

# 红枣中4种链格孢菌毒素的检测及风险评估

程家兴<sup>1</sup>, 黎明阳<sup>1</sup>, 杨雨希<sup>1</sup>, 杨 茜<sup>1</sup>, 袁 涤<sup>1</sup>,  
杨 颀<sup>1</sup>, 王毅聪<sup>1</sup>, 张锐利<sup>2</sup>, 杜振霞<sup>1\*</sup>

(1. 北京化工大学 理学院, 北京 100029; 2. 塔里木大学 生命科学学院, 新疆 阿拉尔 843300)

**摘要:**建立了超高效液相色谱-三重四极杆质谱(UPLC-MS/MS)快速检测红枣中链格孢菌代谢产生的交链格孢菌酮酸(TEA)、链格孢酚(AOH)、交链格孢酚单甲醚(AME)和腾毒素(TEN)4种链格孢菌毒素的方法。采用2.0%甲酸-乙腈溶液超声提取, 辅以0.2 g NaCl盐析, 使用BEH C<sub>18</sub>色谱柱在6 min内快速分离毒素, 并采用多反应监测模式(MRM)检测红枣中的4种链格孢菌毒素。除了链格孢酚的线性范围为1.0~100 μg/L外, 其他3种毒素的线性范围均为10~1 000 μg/L, 线性关系( $r^2$ )均大于0.990, 检出限为0.5~12.4 μg/kg。4种毒素在空白基质中的加标回收率为92.8%~116%, 相对标准偏差为0.5%~11.2%, 可满足红枣中链格孢菌毒素的检测要求。运用毒理学软件理论计算得到成年人对4种毒素的允许每日暴露量(PDE)为19.30~25.65 μg/d。

**关键词:**超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS); 链格孢菌毒素; 红枣; 风险评估

**中图分类号:** O657.63; S852.44 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2018)11-1334-05

## Determination and Risk Assessment of Four Alternaria Mycotoxins in Jujube

CHENG Jia-xing<sup>1</sup>, LI Ming-yang<sup>1</sup>, YANG Yu-xi<sup>1</sup>, YANG Xi<sup>1</sup>, YUAN Di<sup>1</sup>, YANG Jie<sup>1</sup>,  
WANG Yi-cong<sup>1</sup>, ZHANG Rui-li<sup>2</sup>, DU Zhen-xia<sup>1\*</sup>

(1. Faculty of Science, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China; 2. College of Life Sciences, Tarim University, Alar 843300, China)

**Abstract:** A novel method was established for the detection of four alternaria mycotoxins, i. e. alternariol, alternariol monomethyl ether, tenuazonic acid and tentoxin in jujube by ultrahigh performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. The sample was extracted with 2.0% formic acid-acetonitrile by sonication and auxiliarily salted out with 0.2 g NaCl. Four alternaria mycotoxins in jujube were separated on a BEH C<sub>18</sub> column in 6 min, and detected in multiple reaction monitoring mode (MRM). The calibration curves for 4 alternaria mycotoxins showed good linearities in the ranges of 1.0-100 μg/L for alternariol and 10-1 000 μg/L for the other three toxins, with their correlation coefficients larger than 0.990 and the detection limits of 0.5-12.4 μg/kg. The spiked recoveries for 4 toxins in blank matrix were between 92.8% and 116% with the relative standard deviations of 0.5%-11.2%, which could meet the requirements for detection of alternaria mycotoxin in jujube. Moreover, the permitted daily exposures (PDE) for adults against 4 types of toxins were obtained to be 19.30-25.65 μg/d based on the calculation of the toxicological software theory.

**Key words:** ultrahigh performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS); alternaria mycotoxins; jujube; risk assessment

红枣是中国新疆产量较大的瓜果之一, 具有较高的营养和保健价值。真菌毒素污染是现阶段影响红枣产业健康发展的重大隐患, 相关菌株侵染造成的新疆红枣“黑斑病”爆发越来越频繁, 导致近几年红枣产量平均损失达30%以上(极端天气达60%), 和田地区枣园发病率更是高达50%以上<sup>[1]</sup>, 造成了巨大经济损失。有研究报道红枣黑斑病致病菌主要为链格孢菌<sup>[2]</sup>, 而链格孢菌链格孢菌毒素对人

收稿日期: 2018-05-03; 修回日期: 2018-07-10

基金项目: 中央高校基本科研业务专项资金(ZZ1706); 新疆红枣链格孢毒素污染发生规律及其调控机理研究(U1703234)

\* 通讯作者: 杜振霞, 博士, 教授, 研究方向: 分析化学, E-mail: duzx@mail.buct.edu.cn

体有较大危害<sup>[3]</sup>, 会引发细胞 DNA 突变, 提高癌症发病率<sup>[4]</sup>。链格孢菌较为重要的代谢物有二苯并吡喃酮衍生物——链格孢酚(Alternariol, AOH)、交链格孢酚单甲醚(Alternariol monomethyl ether, AME)、细交链格孢菌酮酸(Tenuazonic acid, TEA)及腾毒素(Tentoxin, TEN), 而 TEN 是仅有的一种多肽类代谢产物, 且毒性较强<sup>[5-6]</sup>。链格孢菌种可在低温下生长, 在红枣的生长、采摘、储运及加工过程中也有产生链格孢菌毒素的风险。因此, 针对新疆红枣中链格孢菌毒素的检测及风险评估具有重要的理论意义和应用价值。

Arcella 等<sup>[7]</sup>使用毒理学关注阈值(TTC)方法评估了这些毒素对人体健康的影响。2011年, 欧洲食品安全局(EFSA)针对饲料和食品中链格孢菌产生的毒素导致的公共卫生风险提出了科学意见<sup>[8]</sup>。目前, 除巴伐利亚健康和食品安全权威机构外, 世界各地均无关于霉菌毒素的法规<sup>[9]</sup>。Wei 等<sup>[10]</sup>对中国干果中的链格孢菌毒素与其他毒素进行调查, 发现在 31.4% 的干果中同时存在 2~4 种真菌毒素。故对链格孢菌的定性定量分析意义重大。目前关于红枣中链格孢菌毒素的定性定量研究较少, 因此亟需建立红枣中该毒素的快速检测方法。

目前文献报道的检测链格孢毒素的方法有液相色谱(LC)法及液相色谱-质谱联用(LC-MS)法<sup>[11]</sup>、薄层色谱(TLC)法<sup>[12]</sup>、气相色谱(GC)及气相色谱-质谱联用(GC-MS)法<sup>[13]</sup>、酶联免疫吸附法(ELISA)法<sup>[14]</sup>。本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱技术检测红枣中链格孢菌毒素的方法, 借鉴 QuEChERS 前处理方法, 在保证较高回收率的情况下, 简化了前处理的步骤, 相比已有方法具有检出限低、检测时间短等优势。本方法样品前处理简单, 回收率高, 基质效应低, 提高了 TEA、AOH 在质谱中的灵敏度, 具有灵敏度高、重现性好等优点, 可满足大枣中 4 种链格孢菌毒素的检测要求。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

Waters Quattro - Premier XE 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国 Waters 公司), 配有 ACQUITY UPLC BEH C<sub>18</sub> 色谱柱(50 mm × 2.1 mm, 1.7 μm); KH-100DE 型超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司); WH-861 涡旋混合器(太仓市华利达实验设备有限公司); Anke TGL-16G 高速离心机(上海安亭科学仪器厂); Milli-Q A10 超纯水器(美国 Millipore 公司); 0.22 μm 有机滤膜(津腾公司)。

交链格孢酚单甲醚(AME)、链格孢酚(AOH)、腾毒素(TEN)、细交链格孢菌酮酸(TEA)标准品(纯度 > 98%, 新加坡 Pribolab 公司)。乙腈(色谱纯, Fisher Chemical 公司); 甲酸(纯度 > 98%, Acros 公司); 氯化钠(分析纯, Aladdin 公司)。

### 1.2 标准溶液的配制

标准储备液: 准确称取 1.00 mg 4 种毒素标准样品溶于 1 mL 2.0% 甲酸-乙腈溶液中, 配制成质量浓度为 1.0 g/L 标准储备液, -20 °C 保存。

标准工作液: 使用 2.0% 甲酸-乙腈溶液配制质量浓度分别为 1、2、5、10、50、100、500、1 000、2 000、5 000 μg/L 的 TEA、AME、TEN 和 AOH 混合标准溶液。

### 1.3 样品前处理

准确称量 0.2 g(精确至 0.01 g)红枣样品于 10 mL 离心管中, 加入 5 mL 2.0% 甲酸-乙腈溶液, 20 °C 下恒温超声提取 30 min, 加入 0.2 g NaCl 固体粉末, 涡旋 30 s 后以 8 000 r/min 离心 10 min, 用注射器取上清液, 过 0.22 μm 有机滤膜后上机检测。

### 1.4 色谱-质谱条件

超高效液相色谱条件: 流动相: A 为超纯水, B 为乙腈。洗脱梯度: 0~3.0 min, 95%~60% A; 3.0~4.3 min, 60%~5% A; 4.3~5.0 min, 5% A; 5.0~5.1 min, 5%~95% A; 5.1~6.0 min, 95% A; 流速: 0.35 mL/min, 色谱柱: Acquity UPLC BEH C<sub>18</sub> 液相色谱柱(50 mm × 2.1 mm, 1.7 μm); 柱温: 35 °C, 进样量: 2 μL。

质谱条件: 离子化模式: 电喷雾离子源(ESI<sup>-</sup>); 扫描方式: 多反应监测(MRM); 毛细管电压 2.5 kV, 离子源温度 120 °C, 脱溶剂温度 350 °C, 脱溶剂气流量 650 L/h, 锥孔反吹气流量 50 L/h, 碰撞气流量 0.15 L/min。4 种链格孢菌毒素的母离子、子离子、锥孔电压和碰撞电压等质谱参数如表 1 所示。

表 1 4 种链格孢霉毒素的串联质谱测定参数  
Table 1 MS/MS parameters of four alternaria mycotoxins

Compound	Parent ion ( <i>m/z</i> )	Daughter ions ( <i>m/z</i> )	Cone voltage (V)	Collision energy (eV)
Tenuazonic acid (TEA)	196.1	138.7*, 111.7	30	17, 20
Alternariol (AOH)	257.1	213.1*, 215.1	35	25, 27
Alternariol monomethyl ether (AME)	271.1	256.0*, 228.0	30	20, 23
Tentoxin (TEN)	413.3	140.8*, 271.2	30	15, 17

\* quantitation ion

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱-质谱条件的选择

在 ESI<sup>-</sup> 电离模式下, 以 [M-H]<sup>-</sup> 的准分子离子峰作为母离子, 得到 TEN、TEA、AOH、AME 的母离子分别为 *m/z* 413.3、196.1、257.1、271.1。再进行子离子扫描, 确定 MS/MS 中两个子离子丰度较高时的碰撞电压, 并确定各目标化合物的定性和定量离子对。

实验发现在配制标准品溶液时加入甲酸可显著提高 TEA 和 AOH 的质谱响应。分别比较了使用 0.1% 甲酸-初始流动相、0.5% 甲酸-初始流动相、1.0% 甲酸-初始流动相、1.5% 甲酸-初始流动相、2.0% 甲酸-初始流动相和 2.5% 甲酸-初始流动相配制毒素标准品时的质谱响应, 结果表明用 2.0% 甲酸-初始流动相配制的毒素标准品溶液的响应最高。

选用 ACQUITY UPLC BEH C<sub>18</sub> 色谱柱进行色谱条件优化。考察了甲醇-水、乙腈-水、乙腈-0.1% 甲酸水溶液、乙腈-5 mmol 乙酸铵水溶液和 0.1% 甲酸乙腈-0.1% 甲酸水溶液多种流动相的分离效果, 结果表明在流动相中加入甲酸或乙酸铵均会抑制毒素在质谱中的响应, 最终确定以乙腈-水作为流动相, 优化并确立了梯度洗脱程序。

在优化色谱条件下, 难分离的 AOH 和 TEN 得到更好的分离<sup>[15]</sup>, TEA 和 AOH 的灵敏度也进一步提高, 图 1 为 4 种毒素混合标准溶液的总离子流图。

### 2.2 前处理条件的优化

**2.2.1 样品量的影响** 文献<sup>[16-17]</sup> 一般采用 2.0~5.0 g 样品进行链格孢菌毒素提取, 通过前期实验发现, 实际被链格孢菌感染的红枣中 4 种毒素的含量很高, 尤其是 TEA 在样品量高于 0.5 g 时即超出线性范围, 易造成色谱柱过载。本实验分别考察了 0.1、0.2、0.5 g 样品量对红枣链格孢

菌毒素回收率的影响。结果表明, 当样品量为 0.1、0.2 g 时的回收率相近, 4 种毒素的回收率均在 90% 以上, 但 0.1 g 样品量下部分毒素的精密度和重现性差, AOH 和 TEA 的相对标准偏差 (RSD) 为 10.1%~21.3%。样品量为 0.5 g 时, TEA 的平均回收率降至 75.4%, 因此选择 0.2 g 为样品的称取量。

**2.2.2 提取溶剂的影响** 4 种毒素极性均较大, 因此本实验分别选用极性较大的有机溶剂 (即含 2.0% 甲酸的甲醇和含 2.0% 甲酸的乙腈) 对红枣中的链格孢菌毒素进行提取。结果发现, 以含 2.0% 甲酸的甲醇作为提取溶剂时, 溶液颜色变深, 表明基质效应明显, 且 4 种毒素的回收率均下降, 其中 TEA 的回收率由 103% 降至 62.4%。因此, 本实验选择 2.0% 甲酸-乙腈作为提取溶剂。

**2.2.3 干燥剂的影响** 本实验的前处理方法借鉴 QuEChERS 方法, 简化了其吸附剂的步骤, 比较了使用无水 MgSO<sub>4</sub> 干燥和不使用干燥剂两种情况下 4 种毒素的回收率。由于红枣本身水分较少, 因此两种情况下 4 种毒素的回收率相差不大, 均在 90% 以上。在不引入其他杂质的情况下, 选择不使用干燥剂。

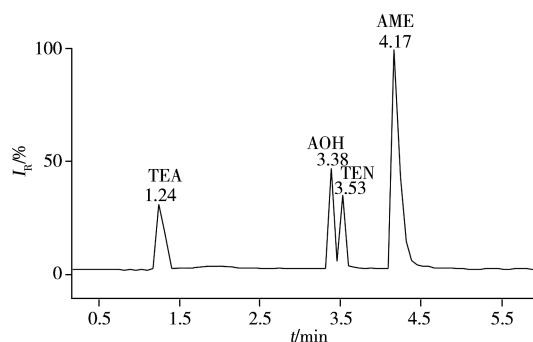


图 1 4 种链格孢菌毒素的总离子流色谱图  
Fig. 1 Total ion flow chromatogram of four alternaria mycotoxins

## 2.3 基质效应的影响

分别用溶剂标准溶液和基质空白标准溶液配制 500  $\mu\text{g/L}$  的 4 种毒素混合溶液。通过下式计算基质效应 (ME):  $\text{ME} = (S1 - S2)/S2$ , 式中  $S1$  为毒素标准品在基质空白标准溶液中的平均峰面积,  $S2$  为毒素标准品在纯溶剂标准溶液中的平均峰面积。

结果表明, AME 的 ME 为 -4.65%, AOH 的 ME 为 -12.44%, TEN 的 ME 为 -1.56%, TEA 的 ME 为 -25.35%, 在基质空白标准溶液中未检测到强烈的离子抑制 ( $\text{ME} < -30\%$ )。表明外标法可用于 4 种链格孢菌毒素的测定。

## 2.4 方法学评价

**2.4.1 线性范围与检出限** 在优化条件下, 对一系列质量浓度的混合标准溶液进行检测。以质量浓度为横坐标, 定量离子对的色谱峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果见表 2。由表 2 可见, AOH 的线性范围为 1.0~100  $\mu\text{g/L}$ , AME、TEA 和 TEN 的线性范围为 10~1 000  $\mu\text{g/L}$ , 在此范围内线性关系良好 ( $r^2 > 0.990$ )。当信噪比  $S/N \geq 3$  时, TEN、AME、AOH 和 TEA 的检出限 (LOD) 为 0.5~12.4  $\mu\text{g/kg}$ 。

表 2 红枣基质中 4 种链格孢菌毒素的线性范围、线性方程、相关系数及检出限 (LODs)  
Table 2 Liner ranges, linear equations, correlation coefficients and limits of detection (LODs)  
of four alternaria mycotoxins in jujube

Component	Linear range ( $\mu\text{g/L}$ )	Linear equation	$r^2$	LOD ( $\mu\text{g/kg}$ )
TEN	10~1 000	$y = 1.0505x + 3.3950$	0.996	2.1
AME	10~1 000	$y = 6.2761x + 7.4386$	0.994	0.5
AOH	1.0~100	$y = 8.0705x + 3.1882$	0.999	5.0
TEA	10~1 000	$y = 5.9767x - 32.188$	0.997	12.4

**2.4.2 回收率与相对标准偏差** 按优化条件, 在空白样品基质中进行 3 个水平 (40、100、400  $\mu\text{g/kg}$ ) 的加标回收实验, 每个加标水平平行实验 3 次, 测定 4 种链格孢菌毒素的加标回收率及相对标准偏差 (RSD)。结果显示, 4 种链格孢菌毒素的平均回收率为 92.8%~116%, RSD 为 0.5%~11.2%, 日间精密度为 2.1%~12.3%, 表明方法具有良好的准确度与精密度。

## 2.5 实际样品的测定

采用本方法检测 10 份新疆红枣实际样品, 其中 4 份检出链格孢菌毒素, AOH、AME、TEN 和 TEA 的检出量分别为 0.048~5.050  $\text{mg/kg}$ 、LOD~11.770  $\text{mg/kg}$ 、LOD~0.320  $\text{mg/kg}$ 、1.205~1 070.300  $\text{mg/kg}$ ; 其中 TEA 在红枣中检出量最高, 与文献报道一致<sup>[17-18]</sup>。

## 2.6 风险评估

目前, 全世界有 80 多个国家和地区制定了果品中真菌毒素的限量标准, 但均未包括链格孢菌毒素<sup>[6]</sup>。链格孢菌毒素广泛分布于果蔬食品中, 其检出率为 25%~75%<sup>[19]</sup>。本研究在红枣中检出的最高含量达 1 070.300  $\text{mg/kg}$ , 远高于链格孢菌毒素在其他食品中的含量。高检出率与高含量可能会存在潜在的健康隐患, 因此本实验基于 T. E. S. T 软件和 Toxtree 软件计算了 4 种链格孢菌毒素的毒理学评估数据 (表 3)。表 3 中 TTC Class、Protein binding Alerts 和 DNA binding Alerts 由 Toxtree 软件给出, 生物蓄集系数 (Bioaccumulation factor) 和  $\text{LD}_{50}$  由 T. E. S. T 软件给出。 $\text{LD}_{50}$  (man) 根据  $\text{LD}_{50}$  值使用等效剂量系数转换的方法计算得到<sup>[20]</sup>。最大无效水平 (The maximal no-effect level, NOEL) 根据公式 (1) 得到, 在此基础上根据公式 (2) 得到允许每日暴露量 (The permitted daily exposure, PDE)<sup>[21-22]</sup>。

$$\text{NOEL} = \frac{\text{LD}_{50} (\text{man}) (\text{mg} \times \text{kg}^{-1}) \times \text{BW} (\text{kg})}{2\ 000} \quad (1)$$

$$\text{PDE} = \frac{\text{NOEL} (\text{mg} \times \text{kg}^{-1} \times \text{d}^{-1}) \times \text{BW} (\text{kg})}{\text{F1} \times \text{F2} \times \text{F3} \times \text{F4} \times \text{F5}} \quad (2)$$

式中, BW 表示成年人的体重, F1~F5 均为不确定因子, 在本研究中的取值依次为 12、10、10、10、1。由表 3 可知, 体重为 60 kg 的成年人的 PDE 范围为 19.30~25.65  $\mu\text{g/d}$ , 而 TEA 在红枣中的最高含量高达 1 070.300  $\text{mg/kg}$ , 虽然目前尚无中国人的饮食数据, 但果品中链格孢菌毒素尤其是检测含

量最高的 TEA 确实存在健康隐患。同时, 相对于 TEA, 虽然 AOH 和 AME 的含量较低, 但 AOH 和 AME 具有遗传毒性, 其潜在危害亦不可忽视。

表 3 4 种链格孢菌毒素的毒理学评估  
Table 3 Toxicological assessment of four alternaria mycotoxins

Mycotoxin	TTC Class	Protein binding Alerts	DNA binding Alerts	Bioaccumulation factor	LD <sub>50</sub> (mg/kg)	LD <sub>50</sub> (man) (mg/kg)	NOEL/60 kg (mg/d)	PDE/60 kg (μg/d)
AOH	Genotoxic carcinogens	Yes	Yes	15.03	837.98	133.01	3.99	19.95
AME	Genotoxic carcinogens	Yes	Yes	18.9	810.54	128.66	3.86	19.30
TEA	Cramer class III	Yes	Yes	0.64	1 076.54	170.88	5.13	25.65
TEN	Cramer class III	Yes	Yes	0.93	984.09	156.20	4.69	23.45

### 3 结 论

本文利用超高效液相色谱-串联质谱法并结合简化的 QuEChERS 技术, 建立了快速检测红枣中 TEA、AOH、TEN 和 AME 4 种链格孢菌毒素的方法。该方法样品前处理简单, 回收率均大于 90%, 基质效应小, 具有操作简便、快速、灵敏度高、检出限低、重现性好等优点, 能满足红枣中链格孢菌毒素的检测要求。同时运用毒理学软件对 4 种链格孢菌毒素进行毒理学评估, 发现链格孢菌毒素对于人体具有潜在危害, 值得关注。未来可扩大范围测定其他果蔬中链格孢菌毒素含量, 并结合中国人饮食数据, 从而更加准确评估中国人链格孢菌毒素的日暴露量。

#### 参考文献:

- [1] Ma R, Liu X L, Liang Y M, Liu Y, Chen B J, Yan J. *J. Plant Protect.* (马荣, 刘晓琳, 梁英梅, 刘玉, 陈宝军, 闫军. 植物保护学报), **2016**, 43(5): 805-811.
- [2] Liu X L, Liu Y, Ma R, Liang Y M, Chen B J, Yan J. *J. Northwest Forestry Univ.* (刘晓琳, 刘玉, 马荣, 梁英梅, 陈宝军, 闫军. 西北林学院学报), **2015**, 30(3): 132-138.
- [3] Jiang D M, Wang Y, Jiang N, Wei D Z, Ma S, Wang M. *Food Sci.* (姜冬梅, 王瑶, 姜楠, 韦迪哲, 马帅, 王蒙. 食品科学), **2017**, 38(21): 287-293.
- [4] Yang S L, Dong Z M, Pei L C, Ding L P, Zhang H F, Song A Y, Gong Y O, Liu G T, Xue L X. *Teratogen Carcin-Mut* (杨胜利, 董子明, 裴留成, 丁兰平, 张慧芳, 宋爱云, 宫亚欧, 刘桂亭, 薛乐勋. 癌变·畸变·突变), **2007**, (1): 44-46.
- [5] Man Y, Lang G, Li A, Wang D, Jia W S, Pan L G. *Food Safe Qual. Detect. Technol.* (满燕, 梁刚, 李安, 王冬, 贾文坤, 潘立刚. 食品安全质量检测学报), **2016**, 7(2): 453-458.
- [6] Li Z X, Nie J Y, Yan Z, Zhang X N, Guan D K, Shen Y M, Cheng Y. *Chin. Agric. Sci.* (李志霞, 聂继云, 闫震, 张晓男, 关棣锴, 沈友明, 程杨. 中国农业科学), **2017**, 50(2): 332-347.
- [7] Arcella D, Eskola M, Gómez Ruiz J A. *EFSA J.*, **2016**, 14(12): 4654.
- [8] EFSA. Panel on Contaminants in the Food Chain (CONTAM). *EFSA J.*, **2011**, 9(10): 2407.
- [9] Karlovsky P, Suman M, Berthiller F, Meester J D, Eisenbrand G, Perrin I, Oswald I P, Speijers G, Chiodini A, Recker T, Dussort P. *Mycotoxin Res.*, **2016**, 32(4): 179-205.
- [10] Wei D Z, Wang Y, Jiang D M, Feng X Y, Li J, Wang M. *Toxins*, **2017**, 9: 200.
- [11] López P, Venema D, de Rijk T, de Kok A, Scholten J M, Mol H G, de Nijs M. *J. Food Control*, **2016**, 60: 196-204.
- [12] Pose G N, Ludemann V, Fernandez D, Segura J A, Pinto V F. *Trop. Plant Pathol.*, **2010**, 35(3): 174-177.
- [13] Harvan D J, Pero R W. *J. Chromatogr. A*, **1974**, 101(1): 222-224.
- [14] Abbas H K, Riley R T. *Toxicon*, **1996**, 34(1): 133-136.
- [15] Jiang L Y, Zhao Q Y, Gong L, Liu Y Y, Zhang Y H, Ma L, Jiao B N. *Chin. J. Anal. Chem.* (蒋黎艳, 赵其阳, 龚蕾, 刘雁雨, 张耀海, 马良, 焦必宁. 分析化学), **2015**, 43(12): 1851-1858.
- [16] Noser J, Schneider P, Rother M, Schmutz H. *Mycotoxin Res.*, **2011**, 27(4): 265-271.
- [17] He L, Guo K F, Yiming A, Zhao S F. *Xinjiang Agric. Sci.* (何丽, 郭开发, 艾尼古丽·依明, 赵思峰. 新疆农业科学), **2017**, 54(6): 1076-1084.
- [18] Magnani R F, Souza G D D, Rodrigues - Filho E. *J. Agric. Food Chem.*, **2007**, 55(13): 4980-4986.
- [19] Perre E V D, Deschuyffeleer N, Jacxsens L. *Food Control*, **2014**, 37(1): 165-170.
- [20] Ulanovsky A, Pröhl G, Gómez - Ros J M. *J. Environ. Radioactiv.*, **2008**, 99(9): 1440-1448.
- [21] Zhuang J, Xing X, Wang D, Du Z, Wang J, Dong Y, Yu W, Siyal S H. *Regul. Toxicol. Pharmacol.*, **2018**, 94: 47-56.
- [22] Müller L, Goecke E. *Toxicol. Lett.*, **2009**, 190(3): 330-332.