

固相萃取柱净化-高效液相色谱法测定谷物中的 呕吐毒素残留量

包懿*, 刘斌, 华蕾, 王庆峰, 赵洋, 王婷

(吉林省食品检验所, 长春 130103)

摘要: 目的 建立固相萃取柱净化-高效液相色谱法快速检测小麦、大麦、玉米及大米等谷物中呕吐毒素的残留量。**方法** 样品经乙腈-水提取液(85:15, V:V)提取, 过 HLB 固相萃取柱净化。采用 C₁₈ 柱为分离柱, 对流动相的组成和洗脱方式等参数进行优化和探讨。以水和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 流速为 0.8 mL/min, 柱温 35 °C, 外标法定量。**结果** 呕吐毒素浓度在 0.05 ~ 5.0 mg/L 的范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.9999。呕吐毒素在 0.5、1.0 和 2.0 mg/L 添加水平的回收率为 79.7% ~ 106.0%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)小于 4.2% (n=5), 方法定量限为 300 µg/kg。**结论** 该方法简便、快捷、准确、灵敏度较高, 适用于小麦、大麦、玉米及大米等的谷物中呕吐毒素的快速检测。

关键词: 固相萃取柱; 高效液相色谱法; 谷物; 呕吐毒素

Determination of deoxynivalenol residues in cereal grains by solid phase extraction column clean-up coupled with high performance liquid chromatography

BAO Yi*, LIU Bin, HUA Lei, WANG Qing-Feng, ZHAO Yang, WANG Ting

(Jilin Institute for Food Control, Changchun 130103, China)

ABSTRACT: Objective To establish the method for determination of deoxynivalenol residues in cereals such as wheat, barley, corn and rice by solid phase extraction column clean-up coupled with high performance liquid chromatography. **Methods** The sample was extracted with acetonitrile-water extract (85:15, V:V) and purified by HLB solid phase extraction column. The C₁₈ column was used as the separation column to optimize and discuss the parameters such as the composition and elution mode of the mobile phase. Gradient elution was performed with water and methanol as mobile phases. The temperature of column was 35 °C, the flow rate was 0.8 mL/min, then the sample was quantified by external standard method. **Results** The deoxynivalenol had a good linear relation in the concentration range of 0.05-5.0 mg/L, and the correlation coefficient was greater than 0.9999. The recoveries were ranged from 79.7% to 106.0% for the deoxynivalenol residues with 3 spiked levels of 0.5, 1.0 and 2.0 mg/L. The relative standard deviations (RSDs) were less than 4.2% (n=5), and the limits of quantitation (LOQ) for deoxynivalenol were 300 µg/kg. **Conclusion** This method is simple, rapid, accurate and sensitive, and is suitable for the rapid detection of deoxynivalenol in wheat, barley, corn and rice.

KEY WORDS: solid phase extraction column; high performance liquid chromatography; cereal grains; deoxynivalenol

*通讯作者: 包懿, 工程师, 博士, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: baoyi81@126.com

*Corresponding author: BAO Yi, Engineer, Ph.D., Jilin Institute for Food Control, Changchun 130103, China. E-mail: baoyi81@126.com

1 引言

呕吐毒素(deoxynivalenol, DON)又称脱氧雪腐镰刀菌烯醇,是由禾谷镰刀菌(*F. graminearum*)和黄色镰刀菌(*F. culmorum*)产生的次级代谢产物,属于B型单端孢霉烯族化合物^[1]。这种毒素易溶于水、乙醇及甲醇等溶剂,化学性质稳定,具有较强的耐热性及耐酸性,在碱性条件下毒性降低^[2]。其毒性表现为急性毒性、免疫毒性、细胞毒性、生殖毒性和三致作用等^[3-6],主要污染小麦、大麦、玉米和 大米等谷物^[7,8],也能间接污染啤酒酱油米粉等谷物制品^[9,10]。目前,全世界多个国家对食品或谷物呕吐毒素的含量均有限量标准,我国对食品中呕吐毒素的限量有严格要求,国家标准 GB 2761-2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》中规定谷物及谷物制品(主要包括:玉米、玉米面、大麦、小麦、麦片及小麦粉)中呕吐毒素的限量值为:1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[11]。鉴于呕吐毒素存在的广泛性及对食用农产品污染、对动物和人类健康的重大危害,保障我国食品安全和消费者的健康,有必要建立一个简单、快速、准确、高效的食品中呕吐毒素的检测方法。

目前,呕吐毒素的检测方法主要有薄层色谱法(thin layer chromatography, TLC)^[12]、气相色谱法(gas chromatography, GC)^[13]、高效液相色谱法(high-performance liquid chromatography, HPLC)^[14,15]、高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS)^[16,17]、化学发光免疫法(chemiluminescence immunoassay, CLIA)^[18]、酶联免疫法(euzymelinked immunosorbent assay, ELISA)^[19]、胶体金快速试纸条法^[20]等。在上述检测方法中高效液相色谱连接各种检测器进行定量分析最为常用,其中高效液相色谱-串联质谱法可以同时实现目标化合物的定性和定量检测,这种质谱型检测器具有分析速度快、灵敏度高、抗干扰性强等优点,但仪器设备本身价格高昂、运行环境及后期维护成本较高,不适用于基层检验实验室推广;高效液相色谱-紫外法由于其仪器简单可靠、造价低廉、使用及维护成本低、仪器操作简单等优势,是目前广大基层检验实验室的首选方法。其中操作简单快捷、实验步骤少、回收率高、对目标化合物干扰少的前处理方法是现阶段呕吐毒素的含量测定研究热点,尤其是前处理过程中净化柱的选择是本研究的难点与重点,净化柱选择的准确与否关系着方法开发过程中操作方法的便利性和目标化合物测定结果的准确性。

本研究采用高效液相色谱-紫外法,考察提取条件的优化及净化柱的选择,建立了检测小麦粉、玉米粉及大米等谷物中呕吐毒素含量的定量方法,在保证测量结果准确的前提下,极大地降低了检测成本并提高了工作效率,该方法快速、准确、前处理步骤简单、经济、高效、易于推

广,适用于广大基层食品检验实验室中大批量粮食样品中呕吐毒素检测的需要。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

LC-20AT 型高效液相色谱仪-SPD-M20A 型二级管阵列检测器(日本岛津公司);BP211D 型电子天平(德国赛多利斯仪器有限公司);NEVA-P 型氮吹浓缩仪(美国 Organomation 公司);Allegra 64 型离心机(美国 Beckman 公司);KQ-300VDE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司);天才 2 型涡旋振荡器(德国 IKA 公司)。

Dontest HPLC 免疫亲和柱(北京中检维康 Vicon 公司);Mycosep 226 多功能净化柱(5 mL, 美国 Romer Labs 公司);Oasis HLB 固相萃取柱(3 mL 60 mg, 美国 Waters 公司);Agilent XDB C₁₈ 色谱柱(150 mm \times 4.6 mm, 5 μm , 日本岛津公司);0.22 μm 有机滤膜(天津津滕公司)。

呕吐毒素(deoxynivalenol), 纯度 $\geq 99.8\%$, 购于以色列 Fermentek 公司。

甲醇、乙腈、甲酸(色谱纯, 美国 Fisher 公司);聚乙二醇 8000、磷酸二氢钾、磷酸氢二钾、氯化钠、氯化钾(分析纯, 上海阿拉丁有限公司);实验用水由 Milli-Q 型超纯水系统制备。

玉米、玉米面、大麦、小麦、麦片及小麦粉样品各 20 份, 购自于超市。

2.2 实验方法

2.2.1 溶液配制

呕吐毒素标准溶液配制(100 mg/L): 准确称取 10 mg 的呕吐毒素对照品至 100 mL 的容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 储存于-4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中备用。准确移取标准储备液于各容量瓶中, 用流动相稀释配制成质量浓度范围为 0.05~5.0 mg/L 的系列混合标准溶液。

磷酸缓冲盐溶液(phosphate buffer saline, PBS)溶液: 取磷酸二氢钾(0.02 g)、磷酸氢二钾(0.12 g)、氯化钠(0.8 g)、氯化钾(0.02 g)于烧杯中, 加入水 90 mL, 搅拌溶解, 用盐酸溶液调 pH 值至 7, 转移至 100 mL 容量瓶中, 加入水定容至刻度, 混匀。

2.2.2 样品前处理

①采样和试样制备

抽取有代表性的样品, 粗颗粒的样品先粉碎, 用四分法缩减取 200 g, 粉碎后过 0.4 mm 孔径的分析筛, 混匀, 装入自封袋中, 避光, 备用。

②提取

称取 5 g(精确至 0.01 g)样品于 50 mL 离心管中, 加入 25 mL 乙腈-水溶液(85:15, V:V), 高速均质器均质 1 min 后,

超声 5 min, 玻璃纤维滤纸过滤, 取上清液备用 5 mL 于 50 °C 下氮气吹干, 加入 5 mL 水溶解残渣。

③净化

固相萃取柱(Oasis HLB 3 mL 60 mg, Waters)分别用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。取上述提取液 5 mL 上柱, 用 5 mL 水进行淋洗, 用 5 mL 甲醇进行洗脱, 收集洗脱液于 50 °C 下氮气吹干, 用 1 mL 甲醇-水(90:10, V:V)溶液溶解, 过 0.22 μm 滤膜后供 HPLC 分析。

2.2.3 色谱条件

色谱柱: Agilent XDB C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相, A: 水, B: 甲醇; 流速: 0.8 mL/min; 检测波长: 218 nm; 柱温: 35°C; 进样量: 20 μL; 洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution conditions

时间/min	0	1.0	5.0	8.0	8.5	10.0
水/%	85	85	10	10	85	85
甲醇/%	15	15	90	90	15	15

3 结果与分析

3.1 色谱条件优化

首先对流动相体系进行考察, 分别考察了乙腈-水、甲醇-水和乙腈-甲醇-水等体系。在等度洗脱的条件下, 调整流动相的比例, 考察不同比例的流动相对目标物和杂质峰分离效果的影响, 结果发现以玉米为主要原料的样品(如: 玉米碴、玉米粉)在上述体系中目标物与杂质色谱峰均能有比较好的分离, 但在以小麦、大麦和大米为主要原料的样品(如: 小麦粉、大麦粉以及米粉)在上述体系中一些未知杂质峰对目标物的测定产生干扰。调整等度洗脱条件至梯度洗脱的方式, 首先采用甲醇-水体系作为流动相, 采用梯度洗脱的方式, 起始为 15% 的甲醇, 在 5 min 内逐渐升高至 90%, 直至杂质干扰峰与目标物完全基线分离。乙腈-水的体系采用梯度洗脱的方式也能达到上述效果, 但为降低实验成本的考虑, 采用以甲醇-水体系作为流动相。优化后的色谱条件下的色谱图见图 1。

3.2 前处理条件优化

3.2.1 提取条件优化

为充分提取样品中的呕吐毒素, 根据目前文献报道方法及方法标准^[13-16], 再结合呕吐毒素自身的易溶于水及极性有机溶剂的化学性质, 实验考察纯水、甲醇、乙腈以及不同比例混合溶剂(乙腈-水、甲醇-水)对上述样品中呕吐毒素的提取效果, 以加标回收率的高低为指标判断提取溶剂的优劣。结果发现, 以纯水为提取溶剂时, 小麦粉、大

麦粉及米粉样品呈糊状, 无法通过离心、过滤等常规手段进行分离, 采用降低样品称样量、使用 PBS 缓冲溶液提取及在水中加入表面活性剂等手段后, 糊状现象减弱, 但提取液仍然呈浑浊状, 难以过滤, 容易导致后面的净化柱堵塞; 纯甲醇和乙腈为提取溶剂时, 玉米粉、小麦粉和大麦粉中呕吐毒素的提取效率很低, 这可能是这些样品中有丰富的纤维状结构和植物蛋白, 没有水的浸润, 提取溶剂根本无法进入样品内部提取其中的呕吐毒素。进一步考察实验室常用的乙腈-水和甲醇-水这 2 种混合溶剂, 通过调整其中的比例, 结果发现, 有机相比例相同的条件下, 乙腈的提取效率明显高于甲醇。另外, 随着混合溶剂中乙腈比例的增加, 提取效率也随之升高, 在乙腈的比例达到 90% 时, 样品中呕吐毒素的回收率达到 75% 以上。在此基础上, 进一步优化混合溶剂中乙腈的比例, 最后确定乙腈-水(85:15, V:V)为最佳的提取溶剂。

超声提取时间也是影响样品中呕吐毒素回收率的重要因素。超声提取法主要是通过热效应、空化效应和机械效应等方式提取样品中目标化合物^[21], 而超声提取时间长短能影响目标物的提取效果。通过实验发现, 超声提取时间为 5 min 时上述样品中呕吐毒素的提取效率最高, 随着提取时间的增加, 提取效率不增反而有下降的趋势。因此, 确定最佳的超声提取时间为 5 min。

3.2.2 净化柱的选择

据目前的文献报道, 针对呕吐毒素的检测, 前处理方法中净化的步骤大多采用免疫亲和柱、多功能净化柱和固相萃取柱。本实验通过在上述空白样品中添加一定量的呕吐毒素, 将上述 3 种不同的净化方式进行对比, 3 种不同的净化方法分别采用现阶段实验室中比较常用的三种净化柱, 分别为: 免疫亲和柱(Dontest HPLC, Vicon), 多功能净化柱(Mycosep 226 5 mL, Romer Labs), 固相萃取柱(Oasis HLB 3 mL 60 mg, Waters)。结果发现, 多功能净化柱和固相萃取柱在去除杂峰、减少干扰杂质、目标物色谱峰强度等方面效果相差不大; 免疫亲和柱在部分基质复杂的样品(如小麦、小麦粉)中在目标物峰附近有干扰峰的出现。从实验成本方面考虑, 免疫亲和柱和多功能净化柱在成本上大大高于固相萃取柱, 对于大批量样品检测实用性较差。因此, 在净化效果相差不大的情况下, 选择固相萃取柱的净化方式。

3.3 方法的线性范围及检出限

将 2.2.1 项下方法配制一系列的呕吐毒素的标准溶液, 按照上述确定的色谱条件进样, 以标准溶液的峰面积(Y)对其质量浓度(X, μg/L)做线性回归方程, 结果表明: 呕吐毒素在 0.05 ~ 5.0 mg/L 范围内呈良好的线性关系, 线性方程为 $Y=1.7 \times 10^4 X + 1.2 \times 10^2$, 相关系数(r)为 0.9999, 呕吐毒素标准溶液色谱图和线性回归曲线见图 1。

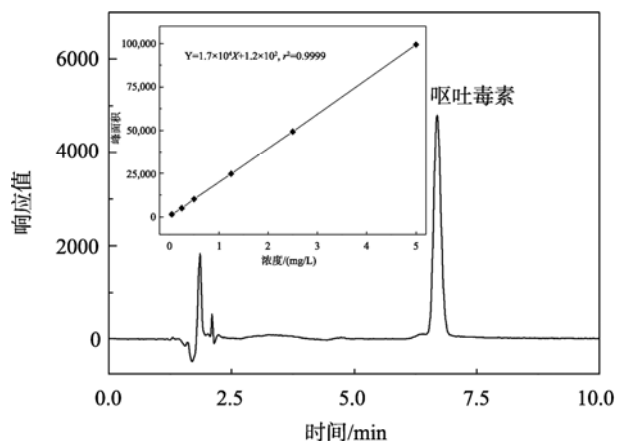


图 1 呕吐毒素标准溶液(2.5 mg/L)的液相色谱图
Fig. 1 Chromatograms of standard solution of deoxynivalenol (2.5 mg/L)

表 2 呕吐毒素的回收率和相对标准偏差(n=5)
Table 2 Recoveries and RSDs of deoxynivalenol (n=5)

目标物	添加量/(mg/L)	小麦		大麦		玉米		大米	
		回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%
呕吐毒素	0.5	90.9	3.0	79.7	2.8	88.5	4.0	90.7	3.7
	1.0	97.7	2.9	93.9	3.1	101.3	3.3	92.4	2.9
	2.0	94.6	4.1	106.0	3.9	90.6	4.2	91.5	4.0

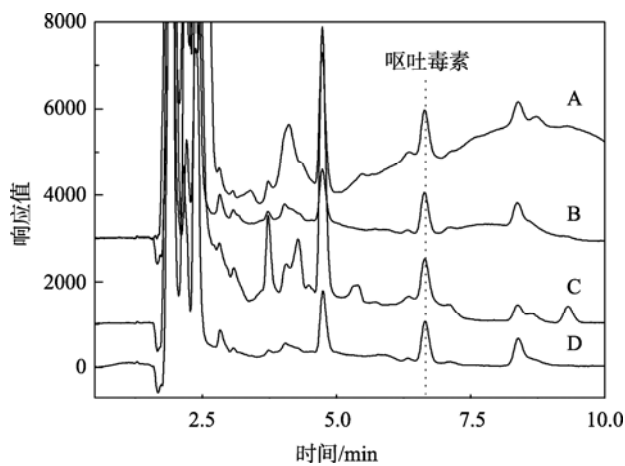


图 2 呕吐毒素标准溶液(0.5 mg/L)添加于阴性小麦(A)、大麦(B)、玉米(C)及大米(D)样品所得色谱图
Fig. 2 Chromatograms of a standard solution of deoxynivalenol (0.5 mg/L) spiked in blank wheat (A), barley (B), corn (C) and rice (D) samples

3.5 实际样品测定

采用本文建立的方法随机对吉林省市售的小麦、大麦、玉米、大米及其相对应的制品各 20 个批次进行检测, 根据呕吐毒素的保留时间、紫外光谱及峰面积进行定性定量分析。结果表明, 上述样品中有 2 个批次的小麦粉和 3

基于优化后的前处理条件及色谱条件, 在各种空白样品中添加低浓度的呕吐毒素溶液, 获得信噪比为 3(S/N=3) 时对应的浓度为此方法的检出限, 检出限为 100 μg/kg, 信噪比为 10(S/N=10)时对应的浓度为此方法的定量限, 定量限为 300 μg/kg。

3.4 回收率及精密度实验

向阴性样品(小麦、大麦、玉米、大米)中添加低、中、高 3 个浓度水平的呕吐毒素标准溶液, 每个浓度样品平行测定 5 次, 计算添加平均回收率和相对标准偏差, 结果见表 2, 呕吐毒素的平均回收率在 79.7%~106.0%之间, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 2.7%~4.2%范围内, RSD < 5%。该方法的准确度和精密度均符合定量分析要求, 能够用于日常分析检测。于阴性样品中添加呕吐毒素标准溶液依上述方法测定分析所得色谱图, 见图 2。

个批次的玉米粉中检出不同浓度水平的呕吐毒素, 含量在 380 ~ 610 μg/kg 范围内, 但未超过国家标准 GB 2761-2017^[11]中的限量要求, 实际阳性样品色谱图见图 3。

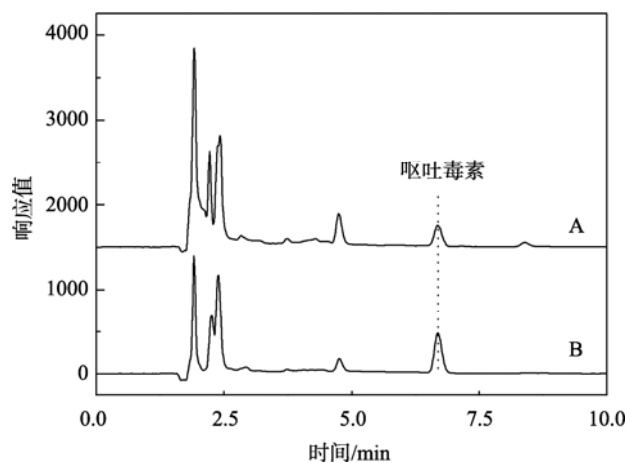


图 3 小麦粉(A)和玉米粉(B)实际阳性样品色谱图
Fig. 3 Chromatograms of wheat powder (A) and corn powder (B) positive samples

4 结 论

本文通过优化色谱条件、提取溶液体系、样品净化方

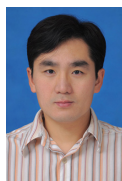
法等一系列步骤,建立了检测小麦、大麦、玉米及大米等谷物中呕吐毒素含量的定量方法。该方法快速、准确、前处理步骤简单、经济、高效、易于推广,适用于广大基层食品检验实验室中大批量粮食样品中呕吐毒素检测的需要,也为我国广大粮食产品生产企业对原料把关及成品的质量控制提供简便可靠的分析方法,有望在保障食品安全的过程中发挥重要作用。

参考文献

- [1] Müller HM, Reimann J, Schumacher U, *et al.* Fusarium toxins in wheat harvested during six years in an arear of southwest Germany [J]. *Nat Toxins*, 1997, 5(1): 24–30.
- [2] 许利丽, 刘玉兰, 裴娅晓, 等. 多功能净化柱-高效液相色谱法检测玉米油中呕吐毒素[J]. *中国油脂*, 2016, 41(9): 83–86.
Xu LL, Liu YL, Pei YX, *et al.* Determination of deoxynivalenol in corn oil by HPLC with multifunctional purification column [J]. *China Oils Fats*, 2016, 41(9): 83–86.
- [3] Pestka JJ. Deoxynivalenol-induced IgA production and IgA nephropathy-aberrant mucosal immune response with system repercussions [J]. *Toxicol Lett*, 2003, 140: 287–295.
- [4] Sprando RL, Collins TFX, Black TN. Characterization of the effect of deoxynivalenol on selected male reproductive endpoints [J]. *Food Chem Toxicol*, 2005, 43(4): 623–635.
- [5] Girish CK, Smith TK, Boermans HJ, *et al.* Effects of dietary *Fusarium* mycotoxins on intestinal lymphocyte subset populations, cell proliferation and histological changes in avian lymphoid organs [J]. *Food Chem Toxicol*, 2010, 48(10): 3000–3007.
- [6] 张海棠, 王晓斐, 职爱民, 等. 呕吐毒素污染现状、毒性效应、危害作用及脱毒利用[J]. *河南科技学院学报(自然科学版)*, 2018, 46(5): 40–45.
Zhang HT, Wang XF, Zhi AM, *et al.* Pollution status, toxic effect, harmful effect and detoxification of vomitoxin [J]. *J Henan Instit Sci Technol (Nat Sci Ed)*, 2018, 46(5): 40–45.
- [7] Voss KA. A new perspective on deoxynivalenol and growth suppression [J]. *Toxicol Sci*, 2010, 113(2): 281–283.
- [8] Berthiller F, Dall AC, Schuhmacher R. Masked mycotoxins: Determination of a deoxynivalenol glucoside in artificially and naturally contaminated wheat by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Agric Food Chem*, 2005, 53(9): 3421–3425.
- [9] 高飞, 杜元正, 陆建. 真菌毒素在欧洲国家酿造啤酒中的感染情况[J]. *啤酒科技*, 2012, (10): 57–61.
Gao F, Du YZ, Lu J. Infection of mycotoxins in brewing beer in European countries [J]. *Beer Technol*, 2012, (10): 57–61.
- [10] 刘柱, 华颖, 徐潇颖, 等. 同位素稀释-超高效液相色谱-线性离子阱串联质谱分析谷物及其制品中呕吐毒素及其衍生物和代谢物[J]. *分析化学*, 2016, 44(11): 1728–1734.
Liu Z, Hua Y, Xu XY, *et al.* Analysis of deoxynivalenol and related derivatives and metabolites in cereal and cereal products by ultra high performance liquid chromatography-quadrupole linear ions trap mass spectrometry with isotopic dilution [J]. *Chin J Anal Chem*, 2016, 44(11): 1728–1734.
- [11] GB 2761-2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量[S].
GB 2761-2017 National food safety standard-Maximum levels of mycotoxins in foods [S].
- [12] GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定[S].
GB 2761-2017 National food safety standard-Determination of deoxynivalenol and its acetylated derivatives in foods [S].
- [13] Deoxynivalenol in wheat gas chromatographic method, AOAC official method 986.18 [S].
- [14] 鲍蕾, 吴振兴, 石媛媛, 等. 多功能柱净化-高效液相色谱法检测粮谷及其制品中的呕吐毒素[J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(3): 776–782.
Bao L, Wu ZX, Shi YY, *et al.* Determination of deoxynivalenol in grain and grain products by multifunctional column clean-up and high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(3): 776–782.
- [15] 张春娥, 刘新保, 廖若宇, 等. 高效液相色谱法测定全麦粉中呕吐毒素含量[J]. *粮油食品科技*, 2018, 26(5): 53–57.
Zhang CE, Liu XB, Liao RY, *et al.* Determination of the contents of vomiting toxin (DON) in whole wheat flour by HPLC [J]. *Sci Technol Cere Oils Foods*, 2018, 26(5): 53–57.
- [16] 周鸿艳, 黄方取, 刘洋. 高效液相色谱-串联质谱法测定谷物中呕吐毒素及其衍生物 [J]. *实用预防医学*, 2016, 23(10): 1269–1276.
Zhou HY, Huang FQ, Liu Y. Determination of vomitoxin and its derivatives in cereal grains by high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Pract Prev Med*, 2016, 23(10): 1269–1276.
- [17] 刘霄, 杨维旭, 王莹, 等. 液相质谱联用仪检测 DDGS 饲料种呕吐毒素及其乙酰化衍生物的研究[J]. *粮食与饲料工业*, 2018, 12: 60–63.
Liu X, Yang WX, Wang Y, *et al.* Determination of DON and its derivatives in DDGS feed by high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Cere Feed Ind*, 2018, 12: 60–63.
- [18] 王毅谦, 陈君义, 龙云凤, 等. 粮谷中呕吐毒素管式化学发光免疫分析法的研究与应用[J]. *食品工业科技*, 2017, 38(3): 295–298.
Wang YQ, Chen JY, Long YF, *et al.* Investigation and application of tubular chemiluminescence immunoassay on detection of deoxynivalenol [J]. *Sci Technol food Ind*, 2017, 38(3): 295–298.
- [19] 杨丹妮, 往海峰. 小麦中呕吐毒素的 ELISA 和 HPLC 法检测[J]. *安徽农业科学*, 2013, 41(3): 1269–1270.
Yang DN, Wang HF. ELISA and HPLC for determination of DON in wheat [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2013, 41(3): 1269–1270.
- [20] 朱云, 徐琳娜, 师征杰, 等. 胶体金快速试纸条法测定小麦及其制品中呕吐毒素[J]. *粮油食品科技*, 2017, 25(3): 54–56.
Zhu Y, Xu LN, Shi ZJ, *et al.* Rapid determination of deoxynivalenol in wheat and its products by colloidal gold stripes [J]. *Sci Technol Cere, Oils Foods*, 2017, 25(3): 54–56.
- [21] 鞠云, 唐春红, 赵楠, 等. 超声波在未来食品加工中的应用 [J]. *重庆工商大学学报(自然科学版)*, 2015, 32(12): 71–75.
Ju Y, Tang CH, Zhao N, *et al.* Application of ultrasound in food processing in the future [J]. *Chongqing Technol Bus Univ (Nat Sci Ed)*, 2015, 32(12): 71–75.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



包懿, 工程师, 博士, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: baoyi81@126.com