

免疫亲和柱净化—液相色谱法测定玉米油中的 玉米赤霉烯酮含量

张昆仑, 陈晓明*, 刘玉娇, 虞震, 李云升

(大理州疾病预防控制中心, 大理 671000)

摘要: **目的** 建立免疫亲和柱净化—液相色谱法测定玉米油中玉米赤霉烯酮含量的分析方法。**方法** 样品采用乙腈-水(9:1, *V:V*)提取, 免疫亲和柱净化, 经 Inertsil ODS3-C₁₈ 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm)分离, 以乙腈-水-甲醇(46:46:8, *V:V:V*)为流动相进行等度洗脱, 流速 1.5 mL/min, 柱温 30 °C, 经荧光检测器检测, 外标法定量。**结果** 玉米赤霉烯酮在 25~2500 μg/kg 范围内具有良好线性, 相关系数为 0.99998, 检出限 5 μg/kg, 加标回收率为 87.5%~107.5%, 相对标准偏差为 3.2%~5.8%。对调和油中米赤霉烯酮质控考核样品 Mycotoxin-PT-2018-042 的检测结果满意。**结论** 该方法前处理操作简便, 损失少, 减少了试剂用量, 灵敏度高, 准确度高, 适用于玉米油中玉米赤霉烯酮的检测。

关键词: 玉米赤霉烯酮; 液相色谱法; 免疫亲和柱净化; 玉米油

Determination of zearalenone in corn oil by immunoaffinity column purification and liquid chromatography

ZHANG Kun-Lun, CHEN Xiao-Ming*, LIU Yu-Jiao, YU Zhen, LI Yun-Sheng

(Dali Prefecture Center for Disease Control and Prevention, Dali 671000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of zearalenone in corn oil by immunoaffinity column purification-liquid chromatography. **Method** The sample was extracted with acetonitrile-water (9:1, *V:V*) and purified by immunoaffinity column, separated with Inertsil ODS3-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm) at the flow rate of 1.5 mL/min by isocratic elution using acetonitrile-water-methanol (46:46:8, *V:V:V*) as mobile phase. The temperature of the column oven was maintained 30 °C and the signal was detected with fluorescence detector. The zearalenone content was quantitatively analyzed by external standard method. **Results** The zearalenone had good linear relationships in the range of 25~2500 μg/kg, and the correlation coefficient was 0.99998. The limit of detection was 5 μg/kg. The standard recovery rate was 87.5%~107.5%, with the relative standard deviations of 3.2%~5.8%. The results of the test of Mycotoxin-PT-2018-042 in the quality control sample of gibberellin in the blended oil were satisfactory. **Conclusion** This method has the advantages of simple pretreatment, less loss, reduced reagent dosage, high sensitivity and high accuracy, and is suitable for the detection of zearalenone in corn oil.

KEY WORDS: zearalenone; liquid chromatography; immunoaffinity column clean up; corn oil

*通讯作者: 陈晓明, 副主任医师, 主要研究方向为疾病控制和食品安全风险监测管理。E-mail: dljkcxm@126.com

*Corresponding author: Chen Xiao-Ming, Associate Chief Technician, Center for Disease Control and Prevention of Dali Prefecture, Dali 671000, China. E-mail: dljkcxm@126.com

1 引言

玉米油作为植物性食用油, 具有丰富的油酸、亚油酸等不饱和脂肪酸, 其中油酸占 27%, 亚油酸占 50%以上^[1], 玉米油还含有大量甾醇、维生素 E 等营养物质, 是联合国粮农组织和世界卫生组织食品标准安全性认可的 16 种食用油脂之一^[2]。由于玉米油具有较高的营养价值, 近年来, 我国市售玉米油种类和数量逐渐增加, 消费量随之增加。玉米赤霉烯酮(zearalenone, ZEN)主要是由禾谷镰刀菌和黄色镰刀菌产生, 在世界范围内污染粮食作物的一种类雌激素的真菌毒素, 以污染玉米为主^[3]。玉米赤霉烯酮有强烈的致畸致突变作用, 具有生殖发育毒性、免疫毒性、肝脏毒性等, 严重危害人和动物的健康^[4,5]。因此, 检测玉米油中玉米赤霉烯酮的含量对食品安全监管及疾病预防控制具有重要意义。目前, 国内外文献报道的检测粮食及制品、动物组织中玉米赤霉烯酮检测方法主要有薄层色谱法(thin-layer chromatography, TLC)^[6]、高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)^[7-10]、液相色谱—串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)^[11-14]等方法。此外还有酶联免疫吸附法(enzyme linked immunosorbent assay, ELISA)、免疫胶体金诊断技术等免疫化学检测方法^[15]。其中, 薄层色谱法操作复杂、试剂需求高、灵敏度稍差、主观因素影响较大。液相色谱—串联质谱法及气相色谱—质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)对人员、设备、试剂等要求较高, 检测成本较高, 不适合推广。酶联免疫吸附法、免疫胶体金诊断技术等免疫化学检测方法灵敏度较低, 检出限高, 仅适合定性筛查, 不适合定量分析。因此, GB 5009.209-2016《食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》采用液相色谱法作为第一法^[16]。

目前, 真菌毒素样品前处理方法主要有液液萃取法、固相萃取法、免疫亲和层析法、多功能净化法、QuEChERS 法、直接稀释法、分散液液微萃取法, 其中免疫亲和层析方法成熟并应用于国家标准^[17], 但国家标准方法在样品前处理中存在 2 次过滤, 操作步骤复杂以及仪器测定时间长的缺点。

本研究采用免疫亲和柱净化—高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)对玉米油样品中玉米赤霉烯酮的含量进行检测, 对国标及文献报道方法进行优化改进, 拟为玉米油中玉米赤霉烯酮检测提供一种准确、简便、省时的检测方法。

2 材料与方法

2.1 仪器与设备

Agilent 1200 高效液相色谱仪[配备荧光检测器

(fluorescence detector, FLD), 美国 Agilent 公司]; BR-2000 Vortexer 旋涡混匀器(美国 BIO-RAD 公司); AS10200AT Ultrasonic Cleaner 超声清洗机(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); VISIPREPTM DL 固相萃取装置(美国 SUPELCO 公司); Genevac EZ2 平行溶剂蒸发工作站(英国 SP Scientific 公司); UPH-IV-20T 纯水机(四川优普超纯科技有限公司); Inertsil ODS3-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm, 日本岛津公司); ZearaStar COIAC4000 免疫亲和柱(美国 Romer Labs Diagnostic GmbH 公司); 0.22 μm 孔径尼龙 66 针头过滤器(天津津腾实验设备有限公司); 双圈牌 12.5 cm 快速定量滤纸(杭州新华纸业业有限公司)。

2.2 材料与试剂

玉米赤霉烯酮标准溶液(103.32 μg/mL±2.54 μg/mL, 以色列 Fermentek 公司); 吐温 20(molecular biology grade, 德国 Serva 公司); 磷酸氢二钠(分析纯, 成都化学试剂厂); 氯化钾、盐酸(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 氯化钠(优级纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司); 乙腈、甲醇(色谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 水为去实验室自制离子水。

PBS/吐温-20 缓冲液: 称取 8.0 g 氯化钠、1.2 g 磷酸氢二钠、0.2 g 磷酸二氢钾、0.2g 氯化钾, 用 900 mL 水将上述试剂溶解, 用盐酸调节 pH 至 7.0, 加入 1 mL 吐温-20, 用水定容至 1 L。

Mycotoxin-PT-2018-042 调和油考核盲样为浙江省疾病预防控制中心。

30 件玉米油样品来源昆明、玉溪、大理的超市、商店以及网购。

2.3 实验方法

2.3.1 色谱条件

色谱柱: Inertsil ODS3-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水-甲醇(46:46:8, V:V:V); 流速 1.5 mL/min; 柱温 30 °C; 等度洗脱; 检测器: 荧光检测器检测, 激发波长 274 nm, 发射波长 440 nm; 进样量 20 μL; 运行时间为 15 min。

2.3.2 标准溶液的制备

准确适量玉米赤霉烯酮标准液定溶于 10 mL 棕色容量瓶, 甲醇定容, 配制成为 20 μg/mL 标准使用液。用流动相定容, 通过标准使用液配制成为 0.025、0.05、0.125、0.25、0.5、1、2.5 μg/mL 的系列标准溶液。

2.3.3 样品前处理

①提取

称取 5.00 g 经充分震荡混匀的玉米油样品于 50 mL 聚丙烯塑料离心管, 准确吸取 20 mL 乙腈-水(9:1, V:V), 加入约 1 g 氯化钠, 充分摇匀, 涡旋 1 min, 超声 15 min, 用定量滤纸过滤于 25 mL 具塞刻度试管, 取 10 mL 滤液于 50 mL

容量瓶,加水定容至50 mL。

②净化

预先将 IAC 免疫亲和柱接于 20 mL 专用上样管下并接上固相萃取装置,取 20 mL 定容液上 IAC 免疫亲和柱,1~2 滴/s 过柱,直至空气进入亲和柱,用 5 mL PBS/吐温-20 缓冲液洗涤 2 次,再用 5 mL 水洗 2 次,直至 2~3 mL 空气进入亲和柱,用 2 mL HPLC 级甲醇洗脱,流出速度为 1 mL/min,收集于玻璃试管,放入 SP Scientific Genevac EZ2 平行溶剂蒸发工作站,于 50 °C 浓缩干,用 1 mL 流动相定容,涡旋 30 s,过 0.22 μm 孔径尼龙 66 针头过滤器过滤待测。

3 结果与分析

3.1 前处理方法优化

本法中样品经充分混匀后,称样量为 5.00 g,提取液为 20.00 mL,国标方法采用取样 40.00 g 称样量,提取液 100 mL,经多次平行测定比较,检测值并无明显差异,但本法比国标方法减少了样品称样量和提取液加入量,在保证灵敏度的同时,操作更为简便,并有效的减少了试剂的浪费。2 种称样量检测结果见表 1。

在测定单一真菌毒素时,利用单克隆抗体技术生产的商品化玉米赤霉烯酮免疫亲和柱具有亲和力强、特异性高、净化效果好的特点,而多功能净化柱对复杂基质的样品净化效果有限,部分目标化合物回收率较差^[17],因此本法采用的是免疫亲和柱净化。本法中滤液稀释后不经玻璃纤维滤纸过滤,直接过免疫亲和柱,经与国标方法多次平行测定比较,检测值并无明显差异,回收率、精密度较好,

并有效缩短了前处理时间,效果较为理想。2 种处理方法回收率及精密度实验结果见表 2。

③本法提取过程采用涡旋混匀涡旋 1 min,超声提取 15 min,国标方法采用匀浆机高速匀浆 1 min,经与多次平行测定精密度,本法测量精密度均低于 6%,远低于国标方法的测量精密度要求的 15%^[16],经高、中、低浓度加标回收实验测定回收率范围在 87.5%~107.5%,表明本法在不影响提取效率的同时,减少了匀浆提取中匀浆机造成的损失和匀浆过程可能带入的污染,优于国标方法。

本法采用 Genevac EZ2 平行溶剂蒸发工作站,50 °C 下真空浓缩干,国标方法采用 55 °C 氮气吹干,在本研究中采用氮吹浓缩和平行溶剂蒸发浓缩进行多次对比表明,本法的重现性较好,RSD 在 3.2%~5.8% 之间,而氮吹浓缩时 RSD 仅为 8.5%~16.9%,本法精密度优于国标方法,表明本法的浓缩效果优于国标方法。

3.2 液相条件选择

本研究参考了 GB 5009.209-2016《食品安全国家标准食品中玉米赤霉烯酮的测定》^[8]的液相条件,用乙腈-水-甲醇(46:46:8, V:V:V)作为流动相;为实现目标化合物与干扰杂质的有效分离,采用了岛津 Inertsil ODS-3-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);国标方法流速为 1 mL/min,在本实验中,出峰时间约在 17.5 min;为缩短出峰时间,增大流速为 1.5 mL/min;出峰时间约在 10.5 min,总运行时间为 15 min。在此条件下,玉米赤霉烯酮出峰时间稳定,峰型好,目标化合物响应信号受到样品基质干扰小。玉米赤霉烯酮标准溶液色谱图,玉米油空白样品色谱图,玉米油加标样品色谱图分别见图 1、图 2、图 3。

表 1 同一样品两种称样量测定结果
Table 1 Test results of the same sample in two sample weight

称样量/g	测定结果/(μg/kg)							平均值	相对标准偏差/%
	1	2	3	4	5	6	7		
5.00	35.9	36.9	36.3	38.4	38.2	35.2	35.8	36.7	1.6
40.00	36.8	34.5	35.2	37.8	35.4	36.2	36.7	36.1	

表 2 2 种处理方法回收率和精密度(n=7)
Table 2 Recovery rates and relative standard deviations of 2 treatment methods (n=7)

		加标量/(μg/kg)		
		15	30	150
本方法	回收率/%	87.5~101.2	95.7~107.5	92.3~105.4
	相对标准偏差/%	5.8	3.2	4.7
国标方法	回收率/%	82.4~113.1	84.6~107.8	91.4~105.4
	相对标准偏差/%	16.9	9.8	8.5

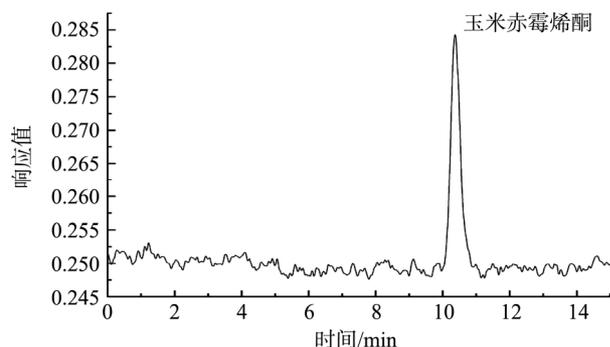


图 1 玉米赤霉烯酮标准溶液色谱图

Fig.1 Chromatogram of corn gibberellone standard solution

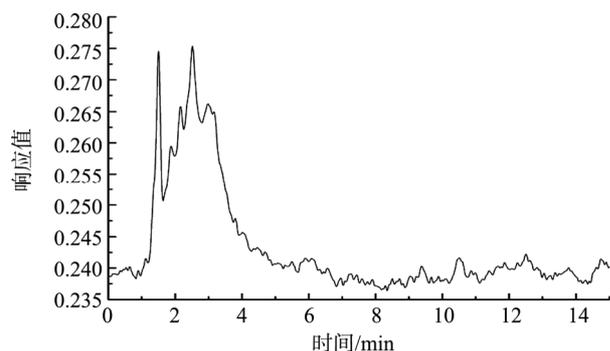


图 2 玉米油阴性样品色谱图

Fig.2 Chromatogram of negative sample of corn oil

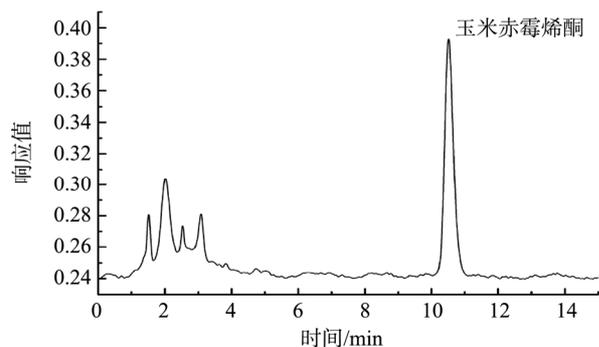


图 3 玉米油加标样品色谱图

Fig.3 Chromatogram of corn oil with standard sample

3.3 线性范围与检出限

本研究中, 玉米赤霉烯酮线性范围在 25~2500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。在空白样品中加入标准溶液, 对加标样品进行信噪比测定, 以 3 倍噪声估算检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 低于 GB 5009.209-2016《食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》^[8] 规定的 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 相关系数和线性方程见表 3。

3.4 方法的回收率与精密度

取 4 份玉米油样品, 分别进行定量限(15 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、2 倍定量限(30 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、10 倍定量限(150 $\mu\text{g}/\text{kg}$)等 3 个浓度水平进行加标回收率及相对标准偏差 (relative standard

deviation, RSD)实验, 同时对 30 $\mu\text{g}/\text{L}$ 玉米赤霉烯酮标准溶液进行 7 次平行测定, 进行仪器精密度实验, 结果见表 4。

表 3 玉米赤霉烯酮的线性方程、相关系数和检出限
Table 3 Linear equation, correlation coefficient and limit of detection of zearalenone

检测项目	线性方程	相关系数 r	线性范围 / $\mu\text{g}/\text{kg}$	检出限 / $\mu\text{g}/\text{kg}$
玉米赤霉烯酮	$Y=14.3437X+0.0195$	0.99998	25~2500	5

表 4 回收率和相对标准偏差($n=7$)Table 4 Recovery rates and relative standard deviations ($n=7$)

加标量/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	回收率/%	方法 RSD/%	仪器 RSD/%
15	87.5~101.2	5.8	
30	95.7~107.5	3.2	0.3
150	92.3~105.4	4.7	

3.5 方法的验证

应用该方法参加了浙江省疾病预防控制中心理化毒理所组织的调和油中玉米赤霉烯酮质控考核, 考核样品 Mycotoxin-PT-2018-042 玉米赤霉烯酮检测值为 72.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$, Z 值为 -0.55, 结果评价满意。

3.6 方法的应用

2018 年实验室采用本法对食品安全风险监测中 30 件玉米油进行分析, 并在 27 件玉米油中检出玉米赤霉烯酮, 检出率达到 90%, 含量在 5.52~244 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。目前, 玉米油中玉米赤霉烯酮尚无国家标准限值规定, GB 2761-2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》中玉米赤霉烯酮限量规定了玉米渣、玉米粉和小麦粉中限量值为 60 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[18], 对玉米油中玉米赤霉烯酮无规定。本研究对检出值高于 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 14 件样品进行复检, 复测结果与初测结果相对偏差均小于 10%。30 件玉米油检测结果见表 5。

表 5 30 件玉米油检测结果
Table 5 Test results of 30 corn oil

样品编号	初测结果/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	复测结果/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	相对偏差/%
YMY-2018-001	176	180	2.30
YMY-2018-002	26.4		
YMY-2018-003	33.4		
YMY-2018-004	30.8		
YMY-2018-005	18.6		
YMY-2018-006	27.6		
YMY-2018-007	244	223	8.99

续表 5

样品编号	初测结果/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	复测结果/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	相对偏差/%
YMY-2018-008	54.4	54.9	0.90
YMY-2018-009	5.52		
YMY-2018-010	30.4		
YMY-2018-011	54	59	9.30
YMY-2018-012	111	118	6.30
YMY-2018-013	62.9	63.6	1.10
YMY-2018-014	25.1		
YMY-2018-015	24.9		
YMY-2018-016	65.4	63.9	2.32
YMY-2018-017	79.2	86.1	8.35
YMY-2018-018	<5		
YMY-2018-019	139	131	5.93
YMY-2018-020	<5		
YMY-2018-021	159	172	7.85
YMY-2018-022	211	214	1.40
YMY-2018-023	90.3	98.1	8.28
YMY-2018-024	47.1		
YMY-2018-025	31.9		
YMY-2018-026	<5		
YMY-2018-027	26.9		
YMY-2018-028	70.3	66.4	5.50
YMY-2018-029	55.8	50.6	9.30
YMY-2018-030	12.1		

4 结 论

本研究建立了免疫亲和柱净化-液相色谱法测定玉米油中玉米赤霉烯酮含量的方法,线性范围宽,灵敏度高,相关性好,精密度、加标回收率好,并通过实验室盲样质控考核,证明实验结果准确可靠。在样品测定应用中保证结果准确可靠的同时,能有效减少待测物质的损失,减小试剂的使用量,降低成本支出,简化操作步骤,缩短了实验时间,适用于玉米油中玉米赤霉烯酮的检测。

参考文献

- [1] 曹万新,徐廷丽. 功能性油脂的研究进展[J]. 中国油脂, 2004, 29(12): 42-45.
Cao WX, Xu TL. Advance in study on functional oils and fats [J]. China Oils Fats, 2004, 29(12): 42-45.
- [2] 王瑞元. 充分利用米糠和玉米胚芽资源为国家增产油脂[J]. 粮食与食品工业, 2009, 16(3): 1-6.
Wang RY. Increase oil production for the country by making full use of rice bran and corn germ resources [J]. Cere Food Ind, 2009, 16(3): 1-6.
- [3] 吴永宁. 食品污染监测与控制技术—理论与实践[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009.
Wu YN. Food contamination monitoring and control in theory and practice [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009.
- [4] 黄丽娜,彭双清,刘宁. 玉米赤霉烯酮生殖发育毒性的研究进展[J]. 中国地方病防治杂志, 2014, 29(6): 181-184.
Huang LN, Peng SQ, Liu N. Advances in research on reproductive developmental toxicity of zearalenone [J]. Chin J Endemiol, 2014, 29(6): 181-184.
- [5] 梁梓森,马勇江,刘长永,等. 玉米赤霉烯酮对小鼠免疫器官的毒性作用[J]. 中国兽医科学, 2010, 40(3): 279-283.
Liang ZS, Ma YJ, Liu CY, et al. *In vivo* toxicity of zearalenone in immune organs of mice [J]. Veter Sci China, 2010, 40(3): 279-283.
- [6] 罗雪云,胡霞,李玉伟. 小麦制品及玉米中玉米赤霉烯酮的薄层色谱测定[J]. 卫生研究, 1993, 22(2): 112-115.
Luo XY, Hu X, Li YW. Determination of zearalenone in wheat products and maize by thin layer chromatography [J]. J Hyg Res, 1993, 22(2): 112-115.
- [7] 杨福江,计融. 反相高效液相色谱法测定小麦中玉米赤霉烯酮[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(12): 2743-2744.
Yang FJ, Ji R. Determination of zearalenone in wheat by reversed phase high performance liquid chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2009, 19(12): 2743-2744.
- [8] 朱文倩,黄健花,金青哲,等. 高效液相色谱法定量检测玉米油中玉米赤霉烯酮的溶剂萃取预处理方法研究[J]. 中国油脂, 2018, 42(6): 140-143.
Zhu WQ, Huang JH, Jin QZ, et al. Solvent extraction pretreatment for determination of zearalenone in maize oil by HPLC [J]. China Oils Fats, 2018, 42(6): 140-143.
- [9] 姚秀娟,王书舟,王志强. 免疫亲和柱—高效液相色谱法测定食用油中玉米赤霉烯酮[J]. 河南预防医学杂志, 2016, 27(9): 661-663.
Yao XJ, Wang SZ, Wang ZQ. Determination of zearalenone in edible oil by immune affinity column and high performance liquid chromatography [J]. Henan J Prev Med, 2016, 27(9): 661-663.
- [10] 鲍蕾,静平,许艳丽,等. 免疫亲和柱净化—HPLC 法测定植物油中玉米赤霉烯酮[J]. 农产品加工学刊, 2013, 2: 62-64.
Bao L, Jing P, Xu YL, et al. Determination of zearalenone in edible oil by HPLC-Fluorometry with immunoaffinity column clean up [J]. Acad Period Farm Prod Process, 2013, 2: 62-64.
- [11] 宋月,吴平谷,胡争艳,等. 复合柱净化—超高效液相色谱串联质谱法测定植物油及谷类制品中玉米赤霉烯酮和 α -玉米赤霉烯醇[J]. 卫生研究, 2018, 47(4): 615-620.
Song Y, Wu PG, Hu ZY, et al. Determination of zearalenone and α -zearalenol in vegetable oil and grain products by C_{18} - Al_2O_3 solid phase extraction column purification coupled with ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Hyg Res, 2018, 47(4): 615-620.
- [12] 邵瑞婷,张丽华,史娜,等. 免疫亲和和净化—超高效液相色谱—串联质谱法测定食品中玉米赤霉烯酮类真菌毒素[J]. 食品科学, 2017, 38(16):

- 274–279.
- Shao RT, Zhang LH, Shi N, *et al.* Determination of zearanol in food by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with immunoaffinity clean-up [J]. *Food Sci*, 2017, 38(16): 274–279.
- [13] 王丽英, 任贝贝, 路杨, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法检测玉米油中的黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(12): 3724–3928.
- Wang LY, Ren BB, Lu Y, *et al.* Determination of aflatoxin and zearalenone in corn oil by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(12): 3724–3928.
- [14] 吴亚琼, 熊丽云, 潘建伟. 超高效液相色谱—三重四级杆质谱串联法测定粮谷中的玉米赤霉烯酮类真菌毒素的研究[J]. *粮食与饲料工业*, 2018, 8: 58–61.
- Wu YQ, Xiong LY, Pang JW. Determination of zearalenone mycotoxins in cereals and grains by high performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. *Cere Feed Ind*, 2018, 8: 58–61.
- [15] 周妍, 张圆圆, 刁晨曦, 等. 玉米赤霉烯酮检测方法的研究进展[J]. *中国饲料*, 2017, 16: 35–42.
- Zhou Y, Zhang YY, Diao CX, *et al.* Research progress on detection methods of zearalenone [J]. *China Feed*, 2017, 16: 35–42.
- [16] GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定[S].
- GB 5009.209-2016 National food safety standards-Determination of zearalenone in food [S].
- [17] 吴永宁. 食品中真菌毒素检测方法标准操作程序[M]. 北京: 中国标准出版社, 2018.
- Wu YN. Standard operating procedures of analytical methods for mycotoxins in food [M]. Beijing: Standards Press of China, 2018.
- [18] 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-Mycotoxin limit in food [S].

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



张昆仑, 主管技师, 主要研究方向为理化检验, 食品安全风险监测与食品安全风险监测管理。

E-mail: zkl-186@163.com



陈晓明, 副主任医师, 主要研究方向为疾病控制和食品安全风险监测管理。

E-mail: dljkcxm@126.com