

深圳市售奶粉中 11 种喹诺酮类抗生素含量 检测分析

张 律*, 卓 菲, 岳亚军

(深圳市罗湖区疾病预防控制中心, 深圳 518020)

摘 要: **目的** 了解深圳地区市售奶粉喹诺酮类抗生素的污染情况。**方法** 从深圳市各区超市和食品商店中购买不同种类的奶粉样品 110 份, 用高效液相色谱-串联质谱法进行环丙沙星、氧氟沙星等 11 种喹诺酮类抗生素的检测。**结果** 在深圳各区抽检的奶粉样品中未检出 11 种喹诺酮类抗生素, 检出率为 0。**结论** 深圳市售奶粉喹诺酮类抗生素残留现象整体情况良好, 但仍应加强奶源及奶粉生产过程中的监管, 定期开展监测工作。

关键词: 喹诺酮; 奶粉; 深圳; 监测

Detection and analysis on 11 kinds of quinolones antibiotics in Shenzhen market milk powder

ZHANG Lv*, ZHUO Fei, YUE Ya-Jun

(Luohu Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518020, China)

ABSTRACT: Objective To understand the residual contamination of quinolones antibiotics in Shenzhen market milk powder. **Methods** Totally 110 milk powder samples of different species were purchased from supermarkets and food stores in all districts of Shenzhen and 11 kinds of quinolones antibiotics including ciprofloxacin and ofloxacin were detected by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Results** No quinolones antibiotics were detected in the milk powder samples collected in all districts of Shenzhen and detection rate was 0. **Conclusion** The situation about residual contamination of quinolones antibiotics in Shenzhen market milk powder is good in general. However, more attention should be paid to strengthen the supervise of milk source and milk powder production process, and regular monitoring is necessary.

KEY WORDS: quinolones; milk powder; Shenzhen; monitor

1 引 言

随着科学技术的进步和人们生活水平的不断提高, 人们对食品安全的关注程度越来越高。牛奶作为一种营养价值丰富的食品而受到普遍欢迎, 与此同时滥用抗生素带来的乳制品的安全问题亦时有发生。有报道显示, 浙江、江苏、贵州、辽宁等地的生牛乳及市售定型包装牛乳中曾

存在不同程度的抗生素残留问题^[1-4]。

近年来, 喹诺酮类抗生素因其抗菌谱广, 低毒高效, 应用方便, 价格低廉, 与其他抗菌药物无交叉耐药反应等优点而被广泛应用到畜牧业、水产养殖和医疗卫生等行业中。目前应用较广的为第三代喹诺酮类, 如诺氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、洛美沙星等。

在奶牛养殖过程中, 对泌乳期奶牛不当使用抗生素

*通讯作者: 张律, 主管技师, 主要研究方向为食品卫生、水质检测分析。E-mail: cally_123@126.com

*Corresponding author: ZHANG Lv, Technologist-in-charge, Luohu Center for Disease Control and Prevention, No.25, Beili South Road, Shenzhen 518020, China. E-mail: cally_123@126.com

或未严格遵守休药期等都可能造成奶源抗生素残留问题^[5]。乳制品残留的抗生素易引发人体菌群失调、产生耐药性、降低机体抵抗力等众多危害^[6]。近年来,为保障乳制品食用安全,国家在畜产养殖业抗生素使用和食品兽药残留限量方面颁布了一系列标准。其中,新颁布的标准 GB 31650-2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》规定,奶源中达氟沙星最大残留量不得超过 30 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 恩诺沙星与环丙沙星之和不得超过 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 氟甲喹不得超过 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 二氟沙星在牛泌乳期禁用^[7]。农业部出台的 NY/T 5030-2016《无公害农产品 兽药使用准则》规定,洛美沙星、培氟沙星、氧氟沙星、诺氟沙星禁止用于无公害畜禽产品生产过程中^[8]。NY 5046-2001《无公害农产品 奶牛饲养兽药使用准则》则规定奶牛使用恩诺沙星后休药期为 28 天,泌乳期禁止使用,其他喹诺酮类抗生素使用后奶废弃期不少于 7 天^[9]。

目前,喹诺酮类抗生素的检测方法主要有酶联免疫法^[10]、胶体金快速检测法^[11]、微生物法^[12]、高效液相色谱法^[13,14]、高效液相色谱-串联质谱法^[15,16]等。高效液相色谱-串联质谱法因灵敏度及准确度高、选择性强、检出限低、重现性好等优点已成为抗生素残留检测的重要手段。为了解深圳地区市售奶粉的喹诺酮类抗生素残留污染情况,提高奶粉的食用安全,保障消费者健康,同时为相关执法部门加强食品安全监管提供科学的监测依据,促进我市乳制品行业安全的透明度,本研究采用高效液相色谱-串联质谱法,对 2017~2019 年深圳地区各大超市和食品商店随机抽取的 110 份奶粉进行了 11 种喹诺酮类抗生素残留的检测分析。

2 材料与方法

2.1 材料

2017~2019 年分别从深圳市罗湖、福田、南山、盐田、龙岗、宝安、龙华、坪山、光明、大鹏等 10 个区各大超市、食品商店随机抽取婴幼儿配方奶粉和成人普通奶粉两种类别共 110 份。其中,婴幼儿配方奶粉 82 份,成人普通奶粉 28 份,均室温储藏。

2.1.1 样品采集分类情况

具体样品采集及分布情况见表 1 和表 2。

表 1 样品分类采集情况
Table 1 Classification and collection of samples

年份	样品数/份	样品类别及份数	
		婴幼儿配方奶粉	成人普通奶粉
2017	50	40	10
2018	50	40	10
2019	10	2	8
合计	110	82	28

表 2 各区采样分布情况

Table 2 Samples collection and distribution by region

年份	罗湖区	福田区	南山区	盐田区	龙岗区	宝安区	龙华区	坪山区	光明新区	大鹏新区
2017	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
2018	7	7	7	3	7	7	3	3	3	3
2019	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

2.2 仪器与试剂

2.2.1 仪器设备

Agilent 1200 series LC-MS/MS Triple Quad (QQQ) 6410B 型液质联用仪(美国安捷伦公司); 吉尔森 GX-274 四通固相萃取装置(美国吉尔森公司); 3K30 型高速低温离心机(美国 Sigma 公司); Turbo Vap II 定量浓缩仪(美国 Biotage 公司); Millipore Q 去离子水机(美国 Millipore 公司); BSA623S 型电子天平(赛多利斯北京有限公司); VX-200 漩涡混合机(德国 IKA 公司); S450H 超声波清洗器(德国 Elma 公司)。

2.2.2 试剂

Oasis HLB 固相萃取小柱(200 mg/6 cc, 美国 Waters 公司); 实验用水由 Millipore Q 纯水系统制备; 甲醇、甲酸(色谱纯, 德国 MERCK 公司); 乙腈(色谱纯, 美国 TEDIA 公司)。

标准品: 二氟沙星(difloxacin, 98%)、沙拉沙星(sarafloxacin, 95%)、恩诺沙星(enrofloxacin, 98%)、达氟沙星(danofloxacin, 99.7%)、洛美沙星(lomefloxacin, 99.5%)、培氟沙星(pefloxacin, 98%)、环丙沙星(ciprofloxacin, 99.6%)、诺氟沙星(norfloxacin, 98%)、噁唑酸(oxolinic acid, 98%)(美国 Sigma 公司); 氧氟沙星(ofloxacin, 99.3%)、氟甲喹(flumequine, 99.6%)(德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司)。

2.3 溶液配制

Mcllvaine 缓冲溶液:将 1000 mL 0.1 mol/L 柠檬酸溶液与 625 mL 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液混合, 调 pH 至 4 ± 0.05 。

0.1 mol/L EDTA-Mcllvaine 缓冲溶液: 称取 60.5 g 乙二胺四乙酸二钠于 1625 mL Mcllvaine 缓冲溶液中, 混合均匀。

标准溶液储备液:称取各类抗生素标准品粉末于 10 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解配制成标准储备液,然后稀释成 1000 $\mu\text{g}/\text{L}$ 抗生素混合标准使用液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下避光保存。

2.4 样品前处理

称取 5.0 g 奶粉样品于离心管中,用 40 mL 0.1 mol/L

EDTA-McIlvaine 缓冲溶液溶解, 漩涡混合 1 min, 35 °C 超声提取 10 min(功率 2000 W)后离心 10 min, 取上清液。分别用 6 mL 甲醇和 6 mL 水活化 Oasis HLB 固相萃取小柱, 取 20 mL 待测上清液过柱, 用 2 mL 5%的甲醇水淋洗, 弃去淋洗液, 抽干, 再用 6 mL 甲醇洗脱, 收集洗脱液, 定量浓缩仪 40 °C 水浴氮吹至干, 用初始流动相 10 mmol/L 甲酸铵 0.1%甲酸-甲醇(90:10, V:V)定容至 1 mL, 0.45 μm 滤膜过滤, 待上机测定。

2.5 标准工作曲线的配制

将混合标准使用液用初始流动相 10 mmol/L 甲酸铵 0.1%甲酸-甲醇(90:10, V:V)依次稀释成 1.25、2.50、5.00、

10.00、25.00、50.00 μg/L 系列标准工作曲线, 称取空白奶粉 5.0 g, 分别加入上述标准工作曲线 1 mL, 按照 2.4 方法与试样一同进行提取和净化。

2.6 仪器条件

2.6.1 质谱条件

质谱条件: 电离源(electron spray ionization, ESI⁺); 干燥气温度: 350 °C; 干燥气流量: 10.0 L/min; 雾化压力: 40 psi; 毛细管电压: 4000 V; 正离子扫描, 监测模式: 多重反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)。11 种喹诺酮类抗生素的质谱参数和 5 μg/kg 加标样品的多重反应监测(MRM)色谱图分别见表 3 和图 1。

表 3 喹诺酮类抗生素的质谱参数
Table 3 Mass spectrometry parameters of quinolones antibiotics

化合物	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碎片电压/V	碰撞能量/eV
二氟沙星	3.99	400.2	356.2*/382.2	120	20/20
沙拉沙星	3.95	386.2	342.1*/299.1	110	15/30
氧氟沙星	3.32	362.2	318.2*/261.1	110	15/25
恩诺沙星	3.68	360.2	316.2*/342.2	120	20/15
达氟沙星	3.57	358.2	340.2*/255.1	100	20/40
洛美沙星	3.57	352.2	265.1*/308.2	100	15/20
培氟沙星	3.38	334.2	290.2*/233.1	100	15/25
环丙沙星	3.41	332.2	314.1*/288.1	100	20/15
诺氟沙星	3.30	320.2	302.1*/276.1	100	20/15
噁喹酸	4.43	262.2	244.1*/216.1	110	15/30
氟甲喹	5.20	262.2	244.1*/202.1	110	15/35

注: *为定量离子, 其余为定性离子。

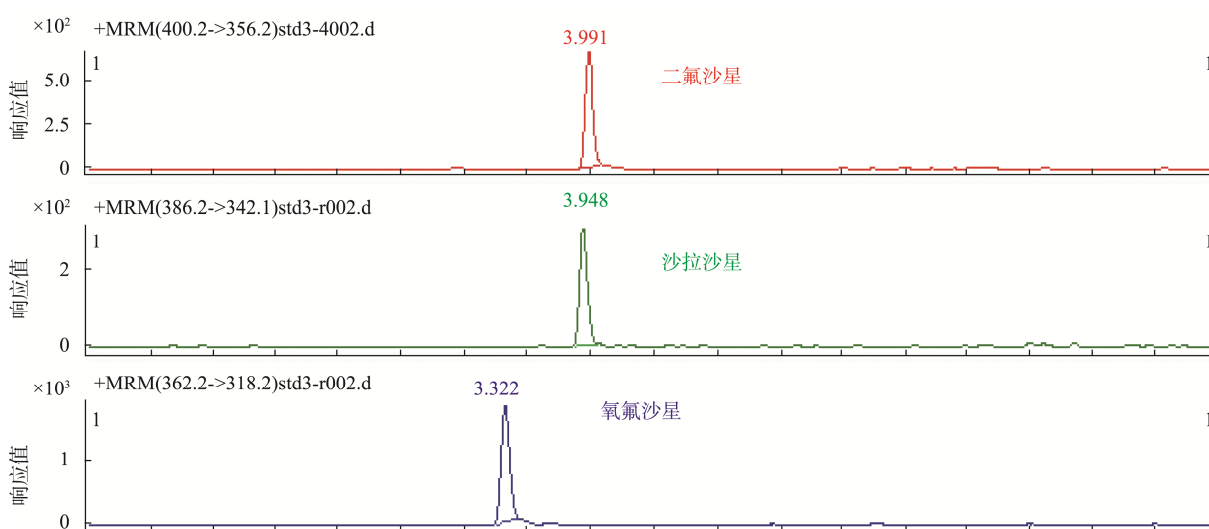
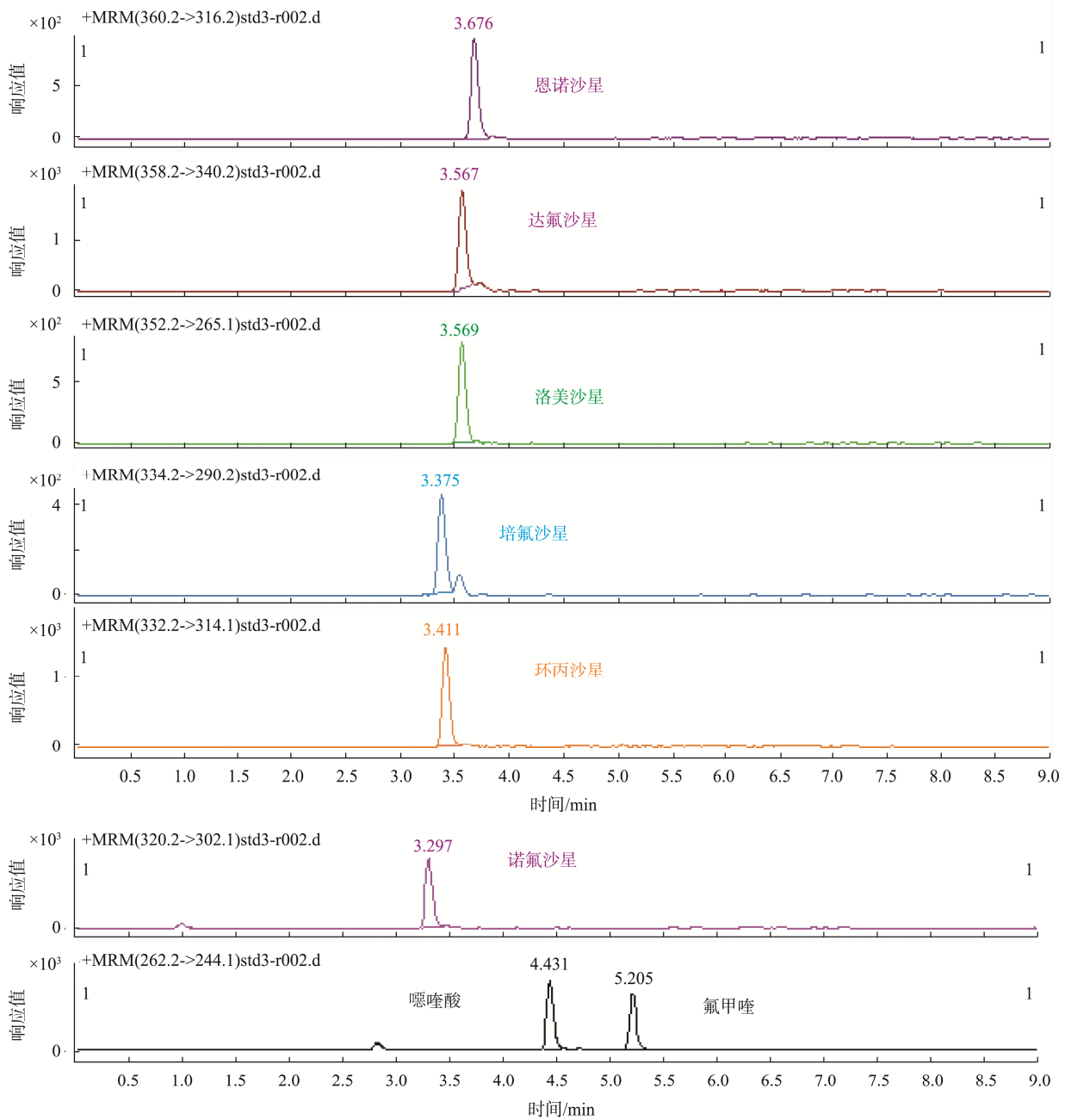


图 1 5 μg/kg 加标样品的多反应监测色谱图

Fig.1 The multiple reaction monitoring chromatogram of with 5 μg/kg spike sample



续图 1 5 µg/kg 加标样品的多反应监测色谱图

Fig.1 The multiple reaction monitoring chromatogram of with 5 µg/kg spike sample

2.6.2 色谱条件

色谱柱: Waters ACQUITY UPLC BEH C₈(2.1 mm×50 mm, 1.7 µm); 进样量: 10.0 µL; 流动相: A 为 10 mmol/L 甲酸铵-0.1%甲酸水, B 为甲醇; 流速: 0.2 mL/min; 柱温: 40 °C。梯度洗脱程序见表 4。

3 结果与分析

3.1 方法的线性范围和检出限

以待测化合物的质量浓度为横坐标(X), 峰面积为纵

坐标(Y)绘制标准曲线, 外标法定量。以 3 倍信噪比($S/N \geq 3$)对应的样品浓度计算检出限(limit of detection, LOD), 以 10 倍信噪比对应的浓度计算定量限(limit of quantitation, LOQ)。由表 5 可看出, 11 种喹诺酮类抗生素在质量浓度 1.25~50.00 µg/L 范围内呈现良好的线性关系($r > 0.999$), 各类喹诺酮的方法检出限(LOD)为 0.10~0.50 µg/kg, 定量限(LOQ)为 0.33~1.65 µg/kg。

3.2 方法回收率

向空白奶粉添加 5 µg/kg 及 10 µg/kg 的 11 种喹诺酮抗

生素混合标准溶液, 分别进行 3 次平行测定, 如表 6 所示, 在 5 μg/kg 标准添加水平下, 奶粉中 11 种喹诺酮类抗生素的平均回收率为 85.3%~103.1%, 相对标准偏差为 1.4%~4.3%; 在 10 μg/kg 标准添加水平下, 奶粉中 11 种喹诺酮类抗生素的平均回收率为 85.4%~102.4%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.0%~6.6%。说明方法准确可靠, 重复性好。

3.3 市售奶粉检测结果

3.3.1 基本情况

在 2017~2019 年共检测奶粉样品 110 份, 共检测二氟沙星、沙拉沙星、氧氟沙星、恩诺沙星、达氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、环丙沙星、诺氟沙星、噁啶酸、氟甲喹

等 11 种喹诺酮类抗生素, 检出有喹诺酮类抗生素的样品为 0 份, 检出率为 0。各年份检测结果见表 7。

表 4 梯度洗脱程序
Table 4 Gradient elution program

时间/min	A/%	B/%
0.00	90	10
5.00	20	80
6.00	20	80
6.01	90	10
9.00	90	10

表 5 喹诺酮类抗生素的线性范围、方法检出限(LOD)、定量限(LOQ)
Table 5 Linear ranges, LODs and LOQs of quinolones antibiotics

化合物	线性范围/(μg/L)	回归方程	相关系数	LOD/(μg/kg)	LOQ/(μg/kg)
二氟沙星	1.25~50.00	Y=2144.7998X-1580.5902	0.9991	0.30	0.99
沙拉沙星	1.25~50.00	Y=259.6066X+203.6216	0.9992	0.20	0.66
氧氟沙星	1.25~50.00	Y=1996.6278X-226.5637	0.9999	0.10	0.33
恩诺沙星	1.25~50.00	Y=2302.8382X-1229.5708	0.9998	0.20	0.66
达氟沙星	1.25~50.00	Y=2145.8386X-1248.9905	0.9998	0.20	0.66
洛美沙星	1.25~50.00	Y=761.8300X+180.5041	0.9995	0.10	0.33
培氟沙星	1.25~50.00	Y=431.2599X+0.3090	0.9999	0.10	0.33
环丙沙星	1.25~50.00	Y=1473.9928X-348.6415	0.9997	0.20	0.66
诺氟沙星	1.25~50.00	Y=1812.6832X-625.5763	0.9999	0.20	0.66
噁啶酸	1.25~50.00	Y=6945.6558X+3827.7813	0.9998	0.50	1.65
氟甲喹	1.25~50.00	Y=5893.6851X+640.3442	0.9997	0.10	0.33

表 6 奶粉中喹诺酮的回收率(n=3)
Table 6 Recoveries and RSDs of quinolones in milk powder(n=3)

抗生素名称	加标量 5 μg/kg		加标量 10 μg/kg	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
二氟沙星	86.6	1.4	85.4	2.2
沙拉沙星	85.3	4.0	96.8	6.6
氧氟沙星	90.0	2.3	95.4	3.5
恩诺沙星	95.7	2.4	97.2	2.9
达氟沙星	103.1	2.7	99.4	3.2
洛美沙星	90.3	2.0	93.8	3.6
培氟沙星	99.3	4.3	101.2	5.8
环丙沙星	91.8	2.4	96.4	3.1
诺氟沙星	97.0	3.7	93.8	4.8
噁啶酸	92.8	2.6	99.8	2.0
氟甲喹	96.6	3.0	102.4	3.8

表 7 各年度深圳市售奶粉喹诺酮检出情况

Table 7 Detection rates of quinolones in Shenzhen market milk powder in different year

年份	抗生素种类	样品数/份	检出数/份	检出率/%
2017	11	50	0	0
2018	11	50	0	0
2019	11	10	0	0
合计		110	0	0

3.3.2 不同种类奶粉及检出情况

不同种类奶粉检出情况及不同种类喹诺酮抗生素在奶粉中检出情况分别如表 8 和表 9 所示, 其中, 2017~2019 年共采集婴幼儿配方奶粉 82 份, 成人普通奶粉 28 份, 均未检出喹诺酮类抗生素。说明深圳地区市售奶粉喹诺酮类抗生素残留整体情况良好。

表 8 不同种类奶粉喹诺酮检出情况

Table 8 Detection rates of quinolones in different types of milk powder

奶粉种类	样品数/份	检出数/份	检出率/%
婴幼儿配方奶粉	82	0	0
成人普通奶粉	28	0	0
合计	110	0	0

表 9 不同种类喹诺酮抗生素检出情况

Table 9 Detection rates of different kinds of quinolones in milk powder

抗生素种类	样品数/份	检出数/份	检出率/%
二氟沙星	110	0	0
沙拉沙星	110	0	0
氧氟沙星	110	0	0
恩诺沙星	110	0	0
达氟沙星	110	0	0
洛美沙星	110	0	0
培氟沙星	110	0	0
环丙沙星	110	0	0
诺氟沙星	110	0	0
噁喹酸	110	0	0
氟甲喹	110	0	0

4 结论与讨论

随着人们生活水平的不断提高, 牛奶作为居民尤其是婴幼儿的日常饮食, 需求量日益增加, 抗生素残留带来的食品安全问题亦引起了越来越广泛的关注。喹诺酮类抗生素作为预防和治疗感染性疾病的常用兽药被广泛添加到

奶牛饲料中和用于机体注射方面, 再者, 某些商家为了延长保质期也可能人为地将抗生素添加到牛奶当中, 其次, 部分生产者未按规定操作, 将患病奶牛使用过的挤奶或贮存设备用于健康奶牛等, 以上因素都不可避免地造成奶中抗生素残留。抗生素热稳定性高, 目前巴氏灭菌法、超高温瞬间法等生产工艺都无法去除。

通过近几年的监测数据可以发现, 包括婴幼儿奶粉和成人普通奶粉在内的深圳市市场流通的品牌奶粉中喹诺酮类抗生素残留含量, 一直保持在未检出水平, 说明深圳市市售婴幼儿奶粉和成人普通奶粉整体上是有保障的。但仍应加强奶源及奶粉生产过程中的监管, 定期开展监测工作。

为降低牛奶及奶制品中抗生素残留带来的危害, 必须从奶农、生产者、消费者、监管部门 4 方面着手。积极推广建设标准化养殖生产基地, 建立 GMP、ISO 及 HACCP 质量管理体系。良好的农场卫生条件和饲养条件, 可以减少奶牛疾病的发生概率, 从而减少抗生素的使用。相关部门还应加强对奶农的科技培训及对有抗奶危害的宣传, 让养殖户做到规范用药, 科学使用抗生素, 严格遵守休药期、奶弃期的相关要求, 从奶源上保障消费者的健康。其次, 牛奶在生产加工的过程中, 应严把质量关, 防止生产过程引入的污染, 与此同时严禁非法添加抗生素作为延长牛奶保质期的手段。加大宣传力度, 让消费者了解有抗奶的危害, 从而增强自我保护意识。相关部门应加大对奶牛抗生素的使用量及使用范围的监管力度, 加强对牛奶的抽查检测, 制定严格的牛奶中抗生素残留卫生指标, 同时加强检测方法研究, 建立和完善抗生素残留的快速检测方法, 从而提高检测效率, 降低检测成本。加强质量安全立法工作, 打击滥用抗生素的违规行为, 并制定相应的处罚手段, 从根本上杜绝含抗生素的牛奶流向市场, 保证奶及奶制品的食用安全。

参考文献

- [1] 崔海辉. 浙江省部分地区鲜牛奶与消毒牛奶中氯霉素、四环素类抗生素残留的调查及检测分析[J]. 广西轻工业, 2011, (6): 3-4, 14.
Cui HH. Investigation and analysis of antibiotic residues of chloramphenicol and tetracycline in fresh and sterilized milk in some areas of Zhejiang province [J]. Guangxi J Light Ind, 2011, (6): 3-4, 14.
- [2] 张萍, 吕兴萍, 凡军民, 等. 镇江地区市售纯牛奶和生鲜牛奶中抗生素残留情况的调查[J]. 动物医学进展, 2013, 34(6): 184-187.
Zhang P, Lyu XP, Fan JM, et al. Investigation on residues of antibiotics in fresh and raw milk in Zhenjiang [J]. Prog Vet Med, 2013, 34(6): 184-187.
- [3] 赵杰, 武思齐. 贵阳市市售牛奶中抗生素残留调查与检测分析[J]. 贵阳学院学报(自然科学版), 2013, 8(1): 7-9.
Zhao J, Wu SQ. Investigation and detection on antibiotic residual of Guiyang market milk [J]. J Guiyang Coll(Nat Sci Ed), 2013, 8(1): 7-9.
- [4] 佐发玉, 刘秀萍, 寇叙, 等. 锦州市市售牛奶中抗生素残留的调查及检测分析[J]. 辽宁医学院学报, 2009, 30(4): 321-325.

- Zuo FY, Liu XP, Kou X, *et al.* Investigation and detection on antibiotic residual of Jinzhou market milk [J]. *J Liaoning Med Coll*, 2009, 30(4): 321–325.
- [5] 秦虹. 牛奶中抗生素的残留及其检测方法研究现状[J]. *甘肃畜牧兽医*, 2018, 48 (12): 29–32.
- Qin H. Research status of antibiotic residues and detection methods in milk [J]. *Gansu Anim Vet Sci*, 2018, 48 (12): 29–32.
- [6] 张洁, 严丽娟, 潘晨松, 等. 超高效液相色谱/高分辨飞行时间质谱法同时检测乳制品中 19 种抗生素[J]. *色谱*, 2012, 30(10): 1031–1036.
- Zhang J, Yan LJ, Pan CS, *et al.* Simultaneous analysis of 19 antibiotics in dairy products using ultra-performance liquid chromatography coupled with high resolution time-of-flight mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2012, 30(10): 1031–1036.
- [7] GB 31650-2019 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量[S].
GB 31650-2019 National food safety standard-Maximum veterinary drug residue limits in food [S].
- [8] NY/T 5030-2016 无公害农产品 兽药使用准则[S].
NY/T 5030-2016 Pollution-free agricultural products-Guidelines on the use of veterinary drugs [S].
- [9] NY 5046-2001 无公害农产品 奶牛饲养兽药使用准则[S].
NY 5046-2001 Pollution-free agricultural products-Guidelines on the use of veterinary drugs in dairy cattle [S].
- [10] 郑百芹, 罗晓琴, 冯才伟, 等. 一种喹诺酮类药物的酶联免疫快速检测试剂盒的研制[J]. *中国酿造*, 2014, 33(2): 130–133.
- Zheng BQ, Luo XQ, Feng CW, *et al.* An enzyme linked immunosorbent assay kit for rapid detection [J]. *Chin Brew*, 2014, 33(2): 130–133.
- [11] 杜宗绪. 胶体金免疫层析技术在牛奶抗生素残留检测中的应用[J]. *山西农业科学*, 2013, 41(7): 762–766.
- Du ZX. Application of colloidal gold immunochromatography assay on milk antibiotic residues [J]. *J Shanxi Agric Sci*, 2013, 41(7): 762–766.
- [12] 郑晶, 黄晓蓉, 郑俊超, 等. 微生物抑制法与酶联免疫法检测鳊鱼中喹诺酮类药物残留的比较研究[J]. *中国卫生检验杂志*, 2006, 16(1): 79–81.
- Zheng J, Huang XR, Zheng JC, *et al.* Comparative study of microbial inhibition and enzyme linked immunosorbent assay in determination of quinolones in eel samples [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2006, 16(1): 79–81.
- [13] 吴建勇, 梁秋艳, 马雷, 等. HPLC 法检测牛奶中喹诺酮类药物残留色谱条件的优化[J]. *现代畜牧兽医*, 2017, (12): 13–17.
- Wu JY, Liang QY, Ma L, *et al.* Optimization of chromatographic conditions for determination of quinolones in milk by HPLC [J]. *Mod Anim Husb Veter Med J*, 2017(12): 13–17.
- [14] 廖洁丹, 李智丽, 张济培, 等. 高效液相色谱荧光检测法测定牛奶中 4 种氟喹诺酮类药物残留[J]. *中国兽医杂志*, 2018, 54(3): 104–107, 111.
- Liao JD, Li ZL, Zhang JP, *et al.* Determination of fluoroquinolones residues in milk by high performance liquid chromatography with fluorescence detector [J]. *Chin J Veter Med*, 2018, 54(3): 104–107, 111.
- [15] 闫正, 任孟伟, 张丽冰, 等. 超快速液相-质谱法同时测定液体奶和奶粉中磺胺和喹诺酮类药物残留[J]. *化学分析计量*, 2016, 25(1): 5–9.
- Yan Z, Ren MW, Zhang LB, *et al.* Simultaneous analysis of sulfonamides and quinolones in milk and milk powder by UFLC-MS/MS [J]. *Chem Anal Meter*, 2016, 25(1): 5–9.
- [16] 孟娟, 杨永红. 超高效液相色谱-串连质谱法同时测定牛奶中 7 种四环素和 14 种喹诺酮类药物残留[J]. *中国食品卫生杂志*, 2012, 24(6): 546–549.
- Meng J, Yang YH. Simultaneous determination of 7 tetracyclines and 14 quinolones residues in milk by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Food Hyg*, 2012, 24(6): 546–549.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



张 律, 主管技师, 主要研究方向为
食品卫生、水质检测分析。
E-mail: cally_123@126.com