

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2023.01.018

单晓雪, 马志, 唐颜苹, 等. 超导体包被免疫荧光试纸法同时测定玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇和玉米赤霉烯酮适用性研究[J]. 粮油食品科技, 2023, 31(1): 143-149.

SHAN X X, MA Z, TANG Y P, et al. Research on applicability of superconductor coated immunofluorescence test strip method for determination of deoxynivalenol and zearalenone in maize[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2023, 31(1): 143-149.

超导体包被免疫荧光试纸法同时测定玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇和玉米赤霉烯酮适用性研究

单晓雪¹, 马志², 唐颜苹², 杨颖康², 顾雨熹¹, 王锦¹, 陈晋莹¹✉

(1. 中储粮成都储藏研究院有限公司, 四川 成都 610000;

2. 深圳市赛泰诺生物科技有限公司, 广东 深圳 518108)

摘要: 为了能同时快速测定玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (deoxynivalenol, DON) 和玉米赤霉烯酮 (Zearalenone, ZEN) 两种毒素, 采用基于超导体包被的免疫荧光快速定量检测技术, 检测了多个玉米样品, 结合加标回收率、稳定性、检出限、精密度等指标, 并与液相色谱法的检测结果进行比较分析, 评估方法的适用性。结果表明, 超导体包被的免疫荧光试纸法检测 DON 含量在 100~2 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 检测 ZEN 含量在 5~200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的范围内线性良好。DON 在 500~2 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加水平范围内, 回收率为 103.72%~108.17%, ZEN 在 50~150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加水平范围内, 回收率为 97.81%~111.27%。该方法于液相色谱法检测结果对比, DON 相对偏差在 3.72%~8.17%, ZEN 相对偏差在 2.19%~11.27%, 均低于液相色谱法允许偏差 23%和 15%, 超导体包被的免疫荧光试纸法是一种有效、实用、快速、定量的分析方法, 能满足同时检测玉米中 DON 和 ZEN 的要求。

关键词: 超导体包被免疫荧光试纸法; 快速定量; 脱氧雪腐镰刀菌烯醇; 玉米赤霉烯酮

中图分类号: TS201.3 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2023)01-0143-07

网络首发时间: 2022-12-23 19:02:25

网络首发地址: <https://kns.cnki.net/kcms/detail//11.3863.TS.20221222.1624.001.html>

Research on Applicability of Superconductor Coated Immunofluorescence Test Strip Method for Determination of Deoxynivalenol and Zearalenone in Maize

SHAN Xiao-xue¹, MA Zhi², TANG Yan-ping², YANG Ying-kang², GU Yu-xi¹,
WANG Jin¹, CHEN Jing-ying¹✉

(1. Sinograin Chengdu Storage Research Institute Co., Ltd., Chengdu, Sichuan 610000, China;

2. Shenzhen Sitechno Biotechnology Co., Ltd., Shenzhen, Guangdong 518000, China)

Abstract: In order to rapidly determine deoxynivalenol (DON) and Zearalenone (ZEN) in maize, a rapid

收稿日期: 2022-09-26

基金项目: 2018—2020 年度中国科协青年人才托举工程 (2018QNRC001)

Supported by: China Association for Science and Technology Youth Talent Lifting Project (No. 2018QNRC001)

作者简介: 单晓雪, 女, 1986 年出生, 本科, 实验师, 研究方法为食品质量检测与安全。E-mail: 712xiaoxue@163.com.

通讯作者: 陈晋莹, 男, 1987 年出生, 博士, 副研究员, 研究方法为食品质量与安全。E-mail: chen2331738@yeah.net.

quantitative immunofluorescence assay based on superconductor coating was used to detect multiple maize samples. Combined with the recovery rate, stability, detection limit, precision and other indexes, the applicability of the method was evaluated and compared with the results of liquid chromatography. The results showed that the superconductor coated immunofluorescence diaper method had the good linearity in the range of 100 ng/mL~2 500 ng/mL for DON and 5~200 μg/kg for ZEN. The recoveries of DON were 103.72%~108.17% in the range of 500~2 000 μg/kg, and 97.81%~111.27% in the range of ZEN 50~150 μg/kg. Compared with the results of liquid chromatography, the superconductor coated immunofluorescence diaper method is an effective, practical, rapid and quantitative analysis method within the allowable deviation range, which can meet the requirements of simultaneous detection of DON and ZEN in maize.

Key words: superconductor coated immunofluorescence test strip method; rapid quantification; deoxynivalenol; zearalenone

真菌毒素是真菌在食品或饲料中滋生所产生的次级代谢产物，是农产品的主要污染物之一^[1-2]，可导致急、慢性中毒，严重时危及人类和动物的生命安全^[3-4]。脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)又称呕吐毒素和玉米赤霉烯酮(ZEN)是最常见的真菌毒素之一，在全世界的谷物及其副产品污染广泛，主要存在于小麦、玉米和大麦等谷物之中^[5-6]。玉米是世界上最重要的食粮之一，同时也是动物饲料必不可少的主要原料^[7-8]。据研究发现，我国饲料用玉米及原料中这两种毒素检出率较高，在抽调样品中检出率常在 80%以上^[9-11]。故研究建立同时检测 DON 和 ZEN 的快速、稳定、科学的定量分析方法，对于粮食类食品中 DON、ZEN 的暴露和风险评估与控制具有重要意义。

真菌毒素快速检测在粮食仓储、基础生产等大量应用，大多以免疫层析法为主要检测方法，现有的免疫层析法由于单抗的应用，一张试纸只能针对一种真菌毒素实现快检应用，成本较高且效率较低。多毒素试纸条一般价格较高或在其中一种毒素的检出限较高，毒素含量低时，检测结果不稳定。在此基础上，我们研发了高特异性免疫识别真菌毒素快检试纸条如图 1，在发光物与抗体构建偶联过程中，利用超导体材料进行半包被，超导体有极高的导电特性，将发光物与抗体间静电荷聚集在抗体侧向吸附，电荷对抗体中杂质及蛋白酶产生边缘控制吸附效应，从而提高单抗或者多抗的纯度，增加抗体稳定度，同时突破性改变免疫法对温度的耐受，实现了真菌毒素检

测耗材常温储存及运输转变，避免了低温储存等苛刻条件带来的检测准确度下降及数值偏差的风险。方便在田间地头或仓储粮库现场应用。在提高检测精准度、平行性的同时，大大的提高了便利性；超导体包被免疫荧光试纸法可实现玉米中 DON、ZEN 的快速、定量检测，在真菌毒素监测和各环节监管中可以快速、高效、准确的反馈数据，为各方决策、导向提供了强有力的理论依据与技术支撑。

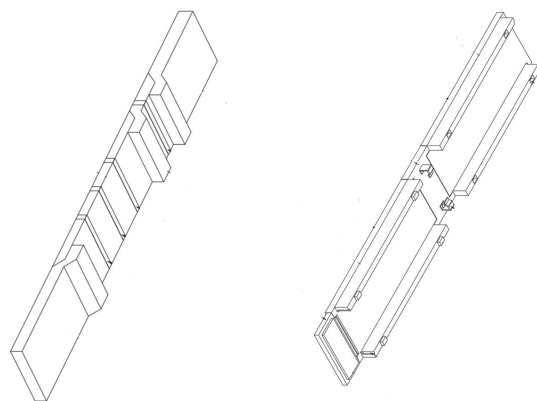


图 1 超导体包被免疫荧光试纸条

Fig.1 The superconductor coated immunofluorescence test strips

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

本研究选取的是天然收获玉米。

呕吐毒素快速定量检测卡(2~30 °C密封储存): 深圳市赛泰诺生物技术有限公司; 呕吐毒素免疫亲和柱、玉米赤霉烯酮毒素免疫亲和柱: 美国 ROMER 公司; 低浓度呕吐毒素玉米质控品

($472 \pm 80 \mu\text{g}/\text{kg}$)、中浓度呕吐毒素玉米质控品 ($990 \pm 130 \mu\text{g}/\text{kg}$)、高浓度呕吐毒素玉米质控品 ($1\ 845 \pm 277 \mu\text{g}/\text{kg}$)、低浓度玉米赤霉烯酮毒素玉米质控品 ($46.5 \pm 6.3 \mu\text{g}/\text{kg}$)、中浓度玉米赤霉烯酮毒素玉米质控品 ($70.0 \pm 11 \mu\text{g}/\text{kg}$)、高浓度玉米赤霉烯酮毒素玉米质控品 ($108.6 \pm 18.8 \mu\text{g}/\text{kg}$)；青岛普瑞邦生物工程有限公司。

1.2 仪器与设备

QD-Infinity 系列霉菌毒素快速定量免疫荧光分析仪：深圳市赛泰诺生物技术有限公司；1260 II 高效液相色谱仪，配 DAD 和 FLD 检测器：美国 Agilent 公司。

1.3 实验方法

1.3.1 超导体包被免疫荧光试纸法

取玉米待测样品 500 g，经粉碎（研磨）机进行充分粉碎，过 20 目筛混匀样品，称取样品 5 g 于 50 mL 离心管中，加入 55% 甲醇溶液 25 mL，混匀，涡旋震荡 5 min，选择 5 000 r/min 离心 2 min，收集上层甲醇提取液，移取提取液 100 μL 与 ST 缓冲液 400 μL 振荡混匀，从中移取 75 μL 待检液垂直滴入毒素检测卡的加样孔中，静置反应 10 min 后，检测卡经 QD—Infinity 快速免疫荧光分析仪检测分析。

1.3.2 超导体包被免疫荧光的制备

配置质控线 C、检测线 DON、ZEN 的划线液，C 划线液为 0.7 L 的 0.4 mg/mL 兔抗体加上 3.5 μL 的 10% 海藻糖和 30.8 L 的 PBS 缓冲液的混合液；DON 划线液为 2.33 μL 的 0.8 mg/mL 抗 DON 抗体与 32.67 μL PBS 的混合液；ZEN 划线液为 2.33 μL 的 0.8 mg/mL 抗 ZEN 抗体与 32.67 μL PBS 的混合液。再将硝酸纤维素膜贴到 PVC 快检试纸条上，再将贴有 PVC 板的硝酸纤维素膜放至金标划膜仪上标记的指定位置，启动划线至贴有 PVC 板的硝酸纤维素膜上，完成 C-DON 划线环节。然后再 ZEN 划线，完成后在 37 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干 12 h，待用。

分别将 0.44 μL 18.18 mg/mL 羊抗兔抗体、11.11 mg/mL 抗 DON 抗体、抗 9.09 mg/mL 抗 ZEN 抗体用 0.1 mol/L 碳酸钾调整 pH 为 7.4 按 3 : 1 : 1

进行配置，再放入配置好的金颗粒于旋转盘上旋转混匀 15 min。将 BSA 封闭剂按每 1 mL 加 100 μL 的量加入标记好的金颗粒中涡旋 15 min。再放至冷冻离心机中离心 4 $^{\circ}\text{C}$ ，5 min。取上清液，弃沉淀；再 4 $^{\circ}\text{C}$ 离心 20 min，弃去上清液，取沉淀物复溶，用复溶液按每标记 1 mL 复溶 100 μL 的量进行复溶。混合标记好的复溶金颗粒，羊抗兔抗体、抗 ZEN 抗体、抗 DON 抗体混合金颗粒按 1 : 1 : 1 进行混合后，取金标垫放到金标仪标记好的指定位置，用磁铁压住，以 4.5 $\mu\text{L}/\text{cm}$ 进行喷金。完成后在 37 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干 12 h。

1.3.3 免疫亲和柱液相色谱法

按照国标 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》^[12]第二法免疫亲和层析净化高效液相色谱法进行试样提取、净化、上机。

按照国标 GB 5009.209—2016《食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》^[13]第一法液相色谱法进行试样提取、净化、上机。

1.4 数据分析

各组实验重复 3 次，采用 SPSS18.0 进行统计分析，Origin 9.0 软件进行作图处理， $P < 0.05$ 为在统计学上显著性差异，结果以 $\bar{x} \pm s$ 来表示。

2 结果与分析

2.1 最低检出限和最低定量限

超导体包被免疫荧光试纸法检出限与定量限的确定是用连续独立测定 20 份空白样（天然的阴性玉米样本），分别按照 IUPAC 推荐的公式 $s + 3 \times b$ 、 $s + 10 \times b$ 计算检出限与定量限^[14]，式中： s 为 20 份空白样品检测值的平均值； b 为标准偏差，数据分布见图 2、表 1 和表 2。

由图 2 中数据可知超导体包被免疫荧光试纸法检测 20 份玉米空白样品中 DON 的测定值幅度在 14.1~45.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内，ZEN 的测定幅度在 0~5.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内，DON 和 ZEN 的测定平均值分别是 30.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 1.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，标准偏差分别为 7.96% 和 1.38%。由表 1 和表 2，可以看出超导体包被免疫荧光试纸法 DON、ZEN 双联检测中 DON 检出限和定量限上是低于国家标准液相色谱

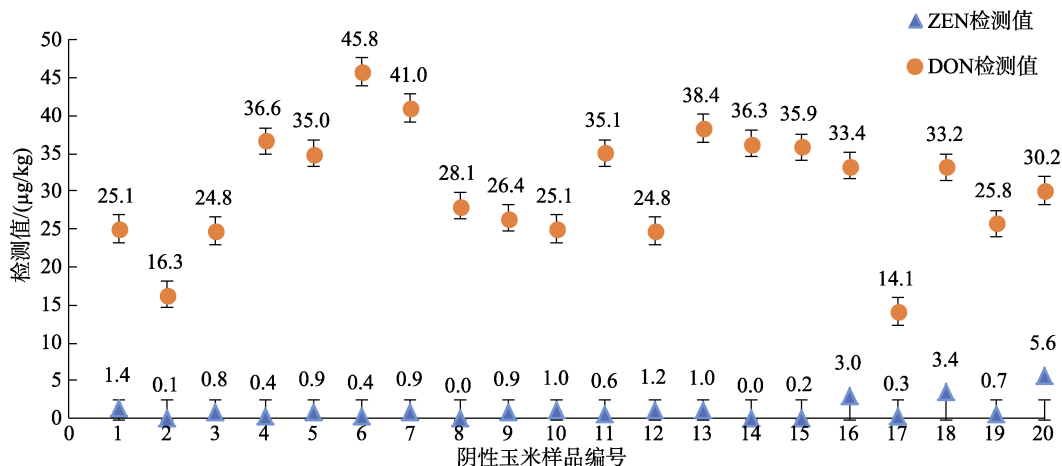


图 2 超导体包被免疫荧光试纸法检测 20 份玉米空白样品的 DON 和 ZEN 的数据分布图

Fig. 2 DON and ZEN data distribution of 20 blank maize samples detected by superconductor coated immunofluorescence test strip method

表 1 超导体包被免疫荧光试纸法和液相色谱法测 DON 的最低检出限和定量限对比数据

Table 1 Superconductor coated immunofluorescence test strip method and HPLC method for the measurement of DON's LOD and LOQ data

	称样量/g	检出限/(μg/kg)	定量限/(μg/kg)
超导体包被免疫荧光试纸法	5±0.01	54.44	110.13
国家标准液相色谱法	25±0.1	100	200

表 2 超导体包被免疫荧光试纸法和液相色谱法测 ZEN 的最低检出限和定量限对比数据

Table 2 Superconductor coated immunofluorescence test strip method and HPLC method for the measurement of EZN's LOD and LOQ data

	称样量/g	检出限/(μg/kg)	定量限/(μg/kg)
超导体包被免疫荧光试纸法	5±0.01	5.28	14.97
国家标准液相色谱法	40±0.1	5	17

表 3 超导体包被免疫荧光试纸法检测玉米质控样的 DON 含量

Table 3 Determination of DON content in maize quality control samples by superconductor coated immunofluorescence test strip method

样品名称	理论值/(μg/kg)	平行 1/(μg/kg)	平行 2/(μg/kg)	平行 3/(μg/kg)	平均值/(μg/kg)	变异系数	平均变异系数
玉米质控样 1	472±80	463.22±15.75	495.65±16.85	483.18±16.42	480.68±16.34	3.40	3.70
玉米质控样 2	990±130	1 003.41±10.03	983.63±9.83	995.24±9.95	994.09±9.94	1.00	
玉米质控样 3	1 845±277	1 715.62±114.95	1 954.36±130.94	1 895.33±126.99	1 855.10±124.29	6.70	

表 4 超导体包被免疫荧光试纸法检测玉米质控样的 ZEN 含量

Table 4 Determination of ZEN content in maize quality control samples by superconductor coated immunofluorescence test strip method

样品名称	理论值/(μg/kg)	平行 1/(μg/kg)	平行 2/(μg/kg)	平行 3/(μg/kg)	平均值/(μg/kg)	变异系数	平均变异系数
玉米质控样 1	46.5±6.3	45.32±2.59	50.68±2.90	47.11±2.69	47.70±2.73	5.72	5.69
玉米质控样 2	70.0±11.0	68.23±3.32	75.16±3.66	72.63±3.54	72.01±3.51	4.87	
玉米质控样 3	108.6±18.8	100.52±6.50	113.26±7.33	102.65±6.88	105.48±6.82	6.47	

谱法的规定, ZEN 检出限和定量限略高于国家标准液相色谱法的规定。说明超导体包被免疫荧光试纸法在称取样品量减少, 检测时间大大缩短的情况下, 检测限量水平同液相色谱法相近。

2.2 准确性测定

用超导体包被免疫荧光试纸法快速定量检测系统在相同实验条件下, 使用不同检测卡检测同一样品, 分别测定 3 个毒素含量梯度的玉米质控样, 每个样品平行检测 3 次, 结果见表 3 和表 4。

检测结果均与质控样的理论值符合率达 100%, 质控样品的呕吐毒素含量重复测定的变异系数范围在 1.00%~6.70%之间, 玉米赤霉烯酮含量重复测定的变异系数范围在 4.87%~6.47%之间, 呕吐毒素平均变异系数为 3.70%, 玉米赤霉烯酮含量

重复测定的平均变异系数为 5.69%，检测的准确度符合实验要求。

2.3 回收率和方法精密度

在阴性玉米样品中添加 DON 标准品和 ZEN 标准品制成三个含量梯度的样品，样品中 DON 理论含量分别为 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、ZEN 理论含量分别为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，进行回收率和精密度测定，每个梯度测定 6 次，数据分布见图 3。

取 6 次结果的平均值三个含量梯度的玉米样品中 DON 加标回收率分别为 107.45%、108.17%、103.72%，相对偏差分别为 7.45%、8.17%、3.72%，

ZEN 加标回收率分别为 97.81%、111.27%、109.68%，相对偏差分别为 2.19%、11.27%、9.68%，符合国标定量检测标准要求。由图 2 箱形图可以看出，DON 和 ZEN 回收率检测结果波动范围在 20% 以内，回收率范围均在 80%~120% 以内，符合加标回收要求。DON 在三个含量梯度的检测数据较 ZEN 检测数据要更集中。ZEN 在检测低含量样品，理论含量为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，检测数据较分散，回收率检测结果 81.72%~111.03%，在检测理论含量为 150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，检测数据较集中，总体上 DON 和 ZEN 方法精密度，符合国标定量检测标准要求。

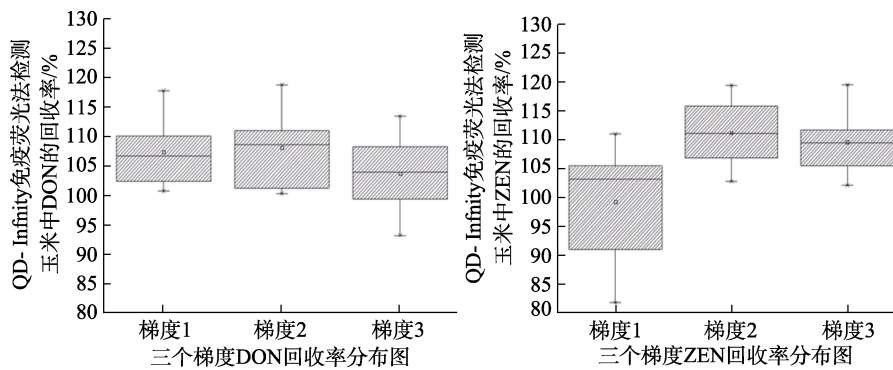


图 3 超导体包被免疫荧光试纸法检测加标玉米样品 DON 和 ZEN 的回收率分布图

Fig.3 Recovery distribution of DON and ZEN in spiked maize samples detected by superconductor coated immunofluorescence test strip method

2.4 与液相色谱法比较测定

将 30 份玉米样品同时用液相色谱法和超导体包被免疫荧光试纸法检测 DON 和 ZEN，并对结果数据进行比较，由于快检卡数据 DON 检测结果低于 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，ZEN 检测结果低于 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的无法读出，故不做统计，其他检测数据比较见图 4。

由图 4 可知在测定的 30 组数据中，去除仪器无法读数的数据，液相色谱法和超导体包被免疫荧光试纸法检测 DON 和 ZEN 的结果符合率达到 100%。2 种方法的 DON 检测结果的相对偏差在 -0.37%~9.04% 之间，ZEN 的相对偏差在 -4.99%~6.54% 之间，说明超导体包被免疫荧光试纸法的检测数据与液相色谱法的检测数据相一致，方法间偏差较小，精密度将近，结果可靠，符合国家标准偏差要求。

4 讨论与结论

本研究表明超导体包被免疫荧光试纸法能够同时快速定量检测玉米中 DON 和 ZEN 两种毒素的检测方法，测定法准确、可靠。本方法与国家标准液相色谱法相比，具有快速、灵敏、方便、科学、检测成本低的特点，与单联快检法相比，具有省时、节约成本、同时呈现 2 个毒素指标的特点。可以在满足农产品及其制品中真菌毒素快速检测需求。此外，本方法为内置标准曲线，不需要在实验中制作标准曲线，减少人为检测误差，保持每台仪器的稳定性。试纸条和试剂耗材在 2~30 $^{\circ}\text{C}$ 储存的技术优势，便于在各种温度条件的运输和使用，可用于不同检测环境如田间调查，市场抽查等。随着现代检测技术迅猛发展，人们对食品、饲料安全日益重视，快速筛查、实时监

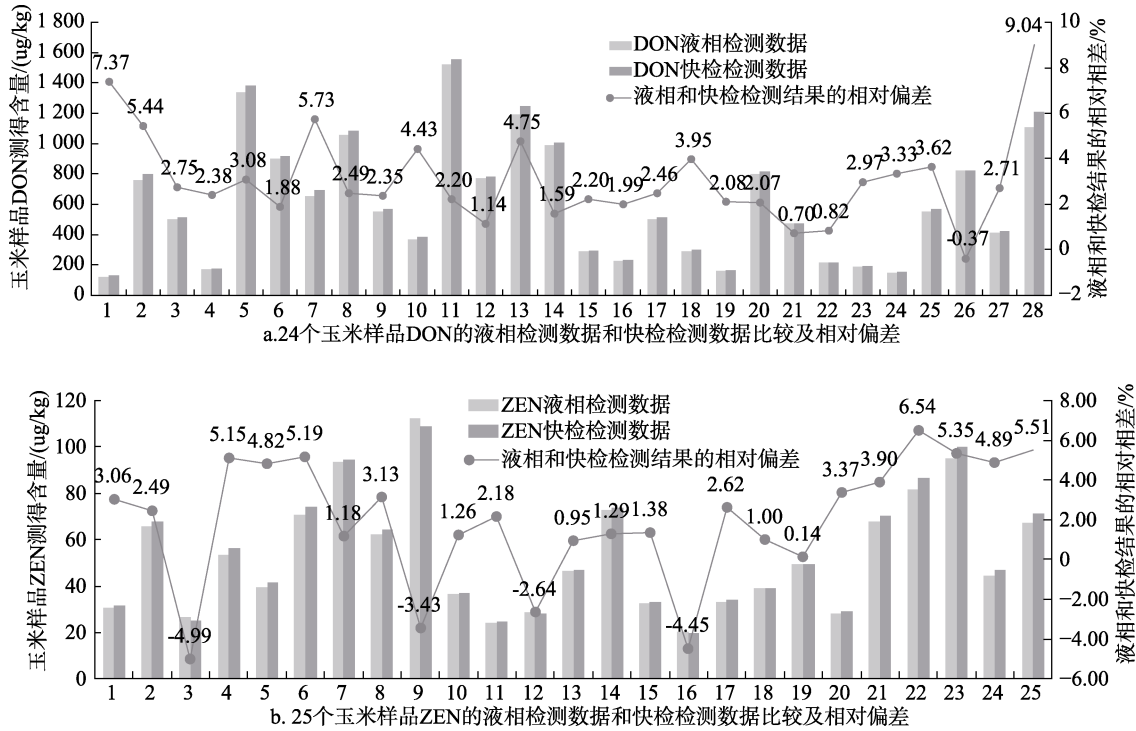


图 4 液相色谱法和超导体包被免疫荧光试纸法检测玉米样品中 DON 和 ZEN 数据对比及相对偏差图
Fig.4 Comparison and relative deviation of DON and ZEN data in maize samples detected by HPLC method and superconductor coated immunofluorescence test strip method

控是检测发展的趋势，超导体包被免疫荧光试纸法同时快速定量检测玉米中 DON 和 ZEN 两种毒素的检测方法具有现实意义。

参考文献:

[1] WANG S, WU K T, XUE D F, et al. Mechanism of deoxynivalenol mediated gastrointestinal toxicity: Insights from mitochondrial dysfunction[J]. Food Chem Toxicol, 2021, 153: 112214.

[2] 黄晓静, 王少敏, 毛丹, 等. 镰刀菌属真菌毒素的毒性研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(8): 3117-3128.

HUANG X J, WANG S M, MAO D, et al. Research progress on toxicity of Fusarium mycotoxins[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(8): 3117-3128.

[3] BHATR, RAI R V, KARIM A A. Mycotoxins in food and feed: present status and future concerns[J]. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 2010, 9(1): 57-81.

[4] 李志霞, 聂继云, 闫震, 等. 果品主要真菌毒素污染检测、风险评估与控制研究进展[J]. 中国农业科学, 2017, 50(2): 332-347.

LI Z X, NIE J Y, YAN Z, et al. Progress in research of detection, risk assessment and control of the Mycotoxins in fruits and fruit products[J]. Scientia Agricultura Sinica, 2017, 50(2): 332-347.

[5] MOSAAD A, AZIZA A, ASMAA S, et al. Protective capabilities of silymarin and inqLin nanoparticles against hepatic oxidative stress, genotoxicity and cytotoxicity of deoxynivalenol in rats[J].

Toxicol, 2018, 142: 1-13.

[6] 武亭亭, 杨丹. 粮食加工品中玉米赤霉烯酮和呕吐毒素污染情况调查[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(12): 3674-3678.

WU T T, YANG D. Investiation on zearalenone and deoxynivalenol contamination in grain-related food[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(12): 3674-3678.

[7] 兰静, 赵琳, 孙向东, 等. 我国玉米生物毒素污染现状及预防措施[J]. 安徽农业科学, 2019, 47(19): 183-185+189.

LAN J, ZHAO L, SUN X D, et al. Current situation and preventive measures of Mycotoxin contamination of maize in China[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2019, 47(19): 183-185+189.

[8] 陈雨生, 周睿, 张婷. 中国饲料粮进口替代研究[J]. 农业技术经济, 2022(7): 64-77.

CHEN L S, ZHOU R, ZHANG T. Study on import substitution of feed and grain in China[J]. Journal of Agrotechnical Economics, 2022(7): 64-77.

[9] 尚加英, 郑学玲, 赵波, 等. 粮食中呕吐毒素的物理消减方法研究进展[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(9): 187-194.

SHANG J Y, ZHEN X L, ZHAO B, et al. Research progress on physical abatement of emetic toxin in grain[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils, 2020, 35(9): 187-194.

[10] 侯楠楠, 谢全喜, 王梅, 等. 2019年全国部分地区饲料及原料霉菌毒素污染状况调查[J]. 广东饲料, 2020, 29(10): 47-50.

HOU N N, XIE Q X, WANG M, et al. Investigation on mycotoxin contamination of feed and raw materials in some

- areas of China in 2019[J]. *Guangdong Feed*, 2020, 29(10): 47-50.
- [11] 冯雪莲, 周英焕, 李留安, 等. 玉米赤霉烯酮的危害及物理吸附剂脱毒效果研究进展[J]. *现代农业科技*, 2021(21): 133-135.
- FENG X L, ZHOU Y H, LI L A, et al. Research progress on harm of Zearalenone and its Detoxification effect of physical adsorbent[J]. *Modern Agricultural Science and Technology*, 2021(21): 133-135.
- [12] 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].
- National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China, China Food and Drug Administration. national food safety standards Determination of deoxynivalenol and its acetylated derivatives in food: GB 5009.111—2016[S].
- [13] 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 食品中玉米赤霉烯酮的测定: GB 5009.209—2016[S].
- National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China, China Food and Drug Administration. national food safety standards Determination of zearalenone in food: GB 5009.209—2016[S].
- [14] 漆红兰, 李佳妮, 张成孝. 检出限与灵敏度关系及影响因素的探讨[J]. *大学化学*, 2021, 36(9): 219-225.
- QI H L, LI J N, ZHANG C X. Discussion on the relationship and influence factors of the limit of detection and the sensitivity of analytical methods[J]. *University Chemistry*, 2021, 36(9): 219-225. 完