# QuEChERS-同位素稀释内标法-液相色谱-串联 质谱法快速测定饼干中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇

吴丹虹,周 敏,周婷婷,王川丕,黄荣博,钟寒辉,郭利攀,赵月钧,孙文闪\* (绿城农科检测技术有限公司,杭州 310052)

**摘 要:目的** 建立 QuEChERS-同位素稀释内标法-液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)快速测定饼干中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇。**方法** 样品加入 <sup>13</sup>C<sub>15</sub>-脱氧雪腐镰刀菌烯醇 同位素内标后,用水-乙腈(4/1, V/V)溶液提取、旋涡超声离心后,取上清液 2.0 mL 经 N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)吸附剂、C<sub>18</sub>吸附剂净化,净化液过滤膜,采用 LC-MS/MS 进行测定。**结果** 在优化的 实验条件下,脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检出限为 0.6 μg/kg,定量限为 2.0 μg/kg。在线性范围 0.4~50.0 μg/L 内,相 关系数为 0.9995。平均加标回收率为 82.1% ~ 92.3%,相对标准偏差 4.3%~6.6%(*n*=6)。**结论** 该方法简单、快速,可用于饼干中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇的快速测定。

关键词: QuEChERS; 同位素稀释内标法; 液相色谱-串联质谱法; 饼干; 脱氧雪腐镰刀菌烯醇

# Rapid determination of deoxynivalenol in biscuit by QuEChERS coupled with isotope dilution internal standard-liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WU Dan-Hong, ZHOU Min, ZHOU Ting-Ting, WANG Chuan-Pi, HUANG Rong-Bo, ZHONG Han-Hui, GUO Li-Pan, ZHAO Yue-Jun, SUN Wen-Shan<sup>\*</sup>

(Greentown Agricultural Testing Technology Co., Ltd., Hangzhou 310052, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the rapid determination of the deoxynivalenol (DON) in biscuit by QuEChERS and isotope dilution internal standard method coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** After adding isotope internal standard, the sample was extracted with water and acetonitrile solution (4/1, *V/V*). After vortex and ultrasound centrifugation, 2.0 mL supernatant was purified by N-primary secondary amine, (PSA) and C<sub>18</sub>, and then was filtrated by filtration membrane and determinated by LC-MS/MS. **Results** Under the optimized experimental conditions, the detection limit of DON was 0.6 µg/kg, and the limits of quantitation was 2.0 µg/kg. In the linear range of 0.4–50.0 µg/L, the correlation coefficient was 0.9995. The average recovery was 82.1%–92.3%, and the relative standard deviation (RSD) was 4.3%–6.6% (*n*=6). **Conclusion** This method is simple, accurate and reliable, which can be used for the rapid detection of DON in biscuit.

基金项目: 国家重点研发计划项目(2018YFC1602800)

Fund: Supported by National Key Research and Development Program Funding Project (2018YFC1602800)

<sup>\*</sup>通讯作者:孙文闪,工程师,主要研究方向为色谱质谱检测研究。E-mail: 627268600@qq.com

<sup>\*</sup>Corresponding author: SUN Wen-Shan, Engineer, Greentown Agricultural Testing Technology Co. Ltd, No.688, Bin an Road, Binjiang District, Hangzhou 310051, China. E-mail: 627268600@qq.com

**KEY WORDS:** QuEChERS; isotope dilution internal standard; liquid chromatography-tandem mass; biscuit; deoxynivalenol

# 1 引 言

脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)是镰刀 菌属(Fusarium)产生的一种 B 型单端孢霉烯族真菌毒素, 对动物和人都具有很强的致呕吐能力,因此又被称为呕 吐毒素(vomit toxin)。其主要存在于小麦、大麦、燕麦、 黑麦、玉米和大米等谷物及其制品中,在全球范围内具 有很高的污染率。DON 既能引起急性中毒也可造成慢性 损害,其中动物急性中毒主要表现为呕吐、拒食、体质量 降低和腹泻,人群 DON 急性中毒症状包括恶心、呕吐、 胃肠紊乱、头晕、头痛和腹泻;慢性中毒表现为摄食减 少、生长缓慢及血清免疫球蛋白水平改变[1.2]。各国都制 定了粮谷类产品中 DON 的限量标准, 欧盟将 DON 列为 三级致癌物,要求其含量应小于 1.0 mg/kg<sup>[2]</sup>。我国 GB 2761-2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》[3] 中规定了谷物及其制品中 DON 的限量为 1000 µg/kg。饼 干的主要原料是小麦面粉,再添加糖类、油脂、蛋品、乳 品等辅料,其 DON 污染来源主要通过原料小麦面粉中带 入。目前对饼干中 DON 检测的相关报道较少,因此,对 饼干中 DON 含量的检测具有十分重要的意义。

目前,脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测方法主要有薄层 色谱法<sup>[3]</sup>、酶联免疫法<sup>[4]</sup>、胶体金免疫层析法<sup>[5,6]</sup>、PCR 法<sup>[7]</sup>、免疫亲和柱净化-荧光分光光度计法<sup>[2]</sup>、液相色谱 法<sup>[8-14]</sup>、液相色谱-电联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)<sup>[15-19]</sup> 和气相色谱-质谱联用法<sup>[20]</sup>等。其中薄层色谱法灵敏度差 以及无法实现自动化,酶联免疫法抗原抗体制备困难,试 剂寿命短,而液相色谱-串联质谱法将液相色谱与质谱相 结合,可以同时进行定性判定和定量分析,而被广泛应 用。QuEChERS 法是目前广泛用于果蔬中的农药残留检 测的前处理方法。本研究将 QuEChERS 与同位素稀释内 标法相结合,采用 LC-MS/MS 法,建立了饼干中脱氧雪 腐镰刀菌烯醇的快速检测方法,以期为相关监管部门日 常监管工作提供参考。

# 2 材料与方法

## 2.1 仪器、试剂与样品

LC30A超高液相色谱8050三重四级杆质谱仪(配电喷 雾离子源,日本岛津公司);ST16R离心机(美国赛默飞世尔 公司);BSA2202S电子天平(德国赛多利斯公司); TALBOYS漩涡混合器(美国TALBOYS公司)。

脱氧雪腐镰刀菌烯醇(纯度≥98.4%)、脱氧雪腐镰刀

菌烯醇同位素 <sup>13</sup>C-DON 内标(200 mg/L)(美国 CATO 公司); 乙腈、甲醇(色谱纯, 美国 TIDE 公司); C<sub>18</sub>、N-丙基乙二胺 (primary secondary amine, PSA)(500 g, 天津博纳艾杰尔有 限公司); 实验中所用纯水均取自 Milli-Q 超纯水系统

各类饼干样品为市售。

# 2.2 实验方法

#### 2.2.1 样品提取

称取已制样均匀的样品 5.00 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 0.1 mL 的 4 mg/L<sup>13</sup>C-DON 同位素内标中间 液,振荡混匀后静置 30 min,加入 5 mL 纯水, 2500 r/min 旋涡 1min,再加入 20 mL 乙腈, 2500 r/min 涡旋荡 1 min, 超声波提取 20 min 后,8000 r/min 离心 3 min 取上清液待 净化。

## 2.2.2 样品净化

取上述待净化液 2 mL 至 15 mL 离心管,加入 C<sub>18</sub> 0.1 g, PSA 0.1 g, 2500 r/min 涡旋 30 s, 8000 r/min 离心 2 min, 上清液过 0.22 μm 混合膜,待上机进样。

2.2.3 标准溶液配制

称取脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准品,用甲醇溶解,配制 成 200 mg/L 标准储备液,4 °C 下保存待用。再将 200 mg/L 标准储备液稀释为 10 mg/L 的中间液,将 <sup>13</sup>C-DON 同位素 内标稀释为 4 mg/L 中间液。用甲醇将脱氧雪腐镰刀菌烯醇 稀释成浓度为 0.4、2、5、10、20、50 μg/L 标准溶液,含内 标 10 μg/L,现用现配。

2.2.4 色谱条件

色谱柱: 菲罗门 C<sub>18</sub> (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 进样量: 10.0 μL; 柱温: 30 ℃; 流动相:V(0.2%氨水):V(乙腈)=20:80; 等度洗脱; 流速: 0.20 mL/min; 运行时间: 6.0 min 。

2.2.5 质谱条件:

离子化模式: 电喷雾离子化; 扫描模式: 负离子扫描;

离子源接口电压: +4.0 kV; 雾化气: 氮气 3.0 L/min; 干燥气: 氮气 10 L/min; 加热气: 氮气 10 L/min; 碰撞气: 氩气; 脱溶剂管温度: 250 ℃; 加热模块温度: 400 ℃; 接口 温度: 300 ℃; 测定模式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)。其余相关质谱参数见表 1。

### 3 结果与分析

#### 3.1 方法的优化

#### 3.1.1 提取溶剂的选择

DON 分子结构中含有多个羟基,呈现亲水性,易溶 于水和极性有机溶剂。分别以水、甲醇、乙腈、甲醇和水、 乙腈和水为提取溶剂,测定各溶剂对脱氧雪腐镰刀菌烯

第11卷

表 1 脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其内标的质谱条件参数 Table 1 MS conditions of DON and <sup>13</sup> C-DON										
化合物	保留时间/min	离子对 ( <i>m</i> /z)	驻留时间 /ms	Q1-偏转电 压/V	碰撞能量 /V	Q3-偏转电 压/V				
DON	1.500	295.0/265.0*	30	-20.0	-12.0	-15.0				
		295.0/138.0	30	-14.0	-16.0	-11.0				
<sup>13</sup> C-DON	1.501	310.0/279.0	30	-21.0	-14.0	-16.0				
注:*定量离子对。										

醇回收率的影响,同时考察提取液中杂质对它们的干扰。 结果表明,脱氧雪腐镰刀菌烯醇在乙腈中有很好的溶解度, 并且采用高比例有机溶剂提取可显著减少饼干类样品中水 溶性大分子干扰物质。同时考虑 QuEChERS 的适用提取剂, 本研究选择乙腈+水(80:20, V/V)作为提取溶剂,该提取溶 剂对目标物质有较好的提取效果,既能保障回收率又能很 好消除杂质对目标物的干扰。

3.1.2 提取溶剂体积的选择

本研究采用乙腈+水(80:20, V/V)作为提取溶剂,通过 比较不同体积(10、12、15、20、25、30 mL)的提取溶剂对 回收率的影响,结果如图 1 所示。可知用 25 mL 提取溶剂 提取一次所得回收率已完全满足分析要求。当提取溶剂体 积太小,溶剂和样品的接触面积不够,回收率低,提取溶 剂体积太大,样品的稀释倍数过大,方法灵敏度下降。



图 1 不同体积溶剂提取效果的比较(n=6) Fig.1 Comparison of extraction results with different solvents volume(n=6)

#### 3.1.3 吸附剂的选择

本文对净化小粉进行研究,以样品提取液的净化效 率和 DON 的加标回收率为主要指标,比较了不同的吸附 剂(包括 PSA、C<sub>18</sub>、中性氧化铝、酸性氧化铝、碱性氧化 铝、弗罗里硅土)对饼干样品基质的净化效果和对 DON 的 吸附情况。

称取 5.00 g 空白饼干样品加标回收, 按 2.2.3 实验步 骤进行提取, 提取液均分为若干等分(每份 2 mL), 分别加 入等量各类吸附剂, 剩余 1 份不进行净化。从 7 次实验的 均值发现, 不同吸附剂对含有 DON 样品提取液净化效果 不同。PSA 和 C<sub>18</sub> 按一定比例合用其净化效果最好, 饼干 基质去除率达 87%以上。

另外,吸附剂粉末用量是影响前处理净化效果和回收率的重要因素。如果加的太多,导致 DON 的吸附,影响 了回收率;如果添加少了,杂质去除效果不佳,如脂肪等 杂质。通过以上实验最终确定吸附剂粉末的用量为: PSA C<sub>18</sub>均为 0.1 g。

3.1.4 色谱条件的优化

研究比较了 C<sub>18</sub>、HILIC、T<sub>3</sub>、ODS 柱等不同极性色 谱柱对 DON 的响应值,结果表明, DON 分子结构中含有多 个羟基,呈现亲水性,采用 C<sub>18</sub> 反向色谱柱分离时,对 DON 有较高的响应值,且峰形较尖锐,无干扰。采用不同 比例的甲醇/水、甲醇/氨水、甲醇/乙酸铵溶液、乙腈/水、 乙腈/乙酸铵溶液、乙腈/氨水溶液等混合溶剂体系进行预 试验,结果显示:乙腈+0.2%氨水溶液为流动相时响应较 高,峰形对称,同时考虑和提取液相同溶剂,以乙腈+0.2% 氨水溶液(体积比为 80:20)等度洗脱时,能获得较好的色谱 峰,见图 2。

#### 3.2 方法学验证

3.2.1 标准曲线、线性范围、检出限以及定量限

在经过优化的实验条件下,以峰面积对 DON 浓度作标准曲线。在 0.4~50.0 μg/L 范围内,线性回归方程为 *Y*=31578*X*-436,相关系数 0.9995,线性关系良好。以 3 倍 信噪比(*S*/*N*)为检出限(limit of detection, LOD),以 10 倍信 噪比为定量限(limit of quantitation, LOQ),得出方法检出 限为 0.6 μg/kg,定量限为 2.0 μg/kg,表明该方法的检出限 低,灵敏度高。

3.2.2 方法的回收率、精密度

取空白的样品 18 份,每份 5.00 g,加标浓度分别为 1 倍定量限,2 倍定量限,10 倍定量限,每个浓度 6 个平 行,测定回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD),不同添加浓度回收率及精密度见表 2。 从表 2 可以看出:本方法的提取回收率在 82.1%~92.3% 之间,RSD 小于 7.0%,符合我国国家标准 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》<sup>[21]</sup> 中被测组分含量小于 0.1 mg/kg 时回收率在 60%~120% 和精密度小于 15%的要求。



图 2 脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其内标标准样品图 Fig.2 Total ion chromatogram of DON and <sup>13</sup>C-DON

表 2 回收率和精密度实验结果(%)(n=6) Table 2 The experimental results of the spike recovery and RSD(%)(n=6)

	添加浓度/(µg/kg)								
化合物	2.0		4.0		20.0				
	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD			
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	82.1	6.6	88.4	5.5	92.3	4.3			

3.2.3 饼干样品基质干扰情况

在对不同饼干样品的检测中发现:虽然饼干样品基 质较为复杂,但通过净化离心和 LC-MS/MS 联用检测,能 基本满足要求,不同饼干样品的基质效应和干扰对该方法 没有显著的影响,同时该方法也能适用于各类饼干样品的 检测。饼干空白样品加标图见图 3。

#### 3.2.4 实际样品的测定

运用本研究的方法对不同饼干样品中脱氧雪腐镰刀 菌烯醇进行检测。通过对实际样品的检测结果分析,饼干 中 DON 检出率相对较低,但部分检出,检出样品中浓度在 130~860 µg/kg 范围内,可以安全食用。





Fig.3 Total ion chromatogram of blank Potato spiked DON and <sup>13</sup>C-DON(0.02 mg/kg)

# 4 结论与讨论

本研究建立并优化了 QuEChERS-同位素稀释内标法 -LC-MS/MS 快速测定饼干中 DON 的方法。通过对前处理 条件、色谱、质谱条件进行优化,达到较高的灵敏度,检 出限为 0.6 µg/kg,定量限为 2.0 µg/kg,同时方法具有较高 准确度。该方法能很好地满足不同饼干中 DON 的分析要 求,在实际检测中具有较强的实用性,成本低,为食品安 全监管部门提供技术支撑。

### 参考文献

 伍力,尹杰,冯泽猛,等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇毒理作用研究进展[J]. 生态毒理学报, 2013, 8(3): 331-337.
 Wu L, Yin J, Feng ZM. *et al.* Progress in the study of deoxynivalenol

toxicology of *Fusarium deoxysnow* [J]. Asian J Ecotoxicol, 2013, 8(3): 331–337.

[2] 樊平声,沙国栋,沈培银,等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇毒性和检测方法研究进展[J]. 检验检疫学刊,2010,20(1): 39-41.

Fan PS, Sha GD, Shen PY, *et al.* Research progress on the toxicity and detection methods of enol of *Fusarium deoxysnow* [J]. J Inspect Quar, 2010, 20(1): 39–41.

- [3] 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-Limits of fungal toxins in food [S].
- [4] 王丹,张正征,李娜,等. 我国部分地区谷物中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含 量检测分析[J]. 国外医学地理分册, 2019, 40(2): 105–107.
   Wang D, Zhang ZZ, Li N, *et al.* Detection and analysis of enol content of *Fusarium* deoxidizae in grain in some areas of China [J]. Foreign Med Geogl Booklet, 2019, 40(2): 105–107.
- [5] 牟钧, 陈昱, 杨军, 等. 胶体金免疫层析法快速测定玉米和小麦中脱氧 雪腐镰刀菌烯醇[J]. 粮油食品科技, 2012, 20(1): 34–35. Mou J, Chen Y, Yang J, *et al.* Rapid determination of deoxyfusarium alenol in corn and wheat by colloidal gold immunochromatography [J]. Grain Oil Food Technol, 2012, 20(1): 34–35.
- [6] 邸天梅.小麦赤霉病粒与脱氧雪腐镰刀菌烯醇的含量分析[J]. 粮食科 技与经济, 2019, 44(2): 63-65.
   Di TM. Content analysis of wheat scab granules and enol of *Fusarium*

deoxidizae [J]. Food Sci Technol Econ, 2019, 44(2): 63 – 65.
[7] 江东健,罗秀儿,何庆华,等. 基于噬菌体展示纳米抗体的绿色免疫 PCR 检测脱氧雪腐镰刀菌烯醇[J]. 食品科学, 2019, 40(8): 256–261.
Jiang DJ, Luo XE, He QH, *et al.* Detection of deoxy *Fusarium fulminum*

enol by green immunoper based on phage display nano antibody [J]. Food Sci, 2019, 40(8): 256–261.

[8] 武伦玮,岳虹,陈静,等.高效液相色谱测定乳制品、谷物粉及饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物[J].乳业科学与技术,2019,42(1):23-26.

Wu LW, Yue H, Chen J, *et al.* Determination of enol and its acetylated derivatives in dairy products, cereal powder and feed by high performance liquid chromatography [J]. Dairy Sci Technol, 2019, 42(1): 23–26.

[9] 王丽君,禹洁,苏阿龙,等.高效液相色谱法测定粮谷类中脱氧雪腐镰 刀菌烯醇[J].中国酿造,2017,36(6):179–182. Wang LJ, Yao J, Su AL, *et al*. Determination of deoxyfusarium deoxidizae enol in grain by high performance liquid chromatography [J]. Chin Brew, 2017, 36(6): 179–182.

[10] 刘旭,李尧,龚珊,等. 液相色谱法测定谷物中脱氧雪腐镰刀菌烯醇
 [J]. 粮食加工,2010,35(6):92-94.

Liu X, Li Y, Gong S, *et al.* Determination of deoxyfusarium deoxidizae enol in cereals by liquid chromatography [J]. Food Process, 2010, 35(6): 92–94.

- [11] 张小永,李永霞. 超高效液相色谱法测定小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的研究[J]. 粮食与食品工业, 2018, 25(1): 73–75.
   Zhang XY, Li YX. Study on the determination of deoxidized *Fusarium* rot enol in wheat by ultra-high performance liquid chromatography [J]. Cere Food Ind, 2018, 25(1): 73–75.
- [12] 郭健, 王郑平, 曹阳, 等. 高效液相色谱法测定粮食中的脱氧雪腐镰刀 菌烯醇[J]. 粮食与食品工业, 2014, 21(6): 87–94.
  Guo J, Wang ZP, Cao Y, *et al.* High performance liquid chromatography (HPLC) for the determination of deoxidized *Fusarium* rot enol in grain [J]. Cere Food Ind, 2014, 21(6): 87–94.
- [13] 莫晓嵩,黄伟.高效液相色谱法测定小麦中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇[J]. 现代面粉工业, 2011, 1(1): 27–29.
   Mo XS, Huang W. Determination of deoxyfusarium deoxidizae enol in wheat by high performance liquid chromatography [J]. Mod Flour Mill Ind, 2011, 1(1): 27–29.
- [14] 张羽, 唐亚芳, 王烨曼. 免疫亲和柱净化高效液相色谱法与酶联免疫 吸附法测定小麦中脱氧雪腐镰刀茵烯醇[J]. 粮食与油脂, 2016, 29(6): 78-81.

Zhang Y, Tang YF, Wang YM. Determination of dioxane in wheat by high performance liquid chromatography (HPLC) with immunoaffinity column and enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) [J]. J Cere Oils, 2016, 29(6): 78 –81.

- [15] 刘拉平,刘朝震,武瑜,等. SPE-HPLC-MS/MS测定粮食中玉米赤霉烯 酮和脱氧雪腐镰刀菌烯醇[J]. 中国粮油学报, 2016, 31(4): 142–146. Liu LP, Liu ZX, Wu Y, *et al.* Determination of corn gibberelone and deoxyfusarium stenol in grain by SPE-HPLC-MS/MS [J]. J Chin Cere Oil Ass,2016, 31(4): 142–146.
- [16] 邹忠义, 贺稚非, 李洪军, 等. 畜禽产品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇和 T-2 毒素残留分析[J]. 食品科学, 2013, 34(14): 208–211.
   Zou ZY, He ZF, Li HJ, *et al.* Analysis of residue of enol and T-2 toxin in livestock and poultry products [J]. Food Sci, 2013, 34(14): 208–211.
- [17] 沈祥广,李维铖,古小燕,等. 液相-电喷雾质谱法测定饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的残留量[J]. 广东农业科学, 2012, 11(3): 185–193.
  Shen XG, Li WC, Gu XY, *et al.* Determination of residue of enol in feed by liquid-electrospray mass spectrometry [J]. Guangdong Agric Sci, 2012, 11(3): 185–193.
- [18] 李维钺, 沈祥广, 刘戎, 等. 液相色谱-串联质谱法测定猪可食性组织中脱氧雪腐镰刀菌烯醇残留量的方法研究[J]. 华南农业大学学报, 2013, 34(1): 101–105.
  Li WR, Shen XG, Liu R, *et al.* Determination of residue of enol in edible pig tissues by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J South China Agric Univ, 2013, 34(1): 101–105.
- [19] 姚霞, 聂立, 兰瑞容, 等. 液相色谱法和液质联用法检测玉米中的脱氧
   雪腐镰刀菌烯醇的比较[J]. 中国酿造, 2019, 38(1): 164–169.
   Yao X, Nie L, Lan RR, *et al.* Comparison of liquid chromatography and

liquid-mass method for determination of deoxidized *Fusarium* deoxidizae enol in corn [J]. China Brew, 2019, 38(1): 164–169.

- [20] 王娅琴,赵谋明,赵海锋. 固相萃取-气相色谱-质谱联用法测定酱油中 脱氧雪腐镰刀菌烯醇[J]. 食品与发酵工业, 2012, 38(6): 157–160.
   Wang YQ, Zhao MM, Zhao HF. Determination of deoxy *Fusarium* enol in soy sauce by solid phase extraction, gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Ferment Ind, 2012, 38(6): 157–160.
- [21] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
   GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].

(责任编辑:李磅礴)



吴丹虹,助理工程师,主要研究方向 为食品检测。 E-mail: 563747388@qq.com



孙文闪,硕士,工程师,主要研究方向 为色谱质谱分析。 E-mail: 627268600@qq.com