

高效液相色谱-质谱联用法同时检测水体中 14种喹诺酮类药物残留

吴健, 朱峰, 吉文亮, 李放, 阮丽萍, 刘华良*

(江苏省疾病预防控制中心, 南京 210009)

摘要: **目的** 建立水体中14种喹诺酮类药物残留的高效液相色谱-质谱联用快速筛查检测方法。**方法** 水样经高速离心后过0.22 μm 微孔滤膜直接进样,以甲酸(0.05%)+甲醇-乙腈为流动相,经Atlantis dC-C₁₈柱分离,采用电喷雾离子源(electro spray ion source, ESI)、正离子模式、多反应监测(multi-reaction monitoring, MRM)模式检测。**结果** 14种喹诺酮类化合物均在线性范围内线性关系良好,其中氧氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氟甲喹、加替沙星的线性范围为5 ng/L~1000 ng/L,环丙沙星、奥比沙星、麻保沙星、培氟沙星的线性范围为10 ng/L~1000 ng/L,氟罗沙星、依诺沙星的线性范围为20 ng/L~1000 ng/L,单诺沙星的线性范围为50 ng/L~1000 ng/L,相关系数 r 除了环丙沙星外其他13种均大于0.99,回收率均在83.9%~110.0%范围内,相对标准偏差均小于2.4%~15.4%,检出限均在1.0 ng/L~20 ng/L范围内。**结论** 本方法快速、简便、灵敏、重现性好,为开展水体中抗生素污染水平的调查与监测提供依据。

关键词: 喹诺酮类药物残留; 抗生素; 水体; 高效液相色谱-质谱法

Simultaneous determination of 14 quinolone residues in water by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WU Jian, ZHU Feng, JI Wen-Liang, LI Fang, RUAN Li-Ping, LIU Hua-Liang*

(Jiangsu Provincial Center for Disease Prevention and Control, Nanjing 210009, China)

ABSTRACT: Objective To establish a rapid analytical method for the simultaneously screening and detection of 14 quinolone residues in water by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** After a high speed centrifugation, the samples were filtered 0.22 μm millipore filter and then were separated on an Atlantis dC-C₁₈ column with the mobile phases of formic acid (0.05%) and methanol-acetonitrile. The electrospray ionization (ESI) source in positive ion mode was used for multiple reaction monitoring (MRM). **Results** The 14 quinolone chemical components showed a good linear relationship in their concentration ranges with the correlation coefficients more than 0.99 except ciprofloxacin. The linear relationship of ofloxacin, enrofloxacin, lomefloxacin, difloxacin, sarafloxacin, flumequine and gatifloxacin were 5 ng/L~1000 ng/L, ciprofloxacin, orbifloxacin, marbofloxacin and pefloxacin were 10

基金项目: 江苏科技厅科技支撑计划项目(BE2010745)、江苏省“十二·五”科教兴卫工程(ZX201109)

Fund: Supported by Jiangsu Provincial Science and Technology Support Project (BE2010745) and Jiangsu Provincial 12th Five-Year Health Development Project with Science and Education (ZX201109)

*通讯作者: 刘华良, 博士, 副研究员, 主要从事食品理化检验研究。E-mail: LHL-1@163.com

*Corresponding author: LIU Hua-Liang, Associate Researcher, Jiangsu Provincial Center for Disease Control and Prevention, No.172, Jiangsu Road, Nanjing 210009, China. E-mail: LHL-1@163.com

ng/L~1000 ng/L, fleroxacin and enoxacin were 20 ng/L~1000 ng/L, and danofloxacin was 50 ng/L~1000 ng/L. The recoveries were all of 83.9%~110.0% and the relative standard deviation (RSD) were all of 2.4%~15.4%. The limits of detection (LOD) were all of 1.0 ng/L~20 ng/L. **Conclusion** This method is rapid, simple, sensitive, and accurate, which provides a basis for the investigation and monitoring of the pollution level of antibiotics in water.

KEY WORDS: quinolone residues; antibiotics; water; high performance liquid chromatography mass spectrometry mass spectrometry

1 引言

喹诺酮(Quinolones)类药物是近年来使用广泛的一类新型抗菌药物^[1]。在水产养殖方面, 此类药物主要用于预防和治疗鱼类疾病, 少量使用还具有一定的促生长作用。若长期食用被此类药物污染的食品, 可能会诱导人类病原微生物产生耐药性和抗药性, 严重时, 会对食用者产生直接毒性及潜在“三致”(致癌、致畸、致突变)作用^[2]。喹诺酮类抗菌药物是人工合成的抗菌药, 由于其杀菌作用的有效性和广谱性, 目前已经成为全球用量最大及使用最为广泛的抗生素之一。该类抗生素被频繁地使用并进入环境水体中, 从而对人体健康以及整个生态系统产生了长久的潜在危害, 因此其产生的水体环境污染已成为我国乃至全球所面临的重大环境问题之一。

目前喹诺酮类药物残留量检测的测定方法有很多, 主要有毛细管电泳法^[3] (capillary electrophoresis, CE)、高效液相色谱法^[4-8] (high performance liquid chromatography, HPLC)、高效液相色谱-质谱法^[9-17] (high performance liquid chromatography mass spectrometry mass spectrometry, HPLC-MS/MS)等。本文在现有研究的基础上, 建立了可同时检测 14 种常用喹诺酮类药物的高效液相色谱-质谱法(HPLC-MS/MS)。液相色谱-质谱联用法具有高灵敏度和高选择性, 抗干扰能力强, 能够检测痕量的抗生素药物残留。本文把水样经过简单的除杂过微孔滤膜后直接进样, 同时检测了水体中 14 种喹诺酮类药物残留。利用液相色谱-串联质谱检测法, 采用多反应监测扫描模式可提供特征的分子离子及其子离子信息, 为目标物质的定性与定量分析提供了可靠依据。本方法简单、快速、灵敏度高、重现性好, 能满足水体中痕量喹诺酮类药物残留的快速筛查与检测。

2 材料与方法

2.1 仪器、试剂与材料

UHPLC LC 30A 超高效液相色谱仪(日本 SHIMADZU 公司); Q-trap 5500 液相色谱-串联质谱仪(美国 AB SCIEX 公司); 离心机(美国 Sigma 公司); 乙腈、甲醇、甲酸、乙酸均为色谱纯(德国 Merck 公司); MS 级水(美国 Fisher 公司)。水样(水源水、出厂水、末梢水)由本实验室赴南京市及周边地区进行采集并于当日检测。

氟罗沙星(fleroxacin)、洛美沙星(lomefloxacin)、加替沙星(gatifloxacin)、单诺沙星(danofloxacin)购自中检所, 依诺沙星(enoxacin)SIGMA 公司, 双氟沙星(difloxacin)、培氟沙星(pefloxacin)、氧氟沙星(ofloxacin)、沙拉沙星(sarafloxacin)、氟甲喹(flumequine)、恩诺沙星(enrofloxacin)、麻保沙星(marbofloxacin)、环丙沙星(ciprofloxacin)购自德国 Dr.Ehrenstorfer 公司, 奥比沙星(orbifloxacin)购自北京百灵威科技有限公司。

2.2 标准溶液配制

单一喹诺酮类化合物标准储备液(1.0 mg/mL): 分别准确称取氟罗沙星、氧氟沙星、依诺沙星、环丙沙星、恩诺沙星、洛美沙星、单诺沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氟甲喹、麻保沙星、培氟沙星、加替沙星 0.01g, 用甲醇溶解并定容于 10 mL 容量瓶中, 配成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液, 储存在 -20 °C 冰箱中。

混合喹诺酮类化合物标准储备液(1.0 µg/mL): 分别准确吸取 25 µL 各单一标准储备液于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 配制浓度为 1.0 µg/mL 的混合标准储备液, 该溶液于 4 °C 下保存。

混合喹诺酮类化合物标准工作液: 用水把标准储备液按比例逐级稀释后配成浓度为 5、10、50、100、

200、500、1000 ng/L 的标准工作液。(0.05%), B 为甲醇-乙腈(4:6, V:V); 梯度洗脱: 20%B

2.3 样品处理

先将待测水样混匀后静置 15 min, 取 1.5 mL 上层清液于离心管中, 以 14000 rpm/min 离心 5 min, 取上清液过 0.22 μm 微孔滤膜, 滤液直接测定。

2.4 实验条件

液相色谱条件: 色谱柱为 Atlantis dC-C18 柱(4.6 mm ×150 mm, 5 μm, Waters); 流动相: A 为甲酸

(0~3.0 min); 20%B→70%B (3.0~6.5 min); 70%B→90%B (6.5~9.0 min); 90%B→20%B (9.0~9.1 min); 20%B (9.1~11.0 min)。流速 0.5 mL/min; 柱温 40 ℃; 进样量为 20 μL。

质谱条件: 离子源: 电喷雾电离(ESI); 扫描方式: 正离子扫描; 监测模式: 多反应监测(MRM); 雾化温度: 550 ℃; Curtain Gas: 35 psi; Ion Source Gas1: 55 psi; Ion Source Gas2: 55 psi; 喷雾电压: 5.5 kV; 各离子参数详见表 1。

表 1 14 种喹诺酮类药物残留的离子参数
Tbale 1 Ion parameters of the 14 quinolone residues

化合物名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压(V)	碰撞电压(V)
氟罗沙星	370.2	326.2*	70	22
		269.2		32
氧氟沙星	362.2	318.2*	130	28
		261.2		36
依诺沙星	321.1	303.2	140	14
		232.2*		48
环丙沙星	332.2	288.2	100	23
		245.2*		29
恩诺沙星	360.2	316.2*	60	24
		245.2		37
洛美沙星	352.2	308.2*	70	24
		265.2		32
单诺沙星	358.2	340.2	60	26
		283.2*		30
奥比沙星	396.2	352.2*	110	26
		295.2		29
双氟沙星	400.2	356.2	70	32
		299.2*		46
沙拉沙星	386.2	342.2*	100	23
		299.2		38
氟甲喹	262.2	244.2	80	24
		202.2*		42
麻保沙星	363.2	320.2*	110	22
		277.2		29

续表 1

化合物名称	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	去簇电压(V)	碰撞电压(V)
培氟沙星	334.2	290.2*	100	25
		233.2		33
加替沙星	376.2	332.2*	118	24
		289.1		31

注: *为定量离子

3 结果与讨论

3.1 质谱条件的优化

采用蠕动泵直接进样方式, 将质量浓度为 100 ng/mL 的 14 种喹诺酮类药物的混合标准液 10 μl/min 的速度注入离子源, 分别在正离子(ESI⁺)、负离子(ESI⁻)模式下进行 Q1 母离子全扫描, 实验表明, 14 种化合物均在 ESI⁺模式下具有较高的响应值。分别考察了喷雾电压、雾化温度、气帘气、雾化气、辅助气对离子响应强度的影响, 同时对各分子离子进行子离子扫描, 选取合适的离子对, 在 MRM 模式下优化其 DP 电压和 CE 电压, 最终选定了最优参数, 详见 2.4 中质谱条件。

3.2 色谱条件的优化

文献报道的流动相有乙腈-水、甲醇-水、甲醇-乙腈-水等^[16]。而酸性条件一般可提高[M+H]⁺化合物的正离子响应, 同时本实验采用 ESI⁺模式, 因此选用酸性流动相, 可以加强离子化效率, 从而提高灵敏度。本文比较了 0.05%、0.1%与 0.5%的甲酸-乙腈对分析物的离子化效率和色谱形的影响, 发现酸度对目标物的响应和分离并没有太大的影响, 并进一步优化不同比例的甲醇和乙腈(6:4、5:5、4:6, V:V)对目标物离子化效率和色谱峰形的影响, 结果表明甲醇和乙腈的比例为 4:6 时, 各分析物的分离度以及响应值最佳, 最终选用 0.05%甲酸+甲醇-乙腈(4:6, V:V)作为流动相, 14 种化合物的分离度好, 响应高, 分析时间短, 标准色谱图见图 1。

3.3 目标化合物提取方法的选择

水体中的抗生素残留量都极低, 在 ng/L 级别, 文献报道^[9,18]用高效液相色谱仪-荧光检测器只能达到 μg/L 级别, 而一般的质谱也不能直接测定其含量, 需要富集浓缩后才能进行检测; 而本研究通过加大进样量提高了仪器的灵敏度, 从而满足水体中痕量

喹诺酮类药物残留的检测。同时由于一些突发事件的应急检测需要在最短的时间内对事件进行定性, 而传统的浓缩富集方法相对比较耗时, 因此一种简单、快速的前处理方法更能满足应急检测的需求。

本实验将水样静置 15 min 后取上清液经高速离心后, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 直接上机检测。分别比较了不同进样体积(10、20、50 μL)对目标灵敏度以及检出限的影响, 结果表明, 进样量 20 μL 的时候, 各目标物质的灵敏度和检出限最合适, 因而满足了水体中痕量级抗生素残留的检测要求。

3.4 方法的线性范围、相关系数、检出限、定量限和精密度

本研究采用外标法定量, 分别以各分析物的峰面积(*Y*)和对应的质量浓度(*X*, ng/L)进行线性回归计算, 得到线性方程和相关系数。氧氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氟甲喹、加替沙星的线性范围为 5 ng/L~1000 ng/L, 环丙沙星、奥比沙星、麻保沙星、培氟沙星的线性范围为 10 ng/L~1000 ng/L, 氟罗沙星、依诺沙星的线性范围为 20 ng/L~1000 ng/L, 单诺沙星的线性范围为 50 ng/L~1000 ng/L; 环丙沙星的线性相关系数 *r* 为 0.98, 其它 13 种均大于 0.99; 通过向阴性样品中添加喹诺酮类药物来考察方法的检出限(*S/N*=3)、定量限(*S/N*=10), 14 种化学物的检出限均小于 20 ng/L, 定量限均小于 50 ng/L; 分别在 20 ng/L、100 ng/L 和 500 ng/L 三个加标水平进行加标回收率和精密度试验(*n*=6), 方法回收率在 83.9%~110.0% 之间, 相对标准偏差在 2.4%~15.4%之间。各化合物的检出限、定量限、线性相关系数、线性方程、回收率及精密度见表 2。

3.6 实际样品的测定

利用本方法分别对 17 份水样(6 份水源水、6 份出厂水、5 份末梢水)进行检测, 17 份水样中均未检出 14 种喹诺酮类药物残留。

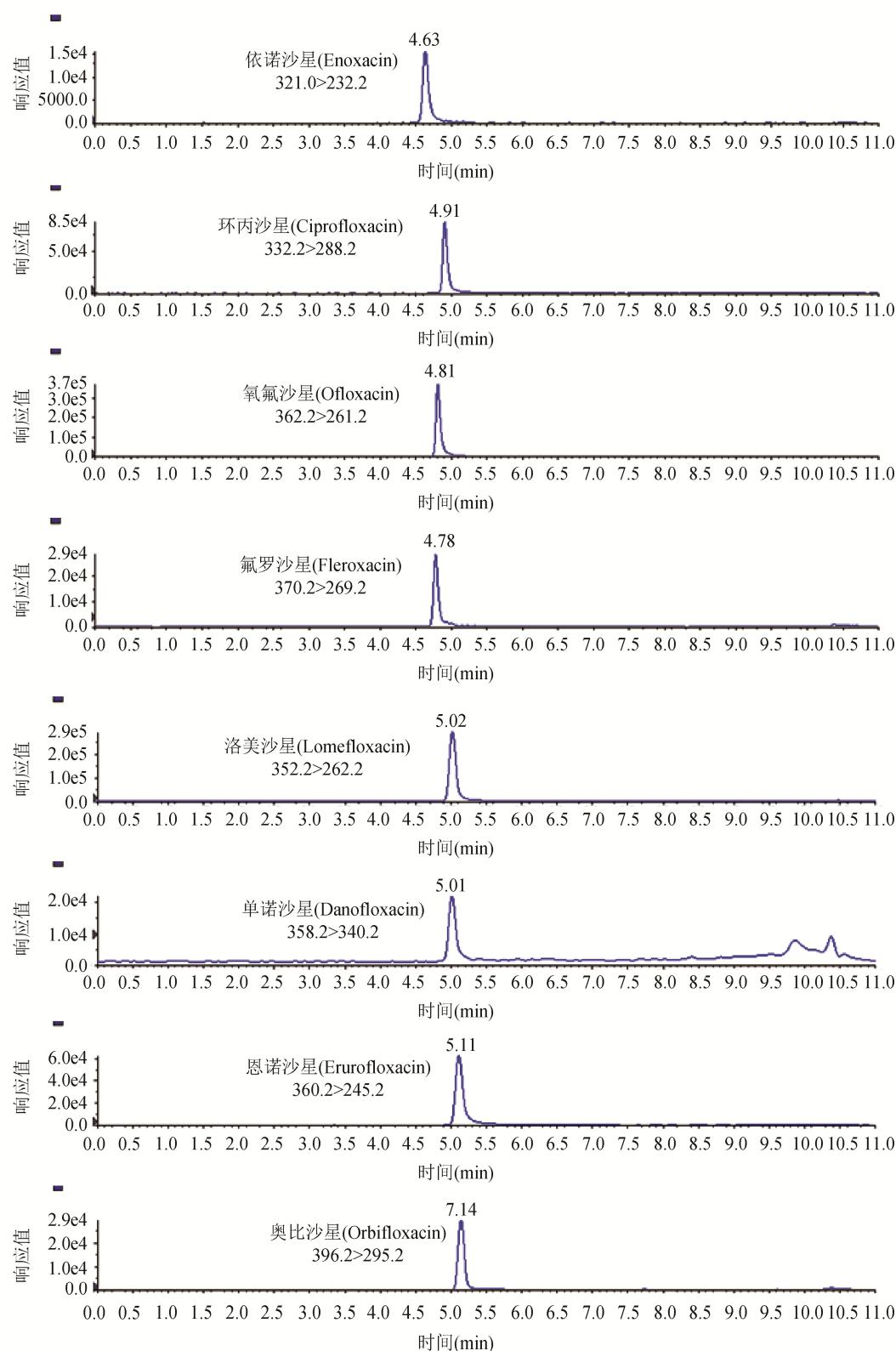
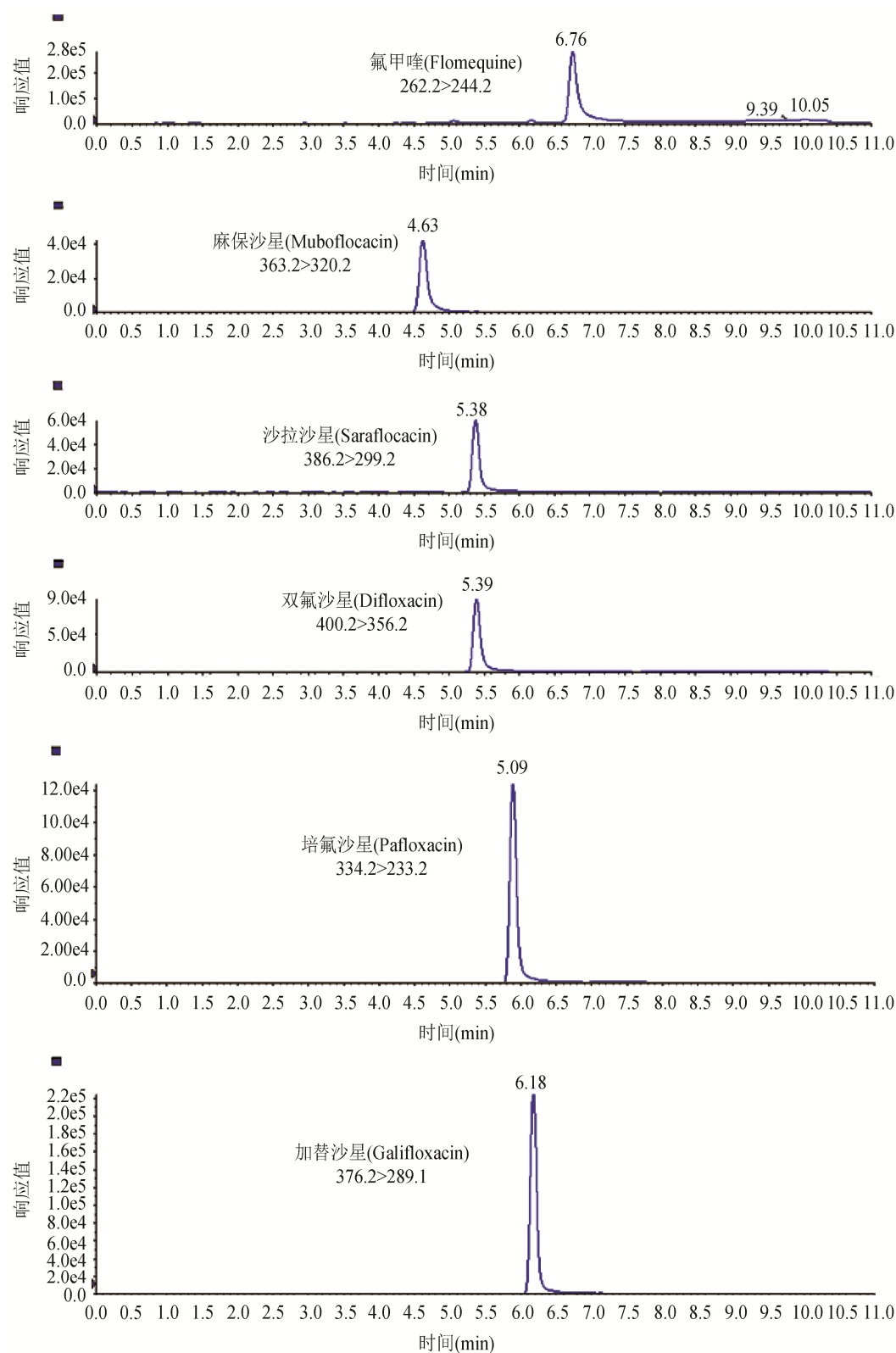


图 1 14 种喹诺酮类药物残留的多反应监测色谱图

Fig. 1 Multiple reaction monitoring (MRM) chromatography of the 14 quinolone residues



续图 1 14 种喹诺酮类药物残留的多反应监测色谱图

Fig. 1 Multiple reaction monitoring (MRM) chromatography of the 14 quinolone residues

表 2 14 种喹诺酮类药物残留的 LOD、LOQ、*r*、线性方程、回收率及 RSD
Table 2 LOD, LOQ, linear correlation coefficient(*r*), linear equation, recoveries and relative standard deviation(RSD) for 14 quinolone residues

化合物名称	检出限 (ng/L)	定量限 (ng/L)	线性相关 系数(<i>r</i>)	线性方程	回收率/RSD(% , <i>n</i> =6)		
					20 ng/L	100 ng/L	500 ng/L
氟罗沙星	10	20	0.9992	$Y = 610.1 X - 3178.0$	110.0	96.5	99.8
					12.0	7.9	3.2
氧氟沙星	2	5	0.998	$Y = 174.4 X + 210.12$	95.1	87.4	94.0
					6.7	4.4	2.4
依诺沙星	10	20	0.994	$Y = 221.7 X + 501.74$	85.0	94.6	89.4
					10.1	7.7	3.0
环丙沙星	5	10	0.98	$Y = 474.5 X - 635.39$	86.0	83.9	99.0
					9.3	12.4	5.0
恩诺沙星	2	5	0.997	$Y = 2217.9 X + 227.62$	90.7	90.0	92.0
					15.4	5.2	3.4
洛美沙星	2	5	0.997	$Y = 3952.3 X + 3465.8$	95.5	89.7	93.6
					4.2	6.6	2.6
单诺沙星	20	50	0.996	$Y = 154.8 X - 535.44$		85.5	89.0
						15.0	7.3
奥比沙星	5	10	0.998	$Y = 608.0 X - 1832.2$	84.0	94.7	98.0
					10.6	3.7	3.3
双氟沙星	2	5	0.998	$Y = 1340.2 X + 61.776$	94.7	94.3	100.2
					8.0	6.1	3.1
沙拉沙星	2	5	0.996	$Y = 945.2 X - 1634.5$	99.3	93.5	92.3
					6.5	5.0	2.5
氟甲喹	2	5	0.997	$Y = 3508.9 X + 9297.3$	99.5	100.8	96.6
					5.7	4.8	2.7
麻保沙星	5	10	0.990	$Y = 733.2 X + 1110.5$	97.0	86.7	91.0
					6.9	5.2	3.9
培氟沙星	5	10	0.994	$Y = 1137.9 X - 407.93$	89.5	91.3	91.5
					9.7	5.8	2.8
加替沙星	1	5	0.998	$Y = 1584.9 X + 2411.8$	97.1	92.3	95.8
					8.8	5.3	4.2

4 结 论

水中的抗生素喹诺酮类含量极低, 传统的方法需要通过富集浓缩的方法进行前处理才能进行检测^[9]; 本文对水样不需要进行复杂的前处理, 只通过加大进样量, 提高了仪器的灵敏度, 从而能够满足水中痕量抗生素的检测。但由于本研究使用的仪器灵敏度较高, 为了将此方法推广至中低端灵敏度仪器上使用, 本课题组将会在后续的研究中开发一种较传统富集浓缩方法更为简单、快捷的浓缩方法, 从而满足应急检测的需求。

本研究建立了高效液相色谱-质谱联用法同时快速筛查检测水体中 14 种喹诺酮类药物残留的方法。本方法简便、快速, 重现性良好、结果准确。该方法为水中 14 种喹诺酮类药物残留的快速筛查与检测提供了高效、可靠的技术支持。

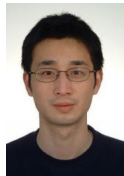
参考文献

- [1] 张玉岩, 许立春. 喹诺酮类药物的合理应用[J]. 吉林医学, 2008, 29(9): 755-756.
Zhang YY, Xu LC. Reasonable application of quinolones [J]. Jilin Med, 2008, 29(9): 755-756.
- [2] 钱卓真, 朱世超, 魏博娟, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中 19 种喹诺酮类药物残留量[J]. 中国渔业质量与标准, 2012, 2(3): 68-76.
Qian ZZ, Zhu SC, Wei BJ, *et al.* Determination of nineteen quinolones in fishery products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin Fish Qual Stand, 2012, 2(3): 68-76.
- [3] 赵凌国, 邵慧凯, 丘 汾, 等. 混合型固相萃取技术及毛细管电泳检测血浆和尿液中 4 种喹诺酮类药物[J]. 国际检验医学杂志, 2015, 36(16): 2329-2334.
Zhao LG, Shao HK, Qiu F, *et al.* Determination of four quinolones in plasma and urine by using mixed mode solid phase extraction and capillary electrophoresis [J]. Int J Med Lab Med, 2015, 36(16): 2329-2334.
- [4] 刘靖靖, 林黎明, 江志刚, 等. 高效液相色谱法同时检测 8 种喹诺酮类兽药残留量[J]. 分析试验室, 2007, 26(8): 5-9.
Liu JJ, Lin LM, Jiang ZG, *et al.* Determination of 8 quinolone multi-residues by high-performance liquid chromatography [J]. Chin J Anal Lab, 2007, 26(8): 5-9.
- [5] 洪 波, 曾春芳, 高 峰, 等. 高效液相色谱-紫外法测定水产品中四环素类、喹诺酮类抗生素残留[J]. 湖南农业科学, 2013, (21): 81-84.
Hong B, Zeng CF, Gao F, *et al.* Determination of tetracycline and quinolone antibiotics residues in aquatic products by HPLC-UV [J]. Hunan Agric Sci, 2013, (21): 81-84.
- [6] 张健玲, 张勇清, 黄慧贤, 等. HPLC 法测定鳗鱼中三种喹诺酮类药物残留[J]. 中国食品卫生杂志, 2008, 20(4): 316-318.
Zhang JL, Zhang YQ, Huang HX, *et al.* Determination of three kinds of quinolones in eels by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Food Hyg, 2008, 20(4): 316-318.
- [7] 张德云, 李孟玻, 彭之见. 高效液相色谱法测定鱼肉中 4 种喹诺酮类药物[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(5): 526-527.
Zhang DY, Li MB, Peng ZJ. Determination of four FAQs in fish by HPLC [J]. Chin J Health Lab Technol, 2005, 15(5): 526-527.
- [8] 邓思维, 邓剑军, 王婷婷, 等. 纳米纤维固相萃取-高效液相色谱-荧光检测麻辣烫汤液中喹诺酮类药物[J]. 分析化学, 2014, 42(8): 1171-1176.
Deng SW, Deng JJ, Wang TT, *et al.* Determination of quinolones in spicy soup using packed fiber solid phase extraction and high performance liquid chromatography-fluorimetric detection [J]. Chin J Anal Chem, 2014, 42(8): 1171-1176.
- [9] 高会, 祖国仁, 顾佳, 等. HPLC-MS/MS 法联合分析环境水体中喹诺酮类抗生素和雌激素[J]. 分析试验室, 2011, 30(12): 8-12.
Gao H, Zu GR, Gu J, *et al.* Simultaneous determination of quinolone antibiotics and estrogens in environmental water samples using high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2011, 30(12): 8-12.
- [10] 林黎, 张毅, 涂小珂, 等. 液相色谱-串联质谱法同时测定化妆品中的 25 种喹诺酮类药物[J]. 色谱, 2015, 33(3): 275-281.
Lin L, Zhang Y, Tu XK, *et al.* Determination of 25 quinolones in cosmetics by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2015, 33(3): 275-281.
- [11] 魏博娟, 吴成业, 钱卓真. 液质联用法测定水产品中喹诺酮类药物残留量的不确定度评定[J]. 南方水产科学, 2012, 8(3): 59-64.
Wei BJ, Wu CY, Qian ZZ. Evaluation of uncertainty for detection of quinolones residues in aquatic products by HPLC-MS/MS [J]. South Chin Fish Sci, 2012, 8(3): 59-64.
- [12] 罗辉泰, 黄晓兰, 吴惠勤, 等. 快速高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产品中 5 类 33 种药物残留[J]. 分析化学, 2012, 40(2): 273-279.
Ruo HT, Huang XL, Wu HQ, *et al.* Simultaneous determination of 33 medicine residues in aquatic products by rapid resolution liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2012, 40(2): 273-279.
- [13] 张志刚, 张洁, 刘宗保. 猪肉中 15 种喹诺酮类药物残留的高效液相色谱-串联质谱法研究[J]. 广东农业科学, 2013, 40(24): 91-95.
Zhang ZG, Zhang J, Liu ZB. Simultaneous determination of 15

- quinolone residues in meat using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Guangdong Agric Sci*, 2013, 40(24): 91–95.
- [14] 马丽丽, 郭昌胜, 胡伟, 等. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定土壤中氟喹诺酮、四环素和磺胺类抗生素[J]. *分析化学*, 2010, 38(1): 21–26.
- Ma LL, Guo CS, Hu W, *et al.* Simultaneous extraction and determination of eighteen fluoroquinolone, tetracycline and sulfonamide antibiotics from soils using solid-phase extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2010, 38(1): 21–26.
- [15] 宋伟, 胡艳云, 韩芳, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定鸡肉中的二氯二甲吡啶酚、磺胺类和喹诺酮类药物残留[J]. *色谱*, 2013, 31(12): 1161–1166.
- Song W, Hu YY, Han F, *et al.* Simultaneous determination of clopidol, sulfonamide and quinolone residues in chickens by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2013, 31(12): 1161–1166.
- [16] 王金秋, 马建民, 夏曦, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肌肉中13种喹诺酮药物残留[J]. *质谱学报*, 2014, 35(2): 185–192.
- Wang JQ, Ma JM, Xia X, *et al.* Determination of 13 quinolone antibiotic residues in swine muscle by UPLC-MS/MS [J]. *J Chin Mass Spect Soc*, 2014, 35(2): 185–192.
- [17] 吴小莲, 向垒, 莫测辉, 等. 超高效液相色谱-电喷雾串联质谱测定蔬菜中喹诺酮类抗生素[J]. *分析化学*, 2013, 41(6): 876–881.
- Wu XL, Xiang L, Mo CH, *et al.* Determination of 13 quinolone in vegetables using ultra performance liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2013, 41(6): 876–881.
- [18] 陈涛, 李彦文, 莫测辉, 等. 广州污水厂磺胺和喹诺酮抗生素污染特征研究[J]. *环境科学与技术*, 2010, 33(6): 144–180.
- Chen T, Li YW, Mo CH, *et al.* Screening of sulfonamide and fluoroquinolone antibiotics in waste water of sewage treatment plants in guangzhou, south china [J]. *Environ Sci Technol*, 2010, 33(6): 144–180.

(责任编辑: 金延秋)

作者简介



吴健, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品理化检验。
E-mail: wujian@jscdc.cn



刘华良, 博士, 副研究员, 主要研究方向为食品理化检验。
E-mail: LHL-1@163.com