

# 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的前处理及检测方法 研究进展

李 妍<sup>1</sup>, 赵长梅<sup>2</sup>, 闫 蕊<sup>2\*</sup>

(1. 黑龙江省质量监督检测研究院, 哈尔滨 150050; 2. 哈尔滨师范大学化学化工学院, 哈尔滨 150025)

**摘 要:** 小麦和谷物制品作为我国餐桌上的主要饮食, 常受到各种真菌的污染并产生毒素。尤其是脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON), 属 B 型单端孢霉烯族化合物, 主要由镰刀菌在侵染小麦等禾谷类作物或者贮存的过程中产生, 温润的环境更促使 DON 的产生, 具有细胞毒性和致癌性, 影响人和动物的健康。目前从国家市场监督管理总局等媒介获悉, 小麦和谷物制品中的 DON 的污染率和水平较高, 形势较为严峻。因此, 为了在市场监督管理总局的监管下能更好地保证食品安全, 采用更高效、简单、快速的前处理和检测技术是重中之重。本文对 DON 的前处理和检测方法进行了系统阐述, 并对新兴检测技术的亮点及其潜在应用价值进行了讨论分析, 以期对 DON 的食品监管工作提供参考。

**关键词:** 脱氧雪腐镰刀菌烯醇; 食品监管; 前处理; 检测方法

## Research progress on pretreatment and detection methods of deoxynivalenol

LI Yan<sup>1</sup>, ZHAO Chang-Mei<sup>2</sup>, YAN Rui<sup>2\*</sup>

(1. Academy of Quality Inspection and Research in Heilongjiang Province, Harbin 150050, China; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Harbin Normal University, Harbin 150025, China)

**ABSTRACT:** Wheat and grain products, as the main diet on the table of Chinese, are often contaminated by various fungi and produce toxins. Deoxynivalenol (DON), in particular, is a monopterylic compound, mainly produced by Fusarium in the infection of wheat and other cereal crops or storage process, warm and moist environment more promote the generation of DON, has cytotoxicity and carcinogenicity, affecting the health of people and animals. At present, it has been learned from the website of the State Market Supervision and Administration and other media that the pollution rate and level of DON in wheat and cereal products are high, and the situation is relatively serious. Therefore, in order to better ensure food safety under the supervision of the State Administration for Market Regulation, it is a top priority to adopt more efficient, simple and rapid pretreatment and detection technology. This paper systematically described the pretreatment and detection methods of DON, and discussed and analyzed the highlights and potential application value of emerging detection technologies, in order to provide reference for food supervision work of DON.

**KEY WORDS:** deoxynivalenol; food supervision; pretreatment; detection method

基金项目: 黑龙江省自然科学基金项目(LH2020B012)

Fund: Supported by the Province Natural Science Foundation of Heilongjiang (LH2020B012)

\*通信作者: 闫蕊, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品安全分析检测、样品前处理研究。E-mail: yanrui-1981@163.com

\*Corresponding author: YAN Rui, Ph.D, Associate Professor, College of Chemistry and Chemical Engineering, Harbin Normal University, Harbin 150025, China. E-mail: yanrui-1981@163.com

## 0 引言

小麦和谷类制品作为中国人餐桌上的传统饮食,其安全问题吸引着广泛的关注。而在这些制品中常能检测出各种真菌毒素,其中禾谷镰刀菌和黄色镰刀菌等真菌侵染谷物后能产生一种呕吐毒素——脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)<sup>[1]</sup>。

DON 是一种单端孢霉烯族毒素<sup>[2]</sup>,化学名为 3 $\alpha$ ,7 $\alpha$ ,15-三羟基-12,13 环氧单端孢酶-9-烯-8-酮,分子式为 C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub>,相对分子量为 296.32,结构为图 1。其化学性质稳定,具有耐热、耐压、耐酸、耐储存等稳定性<sup>[3]</sup>,在加工过程中也很难被破坏,一直是粮食生产加工过程中的重要隐患。

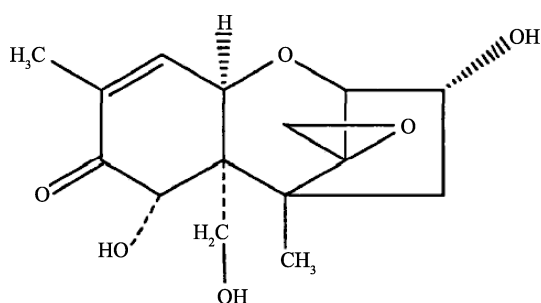


图1 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的结构

Fig.1 Structure of deoxynivalenol

不仅我国, DON 污染小麦及谷物制品在全球范围内易多发,是世界性难题。许多针对 DON 污染特征的研究<sup>[4-6]</sup>显示主要诱因是谷物在田间受到禾谷镰刀菌等真菌侵染,导致小麦发生赤霉病和玉米穗腐病,在适宜的气温和湿度等条件下繁殖并产生 DON<sup>[7]</sup>。在后续贮藏和加工过程中湿润的环境还会促使 DON 的激增<sup>[8-9]</sup>,所以在中国沿淮地区以及长江中下游地区 DON 污染较为严重<sup>[10]</sup>。DON 具有细胞毒性和致癌性,易引起呕吐、胃肠炎、腹泻、免疫抑制和血液病等<sup>[11-14]</sup>,被国际癌症研究机构(International Agency for Research on Cancer, IARC)列为第 3 类致癌物<sup>[15]</sup>。世界卫生组织食品添加剂联合专家委员会(Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives, JECFA)第 56 次会议将 DON 的每日最大耐受量定为 1  $\mu\text{g}/(\text{kg bw}\cdot\text{d})$ 。此后, JECFA 提出,针对 DON 及其衍生物的急性毒性参考剂量为 8  $\mu\text{g}/(\text{kg bw}\cdot\text{d})$ 。欧盟法规规定,作为口粮的小麦及谷物制品, DON 含量不得超过 750  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>[16]</sup>,我国 GB 2761—2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》规定了小麦、麦片和小麦粉中呕吐毒素的限量均为 1000  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,超标的小麦及其制品不能作为储备粮也不能进入市场<sup>[17]</sup>。

近些年,食品安全的重要性促使食品监管工作的不断加强,从国家市场监督管理总局网站据悉,国家和各省市市场监督管理局在 2015—2020 年面粉的质量抽查数据显示,小麦粉中 DON 量超标最突出,占比高达 76.60%<sup>[18]</sup>,2017

年安徽食品药品监督管理局组织的食品抽检工作中就有 1 批次小麦粉 DON 检出且含量超标 5 倍。同年内蒙古地区也有 2 批次小麦粉中 DON 检出超标 2 倍。2018 年湖北省又有 1 批小麦粉中 DON 检出超标 2 倍<sup>[19]</sup>。其他相关调查研究也显示 DON 污染的严重,任淑艳等<sup>[20]</sup>调查分析了 2014—2018 年黑龙江省小麦和小麦粉中 DON 的污染水平,研究发现小麦及小麦粉中 DON 的检出率均为 100%,但是低于我国限量标准。同时发现温暖湿润的环境更利于真菌的生长从而增加了 DON 含量,小麦粉中的含量大于小麦也说明了运输和储存过程的重要性。冯荣虎等<sup>[21]</sup>对 2019 年深圳市面制品中的 DON 进行了风险监测,结果表明 7 个大类 1513 批次面制品中 DON 检出率在 3.9%~51.6%范围。李孟聪等<sup>[22]</sup>调查了 2020 年广东省动物饲料中 DON 的含量,结果同样显示 DON 的阳性样本均为 80%以上,说明食品污染形势较为严峻。由于 DON 污染率和污染水平较高,并且在全世界范围内广泛存在。因此快速有效地对食品中尤其是谷物及其制品中 DON 的提取和检测是非常重要的。本文将对以谷物及其制品为主的食品中的 DON 前处理和检测方法进行综述,前处理围绕以固相萃取、磁性固相萃取、多功能柱、免疫亲和柱、分子印迹技术和免疫超滤等方法,比较其中的优缺点;检测技术则围绕薄层色谱、酶联免疫、生物传感器、红外光谱、气相色谱、液相色谱和液相色谱-串联质谱等方法,通过对各种检测方法的比较发现大型仪器检测成本高,检测周期长和对前处理要求高,但是灵敏度、精密度和准确度较高。酶联免疫等快速检测方法则存在虽然检测便携、周期短,但容易出现假阳性等情况。未来在提高快速检测方法准确度的同时,可以将快速检测与大型仪器相结合,通过快速检测进行初筛,阳性样品则通过大型仪器复测,保证测试结果的快速准确。希望通过比较多种前处理方法及检测手段,对食品中 DON 监测或者标准制定等工作提供参考。

## 1 样品前处理研究进展

DON 的样品前处理就是要保证目标物质被有效地提取,再经过净化、浓缩富集到一定比例。目的是去除干扰,降低方法的检出限。所以前处理技术非常重要,接下来将阐述目前比较常见的几种前处理技术,包括固相萃取、多功能柱净化、免疫亲和柱、分子印迹和免疫超滤等方法。

### 1.1 固相萃取

固相萃取技术(solid-phase extraction, SPE)是基于 SPE 固体填料与样品中的目标物化合物产生各种作用力,将目标物与样品基质分离,再用洗脱液洗脱,达到分离和富集目标化合物的目的。固相萃取是结合了净化与富集双重功效,在样品前处理方法中占有非常重要的地位<sup>[23]</sup>。目前用于净化 DON 的固相萃取柱主要有硅胶柱、florisil 柱、C<sub>8</sub> 或 C<sub>18</sub> 反相固相萃取柱、离子交换柱等。罗颖鹏等<sup>[24]</sup>比较了

MycoSep227<sup>#</sup>和 Bond Elut Mycotoxin (BEM)固相萃取柱。发现 BEM 柱净化效果最好,回收率高达 90.1%~106.2%。王丽娟等<sup>[25]</sup>利用 Clenert PEP (60 mg/3 mL)固相萃取小柱处理糕点中的 DON,回收率大于 70%。吴琴燕等<sup>[26]</sup>针对麦粒样品采用 WondaSep 石墨化碳-氨基柱净化,有效地去除了黄色素。SPE 作为一种成熟的样品前处理方法,能够降低样品基质干扰、富集 DON、提高检测灵敏度,在食品安全检测中得到了广泛的应用。但是这个方法常用于单一或同类真菌毒素的样品前处理,存在操作复杂、耗时、成本高等缺点。

## 1.2 磁性固相萃取

磁性固相萃取技术(magnetic solid phase extraction, MSPE)是一种以磁性材料作为吸附剂的固相萃取技术,过程如图 2 所示,萃取过程通过磁性吸附剂与样品中目标分析物的吸附作用,使得在外部磁场作用下目标分析物更容易与样品基质分离,最终从磁性吸附剂上洗脱下来后用于仪器检测<sup>[27-29]</sup>。这项技术克服了传统固相萃取技术在过柱操作中耗时的缺点,同时萃取效率更高,并且基于磁性吸附剂可重复利用的特质,分析检测的成本也大大地降低。KARAMIOSBOO 等<sup>[30]</sup>以 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>为磁性吸附剂,研究了其对小麦粉中 DON 的萃取性能,该方法通过一步操作将提取净化同时完成。相比较免疫亲和层析净化方法,具有操作简单、萃取时间短、有机溶剂用量少、成本低等优点。LEE 等<sup>[31]</sup>将 DON 单克隆抗体修饰在磁性纳米颗粒上,应用于动物饲料中 DON 的萃取。该方法整个过程仅需 5 min 左右,为动物饲料及食品中真菌毒素的检测提供了一种新途径。

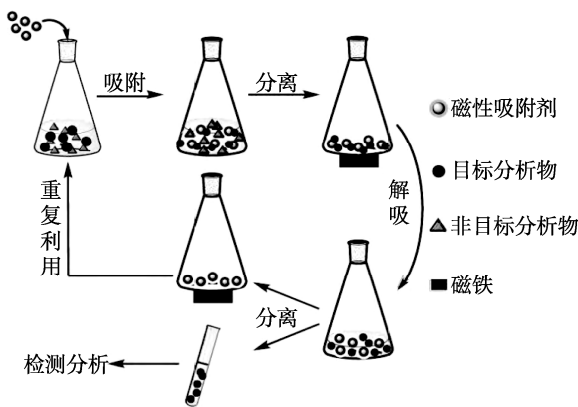


图 2 磁性固相萃取过程示意图

Fig.2 Schematic diagram of MSPE procedure

## 1.3 多功能柱

多功能柱(multifunctional column, MFC)是一种特殊的固相萃取小柱,一般以极性、非极性以及离子交换为基团组成填充剂,可选择性吸附样品溶液中蛋白质、脂类等杂质, DON 可以直接通过<sup>[32]</sup>。其操作简单,30 s 就可以完成整个步骤,可同时净化多种毒素,检测成本低、回收率高。

MASAYOSHI 等<sup>[33]</sup>利用多功能净化柱对谷物中 20 种毒素进行纯化,回收率在 71%~106%范围内。MycoSpin 400<sup>[34]</sup>、MycoSep 226<sup>[35]</sup>、MycoSep 225<sup>[36]</sup>等多功能柱都适用于 DON 及其衍生物的测定,同时获得较好的方法回收率和重现性。只是 MFC 虽然适用于多种毒素,且操作简单,但对复杂基质的样品净化效果不佳。

## 1.4 免疫亲和柱

免疫亲和柱(immunoaffinity column, IAC)利用抗原和抗体的特异性结合,使抗体与凝胶共价结合,填充柱子。将样品提取液流过免疫亲和柱,非目标化合物会沿柱流下。最后用洗脱液对柱子进行洗脱,就能得到纯化后的样品<sup>[37]</sup>。IAC 层析净化具有高速、高效、选择性好等优点。

赵芳<sup>[38]</sup>利用 IAC 进行净化,测试结果符合 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》中关于免疫亲和柱层析测定谷物及其制品中 DON 的规定,可以满足小麦粉及其制品中 DON 的检测需求。沈萍等<sup>[39]</sup>采用 IAC 净化样品,适合大批量玉米等粮食作物的检测。但是 IAC 柱的价格相对偏高,使其在实际应用中会受到一定的限制。

## 1.5 分子印迹技术

分子印迹技术(molecular imprinting technology, MIT)的核心是制备分子印迹聚合物(molecularly imprinted polymers, MIPs),将印迹分子与合适的功能单体及交联剂混合使之相互作用并将其聚合,再用适当的方法将印迹的分子去除,得到的聚合物即为分子印迹聚合物<sup>[40-41]</sup>。CHOI 等<sup>[42]</sup>在 DON 分子存在的情况下,将吡咯通过电聚合到裸金芯片上制备了分子印迹聚吡咯(MIPPy)薄膜,然后使用乙腈、甲醇和氯仿对薄膜进行连续洗涤,以去除聚合物中夹带的 DON 分子和其他杂质。NATALIA 等<sup>[43]</sup>选择 BSA 作为生成 2 种化合物特异性结合位点的支架。利用荧光二氧化硅涂层量子点作为标记,实现了小麦和玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇和玉米赤霉烯酮的多重免疫吸附分析。

## 1.6 免疫超滤

免疫超滤(immune ultrafiltration, IUF)是在一个装有膜的超滤装置中进行的,将样品提取液与过量的抗体混合后,通过离心,去除足够小到可以通过膜的未结合的基质化合物、非特异性结合的杂质,使得抗原-抗体复合物被解离,再通过有机改性剂,使分析物从抗体中分离<sup>[44-45]</sup>。

BÖHM 等<sup>[46]</sup>首次将 IUF 作为一种净化策略在食品分析中应用,利用超滤设备高选择性地提取了玉米中的 DON,该方法的平均回收率为 93%,标准偏差为 10%。与免疫亲和层析相反,在 IUF 中,抗体不与固体支持物结合,而是以游离形式使用,结果证明 IUF 纯化与使用市售免疫亲和柱进行的纯化具有相同的选择性。

## 1.7 QuEChERS

QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)是近年来国际上最常用于农产品快速检测的一项技术。ARRACHÉ 等<sup>[47]</sup>针对巴西的小麦中 DON 的分析。利用硫酸镁和氯化钠进行第一步纯化,再利用硫酸镁和 C<sub>18</sub>二次净化,获得低于法规规定的最大限值。AMIRAHMADI 等<sup>[48]</sup>优化了 MgSO<sub>4</sub> 和乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)的最佳配比,发现 1:0.3 (m:m)的比例最佳,获得较好的检出限和定量限。HE 等<sup>[49]</sup>利用 QuEChERS 提取试剂盒,使得前处理时间缩短至 10 min 以内,此方法检测出 DON 的检出限(limit of detection, LOD)为 17.31 ng/mL,可用于实时、大规模地筛查微量的 DON。JETTANAJIT 等<sup>[50]</sup>在开发 QuEChERS 方法时,优化了 4 种盐(硫酸镁、氯化钠、柠檬酸钠二水合物和柠檬酸钠二水合物)和混合吸附剂(十八烷基硅烷、一级和二级胺和硅吸附剂)比例,达到很好的净化富集效果。该方法检出限达到 1.4~25 μg/kg,低于欧盟规定的限值 200~1750 μg/kg,回收率为 81%~101%。

从上述前处理方法可以看出最常用的前处理方法是基于固相萃取原理而衍生出来的,但是对于复杂基质中的 DON 纯化效果不佳。所以为了克服这些缺点,新的前处理方法如分子印迹、免疫超滤等正在不断地被探索出来。表 1 展示了不同前处理方法的基本原理,以及其在处理过程中的优缺点。

## 2 检测分析方法研究进展

### 2.1 薄层色谱法

薄层色谱法(thin layer chromatography, TLC)是最早用

于检测 DON 的一种方法,通过多次的吸附、解吸附这一过程,从而达到互相分离的目的。DON 本身没有荧光,通常用 AlCl<sub>3</sub> 喷雾能产生蓝色荧光,薄层板展开后常用此方法进行检测<sup>[51]</sup>。根据 GB/T 8381.6—2005《配合饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 薄层色谱法》中利用 TLC 可以检测到饲料中 DON 的检出限为 1 mg/kg。

姜云晶等<sup>[52]</sup>和魏润蕴等<sup>[53]</sup>使用 TLC 对 DON 进行分析,也能达到较好的检出限和回收率。但是 TLC 法操作烦琐、污染大,属于半定量测定,无法对 DON 准确检测。

### 2.2 酶联免疫检测

酶联免疫检测(enzyme linked immunosorbent assay, ELISA)是常见的抗体或抗原测定方法。因为 ELISA 技术具有敏感性高、特异性高、快速方便、不需要昂贵仪器设备等优点,在真菌毒素的微量分析中得到了广泛应用。

王丹等<sup>[54]</sup>利用 ELISA 技术测定了我国部分地区面粉、玉米、黄豆、绿豆等各类粮食谷物中的 DON 的污染情况。测定结果表明玉米、面粉存在超出国家标准 1000 μg/kg 的情况。SANDERS 等<sup>[55]</sup>为筛选小麦和麦尘中的 DON 开发了一种样品制备方法,针对 ELISA 与基于传感器的表面等离子体共振(surface plasmon resonance, SPR)和生物膜层干涉(biolayer interferometry, BLI) 3 种技术,在灵敏度、亲和力和基体效应方面进行了比较,并对 ELISA 和 BLI 方法进行了验证。发现验证过的 ELISA 方法在对 16 个小麦批次及其相应的麦尘样品的小规模调查中,方法学线性结果良好。孙亚宁等<sup>[56]</sup>研究制备了高灵敏度的 DON 单克隆抗体,

表 1 不同前处理方法的比较  
Table 1 Comparison of different pretreatment methods

方法	吸附原理	吸附剂种类	优点	缺点
固相萃取	范德华力, 分子间氢键以及静电吸附	HLB、C <sub>18</sub> 、C <sub>8</sub> 等	降低样品基质干扰、富集 DON、提高检测灵敏度, 在食品安全检测中得到了广泛的应用	常用于单一或同类的样品前处理过程, 存在操作复杂、耗时、成本高等缺点
磁性固相萃取	磁性吸附	一般由铁矿物, 以及铁氧化物组成	操作简单、萃取时间短、有机溶剂用量少、成本低、可重复利用	磁性纳米颗粒容易团聚、氧化, 从而影响自身的磁性, 同时对复杂样品中基质中的目标分析物吸附作用力弱, 一般也缺少选择性
多功能柱	极性吸附、离子交换吸附	极性, 非极性以及离子交换等基团	操作简单, 可同时净化多种毒素, 检测成本低, 回收率高	对复杂基质的样品净化效果不佳
免疫亲和柱	抗原和抗体的特异性结合	抗体与凝胶共价结合	高速、高效、选择性好	DON 的相对分子质量较小, 属弱免疫物质, 容易出现交叉反应; IAC 柱的价格相对偏高, 使其在实际应用中会受到一定的限制
QuEChERS	极性吸附	PSA、C <sub>18</sub> 、石墨化碳黑等	回收率高、精确度和准确度高、溶剂使用量少、操作简便	基质效应明显、净化效果不佳、灵敏度低
分子印迹	酶-底物或抗体-抗原之间的相互作用	分子印迹聚合物	MIP 具有很好选择性, 并且耐高温、耐酸碱和有机溶剂	吸附容量低, 富集低, 识别目标样品容易受溶剂的影响, 在水溶液中的选择性比较差
免疫超滤	抗原与抗体相结合	抗体以游离形式存在	使用起来更方便, 选择性高、回收率高	存在膜污染等问题, 导致膜渗透性下降, 增加成本

并建立了间接竞争 ELISA 快速检测方法。研制的间接竞争 ELISA 检测方法灵敏度高、结果可靠,可进一步应用于小麦等谷物样品中 DON 污染的检测,为 DON 的免疫学检测技术研发奠定基础。ELISA 虽然操作简便、灵敏度较高,但特异性较差,容易出现假阳性,导致检测结果不准确。

### 2.3 生物传感器

生物传感器作为一种新兴的检测技术,具有能实时监测生物分子间相互作用,且具有无需标记、分析快捷、灵敏度高、前处理简单、样品用量少等优点。

ZHENG 等<sup>[57]</sup>制备了一种基于表面活性剂辅助合成 TiO<sub>2</sub> 介晶的电化学发光生物传感器用于 DON 的检测。检测范围为 0.05~5 ng/mL,检出限为 1.67×10<sup>-2</sup> pg/mL。JOSHI 等<sup>[58]</sup>开发了一种简化的 SPR 免疫生物传感与高分辨质谱联合的方法,有效地结合了 SPR 的生物传感能力和高分辨质谱的化学鉴定能力,通过生物传感器芯片的样品直接喷雾进入质谱分析来确认 DON 的身份。PAGKALI 等<sup>[59]</sup>制备了一种可快速测定啤酒样品中 DON 的无标记光学生物传感器,检测时间短,回收率为 85%~115%。WEI 等<sup>[60]</sup>使用 SPR 检测玉米和小麦中的 DON,将实验数据与高效液相色谱-串联质谱法验证分析结果进行比较,发现结果吻合。ZHAO 等<sup>[61]</sup>制备了一种由 FOF1-ATP 酶的旋转器调节的新型生物传感器,用于快速检测脱氧雪腐镰刀菌烯醇。该方法检出限可达 10<sup>-7</sup> mg/mL 检测过程只需要 20 min,它的快速性、简单性和敏感性,在 DON 等小分子化合物的检测中具有广阔的应用前景。生物传感器虽然是一个新兴的检测技术,还没有得到广泛的应用,但是随着化学、生物、计算机等学科的快速的发展,现在开发的传感器与纳米材料、生物材料等相结合,在食品安全检测领域将发挥越来越重要的作用。

### 2.4 红外光谱分析

红外光谱一般应用于化合物分子结构的测定,未知物鉴定以及混合物成分分析,具有无需样品预处理、测定

时间短、高效准确、不使用化学试剂、可同时测定多组分等优点。刘潇<sup>[62]</sup>验证了近/中红外光谱技术可作为小麦、面粉及面粉制品中 DON 毒素的快速分析方法。其中近红外光谱在 6722、5145、4727、4322 cm<sup>-1</sup> 等波段附近吸收值可作为 DON 定量检测的指纹图谱。建立了一种可以在小麦及其制品中 DON 快速分析的光谱技术。

### 2.5 气相色谱法

气相色谱法可以对 DON 进行定性以及定量的分析,但由于 DON 的沸点较高,需要先经过衍生化处理进行测定<sup>[63]</sup>。

于宝柱<sup>[64]</sup>利用气相色谱检测 DON,该方法最低检出限为 20 μg/kg,回收率在 80.83%~90.65%之间,准确度高。唐吉旺等<sup>[65]</sup>利用三甲基硅烷咪唑/N,O-双三甲基硅基乙酰胺/三甲基氯硅烷(3:3:2, V:V:V)作为衍生化试剂,使用 RTX-5MS 毛细管柱(15 m×0.25 mm, 0.25 μm)分离,该方法的检出限为 0.01 mg/kg, DON 的加标回收率分别在 92.6%~96.6%,测定值的相对标准偏差均小于 6%。

### 2.6 液相色谱法

液相色谱法具有灵敏、快速、分辨率高、重复性好的特点,已被广泛应用于物质的分离分析和纯化。在谷物分析中,高效液相色谱法也得到了很好的应用,见表 2。在使用液相色谱法对不同基质中的 DON 进行检测时,表现出了良好的回收率,一般都在 70%以上。最低检出限以及定量限能够达到 15 μg/kg 和 60 μg/kg,可以将基质中微量的 DON 检测出来,且相对标准偏差都小于等于 10%,检测的准确度较高。但是 DON 上的不饱和酮使其在紫外短波长下有吸收峰,大约 220 nm,而且这部分紫外区域与大量干扰物质重叠,需要结合净化效果比较好的前处理方法,才能保证结果的准确可靠。还可以利用双系统来实现准确定量和定性的效果, BÖHM 等<sup>[46]</sup>采用液相系统对玉米中的 DON 进行定量,同时采用质谱系统多离子反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式对 DON 进行定性,获得了准确定量和定性的双重效果。

表 2 高效液相色谱法检测不同基质中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的比较  
Table 2 Comparison of deoxynivalenol in different matrices by high performance liquid chromatography

样品	色谱柱	流动相	回收率/%	LOD/(μg/kg)	LOQ/(μg/kg)	检测方法
小麦	C <sub>18</sub> 柱 (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm)	甲醇/水 (20:80, V:V)	81.4~100.9	51	100	HPLC 赵芳 <sup>[38]</sup>
玉米	Agilent Eclipse XDB C <sub>18</sub> 柱 (150 mm×4.6 mm, 5 μm)	甲醇/水 (2:8, V:V)	大于 80	20		HPLC 沈萍等 <sup>[39]</sup>
玉米	Waters C <sub>18</sub> 柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm)	乙腈/水 (16:84, V:V)	86.9~100.6	170	560	HPLC 姜云晶等 <sup>[52]</sup>
大麦、小麦、牛奶等	Hypersil-ODSC <sub>18</sub> 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm)	乙腈/水(1:9, V:V)	70~100	150~480		HPLC YAN 等 <sup>[66]</sup>
饲料	Inertsil ODS-SP 柱(250 mm× 4.6 mm)	乙腈/水 (16:84, V:V)	90.45~94.23	20	85	HPLC 周闯 <sup>[67]</sup>
小麦	Agilent C <sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 μm)	甲醇/乙腈/水 (10:80:10, V:V:V)	85.4~128.2	25		HPLC 栾振祥 <sup>[68]</sup>

表 2(续)

样品	色谱柱	流动相	回收率/%	LOD/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQ/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	检测方法
全麦粉、小麦粉等	Agilent C <sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 $\mu\text{m}$ )	甲醇/乙腈/水 (10:10:80, V:V:V)	74.7~104.9	25	60	HPLC 刘坚等 <sup>[69]</sup>
玉米	Waters Symmetry C <sub>18</sub> 柱(4.6 mm×250 mm, 5 $\mu\text{m}$ )	水/乙腈 (90:10, V:V)	80.77~91.92	23.05	76.82	HPLC 姚霞等 <sup>[70]</sup>
玉米油	C <sub>18</sub> 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 $\mu\text{m}$ )	乙腈/水 (16:84, V:V)	88~105	100	200	HPLC 许利丽 <sup>[71]</sup>

## 2.7 液相色谱-串联质谱法

液相色谱-串联质谱法是利用液相色谱分离目标物质, 串联质谱进行定性分析的一种检测方法。具有灵敏度高、检出限低、抗干扰能力强等优点, 四极杆串联质谱定量分析采用的是 MRM 模式, 去除基质干扰的同时检测 DON 可以达到更低的 0.50  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的检出限和 1.67  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的定量限。四极杆离子阱高分辨串联质谱定量分析则是选择靶标二级模式(Target MS/MS), 可以通过小数点后四位的比较精确的离子对信息对 DON 进行定性定量分析。选择良好的液相分离条件则可以更加有效去除质谱分析的杂质干扰。尤其是选择同位素内标的方式能更好地弥补质谱方法的基质效应。以下列举了部分常用的液相色谱质谱联用检测 DON 的方法如表 3。

基于质谱法结构上定性的原理, 检测样品中假阳性的几率被大大缩小了。但是, LC-MS/MS 属于大型的高精度的仪器, 对前处理的净化要求比较高, 致使整个测试过程周期较长, 而且机器价格昂贵, 不适合用于大批量的快速筛查。

## 3 结束语

DON 在小麦及谷物制品中均有严重污染, 对食品安全以及人类健康都会产生严重的影响。因此, 在加强食品安全监管的前提下, 更好地开发 DON 前处理技术及定性定量检测分析方法变得至关重要。

本文综述了最新应用于 DON 前处理技术和检测技术, 分析比较了各种前处理技术及检测技术的优缺点。首先,

在 DON 测试过程中净化过程至关重要。常规的固相萃取方法经典但是耗时比较长, 而多功能净化柱和免疫亲和柱也因其出色的净化效果市场需求量比较大, 但是发展的瓶颈则是价格的昂贵; 分子印迹技术是这些年发展起来的比较前沿的净化手段, 分子印迹聚合物也因为其选择性高, 性能优越而大有发展的前景, 对分子印迹聚合物的开发, 则能更好地推进样品净化处理的方法更新。而磁性固相萃取技术因为其快速、绿色及低成本等优点, 在 DON 的检测中得以应用, 但目前磁性吸附剂种类比较少, 研发新种类性能磁力吸附剂已达到对多种真菌毒素同时萃取的目的。

其次, 在 DON 的检测过程中, 液相色谱及色谱串联质谱作为大型高精密度仪器具有灵敏度高, 检出限低和准确性好等优势, 但是对前处理要求高、检测周期长、仪器价格昂贵也是制约其发展的弊端。基于现在食品安全突发事件需要快速应对及快速解决的环境背景, 可以方便携带并能快速给出准确检测结果的方法更具有发展前景。所以说快速检测技术依然是现场实时监控 DON 的有效技术手段。酶联免疫法和生物传感器技术以其快速、准确、有效的方法优点脱颖而出。但是酶的特异性较差, 容易出现假阳性, 导致检测结果不准确也是制约其发展的关键, 只有通过特异性抗体的研发来更好地提高免疫分析技术, 并针对成本较高、便携性较差、无法精确定量等问题进行改进, 开发各种新型的、适合现场筛查的便携式小型设备, 以期满足 DON 毒素的快速检测需求。此外在线检测分析和光谱检测分析都具有可以实现样品的实时无损在线监测, 是 DON 毒素监测技术的发展趋势。

表 3 液相色谱串联质谱法检测不同基质中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的比较

Table 3 Comparison of the detection of deoxynivalenol in different matrices by liquid chromatography tandem mass spectrometry

样品	色谱柱	流动相	回收率/%	LOD /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQ /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	检测方法
婴幼儿 谷物辅食	Agilent EC-C <sub>18</sub> 柱 (2.1 mm×75 mm, 2.7 $\mu\text{m}$ )	乙腈/0.1%氨水溶液 (5:95, V:V)	87.1~119.8	0.8	2.0	UPLC-MS 和佳鹭等 <sup>[35]</sup>
玉米	Waters Symmetry C <sub>18</sub> 柱(4.6 mm×250 mm, 5 $\mu\text{m}$ )	水/乙腈 (90:10, V:V)	105.56~113.48	0.502	1.67	HPLC-MS/MS 姚霞等 <sup>[70]</sup>
饼干	菲罗门 C <sub>18</sub> (2.1 mm×100 mm, 1.8 $\mu\text{m}$ )	0.2%氨水/乙腈 (20:80, V:V)	82.1~92.3	0.6	2.0	LC-MS 吴丹虹等 <sup>[72]</sup>
玉米、燕麦	Luna C <sub>18</sub> (150 mm×2.0 mm, 3 $\mu\text{m}$ )	甲醇/水 (20:80, V:V)	67.5~93.8	1	1	HPLC-MS/MS ZUO 等 <sup>[73]</sup>
燕麦	ACQUITYUPLCBEH C <sub>18</sub> 柱 (50 mm×2.1 mm, 1.7 $\mu\text{m}$ )	乙腈-水-甲酸 (80:19:1, V:V:V)	85.3	6.0	18	UPLC-ESI-MS/MS TARAZONA 等 <sup>[74]</sup>
玉米	LunaOmega C <sub>18</sub> (50 mm×2.1 mm, 1.6 $\mu\text{m}$ )	0.1%甲酸和 5 mmol/L 甲 酸铵的水/0.1%甲酸和 5 mmol/L 甲酸铵的甲醇 (80:20, V:V)	89~98	2.1	6.4	UHPLC-Q-EO MS TOLOSA 等 <sup>[75]</sup>

## 参考文献

- [1] 唐语谦, 潘药银, 刘晨迪, 等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的生物转化及其隐蔽型毒素的形成研究进展[J]. 食品科学, 2020, 41(19): 281-289.  
TANG YQ, PAN YY, LIU CD, *et al.* Advances in understanding the biotransformation of deoxynivalenol and its masked forms [J]. Food Sci, 2020, 41(19): 281-289.
- [2] 杨盼盼. 流动注射化学发光法在线监测饮用水中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的突发性污染及预警[D]. 广州: 暨南大学, 2019.  
YANG PP. On-line determination of deoxynivalenol sudden pollution in drinking water by flow injection chemiluminescence and emergency warning system [D]. Guangzhou: Jinan University, 2019.
- [3] WANG L, LUO YP, LUO XH, *et al.* Effect of deoxynivalenol detoxification by ozone treatment in wheat grains [J]. Food Control, 2016, 66: 137-144.
- [4] YOSHIDA M, NAKAJIMA T. Deoxynivalenol and nivalenol accumulation in wheat infected with *Fusarium graminearum* during grain development [J]. Phytopathology, 2010, 100(8): 763-773.
- [5] HERNANDEZ NJF, BAENZIGER PS, ESKRIDGE KM, *et al.* Differential accumulation of deoxynivalenol in two winter wheat cultivars varying in FHB phenotype response under field conditions [J]. Can J Plant Pathol, 2012, 34(3): 280-389.
- [6] ANNE C, CAROLL N, FRÉDÉRIC A, *et al.* *Fusarium* species and DON contamination associated with head blight in winter wheat over a 7-year period (2003-2009) in Belgium [J]. Eur J Plant Pathol, 2011, 130(3): 403-414.
- [7] 周鸿媛. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)的多代毒性及其联合毒性研究[D]. 无锡: 江南大学, 2018.  
ZHOU HY. Study on the multi-generational and combined toxic effects of deoxynivalenol (DON) [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2018.
- [8] 张娜娜, 张守梅, 陈利容, 等. 小麦重要生育期和入仓阶段籽粒真菌污染及呕吐毒素积累情况分析[J]. 农产品质量与安全, 2020, (4): 33-39, 58.  
ZHANG NN, ZHANG SM, CHEN LR, *et al.* Analysis of fungus contamination and deoxynivalenol accumulation of wheat during important growth and warehousing [J]. Qual Saf Agro-prod, 2020, (4): 33-39, 58.
- [9] 赵美凤, 邵亮亮, 宁晖, 等. 小麦在磨粉加工中呕吐毒素的含量和分布研究[J]. 粮食储藏, 2018, 47(3): 28-32, 37.  
ZHAO MF, SHAO LL, NING H, *et al.* Study on the concentration and distribution of deoxynivalenol in wheat during milling processing [J]. Grain Storage, 2018, 47(3): 28-32, 37.
- [10] 李森, 刘宁晶, 蔡娣, 等. 粮食中脱氧雪腐镰刀菌烯醇风险预警研究进展[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(9): 179-186.  
LI S, LIU NJ, CAI D, *et al.* Recent advances in prediction of the risk of deoxynivalenol contamination in grain [J]. J China Cere Oils Assoc, 2020, 35(9): 179-186.
- [11] YAN PP, LIU ZZ, LIU SQ, *et al.* Natural occurrence of deoxynivalenol and its acetylated derivatives in Chinese maize and wheat collected in 2017 [J]. Toxins, 2020, 12(3): 1-15.
- [12] JIANG DF, CHEN JD, LI FH, *et al.* Deoxynivalenol and its acetyl derivatives in bread and biscuits in Shandong province of China [J]. Food Add Contam, 2018, 11(1): 43-48.
- [13] KONG DZ, WU XL, LI Y, *et al.* Ultrasensitive and eco-friendly immunoassays based monoclonal antibody for detection of deoxynivalenol in cereal and feed samples [J]. Food Chem, 2019, 270: 130-137.
- [14] ENNOUARI A, SANCHIS V, MARÍN S, *et al.* Occurrence of deoxynivalenol in durum wheat from Morocco [J]. Food Control, 2013, 32(1): 115-118.
- [15] KIM KY, SHIM WB, KIM JS, *et al.* Development of a simultaneous lateral flow strip test for the rapid and simple detection of deoxynivalenol and zearalenone [J]. J Food Sci, 2014, 79(10): 2048-2055
- [16] 尚艳娥, 杨伟民. CAC、欧盟、美国与中国粮食中真菌毒素限量标准的差异分析[J]. 食品科学技术学报, 2019, 37(1): 10-15.  
SHANG YE, YANG WM. Variation analysis of cereals mycotoxin limit standards of CAC, EU, USA, and China [J]. J Food Sci Technol, 2019, 37(1): 10-15.
- [17] 朱玉林, 王小平. 小麦呕吐毒素检测监管的探讨[J]. 粮食加工, 2020, 4(1): 76-79.  
ZHU YL, WANG XP. Exploring the regulation of vomitoxin detection in wheat [J]. Grain Process, 2020, 4(1): 76-79.
- [18] 消费者报道. 小麦粉抽检报告: “呕吐毒素”超标居多, 香满园, 五得利, 亲民食品上榜 [EB/OL]. [2020-04-03]. [https://www.sohu.com/a/385210086\\_120638280](https://www.sohu.com/a/385210086_120638280) [2021-09-01].  
China Consumer Reports. Wheat flour sampling report: "vomiting toxin" exceeded most, Xiangmanyuan, Wudeli, Qimin food on the list [EB/OL]. [2020-04-03]. [https://www.sohu.com/a/385210086\\_120638280](https://www.sohu.com/a/385210086_120638280) [2021-09-01].
- [19] 刁雪. 戊唑醇和己唑醇对映体对禾谷镰刀菌产 DON 毒素的影响研究 [D]. 广州: 华南农业大学, 2018.  
DIAO X. Enantiomers of tebuconazole and hexaconazole affect DON produced by *Fusarium graminearum* [D]. Guangzhou: South China Agricultural University, 2018.
- [20] 任淑艳, 赵薇, 赵岚, 等. 2014—2018 年黑龙江省小麦和小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染水平调查与分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(12): 4011-4015.  
REN SY, ZHAO W, ZHAO L, *et al.* Investigation and analysis of deoxynivalenol contamination levels in wheat and wheat flour in Heilongjiang province from 2014 to 2018 [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(12): 4011-4015.
- [21] 冯荣虎, 劳萃瑜, 王珍妮, 等. 2019 年深圳市面制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇风险监测[J]. 食品工业, 2021, 42(4): 501-504.  
FENG RH, LAO CY, WANG ZN, *et al.* Risk monitoring of deoxynivalenol in Shenzhen flour product in year of 2019 [J]. Food Ind, 2021, 42(4): 501-504.
- [22] 李孟聪, 丁燕玲, 谭磊, 等. 2020 年广东省动物饲料中 4 种主要霉菌毒素污染调查[J]. 畜牧与兽医, 2021, 53(5): 122-126.  
LI MC, DING YL, TAN L, *et al.* Investigation of four mycotoxins contamination in feed in Guangdong Province in 2020 [J]. Anim Husb Vet Med, 2021, 53(5): 122-126.
- [23] 韩现文. 三种真菌毒素分析方法的建立及其在白酒生产中的应用[D]. 天津: 天津科技大学, 2014.  
HAN XW. Analysis methods development for three mycotoxins and application in liquor production [D]. Tianjin: Tianjin University of Science and Technology, 2014.
- [24] 罗颖鹏, 陈正行, 王韧, 等. 固相萃取柱净化-高效液相色谱法测定小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇[J]. 食品科学, 2015, 36(20): 222-225.  
LUO YP, CHEN ZX, WANG R, *et al.* Determination of deoxynivalenol in wheat grains by HPLC using solid-phase extraction cleanup column [J]. Food Sci, 2015, 36(20): 222-225.
- [25] 王丽娟, 柯润辉, 安红梅, 等. 固相萃取柱净化-液相色谱-串联质谱法测定糕点中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其衍生物和玉米赤霉烯酮[J]. 食品工业科技, 2017, 38(14): 31-34.  
WANG LJ, KE RH, AN HM, *et al.* Determination of deoxynivalenols and zearalenone in pastry by solid phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Sci Technol Food Ind, 2017, 38(14): 31-34.
- [26] 吴琴燕, 赵飞, 杨红福, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测麦粒中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其衍生物[J]. 分析试验室, 2020, 39(6): 715-719.  
WU QY, ZHAO F, YANG HF, *et al.* Simultaneous determination of 5 deoxynivalenols in wheat grain by ultra-high performance liquid

- chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2020, 39(6): 715–719.
- [27] JIANG Q, LIU Q, CHEN Q, *et al.* Dicationicpolymeric ionic-liquid-based magnetic materials as adsorbent for the magnetic solid-phase extraction of organophosphate pesticides and polycyclic aromatic hydrocarbons [J]. *J Sep Sci*, 2016, 39(16): 3221–3229.
- [28] ZHENG X, HE L, DUAN Y, *et al.* Poly (ionic liquid) immobilized magnetic nanoparticles as new adsorbent for extraction and enrichment of organophosphorus pesticides from tea drinks [J]. *J Chromatogr A*, 2014, 1358: 39–45.
- [29] 刘勤, 何丽君, 杨君, 等. 离子液体基磁性固相萃取技术的研究进展 [J]. *分析测试学报*, 2015, 34(7): 860–866.
- LIU Q, HE LJ, YANG J, *et al.* Research progress on ionic liquid-based magnetic solid-phase extraction [J]. *J Instrum Anal*, 2015, 34(7): 860–866.
- [30] KARAMIOSBOO R, MAHAM M, MIRABOLFATHY M. Magnetic nanoparticle solid phase extraction-HPLC-UV for determination of deoxynivalenol in wheat flour [J]. *Anal Methods*, 2015, 7(24): 10266–10271.
- [31] LEE HM, SONG SO, CHA SH, *et al.* Development of a monoclonal antibody against deoxynivalenol for magnetic nanoparticle-based extraction and an enzyme-linked immunosorbent assay [J]. *J Vet Sci*, 2013, 14(2): 143–150.
- [32] 李海畅, 李磊. 多功能净化柱-UPLC/MS/MS法测定中药材中 8 种真菌毒素[J]. *微量元素与健康研究*, 2018, 35(6): 60–64.
- LI HC, LI L. Determination of 8 mycotoxins in Chinese herbal medicine by UPLC/MS/MS with multifunctional purification column [J]. *Stud Trace Elem Health*, 2018, 35(6): 60–64.
- [33] MASAYOSHI T, NAOKI M, YASUSHI N, *et al.* A method for simultaneous determination of 20 fusarium toxins in cereals by high-resolution liquid chromatography-orbitrap mass spectrometry with a pentafluorophenyl column [J]. *Toxins*, 2015, 7: 1664–1682.
- [34] 李向丽, 谭贵良, 梁波, 等. 多功能柱净化-超高效液相色谱串联质谱法同时测定水产品中 11 种真菌毒素[J]. *现代食品科技*, 2015, 31(7): 342–346.
- LI XL, TAN GL, LIANG B, *et al.* Simultaneous detection of 11 mycotoxins in aquatic products using multifunctional column clean-up and ultrahigh-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Mod Food Sci Technol*, 2015, 31(7): 342–346.
- [35] 和佳鹭, 蒲彦利, 徐虹, 等. UPLC-MS/MS测定婴幼儿谷物辅食中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其衍生物[J]. *中国卫生检验杂志*, 2015, 25(17): 2860–2862.
- HE JY, PU YL, XU H, *et al.* Determination of deoxynivalenol and its derivatives in cereal-based complementary foods by UPLC-MS/MS [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2015, 25(17): 2860–2862.
- [36] 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.
- [37] 卢义博, 张小军, 严忠雍, 等. 免疫亲和柱净化-液相色谱-串联质谱法测定水环境中微囊藻毒素[J]. *浙江海洋大学学报(自然科学版)*, 2021, 40(2): 128–133.
- LU YB, ZHANG XJ, YAN ZY, *et al.* Determination of microcystins in water environment by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry and cleaned up by immunoaffinity column [J]. *J Zhejiang Ocean Univ (Nat Sci Ed)*, 2021, 40(2): 128–133.
- [38] 赵芳. IAC-UPLC法测定小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的方法研究[J]. *食品安全导刊*, 2020, (33): 101.
- ZHAO F. Determination of deoxynivalenol in wheat flour by IAC-UPLC method [J]. *China Food Saf Magaz*, 2020, (33): 101.
- [39] 沈萍, 蒋晨, 汪小平. 免疫亲和柱净化-高效液相色谱快速测定玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇方法初探[J]. *上海农业科技*, 2018, 2: 29–31.
- SHEN P, JIANG C, WANG XP. Immunoaffinity column clean-up-rapid determination of *Fusarium oxysporum* in maize by high performance liquid chromatography A preliminary method for the determination of deoxynivalenol in *Fusarium oxysporum* [J]. *Shanghai Agric Sci Technol*, 2018, 2: 29–31.
- [40] 王颖, 李楠. 分子印迹技术及其在应用[J]. *化工进展*, 2010, 29(12): 2315–2323.
- WANG Y, LI N. Molecular imprinting technology and its application [J]. *Chem Ind Eng Prog*, 2010, 29(12): 2315–2323.
- [41] 刘军. 木质素基黄酮类分子印迹聚合物的制备、应用及机理分析[D]. 北京: 北京林业大学, 2020.
- LIU J. Preparation, application and mechanism analysis of lignin-based flavonoids molecularly imprinted polymers [D]. Beijing: Beijing Forestry University, 2020.
- [42] CHOI SW, CHANG HJ, LEE N, *et al.* A surface plasmon resonance sensor for the detection of deoxynivalenol using a molecularly imprinted polymer [J]. *Sensors*, 2011, 11(9): 8654–8664.
- [43] NATALIA B, PIETERJAN L, MICKAEL T, *et al.* Bioimprinting for multiplex luminescent detection of deoxynivalenol and zearalenone [J]. *Talanta*, 2018, 192: 169–174.
- [44] 刘慧, 吴颖, 黄华. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)及其衍生物检测方法的研究进展[J]. *食品科学*, 2021, 42(15): 1–17.
- LIU H, WU Y, HUANG H. Research progress on analytical methods for determination of deoxynivalenol (DON) and its derivatives [J]. *Food Sci*, 2021, 42(15): 1–17.
- [45] 陈志勇. 基于适配子离心超滤分离及荧光定量分析的肝癌诊断新技术建立及评价[D]. 南昌: 南昌大学, 2021.
- CHEN ZY. Establishment and evaluation of a novel diagnostic method for liver cancer based on aptamer centrifugal ultrafiltration separation and fluorescence quantitative analysis [D]. Nanchang: Nanchang University, 2021.
- [46] BÖHM C, CICHNA-MARKL M, BRENN-STRUCKHOFOVA Z, *et al.* Development of a selective sample clean-up method based on immuno-ultrafiltration for the determination of deoxynivalenol in maize [J]. *J Chromatogr A*, 2008, 1202(2): 111–117.
- [47] ARRACHÉ ERS, FONTES MRV, BUFFON JG, *et al.* Trichothecenes in wheat: Methodology, occurrence and human exposure risk [J]. *J Cere Sci*, 2018, 82: 129–137.
- [48] AMIRAHMADI M, SHOEIBI S, RASTEGAR H, *et al.* Simultaneous analysis of mycotoxins in corn flour using LC/MS-MS combined with a modified QuEChERS procedure [J]. *Toxin Rev*, 2018, 37(3): 187–195.
- [49] HE Q, PENG H, YANG J, *et al.* QuEChERS extraction followed by enzyme-linked immunosorbent assay for determination of deoxynivalenol and zearalenone in cereals [J]. *Food Agric Immunol*, 2017, 28(6): 1477–1495.
- [50] JETTANAJIT A, NHUJAK T. Determination of mycotoxins in brown rice using QuEChERS sample preparation and UHPLC-MS-MS [J]. *J Chromatogr Sci*, 2016, 54(5): 720–729.
- [51] 陈文, 黄艳群, 王志祥. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的中毒防止及其薄层色谱检测法(TLC)[N]. *中国畜牧兽医报*, 2006-12-03(13).
- CHEN W, HUANG YQ, WANG ZX. Prevention of poisoning by deoxynivalenol and its thin-layer chromatographic detection (TLC) [N]. *China Animal Husbandry and Veterinary Journal*, 2006-12-03(13).
- [52] 姜云晶, 许伟, 陈晓芳, 等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇提取、纯化及含量检测[J]. *中国兽医学报*, 2017, 37(9): 1771–1777.
- JIANG YJ, XU W, CHEN XF, *et al.* Extraction, purification and concentration determination of deoxynivalenol [J]. *Chin J Vet Sci*, 2017, 37(9): 1771–1777.
- [53] 魏润蕴, 李文艳. 小麦中雪腐镰刀菌烯醇(NIV)和脱氧雪腐镰刀菌烯醇



- (DON)的薄层色谱测定方法[J]. 中国食品卫生杂志, 1994, (1): 19-22.
- WEI RY, LI WY. Thin-layer chromatographic method for the determination of *Fusarium oxysporum* and deoxynivalenol in wheat [J]. Chin J Food Hyg, 1994, (1): 19-22.
- [54] 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, 2019, 40(2): 105-107.
- WANG D, ZHANG ZZ, LI N, *et al.* Detection and analysis of deoxynivalenol content in cereals in some areas of China [J]. Foreign Med Sci, 2019, 40(2): 105-107.
- [55] SANDERS M, MCPARTLIN D, MORAN K, *et al.* Comparison of enzyme-linked immunosorbent assay, surface plasmon resonance and biolayer interferometry for screening of deoxynivalenol in wheat and wheat dust [J]. Toxins, 2016, 8(4): 103.
- [56] 孙亚宁, 李青梅, 杨苏珍, 等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇单克隆抗体的制备及间接竞争 ELISA 方法建立[J]. 中国兽医学报, 2021, 41(4): 689-696.
- SUN YN, LI QM, YANG SZ, *et al.* Preparation of monoclonal antibody against deoxynivalenol and establishment of indirect competitive ELISA [J]. Chin J Vet Sci, 2021, 41(4): 689-696.
- [57] ZHENG H, KE Y, YI H, *et al.* A bifunctional reagent regulated ratiometric electrochemiluminescence biosensor constructed on surfactant-assisted synthesis of TiO<sub>2</sub> mesocrystals for the sensing of deoxynivalenol [J]. Talanta, 2019, 196: 600-607.
- [58] JOSHI S, ZUILHOF H, VAN BTA, *et al.* Biochip spray: Simplified coupling of surface plasmon resonance biosensing and mass spectrometry [J]. Anal Chem, 2017, 89(3): 1427-1432.
- [59] PAGKALI V, PETROU PS, MAKARONA E, *et al.* Simultaneous determination of aflatoxin B<sub>1</sub>, fumonisin B<sub>1</sub> and deoxynivalenol in beer samples with a label-free monolithically integrated optoelectronic biosensor [J]. J Hazard Mater, 2018, 359: 445-453.
- [60] WEI T, REN P, HUANG L, *et al.* Simultaneous detection of aflatoxin B<sub>1</sub>, ochratoxin A, zearalenone and deoxynivalenol in corn and wheat using surface plasmon resonance [J]. Food Chem, 2019, 300: 125176.
- [61] ZHAO Y, WANG P, WANG F, *et al.* A novel biosensor regulated by the rotator of F0F1-ATPase to detect deoxynivalenol rapidly [J]. Biochem Biophys Res Commun, 2012, 423(1): 195-199.
- [62] 刘潇. 小麦及其制品霉菌与呕吐毒素污染的快速检测方法研究[D]. 南京: 南京财经大学, 2018.
- LIU X. Research on rapid methods for mold and deoxynivalenol contamination detection in wheat and its products [D]. Nanjing: Nanjing University of Finance & Economics, 2018.
- [63] 张正炜, 成玮, 沈慧梅, 等. 小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)毒素的气相色谱法检测及毒素污染去除分析[J]. 农药科学与管理, 2018, 39(4): 33-39.
- ZHANG ZW, CHENG W, SHEN HM, *et al.* Determination of deoxynivalenol (DON) toxin in wheat flour by gas chromatography and analysis of toxin pollution removal [J]. Pestic Sci Adm, 2018, 39(4): 33-39.
- [64] 于宝柱. 2005 年中国四省小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的污染调查[D]. 长春: 吉林大学, 2006.
- YU BZ. Contamination surveys of the deoxynivalenol in wheat from four provinces in China in 2005 [D]. Changchun: Jilin University, 2006.
- [65] 唐吉旺, 周丛, 林源, 等. 毛细管柱-气相色谱法测定谷物中脱氧雪腐镰刀菌烯醇和雪腐镰刀菌烯醇含量[J]. 理化检验, 2012, 48(12): 1441-1443.
- TANG JW, ZHOU C, LIN Y, *et al.* Determination of deoxynivalenol and nivalenol in cereals by capillary column-gas chromatography [J]. Phys Test Chem Anal, 2012, 48(12): 1441-1443.
- [66] YAN Z, JIAN Y, YANG L, *et al.* A competitive direct enzyme-linked immunosorbent assay for the rapid detection of deoxynivalenol: Development and application in agricultural products and feed stuff [J]. Food Agric Immunol, 2017, 28(3): 516-527.
- [67] 周闯. 饲料中DON的污染情况调查及DON制备工艺的研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2014.
- ZHOU C. Contamination surveys of DON in feed stuff and the preparation craft of DON [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2014.
- [68] 栾振祥. 小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的液相色谱检测与胶体金试纸法分析比较[J]. 现代食品, 2018, (19): 149-151.
- LUAN ZX. Comparison between the determination of deoxysnow fusarium wheat and the analysis of colloidal gold paper by liquid chromatography [J]. Mod Food, 2018, (19): 149-151.
- [69] 刘坚, 毛红霞. 小麦籽粒中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测及分布研究[J]. 粮食科技与经济, 2018, 43(6): 83-86.
- LIU J, MAO HX. Study on the determination and distribution of deoxynivalenol in wheat seed [J]. Grain Sci Technol Econ, 2018, 43(6): 83-86.
- [70] 姚霞, 聂立, 兰瑞容. 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 two detection methods of HPLC and LC-MS for the deoxynivalenol in corn [J]. China Brew, 2019, 38(1): 164-169.
- [71] 许利丽. 玉米胚及加工产物中呕吐毒素的研究[D]. 郑州: 河南工业大学, 2017.
- XU LL. Research on the contents of deoxynivalenol in maize germ and its products [D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2017.
- [72] 吴丹虹, 周敏, 周婷婷, 等. 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[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(12): 3976-3981.
- WU DH, ZHOU M, ZHOU TT, *et al.* Rapid determination of deoxynivalenol in biscuit by QuEChERS coupled with isotope dilution internal standard-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(12): 3976-3981.
- [73] ZUO HG, ZHU JX, SHI L, *et al.* Development of a novel immunoaffinity column for the determination of deoxynivalenol and its acetylated derivatives in cereals [J]. Food Anal Methods, 2018, 11(8): 2252-2260.
- [74] TARAZONA A, GÓMEZ JV, MATEO F, *et al.* Potential health risk associated with mycotoxins in oat grains consumed in Spain [J]. Toxins, 2021, 13(6): 421.
- [75] TOLOSA J, RODRÍGUEZ-CARRASCO Y, GRAZIANI G, *et al.* Mycotoxin occurrence and risk assessment in gluten-free pasta through UHPLC-Q-exactive orbitrap MS [J]. Toxins, 2021, 13(5): 305.

(责任编辑: 于梦娇 韩晓红)

## 作者简介



李妍, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全分析检测。  
E-mail: 48022246@qq.com



闫蕊, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品安全分析检测、样品前处理研究。  
E-mail: yanrui-1981@163.com