

酶联免疫法快速检测大闸蟹中二噁英污染物的研究

张长勇, 张淑琴, 吴雯辉, 丁洪流*

(苏州市产品质量监督检验院, 苏州 215104)

摘 要: **目的** 建立大闸蟹中二噁英的酶联免疫(enzyme linked immunosorbent assay, ELISA)检测方法。**方法** 优化加速溶剂萃取条件, 净化过程及前处理方法。样品取可食部分冷冻干燥, 经加速溶剂萃取方法提取, 酸性硅胶处理, 过复合硅胶柱、活性炭小柱配合加压设备加速净化, 酶联免疫试剂盒检测。**结果** 二噁英标准品在 3.2、25.0、50.0、100.0 pg/5 g 干重毒性当量(World health organisation-toxic equivalent, WHO-TEQ)值添加水平的回收率为 68.2%~123.1%, 相对标准偏差小于 30%($n=6$), 线性相关性(r^2)一般大于 0.98。样品检测值均低于 1.5 WHO-TEQ pg/g 湿重的欧盟标准。**结论** 该方法方便、快速、成本低, 适用于大闸蟹中二噁英基础定量检测。

关键词: 酶联免疫; 大闸蟹; 二噁英; 检测

Rapid detection of dioxins in hairy crabs by enzyme-linked immunosorbent assay

ZHANG Chang-Yong, ZHANG Shu-Qin, WU Wen-Hui, DING Hong-Liu*

(Suzhou Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Suzhou 215104, China)

ABSTRACT: **Objective** To establish an enzyme linked immunosorbent assay (ELISA) method for the determination of dioxin in hairy crabs. **Methods** Accelerated solvent extraction conditions, purification process and pretreatment method were optimized. The edible part of the sample was freeze-dried, extracted by accelerated solvent extraction method, treated with acidic silica gel, accelerated purified by composite silica gel column, activated carbon column and pressurization equipment, and detected by enzyme-linked immunosorbent assay kit. **Results** The recoveries of dioxin standard at level of 3.2, 25.0, 50.0, 100.0 pg/5 g of World health organisation-toxic equivalent (WHO-TEQ) dry weight were 68.2%-123.1%, the relative standard deviation was less than 30% ($n=6$), and the linear correlation (r^2) was generally greater than 0.98. The values of samples were lower than the EU standard of 1.5 WHO-TEQ pg/g wet weight. **Conclusion** The proposed method is convenient, fast and low cost, which is suitable for quantitative detection of dioxins in hairy crabs.

KEY WORDS: ELISA; hairy crabs; dioxins; detection

基金项目: 国家质量监督检验检疫总局科技计划项目(2017QK137)、苏州市科技项目(SS201734)

Fund: Supported by Science and Technology Plan of General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of China (2017QK137), Science and Technology Plan of Suzhou (SS201734)

***通讯作者:** 丁洪流, 博士, 正高级工程师, 主要研究方向为食品质量检测。E-mail: hollior@163.com

***Corresponding author:** DING Hong-Liu, Ph.D, Professor, Suzhou Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Suzhou 215104, China. E-mail: hollior@163.com

1 引言

大闸蟹是我国常见的水产养殖产品,其营养价值高、味道鲜美,深受广大人民群众喜爱。大闸蟹产业的发展对于带动地方经济的发展具有重要意义。以苏州阳澄湖大闸蟹为例,作为地理标志产品,不仅养殖产业得以发展,且带动周边相关产业的发展,产生可观的经济效益^[1]。2016 年香港食物环境卫生署宣称,发现两批来自江苏的大闸蟹二噁英污染物含量超标,有关水产养殖场所产大闸蟹的进口及在港出售被暂停。这一事件扰乱了大闸蟹市场的稳定运行,相关产业经济损失惨重^[2,3]。

现行的二噁英污染物的标准检测方法,以中国的 GB 5009.205《食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定》^[4]、美国的 EPA 1613^[5]和日本工业用的 JISK 0311^[6]为代表,需借助高分辨气相色谱设备的方法。此类方法的检测设备昂贵且普及率低、检测周期长、检测费用高昂,不利于实际推广应用^[7,8]。同时,大闸蟹具有一定的时令属性,如果检测周期过长会影响大闸蟹的正常上市。因此,开发、推广一种低成本、短检测周期的检测方法尤为必要。酶联免疫法特异性强、灵敏、快速,是很多快速检测机构的常用方法,已经应用到很多领域^[9-12]。本研究采用酶联免疫法检测大闸蟹中二噁英,满足快速、低成本的要求,更贴近现阶段的实际情况。不仅可满足大闸蟹产品快速检测需求,确保产品按时上市;也可大大降低养殖户的检测费用,减少监管部门对大闸蟹产品的监管支出,将产生显著的经济效益;此外,从现有报道看,酶联免疫法应用到大闸蟹中快速定量检测二噁英在国内尚属首次;酶联免疫法快速定量检测的应用还可加快食品质量和安全部门的突发应急处理的能力,以期为食品质量和安全提供技术保障;同时也为未来相关标准制订、相关课题研究提供数据支持。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

XS204 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); ASE350 加速溶剂萃取仪(美国赛默飞世尔科技公司); Syncore Polyvap R-12 多平行定量浓缩仪(瑞士 BUCHI 公司); Fast cLeaner F12 快速净化系统、Hach 便携式比色计 II(美国 CAPE 公司); N-EVAP112 氮吹仪(美国 Organimation Associates 公司)。

甲醇-TEG-Triton(甲醇、四甘醇和 Triton X-100 的混合液)溶液中 3.2、10、32、100 pg/管系列浓度 2,3,7,8-TCDD 标准溶液和 10 ppb 2,3,7,8-TCDD 标准储备溶液(使用前甲苯稀释,用于加标)、活性炭小柱(美国 CAPE 公司);自研测定 17 种 2,3,7,8-取代的多氯代二苯

并二噁英(polychlorinated dibenzodioxins, PCDDs)、多氯代二苯并呋喃(polychlorinated dibenzofurans, PCDFs)的竞争酶联免疫试剂盒(包括:包被有羊抗鼠多克隆抗体的 10 mL 玻璃测试管、二甲亚砜磷酸盐稀释液、0.01% Triton 洗液、辣根过氧化物酶标记的 2,3,7,8-TCDD 半抗原、过氧化脲及四甲基联苯胺显色液、1 mol/L 盐酸终止液);草酸钠、无水硫酸钠、浓硫酸(优级纯,上海沪试分析仪器有限公司);农残级正己烷(美国 J.T.Baker 公司);农残级甲苯(西班牙 Scharlau 公司);农残级二氯甲烷(阿拉丁控股集团有限公司);农残级甲醇(上海沃凯化学试剂有限公司);0.063~0.100 mm 层析硅胶(德国 Merck 公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 试剂及仪器准备

空玻璃柱:内径为 15 mm 长 25 cm;无水硫酸钠:550 °C, 4 h 烘好备用;酸性氧化铝;碱性氧化铝;酸性硅胶:层析硅胶经马弗炉 550 °C, 6 h 活化处理后以硅胶:浓硫酸(56:44, V/V)混匀备用;碱性硅胶:层析硅胶经马弗炉 550 °C, 6 h 活化处理后以硅胶:氢氧化钠(67:33, V/V)混匀备用;硝酸银硅胶:层析硅胶经马弗炉 550 °C, 6 h 活化处理后以硅胶:硝酸银(90:10, V/V)混匀备用;复合硅胶柱:取内径为 15 mm 长 25 cm 的玻璃柱,底部填以玻璃棉,依次装入 2 g 活性硅胶、5 g 碱性硅胶、2 g 活性硅胶、15 g 酸性硅胶、2 g 活性硅胶、2 g 无水硫酸钠,干法装柱,轻敲层析柱,使其分布均匀。

2.2.2 样品采集与保存

现场采集的样品用冷箱运输到实验室,根据实验需求取可食部分(肉膏混合)均质后称重冷冻干燥,混匀,用铝箔袋封装,而后置干燥器中备用。

2.2.3 样品前处理

(1)样品提取

提取前将所用提取桶以正己烷进行超声清洗,称取 5 g 样品加入 5 g 无水硫酸钠混匀。将混合样转移至加速溶剂萃取(accelerate solvent extraction, ASE)提取桶内,采用正己烷:二氯甲烷(1:1, V/V)为溶剂提取。提取条件为:温度,150 °C;压力,1500 psi;循环,2 次;静态时间,10 min。提取液用锡箔纸封口的接收瓶接收。

(2)样品浓缩

将样品转移至圆底接收烧瓶中,接收瓶用正己烷清洗三次,洗液合并至圆底接收烧瓶。用平行定量浓缩仪常压 55 °C、160 r/min 蒸干二氯甲烷,然后每 50 bar 降一次,逐渐降至 450 bar,蒸发正己烷,蒸发浓缩至约 5 mL。

(3)样品净化

在圆底接收烧瓶中加入约 50 mL 正己烷,而后加入 20 g 酸性硅胶,补加正己烷至没过酸性硅胶,充分摇匀。常压 50~55 °C 浓缩至上清液澄清。取上清液转移至带定量

浓缩尾管的接收烧瓶, 用正己烷清洗酸性硅胶 3 次, 合并上清液转移至带定量浓缩尾管的接收烧瓶(视净化情况可重复酸性硅胶净化步骤, 不超过 4 次)。样液用平行定量浓缩仪 55 °C、160 r/min 每 50 bar 降一次, 逐渐降至 300 bar, 蒸发正己烷, 蒸发浓缩至约 2~5 mL。

使用复合硅胶柱结合 F12 快速净化系统过柱净化, 向复合硅胶柱中加入 30 mL 正己烷进行活化。当液体降至填充层上方约 1 cm 处, 将活性炭柱切口向下连接到复合硅胶柱上, 加入 10 mL 正己烷活化活性炭柱。

用玻璃滴管吸取浓缩样液加入复合硅胶柱, 用正己烷洗涤样品容器 3 次, 洗涤液合并转移上样, 完成上样过程。

当样液降至复合硅胶柱填充层上方约 1 cm 处, 分两次加入 30 mL 正己烷, 加压淋洗, 当液面降至复合硅胶柱填充层上沿下方约 1 cm 处, 停止加压, 弃去滤液, 取下活性炭柱。将活性炭柱切口向下连接于空玻璃柱, 加入 6 mL 甲苯:正己烷(1:1, V/V)混合液淋洗。

活性炭柱拔下平口向下反接至空玻璃管, 加入 30 mL 甲苯洗脱, 用带定量浓缩尾管的接收烧瓶接收洗脱液。收集完全后用平行定量浓缩仪 55 °C, 压力每 100 bar 降一次, 降至 400 bar 蒸干正己烷, 而后降至 80 bar 蒸甲苯, 浓缩至约 1 mL, 之后转移至 10~15 mL 玻璃试管中, 同时用正己烷清洗 3 次, 清洗液合并转移至玻璃试管中, 备用。

2.2.4 试剂盒检测

净化好的样液加 62.5 μ L 保留液(甲醇:TEG 的比例为 80:20, 100 mg/kg Triton X-100)连同系列浓度 2,3,7,8-TCDD 标准品溶液氮吹至液体不再减少, 加入 50 μ L 甲醇复溶待测, 经过试剂盒前处理、上样孵育、漂洗、酶标反应、终止反应、测试(450 nm 测定吸光度)等步骤完成检测过程。检测过程如下: 将样品溶液和系列浓度 2,3,7,8-TCDD 标准溶液分别加入试剂盒测试管, 室温避光反应 12~24 h; 弃掉反应液, 用 0.01%Triton 溶液清洗 4 次; 测试管中加入酶标 HRP 竞争共轭物, 室温避光反应 15 min; 倒掉反应液, 超纯水清洗 4 次; 向测试管中加入底物, 室温避光反应 30 min; 测试管中加入终止液终止反应; 450 nm 测定吸光值, 记录结果。

2.2.5 计算结果

将读取的吸光度值带入浓度-相对吸光值双对数公式中计算样品二噁英毒性当量(World health organisation-toxic equivalent, WHO-TEQ)值。即, 测定食品中 17 种 2,3,7,8 位氯取代的 PCDD/Fs 的含量, 并以各目标化合物的毒性当量因子(toxic equivalency factors, TEF)与所测得的含量相乘后累加, 得到样品中 17 种二噁英换算为 2,3,7,8-TCDD 毒性当量的毒性当量值^[4]。最后根据样品称样量和水分含量最终计算出样品二噁英毒性当量值。

3 结果与分析

3.1 ASE 提取条件的选择

提取目标物质是检测过程的首要环节, 提取能否彻底对于检测结果的准确性至关重要。一般检测过程中提取主要是根据样品基质选择合适的溶剂, 结合振动、温度、压强等条件尽可能彻底提取目标物质。不同的样本所需的提取方法不同。根据大闸蟹产品和二噁英污染物的特点, 为了便捷、高效、低成本的目的, 经过信息收集和自身条件实验技术验证, 实验选用加速溶剂萃取的方式进行提取。影响加速溶剂萃取过程的因素有多种, 其中溶剂、温度和压力是影响最大的因素。根据相关标准和文献记载, 当前最常用的提取溶剂为正己烷-二氯甲烷(1:1, V/V)^[4,9,13,14], 本实验选用该溶剂进行研究。为获得合适提取条件, 通过控制变量来优化最佳的压强和温度条件, 以空白加标回收率为考核指标, 进行方法选择。结果如图 1 和图 2 所示。

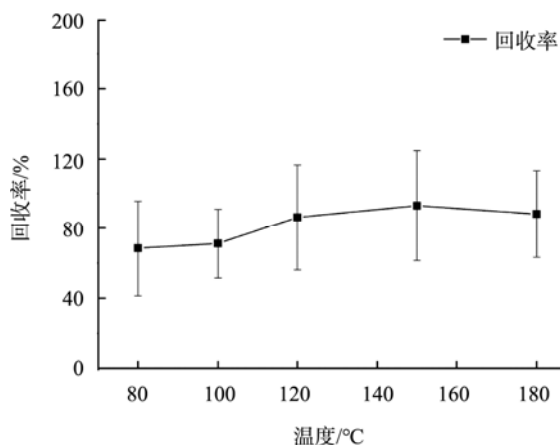


图 1 温度对提取效果的影响(n=3)

Fig.1 Effect of extraction temperature on dioxins recoveries(n=3)

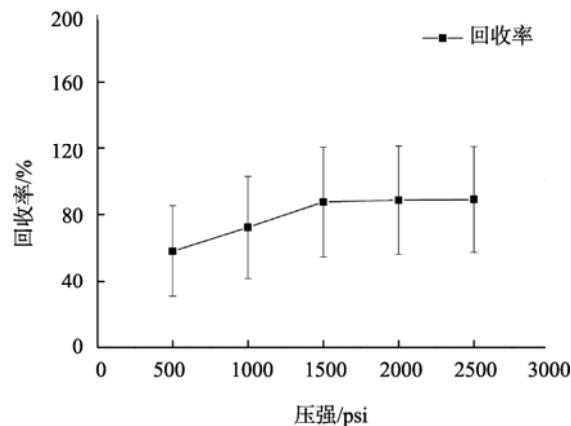


图 2 压强对提取效果的影响(n=3)

Fig.2 Effect of extraction pressure on dioxins recoveries(n=3)

温度分别选取 80、100、120、150、180 °C, 压强分别选取 500、1000、1500、2000、2500 psi。根据实验结果看, 综合考虑回收率和实际可操作性等因素, 发现温度和压强的最佳点分别在 150 °C和 1500 psi。因此, 选取温度 150 °C, 压强 1500 psi, 正己烷-二氯甲烷(1:1, V/V)作为提取溶剂, 循环 2 次, 静态 10 min, 选用 34 mL 萃取池为提取条件。

3.2 净化条件的优化

净化方法的选择主要根据所测样品的组分、提取溶剂的种类等因素进行设计。现行的二噁英类污染物的净化主要通过液液萃取、浓硫酸磺化、碱解、氧化、柱层析等。最常用的净化方法大多采用柱层析法, 目前主要采用的色谱柱有混合硅胶柱、氧化铝柱、凝胶渗透柱、弗罗里土柱和活性炭柱等。实际应用中往往采取几根层析柱串联或多种填料填柱的方法, 更为先进的方法还有全自动样品净化系统自动净化分离等方法^[15,16]。

本实验不需要准确检出二噁英的具体成分和含量, 只需要快速定性和基础定量。根据大闸蟹组份特性和快速、低成本的检测出发点, 通过参考现行标准、文献所述净化方法和实验室条件, 实验选用了柱层析的方法。实验选取高级别无水硫酸钠、酸性硅胶、碱性硅胶、活性硅胶为填料结制作复合硅胶层析柱, 结合活性炭小柱进行层析净化, 配合加压设备可达到提高效率目的。通过和现行标准 GB

5009.205^[4]所述方法进行对比验证, 以加标回收率为指标, 确定净化效果。结果如表 1 所示。因为, 二噁英为超痕量检测, 受环境、人员、试剂、材料、操作等因素影响很大, 回收率并不会呈现明显的线性关系。但是, 在检测范围内, 从 6 次平行测定平均回收率可以看出, 实验所用的净化方法略好于国标方法。因此, 确定该方法可行。

3.3 方法精密度及回收率

用实验验证后的方法测定, 选取大闸蟹样品可食部分(膏、肉混合)作为基质进行加标实验, 考察精密度和回收率。分别添加 3.2 WHO-TEQ pg/5 g、25.0 WHO-TEQ pg/5 g、50.0 WHO-TEQ pg/5 g、100.0 WHO-TEQ pg/5 g, 4 个水平, 每个水平重复测定 6 次, 计算回收率的相对标准偏差(RSD)。回收率为 68.2%~123.1%, 相对标准偏差为, 19.72%~28.63%(结果如表 2 所示)。

3.4 线性范围及检出限

以 2,3,7,8-TCDD 为标准物质, 用吸光度值和标准物质浓度之间的关系建立标准曲线进行定量。以标准工作液的浓度(C)对数为横坐标, 以相对吸光度值(OD)的对数为纵坐标, 进行线性回归计算, 得到二噁英污染物的线性回归方程。结果表明, 2,3,7,8-TCDD 标准物质在所测浓度范围内线性关系较好, 相关系数 r^2 一般大于 0.98, 能够满足日常检测需求。所建方程和标准曲线如表 3 和图 3 所示。

表 1 大闸蟹基质中两种净化方式的回收率结果
Table 1 Recoveries of dioxins using two purification methods in Hairy crab matrix

实验设计净化方法					国标净化方法				
加标量 (WHO-TEQ pg)	平均吸光值 (450 nm)	平均回收值 (WHO-TEQ pg)	平均 回收率/%	相对标准偏差 RSD/%	平均吸光 值(450 nm)	平均回收值 (WHO-TEQ pg)	平均回收率 /%	相对标准偏差 RSD/%	
标品	0	0.924	/	/	/	/	/	/	
	3.2	0.758	/	/	/	/	/	/	
	10.0	0.637	/	/	/	/	/	/	
	32.0	0.443	/	/	/	/	/	/	
	100.0	0.205	/	/	/	/	/	/	
空白	0	0.709	6.840	/	43.9	/	/	/	
	0	0.686	8.092	/	28.4	/	/	/	
样品 加标	3.2	0.631	11.645	111.0	28.6	0.640	11.003	91.0	12.1
	10.0	0.592	14.740	66.5	29.1	0.581	15.717	76.2	11.5
	32.0	0.438	34.563	82.7	23.0	0.457	31.185	72.2	15.7
	100	0.292	79.617	71.5	19.7	0.299	76.229	68.1	22.8
平均值			82.9				76.9		

表 2 样品中二噁英加标回收率及精密度实验结果

Table 2 Recoveries and relative standard deviations of standard addition samples

标物	加标量 (WHO-TEQ pg)	测定结果		
		检测结果平均值(WHO-TEQ pg)	检测结果平均回收率/%	相对标准偏差 RSD/%
二噁英(2,3,7,8-TCDD)	3.2	3.94	123.1	28.63
	25.0	17.05	68.2	27.69
	50.0	37.15	74.3	22.98
	100.0	70.61	70.6	19.72

表 3 检出限及相关性

Table 3 Linearity parameters and detection limits

组分	检出限计算公式	斜率 <i>b</i>	截距	线性关系 <i>r</i>	检出限 (WHO-TEQ pg/g 干重)
2,3,7,8-TCDD	$\log \frac{OD}{OD_1 \times (1 - \frac{OD}{OD_1})} = K \times \log(c) + b$	-0.8007	1.1092	-0.9939	0.64

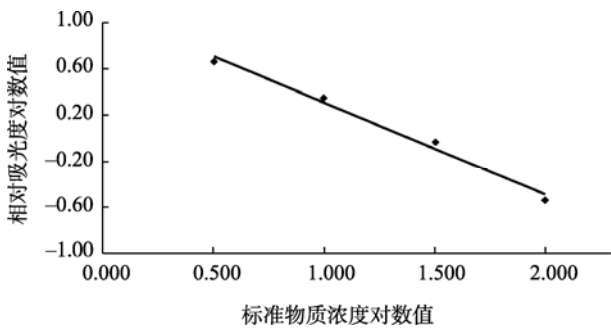


图 3 二噁英含量标准曲线

Fig.3 Standard Curve of dioxins content

3.5 样品检测分析

为了验证方法的实用性, 将建立的方法用于实际样品检测。实验取大闸蟹可食部分(去壳后蟹肉蟹黄混样)冻干测定, 检测了 200 批次阳澄湖大闸蟹二噁英含量情况, 检测结果如表 4 所示。数据显示, 在所检范围内的大闸蟹二噁英含量分布在 0.03~0.89 TEQ pg/g 湿重区间内, 低于欧盟委员会 2014 年 9 月 11 日关于 2013/711/EU 议案的修正案建议大闸蟹中二噁英含量限定为 1.5WHO-TEQ pg/g 湿重的要求^[17]。

表 4 样品分析结果

Table 4 Analytical results of samples

空白范围 (WHO-TEQ pg/g)	检出值范围 (WHO-TEQ pg/g 湿重)	标准值 (WHO-TEQ pg/g 湿重)	检出限 (WHO-TEQ pg/g 干重)
0.8~2.9	0.03~0.89	≤1.5	0.64

4 结 论

综合实验情况, 研究了酶联免疫方法快速定量检测大闸蟹中二噁英污染物的特点方法。与国标方法 GB 5009.205^[4]相比, 具有方便、快速、低成本的特性, 符合实验初衷。采用加速溶剂萃取方法提取, 酸性硅胶、复合硅胶柱、活性炭小柱配合加压设备净化分离, 优化了前处理过程, 缩短了检测时间, 将原来约 1 周的检测周期缩短到 4 天左右; 采用酶联免疫试剂盒定量检测, 避免了高分辨质谱等昂贵设备的投入, 降低了检测成本。作为一种方便、

快捷、低成本的二噁英检测方法, 适用于大闸蟹这种时令产品的检测, 具有较强的实用价值。

参考文献

[1] 顾成伟. 苏州阳澄湖大闸蟹产业化研究[D]. 武汉: 武汉轻工业大学, 2017.
Gu CW. Research of industrialization on suzhou yangchenghu crab [D]. Wuhan: Wuhan Polytechnic University, 2017.

[2] 张佳明, 陈国强, 牛纪元, 等. 水产品中二噁英污染研究进展[J]. 安徽农业科学, 2018, 46(22): 18-19, 33.
Zhang JM, Chen GQ, Niu JY, et al. Research progress on dioxin in aquatic

- products [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2018, 46(22): 18–19, 33.
- [3] 韩莹, 刘文彬, 邢颖, 等. 我国大闸蟹中二噁英类持久性有机污染物的暴露水平研究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(16): 4302–4307.
- Han Y, Liu WB, Xing Y, *et al*. Study on exposure levels of dioxin-like persistent organic pollutants in Chinese hairy crabs [J]. *J Food Safe Qual*, 2018, 9(16): 4302–4307.
- [4] GB/T 5009. 205–2013 食品安全国家标准 食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定[S].
- GB/T 5009. 205–2013 National food safety standard-Determination of toxic equivalencies of dioxin and dioxin like compounds in foods [S].
- [5] United States Environmental Protection Agency. Method 1613 tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by dilution HRGC/HRMS [S].
- [6] JIS K 0311: 2005 Method for determination of tetra-through octachlorodibenzo-p-dioxins, tetra-through octachloro dibenzofurans and dioxins-like polychlorinated biphenyls in stationary source emissions [S].
- [7] 陶涛, 丁洪流, 金萍. 我国大闸蟹中二噁英研究现状探讨[J]. *中国标准化*, 2019, 540(4): 171–173.
- Tao T, Ding HL, Jin P. Review on the analysis of dioxins in Chinese hairy crabs [J]. *Chin Stand*, 2019, 540(4): 171–173.
- [8] 马文鹏, 张秦铭, 张会强, 等. 我国环境二噁英监测现状分析[J]. *安徽农业科学*, 2014, 42(1): 191–192, 338.
- Ma WP, Zhang QM, Zhang HQ, *et al*. Environmental dioxin monitoring review in China [J]. *J Anhui Agri Sci*, 2014, 42(1): 191–192, 338.
- [9] HJ 77.2–2008 环境空气和废气二噁英类的测定同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法[S].
- HJ 77.2–2008 Ambient air and waste gas Determination of polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins(PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans(PCDFs) isotope dilution HRGC–HRMS [S].
- [10] 张正挺. 酶联免疫检测技术测定牛奶中青霉素含量试剂盒研制[D]. 杭州: 浙江大学, 2014.
- Zhang ZT. Determination of penicillin content in milk by ELLISA and preparation of ELLISA kits [D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2014.
- [11] DB 50/T427–2012 土壤、沉积物和固体废物二噁英类的筛查酶联免疫法[S].
- DB 50/T427–2012 Soil, Sediment and Solid Waste Screening of polychlorinated dibenzo-dioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) enzyme-linked immunoassay [S].
- [12] 高亮, 杨健, 张海军, 等. 利用EIA法快速筛查垃圾焚烧飞灰和烟气中的二噁英毒性水平[J]. *生态毒理学报*, 2007, 2(3): 352–358.
- Gao L, Yang J, Zhang HJ, *et al*. Rapid screening of dioxin TEQ in the flue gas and fly ash from solid waste incinerators by EIA [J]. *Asian J Ecotoxicol*, 2007, 2(3): 352–358.
- [13] GB/T 28643–2012 饲料中二噁英及二噁英类多氯联苯的测定同位素稀释-高分辨气相色谱/高分辨质谱法[S].
- GB/T 28643–2012 Determination of PCDD/Fs and dioxin-like PCBs in feeds–Isotope dilution HRGC/HRMS [S].
- [14] 欧小群, 马丽艳, 潘赛超, 等. 加速溶剂萃取技术在食品安全检测中的应用[J]. *中国食品学报*, 2018, 18(5): 222–231.
- Ou XQ, Ma LY, Pan SC, *et al*. Application of ASE in detection of food safety [J]. *J Chin Inst Food Sci Tech*, 2018, 18(5): 222–231.
- [15] 廖植藏, 罗明标, 李建强, 等. 食品中二噁英类化合物痕量检测研究进展[J]. *食品研究与开发*, 2011, 32(9): 231–235.
- Liao ZW, Luo MB, Li JQ, *et al*. Advances in the trace determination of dioxins in foods [J]. *Food Res Dev*, 2011, 32(9): 231–234.
- [16] 王向勇. 我国居民乳制品和鱼类中二噁英类化合物膳食暴露的研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2014.
- Wang XY. Study of the dietary exposure about like-dioxins in dairy product and fish for Chinese people [D]. Nanchang: Nanchang University, 2014.
- [17] European Commission. Commission recommendation of 11 september 2014 amending the annex to recommendation 2013/711/EU on the reduction of the presence of dioxins, furans and PCBs in feed and food [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



张长勇, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品质量检测。
E-mail: ziv2011@qq.com



丁洪流, 博士, 正高级工程师, 主要研究方向为食品质量检测。
E-mail: hollior@163.com