

饲料及食品中玉米赤霉烯酮检测方法研究进展

任丹丹, 谢云峰, 李少晖, 杨永坛

(中粮营养健康研究院, 北京市营养健康与食品安全重点实验室, 北京 102209)

摘要: 玉米赤霉烯酮是一种由镰刀菌分泌, 广泛污染谷物类粮食作物的真菌毒素, 具有雌激素干扰和肝脏、免疫、遗传毒性。玉米赤霉烯酮污染不仅极大危害农牧业发展, 更引发严重的食品安全问题。因此建立准确、灵敏的玉米赤霉烯酮检测方法对控制谷物及农副产品中毒素含量至关重要。就目前饲料及食品中常用的玉米赤霉烯酮检测方法进行综述, 以供参考借鉴。

关键词: 玉米赤霉烯酮; 饲料; 食品; 检测方法

中图分类号: O657.3 文献标志码: A 文章编号: 1006-3757(2015)04-0199-06

玉米赤霉烯酮(Zearalenone, ZEN), 又名 F-2 毒素, 主要是由粉红镰刀菌(*Fusarium roseum*) 及禾谷镰刀菌(*Fusarium graminearum*) 产生的一种非甾体霉菌毒素。ZEN 首先从赤霉病玉米中分离, 广泛存在于霉变的玉米、高粱、小麦、燕麦、大麦等谷物以及奶制品中, 是世界上污染范围最广的一种镰刀菌毒素^[1-2]。ZEN 属于二羟基苯酸内酯类化合物, 1966 年 Urry 等^[3] 确定了此物质的化学结构(结构式如图 1 所示)。ZEN 为白色晶体, 不溶于水, 溶于碱性水溶液、乙醚、苯、乙醇等, 在碱性条件下酯键可以打开, 其甲醇溶液在 254 nm 短紫外光照射下呈明亮的绿蓝色荧光。

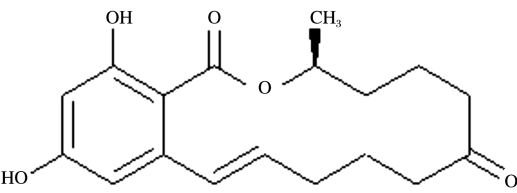


图 1 ZEN 结构式
Fig. 1 Chemical structure of ZEN

ZEN 的结构与动物内源雌激素相似, 故能与雌激素受体结合表现出弱雌激素活性。在动物及人体

内, ZEN 可代谢还原为 α -玉米赤霉烯醇(α -Zearalenol) 和 β -玉米赤霉烯醇(β -Zearalenol)。两种代谢产物都具有类雌激素作用, 其中 α -Zearalenol 的雌激素活性比 ZEN 高 3 倍^[4]。试验表明, ZEN 与雌激素竞争结合雌激素受体, 从而引发一系列拟激素效应, 可引发动物雌激素亢进, 进而引起动物流产、死胎等生殖机能异常, 还可以导致生长下降、免疫抑制、不育、畸形等, 尤其是猪对 ZEN 最为敏感^[5-7]。

ZEN 污染饲料和食品后, 不仅使农业经济受到严重影响, 而且还会带来严重的食品安全问题, 威胁人体健康。王若军等^[8] 对华南、华北和华中地区的饲料厂的饲料和原料取样。检测结果显示, 玉米中 ZEN 检出率高达 100%, 超标率为 30.8%, 质量分数范围为 4.40 ~ 368.13 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 平均质量分数为 104.99 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。2013 年, 程传民等^[9] 对我国 27 个省 2 423 个饲料原料样品进行了污染分布规律分析, 其中, 受 ZEN 污染较为严重的是玉米和玉米副产物, 小麦、小麦副产物和饼粕类样品受到的污染相对较轻, ZEN 污染分布存在着一定的区域性差异, 东北地区受污染较轻, 其他地区全年超标率为 10% 左右。由于 ZEN 对人体和动物产生的危害, 目前已有很多国家制订了食品中 ZEN 的限量标准。例如澳

收稿日期: 2015-10-19; 修订日期: 2015-11-26
基金项目: 中粮集团有限公司年度科技计划项目(2013-C2-F001)
作者简介: 任丹丹(1990-), 女, 工程师, 硕士, 主要从事食品安全检测工作。
通信作者: 杨永坛, 高级工程师, 博士, 《分析测试技术与仪器》第七届编委, 主要研究方向为食品质量与安全, E-mail: yangyongtan@cofco.com.

大利亚规定谷物中ZEN的质量分数不能超过 $50\text{ }\mu\text{g/kg}$ ^[10];我国规定原粮和成品粮包括禾谷、豆类等中ZEN质量分数不能超过 $60\text{ }\mu\text{g/kg}$ ^[11],饲料中ZEN质量分数不得超过 $500\text{ }\mu\text{g/kg}$ ^[12].

1 玉米赤霉烯酮的检测方法

1.1 薄层色谱法(TLC)

薄层色谱法(Thin Layer Chromatography, TLC)是较早应用于ZEN的一种检测方法,例如美国分析化学家协会(Association of Official Analytical Chemists, AOAC)于1995年发布了采用薄层色谱法检测饲料和饲用谷物原料中ZEN的官方方法.《GB/T 19549-2004 饲料中玉米赤霉烯酮的测定》规定薄层色谱测定方法作为仲裁方法,最低检测量为 20 ng ^[13]. 罗雪云等^[14]在AOAC标准基础上优化了TLC法,检测小麦、小麦制品及玉米中ZEN含量,方法灵敏度在 $50\text{ }\mu\text{g/kg}$ 以下,不同水平添加回收均在80%以上.

薄层色谱法操作简便,费用低廉,可定性、半定量或者定量测定,应用比较广泛.但此方法样品处理操作繁琐,分析所需时间长,目测定量分析时主观因素影响较大,且灵敏度不高和特异性不强.随着ZEN限量值的不断降低,该方法已不能满足现代检测要求^[15].

1.2 胶体金免疫层析法(GICA)

胶体金免疫层析法是以胶体金作为示踪物,基于在硝酸纤维素膜(NC膜)上抗原与抗体的反应的一种新型免疫标记技术,具有操作简便、结果容易观察、检测时间短、成本低等优点,目前已得到广泛应用,常被应用于大批量样品的快速现场检测以及样品的快速检测^[16]. 牟钧等^[17]采用胶体金免疫层析法快速测定玉米和小麦中ZEN,同时使用高效液相色谱法对阳性样品定值,验证最低检出限为 $60\text{ }\mu\text{g/kg}$. 该方法稳定性好,适用于样品的现场快速检测.

王桂芳等^[18]利用胶体金测试条对粮食中ZEN进行快速定量测定,该方法检出限为 $5\text{ }\mu\text{g/kg}$,定量限为 $14\text{ }\mu\text{g/kg}$. 采用配对 t -验证,与高效液相色谱法测定结果无显著差异. 文献报道,免疫胶体金技术能实现多毒素同时检测, Suquan等^[19]开发了黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮和脱氧雪腐镰刀菌烯醇三类真菌毒素同时定性、定量检测的免疫胶体金试纸条,3种毒素定量限分别为 0.05 、 1 、 $3\text{ }\mu\text{g/kg}$,回收率为

80%~122%. 该试纸条定量检测玉米样品,结果与液相色谱-质谱联用法测定相符.

胶体金免疫层析技术作为一种快速、低成本、半定量方法已广泛用于ZEN检测,再加上单克隆抗体被用来选择性地吸附提取物中的抗原物质,大大地提高了方法的灵敏度.但是,胶体金免疫层析试纸条和试剂盒一般保存的时间有限,不能在常温下长久地保存.

1.3 酶联免疫吸附法(ELISA)

ELISA检测原理依据的是抗原-抗体反应,将ZEN抗体吸附在固体载体表面,游离的ZEN、酶标ZEN结合物与结合在固体表面的ZEN抗体竞争,未结合的酶标ZEN结合物被洗去,在结合酶的催化作用下,无色底物降解产生蓝色物质,加入终止剂后颜色变为黄色,最后通过酶标检测仪进行定量测定^[13,20]. 1994年, AOAC首次通过了玉米、大麦、饲料中ZEN酶联免疫吸附测定法.《GB/T 19549-2004 饲料中玉米赤霉烯酮的测定》规定了酶联免疫吸附测定方法为快速筛选方法.

ELISA法的检出限优于TLC法,目前国内外已有商品化的检测试剂盒,操作简单,检测时间约为60 min. 王玉平等^[21]研制的可用于检测食品中ZEN的ELISA快速定量检测试剂盒,最低检出浓度为 1 ng/mL ,对玉米和小麦的平均加标回收率分别是96.5%和95.5%,实验室内的变异系数小于15%,实验室间的变异系数小于20%. 孟卫芹等^[22]建立了用以检测玉米油中ZEN的间接竞争酶联免疫分析法,最低检出量为 $0.05\text{ }\mu\text{g/kg}$.

应用酶联免疫吸附法检测饲料与食品中的ZEN具有操作简便、经济廉价且对样品纯化简单等优点,特别适用于大批量样品的筛查.然而,相对于其他仪器分析方法,酶联免疫吸附法灵敏度较低,易产生假阳性结果. 石华乐等^[23]对4种市售玉米赤霉烯酮ELISA试剂盒进行质量评估,结果显示同一品牌不同批次试剂盒之间存在明显质量差异.

1.4 气相色谱法(GC)及气相色谱-质谱法(GC-MS)

ZEN经衍生化后可采用GC进行测定. ZEN结构中含有2个羟基,衍生化引入含氟基团形成ZEN的七氟衍生物. 罗毅等^[24]建立了灵敏度较高的电子捕获(ECD)气相色谱法. 该方法可用于粮食样品中ZEN的检测,最小检出量小于 20 ng/g . 陈必芳等^[25]建立了同时检测饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇(DON)、T-2和ZEN的气相色谱测定方法,方法中

样品提取液经弗罗里硅土层析柱净化后,洗脱液用三甲基硅烷化试剂(TBT)衍生,用氢火焰检测器(FID)检测。该方法检出限为5 ng/g,方法平均回收率在84%以上,有较好的分离效果和应用范围。此外,GC-MS方法在同时测定多种镰刀菌毒素方面也有很好的应用,在定性方面更具有优势^[26]。

GC和GC-MS法具有灵敏度高、选择性强、高通量等优点。但是在检测ZEN过程中,其衍生化步骤繁琐,需要专业操作人员,限制了此类方法的实际应用。

1.5 高效液相色谱法(HPLC)

高效液相色谱法具有选择性好、灵敏度高、信号强等优点,广泛应用于各类基质的检测,是实验室最常用的ZEN分析方法。《SN/T 1745-2006 进出口大豆、油菜籽和食用植物油中玉米赤霉烯酮的检验方法》中的第一法和《GB/T 5009.209-2008 谷物中玉米赤霉烯酮的测定》均采用高效液相色谱法进行测定,其检出限分别为10 μg/kg和5 μg/kg^[27-28]。

在《GB/T 23504-2009 食品中玉米赤霉烯酮的测定 免疫亲和层析净化高效液相色谱法》中,ZEN采用免疫亲和柱净化。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^[29]。隋凯等^[30]利用vicamZearalaTest免疫亲和柱测定玉米中的ZEN,结果显示免疫亲和柱吸附效率高于95%,最大吸附容量为4.0 μg。该方法在0.005~0.5 mg/kg添加水平范围内平均回收率为82.9%~94.4%,相对标准偏差小于10%,最低检出限为5 μg/kg。运用免疫亲和柱净化可最大限度地除去基质中杂质干扰,获得良好的信噪比,提高了检测灵敏度和准确性,但成本相对较高且净化效果受试验条件影响显著,造成免疫亲和柱净化-高效液相色谱国标方法的适用性受到一定的限制^[31]。

前处理选用固相萃取技术同样可以降低高效液相色谱法测定ZEN中的基质效应。近年文献报道^[32-33],通过净化柱净化提取液可建立检测谷物及饲料中ZEN的高效液相色谱法。该方法简便省时、操作简单,能够满足日常检测的需要。曾红燕等^[34]采用甲醇-水提取,C₁₈小柱净化,反相HPLC荧光检测器测定了玉米、面粉、小麦样品中的ZEN及其代谢物。该方法中ZEN检出限为0.5 μg/kg,加标回收率在80.0%~110.0%范围内,可适用于粮食中ZEN及其代谢物的检测。De等^[35]试验对比了免

疫亲和层析净化和C₁₈小柱净化,高效液相色谱测定饲料中的ZEN,研究表明C₁₈小柱净化,基质干扰比较高,HPLC法更适合选用免疫层析净化。

相对于免疫亲和层析净化和固相萃取,高效液相色谱法选用直接提取或液-液萃取的前处理,可以有效的减低检测成本。康维钧等^[36]用三氯甲烷、硅藻土和水混合液提取玉米中ZEN,提取液经液-液分配萃取后,用二氯甲烷进行提取,反相HPLC荧光检测器检测。该方法检出限为3.0 μg/kg,玉米样品3个水平加标回收率分别为84.8%、86.7%和89.2%,相对标准偏差分别为4.0%、5.2%和4.4%。该方法灵敏度高、稳定性好、成本较低,但前处理较复杂,难于推广应用。王向红等^[37]选用甲醇作为提取液,超声波提取,HPLC荧光检测同时测定谷物中赭曲霉毒素和玉米赤霉烯酮含量,其中ZEN检出限为0.26 ng,回收率在75%~110%之间。文献报道^[38],样品也可选用90%乙腈水溶液超声提取,过滤浓缩后,荧光检测器检测,检出限为10 μg/kg,回收率为87.0%~96.4%。直接超声提取HPLC检测的方法前处理简单,同时达到了毒素分离且避开杂质峰的目的。

1.6 超高效液相色谱法(UPLC)

与高效液相色谱相比,超高效液相色谱使用超小粒径填料色谱柱,在极大加快分离速度的同时依然保持优异的分选性能和极高的检测灵敏度,非常适合微量ZEN的快速定量分析。谢刚等^[39]利用免疫亲和柱净化,超高效液相色谱法检测粮食中的ZEN,小麦、玉米样品中的加标回收率分别为85%~102%和83%~112%,精密度为2.7%~6.9%,检出限为5 pg,可以满足粮食中ZEN快速检测需要。龚珊等^[40]建立了谷物中ZEN的C₁₈固相萃取柱净化-超高效液相色谱检测方法。该方法操作简便、灵敏度高、重现性好,ZEN检出限为1 μg/kg,回收率为89%~93%。

1.7 液相色谱-质谱联用(HPLC-MS)

质谱作为一种高通量、高灵敏度和高选择性的检测器,具有同时进行定性和定量检测的优点。质谱的多反应检测模式能够实现多毒素甚至多组分同时检测,大大提高检测效率。孟娟等^[41]建立了粮油中ZEN类及其代谢物的超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)检测方法,样品提取液通过ENVI-Carb石墨化炭黑(GCB)固相萃取柱进行富集净化,内标法定量,方法回收率为79.9%~104.0%,相对

标准偏差(RSD)不大于10%。该方法重现性好,符合食品样品中痕量污染物的检测要求。Yibadatihan等^[42]开发了利用高效液相色谱-质谱联用技术(HPLC-MS/MS)同时检测棕榈仁粕中黄曲霉毒素(AFB_1 、 AFB_2 、 AFG_1 和 AFG_2)、赭曲霉毒素A、玉米赤霉烯酮、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、伏马毒素(FB_1 和 FB_2)、T-2毒素和HT-2等11种毒素。结果显示该方法平均回收率为81%~112%,各种真菌毒素检出限为0.02~17.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。孙娟等^[43]建立了超高效液相色谱-质谱法(UPLC-MS/MS)检测谷物中12种真菌毒素的方法。12种真菌毒素的检出限为0.016~1.000 $\mu\text{g}/\text{kg}$,平均回收率为60.0%~122.4%,相对标准偏差(RSD)为0.9%~20.3%。该方法前处理简单、净化效果好、灵敏度高、检测速度快,适用于谷物样品中多组分真菌毒素残留的分离和定量检测。

HPLC法虽然适合分析难挥发性化合物、极性化合物和高分子化合物,但在测定真菌毒素时样品前处理过程相对繁琐。质谱法具有特异性强、通量和灵敏度高的特点。HPLC-MS集合了色谱和质谱两者的优点,在简化前处理步骤同时还能提高分析方法的灵敏度和选择性,目前已经成为ZEN分析的热点。

1.8 其他检测技术

毛细管电泳是一种新型液相分离技术,曾红燕等^[44]采用胶束电动毛细管电泳(MEKC)法测定粮食中ZEN及其代谢物,ZEN、 α -Zearalenol和 β -Zearalenol的检出限分别为:0.0084、0.081、0.14 $\mu\text{g}/\text{mL}$,样品加标回收率为77.9%~103.1%,相对标准偏差为0.63%~1.98%。该方法灵敏度高、准确,但前处理略繁琐。Böhs等^[45]利用配有二极管阵列检测器的毛细管电泳法测定包括ZEN在内多种真菌毒素,同样获得满意结果。

近年来,基于免疫学的其他技术也为ZEN的检测提供了更多快捷、方便的手段,例如,以辣根过氧化物酶催化鲁米诺-过氧化氢化学发光体系。卢江等^[46]建立了测定玉米中ZEN的间接竞争化学发光酶免疫法。该方法灵敏度为0.09 ng/mL ,回收率为79.6%~97.6%,检测线性范围为0.104~1.69 ng/mL ,与ELISA对照,两者的线性相关系数为0.967。

2 总结与展望

玉米赤霉烯酮具有生殖毒性和肝脏毒性,近年来ZEN污染谷物的报道屡见不鲜^[47-48]。为了避免

ZEN对人体健康的危害,国内外制定了严格的限量标准,这同时也对饲料和食品中ZEN的检测技术提出了要求。目前,高效液相色谱法是ZEN定量的常用方法。为了提高灵敏度,液相色谱法前处理常选用固相萃取、免疫亲和层析净化等方法去除杂质,以降低基质对检测的干扰。

传统的ZEN检测方法例如薄层色谱法、高效液相色谱法,能够提供准确、可靠的实验结果,但是实验过程繁琐复杂,成本偏高,在面临大量样品时无能满足快速筛查的需要。免疫法例如ELISA、胶体金免疫层析法可快速检测样品中ZEN,便于大批量样品的筛查,但其检测的灵敏度、结果的稳定性、重现性仍需进一步提高。人们对食品安全的关注促使对粮食及食品中毒素的严格监测,这就要求毒素检测要实现高通量、快速、准确、灵敏度高。目前,高通量的液-质联用技术可实现多毒素的同时检测,省时且有效的节约成本,还可实现毒素的快速筛查。基于免疫学的ZEN的商品化的ZEN检测的试剂盒和试纸条得到了广泛的应用,满足了日常快速筛查的需求。随着固相萃取柱、免疫学、生物化学等技术的不断进步,使得ZEN检测日趋灵敏、准确和便捷。

参考文献:

- [1] 张艺兵, 鲍蕾, 褚庆华, 等. 农产品中真菌毒素的检测分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 279.
- [2] 潘红艳. 玉米赤霉烯酮在稻谷中的污染调查及毒理实验研究[D]. 武汉: 武汉工业学院, 2012.
- [3] Urry W H, Wehrmeister H L, Hodge E B, et al. The structure of zearalenone [J]. Tetrahedron Letters, 1966, 7: 3109-3114.
- [4] Zinedine A, Soriano J J, Manes J. Review on the toxicity, occurrence, metabolism, detoxification, regulations and intake of zearalenone: an oestrogenic mycotoxin. [J]. Food & Chemical Toxicology, 2007, 45(1): 1-18.
- [5] Blaney B J, Bloomfield R C, Moore C J. Zearalenone intoxication of pigs [J]. Aust Vet J, 1984, 61(1): 24-27.
- [6] Minervini F, Dell'Aquilab M E, Maritato F, et al. Toxic effects of the mycotoxin zearalenone and its derivatives on in vitro maturation of bovine oocytes and 17 beta-estradiol levels in mural granulosa cell cultures [J]. Toxicol In Vitro, 2001, 15: 489-495.
- [7] 蔡雨函, 胡延春, 赵黑成, 等. 玉米赤霉烯酮的毒性及生物降解研究进展[J]. 动物医学进展, 2012, 33

- (5):102-105.
- [8] 王若军, 苗朝华, 张振雄, 等. 中国饲料及饲料原料受霉菌毒素污染的调查报告[J]. 饲料工业, 2003, 24:53-54.
- [9] 程传民, 柏凡, 李云, 等. 2013 年玉米赤霉烯酮在饲料原料中的污染分布规律[J]. 中国畜牧杂志, 2014, 50:68-72.
- [10] Placinta C M, D'Mello J P F, Macdonald A M C. A review of worldwide contamination of cereal grains and animal feed with Fusariummycotoxins[J]. Animal Feed Science & Technology, 1999, 78(1):21-37(17).
- [11] 中华人民共和国卫生部. GB 2761-2011 食品安全国家标准食品中真菌毒素限量[S].
- [12] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB 13078.2-2006 饲料卫生标准饲料中赭曲霉毒素 A 和玉米赤霉烯酮的允许量[S].
- [13] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 19540-2004 饲料中玉米赤霉烯酮的测定[S].
- [14] 罗雪云, 胡霞, 李玉伟. 小麦、小麦制品及玉米中玉米赤霉烯酮的薄层色谱测定[J]. 卫生研究, 1993, 2:112-115.
- [15] 杨小丽, 杨美华, 欧阳臻. 玉米赤霉烯酮及其衍生物分析方法的研究进展[J]. 贵州农业科学, 2011, 7(7):234-238.
- [16] 王莹, 孙绪生, 柳家鹏, 等. 玉米赤霉烯酮胶体金检测试纸的研制及定量检测的应用[J]. 粮食科技与经济, 2014, 39(5):28-30.
- [17] 牟钧, 潘蓓, 杨军, 等. 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, 5:43-45.
- [18] 王桂芳, 李培真, 曹阳, 等. 胶体金测试条法对粮食中玉米赤霉烯酮快速定量测定的应用研究[J]. 粮食科技与经济, 2014, 1:32-34.
- [19] Suquan S, Na L, Zhiyong Z, et al. Multiplex lateral flow immunoassay for mycotoxin determination [J]. Analytical Chemistry, 2014, 86(10):4995-5001.
- [20] 王元凯, 王君, 王雨晨, 等. 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, 12:1793-1800.
- [21] 王玉平, 计融, 江涛, 等. 玉米赤霉烯酮 ELISA 定量检测试剂盒研制[J]. 卫生研究, 2006, 2:221-224.
- [22] 孟卫芹, 武玉香, 唐世云, 等. 玉米油中玉米赤霉烯酮的 ELISA 测定[J]. 现代食品科技, 2013, 6(6):1431-1433
- [23] 石华乐, 董颖超, 谷旭, 等. 4 种玉米赤霉烯酮 ELISA 试剂盒的质量评估[J]. 饲料研究, 2015, 5:49-54.
- [24] 罗毅, 郑集声. 粮食中玉米赤霉烯酮的电子捕获气相色谱分析[J]. 环境化学, 1991, 1(1):59-63.
- [25] 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.
- [26] Tanak T, Yoneda A, Inoue S. Simultaneous determination of trichothecenycomycotoxins and zearalenone in cereals by gas chromatography - mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2000, 882(1):23-28.
- [27] 国家认证认可监督管理委员会. SN/T 1745-2006 进出口大豆、油菜籽和食用植物油中玉米赤霉烯酮的检验方法[S].
- [28] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 5009.209-2008 谷物中玉米赤霉烯酮的测定[S].
- [29] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 23504-2009 食品中玉米赤霉烯酮的测定 免疫亲和层析净化高效液相色谱法[S].
- [30] 隋凯, 李军, 卫锋, 等. 免疫亲和柱-高效液相色谱法检测玉米中的玉米赤霉烯酮[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 6:657-658.
- [31] 鲍蕾, 吕宁, 吴振兴, 等. 免疫亲和柱同时净化-HPLC 法测定植物油中黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮[J]. 食品工业科技, 2013, 34(9):306-309.
- [32] 张旭, 方芳, 占立明. 固相萃取柱高效液相色谱法检测粮食中玉米赤霉烯酮[J]. 粮食与油脂, 2012, 12:26-28.
- [33] 李向丽, 谭贵良, 梁波, 等. 多功能柱净化-超高效液相色谱串联质谱法同时测定水产品中 11 种真菌毒素[J]. 现代食品科技, 2015, 7:342-379.
- [34] 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, 3:351-354.
- [35] De Saeger S, Sibanda L, Van Peteghem C. Analysis of zearalenone and alpha-zearalenol in animal feed using high-performance liquid chromatography[J]. Analytica Chimica Acta, 2003, 487:137-143.
- [36] 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]. 分析试验室, 2007, 26:66-68.
- [37] 王向红, 刘涛, 王忠斌, 等. 高效液相色谱法同时测定谷物中的赭曲霉毒素和玉米赤霉烯酮[J]. 中国食品学报, 2008, 5:148-152.

[38] 罗小虎,包清彬,杨潇,等. 高效液相色谱法测定玉米中玉米赤霉烯酮[J]. 粮食与饲料工业, 2009, 3: 48-49.

[39] 谢刚,王松雪,崔华,等. 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, 2:71-75.

[40] 龚珊,党献民,任正东,等. C₁₈ 固相萃取柱净化-超高效液相色谱法检测谷物中玉米赤霉烯酮[J]. 粮食与饲料工业, 2015, 6:60-62.

[41] 孟娟,张晶,张楠,等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法检测粮食及其制品中的玉米赤霉烯酮类真菌毒素[J]. 色谱, 2010, 6(6):601-607.

[42] Yibadatihan S, Jinap S, Mahyudin N A. Simultaneous determination of multi-mycotoxins in palm kernel cake (PKC) using liquid chromatography - tandem mass spectrometry (LC - MS/MS) [J]. Food Additives & Contaminants Part A Chemistry Analysis Control Exposure & Risk Assessment, 2014, 31 (12):2071 - 2079.

[43] 孙娟,李为喜,张妍,等. 用超高效液相色谱串联质谱法同时测定谷物中 12 种真菌毒素[J]. 作物学报, 2014, 4: 691-701.

[44] 曾红燕,黎源倩,晋军,等. 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:医学版, 2003, 2:333-336.

[45] Böhs B, Seidel V, Lindner W. Analysis of selected mycotoxins by capillary electrophoresis [J]. Chromatographia, 1995, 41 (5-6):631-637.

[46] 卢江,许杨,楚金申,等. 化学发光酶免疫法检测玉米中玉米赤霉烯酮[J]. 食品与发酵工业, 2011, 5: 160-165.

[47] 彭凯,吴薇,龙蕾,等. 饲料中霉菌毒素的危害及脱毒方法[J]. 饲料工业, 2015, 6:58-61.

[48] 姜淑贞,孙华,黄丽波,等. 不同水平玉米赤霉烯酮对断奶仔猪血清代谢产物和肝肾组织病理学影响[J]. 中国农业科学, 2014, 47 (18):3708-3715.

Research Progress of Determination Methods of Zearalenone in Feedsand Foodstuffs

REN Dan-dan, XIE Yun-feng, LI Shao-hui, YANG Yong-tan

(Beijing Key Laboratory of Nutrition Health and Food Safety, COFCO Nutrition and Health Research Institute, Beijing 102209, China)

Abstract: Zearalenone, a secondary metabolite with estrogenic properties, is produced by several *Fusarium* species that colonize cereal grains. ZEN is hepatotoxic, immunotoxic and genotoxic. It are contaminates foods and feeds wide rangingly, endangers agriculture and pasturage development, and has become a focused point in the field of food safety. In order to effectively control the mycotoxic contamination on grains and grain byproducts, to develop reliable and sensitive determination methods of zearalenone is necessary. In this paper, current laboratory methods to detect ZEN are reviewed.

Key words: zearalenone; feeds; foodstuffs; determination

Classifying number: O657.3

