

Research Progress on the Determination Methods of Zearalenone in Grain

Yi Bao^{1*}, Zhijin Li²

¹Jilin Institute for Food Control, Changchun Jilin

²Chifeng Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Chifeng Inner Mongolia

Email: *baoyi81@126.com

Received: Jan. 16th, 2016; accepted: Feb. 1st, 2016; published: Feb. 5th, 2016

Copyright © 2016 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

Zearalenone is the representative of fusarium, which widely presents in moldy corn, sorghum, wheat, oats, barley and their products. The food and feed contaminated by zearalenone will lead to serious food security issues and threat to human health. In recent years, several determination methods of zearalenone have been developed, mainly including thin layer chromatography, (ultra) high performance liquid chromatography, high performance liquid chromatography—coupled with mass spectrometry, gas chromatography, capillary electrophoresis, enzymatic linked immunosorbent assay, colloidal gold immune chromatography and time-resolved fluorescence immunoassay. This article outlines the features and applications of these determination methods, and analyzes the problems and challenges of the existing determination methods of zearalenone.

Keywords

Zearalenone, Grain, Determination Methods, Research Progress

谷物中玉米赤霉烯酮检测方法的研究进展

包懿^{1*}, 李智瑾²

¹吉林省食品检验所, 吉林 长春

²赤峰出入境检验检疫局, 内蒙古 赤峰

Email: *baoyi81@126.com

*通讯作者。

收稿日期: 2016年1月16日; 录用日期: 2016年2月1日; 发布日期: 2016年2月5日

摘要

玉米赤霉烯酮是镰刀霉毒素的代表, 广泛存在于霉变的玉米、高粱、小麦、燕麦、大麦等谷物及其制品中。玉米赤霉烯酮污染食品和饲料后, 将会带来严重的食品安全问题, 威胁人类健康。近年来发展了很多分析检测玉米赤霉烯酮的方法, 主要有薄层色谱法、(超)高效液相色谱法、高效液相色谱-质谱联用法、气相色谱法、毛细管电泳法、酶联免疫吸附测定法、胶体金免疫层析法和时间分辨荧光免疫分析法。本文概述了这些检测方法的特点及应用, 并分析了现有检测方法存在的问题和挑战。

关键词

玉米赤霉烯酮, 谷物, 检测方法, 研究进展

1. 引言

玉米赤霉烯酮(Zearalenone, ZEN)是污染粮食最广泛的真菌毒素之一, 在谷物及其制品中都可检测到ZEN的存在[1]。ZEN作为镰刀霉毒素的代表, 不仅影响食物安全, 而且通过食物链在人或动物体内富集, 危害机体。ZEN不仅可直接污染谷类等作物, 进而进入人或动物体内, 还可通过被污染的肉、奶等动物性食品进入人体, 危害人和动物的健康, 造成巨大的经济损失。同时, ZEN本身具有分布广、繁殖快、耐热、代谢产物多、毒性大、残留时间长、难处理等问题, 正在引起全世界的关注。各国都制定了谷物或谷物制品中玉米赤霉烯酮含量严格的限量标准, 澳大利亚规定黑麦中不得超过 0.06 mg/kg, 意大利规定谷物和谷物产品中不得超过 0.05 mg/kg, 巴西规定玉米中不得超过 0.2 mg/kg, 法国规定谷物和食用油中不得超过 0.02 mg/kg [2], 罗马尼亚规定所有食品中不得超过 0.02 mg/kg [3], 我国规定人食用谷物中不得超过 0.06 mg/kg [4], 饲料中不得超过 5 mg/kg [5]。因此, 对玉米赤霉烯酮的分析检测具有重要的意义。

文献报道的检测方法主要有理化法和免疫法, 包括薄层色谱法[6] [7]、(超)高效液相色谱法[8]-[15]、高效液相色谱-联用质谱法[16]-[19]、气相色谱法[20] [21]、毛细管电泳法[22]、酶联免疫吸附测定法[23]-[27]、胶体金免疫层析法[28]-[31]和时间分辨荧光免疫分析法[32]。表 1 中汇总了以上主要检测方法的实例。本文将对以上检测方法进行简要叙述。

2. 玉米赤霉烯酮的理化性质和危害

2.1. 理化性质

玉米赤霉烯酮, 又称 F-2 毒素, 白色晶体, 是 1962 年由 Stob 等首次从霉变的玉米中分离得到的, 1966 年 Urry 首次阐明其结构, 为一种酚的二羟基苯甲酸的内酯结构, 化学名称为 6-(10-羟基-6-氧基-十一碳烯基) β -雷锁酸内酯, 英文名称为 Zearalenone 或 [S-(E)]-3,4,5,6,9,10-Hexahydro-14,16-dihydroxy-3-methyl-1H-2-benzoxacyclotetradecin-1,7(8H)-dione, 分子式为 $C_{18}H_{22}O_5$, 结构式如图 1 所示, 其耐热性较强, 110℃ 下处理 1 小时以上才能被完全破坏。由于玉米赤霉烯酮是一种内酯的结构, 因此在碱性环境的条件下可以将酯键打开, 当碱的浓度下降时酯键可恢复。其熔点为 164℃~165℃, 闪点 6℃, 不溶于水、二硫化碳和四氧化碳, 溶于碱性水溶液、乙醚、苯、氯仿、二氯甲烷、乙酸乙酯和酸类, 微溶于石油醚, 在紫外光照射下其甲醇溶液呈现明亮的蓝绿色荧光。

2.2. 危害

玉米赤霉烯酮是由禾谷镰刀菌和其他镰刀菌产生的一种雌激素类真菌毒素,广泛存在于玉米、小麦、高粱等谷物及其制品中,具有很强的生殖发育毒性和致畸作用,导致家禽和牲畜的生长缓慢和免疫抑制等,并能够通过食物链进入人体,产生血液和免疫毒性,并且其具有致癌活性可导致肿瘤,对人类健康带来巨大危害[33]-[35]。因此,开发有效快速的分析检测方法显得至关重要。

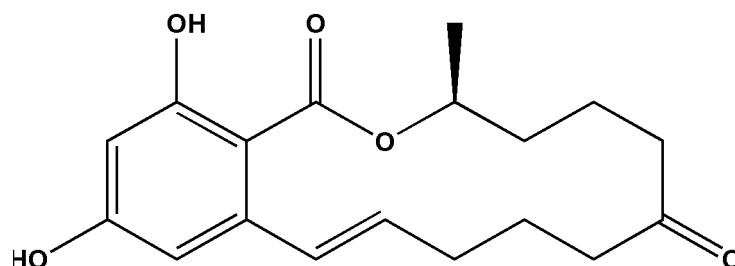


Figure 1. The chemical structure of zearalenone
图 1. 玉米赤霉烯酮的化学结构式

Table 1. Determination methods of zearalenone in grain

表 1. 谷物中玉米赤霉烯酮的检测方法

序号	样品前处理	检测方法	检测参数及特点	文献
1	样品用乙酸乙酯等提取,振荡 2 小时,然后用氢氧化钠液-液萃取净化,三氯甲烷-甲醇或甲苯-乙酸乙酯-甲酸为展开剂	薄层色谱法	检出限为~50 ng/g,该方法的特点是简便、成本低、对检测人员和仪器设备要求低,但是其灵敏度也较低,适合定性或半定量检测。	[6]
2	样品采用甲醇-水提取, C18 小柱净化,反相高效液相色谱法测定	(超)高效液相色谱法	高效液相色谱法检出限为 0.5 μg/kg (超高效液相色谱法的检出限可低至 5 pg),线性范围 5.0 μg/L~146 g/L,加标回收率在 80.0%~110.0% 范围内。该方法特点是灵敏度高、定量准确、结果稳定,但是所需仪器设备昂贵,不适合大批样品的筛选。	[8]
3	样品经乙腈-水提取,多功能净化柱净化,以甲醇-乙酸铵水溶液为流动相梯度洗脱,用色谱柱分离,以电喷雾负离子模式进行质谱测定	高效液相色谱-质谱联用法	检出限为 0.08 μg/kg,加标平均回收率为 85.4%~93.7%,定量限为 0.2 μg/kg。该方法特点是灵敏度高、重现性好、准确可靠、定性定量兼顾和多组分同时检测等优点。	[17]
4	样品经甲醇-氯化钠水溶液提取,减压浓缩,提取液经弗罗里硅土层析柱净化,洗脱液浓缩蒸干, TBT 衍化,用气相色谱仪、毛细管柱、氢火焰检测器分析	气相色谱法	检出限为 50 ng,平均回收率大于 80%。该方法特点是灵敏、高选择性、准确性和精确性,但标准曲线线性关系不佳、样品进样的滞留、记忆效应以及基质干扰等。	[20]
5	样品经甲醇-氯化钠水溶液提取, C ₁₈ 小柱净化后,甲醇洗脱,利用胶束电动毛细管电泳进行测定	毛细管电泳法	检出限为 8.4 mg/mL,加标回收率为 77.9%~103.1%。该方法快速、灵敏、需样量少,但稳定性和重现性不佳。	[22]
6	样品经粉碎、提取、振荡、离心,取上清液并稀释	酶联免疫吸附测定法	检测限为 41 μg/kg,加标回收率为 80%~100%。该方法前处理简单、检测速度快结果准确性较高和特异性好,适合大批量样品的快速检测,无需昂贵的大型仪器设备。	[23]
7	样品经粉碎、振荡提取、离心、取上清液、加入缓冲液混匀	胶体金免疫层析法	检出限为 60 μg/kg,该方法操作简便、快速、灵敏度高、特异性强、稳定性好、分析结果易于判定,适用于样品的现场快速检测。	[28]
8	以玉米赤霉烯酮人工抗原包被 96 孔板为固相抗原,与样品中的 ZEN 共同竞争有限的抗 ZEN 单抗,用稀土 Eu ³⁺ 离子标记羊抗鼠抗体进行失踪	时间分辨荧光免疫分析法	可测范围可以达到 0.01~100 μg/L,灵敏度为 0.01 μg/L。该方法简便、快速、经济,可进行大批量样品筛查,可测范围和稳定性均好于现有的酶联免疫吸附测定法。	[31]

3. 谷物中玉米赤霉烯酮的检测方法

3.1. 薄层色谱法

薄层色谱法是最早建立的一种检测方法,特点是简便、成本低、对检测人员和仪器设备要求低,但是其灵敏度也较低,适合定性或半定量检测 ZEN。原理是选择适合的提取溶剂对玉米赤霉烯酮等霉菌毒素进行提取,经过柱层析净化,在薄层板上层析展开、分离,利用霉菌毒素的荧光特性,根据荧光强弱与标准对比测定其含量。罗雪云等建立薄层色谱法于 2005 年被选作国标检测方法[6]。样品用乙酸乙酯等提取,振荡 2 小时,然后用氢氧化钠液-液萃取净化,三氯甲烷-甲醇或甲苯-乙酸乙酯-甲酸为展开剂,其检出限可降低到 50 ng/g 左右。此方法中提取过程比较复杂耗时,但简化了之前薄层色谱法,不需要使用硅胶柱净化,并且灵敏度也比之前的薄层色谱法有所提高。

3.2. (超)高效液相色谱法

高效液相色谱法是国际上检测 ZEN 最常用的定量检测方法,原理是在合适的流动相条件下,采用固相萃取柱将霉菌毒素进行分离检测后,再通过测量色谱峰的面积计算含量。该方法的特点是灵敏度高、定量准确、结果稳定,但是所需仪器设备昂贵,不适合大批样品的筛选,为降低检出限和减少感染,通常需结合免疫亲和柱。免疫亲和柱-高效液相色谱法的检出限低,但是成本大大增加。免疫亲和柱净化原理是基于毒素与特异性抗体之间的相互作用,对 ZEN 具有高度专一的吸附特性。曾红燕等采用甲醇-水提取, C₁₈ 小柱净化,反相高效液相色谱法测定了玉米、面粉、小麦样品中的玉米赤霉烯酮及其代谢物,该方法灵敏准确、稳定性好,对玉米赤霉烯酮的检出限为 0.5 μg/kg [8]。杨福江等报道的反相高效液相色谱法测定玉米和小麦中玉米赤霉烯酮含量,无需使用免疫亲和柱,降低了成本,并且检测效率并未降低,其最低检测限为 3.0 μg/kg, 低于大多数国家的限量标准,可以满足检测需要[9] [10]。

超高效液相色谱法具有超高分离度、超快速度、超高灵敏度的特点,适用于微量快速分析。谢刚等人报道的利用超高效液相色谱法快速检测粮食中的玉米赤霉烯酮含量,其检出限为 5 pg,从样品的前处理到分析整个过程小于 45 分钟,简便快速、灵敏度高、重现性好、溶剂用量少,适用于粮食中微量玉米赤霉烯酮的快速测定[11]。

3.3. 高效液相色谱-质谱联用法

由于高效液相色谱-联用质谱法的检测灵敏度高、重现性好、准确可靠、定性定量兼顾和多组分同时检测等优点,近年来被广泛用于玉米赤霉烯酮等真菌毒素的检测。曾宪远等报道了用高效液相色谱-质谱联用法测定了包括玉米赤霉烯酮在内的五种真菌毒素[16]。此工作中利用甲醇-水对样品进行提取,采用真菌毒素免疫亲和柱净化并采用电喷雾负离子和多反应监测模式进行检测,目标物在 C₁₈ 色谱柱上实现了有效分离,6 分钟完成一个样品的分析,对玉米赤霉烯酮的检出限为 0.5 μg/kg。采用高效液相色谱-质谱联用法的分析检测过程中涉及到高效液相色谱条件的优化和质谱条件的优化两个部分。徐飞等报道利用液相色谱-联用质谱法建立的粮食中玉米赤霉烯酮检测方法的检出限为 0.08 μg/kg [17]。

3.4. 气相色谱法

气相色谱法具有灵敏、高选择性、准确性和精确性等优点。但也存在如下问题:标准曲线线性关系不佳、样品进样的滞留、记忆效应以及基质干扰的存在。气相色谱法不及液相色谱法快速,检测费昂贵,技术和操作要求也高,所以在霉菌毒素检测方面的应用较少。陈必芳等将样品经甲醇-氯化钠水溶液提取,减压浓缩,提取液经弗罗里硅土层析柱净化和衍生化后,用气相色谱仪进行分析,最低检出限为 50 ng [20]。李楠等报道的气相色谱法检测 ZEN 的检出限为 1.5×10^{-8} g [21]。

3.5. 毛细管电泳法

毛细管电泳是一种新型的液相分离技术, 与目前应用的高效液相色谱法相比, 毛细管电泳法具有快速、灵敏、需样量少等优点, 但由于毛细管的特性限制和检测技术上的难度, 其稳定性和重现性有待于进一步提高。文献中关于用毛细管电泳法检测谷物中玉米赤霉烯酮含量的报道比较少。曾红燕等建立了粮食样品中玉米赤霉烯酮及其代谢物的毛细管电泳检测方法, 他们将样品经过液-液超声提取, C_{18} 小柱净化后, 利用胶束电动毛细管电泳进行测定, 玉米赤霉烯酮的检出限为 8.4 mg/mL [22]。

3.6. 酶联免疫吸附测定法 (ELISA)

酶联免疫吸附测定法采用竞争 ELISA 原理, 在酶标板微孔条上预包被二抗, 样品中的毒素和该毒素的酶标抗原竞争抗体, 同时抗体与二抗结合, 经四甲基苯胺底物显色, 样本吸光值与其含有的毒素成负相关, 与标准曲线比较再乘以稀释倍数, 即得出样品中毒素的含量。酶联免疫吸附测定法具有准确、可靠、快速、灵敏度高和特异性好的特点, 适合大批量样品的快速检测, 无需昂贵的大型仪器设备。酶联免疫吸附测定试剂盒需在低于 4°C 条件下保存, 且保存时间通常为几个月, 保存不当或超过保存期限将影响试剂盒的稳定性和检测结果。戚红卷等报道了利用酶联免疫吸附测定法检测米面中的真菌毒素(包括 ZEN), 其最低检测限为 $41 \text{ }\mu\text{g/kg}$, 并且检测速度快, 标准曲线线性良好, 检测结果准确性高[23]。

3.7. 胶体金免疫层析法

胶体金免疫层析法是将免疫胶体金技术与层析技术结合起来建立的一种快速免疫学检测技术, 具有操作简便、快速、无需复杂仪器、特异性强、稳定性较好、成本低、分析结果易于判定等特点, 适用于大批样品的现场快速检测。玉米赤霉烯酮胶体金免疫层析试纸主要由底板、硝酸纤维素膜、金标垫、样品垫和吸水垫组成。利用膜的毛细效应, 将特异性抗原(或抗体)固定于膜上作为检测带, 胶体金标记物在玻璃纤维的结合释放垫上, 其一端连接膜, 一端连接样品垫, 当加入样品后, 样品通过扩散作用向前移动通过含标记物的玻璃纤维, 与胶体金标记物反应, 之后继续向前移动至检测线, 这样标记物与待测物的反应产物就会被检测线捕获, 呈现明显的可观测结果。Anna 等报道的利用胶体金层析法在 10 分钟内有效检测出样品中的玉米赤霉烯酮, 检出限为 $100 \text{ }\mu\text{g/kg}$ [27]。牟钧等利用胶体金免疫层析法对玉米和小麦中的玉米赤霉烯酮进行了快速测定, 最低检出限为 $60 \text{ }\mu\text{g/kg}$, 他们同时用酶联免疫吸附测定法进行对比, 发现检测结果与酶联免疫法基本一致[28]。

3.8. 时间分辨荧光免疫分析法

时间分辨荧光免疫分析属于超微量检测领域中一项新兴的检测技术。原理是以荧光强度高且衰变时间长的三价稀土离子为标志物来延缓测量时间, 等样品中短寿命的自然荧光衰变后再测稀土离子的荧光, 可消除自然荧光的干扰, 可测范围可以达到 $0.01\sim 100 \text{ }\mu\text{g/L}$, 既可以满足低浓度的限量要求, 也可以满足较宽范围的定量检测要求, 是一种简便、快速、经济的可进行大批量样品筛查的方法。屠蕾等采用时间分辨荧光免疫分析法建立了高灵敏的 ZEN 间接竞争免疫分析法, 以玉米赤霉烯酮人工抗原包被 96 孔板为固相抗原, 与样品中的 ZEN 共同竞争有限的抗 ZEN 单抗, 用稀土 Eu^{3+} 离子标记羊抗鼠抗体进行失踪, 该方法的灵敏度为 $0.01 \text{ }\mu\text{g/L}$ [31]。时间分辨荧光免疫分析法的灵敏度、可测范围和稳定性均好于现有的 ELISA。

4. 结论与展望

综上所述, 目前文献报道的谷物中玉米赤霉烯酮的定量分析检测方法各有利弊。常用的高效液相色谱

谱法和高效液相色谱-质谱联用法灵敏度高、结果稳定,但是所需仪器设备昂贵,不适合大批样品的现场快速检测。基于免疫学的测定方法简便快捷、无需大型检测仪器和标准品,通常在数分钟内就能得到检测结果,适用于大批样品的现场快速检测,但灵敏度高和结果稳定性不如高效液相色谱法和高效液相色谱-质谱联用法,存在假阳性的情况,需要进一步的研究来完善此类方法。对于玉米赤霉烯酮等霉菌毒素的检测方法的发展趋势是绿色检测技术,现有的检测技术大多要以霉菌毒素标准品来建立标准曲线,对检测的安全带来了很大隐患,此外检测过程中的提纯和分离需要用到大量的有机溶剂,对环境污染很大。绿色检测技术的标准是高灵敏度、高特异性、绿色、经济和快速便捷。

参考文献 (References)

- [1] 姜淑贞, 杨维仁, 杨在宾. 玉米赤霉烯酮污染和残留及其作用机制[J]. 中国饲料, 2011(2): 41-44.
- [2] Placinta, C.M. (1999) A Review of Worldwide Contamination of Cereal Grains and Animal Feed with *Fusarium* Mycotoxins. *Animal Feed Science and Technology*, **78**, 21-37. [http://dx.doi.org/10.1016/S0377-8401\(98\)00278-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0377-8401(98)00278-8)
- [3] Food and Agriculture Organization of the United Nations (1996) *Worldwide Regulations for Mycotoxins, a Compendium*. FAO, Washington DC.
- [4] 中华人民共和国国家标准. GB 2761-2011 食品安全国家标准. 食品中真菌毒素限量[S].
- [5] 中华人民共和国国家标准. GB/T 19540-2004 饲料卫生标准[S].
- [6] 罗雪云, 刘宏道, 周桂莲. 食品卫生微生物检验标准手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1995: 368-374.
- [7] 吴文达, 王宝杰, 蔡兰芬, 等. 薄层色谱和高效液相色谱联合检测玉米赤霉烯酮的方法研究[J]. 畜牧与兽医, 2010, 42(7): 17-20.
- [8] 曾红燕, 黎源倩, 敬海泉. 高效液相色谱法测定粮食中玉米赤霉烯酮及其代谢物[J]. 分析化学, 2006, 34(3): 351-354.
- [9] 杨福江, 计融. 反相高效液相色谱法测定小麦中玉米赤霉烯酮[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(12): 2743-2744.
- [10] 康维钧, 王玉平, 杨福江, 等. 反相高效液相色谱法测定玉米中玉米赤霉烯酮[J]. 分析实验室, 2007, 26(10): 66-68.
- [11] 谢刚, 王松雪, 崔华, 张艳, 黎睿. 超高效液相色谱法快速检测粮食中玉米赤霉烯酮的含量[J]. 粮油食品科技, 2014, 22(2): 71-75.
- [12] 万小乐. 高效液相色谱法测定粮食中玉米赤霉烯酮的方法研究[J]. 粮食加工, 2014, 39(3): 77-79.
- [13] 黎睿, 谢刚, 王松雪. 高效液相色谱法同时检测粮食中常见 8 种真菌毒素的含量[J]. 食品科学, 2015, 36(6): 206-210.
- [14] Wang, Y.L., Chai, T.J., Lu, G.Z., Quan, C.S., Duan, H.Y., Yao, M.L., Zucker, B.-A. and Schlenker, G. (2008) Simultaneous Detection of Airborne Aflatoxin, Ochratoxin and Zearalenone in a Poultry House by Immunoaffinity Clean-up and High-Performance Liquid Chromatography. *Environmental Research*, **107**, 139-144. <http://dx.doi.org/10.1016/j.envres.2008.01.008>
- [15] Vaclavikova, M., Macmahon, S., Zhang, K. and Begley, T.H. (2013) Application of Single Immunoaffinity Clean-Up for Simultaneous Determination of Regulated Mycotoxins in Cereals and Nuts. *Talanta*, **117**, 345-351. <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2013.09.007>
- [16] 曾宪远, 宁焕炎, 尹艳, 唐丽娜, 黄飞, 刘胜国, 奉夏平. 高效液相色谱串联质谱法测定花生及制品中的五种真菌毒素[J]. 现代食品科技, 2014, 30(1): 217-221.
- [17] 徐飞, 刘峰, 张亚军, 秦迎旭. 液相色谱-串联质谱法测定粮食中的玉米赤霉烯酮[J]. 中国食品卫生杂志, 2015, 27(2): 124-126.
- [18] 应永飞, 朱聪英, 毛敏珏, 陈慧华, 屈健, 陆春波, 林仙军, 罗成江. 液相色谱-串联质谱法测定饲料中 14 种霉菌毒素及其类似物[J]. 分析化学, 2010, 38(12): 1759-1764.
- [19] Pallaroni, L. and Holst, C. (2003) Dermination of Zearalenone from Wheat and Corn by Pressurized Liquid Extraction and Liquid Chromatography-Electrospray Mass Spectrometry. *Journal of Chromatography A*, **993**, 39-45. [http://dx.doi.org/10.1016/S0021-9673\(03\)00381-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0021-9673(03)00381-9)
- [20] 陈必芳, 李兰. 饲料中镰刀菌毒素 DON、T-2 和 ZEN 气相色谱测定方法研究[J]. 中国饲料, 1995(10): 32-34.
- [21] 李楠, 李莉, 朱彤霞. 4 种镰刀菌毒素的气相色谱系统检测方法[J]. 环境科学, 1993, 14(3): 73-76.

- [22] 曾红燕, 黎源倩, 晋军, 孙惠琴. 毛细管电泳法测定玉米赤霉烯酮及其代谢物[J]. 四川大学学报, 2003, 34(2): 333-336.
- [23] 戚红卷, 荣钊, 岳丽君, 安代志, 靳连群, 刘雪林. 一种酶联免疫检测系统用于米面中真菌毒素检测的效果评价[J]. 医疗卫生装备, 2014, 35(8): 75-78.
- [24] 刘刚, 韩铮, 聂冬霞, 杨俊花, 赵志辉, 李和平, 廖玉才, 武爱波. 玉米赤霉烯酮快速间接竞争酶联免疫检测技术研究及应用[J]. 上海农业学报, 2015, 31(1): 92-95.
- [25] 罗胜军, 余永鹏, 魏文康, 魏光伟, 高英杰. 玉米赤霉烯酮 BSA-ELISA 检测试剂盒的制备[J]. 中国生物制品学杂志, 2008, 21(12): 1108-1110.
- [26] 王元凯, 王君, 王雨晨, 陈志飞, 严亚贤, 郝倩雯, 李树清, 于翠, 杨翠云, 孙建和. 玉米赤霉烯酮单克隆抗体的制备及间接竞争 ELISA 检测方法的建立[J]. 微生物学通报, 2011, 38(12): 1793-1800.
- [27] 万宇平, 韩黎, 吴鹏, 冯才伟, 赵静雅, 李勇. 玉米赤霉烯酮残留检测 ELISA 试剂盒的研制[J]. 江苏农业学报, 2013, 29(3): 659-663.
- [28] Kolosova, A.Y., De Saeger, S., Sibanda, L., Verheijen, R. and Van Peteghem, C. (2007) Development of a Colloidal Gold-Based Lateral-Flow Immunoassay for the Rapid Simultaneous Detection of Zearalenone and Deoxynivalenol. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **389**, 2103-2107. <http://dx.doi.org/10.1007/s00216-007-1642-z>
- [29] 牟钧, 潘蓓, 杨军, 李贵友. 胶体金免疫层析法快速测定玉米和小麦中玉米赤霉烯酮[J]. 粮油食品科技, 2011, 19(5): 43-45.
- [30] 李翘, 桑丽雅, 陈笑笑, 苑淑宾. 玉米赤霉烯酮胶体金快速检测试剂板的研制[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(2): 457-462.
- [31] 唐晓倩, 柯艳妮, 李培武, 张奇, 张文, 丁小霞. 玉米赤霉烯酮免疫层析试纸条的研制及应用[J]. 化学试剂, 2015, 37(8): 673-677.
- [32] 屠蕾, 黄飏, 金坚, 陶文沂, 王雪. 玉米赤霉烯酮的高灵敏时间分辨荧光免疫分析[J]. 农业生物技术学报, 2007, 15(4): 689-693.
- [33] 姜淑贞, 杨维仁, 杨在宾. 玉米赤霉烯酮的代谢、毒性及其预防措施[J]. 动物营养学报, 2011, 23(2): 196-202.
- [34] 何庆华, 许杨. 玉米赤霉烯酮毒性研究及检测方法进展[J]. 卫生研究, 2005, 34(4): 502-504.
- [35] 单妹, 许梓荣, 冯建蕾. 玉米赤霉烯酮对家畜繁殖性能和人体健康的影响[J]. 中国畜牧兽医, 2006, 33(1): 3-5.