙江	5	1
湖北	10	1
辽宁	6	0
内蒙古	4	0
山东	4	2
陕西	10	0
四川	3	1
天津	9	1
新疆	2	1
合计	96	13

## 2.2 仪器与试剂

LC/MS/MS-8050 高效液相色谱串联质谱仪(日本岛津公司); A10 System Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司); 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜(天津津腾公司); AL204 电子分析天平(上海梅特勒-托利多公司); YB-600A 高速多功能粉碎机(浙江运邦公司); H2050R 高速离心机(湖南湘仪公司); HU20500B 超声仪(天津恒奥公司); QL-866 涡旋仪(海门其林贝尔公司)。

乙腈(色谱级, 美国 Merck 公司); 柄曲霉素标准品(纯度  $\geq 99\%$ )、甲酸(纯度  $\geq 99.0\%$ , 质谱用)、甲酸铵( $\geq 99.0\%$ , 质谱用)(美国 Sigma 公司); 氯化钠、无水硫酸镁(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

用乙腈溶解 5 mg 柄曲霉素标准品, 配制成 500 mg/L 的柄曲霉素标准储备液, 置于  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  保存。

## 2.3 实验方法

### 2.3.1 样品制备, 提取和净化

参照文献<sup>[14,15]</sup>进行。取样品约 500 g 打碎, 过 20 目筛。称取样品 5.0 g(精确至 0.01 g), 置于 50 mL 离心管中, 精确加入 25 mL 乙腈水溶液(95:5, V:V), 涡旋混匀 1 min 后, 超声提取 3 min, 加入 1.00 g 无水硫酸镁和 1.00 g 氯化钠, 涡旋 1 min, 离心 5 min(4500 r/min)。准确吸取上清液 5 mL 置于 10 mL 离心管中, 加入 0.05 g PSA, 涡旋混匀 1 min 后, 以 4500 r/min 的速度再次离心处理, 取 1 mL 上清液, 经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤至样品瓶后, HPLC-MS/MS 测定。

基质标准溶液制备: 称取 5.0 g(精确至 0.01 g)空白样品, 按照上述过程提取, 以提取上清液配制浓度依次为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0  $\mu\text{g/L}$  的系列标准溶液。以 HPLC-MS/MS 的峰面积为纵坐标(Y)、以基质标样浓度为横坐标(X,  $\mu\text{g/L}$ )绘制标准曲线。

加标回收实验: 称取 5.0 g(精确至 0.01 g)空白样品, 分别加入低、中、高 3 种不同浓度的 STC 标准样品, 室温放置过夜。依照上述方法进行前处理, 采用 HPLC-MS/MS 进行分析。每个样品做 5 个平行, 计算加标回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。

### 2.3.2 高效液相色谱-串联质谱检测方法

液相条件: 日本岛津公司 XR-ODS III  $\text{C}_{18}$  色谱柱(75 mm $\times$  2.0 mm, 1.6  $\mu\text{m}$ ); 流动相 A: 0.1%甲酸水(V:V)+5 mmol 甲酸

铵; 流动相 B: 乙腈; 梯度洗脱程序: 0~1 min, 10% B; 1~6 min, 90% B; 6~6.1 min, 10% B; 6.1~9 min, 10% B; 流速: 0.3 mL/min; 柱温:  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 进样量: 5  $\mu\text{L}$ 。

质谱条件: 离子源: 电喷雾离子源; 扫描方式: 正离子扫描; 检测方式: 多反应监测; 离子源接口温度:  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 脱溶剂温度:  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 加热块温度:  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 雾化气流速: 3 L/min; 加热气流速: 10 L/min; 干燥气流速: 10 L/min; 使用  $[\text{M}+\text{H}]^+$  ( $m/z=324.6$ ) 作为母离子, 子离子分别为 310.0(25 eV)和 281.0(36 eV), 其中  $m/z$  310.0 为定量离子。

### 2.3.3 方法重复性验证

为评价方法的重复性, 每种基质(燕麦和燕麦片)设 3 个添加水平(0.5、2.5、5.0  $\mu\text{g/kg}$ )进行方法验证实验。以优化后的方法进行提取, 每个添加水平重复 5 次, 计算回收率。

## 2.4 数据统计分析

所有数据采用 SPSS 软件包进行统计学处理。

## 3 结果与分析

### 3.1 方法验证结果

#### 3.1.1 工作曲线、检出限与定量限

如表 1 所示, 燕麦和燕麦片中 STC 的工作曲线分别为  $Y=176589X-4693$  和  $Y=131246X+2328$ ;  $r^2$  分别为 0.9997 和 0.9988。以 3 倍信噪比作为方法的检出限(limits of detection, LOD), 以最低添加水平浓度为方法定量限(SANTE/11945/2015), 柄曲霉素在燕麦和燕麦片中的检出限分别为 0.02 和 0.05  $\mu\text{g/kg}$ , 定量限为 0.5  $\mu\text{g/kg}$ 。

#### 3.1.2 提取方法的重复性验证

样品中柄曲霉素回收率和 RSD 见表 2。由表 2 可知, 燕麦中柄曲霉素回收率为 83.6%~101.1%, RSD 为 2.3%~5.0%; 燕麦片中柄曲霉素回收率为 94.6%~119.4%, RSD 为 3.9%~15.4%。

### 3.2 燕麦中柄曲霉素的污染情况

136 份燕麦样品中 STC 检测结果见表 3, 从表中可以看出, 所采集的新产燕麦中只有 1 份检出 STC, 含量为 0.1  $\mu\text{g/kg}$ 。图 1 为燕麦中阳性样本 XA-13 和 STC 标准品的色谱图。

表 2 加标燕麦和燕麦片中柄曲霉素的回收率和相对标准偏差  
Table 2 Recoveries and RSD of sterigmatocystin in spiked oat and oatmeal

基质	燕麦			燕麦片		
添加浓度/ $(\mu\text{g/kg})$	0.50	2.50	5.00	0.50	2.50	5.00
回收率/%	88.7	101.1	83.6	119.4	94.6	96.4
相对标准偏差/%	2.3	5.0	3.1	15.4	6.0	3.9

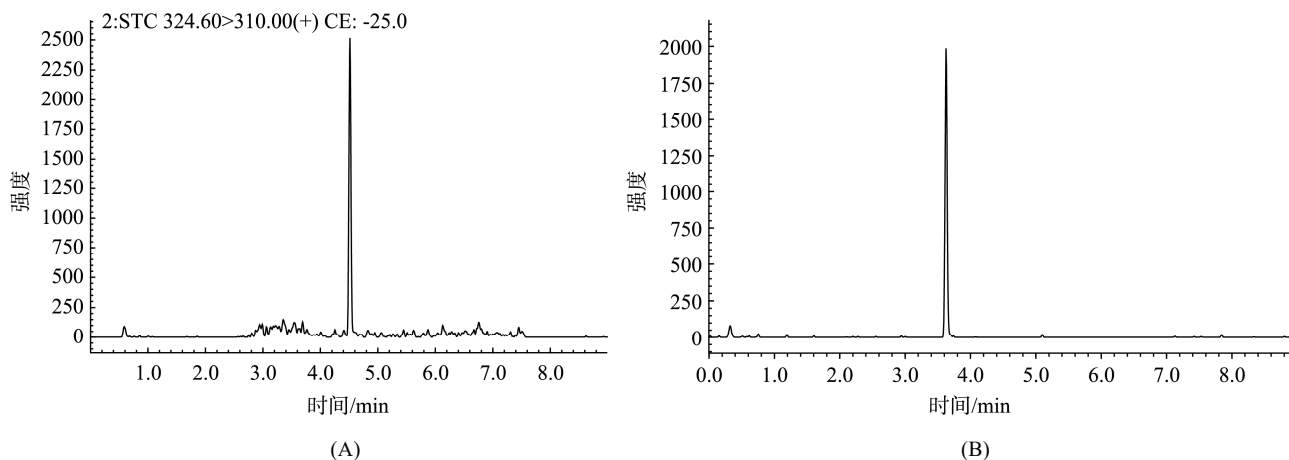


图 1 燕麦中阳性样本 XA-13(A)和柄曲霉素标准品(0.1 µg/kg)(B)的色谱图

Fig.1 Chromatogram of positive sample XA-13 of oat (A) and standard of sterigmatocystin (0.1 µg/kg) (B)

### 3.3 燕麦粉和燕麦片中 STC 的污染情况

来自内蒙古地区超市中的燕麦粉及 13 个省(自治区/直辖市)燕麦片样品中 STC 阳性样品个数见表 3。在所分析的 96 份燕麦片样品中,除贵州、辽宁、内蒙古和陕西外,其余各地区所采集的样品中均检出 STC,其中阳性率最高的为山东和新疆(50%)。在 17 份散装燕麦片中,其中有 4 份检出含有 STC,这说明 STC 在散装燕麦片中的检出率(23.5%)较包装形式高(11.4%)。

表 3 被检样品中柄曲霉素的含量  
Table 3 Concentration of STC in oat samples

样品名称	样品数量/份	阳性数/份	阳性率/%	检出浓度/(µg/kg)	
				平均	范围
燕麦	136	1	0.7	0.10	—
燕麦粉	5	3	60	0.20	0.05~0.39
燕麦片	96	13	13.5	0.11	0.05~0.31

## 4 结论与讨论

QuEChERS 是由美国农业部 Anastassiades 教授于 2003 年开发的前处理技术,最初主要用于农产品检测<sup>[16]</sup>。近几年,因其耗时短、成本低而被广泛的应用于兽药、真菌毒素、激素以及抗生素的检测<sup>[17-20]</sup>。本实验采用 QuEChERS 前处理技术结合高效液相色谱串联质谱法检测燕麦和燕麦片中的 STC。该方法中各参数验证均按照欧盟 SANCO/12571/2013 文件规定进行,其中方法的准确度和精密密度是按照(EC)No 401/2006 执行。因此,检测结果准确、可靠,较真实地反映了样品中 STC 的污染现状。

由以上分析结果可以看出,STC 在新产燕麦中污染率最低,136 样本中只有 1 份样品中检出含有 STC,而 Mol 等

研究结果指出燕麦污染较严重<sup>[12]</sup>,对比后发现后者调查样本均为陈年燕麦,说明在燕麦收割前不易产生 STC,STC 可能来源于储存环节。与国外其他资料相比,本次调查燕麦样品中检出率和浓度均较低,Uhlig 等<sup>[21]</sup>调查挪威 28 份燕麦样品,其中 STC 检出率为 57%,且平均含量可达 2.2 µg/kg。本研究中 5 份燕麦粉均采集自较寒冷的内蒙古地区,其 STC 检出率竟高达 60%,含量范围为 0.05~0.39 µg/kg。一方面可能是样品磨粉过程中被污染;另一方面,可能是因为超市储存条件不适,而粉末状样品更易吸潮导致滋生 STC 霉菌。燕麦作为一种生性耐寒的禾本科植物,主要生长在我国内蒙古地区的阴山脚下,因此燕麦粉曾为内蒙古人民的主要食物。但是本次研究中,燕麦粉样品数量少,不具有代表性。然而鉴于燕麦粉中检出率较高,因此需加强燕麦粉中 STC 污染情况的监测。

真菌毒素在食品加工过程中会受到不同程度的影响,加工过程包括分拣、清洁、酿造、烹饪、烘焙、油炸、挤压等。通常,加工过程会减少毒素的含量,但是如果操作不当也会导致产毒素霉菌的污染,从而产生真菌毒素。本次调查随机采集我国市售燕麦片,由于生产日期为 2016 年上半年,说明所用燕麦为 2016 年以前收获,尽管如此,样品中 STC 检出率仅为 13.5%,且平均含量只有 0.11 µg/kg。这可能是由于燕麦片为燕麦收获当年加工所成,且燕麦片水分含量少,包装储存合理,使其受到 STC 污染较轻。

STC 的前期评估指出对于体重为 70 kg 的成年人,每天摄入 0.02 µg STC,一生中罹患癌症的风险是 10<sup>-5</sup> 或者更低。就目前而言,柄曲霉素 STC 污染食品的数据较少,使我国制定相关限量标准受到限制。作为黄曲霉毒素 AFB<sub>1</sub> 的前体物质,二者同时存在于食物中,会增加人类中毒的风险。因此,需要系统地来自我国不同区域食品样品中柄曲霉素 STC 污染情况进行调查,为制定柄曲霉素 STC 限

量标准提供数据支持,保障人民食品安全。

本研究采用 QuEChERS 前处理技术,结合 HPLC-MS/MS 的测定方法,分析我国部分地区燕麦、燕麦粉和燕麦片样品中 STC 的含量,通过对 237 份样本中 STC 检测,发现燕麦、燕麦粉和燕麦片样品中均含有较低浓度的 STC,其检出率分别 0.7%、60%和 13.5%,平均浓度分别为 0.10、0.20 和 0.11  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,其中燕麦粉检出率最高,燕麦片和燕麦片检出率较低。研究结果表明,我国内蒙古地区燕麦和市售燕麦片中柄曲霉素污染水平总体上偏低,但由于检出率较高,监管上仍不容忽视。

## 参考文献

- [1] EFSA CONTAM Panel (EFSA Panel on Contaminants in the Food Chain). Scientific Opinion on the risk for public and animal health related to the presence of sterigmatocystin in food and feed [J]. *EFSA J*, 2013, 11(6): 3254–3335.
- [2] WHO GE. IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risk to humans. v. 56: some naturally occurring substances: food items and constituents, heterocyclic aromatic amines and mycotoxins: IARC, Lyon, 1993 (ISBN 92-832-1256-8). 599 pp. Price SF 95.00. [J]. *Anal Chim Acta*, 1993, 294(3): 341.
- [3] 李军, 李森, 颜燕. 几种真菌毒素在山东省主粮中污染状况调查[J]. 粮食储藏, 2000, 29(2): 42–44.  
Li J, Li S, Yan Y. Investigation of mycotoxins infestation in main grain of Shandong province [J]. *Grain storage*, 2000, 29(2): 42–44.
- [4] Versilovskis A, Mikelsone V, Karklina D, et al. Sterigmatocystin presence in different Latvian bread samples. Proceedings of the 3rd Baltic conference on food science and technology [C]. FOODBALT-2008. Jelgava, Latvia. 2008: 156–160.
- [5] Stroka S, Lubomir D, Bemd S, et al. Determination of the mycotoxin, sterigmatocystin, by thin-layer chromatography and reagent-free derivatisation [J]. *J Liq Chromatogr R T*, 2004, 27(13): 2101–2111.
- [6] Bartos J, Matyas Z. Study of the presence of sterigmatocystin in Czechoslovak grain [J]. *Vet Med*, 1983, 28(3): 189–192.
- [7] Youssef MS, Elmaghraby OMO, Ibrahim YM. Mycobiota and mycotoxins of Egyptian peanut (*Arachis hypogaea* L.) Seeds [J]. *Int J Bot*, 2008, 4(4): 349–360.
- [8] Bokhari F, Aly M. Evolution of traditional means of roasting and mycotoxins contaminated coffee beans in Saudi Arabia [J]. *Adv Bio Res*, 2009, 3: 71–78.
- [9] Elkady IA, Elmaraghy SS, Eman MM. Natural occurrence of mycotoxins in different spices in Egypt [J]. *Folia Microbiol*, 1995, 40(3): 297–300.
- [10] 田西, 代以琴, 杨梅, 等. 燕麦化学成分及其生物活性研究进展[J]. 食品工业科技, <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1759.TS.20191207.1501.046.html>.  
Tian X, Dai YQ, Yang M, et al. Research progress on chemical constituents and biological activities of oats [J]. *Sci Technol Food Ind*. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1759.TS.20191207.1501.046.html>.
- [11] Versilovskis A, Bartkevics V, Mikelsone V. Sterigmatocystin presence in typical Latvian grains [J]. *Food Chem*, 2008, 109(1): 243–248.
- [12] Mol HGJ, Pietri A, Macdonald SJ, et al. Survey on sterigmatocystin in food [M]. Parma: EFSA Supporting publication, 2015.
- [13] Jarvis B. The occurrence of myco-toxins in UK foods [J]. *Food Technol Aus*, 1982, 34: 508–514.
- [14] 赵亚荣, 石阶平, 黄健祥, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定大米与小米中柄曲霉素残留[J]. 分析测试学报, 2016, 35(8): 1041–1045.  
Zhao YR, Shi JP, Huang JX, et al. Determination of sterigmatocystin in rice and millet by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2016, 35(8): 1041–1045.
- [15] Zhao YR, Huang JX, Ma LY, et al. Development and validation of a simple and fast method for simultaneous determination of aflatoxin B<sub>1</sub> and sterigmatocystin in grains [J]. *Food Chem*, 2017, 221: 11–17.
- [16] Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D, et al. Fast easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning, "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce [J]. *J AOAC Int*, 2003, 86: 412–431.
- [17] Chamkasem N, Lee S, Harmon T. Analysis of 19 PCB congeners in catfish tissue using a modified QuEChERS method with GC-MS/MS [J]. *Food Chem*, 2016, 192: 900–906.
- [18] Delgado ZMM, Fernandez PC, Bustamante RM, et al. Determination of tocopherols and sitosterols in seeds and nuts by QuEChERS-liquid chromatography [J]. *Food Chem*, 2016, 192: 825–830.
- [19] Liu HY, Lin SL, Fu MR. Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in milk and honey using modified QuEChERS extraction coupled with polymeric monolith-based capillary liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Talanta*, 2016, 150: 233–239.
- [20] Rizzetti TM, Kemmerich M, Martins ML, et al. Optimization of a QuEChERS based method by means of central composite design for pesticide multiresidue determination in orange juice by UHPLC-MS/MS [J]. *Food Chem*, 2016, 196: 25–33.
- [21] Uhlig S, Eriksen GS, Hofgaard IS, et al. Faces of a changing climate: semi-quantitative multi-mycotoxin analysis of grain grown in exceptional climatic conditions in Norway [J]. *Toxins*, 2013, 5: 1682–1697.

(责任编辑: 于梦娇)

## 作者简介



赵亚荣, 助理研究员, 博士, 主要研究方向为农产品中生物毒素污染防控与风险评估。

E-mail: zyr520zyr@163.com



王富华, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全。

E-mail: wfhwqs@163.com