

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2024.03.017

厉笑蒙, 田巍, 周明慧, 等. 基于化学发光磁酶免疫技术建立粮食中铅的自动化检测方法[J]. 粮油食品科技, 2024, 32(3): 155-161.

LI X M, TIAN W, ZHOU M H, et al. Establishment of an auto-detection for lead in grains based on chemiluminescence magnetic enzyme immunoassay technology[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2024, 32(3): 155-161.

基于化学发光磁酶免疫技术建立 粮食中铅的自动化检测方法

厉笑蒙^{1,2}, 田巍², 周明慧², 谢岩黎¹, 王松雪^{1,2}✉

(1. 河南工业大学 粮油食品学院, 河南 郑州 450001;

2. 国家粮食和物资储备局科学研究院 粮油质量安全研究所, 北京 100037)

摘要: 利用抗原抗体高特异性, 建立一种自动化的化学发光磁酶免疫方法, 快速定量检测粮食中铅元素的含量。通过优化前处理条件和化学发光磁酶免疫分析方法的反应条件, 实现了大米、小麦、玉米等粮食样品中铅的自动测定。该方法的检测范围为 0.05~0.71 mg/kg, 大米和玉米中检出限为 0.02 mg/kg, 小麦中检出限为 0.01 mg/kg, 回收率范围 89.2%~113.6%, 相对标准偏差均小于 10%。基于化学发光免疫平台, 本方法可在 30 分钟内完成 8 个样品的同时自动化检测, 有效减少人为误差, 提高检测准确性和检测效率, 在粮食中铅的快速定量检测方面具有良好的应用前景。

关键词: 化学发光磁酶免疫技术; 铅; 快速定量; 粮食

中图分类号: TS207.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-7561(2024)03-0155-07

网络首发时间: 2024-05-09 14:26:13

网络首发地址: <https://link.cnki.net/urlid/11.3863.TS.20240509.1025.004>

Establishment of an Auto-detection for Lead in Grains Based on Chemiluminescence Magnetic Enzyme Immunoassay Technology

LI Xiao-meng^{1,2}, TIAN Wei², ZHOU Ming-hui², XIE Yan-li¹, WANG Song-xue^{1,2}✉

(1. College of Food Science and Engineering, Henan University of Technology, Zhengzhou, Henan 450001, China; 2. Institute of Grain and Oil Quality and Safety, Academy of National Food and Strategic Reserves Administration, Beijing 100037, China)

Abstract: An automatic chemiluminescence magnetic enzyme immunoassay based on the high specificity of antigen and antibody was developed for rapid and quantitative determination of lead in grain. By optimizing the pre-treatment conditions and the reaction conditions of chemiluminescence magnetic enzyme immunoassay, the automatic determination of lead in rice, wheat and corn samples was realized. The detection range was 0.05~0.71 mg/kg, and the limit of detection was 0.02 mg/kg in rice and corn and 0.01 mg/kg in wheat. The recovery range was 89.2%~113.6%, and the relative standard deviations were all less

收稿日期: 2024-01-16

基金项目: 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项 (JY2204)

Supported by: Fundamental Research Funds of the Central Research Institutes (No. JY2204)

作者简介: 厉笑蒙, 女, 1997 年出生, 在读硕士生, 研究方向为粮油质量安全检测与风险防控。E-mail: 18337011521@163.com

通讯作者: 王松雪, 男, 1977 年出生, 博士, 研究员, 研究方向为粮油质量安全检测与风险防控。E-mail: wsx@ags.ac.cn

than 10%. Based on the chemiluminescence immune platform, the developed method can realize eight samples simultaneous auto-detection within 30 min. Meanwhile, the automatic detection method can avoid human errors, and greatly improve the accuracy and efficiency, showing a good application prospect in the rapid quantitative detection of lead in grain.

Key words: chemiluminescence magnetic enzyme immunoassay; lead; rapid quantification; grain

铅是生态环境系统中广泛存在的有害重金属之一, 可通过污染的水源和土壤富集于粮食中, 而长期食用被铅污染的粮食会对人体骨骼造血机能、神经系统、消化和生殖系统等造成不同程度的损伤^[1-3]。因此, GB 2762—2022《食品安全国家标准食品中污染物限量》对常见食品中铅元素的限量进行了规定, 其中谷物及其制品中重金属铅的限量标准为 0.2 mg/kg^[4]。由于粮食中较为复杂的基质会干扰铅快速检测方法的性能, 因此建立高效准确的检测技术对保障检测准确性和可靠性具有至关重要的作用。

目前铅的快速前处理方法通常采用稀酸提取法, 稀酸提取法是利用金属元素易在盐酸、硝酸等酸性条件中溶解的特性, 对粮食中的重金属进行提取, 但提取条件需要根据检测方法进行调整以降低基质干扰^[5-6]。重金属铅常规的检测方法主要依靠原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法、X 射线荧光分析法等, 虽然灵敏度和准确度高, 但操作复杂、耗时长、设备昂贵, 不适用于现场大批量样品的快速检测^[7-9]。免疫分析法是利用抗体与抗原之间的高选择性建立的方法, 包括胶体金免疫层析法、酶联免疫法、荧光免疫分析法等, 特异性强、便捷低廉, 适合现场大量样品的快速检测, 但自动化程度较低^[10-11]。化学发光磁酶免疫分析法既具有免疫反应的特异性又具有化学发光的高灵敏性, 具有良好的应用前景, 同时引入磁性纳米颗粒, 有助于自动化的实现, 可以进行分离富集并放大信号, 缩短检测时间, 提高检测性能^[12-15]。

基于此, 本研究利用抗原抗体高特异性反应, 搭载化学发光自动化平台, 进一步开发铅元素的自动化学发光免疫分析技术, 通过对样品前处理条件和方法关键参数进行优化, 建立一种可应用于粮食中铅的快速定量化学发光磁酶免疫分析方

法, 并对其检测性能进行系统评价, 为满足粮食中重金属铅的实际检测需求提供参考。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

大米、小麦、玉米粉中重金属空白样品和铅成分分析质控样品: 国家粮食和物资储备局科学研究院; 铅元素标准储备液 (1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 中国计量科学研究院; 碱性磷酸酯酶标记山羊抗小鼠 IgG (H+L): 上海碧云天生物技术股份有限公司; 链霉亲和素磁珠: 苏州海狸生物医学工程有限公司; 生物素标记的铅抗原、单克隆铅抗体: 浙江准策生物技术有限公司; 碱性磷酸酶发光底物 01 号: 北京爱维德生物技术有限公司; 盐酸、硝酸、醋酸: 国药集团化学试剂有限公司; 半胱氨酸: 美国 Sigma 公司; 二乙烯三胺五乙酸 (Diethylenetriaminepentaacetic acid, DTPA)、乙二胺四乙酸 (Ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA)、1-(4-异硫氰苄基)乙烷基二胺-N,N,N',N'-四乙酸 (1-(4-Isothiocyano benzyl)ethylenediamine-N,N,N',N'-tetraacetic acid, ITCBE): 东仁化学科技 (上海) 有限公司; 所用试剂均为分析纯。

Mettler Toledo 电子分析天平: 梅特勒-托利多仪器 (上海) 有限公司; 多管漩涡混合仪: 杭州奥盛仪器有限公司; 离心机: 长沙湘仪离心机仪器有限公司; 化学发光免疫分析仪: 北京美联泰科生物技术有限公司; pH 计 (pHSJ-5): 上海雷磁仪器厂。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理方法

准确称取 (0.2 \pm 0.02) g 大米、小麦、玉米 3 种基质样品, 加入 6 mL 提取液, 经涡旋振荡提取 5 min 左右, 离心机 10 000 r/min 离心 3 min, 取上清液转移至干净离心管中, 备用。因为不同

样品对本方法的测定干扰效果不同, 故对 3 种基质条件分别进行优化。

1.2.2 化学发光磁酶免疫分析方法

在化学发光免疫分析仪配套的试剂条中预先加入所需试剂, 调整仪器反应模式, 依次将 50 μL 抗体、20 μL 样品和 300 μL 稀释液转移到反应孔, 反应 10 min, 使稀释液中的螯合剂与样品中的铅离子螯合并优先与抗体反应; 再将 50 μL 生物素化的抗原、50 μL 酶标二抗和 100 μL 链霉亲和素磁珠转移到反应孔, 反应 10 min, 使过量的抗体与抗原、二抗充分反应, 并形成生物素-亲和素复合物; 然后由磁棒将形成的复合物转移至清洗孔, 用清洗液洗涤 3 次, 去除多余的未反应的杂质, 最后在磁性作用下, 将复合物加入至 100 μL 化学发光底物液中, 由仪器进行相对发光单位 (Relative light unit, RLU) 的测定, 全过程约 25 min。

1.2.3 检测范围与检出限

不同基质空白样品进行前处理后, 取上清液添加铅标准溶液, 测定 RLU 并分别建立基质标准曲线, 以减少由样品提取时基质干扰所引起的误差。以铅浓度为横坐标, RLU 为纵坐标, 采用非线性四参数拟合绘制标准曲线。方法检出限定义为抑制率 90% 时所对应的铅质量浓度, 检测范围为抑制率 20%~80% 所对应的铅质量浓度。

1.2.4 精密度和准确性评价

以大米、小麦、玉米为代表性粮食基体, 提取空白样品上清液添加低中高三个水平铅标准溶液, 分别进行板内和板间 7 次测定, 计算 RLU 的平均值和相对标准偏差 (Relative standard deviation,

RSD), 以评价该方法的精密度。同时, 将该方法用于不同浓度的质控样品的测试, 比较该方法测定值与质控样品标示值的差异, 计算回收率来评价该方法的准确性。

1.3 数据处理

采用 Microsoft Excel 软件, 对原始数据进行统计并对各项参数进行计算分析, 数据均以平均值 \pm 标准偏差表示, 每组实验重复 3 次, 采用 Origin 2022 软件进行图表绘制。

2 结果与讨论

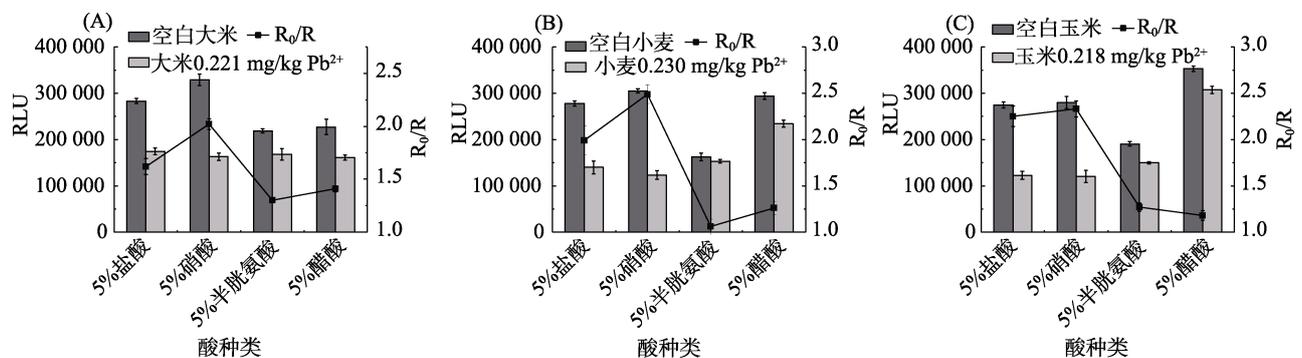
2.1 前处理条件的优化

2.1.1 酸种类的选择

基于实验室前期研究, 稀酸浸提可有效提取粮食中的重金属元素, 具有耗材少、样品污染小、提取效果好的优点^[16-17], 酸种类不仅会影响提取效率而且还会影响检测信号的灵敏度。为了考察酸种类对本方法化学发光信号的影响, 分别采用盐酸、硝酸、半胱氨酸、醋酸等 4 种酸处理空白和质控样品 (铅含量约为 0.2 mg/kg)。实验结果如图 1 所示, 大米、小麦、玉米 3 种基质都在 5% 硝酸处理后得到的 RLU 比值最大, 说明硝酸提取的灵敏度最高, 因此选用硝酸作为提取液。

2.1.2 提取液浓度的优化

为探究最佳硝酸浓度, 配制体积分数为 1%、2.5%、5%、10% 4 种浓度的硝酸分别处理空白和质控样品。结果如图 2 所示, 大米、小麦、玉米基质样品在 5% 硝酸作为提取液时已达到最佳灵敏度, 因此后续实验选用 5% 硝酸作为提取液。



注: (A) 大米; (B) 小麦; (C) 玉米, 下同。

Note: (A) rice; (B) wheat; (C) corn, the same below.

图 1 酸种类对 3 种基质测定灵敏度的影响

Fig.1 Effect of acid types on the sensitivity of three substrates

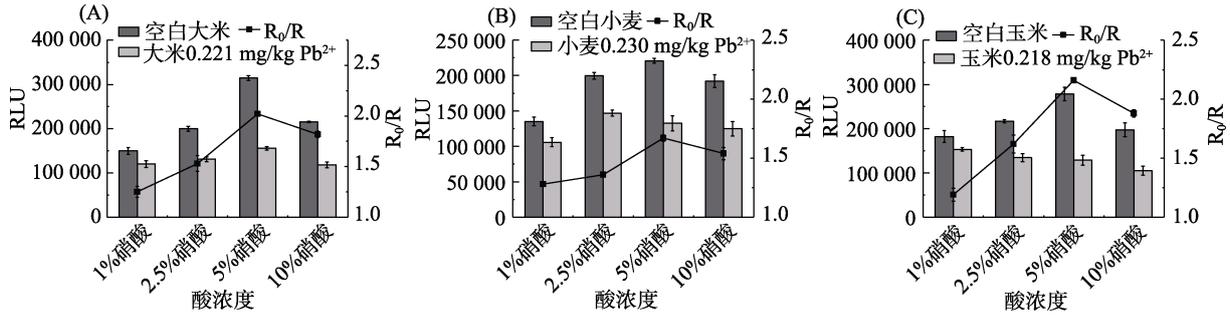


图 2 硝酸浓度对 3 种基质测定灵敏度的影响

Fig.2 Effect of concentration of nitric acid on sensitivity of determination of three substrates

2.1.3 固液比的选择

震荡提取时的固液比会直接影响样品的提取效果，且不同基质样品中的铅离子被酸提取的同时，基质中其他物质如蛋白、淀粉等也易被同时提取而带来干扰，进而影响到方法测定的灵敏度

和准确度^[18]。为探究固液比对本方法灵敏度的影响，设置 1 : 10、1 : 20、1 : 30、1 : 40 四种固液比分别处理样品。结果如图 3 所示，大米，玉米基质在固液比为 1 : 30 时灵敏度最好，小麦基质在固液比为 1 : 20 时得到灵敏度最好。

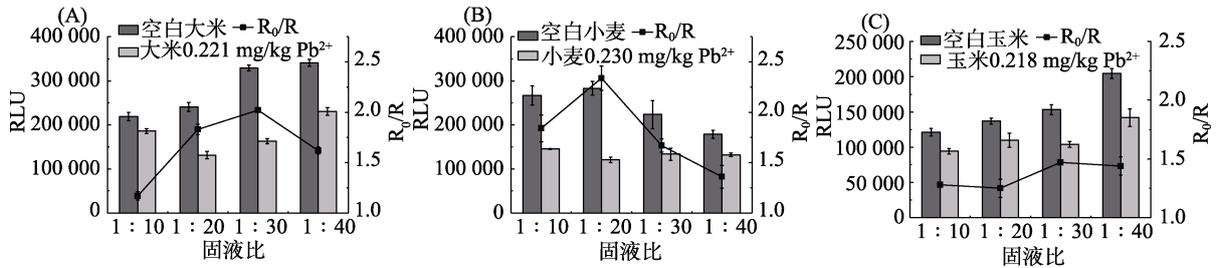


图 3 固液比对 3 种基质测定灵敏度的影响

Fig.3 Effect of solid-liquid ratio on the sensitivity of three substrates

2.2 反应体系的优化

2.2.1 棋盘法优化抗原抗体浓度

抗原抗体的浓度对化学发光磁酶免疫分析方法灵敏度的影响很大，要提升灵敏度并且降低检测经济成本，以获得最佳的抗原抗体反应条件，基于之前的实验研究结果，采用棋盘法对抗原抗体的最佳稀释倍数进行优化^[19]。空白和质控品 RLU 的比值见表 1~3。可知，随着抗原抗体稀释倍数的增大，比值逐渐增大，说明方法的灵

表 1 抗原抗体稀释倍数对大米基质测定灵敏度的影响 (n=3)
Table 1 Effect of dilution ratio of antigen and antibody on sensitivity of rice substrate determination (n=3)

抗体稀释倍数	抗原稀释倍数			
	1 : 40 000	1 : 80 000	1 : 160 000	1 : 320 000
1 : 40 000	1.62	1.68	1.68	1.75
1 : 80 000	1.89	1.94	1.96	1.93
1 : 160 000	1.40	1.84	2.13	1.98
1 : 320 000	1.91	2.06	1.94	2.00

表 2 抗原抗体稀释倍数对小麦基质测定灵敏度的影响 (n=3)
Table 2 Effect of dilution ratio of antigen and antibody on the sensitivity of wheat matrix determination (n=3)

抗体稀释倍数	抗原稀释倍数			
	1 : 40 000	1 : 80 000	1 : 160 000	1 : 320 000
1 : 40 000	1.86	1.93	1.99	2.06
1 : 80 000	1.83	2.07	2.16	2.59
1 : 160 000	2.03	2.21	2.28	2.40
1 : 320 000	2.40	2.18	2.63	2.54

表 3 抗原抗体稀释倍数对玉米基质测定灵敏度的影响 (n=3)
Table 3 Effect of dilution ratio of antigen and antibody on sensitivity of maize substrate determination (n=3)

抗体稀释倍数	抗原稀释倍数			
	1 : 40 000	1 : 80 000	1 : 160 000	1 : 320 000
1 : 40 000	1.44	1.31	1.68	1.17
1 : 80 000	1.47	1.59	1.95	1.20
1 : 160 000	1.94	1.18	1.60	1.87
1 : 320 000	1.95	1.96	2.08	1.66

敏度也逐渐提高。大米基质在抗原抗体都稀释 16 万倍时最佳，稀释倍数过大后出现灵敏度降低趋

势,而小麦和玉米基质在抗原稀释 16 万倍、抗体稀释 32 万倍时最佳。

2.2.2 螯合剂的选择

粮食样品中的铅经过稀硝酸提取后以离子形态存在于提取液中,因受限于抗体制备工艺,目前所采用的铅抗体只能识别铅与螯合剂形成的复合物,因此需要筛选合适的螯合剂来达到抗体特异性识别铅离子的最佳效果^[20-21]。在稀释液中分别添加 1 $\mu\text{mol/L}$ 常用的三种重金属螯合剂 EDTA、ITCBE、DTPA,对螯合剂进行筛选。结果如图 4

所示,三种基质在螯合剂为 ITCBE 时得到灵敏度最好。

2.2.3 螯合剂浓度的优化

为进一步探究最佳螯合剂浓度,用四种浓度的 ITCBE 分别测定样品,结果如图 5 所示,大米和玉米基质在螯合剂浓度为 0.1 $\mu\text{mol/L}$ ITCBE 时灵敏度最高,而小麦基质在螯合剂浓度为 1 $\mu\text{mol/L}$ ITCBE 时灵敏度最高,可能是因为小麦基质进行前处理提取时固液比较小,总金属离子的浓度偏高,因此需更高浓度的 ITCBE 才能满足与铅离子的螯合。

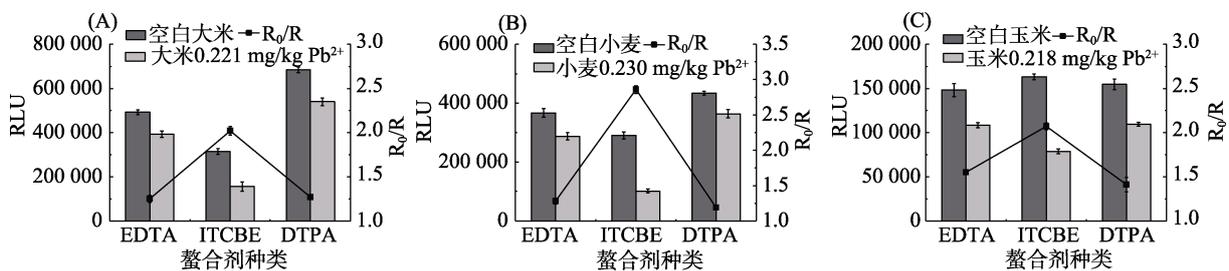


图 4 螯合剂种类对 3 种基质测定灵敏度的影响

Fig.4 Effect of chelating agent types on the sensitivity of three substrates

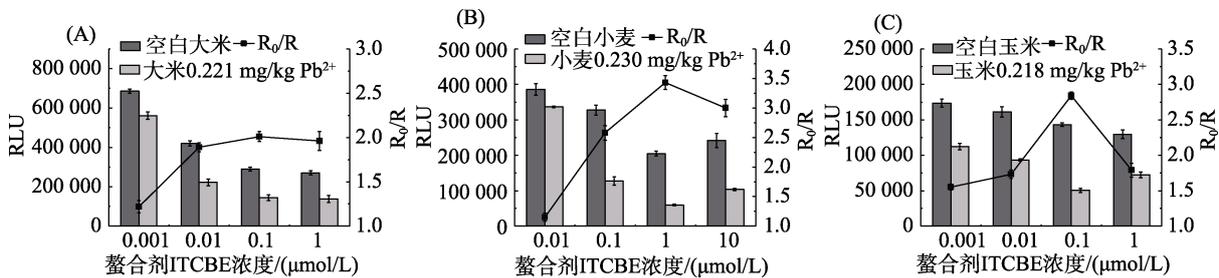


图 5 螯合剂浓度对 3 种基质测定灵敏度的影响

Fig.5 Effect of chelating agent concentration on sensitivity of three substrates

2.3 方法性能评价

2.3.1 标准曲线的建立

以铅浓度为横坐标,RLU 为纵坐标,绘制基质匹配标准曲线,如图 6 所示,不同浓度的铅与相应的 RLU 呈现良好的对应关系,其中大米基质的标准曲线方程为 $Y_{\text{大米}}=311\ 010.6+288\ 510.8/(1+(x/5.6)^{1.1})$,相关系数 R^2 为 0.997;小麦基质的标准曲线方程为 $Y_{\text{小麦}}=32\ 045.3+290\ 440.1/(1+(x/4.9)^{1.1})$, R^2 为 0.997;玉米基质的标准曲线方程为 $Y_{\text{玉米}}=-95\ 035.9+391\ 041.8/(1+(x/17.7)^{0.5})$, R^2 为 0.995。3 种基质的标准曲线的 R^2 均高于 0.99,说明基质标准曲线准确且可靠。根据方程计算得到相应质量浓度的灵敏度 IC_{50} 、检测范围

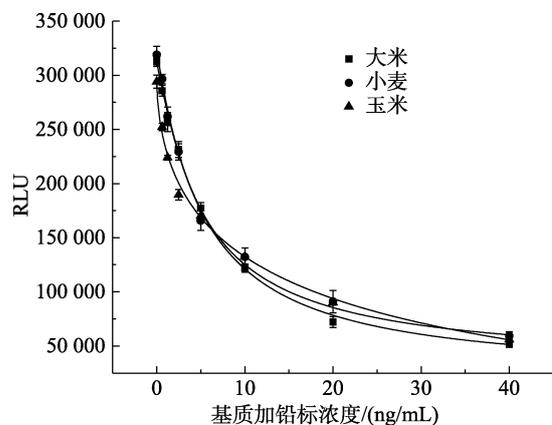


图 6 3 种基质铅标准曲线

Fig.6 Three matrix lead standard curves

IC_{20} ~ IC_{80} 和检出限 IC_{10} ,结果如表 4 所示。表明本方法具有较宽的检测范围,且定量限显著低于

表 4 不同基质的质量浓度检测范围
Table 4 Mass concentration detection range of different substrates mg/kg

基质	IC ₅₀	检测范围 IC ₂₀ ~IC ₈₀	检出限 IC ₁₀
大米	0.18	0.05~0.84	0.02
小麦	0.13	0.03~0.71	0.01
玉米	0.20	0.03~1.15	0.02

谷物中铅国标限量要求，满足日常检测的需要。

2.3.2 精密度评价

称取 (0.2±0.02) g 空白大米、小麦、玉米样品，在提取液中添加标准溶液，得到低 (3.75 ng/mL) 中 (7.5 ng/mL) 高 (15 ng/mL) 不同浓度水平的铅溶液，板内和板间的 RLU 均值和 RSD 结果如表 5 所示，RSD 均在 10% 以下，说明建立的方法精密度良好。

2.3.3 准确性评价

选择大米、小麦、玉米的国标限量浓度值的

0.5 倍、1 倍、2 倍附近的质控样品，将测定的 RLU 带入标曲中得到检测浓度，计算回收率和 RSD。由表 6 可知，测定的回收率范围为 89.2%~113.6%，说明该方法的检测结果准确可信。

表 5 方法的检测精密度
Table 5 Test precision of the method

基质	添加浓度/ (ng/mL)	RLU 均值	板内 RSD/ %(n=7)	RLU 均值	板间 RSD/ %(n=7)
大米	0.00	312 552	2.0	304 934	4.2
	3.75	201 531	5.1	219 274	1.5
	7.50	141 974	6.5	142 038	2.4
	15.00	96 447	3.7	962 831	4.5
小麦	0.00	279 287	9.5	289 438	9.1
	3.75	158 969	8.5	160 243	2.6
	7.50	115 820	2.8	120 859	2.7
	15.00	80 103	5.8	81 438	2.2
玉米	0.00	294 753	2.4	280 143	5.5
	3.75	178 144	7.0	170 834	5.1
	7.50	141 274	3.5	132 452	2.5
	15.00	103 790	2.5	98 256	4.3

表 6 方法的准确性 (n=3)
Table 6 Detection accuracy of the method (n=3)

基质	编号	质控样品浓度/ (mg/kg)	测试浓度 1/ (mg/kg)	测试浓度 2/ (mg/kg)	测试浓度 3/ (mg/kg)	RSD/%	平均回收率/%
大米	METAL-DJTZK-036	0.102±0.012	0.093	0.082	0.098	9.0	89.2
	METAL-DJTZK-037	0.221±0.026	0.232	0.218	0.228	3.2	102.3
	METAL-DJTZK-038	0.426±0.042	0.411	0.418	0.428	2.0	98.4
小麦	GBW(E)100612	0.119±0.013	0.131	0.121	0.123	4.2	105.0
	GBW(E)100613	0.230±0.020	0.216	0.214	0.221	1.6	94.4
	GBW(E)100614	0.427±0.026	0.391	0.405	0.401	1.8	93.4
玉米	METAL-DJTZK-031	0.110±0.005	0.131	0.119	0.125	4.8	113.6
	METAL-DJTZK-032	0.218±0.022	0.202	0.205	0.213	2.8	94.8
	METAL-DJTZK-033	0.420±0.043	0.398	0.412	0.417	2.4	97.4

3 结论

本研究利用抗原抗体高特异性反应，借助自动化学发光平台，开发了一种粮食样品中铅的自动化的化学发光磁酶免疫分析方法。通过对提取液、提取液浓度、固液比进行考察优化，确定了最佳前处理条件；通过对反应体系的抗原抗体稀释倍数、螯合剂种类、螯合剂浓度等条件进行优化，建立最佳检测条件，提高了本方法对粮食样品中铅检测的灵敏度和准确性。本方法在大米、小麦、玉米中的共同检测范围为 0.05~0.71 mg/kg，大米和玉米中检出限为 0.02 mg/kg，小麦中检出限为 0.01 mg/kg，回收率范围为 89.2%~113.6%，均在

赋值范围，方法准确可靠；精密度实验 RSD ≤ 10%，方法精密度良好，基于化学发光免疫平台，可实现在 30 分钟内完成 8 个样品的同时自动化检测，实现了高通量自动化快速检测。本方法具有线性范围宽、准确性高、重复性好、高通量自动化的优点，满足粮食样品中铅检测需求，可用于粮食样品中铅的快速定量检测，为粮食中铅检测提供新的解决方案。

参考文献：

- [1] 李俊生, 郭小瑞, 慕峥. 谷物中重金属来源、检测技术及膳食风险研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(23): 141-147.

- LI J S, GUO X R, QI Z, Advances in heavy metal sources, detection techniques and dietary risks in cereals[J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2023, 14(23): 141-147.
- [2] TONG S M, YANG L S, GONG H Q, et al. Bioaccumulation characteristics, transfer model of heavy metals in soil-crop system and health assessment in plateau region, China[J]. *Ecotoxicol Environ Saf*, 2022, 241: 113733.
- [3] 王寅, 王会来, 林晓燕, 等. 稻米质量安全风险评估和预警技术研究进展[J]. *粮油食品科技*, 2023, 31(6): 35-42.
WANG Y, WANG H L, LIN X Y, et al. Advances in risk assessment and early warning techniques of rice quality and safety[J]. *Science and Technology of Cereals, Oils and Foods*, 2023, 31(6): 35-42.
- [4] 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准食品中污染物限量: GB 2762—2022[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
State Administration for Market Regulation. National Standard for Food Safety Limit of Contaminants in food: GB 2762—2022[S]. Beijing: Standards Press of China, 2022.
- [5] 伍燕湘, 周明慧, 张洁琼, 等. 稀酸提取-ICP-MS 法快速测定大米中锰、铜、锌、铅、镉、铊、铍的含量[J]. *中国粮油学报*, 2019, 34(2): 112-117.
WU Y X, ZHOU M H, ZHANG J Q, et al. Rapid determination of Cd, Mn, Pb, Zn, Cu, Rb and Sr in rice using diluted acid extraction method by ICP-MS method[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2019, 34(2): 112-117.
- [6] 伍燕湘, 周明慧, 张洁琼, 等. 柠檬酸提取法快速测定粮食中镉的研究[J]. *粮油食品科技*, 2020, 28(3): 42-48.
WU Y X, ZHOU M H, ZHANG J Q, et al. Rapid determination of cadmium in grain by citric acid extraction[J]. *Science and Technology of Cereals, Oils and Foods*, 2020, 28(3): 42-48.
- [7] FIORELLA L, LUCIMAR L P, JOAQUIM A N, et al. Determination of Cd, Pb and Se in beef samples using aerosol dilution by ICP-MS[J]. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 2021, 15(5): 1-7.
- [8] NI Z L, CHEN Z C, CHENG J Y, et al. Simultaneous determination of arsenic and lead in vegetable oil by atomic fluorescence spectrometry after vortex-assisted extraction[J]. *Analytical Letters*, 50(13): 2129-2138.
- [9] 蔡昕, 周云, 何涛. 食品中重金属污染物的检测与去除技术研究[J]. *食品安全导刊*, 2023(14): 163-165.
CAI X, ZHOU Y, HE T. Research on the detection and removal technology of heavy metal pollutants in food[J]. *China Food Safety Magazine*, 2023(14): 163-165.
- [10] 刘艳梅, 钟辉, 向军俭. 重金属免疫学快速检测技术研究进展[J]. *食品科学*, 2014, 35(17): 306-311.
LIU Y M, ZHONG H, XIANG J J. Advances in rapid immunoassay of heavy metals[J]. *Food Science*, 2014, 35(17): 306-311.
- [11] 刘美辰, 路宏博, 赵小旭, 等. 胶体金免疫层析法快速定量检测糙米中重金属离子铅[J]. *粮食科技与经济*, 2018, 43(2): 61-64.
LIU M C, LU H B, ZHAO X X, et al. Colloidal gold immunochromatographic assay for rapid determination of lead in grain[J]. *Food Science and Economy*, 2018, 43(2): 61-64.
- [12] LI L Y, YANG Z Q, LIN J Y, et al. Novel Chemiluminescence Immunoassay (CLIA) for the sensitive determination of kidney injury molecule-1 in human urine[J]. *Analytical Letters*, 2023, 56(10): 1592-1606.
- [13] LI J W, LIU Q J, WAN Y P, et al. Rapid detection of trace Salmonella in milk and chicken by immunomagnetic separation in combination with a chemiluminescence microparticle immunoassay[J]. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2019, 411(23): 6067-6080.
- [14] LUO P J, ZHANG J B, WANG H L, et al. Rapid and sensitive chemiluminescent enzyme immunoassay for the determination of neomycin residues in milk[J]. *Biomedical and Environmental Sciences*, 2016, 29(5): 374-378.
- [15] 杨浩, 程龙球, 黄建芳, 等. 重金属铜化学发光酶联免疫快速检测方法的建立[J]. *中国免疫学杂志*, 2019, 35(5): 584-590.
YANG H, CHENG L Q, HUANG J F, et al. Establishment of chemiluminescence linked enzyme immunoassay for detection of copper ion[J]. *Chinese Journal of Immunology*, 2019, 35(5): 584-590.
- [16] 陈曦, 周明慧, 王松雪, 等. 超声破碎快速绿色提取谷物中镉和铅的前处理方法研究[J]. *分析实验室*, 2021, 40(4): 394-398.
CHEN X, ZHOU M H, WANG S X, et al. Study on the rapid and environmental pretreatment method of cadmium and lead in grain by ultrasonic extraction[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2021, 40(4): 394-398.
- [17] 周明慧, 王松雪, 伍燕湘. 稀酸温和提取直接进样快速测定大米中镉含量[J]. *中国粮油学报*, 2015, 30(2): 97-102.
ZHOU M H, WANG S X, WU Y X. Rapid direct sampling detection of Cd in rice using diluted acid extraction[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2015, 30(2): 97-102.
- [18] 杨雪娇, 黄伟, 林涛, 等. 不同前处理方法检测食品中的重金属含量[J]. *现代食品科技*, 2008, (10): 1051-1054+1011.
YANG X J, HUANG W, LIN T, et al. Determination of heavy metal contents in foodstuffs by three pretreatment methods[J]. *Modern Food Science and Technology*, 2008, (10): 1051-1054+ 1011.
- [19] TIAN W, WANG S X, LI X M, et al. An automatic and smart platform for rapid detection of cadmium and lead simultaneously in rice using triple-amplified chemiluminescence immunoassay[J]. *Food Chem*, 2024, 437: 137900.
- [20] XIANG J J, ZHAI Y F, TANG Y, et al. A competitive indirect enzyme-linked immunoassay for lead ion measurement using mAbs against the lead-DTPA complex[J]. *Environ Pollut*, 2010, 158: 1376-1380.
- [21] 柳心梅, 田巍, 冯春梅, 等. 重金属镉特异性抗体的制备及 icELISA 检测方法的建立[J]. *现代食品科技*, 2020, 36(8): 325-332.
LIU X M, TIAN W, FENG C M, et al. Preparation of specific antibody to cadmium and establishment of icELISA detection method [J]. *Modern Food Science and Technology*, 2020, 36(8): 325-332. ☉