

# 免疫亲和高效液相色谱法测定小麦粉中 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的方法改进

何攀<sup>1</sup>, 闫冬阁<sup>1</sup>, 陈渠玲<sup>2</sup>, 李枣枣<sup>1</sup>

(1. 中南粮油食品科学研究院有限公司, 湖南长沙 410000) (2. 湖南粮食集团有限责任公司, 湖南长沙 410000)

**摘要:** 本文研究了小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的高效液相色谱的检测方法。小麦粉中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测对于小麦粉的储藏及食用质量安全控制非常重要, 而 GB 5009.111-2016 中规定的免疫亲和高效液相色谱法的色谱条件对于检测小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇存在假阳性的风险。本文在国家标准的基础上, 通过试验研究, 优化了液相色谱条件: 流动相为甲醇-水 (25:75, V/V), 检测波长 240 nm、扫描范围 190 nm~400 nm, 本文还通过二极管阵列检测器能进行全波长扫描的特性, 研究了定性分析的方法。该方法验证结果: 回收率为 91.7%~97.2%, 检出限为 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 在 50  $\text{ng}/\text{mL}$ ~5000  $\text{ng}/\text{mL}$  的浓度范围内, 线性相关系数为 0.99989, 精密密度为 0.83%~3.21%。优化后的方法既能通过定性分析避免假阳性的风险, 又保持了较高的回收率和精密密度、较宽的线性范围、较低的检出限, 可以更好、更准确地用于小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测。

**关键字:** 小麦粉; 脱氧雪腐镰刀菌烯醇; 高效液相色谱; 二极管阵列检测器; 免疫亲和柱; 检测方法

文章编号: 1673-9078(2018)01-227-232

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2018.1.035

## Improved Method for Determination of Deoxynivalenol in Wheat Flour by Immunoaffinity-High Performance Liquid Chromatography

HE Pan<sup>1</sup>, YAN Dong-ge<sup>1</sup>, CHEN Qu-ling<sup>2</sup>, LI Zao-zao<sup>1</sup>

(1. Zhongnan Grain and Oil Food Science Research Institute Co Ltd, Changsha 410000, China)

(2. Hunan Grain Refco Group Ltd, Changsha 410000, China)

**Abstract:** The determination of deoxynivalenol in wheat flour by high performance liquid chromatography was studied in this paper. The detection of deoxynivalenol in wheat flour was very important for the storage and quality control of wheat flour, and the chromatographic conditions of immunoaffinity-high performance liquid chromatography, specified by national standard-GB 5009-2016, had a risk of false positives for the determination of deoxynivalenol in wheat flour. Conditions of liquid chromatography, optimized based on national standard, were as follows: mobile phase, methanol-water (25:75, V/V); detection wavelength, 240 nm; scanning range, 190 nm~400nm. In addition, the qualitative analysis was also studied using full wavelength scanning by diode array detector. The results showed that the recovery was 91.7% ~ 97.2% and the detection limit was 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , the linear correlation coefficient was 0.99989 in the concentration range of 50  $\text{ng}/\text{mL}$  ~ 5000  $\text{ng}/\text{mL}$  with the precision of 0.83% ~ 3.21%. Consequently, the optimized method could not only avoid the risk of false positives by qualitative analysis, but maintain a high recovery rate and precision, wide linear range and low detection limit, which could be better and more accurately used for the detection of deoxynivalenol in wheat flour.

**Key words:** wheat flour; deoxynivalenol; high performance liquid chromatography; diode array detector; immunoaffinity column; detection method

小麦是全球种植面积最大、总产量最高、也是最重要的粮食作物, 超过 1/3 的世界人口以小麦制品为主食。在中国, 小麦仅次于第一大粮食作物水稻, 总产量 1.2 亿吨左右, 是中国半数以上人口的主粮<sup>[1]</sup>。

脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (deoxynivalenol), 简写

收稿日期: 2017-08-07

作者简介: 何攀 (1988-), 男, 中级工程师, 在职硕士研究生, 研究方向:

食品安全与检测

“DON”, 又称呕吐毒素, 属于单端孢霉烯族化合物, 主要是由禾谷镰刀菌、黄色镰刀菌和雪腐镰刀菌等真菌产生的次级有毒代谢物<sup>[2,3]</sup>, 是小麦等谷物中最为普遍发生的镰刀菌毒素<sup>[4]</sup>, DON 的污染程度与降水、花期湿度和储藏条件密切相关<sup>[5]</sup>, 世界各地均有关于该毒素的污染报道<sup>[6-9]</sup>, 是世界上分布最广、污染最严重的霉菌毒素之一<sup>[10-14]</sup>。DON 可以干扰核糖体肽基转移酶的活性, 阻碍核糖体循环, 抑制蛋白质的合成,

导致头疼、头晕、呕吐、中枢神经系统紊乱、免疫功能障碍和繁殖功能障碍等症状<sup>[15-17]</sup>。

DON 的污染对于小麦粉的储藏和食用安全的危害非常大,因此建立准确有效的 DON 检测方法尤为重要。液相色谱是目前检测小麦及其制品中 DON 最普遍使用的方法,今年更新的 GB 5009.111-2016《食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》中的免疫亲和高效液相色谱法的色谱条件对于检测小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测存在出现假阳性的风险,而第一法同位素液相色谱串联质谱法,虽然干扰小但是检测成本高,仪器价格昂贵。关于液相色谱检测 DON 的方法研究文献还有很多,如罗颖鹏等<sup>[18]</sup>建立了固相萃取-高效液相色谱对小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇进行测定方法,研究优化了提取剂、净化方法、流动相组成及流速等条件,其优化后的色谱条件为流动相乙腈-水(6:95, V/V),流速 0.9 mL/min,检测波长 218 nm, DON 检测结果良好,回收率达到 90.12%~106.25%;陆源等<sup>[19]</sup>建立了免疫亲和柱净化-高效液相色谱法检测小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的分析方法,主要研究的是通过优化前处理方法,消除标准品中乙酸乙酯引起的溶剂效应,其测试的色谱条件为流动相甲醇-水(20:80, V/V),流速 0.9 mL/min,检测波长 218 nm;吴振兴等<sup>[20]</sup>建立小麦和玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇与雪腐镰刀菌烯醇的免疫亲和净化-高效液相色谱检测方法,对色谱条件、提取液和净化柱的选择进行了优化研究,其优化后的色谱条件为流动相:10%乙腈水,流速:0.9 mL/min,检测波长 218 nm;张羽等<sup>[21]</sup>主要研究了免疫亲和层析净化高效液相色谱法与酶联免疫吸附法的方法比较,其液相色谱条件为流动相甲醇-水(20:80, V/V),流速 0.7 mL/min,检测波长 218 nm,结果表明两种方法无显著性差异;金海涛等<sup>[22]</sup>建立了快速检测小麦中 DON、ZON、T-2 的高效液相色谱质谱方法,该方法能够一次快速检测小麦粉中 3 种毒素,具有速度快、准确度高的特点,其中三重四级杆的多反应监测方式采集离子对,本身就具有辅助定性的功能,达到了定量检测 DON 的同时定性的目的。这些研究成果中的液相色谱法,均是设置紫外检测波长为 218 nm 来检测样品,未有通过改变检测波长来优化色谱条件的研究,除液相色谱-质谱联用能利用离子对进行辅助定性分析外,其他方法均未有对 DON 检测结果进行定性分析的研究报道。

本文研究的创新点在于在优化色谱分离条件的同时,通过改变紫外检测波长来降低杂质信号干扰,并利用二极管阵列检测器进行波长扫描,收集色谱结果为阳性的紫外吸收光谱,通过与建立的 DON 标准光

谱普库进行匹配性检索的定性结果判断,能有效避免假阳性的出现,提高了样品检测的准确度,避免了假阳性检测结果的风险。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

#### 1.1.1 材料与试剂

小麦粉:市场购买;DON 免疫亲和柱(柱容量 1 mg,柱体积 5 mL):北京中检维康生物技术有限公司;甲醇(色谱纯):国药集团;超纯水(18.25 MΩ):中沃水务纯水机;脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准溶液(200 μg/mL, 1 mL,批号 CDGG-014445-06):o2si 公司;其他必要分析纯试剂均购自国药集团。

#### 1.1.2 主要仪器设备

安捷伦 1260 型高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器;FA1104N 型电子天平:上海菁海仪器有限公司;MD200-1 型氮吹仪:杭州奥盛仪器有限公司;TGL16G 型高速离心机:上海菲恰尔分析仪器有限公司;HY-2 调速多用振荡器:金坛市恒丰仪器制造有限公司;ZWM-LSI-20 型超纯水机:中沃水务;W-SPE 24 型固相萃取仪:北京莱伯泰科仪器股份有限公司;玻璃纤维滤纸:直径 11 cm,孔径 1.5 μm;水相微孔滤膜:0.45 μm;聚丙烯刻度离心管:具塞,50 mL;玻璃注射器:10 mL。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 DON 标准溶液的配制

准确移取适量 DON 标准储备溶液用初始流动相稀释,配制成 50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL、1000 ng/mL、2000 ng/mL 和 5000 ng/mL 的标准系列工作液。

#### 1.2.2 样品预处理

样品提取:称取 5.00 g 小麦粉于 50 mL 离心管中加 1 g 聚乙二醇,加水 20 mL,混匀,置于多功能振荡器中振荡 20 min。5000 r/min 下离心 5 min,用玻璃滤纸过滤,收集滤液进行净化处理。

样品的净化、洗脱和浓缩:将 2.00 mL 样品滤液以每秒 1 滴的速度通过已恢复常温的 DON 免疫亲和柱,并分别用 5 mL PBS 缓冲盐溶液(pH=7.4)和 5 mL 水先后淋洗免疫亲和柱,控制流速为每秒 1 滴~2 滴,直至空气进入亲和柱中,弃去全部流出液,抽干小柱,准确加入 2.0 mL 甲醇洗脱亲和柱,控制每秒 1 滴的速度,收集全部洗脱液至试管中,在 50 °C 下用氮气缓缓地将洗脱液吹至近干,加入 1.0 mL 初始流动相,涡旋

30 s 溶解残留物, 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤, 收集滤液于进样瓶中以备进样。

### 1.2.3 色谱条件

色谱柱: 安捷伦 ZORBAX Eclipse PAH-C18 (柱长 150 mm, 柱内径 4.6 mm, 粒径 5  $\mu\text{m}$ ); 流动相: 甲醇+水 (25+75); 流速: 0.8 mL/min; 柱温: 35  $^{\circ}\text{C}$ ; 进样量: 50  $\mu\text{L}$ ; 二极管阵列检测器: 波长 240 nm, 狭缝宽 4 nm, 波长扫描范围 190 nm~400 nm。

## 2 结果与讨论

### 2.1 流动相甲醇与水比率优化

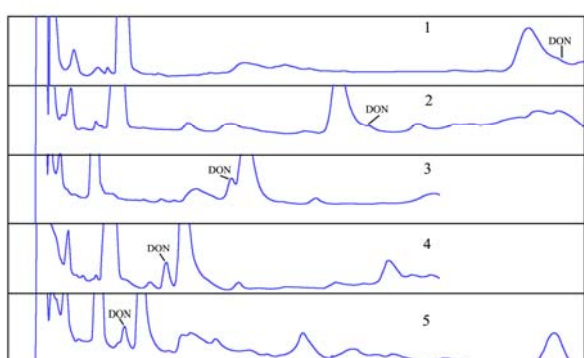


图1 不同流动相组成的 DON 样品色谱图

Fig.1 Chromatograms of DON with different mobile phases

注: 1. 甲醇-水 (10:90, V/V); 2. 甲醇-水 (15:75, V/V); 3. 甲醇-水 (20:80, V/V); 4. 甲醇-水 (25:75, V/V); 5. 甲醇-水 (30:70, V/V)。

流动相甲醇与水的比率对 DON 与样品杂质的分离度的影响很大, 在波长设为国家标准规定的 218 nm 的时候, 本文研究了不同比率的甲醇与水对样品分离度的影响, 结果如下图1所示, 随着流动相中甲醇比率增加, DON 出峰越早, DON 与杂质的分离度也随之变化, 当甲醇-水 (25:75, V/V) 的时候, DON 的分离度最好。如果按照国标规定的甲醇-水 (15:75, V/V), 目标峰 DON 与大杂质峰几乎完全重合, 极易将样品判定为假阳性的结果。大杂质峰可能是与 DON 分子结构相近的能被免疫亲和柱保留并洗脱的物质。

### 2.2 检测波长的优化

虽然对流动相甲醇与水的比率进行了优化, 将 DON 与杂质峰分离出来了, 但是大的杂质峰依然对 DON 目标峰存在一定干扰, 由图1可知, 杂质峰紧挨着 DON 目标峰出峰, 并且信号比目标峰强很多, 为了排除杂质峰可能对 DON 目标峰检测存在的干扰, 本文通过研究干扰杂质峰与目标峰的紫外吸收波长,

重新设计了检测波长, 结果如下图2所示, 从图中结果可以看出, 当波长为 218 nm 的时候, DON 有最大吸收峰, 但同时杂质的吸收信号也很强, 但是当波长为 240 nm 的时候, 杂质峰的吸收信号下降 83%, 而 DON 的吸收峰, 信号只下降了 38%, 本文通过研究发现, 通过波长设置, 可以显著降低杂质峰的信号, 并且还能保证 DON 目标物的检出限, 其检出限能达到 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 低于国标规定的 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 这部分将在 2.4 的方法验证中再讨论, 通过波长设置, 在显著降低干扰信号的同时, 很好地保留 DON 目标物的检出限, 所以本文在检测小麦粉中 DON 的时候检测波长应该设置为 240 nm。波长设置为 218 nm 与 240 nm 的对比图如下图3所示, 由图3可知, 杂质峰信号下降明显, 对 DON 峰检测的干扰也会小很多。

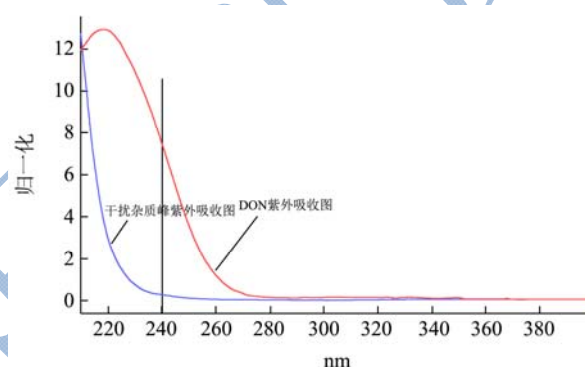


图2 DON 紫外吸收图谱与干扰峰紫外吸收图谱峰的比较

Fig.2 Comparison of ultraviolet absorption spectra of DON and interference peaks

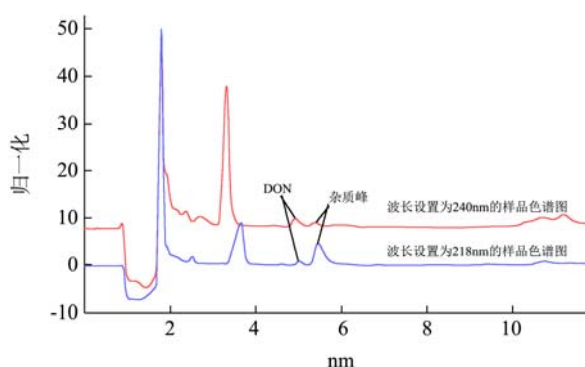


图3 波长设置为 218 nm 与 240 nm 的样品色谱的比较

Fig.3 Comparison of sample chromatography with the wavelength of 218 nm, 240 nm

### 2.3 二极管阵列检测器定性确证排除假阳性

在国标 GB 5009.111-2016《食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》中第一法为同位素稀释液相色谱-串联质谱法 (2017年6月23号实施), 此法虽然能有效避免假阳性的出现, 提高样品检测准确度, 但是仪器设备昂贵, 检测成本高昂, 对检验员

技术能力要求很高,不是一般实验室所能配备和使用。

本文通过二极管阵列检测器可对色谱峰每个时刻进行紫外全波长扫描的功能,研究了 DON 的定性检测方法。建立了 DON 的标准紫外吸收光谱普库,标样色谱图与样品色谱测试结果见图 4。

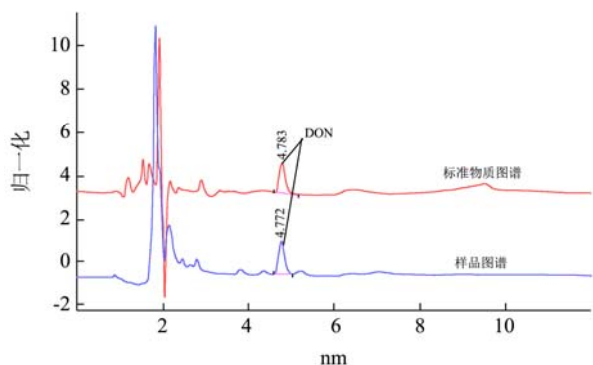


图4 标准物质色谱图与样品色谱图的比较

Fig.4 Chromatograms of standard and sample

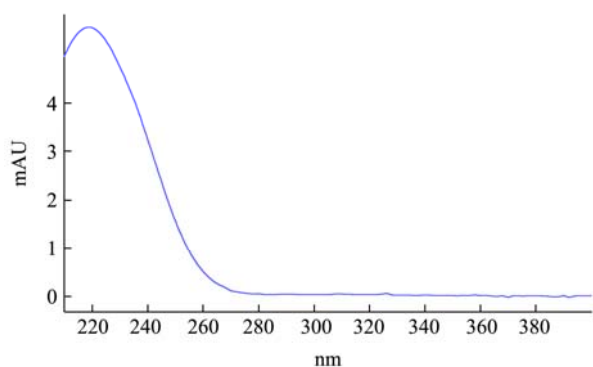


图5 DON 的标准紫外吸收图谱

Fig.5 UV absorption spectrum of DON Standard

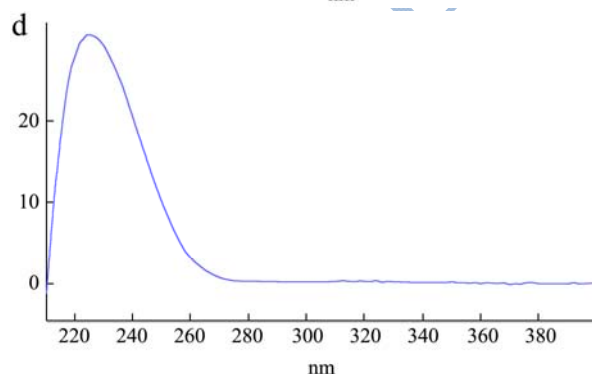
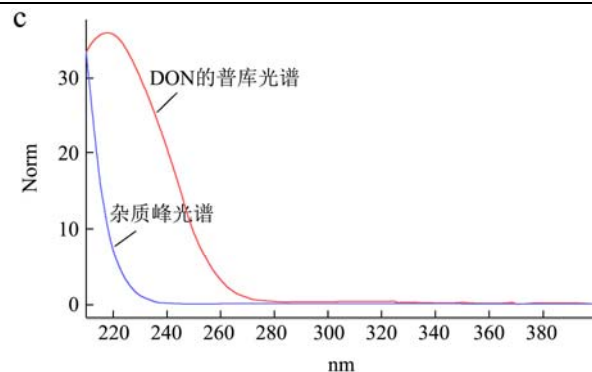
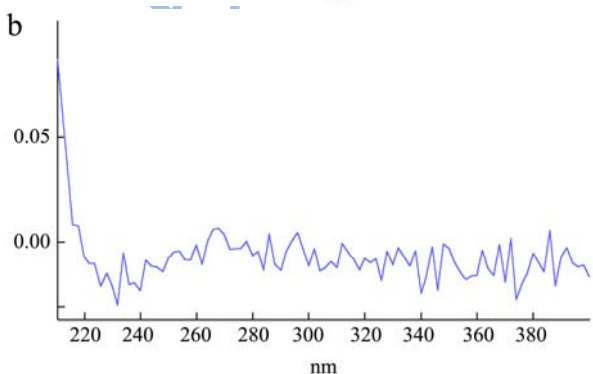
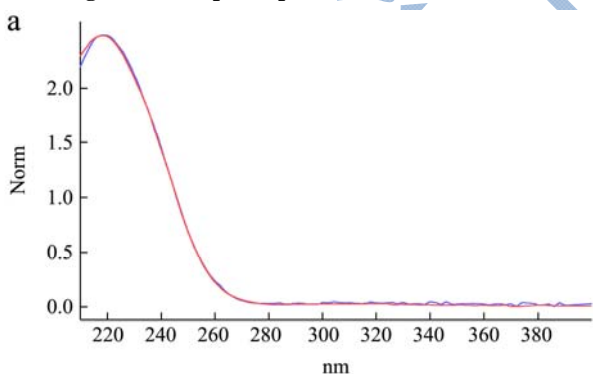


图6 光谱检索结果图

Fig.6 Spectral retrieval results

注: a.DON 光谱与普库光谱检索结果; b.目标峰与普库光谱检索结果的光谱偏差; c.杂质峰光谱与普库光谱检索结果; d.杂质峰与普库检索的光谱偏差。

从标样色谱图中提取 DON 在 190 nm~400 nm 的光谱图结果见图 5,通过建立的 DON 标准紫外吸收普库与从样品色谱图中提取的的 DON 目标峰及干扰杂质峰的光谱图进行检索得到的结果如图 6。

从图 6 的结果可以明显看出,干扰杂质峰的光谱与普库光谱比较光谱偏差很大,匹配度通过色谱软件计算只有 34.4%非常低,而 DON 目标峰的光谱与普库光谱比较光谱偏差非常小,匹配度通过色谱处理软件计算能达到 99.7%。

通过设置光谱匹配度达到 95%以上可确证为 DON 的方法进行辅助的定性分析能有效避免假阳性的出现,提高了样品检测的准确度,与液相色谱串联质谱相比能节省大量检测成本。

## 2.4 方法验证

### 2.4.1 标准曲线及线性范围

以 25%的甲醇溶液配制 DON 的梯度系列标准溶液,以所得峰面积 (Y) 为纵坐标,进样标准溶液浓度 (ng/mL) 为横坐标 (X),绘制回归方程为:  $Y=0.04084X-0.0506$ ,相关系数: 0.99989,线性范围 50 ng/mL~5000 ng/mL,结果如图 7 所示线性关系良好。

### 2.4.2 回收率与精密度

取未被 DON 污染的小麦粉样品进行三水平加标试验,加标后样品中 DON 浓度分别为 50 μg/kg、2000 μg/kg 和 500 μg/kg,按照样品前处理方法进行上机测试,每个加标样平行测试 6 次,计算回收率和精密度,其结果见表 1。其样品加标的回收率在 91.7%~97.2%,精密度 (relative standard deviation, RSD) 0.83%~3.21%,具有较高的回收率和较低的 RSD 值。

### 2.4.3 检出限与定量限

取未被 DON 污染的小麦粉样品加标成 3 倍信噪比信号的浓度样品和 10 倍信噪比浓度的样品进行测试,测得检出限为 20 μg/kg,定量限为 66.7 μg/kg。

表 1 回收率与精密度

Table 1 Recovery and precision

浓度/(μg/kg)	测试浓度/(μg/kg)						平均值 Avg./(μg/kg)	回收率%	RSD 值/%
	1	2	3	4	5	6			
50	45	48	46	45	47	44	45.833	91.7	3.21
2000	1954	1987	1930	1936	1927	1910	1940.667	97.0	1.38
5000	4898	4843	4889	4789	4861	4882	4860.333	97.2	0.83

## 3 结论

本文研究了 2017 年 6 月 23 号实施的 GB 5009.111-2016《食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》中第二法的免疫亲和液相色谱法,优化了其色谱条件,结果表明:当流动相为甲醇-水(25:75, V/V),DON 与样品测试液中杂质有最好的分离度,检测波长设置为 240 nm 时,在保证 DON 检测灵敏度的同时显著降低了干扰杂质峰的信号,降低了假阳性误判的风险,对优化的色谱条件进行了方法验证试验,达到了良好的线性范围、较低的检出限、较高的回收率和检测精密度,并且本文还研究了二极管阵列检测器检测 DON 的定性分析方法,即通过设置检测波长扫描范围为 190 nm~400 nm,提取标准样品色谱图中的目标峰光谱图,建立了 DON 的紫外吸收图谱普库,通过提取样品色谱图中目标峰的光谱图,对检出的目标色谱峰进行标准普库检索,弥补了之前对于液相色谱检测 DON 的定性分析的不足,达到了定性确证的目的,更加有效避免了假阳性的误判。

## 参考文献

[1] 杨艳涛,秦富.世界与中国小麦市场贸易形势及政策分析[J].世界农业,2013,11:59-65  
 YANG Yan-tao, QIN Fu. Analysis of world and the market trade situation and policy of china wheat [J]. World Agriculture, 2013, 11: 59-65

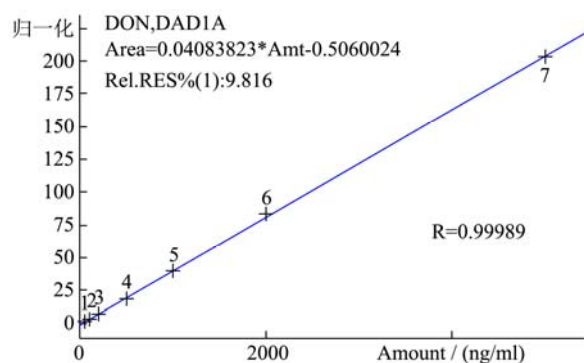


图 7 回归曲线

Fig.7 Regression curve

[2] Bennett J W, Klich M. Mycotoxins [J]. Clinical Microbiology Reviews, 2003, 16(3): 497  
 [3] 陆晶晶,杨大进.2013 年中国小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染调查[J].卫生研究,2015,44(4):658-660  
 LU Pin-pin, YANG Da-jin. Pollution Investigation of deoxynivalenol in wheat flour of China in 2013 [J]. Journal of Hygiene Research, 2015, 44(4): 658-660  
 [4] 史建荣,刘馨,仇剑波,等.小麦中镰刀菌毒素脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染现状与防控研究进展[J].中国农业科学,2014, 47(18):3641-3654  
 SHI Jian-rong, LIU Xin, QIU Jian-bo, et al. Deoxynivalenol contamination in wheat and ITS management [J]. Scientia Agricultura Sinica, 2014, 47(18): 3641-3654  
 [5] Wu Q, Lohrey L, Cramer B, et al. Impact of physicochemical parameters on the decomposition of deoxynivalenol during extrusion cooking of wheat grits [J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2011, 59(23): 12480  
 [6] Mudili V, Siddaih C N, Nagesh M, et al. Mould incidence and mycotoxin contamination in freshly harvested maize kernels originated from India [J]. Journal of the Science of Food & Agriculture, 2014, 94(13): 2674  
 [7] Nordkvist E, Häggblom P. Fusarium mycotoxin contamination of cereals and bedding straw at Swedish pig farms [J]. Animal Feed Science & Technology, 2014, 198: 231-237  
 [8] Brera C, Bertazzoni V, Debegnach F, et al. Exposure

- assessment for Italian population groups to deoxynivalenol deriving from pasta consumption [J]. *Toxins*, 2013, 5(12): 2293
- [9] Kimanya M E, Shirima C P, Magoha H, et al. Co-exposures of aflatoxins with deoxynivalenol and fumonisins from maize based complementary foods in Rombo, Northern Tanzania [J]. *Food Control*, 2014, 41(41): 76-81
- [10] Jajić I, Jurić V, Abramović B. First survey of deoxynivalenol occurrence in crops in Serbia [J]. *Food Control*, 2008, 19(6): 545-550
- [11] Malachova A, Dzuman Z, Veprikova Z, et al. Deoxynivalenol, Deoxynivalenol-3-glucoside, and Enniatins: The Major Mycotoxins Found in Cereal-Based Products on the Czech Market [J]. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, 2011, 59(24): 12990
- [12] Si T T, Smith T K, Girgis G N. A survey of free and conjugated deoxynivalenol in the 2008 corn crop in Ontario, Canada [J]. *Journal of the Science of Food & Agriculture*, 2012, 92(1): 37
- [13] Cui L, Selvaraj J N, Xing F, et al. A minor survey of deoxynivalenol in *Fusarium*, infected wheat from Yangtze-Huaihe river basin region in China [J]. *Food Control*, 2013, 30(2): 469-473
- [14] Bensassi F, Zaied C, Abid S, et al. Occurrence of deoxynivalenol in durum wheat in Tunisia [J]. *Food Control*, 2010, 21(3): 281-285
- [15] Pestka J J, Smolinski A T. Deoxynivalenol: toxicology and potential effects on humans [J]. *Journal of Toxicology & Environmental Health Part B*, 2005, 8(1): 39
- [16] Kouadio J H, Mobio T A, Baudrimont I, et al. Comparative study of cytotoxicity and oxidative stress induced by deoxynivalenol, zearalenone or fumonisin B<sub>1</sub> in human intestinal cell line Caco-2 [J]. *Toxicology*, 2005, 213(1-2): 56
- [17] 万小乐. 高效液相色谱法测定粮食中呕吐毒素的方法研究 [J]. *粮食加工*, 2016, 4: 74-76  
WAN Xiao-le. Methods study for determination of toxins in grain by high performance liquid chromatography [J]. *Grain Processing*, 2016, 4: 74-76
- [18] 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 Ying-peng, CHEN Zheng-xing, WANG Ren, et al. Determination of deoxynivalenol in wheat by HPLC using solid-phase extraction cleanup column [J]. *Food Science*, 2015, 36(20): 222-225
- [19] 陆源, 王韦岗, 马晓凤, 等. 小麦粉中呕吐毒素测定方法优化研究 [J]. *广州化工*, 2017, 45(6): 115-116  
LU Yuan, WANG Wei-gang, MA Xiao-feng, et al. Determination methods of vomiting toxin in wheat flour optimization [J]. *Guangzhou Chemical Industry*, 2017, 45(6): 115-116
- [20] 吴振兴, 鲍蕾, 静平, 等. 小麦和玉米中脱氧雪腐镰刀菌烯醇与雪腐镰刀菌烯醇的免疫亲和净化-高效液相色谱检测方法研究 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 12: 3848-3852  
WU Zhen-xing, BAO Lei, JING Ping, et al. Determination and analysis of deoxynivalenol and nivalenol in wheat and corn using immunoaffinity column cleanup and high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2014, 12: 3848-3852
- [21] 张羽, 唐亚芳, 王焯旻. 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菌烯醇 [J]. *粮食与油脂*, 2016, 29(6): 78-81  
ZHANG Yu, TANG Ya-fang, WANG Ye-min. Determination of deoxynivalenol by HPLC with immunoaffinity column purification and ELISA [J]. *Cereals & Oils*, 2016, 29(6): 78-81
- [22] 金海涛, 张晓波, 任红波, 等. 高效液相色谱质谱法快速测定小麦中高效液相色谱质谱法快速测定小麦中 DON、ZON、T-2 的残留方法研究的残留方法研究 [J]. *粮食加工*, 2016, 1: 73-75  
JIN Hai-tao, ZHANG Xiao-bo, REN Hong-bo, et al. Analysis of DON, ZON, T-2 in wheat by high performance liquid chromatography/electrospray mass spectrometry [J]. *Grain Processing*, 2016, 1: 73-75