

高效液相色谱-质谱联用法测定乳及乳制品中氯霉素类药物残留量

张燕*, 徐幸, 舒平, 阚海勋, 赵艳娜, 李颖, 鲍虹

(大理州质量技术监督综合检测中心, 大理 671000)

摘要: **目的** 建立同时测定乳制品中氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素的液质联用方法。**方法** 样品经乙腈提取, 饱和乙腈正己烷脱脂, 以甲醇水作为流动相, 通过高效液相色谱, 采用负离子模式多反应监测, 氯霉素用同位素内标定量, 甲砒霉素、氟甲砒霉素用外标法定量。**结果** 本方法线性范围: 0.25~20.0 $\mu\text{g/L}$, 相关系数 > 0.999 , 检出限 0.01 $\mu\text{g/kg}$, 定量限 0.1 $\mu\text{g/kg}$, 三种物质添加水平分别为 0.5、2.5、5.0 $\mu\text{g/kg}$, 加标回收率分别为氯霉素 82.2~103%, 甲砒霉素 81.8~108%, 氟甲砒霉素 67.6~104%, $\text{RSD} < 10\%$ 。**结论** 该方法具有简单快速、灵敏度高、准确性强等特点, 适用于测定乳及乳制品中氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素的含量。

关键词: 氯霉素; 甲砒霉素; 氟甲砒霉素; 乳及乳制品; 高效液相色谱-质谱法

Determination of chloramphenicols residues in milk and dairy products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Yan*, XU Xing, SHU Ping, KAN Hai-Xun, ZHAO Yan-Na, LI Ying, BAO Hong

(Dali State Comprehensive Technical Inspection Center, Dali 671000, China)

ABSTRACT: Objective A high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) analysis method was established for simultaneous determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in milk and dairy products. **Methods** The sample was extracted with acetonitrile and degreased with saturated acetonitrile n-hexane. Mobile phase was methanol and water. The identification and quantification of chloramphenicols residues were carried out by MS/MS in negative electrospray ionization (ESI) and multiple reaction monitoring (MRM) mode. Using isotope internal standard quantitation of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol by external standard method for quantitative. **Results** The calibration curve showed a good linearity in the range of 0.25~20.0 $\mu\text{g/L}$ with the correlation coefficient $r^2 > 0.999$. The detection limit was 0.01 $\mu\text{g/kg}$. The quantification (LOQ) limit was 0.1 $\mu\text{g/kg}$. The average recoveries of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol spiked at 0.5, 2.5 $\mu\text{g/kg}$ and 5.0 $\mu\text{g/kg}$ levels in different matrix were 82.2%~103%, 81.8%~108% and 67.6%~104%. The relative standard deviations were less than 10%. **Conclusion** This method is simple, effective and sensitive, and it is suitable for the determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in milk and dairy products.

KEY WORDS: chloramphenicol; thiamphenicol; florfenicol; milk and dairy products; liquid chromatography-tandem mass spectrometric

*通讯作者: 张燕, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: shiyan1230@163.com

*Corresponding author: ZHANG Yan, Engineer, Dali State Comprehensive Technical Inspection Center, Economic Development Zone 1 box, Dali 67100, China. E-mail: shiyan1230@163.com

1 引 言

氯霉素是白色或微带黄绿色的针状、长片状结晶或结晶性粉末; 味苦; 易溶于甲醇、乙醇、丙酮、丙二醇中; 在干燥时稳定, 在弱酸性和中性溶液中较稳定, 煮沸也不见分解, 遇碱类易失效。氯霉素作为广谱抗菌药应用至今已有 50 多年, 它在有效治疗人类以及动物的多种感染性疾病方面发挥了重要作用。但是, 多年的临床应用表明, 氯霉素对人类具有毒副作用, 它能使人体产生再生性造血功能障碍^[1]。甲砒霉素与氯霉素是同一类抗生素, 仅氯霉素苯环上的硝基为一甲砒基所取代, 其抗菌谱与氯霉素相似。另外, 氯霉素及其盐在中国农业部第 235 号公告《动物性食品中兽药最高残留量》列为禁用药物, 规定在动物性食品中不得检出, 且根据欧盟委员会 2003/181/EC 决议的规定方法的最低要求为 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 规定甲砒霉素的最高残留量为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[1,2]。但是, 由于氯霉素的抑菌效果较好, 以及相对廉价, 目前仍有人将其用于家禽、禽类以及水产品中^[3]。

目前, 国家标准的检测方法主要是针对水产品、畜禽产品、蜂蜜等氯霉素类的检测^[4-8]。2013 年出台的两个国家标准氯霉素和甲砒霉素的检测方法^[9,10], 都是针对一种氯霉素残留的检测, 分别为液质联用法和高效液相色谱法。常用的国内外氯霉素残留量检测方法主要包括: 微生物法^[3]、酶联免疫法^[7]、液相色谱法^[5,6,10]、气相色谱法^[11]、气质联用法^[3]和液质联用法^[2,4,12-18]。国内外液相色谱法和液质联用法对氯霉素残留的检测方法, 前处理一般采用乙酸乙酯或乙腈反复多次提取、正己烷萃取、浓缩溶解, 过固相萃取柱(SPE)净化, 再氮吹浓缩, 定容测定。前处理复杂费时, 周期较长。另外, 一般乳品企业对原料奶中氯霉素的把关, 主要采用试剂盒快速筛查。一旦发现问题原料乳, 需要快速准确可靠的检测方法进行佐证。由于乳制品是容易被氯霉素污染的动物源产品之一, 研究乳及乳制品中氯霉素类药物残留的检测具有现实意义。

本文建立高效液相色谱法-质谱联用可一次性测定和确证氯霉素类药物残留, 比较了 3 种不同的前处理方法, 找到一种适合于乳制品的前处理方法, 采用乙腈沉淀蛋白提取, 饱和乙腈正己烷脱脂, 20%(v:v) 甲醇水定容, 直接进样测定。本方法具有样品前处理简单、有机试剂消耗量少, 测定周期短, 选择性好、

灵敏度高, 定性定量准确等优点。

2 材料与amp;方法

2.1 仪器与试剂

UFLC 高效液相色谱仪(日本岛津); API3200 质谱仪(美国 AB 公司); TG16-WS 台式高速离心机(湘南湘仪实验室仪器开发有限公司); Dired-Q5 超纯水机(法国 Milipore); MTN-2800W 氮吹浓缩装置(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); AS20500BDT 超声清洗仪(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); 小型旋涡混匀器(德国 IKA); 水相针式过滤器 0.22 μm (上海安谱科学仪器有限公司); Research[®] plus 10~1000 μL 移液枪(德国 Eppendorf)。

甲醇、乙腈为色谱纯(德国 Merck); 正己烷、氯化钠均为分析纯(利安隆博华(天津)医药化学有限公司); 氯霉素、甲砒霉素、氟甲砒霉素(纯度均大于 99.5%, 德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 氘代氯霉素(氯霉素-D₅)为溶于丙酮溶液浓度为 100 $\text{ng}/\mu\text{L}$ (德国 Dr. Ehrenstorfer 公司)。

2.2 仪器条件

2.2.1 色谱条件

色谱柱: 岛津 Shim-Pack FC-ODS 75 $\text{mm}\times 4.6$ mm ; 流速: 0.3 mL/min ; 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$; 进样量: 5 μL ; 流动相: 甲醇+水, 洗脱梯度见表 1。

表 1 梯度洗脱比例
Table 1 Gradient elution ratio

时间(min)	流速(mL/min)	超纯水 A (%)	甲醇 B (%)
0.00	0.3	75	25
1.00	0.3	20	80
6.00	0.3	20	80
6.50	0.3	75	25
10.00	0.3	75	25

2.2.2 质谱条件

离子源: 电喷雾负离子源(ESI); 扫描方式: 多反应监测(MRM)模式; 电喷雾电压(IS): -4500 V; 雾化气(GS1): 60.0 psi; 气帘气压力(CUR): 30 psi; 辅助气流速(GS2): 70 psi; 离子源温度(TEM): 550 $^{\circ}\text{C}$; 定量离子对、碰撞气能量(CE)及碰撞室出口电压(CXP)、碰撞室入口电压(EP)、去簇电压(DP)见表 2。

表2 氯霉素、甲砒霉素、氟甲砒霉素、氘代氯霉素的质谱定性、定量离子对其参考条件
Table 2 Chloramphenicol, thiamphenicol, florfenicol, deuterated chloramphenicol mass spectrometry qualitative, quantitative ion pair and reference conditions

化合物	离子对(<i>m/z</i>)	DP	EP	CEP	CE	CXP
氯霉素	320.900/151.900*	-31	-8	-33	-21	-15
	320.900/176.000	-31	-8	-33	-21	-15
甲砒霉素	320.900/256.900	-31	-8	-33	-11	-23
	353.900/185.000	-34	-8	-24	-31	-22
	353.900/227.200	-34	-10	-24	-25	-28
氟甲砒霉素	353.900/289.900*	-34	-10	-24	-10	-30
	355.900/184.900	-31	-10	-25	-32	-17
氘代氯霉素	355.900/336.000*	-31	-10	-25	-17	-34
	326.100/157.000*	-31	-7	-32	-22	-16
	326.100/262.000	-31	-7	-32	-17	-16

其中*是定量离子对。

2.3 样品前处理

2.3.1 液体乳

准确称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中, 加入 50 μ L 氘代氯霉素内标 100 μ g/L 的工作溶液, 加入 10 mL 乙腈和 1 g 氯化钠, 漩涡震荡提取 1 min, 超声提取 10 min, 以 8000 r/min 离心 10 min, 上清液转移至另一个 20 mL 试管中, 残渣再加入 10 mL 乙腈重复提取一次, 合并乙腈提取液于 50 $^{\circ}$ C 水浴氮气吹至约 3 mL, 加入乙腈饱和正己烷约 3 mL 涡旋混合萃取 3 次, 弃去正己烷层, 将乙腈层于 50 $^{\circ}$ C 水浴氮气吹至近干, 20%(v:v) 甲醇水定容至 1.0 mL, 过 0.22 μ m 水相滤膜后上机测定。同时做空白样品提取和净化后溶液配制标准工作溶液。

2.3.2 乳粉

准确称取 2 g 试样于 50 mL 离心管中, 加入 50 μ L 氘代氯霉素内标(氯霉素-D₅)100 μ g/L 的工作溶液, 加入 15 mL 水震荡至奶粉完全溶解, 以后步骤与 2.3.1 相同。

2.4 混合标准溶液的制备

分别准确称取适量 0.0010 g 氯霉素、甲砒霉素、氟甲砒霉素标准物质于 10 mL 容量瓶, 用甲醇配制成 100 μ g/mL 的标准储备液。用移液枪配制此混合工作溶液浓度为 1.0 μ g/mL。氯霉素-D₅ 内标溶液的配制: 用移液枪和 20%(v:v) 甲醇水稀释溶液将 100 ng/ μ L 逐

级稀释为 100 μ g/mL 氘代氯霉素内标使用液。

3 结果与讨论

3.1 样品前处理方法的优化

乳制品中主要含有蛋白质、脂肪等物质, 用乙酸乙酯提取法, 由于脂肪的存在, 会产生严重的乳化现象, 且基体比较复杂, 乙酸乙酯提取法提取出的脂类物质较多, 导致检测干扰比较大。本方法对液态乳直接用乙腈提取, 饱和乙腈正己烷萃取脱脂, 20% 甲醇水定容, 直接进样测定, 同时做空白基质配制标准使用液。乳粉的前处理, 直接用乙腈提取阳性样品的氯霉素类药物残留检测, 结果明显偏低, 可能是由于氯霉素类药物残留提取不完全或是有些乳粉生产工艺采用了包埋技术。若先用 15 mL 纯水充分溶解奶粉, 超声 10 min, 再加入乙腈提取, 提取效果更好, 阳性奶粉样品两种前处理方法的检测结果差别很大。比较过 C₁₈ 固相萃取柱与不过固相萃取柱的前处理的检测, 结果基本一致。因此, 本方法省略了过 C₁₈ 固相萃取柱, 说明没有经过固相萃取净化对检测目标物的影响不大。同时节约了成本, 减少了处理时间。与国家标准相比较^[2,4,8], 样品基质干扰较小, 使用更少的乙腈溶剂。样品前处理的更加简化, 提取效果更好, 同时缩短了分析周期, 节省了大量浓缩和固相萃取净化的时间。

3.2 色谱条件的选择

国家标准^[4,8]采用甲醇水(50:50=v:v)比, 乙腈水(50:50=v:v)比等度洗脱。由于氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素均属于弱极性物质, 在水中溶解度较差, 易溶于甲醇、乙腈等有机溶剂。在实际测定样品时, 由于目标物与干扰杂质一起流出, 对目标物的离子化产生严重的抑制作用。因此本方法采用甲醇水梯度洗脱, 让目标物得到有效分离。甲醇水比例从 25:75 在 1 min 中内变化到 80:20 并保持到 6 min, 这不仅提高了检测的灵敏度, 目标物也得到很好的分离, 而且避免了实际样品检测中杂质对目标物质离子化的抑制作用。

3.3 质谱条件的选择

根据 UFLC-API3200 型质谱仪器检测情况, 对氯霉素类残留定性定量离子对进行调谐, 碰撞能量、裂解电压等参数也结合特定仪器进行优化。

3.4 方法的线性范围及相关性

用不同的空白基质提取液稀释混合标准溶液浓度: 0.25、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准系列, 采用上述规定的色谱和质谱条件测定, 得到的线性方程见表 3。由表 3 可知, 氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素在 0.25~20.0 $\mu\text{g/L}$ 范围之内呈良好线性关系。标准溶液的多反应监测(MRM)图谱见图 1。表明浓度为 0.25 $\mu\text{g/L}$ 时各标准物质相应良好。

表 3 标准溶液保留时间、回归方程及相关系数
Table 3 Standard solution retention time, the regression equation and correlation coefficient

化合物	保留时间 RT(min)	线性方程	相关系数
甲矾霉素	4.73	$Y=1.11 \times 10^3 X + 194$	$r=0.9998$
氟甲矾霉素	4.95	$Y=2.12 \times 10^3 X + 210$	$r=0.9992$
氯霉素	5.27	$Y=1.49 X + 0.0843$	$r=0.9992$

3.5 准确度和精密度实验

称取同一空白牛奶样品 5 g 和奶粉样品 2 g 各 6 份, 分别添加 0.5、2.5、5.0 $\mu\text{g/L}$ 进行氯霉素类残留添加回收试验, 测定结果见表 4。乳制品空白样品及添加回收样品的 MRM 色谱图(见图 2,3)。表 4 结果表明加标量 0.5~5.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内, 氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素平均回收率分别为 88.3%~103%, 81.8%~108%, 67.2%~104%, 且测定的批内的相对标准偏差 RSD < 10%。说明该方法准确度和精密度完全可以满足乳制品中氯霉素药物残留的检测要求。

3.6 检出限

根据国家风险监测的要求, 对液体乳、奶粉两种典型样品进行氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素加标重复试验。0.25 $\mu\text{g/L}$ 时标液浓度, 信噪比 S/N 大于 3(见图 4)。且当添加量为 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 时, 信噪比 S/N 也远大于 3。结果表明, 氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素检出限为 0.01 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 。

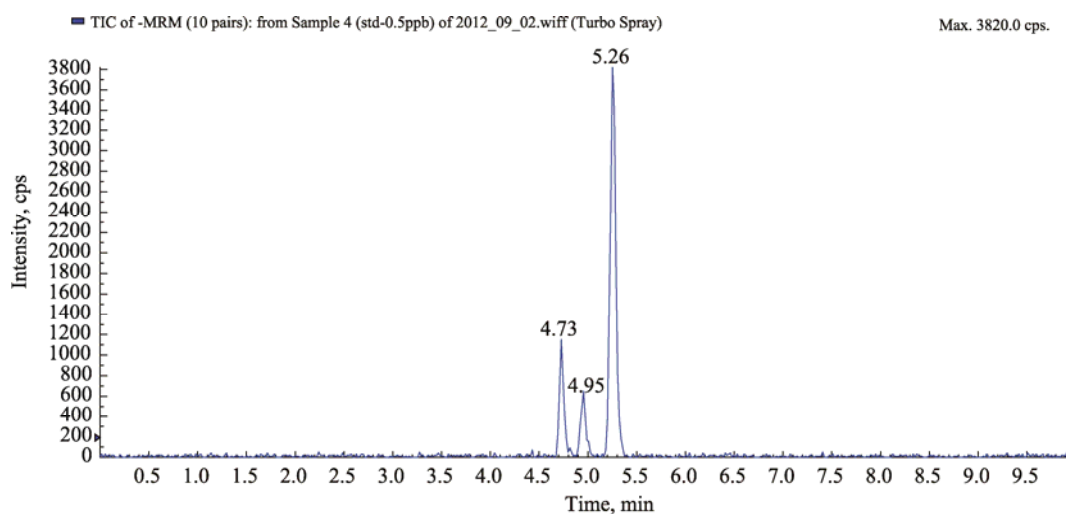


图 1 标准溶液多反应监测(MRM)的 TIC 图
Fig. 1 TIC of MRM chromatogram of standard solution

表 4 乳制品中平均加标回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 4 The recovery and RSD of different samples ($n=6$)

样品	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	氯霉素		甲砒霉素		氟甲砒霉素	
		回收率%	RSD%	回收率%	RSD%	回收率%	RSD%
液体乳	0.5	93.8-102	2.5	81.8-101	3.7	74.2-92.6	5.9
	1.0	88.3-103	7.9	82.6-108	6.3	68.4-98.4	7.8
	5.0	89.2-104	6.7	84.2-91.5	9.5	67.6-92.8	3.5
奶粉	0.5	90.3-97.4	8.6	82.9-94.2	7.9	74.2-95.3	4.6
	1.0	85.1-102	9.3	87.3-98.2	3.5	68.4-98.4	6.4
	5.0	91.0-101	8.9	84.5-98.2	4.6	67.6-97.3	5.1

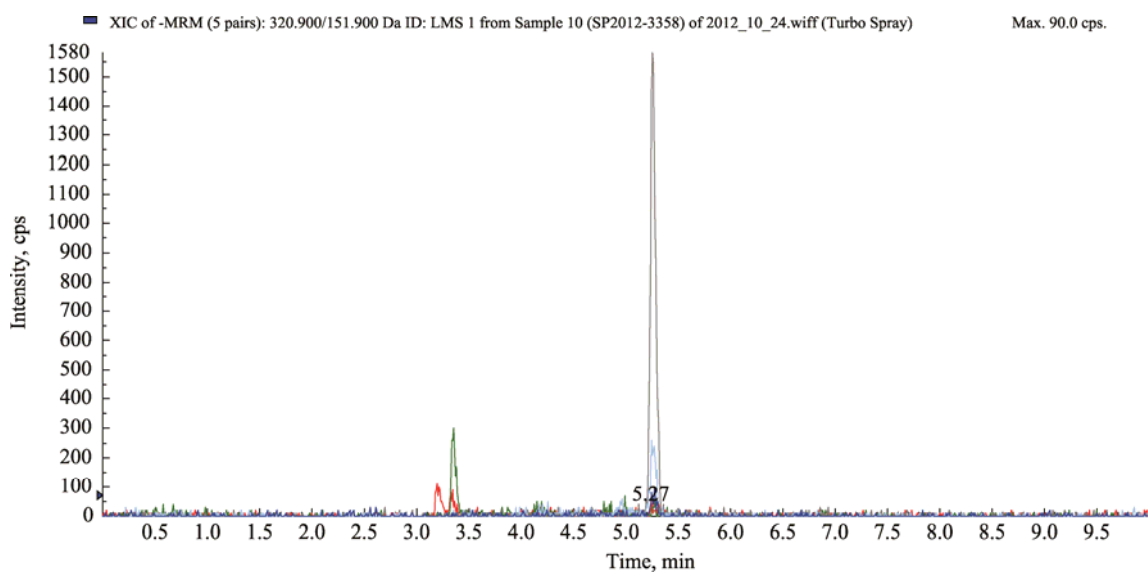


图 2 乳制品中空白样品多反应监测(MRM)

Fig. 2 Multiple reaction monitoring (MRM) of the blank sample in milk and dairy products

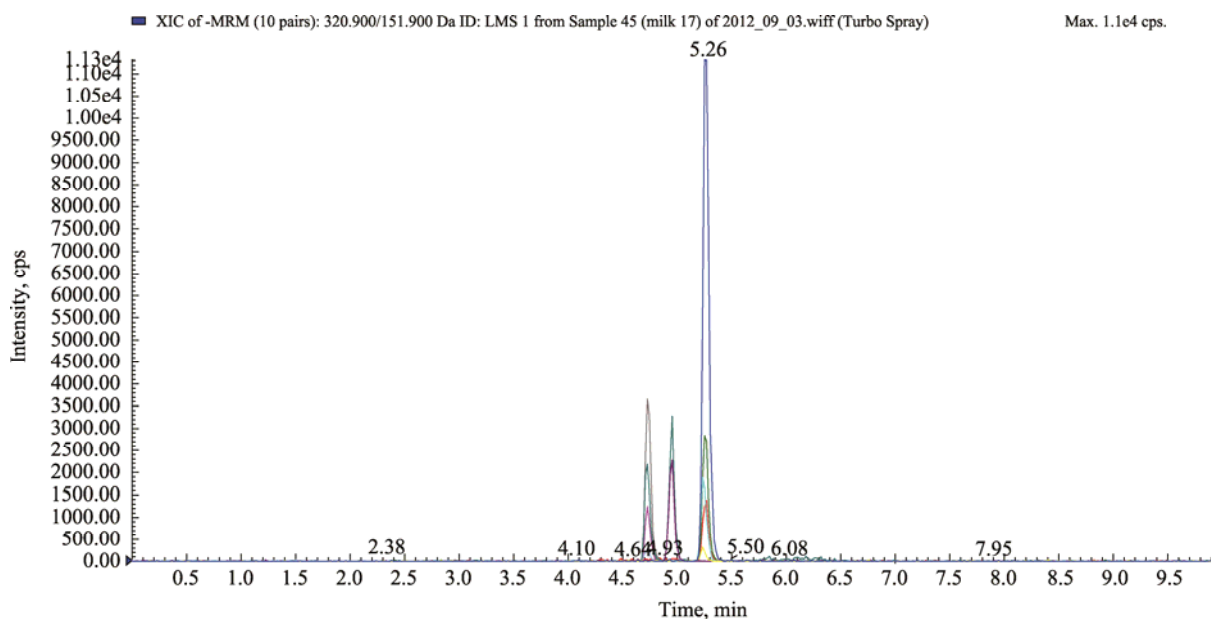
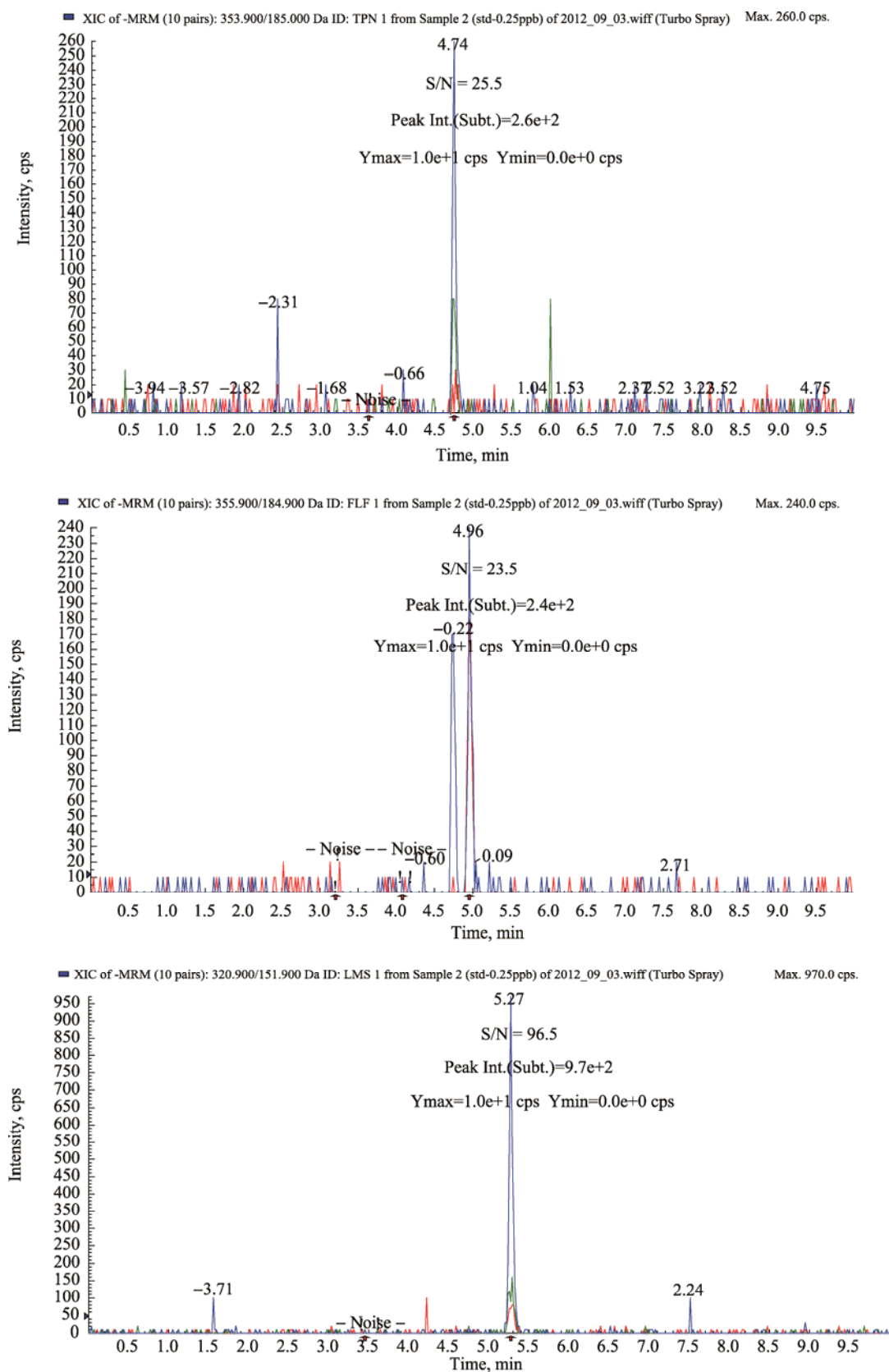


图 3 乳制品中添加标准物质多反应监测(MRM)

Fig. 3 Multiple reaction monitoring (MRM) of adding standard material in milk and dairy products

图 4 0.25 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液氯霉素类药物残留的信噪比Fig. 4 The signal-to-noise ratio of 0.25 $\mu\text{g/L}$ standard solution of chloramphenicol residues

3.7 实际样品测定

在选定的色谱质谱条件下,对风险监测的液体乳、乳粉和收集的原料乳进行氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素含量的测定,共测定了200份样品,甲矾霉素、氟甲矾霉素均未检出。20份样品不同程度的检出氯霉素,含量分别在0.1~604 μg/kg之间,样品的色谱图见图5。表明此方法能用于平时的日常监测。

4 结论

简化了样品的前处理,乙腈消耗量少,避免了净化柱的使用。具有简单、快速、灵敏度高、准确性强等特点。另外,不但降低了成本,对长期从事食品检测的实验人员来说,也减少了实验过程中有机试剂对身体的危害,具有重要意义。该方法适用于乳制品中氯霉素、甲矾霉素和氟甲矾霉素含量的测定。

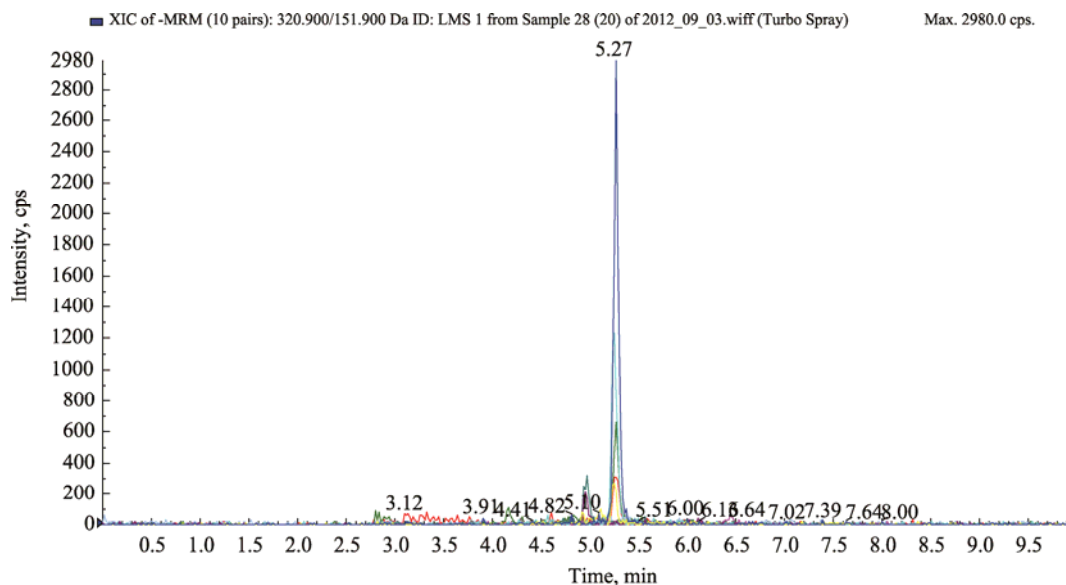


图5 氯霉素阳性样品多反应监测(MRM)

Fig. 5 Chloramphenicol positive samples multiple reaction monitoring (MRM)

参考文献

- [1] 吴晓丰, 杨莺花. 氯霉素残留的危害及其检测方法[J]. 动物医学进展, 2004, 5(3): 28-30.
Wu XF, Yang LH. The harm and detection method of chloramphenicol residue [J]. Prog Vet Med, 2004, 5(3): 28-30.
- [2] 陈小霞, 岳振峰, 吉彩霞, 等. 高效液相色谱-电喷雾三级四级杆质谱法测定鸡肉中氯霉素、甲矾霉素、氟甲矾霉素的残留量[J]. 色谱, 2005, 23(1): 92-95.
Chen XX, Yue ZF, Ji CX, *et al.* Analysis of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in chickens by high performance liquid chromatography with electrospray ionization mass spectrometry [J]. Chromatography, 2005, 23(1): 92-95.
- [3] 刘文卫, 钮伟民, 许伟芳. 氯霉素残留检测技术的研究进展[J]. 现代预防医学, 2007, 1(34): 67-69.
Liu WW, Niu WM, Xu WF. Research progress in detection of chloramphenicol residues [J]. Mod Prev Med, 2007, 1(34): 67-69.
- [4] 农业部 781 号公告-2-2006 动物源性食品中氯霉素残留量的测定 高效液相色谱-串联质谱法[S].
The agriculture department announcement no.781-2-2006 Determination of chloramphenicol residues in animal derived food by high performance liquid chromatography-trandem mass spectrometry [S].
- [5] GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定[S].
GB/T 22338-2008 Determination of multi-residues of chloramphenicols in animal-original food [S].
- [6] SB/T 10386-2004 畜禽肉中氯霉素的测定[S].
SB/T 10386-2004 Determination of chloramphenicols in meat of livestock and poultry [S].
- [7] 谭慧, 麦琦. 酶联免疫分析法测定水产品中氯霉素残留量[J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 7(20): 1649-1650
Tan H, Mai Q. Detemination of chloramphenicol residues in

- aquatic products by enzyme immunoassay assay [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2010, 7(20):1649-1650
- [8] SN/T 1864-2007 进出口动物源食品中氯霉素残留量的检测方法 高效液相色谱-串联质谱法[S].
SN/T 1864-2007 Determination of chloramphenicol residue in animal-derived food for import export-LC-MS/MS method [S].
- [9] GB 29688-2013 食品安全国家标准 牛奶中氯霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB29688-2013 The national food safety standards Determination of chloramphenicol residues in milk by liquid chromatography-tandem mass spectrometric method [S].
- [10] GB 2968-2013 食品安全国家标准 牛奶中甲砒霉素残留量的测定 高效液相色谱法[S].
GB 2968-2013 The national food safety standards Determination of thiamphenicol residues in milk by high performance liquid chromatographic method [S].
- [11] 刘永涛, 李荣, 袁科平, 等. 气相色谱法同时测定水产品中氯霉素、氟甲砒霉素和甲砒霉素残留量[J]. *淡水渔业*, 2007, 37(2): 44-47
Liu YT, Li R, Yuan KP, *et al.* Simultaneous determination of residues of chloramphenicol, florfenicol, and thiamphenicol in fishery products by Gas Chromatography [J]. *Freshwater Fish*, 2007, 37(2): 44-47
- [12] 刘艳琴, 王浩, 殷晓燕, 等. 高效液相色谱-电喷雾离子阱质谱测定乳制品氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素残留的研究[J]. *食品科学*, 2008, 29(4): 344-346
Liu YQ, Wang H, Ying XY, *et al.* Study on LC-ESI-TRAP-MS determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in milk products [J]. *Food Sci*, 2008, 29(4): 344-346
- [13] 任佳, 郑小平, 黄菲菲, 等. UPLC-MS/MS 法测定乳制品中氯霉素药物[J]. *食品与机械*, 2011, 7(4): 75-81
Ren J, Zheng XP, Huan FF, *et al.* Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in milk and dairy products by UPLC-MS/MS [J]. *Food Mach*, 2011, 27(4): 75-81
- [14] 蔡欣欣, 张秀尧. 超高效液相色谱三重四级杆质谱法快速测定动物食品中氯霉素, 甲砒霉素和氟苯尼考残留[J]. *中国卫生检验杂志*, 2009, 19(2): 258-260
Cai XX, Zhang XY. Rapid simultaneous determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in foodstuffs of animal origin by ultra-performance liquid chromatography coupled with triple quadrupole mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2009, 19(2): 258-260
- [15] DB51/T 676-2007 牛奶中氯霉素残留检测方法-高效液相色谱-串联质谱(LC-MS-MS)法[S].
DB51/T 676-2007 Determination of chloramphenicol residues in milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [S].
- [16] 尹丽珠, 张学忠, 冯雷, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测禽畜肉中的氯霉素残留[J]. *云南大学学报*, 2011, 33(3): 336-339
Yin LZ, Zhang XZ, Feng L, *et al.* Determination of chloramphenicol residues in meat by UPLC-MS/MS [J]. *J Yunnan Univ*, 2011, 33(3): 336-339.
- [17] 梅光明, 陈雪昌, 张小军, 等. 水产品中3种氯霉素类药物残留的超高效液相色谱-串联质谱测定法研究[J]. *浙江海洋学院学报*, 2013, 32(3): 249-254
Mei GM, Chen XC, Zhang XJ, *et al.* Determination of 3 chloramphenicols medicine residues in aquatic products by UPLC-MS/MS [J]. *J Zhejiang Ocean Univ*, 2013, 32(3): 249-254
- [18] 张秀妍, 覃东立, 马琳. 液质联用法检测海水中氯霉素的含量[J]. *水产学杂志*, 2013, 1: 50-53
Zhang XY, Tan DL, Ma L. The content of liquid chromatography-mass spectrometry detection of chloramphenicol in sea water [J]. *Chin J Fish*, 2013, 1: 50-53

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



张燕, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: shiyan1230@163.com