

玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量的测定能力验证

王蓓蓓^{1,2}, 朱联旭³, 李崇勇^{1*}, 刘欣⁴ (1. 汉中市食品药品监督管理局检验检测中心, 陕西汉中 723000; 2. 陕西理工大学大学生工学院, 陕西汉中 723000; 3. 镇巴县市场监督管理局, 陕西镇巴 723600; 4. 西安市质量与标准化研究院, 陕西西安 710000)

摘要 [目的]通过实验室能力验证活动分析了影响玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)检测结果的主要因素。[方法]依据 GB 5009.111—2016 第二法:免疫亲和层析净化 HPLC 法检验并优化前处理条件。[结果]采用 5 倍稀释浓度提取 1 h 和 3 mL/min 的净化速度,能力验证样品中 DON 含量为 571 μg/kg, RSD 为 0.25%。[结论]通过了中国食品药品检定研究院组织实施的 NIFDC-PT-228《玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定》能力验证,与中国食品药品检定研究院统计 Z 比分为 0.70,能力验证结果为满意,细化完善了国标测定脱氧雪腐镰刀菌烯醇的操作,为广大检验检测人员提供参考。

关键词 脱氧雪腐镰刀菌烯醇;能力验证;玉米粉;高效液相色谱法

中图分类号 TS201.6 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2022)01-0177-03

doi:10.3969/j.issn.0517-6611.2022.01.047



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

Proficiency Testing for Determination of Deoxynivalenol in Corn Flour

WANG Bei-bei^{1,2}, ZHU Lian-xu³, LI Chong-yong¹ et al (1. Hanzhong Testing and Inspection Center for Food and Drug Control, Hanzhong, Shaanxi 723000; 2. College of Biological Science and Engineering, Shaanxi University of Technology, Hanzhong, Shaanxi 723000; 3. Zhenba County Market Supervision Administration, Zhenba, Shaanxi 723600)

Key words [Objective]Through a laboratory proficiency testing activity, the main factors affecting the detection results of deoxynivalenol in corn flour were analyzed. [Method]According to the second method of the national standard GB5009.111-2016 to check and optimize the pretreatment conditions. [Result]Under the conditions of extraction at 5 times of dilution concentration for 1 h and 3 mL/L flow rate, the DON content in the ability verification sample was 571 μg/kg, RSD was 0.25%. [Conclusion]Passed the NIFDC-PT-228 "Deoxynivalenol Determination of Deoxynivalenol in Corn Flour" proficiency test organized and implemented by the China Institute for Food and Drug Control, and the Z score with the organizer was 0.70. The proficiency test results were satisfactory, and the national standard determination of deoxynivalenol has been refined and perfected to provide a reference for the majority of inspection and testing personnel.

Key words Deoxynivalenol; Proficiency testing; Corn flour; High performance liquid chromatography

脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)又称呕吐毒素,是一种主要由禾谷镰刀菌和粉红镰刀菌产生的单端孢霉烯族毒素,也是粮食中重要的食品安全指标。人和动物食用了被 DON 污染的食物后,会产生厌食、呕吐、腹泻、发烧等急性中毒症状,严重会导致死亡^[1]。DON 化学性质较稳定,玉米、小麦、大麦等谷物及其加工产中广泛存在^[2]。近年来,我国谷物受到 DON 污染日益严重,尤其是小麦粉及其制品、玉米等。从含量上看,小麦粉制品中,饼干中 DON 的污染状况较重,而玉米由于生长期较长且正值雨季,更易被镰刀菌污染,是目前污染最严重的谷物之一^[3-4]。我国是玉米生产大国,玉米不仅是食品原料,也是饲料原料,饲料通过肉、蛋、奶等食物链最终影响人类营养和健康,因此其安全影响巨大^[5]。在潮湿、温热等气候条件下,更易产生 DON 毒素,并经由谷物或饲料通过食物链传递富集至人体内,给世界粮食产业形成庞大的经济损失^[6]。据世界卫生组织、欧洲食品安全局等机构的广泛调查评估,过去 10 年,原粮中的 DON 感染率达 58%,将 DON 列为最危险的食物污染物之一,美国、日本、欧盟等地区和国家已经就食品中的真菌毒素含量作出严格规定^[7-8]。

国家农业、粮食、市场监管等部门为了更加准确地把握

谷物粮食中的 DON 污染状况,每年都在全国开展各类粮食产品中 DON 的监督抽查和风险监测,且在 GB 2761—2017 中对食品中 DON 采取了严格的限量标准:玉米、玉米面的 DON 含量 ≤ 1 000 μg/kg;大麦、小麦、麦片、小麦粉的 DON 含量 ≤ 1 000 μg/kg^[9]。目前,对于 DON 的检测有高效液相色谱法、高效液相-串联质谱法、薄层色谱法、酶联免疫法和生物芯片技术,通过持续开展检测评价,逐步提升实验室毒素检验检测能力,对于评估我国粮食毒素污染程度,保障粮食安全有着至关重要的意义^[5,10]。因此,准确评价谷物制品中 DON 含量是现阶段食品和粮食安全的必然要求。

为了切实提升实验室的检验能力和人员的技术水平,2019 年参加了中国食品药品检定研究院组织实施的 NIFDC-PT-228《玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定》能力验证,样品编号 TF228-0054,笔者在查阅相关文献^[11-17]和结合自身实验室条件下,按照 GB 5009.111—2016 第二法免疫亲和层析净化高效液相色谱法^[18],剖析了各环节中可能影响玉米粉中 DON 含量测定结果的要点,并对前处理的条件进行了优化,为今后相关检测检验提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料 玉米粉(编号:TF228-0148),中国食品药品检定研究院提供。DON 标准溶液:100.10 μg/mL(Rome labs Lot# L18492D)。玉米粉中 DON 质控样:(569±60) μg/kg(Rome labs Lot# M15361D)。

分析天平(日本岛津 d=0.01 g);氮吹仪(睿科科技有限公司);水浴恒温振荡器(常州亿能实验仪器厂);高效液相色谱

基金项目 汉中市地产食品质量监控与品质提升创新团队基金项目(201902)。

作者简介 王蓓蓓(1984—),女,陕西榆林人,硕士,从事食品检验检测与质量控制研究。*通信作者,高级工程师,从事食品药品质量安全控制、生产工艺与检验检测研究。

收稿日期 2021-04-25

谱仪(日本岛津 LC-20AD);C18 色谱柱(月旭科技有限公司 4.6 mm×250 mm,5 μm);DON 免疫亲和柱 3 mL(Rome labs);Milli-Q 纯水机(美国密理博公司)。

甲醇(色谱纯,赛默飞世尔科技中国公司);氯化钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钾、氯化钾(分析纯,成都科龙化学用品有限公司);试验用水:符合 GB/T 6682—2016《分析实验室用水规格和试验方法》一级水的要求。

1.2 方法 参考 GB5009.111—2016 第二法免疫亲和层析净化 HPLC 法进行试验^[19]。统计方法用 SPSS 进行统计分析,差异性检验水准为 $\alpha=0.05$,以 $P<0.05$ 为差异有统计学意义。

1.2.1 样品的制备。该试验能力验证样品为玉米粉,样品用铝塑袋真空包装,每瓶装量约 30 g,常温避光保存^[10]。能力验证作业指导书要求一次取样量不少于 5 g,样品称量前稳定至室温(20~25 ℃)。

1.2.2 样品的提取。提取溶剂主要为超纯水,提取方式为超声波或者摇床振摇,该环节主要研究样品稀释倍数、提取时间对结果的影响。该试验分别对质控样品稀释 3、5、8 倍,摇床振摇时间分别为 0.5、1.0、2.0 h。

1.2.3 样品的富集净化。研究净化液过免疫亲和柱时流速对结果的影响,分别对质控样净化液采取 1、3、6 mL/min 的速度进行净化分析。

1.2.4 液相色谱条件。流动相:甲醇-超纯水(20:80,V/V);进样量:50 μL;检测波长:218 nm;流速:1 mL/min;柱温:35 ℃;色谱柱:月旭 C18 柱(4.6 mm×250 mm,5 μm)。

2 结果与分析

2.1 标准曲线 标准物质选用 Rome labs 的有证标准物质,赵晶晶等^[19]通过用超高效液相色谱法测定了玉米中 DON 含量,剖析了不确定度各因素的影响后得出,质量浓度、测量重复性、体积量取是影响测定结果不确定度的主要因素。经过预试验以及加标浓度的考虑,选取 100~1 000 ng/mL 线性范围,使得待测样品浓度尽量在线性中间区域,在该线性范围内曲线方程为: $y=59.56x+159.60$, $R^2=0.999$ (图 1、2)。标准储备溶液、标准点的稀释溶液应与流动相一致以降低溶剂效应,配置标准储备溶液与标准曲线选取应选用校准的移液管(移液枪)和容量瓶,尽量减少转移次数,将标曲配制及稀释过程带来的不确定度降至最低。

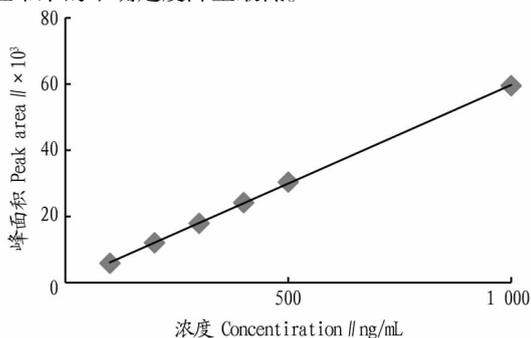


图 1 脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准曲线

Fig.1 The standard curve of deoxynivalenol

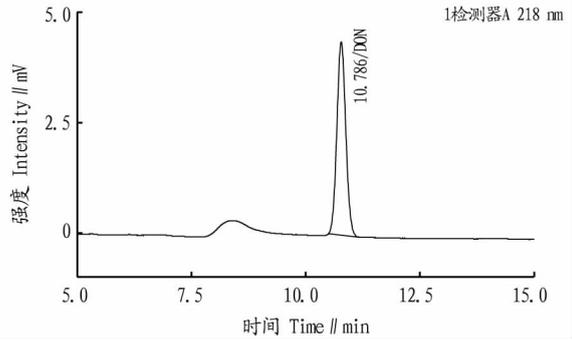


图 2 脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准谱图

Fig.2 The standard spectrum of deoxynivalenol

2.2 样品提取 分别对质控样品用水稀释 3、5、8 倍,摇床振摇 0.5、1.0、2.0 h 后,提取过滤净化,以 3 mL/min 的速度净化测定质控样品,结果见表 1。由表 1 可知,振摇 0.5 h 稀释 5 倍和 8 倍结果差异不显著($P>0.05$),稀释 3 倍和 5 倍结果差异显著($P<0.05$);振摇 1.0 h 和振摇 2.0 h 差异不显著($P>0.05$),振摇 1.0 h 和振摇 0.5 h 差异显著($P<0.05$)。结合试验提取效果和时间成本,避免由于稀释液不足及振摇时间短造成的提取不充分,以 5 倍稀释振摇 1.0 h 为最佳选择。

表 1 稀释倍数和振摇时间对 DON 提取结果的影响

Table 1 Influence of dilution ratio and vibration time on DON extraction results

振摇时间 Shaking time h	稀释 3 倍 Dilute 3 times	稀释 5 倍 Dilute 5 times	稀释 8 倍 Dilute 8 times
0.5	504 b	533 a	539 a
1.0	534 c	575 c	568 c
2.0	542 c	577 c	570 c

注:同列、同行不同小写字母表示显著差异($P<0.05$)

Note: Different lowercase letters in the same column and in the same row indicate significant difference($P<0.05$)

2.3 样品净化 由于玉米粉基质比较复杂,含有天然的色素、脂类、蛋白质等有机物质,对样品的检测干扰较大,为了降低基质的影响,用免疫亲和柱对提取液进行净化处理^[10]。试验前需验证免疫亲和柱的柱容量,柱回收率是否满足要求。柱容量验证、柱回收率验证方法按照 GB5009.111—2016 附录 A。5 mL 超纯水中加入 6 000 ng DON 标准储备溶液,混合均匀,分别取同一批次免疫亲和柱各 3 根,每根免疫柱的上样量为 1 mL,经过洗脱富集后用氮气吹干,流动相定容至 1 mL,HPLC 分离测定 DON 含量^[9]。6 支亲和柱的测定结果分别为 1 120、1 135、1 080、1 050、1 103、1 060 ng,柱容量 $\geq 1 000$ ng,柱回收率 $\geq 80\%$,为可使用商品。

使用前,将免疫亲和柱从冰箱中取出放至室温。样液上柱量、洗脱方法依据不同厂家的产品说明严格规范操作,质控样采用不同流速净化,1、3 mL/min 结果差异不显著($P>0.05$),3、6 mL/min 结果差异显著($P<0.05$)(表 2),考虑到整个试验的效率和结果,确定 3 mL/min 为最佳净化流速。

2.4 质控样及加标回收 由于样品量受限,对质控样品以 5 倍稀释和 3 mL/min 流速净化后进行测定,并进行低、中、

高 3 个浓度的加标回收试验,结果表明回收率在 76.8%~89.4%,RSD 在 1.69%~5.05%(表 3)。质控样色谱图见图 3、4。

表 2 净化流速对 DON 提取结果的影响

Table 2 Effect of purification flow rate on DON extraction results

净化速度 Purification rate//mL/min	DON 含量 DON content μg/kg	RSD %
1	571 a	2.10
3	579 a	0.98
6	513 b	2.80

注:同列不同小写字母表示显著差异($P<0.05$)

Note: Different lowercase letters in the same column indicate significant difference

表 3 质控样测定值及回收率

Table 3 Measured value and recovery rate of quality control sample

试验次数 Number of experiments 次	质控样测定值 Measured value of quality control sample μg/kg	加标回收率 (低) Standard addition recovery (low) %	加标回收率 (中) Standard addition recovery (medium) %	加标回收率 (高) Standard addition recovery (high)//%
1	575	82.6	85.0	78.2
2	583	81.5	86.2	79.8
3	570	85.3	88.5	80.1
4	568	89.4	84.3	77.6
5	557	77.3	82.1	76.8
6	570	86.7	86.4	79.5
RSD//%	1.5	5.05	2.54	1.69

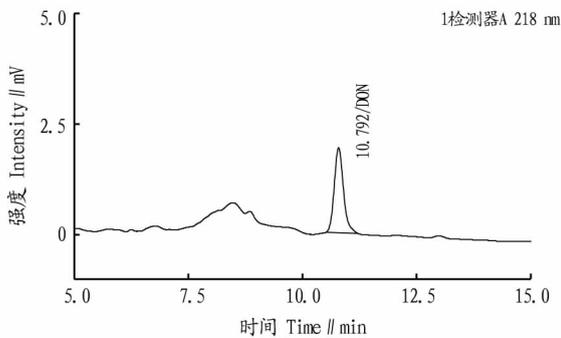


图 3 质控样色谱图

Fig. 3 Chromatogram of quality control sample

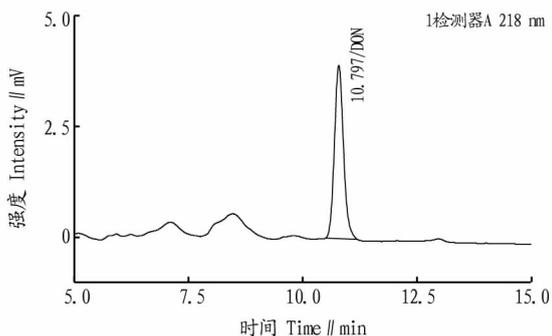


图 4 脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准谱图

Fig. 4 Chromatogram of deoxynivalenol

2.5 能力验证结果 通过用质控样对前处理进行优化后,能力验证样品最终采用 5 倍稀释的超纯水振摇 1 h 后,以 3 mL/min 的流速,按照 GB 5009.111—2016 的方法检测,结果表明 DON 含量为 571 μg/kg,RSD 为 0.25%,检测结果与能力验证结果 Z 比分为 0.70,能力验证结果为满意。

3 讨论

能力验证是衡量实验室检测结果可靠性和可比性的最常用方法之一,毒素的能力验证不仅是粮油真菌毒素实验室检测质量控制的重要手段,还是提高实验室粮油真菌毒素检测结果可信度的重要保证^[20]。能力验证包括国内实验室(间)比对和国际实验室(间)比对,参加国内实验室(间)能力验证,有助于监督实验室的检验检测能力及其能力维持状况。参加国际实验室间检测能力验证,有助于实验室及时领会贯通国际相关领域检测能力验证的政策和要求,促进该领域检测能力的提高和交流合作^[21]。

胡桂英^[1]用高效液相色谱法测定了小麦粉中 DON 含量,且评估了不确定度评定的影响因素,指出前处理过程和计量器具校准引入的不确定度为测量不确定度的主要来源。因此在试验过程中,检验人员主要把握样品前处理环节,严格按照国标和仪器说明书操作,降低误差,以提高检测结果的准确度。该研究在试验前经过资料查询和模拟预试验,选取最佳前处理方案,并在检测过程中进行质量控制,顺利通过能力验证。

DON 对人和动物都有一定的毒性,且性质稳定,耐酸耐碱耐高压,普通的食品加工方法难以使其降解,120 ℃ 高温、强碱或高压才能破坏部分毒素^[11]。因此,试验过程中操作人员在处理阳性样品和配制标准溶液时需做好个人防护,试验结束后用 5% 次氯酸钠溶液浸泡所有容器和废弃物,擦拭桌面,避免造成二次污染。

该研究结果表明,DON 含量为 571 μg/kg,与中国食品药品检定研究院统计 Z 比分为 0.70,能力验证的结果为满意。能力验证的通过证明了该研究具备 DON 项目的检验能力,对检验人员而言也是积累经验及能力提升的过程。通过参加能力验证,可以有效提高实验室质量管理水平和检验检测能力,对实验室的能力建设和服务地方经济水平具有积极作用。

参考文献

- [1] 胡桂英. 高效液相色谱法测定小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量的不确定度评定[J]. 粮食科技与经济, 2017, 42(6): 49-52.
- [2] 张馨培, 范瑞祺, 罗莉琳, 等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇导致厌食和呕吐的机制研究进展[J]. 中国畜牧杂志, 2021, 57(1): 24-31.
- [3] 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(医学地理分册), 2019, 40(2): 105-107, 117.
- [4] 王丽英, 任贝贝, 刘印平, 等. 河北地区面粉制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其衍生物和玉米赤霉烯酮污染水平调查与分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(12): 4023-4028.
- [5] 兰静, 金海涛, 赵琳, 等. 玉米真菌毒素污染与控制技术研究进展[J]. 农产品质量与安全, 2020(5): 15-21.
- [6] 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.
- [7] MISHRA S, SRIVASTAVA S, DEWANGAN J, et al. Global occurrence of deoxynivalenol in food commodities and exposure risk assessment in humans in the last decade: A survey[J]. Critical reviews in food science and nutrition, 2020, 60(8): 1346-1374.

制种规模影响的统计分析,得出以下结论:

(1) 1981—2020 年河西走廊中部春玉米生长期内光能资源总体呈波动下降趋势。光照强度和光照时间均在前 20 年随时间呈上升趋势,后 20 年呈下降趋势。20 世纪 80 年代年太阳总辐射为负距平,90 年代为正距平,21 世纪以来波动较大,但多以负距平为主。从生长期内各月日照时数来看,4—6 月日照时数呈上升趋势,7—9 月呈下降趋势。

(2) 春玉米播种期略有提前,成熟期推后速率为 1.49 d/10 a,全生育期延长。1984—2020 年河西中部春玉米全生育期生长期日数与同期日照时数均呈增加趋势,气候倾向率分别为 2.87 d/10 a 和 9.61 h/10 a,两者存在显著正相关。对玉米产量和光能资源的变化进行分析,发现玉米产量随日照时数增多略有增长,但相关性较差,主要是由于气象产量是由气象因子综合作用引起的,且玉米产量受种植制度、耕作方式、农业投入以及品种等影响较大。

(3) 1981—2020 年河西走廊中部春玉米制种面积和规模明显增加。近 40 年春玉米种植面积递增率为 0.23×10⁴ hm²/a,近 10 年年平均播种面积为 8.93×10⁴ hm²。现有规范化玉米制种企业近 70 家,杂交品种 900 多个,制种面积近百万亩,占全省玉米制种面积的 73%左右,占全国玉米制种面积的 36%左右。

(4) 光能资源等农业气候资源的变化导致河西中部玉米生长发育的变化,从而对制种生产的管理措施和农事活动产生一定影响,在玉米制种过程中尤其要关注气候变化,保证制种玉米优质高产。

参考文献

- [1] 卢洪. 我国种业自主创新发展道路探析[J]. 中国种业, 2018(3): 4-6.
- [2] 黄艳,蔡敏,严红梅. 浙江省太阳能资源分布特征及其初步区划研究[J]. 科技通报, 2014, 30(5): 78-85.
- [3] 陈中钰,吕结. 近 44 年四川太阳辐射时空变化特征[J]. 高原山地气象

- 研究, 2018, 38(3): 56-60.
- [4] 钱莉,刘明春,杨永龙,等. 1960 年至 2009 年河西走廊东部太阳辐射变化规律及太阳能资源利用分析[J]. 资源科学, 2011, 33(5): 823-828.
- [5] 陶苏林,戚易明,申双和,等. 中国 1981—2014 年太阳总辐射的时空变化[J]. 干旱区资源与环境, 2016, 30(11): 143-147.
- [6] 杜东升,张剑明,张建军. 湖南省太阳能资源时空分布特征及评估[J]. 中国农学通报, 2015, 31(36): 170-175.
- [7] 胡琦,潘学标,李秋月,等. 气候变化背景下东北地区太阳能资源多时间尺度空间分布与变化特征[J]. 太阳能学报, 2016, 37(10): 2647-2652.
- [8] 王彦平,李红艳,谢晓丽. 呼伦贝尔市近 30 年太阳能资源区划与评估[J]. 中国农学通报, 2017, 33(8): 119-123.
- [9] 杨丽桃,江像评. 内蒙古近 50 年生长期日照时数变化特征[J]. 气象科技, 2012, 40(5): 854-857.
- [10] 郑洪建,董树亭. 生态因素与玉米产量关系的研究[J]. 山东农业大学学报(自然科学版), 2000, 31(3): 315-319.
- [11] 史建国,朱昆仑,曹慧英,等. 花期期光照对夏玉米干物质积累和养分吸收的影响[J]. 应用生态学报, 2015, 26(1): 46-52.
- [12] 张德汴,翟继超. 气候变化与玉米生产的响应分析:以 1961—2010 年开封市玉米生产为例[J]. 河南科学, 2011, 29(9): 1066-1069.
- [13] 胡海瑞,王靖. 华北平原夏玉米各生育阶段农业气候要素变化特征[J]. 干旱地区农业研究, 2015, 33(4): 251-258, 267.
- [14] 王占彪,王猛,尹小刚,等. 气候变化背景下华北平原夏玉米各生育期水热时空变化特征[J]. 中国生态农业学报, 2015, 23(4): 473-481.
- [15] 孟林,刘新建,郭定荣,等. 华北平原夏玉米主要生育期对气候变化的响应[J]. 中国农业气象, 2015, 36(4): 375-382.
- [16] 曹玲,邓振福,窦永祥,等. 气候变暖对河西走廊绿洲灌区玉米产量影响及对策研究[J]. 西北植物学报, 2008, 28(5): 1043-1048.
- [17] 曹铁华,梁恒赫,刘亚军,等. 吉林省气候变化对玉米气象产量的影响[J]. 玉米科学, 2010, 18(2): 142-145.
- [18] 李永华,陈立春,倪全明. 气候变化对莱阳玉米生产的影响[J]. 安徽农业科学, 2017, 45(17): 170-173.
- [19] 童碧庆. 贵州玉米生产光能资源研究[J]. 耕作与栽培, 2004(4): 54-56.
- [20] 冯鑫媛,龙清怡,王海霞. 西北地区太阳总辐射的气候学计算及分布特征[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(2): 981-983.
- [21] 魏凤英. 现代气候统计诊断与预测技术[M]. 2 版. 北京:气象出版社, 2007: 69-72.
- [22] 马红勇,庞成,白青华,等. 气候暖湿变化对黑河流域绿洲农业生产的影响[J]. 干旱地区农业研究, 2015, 33(1): 225-232.
- [23] 殷雪莲,王涓力. 张掖市农耕地热量资源变化特征及对农业生产的影响[J]. 冰川冻土, 2015, 37(5): 1406-1411.

(上接第 179 页)

- [8] YAO Y Z, LONG M. The biological detoxification of deoxynivalenol: A review[J/OL]. Food and chemical toxicology, 2020, 145[2020-11-17]. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2020.111649>.
- [9] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量: GB 2761—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- [10] 林芳,王一欣,袁磊,等. 玉米粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定能力验证结果分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(18): 6406-6411.
- [11] 王伟岗,项厚生,吴海峰,等. 小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇测定方法比较与分析[J]. 广州化工, 2020, 48(23): 100-103.
- [12] 彭茂民,刘丽,王小飞,等. 免疫亲和柱净化-HPLC 法测定小麦粉中的黄曲霉毒素 B₁、玉米赤霉烯酮和脱氧雪腐镰刀菌烯醇的含量[J]. 食品科技, 2017, 42(9): 305-308.
- [13] 邵亮亮,应美蓉,杜京霖,等. 复合免疫亲和柱净化高效液相色谱法同时测定小麦中的 4 种真菌毒素[J]. 食品科技, 2021, 46(2): 328-334.
- [14] 姚霞,莫立,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.
- [15] 杨亚静,张春春. QuEChERS-HPLC-MS/MS 法检测谷类杂粮制品中 4 种真菌毒素[J]. 中国酿造, 2020, 39(10): 172-175.
- [16] 雷方,李承龙,张新,等. 免疫磁珠亲和纯化-超高效液相色谱串联质谱法快速检测小麦中多种真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 1252-1260.
- [17] 农蕊瑜,赵丽,申颖,等. 多功能净化柱净化-超高效液相色谱串联质谱法检测云南所售部分面条及面条制品中的 6 种真菌毒素[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(22): 7533-7539.
- [18] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 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: GB 5009. 111—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- [19] 赵晶晶,张振华,刘青,等. 免疫亲和和层析净化超高效液相色谱法测定玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量结果的不确定度评价[J]. 中国粮油学报, 2018, 33(8): 119-125, 132.
- [20] 王丽玲. 能力验证. 实验室间比对常用统计技术及评定方法[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(8): 985-986.
- [21] 王秀媛,李培武,张奇,等. 能力验证中粮油真菌毒素检测技术研究进展[J]. 中国油料作物学报, 2019, 41(4): 650-656.