

乳酸菌发酵法检测牛乳中抗生素残留

张莉^{1*}, 李宏梁², 王涛³, 唐文³, 段洁¹, 陈鸿剑¹, 薛哲¹, 张健¹

(1. 陕西省产品质量监督检验研究院, 西安 710048; 2. 陕西科技大学食品与生物工程学院, 西安 710021;
3. 陕西宏梁食品科技有限公司, 西安 710065)

摘要: **目的** 建立一种简单、准确的检测牛乳中抗生素残留的方法-乳酸菌发酵法。**方法** 以接种量和温度为变量, 优化发酵条件; 以青霉素为目标抗生素, 建立检测方法; 以发酵 4 h 未凝乳的样品中抗生素最低浓度为检测限, 测定本方法对 20 种抗生素的检测限; 对比本方法和 GB/T 4789.27 方法检测 111 个商品乳样品中抗生素残留检出率, 验证本方法的准确性。**结果** 建立了乳酸菌发酵法检测乳中抗生素残留的具体方法; 确定了本方法对 8 类 20 种抗生素的检测限, 其中 4 类 12 种抗生素的检测限低于其在牛乳中的最大残留限量 (MRL); 本方法和 GB/T 4789.27 方法检测 111 个商品乳样品抗生素残留检出率分别为 9.0% 和 11.7%。**结论** 本方法操作简单, 结果准确, 适合企业及基层检测单位作为初筛方法检测牛乳中的抗生素残留。

关键词: 牛乳; 抗生素残留; 乳酸菌发酵; 检测限

Determination of antibiotic residues in milk by lactic acid bacteria fermentation method

ZHANG Li^{1*}, LI Hong-Liang², WANG Tao³, TANG Wen³, DUAN Jie¹, CHEN Hong-Jian¹, XUE Zhe¹, ZHANG Jian¹

(1. Shaanxi Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Xi'an 710048, China; 2. School of Food and Biological Engineering, Shaanxi University of Science and Technology, Xi'an 710021, China;
3. Shaanxi Hong Liang Food Science and Technology Co., Ltd., Xi'an 710065, China)

ABSTRACT: Objective To establish a simple and accurate method for the determination of antibiotic residues in milk by lactic acid bacteria fermentation method. **Methods** The fermentation conditions were optimized by inoculation amount and fermentation temperature. The specific procedure for the lactic acid bacteria fermentation method was established by using penicillin as the target antibiotic and the detection limit for all 20 antibiotics were determined at the same time. A total of 111 commercial milk samples were detected by lactic acid bacteria fermentation method and GB/T 4789.27 method respectively to verify the accuracy of the established method. **Results** A specific procedure for the determination of antibiotic residues in milk by lactic acid bacteria fermentation method was established. The concentrations of 20 kinds of antibiotics in 8 categories in the milk which did not curd after 4 hours of fermentation were considered to be the detection limit of this method. The result showed that the detection limits of 12 kinds of antibiotics in 4 categories were lower than their maximum residue limits (MRLs) in milk. The positive rates of 111 milk samples detected by lactic acid bacteria fermentation method and GB/T 4789.27

基金项目: 国家质检总局项目(2015K123)

Fund: Supported by the General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China (2015K123)

*通讯作者: 张莉, 高级工程师, 主要研究方向为食品微生物检验与研究。E-mail: wswzhangli@163.com

*Corresponding author: ZHANG Li, Senior Engineer, Shaanxi Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Xi'an 710048, China. E-mail: wswzhangli@163.com

method were 9.0% and 11.7%. **Conclusion** The lactic acid bacteria fermentation method is simple and accurate, and suitable for detection of antibiotic residues in milk as a primary screening method for enterprises and grass-roots testing organizations.

KEY WORDS: milk; antibiotic residues; lactic acid bacteria fermentation; detection limit

1 引言

牛乳因富含蛋白质、脂肪及维生素等多种营养物质而在人们的膳食结构中占据着重要地位^[1], 因此近些年人们对乳制品的需求也不断增加。但目前乳制品的安全问题却令人担忧, 尤其是其中的抗生素残留问题。牛乳中抗生素的残留主要是因为乳牛养殖过程中长期过量使用 β -内酰胺类、磺胺类及四环素类等多种抗生素并且不遵守休药期规定来治疗或预防乳牛的乳房炎、子宫内膜炎等疾病导致的^[2-4]。而含抗生素的乳不但会造成发酵的失败, 长期摄入含有抗生素的乳品, 会引起人体发生过敏反应、正常菌群失调, 使得致病菌产生耐药性, 对人体健康造成不利影响^[5-7]。因此, 牛乳中抗生素残留的检测就显得尤为重要。

目前, 乳品中抗生素残留的检测方法主要分为三类^[8-11]: 生物测定法(微生物测定法、放射受体测定法)^[12-14]、理化分析法(波谱法、色谱及联用法)^[15,16]、免疫法(荧光免疫法、放射免疫法、酶联免疫法)^[17]。其中理化分析及免疫法可以定量检测乳品中的抗生素残留, 但过程复杂, 费用昂贵; 生物测定法操作要求高, 耗时较长, 均不适合原料奶的初级检测。因此, 寻求快速、简便、准确、灵敏度高的抗生素残留检测方法是我国乳品质量安全领域的一项重要课题。

本研究通过发酵条件优化、检测限测定及方法验证来建立一种操作简单、快速准确、易于推广的适合企业及基层检测机构的抗生素残留检测方法—乳酸菌发酵法。

2 材料与方 法

2.1 仪器与试剂

AL204-IC 型分析天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); SPX-150B(F)生化培养箱(上海瑞丰仪器仪表有限公司); SG2 pH 计(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); HH-2 型电热恒温水浴锅(北京科伟永兴仪器有限公司); SW-CJ-ID 双人净化工作台(苏州净化设备有限公司); 固相萃取 C_{18} 柱(美国 Pall 公司); 苯基柱(美国 Pall 公司); HLB 固相萃取柱(美国 Pall 公司); 0.20 μm 微孔滤膜(美国 Pall 公司); 6740 HPLC-MS/MS(美国 Agilent Technologies 公司)。

无抗牛乳(陕西银桥生物科技有限公司); 乳酸菌剂 YO-MIXTM300 LYO(中国丹尼斯克有限公司), 为嗜热链

球菌(*Streptococcus thermophilus*)和德氏乳杆菌保加利亚亚种(*Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus*)复合菌种, 产品规格 100DCU; 20 种抗生素标准品, 纯度均 $\geq 99.6\%$ (德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 科技公司); 甲醇(色谱纯, 美国 Fisher 科技公司); 甲酸铵(色谱纯, 美国 Fisher 科技公司); 20 种商品抗生素来源见表 1。

2.2 试验方法

2.2.1 检测菌种的活化

称取 100 g 无抗牛乳于 250 mL 烧杯中, 90 $^{\circ}\text{C}$ 杀菌 10 min, 迅速冷却至 43 $^{\circ}\text{C}$, 接种 0.01 g 乳酸菌剂, 43 $^{\circ}\text{C}$ 恒温发酵 6 h 后于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存备用, 保存期限 7 d。

2.2.2 发酵条件的优化

(1)最佳接种量的选择。称取 100 g 无抗牛乳于 250 mL 烧杯中, 90 $^{\circ}\text{C}$ 杀菌 10 min, 迅速冷却至 43 $^{\circ}\text{C}$, 分别以 1%、2%、3%、4%和 5%的接种量接入活化后的检测菌种, 43 $^{\circ}\text{C}$ 恒温发酵 4 h, 测定牛乳样品的 pH、酸度并观察凝乳情况, 从而确定最佳接种量。酸度测定方法参考 GB 5413.34-2010 《食品安全国家标准 乳和乳制品酸度的测定》^[18]。

(2)最佳发酵温度的选择。称取 100 g 无抗牛乳于 250 mL 烧杯中, 90 $^{\circ}\text{C}$ 杀菌 10 min, 迅速冷却至 43 $^{\circ}\text{C}$ 左右, 按照最佳接种量接种活化的检测菌种, 分别在 37、40、43、46、49 $^{\circ}\text{C}$ 条件下恒温发酵 4 h, 测定牛乳样品的 pH、酸度并观察凝乳情况, 从而确定最佳发酵温度。

2.2.3 检测方法的建立

青霉素为乳牛疾病治疗中常用的 β -内酰胺类抗生素, 本研究选择青霉素为目标抗生素, 建立检测方法。利用 1 mg/kg 的青霉素储备液分别配制青霉素浓度为 8、20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的牛乳样品, 在最佳发酵条件下分别发酵 1.5、2、2.5、3、3.5、4 h, 测定发酵液的 pH 值并观察凝乳情况。以不含抗生素的牛乳为空白对照。

2.2.4 检测限的测定

选择 20 种常见商品兽药抗生素进行研究。首先用高效液相色谱-串联质谱法测定 20 种商品兽药中抗生素的有效含量, 色谱及质谱条件参考相应国标方法^[19-30], 根据实际有效成分含量配制成不同浓度梯度的有抗乳样品, 用已建立的乳酸菌发酵法测定 20 种抗生素残留, 发酵 4 h 未凝乳样品所含的抗生素浓度即认定为乳酸菌发酵法对该种抗生素的检测限。将检测限与乳中抗生素的最大残留限量(MRL)进行比较, 评价乳酸菌发酵法的可行性。各抗生素浓度设置见表 2。

表1 20种商品抗生素种类及来源
Table 1 The species and sources of 20 kinds of commercial antibiotics

抗生素	来源
头孢噻吩(ceftiofur)	陕西瑞尔化工科技有限公司
头孢氨苄(cephalexin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
头孢喹肟(cefquinome)	陕西瑞尔化工科技有限公司
苜星青霉素(benzyl penicillin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
普鲁卡因青霉素(procaine penicillin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
阿莫西林(amoxicillin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
氨苄西林(ampicillin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
红霉素(erythromycin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
泰乐菌素(tylosin)	成都中牧生物药业有限公司
替米考星(tilmicosin)	河南和牧动物制药有限公司
土霉素(oxytetracycline)	陕西瑞尔化工科技有限公司
四环素(tetracycline)	陕西瑞尔化工科技有限公司
金霉素(aureomycin)	陕西瑞尔化工科技有限公司
双氢链霉素(dihydrostreptomycin sulphate)	重庆市吉亨动物药业有限责任公司
庆大霉素(gentamicin)	成都中牧生物药业有限公司
恩诺沙星(enrofloxacin)	陕西华星实验科技有限公司
氟甲喹(flumequine)	河北远征药业有限公司
林可霉素(lincomycin)	陕西圣奥动物药业有限公司
磺胺二甲嘧啶(sulfadimidine)	陕西瑞尔化工科技有限公司
粘菌素(colistin)	河北远征药业有限公司

表2 抗生素检测的浓度设置($\mu\text{g}/\text{kg}$)

Table 2 Concentration settings for antibiotic detection ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

抗生素	样品1	样品2	样品3	样品4	样品5
头孢噻吩	1	2	3	4	5
林可霉素	10	15	20	25	30
头孢氨苄	60	70	80	90	100
头孢喹肟	2	4	6	8	10
苜星青霉素	10	14	18	22	26
普鲁卡因青霉素	9	13	17	21	25
红霉素	4	6	8	10	12
泰乐菌素	35	40	45	50	55
替米考星	35	40	45	50	55
土霉素	50	55	60	65	70
四环素	40	45	50	55	60
金霉素	40	45	50	55	60
阿莫西林	4	6	8	10	12
氨苄西林	4	6	8	10	12
恩诺沙星	600	650	700	750	800
粘菌素	700	750	800	850	900
氟甲喹	800	850	900	950	1000
双氢链霉素	600	650	700	750	800
磺胺二甲嘧啶	400	450	500	550	600
庆大霉素	500	550	600	650	700

2.2.5 检测方法的验证

采集市售液态乳85份,乳粉26份,共计111份样品。样品为西安市各大中型超市、商店中不同品牌不同批次的商品。利用乳酸菌发酵法和GB/T 4789.27-2008《食品卫生微生物学检验 鲜乳中抗生素残留检验》^[31]检验111份样品。对比两种方法的合格率,以此验证乳酸菌发酵法的准确性。

3 结果与分析

3.1 发酵条件的优化

3.1.1 最佳接种量的选择

由表3可知,当接种量3%时,43℃下发酵4h,牛乳pH降低,酸度增加,发生凝乳。所以检测菌种的最佳接种量为3%。合适的接种量有利于乳酸菌发酵产酸,形成凝乳,菌株的种类及特性不同,最佳接种量也不同,乳酸菌发酵酸乳的接种量一般在1%~6%之间^[32-34]。

3.1.2 最佳发酵温度的选择

表4是不同发酵温度对牛乳凝固的影响,当发酵温度较低(如40℃)或较高(46℃)时,乳酸菌生长繁殖均受抑制,产酸速度及产酸量降低,发酵4h未凝乳;当发酵温度为43℃时,产酸速度快,发生凝乳。所以检测菌种的最佳发酵温度为43℃。李志成等^[32]使用活化后的保加利亚

乳杆菌和嗜热链球菌混合菌种发酵酸乳, 发现 30~42 °C 的范围内酸乳中的活菌数无显著差异, 而本研究使用的直投式乳酸菌剂在 43 °C 条件下发酵 4 h 效果最佳。

表 3 乳酸菌接种量对牛乳凝固的影响
Table 3 Effect of inoculation amount of lactic acid bacteria on milk coagulation

接种量(g/100 g)	pH	滴定酸度(°T)	凝乳情况
1	5.02	62	未凝乳
2	4.83	69	未凝乳
3	4.70	76	凝乳
4	4.67	78	凝乳
5	4.65	80	凝乳

表 4 发酵温度对牛乳凝固的影响
Table 4 Effect of fermentation temperature on milk coagulation

发酵温度(°C)	pH	滴定酸度(°T)	凝乳情况
37	5.20	58	未凝乳
40	4.97	63	未凝乳
43	4.70	76	凝乳
46	4.96	64	未凝乳
49	5.34	53	未凝乳

3.2 检测方法的建立

青霉素对牛乳发酵过程中 pH 变化的影响如图 1 所示, 青霉素浓度为 8 μg/kg 的乳样 pH 降低的速度虽低于空白对照, 但与空白对照整体变化趋势相似, 并且最终发生凝乳现象。青霉素浓度为 20 μg/kg 乳样的 pH 在 3 h 之前缓慢降低, 经 4 h 发酵后, 牛乳 pH 仅降低至 5.8 左右, 并未发生凝乳现象。试验证明当牛乳中青霉素残留量较大, 足以抑制或者杀灭乳酸菌, 牛乳 pH 变化不明显, 不能发生凝乳现象。郭凡财等^[35]研究了不同浓度青霉素 G 钾盐对牛乳发酵凝乳的影响, 结果表明在抗生素浓度过高时, 牛乳不能发酵凝乳, 这与本研究结果相同。

因此, 可根据乳酸菌发酵后牛乳是否发生凝乳现象来判定乳样中抗生素的残留, 具体方法为: 液态牛乳样品经 90 °C 杀菌 10 min 后, 冷却至 43 °C, 接检测菌种 3%, 43 °C 发酵 4 h, 若未凝乳, 则判定样品抗生素残留, 若发生凝乳, 则判定样品无抗生素残留。

3.3 检测限的测定

利用乳酸菌发酵法检测已制备的含不同抗生素的牛乳样品(抗生素浓度设置见表 2), 发酵 4 h 刚好未凝乳样品所含的抗生素浓度即认定为乳酸菌发酵法对该种抗生素的检测限。测得乳酸菌发酵法对 20 种抗生素的检测限如表 5

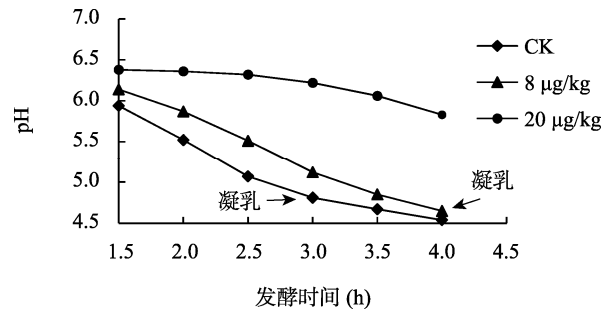


图 1 青霉素对牛乳发酵过程中 pH 变化的影响
Fig. 1 Effect of penicillin on pH of milk during fermentation

表 5 乳酸菌发酵法测定 20 种抗生素的检测限
Table 5 Detection limits of 20 kinds of antibiotics by lactic acid bacteria fermentation method

编号	抗生素	有效成分含量 (g/100g)	检测限 (μg/kg)	MRL* (μg/kg)
1	头孢噻吩	21.9	3	100
2	头孢氨苄	65.3	80	100
3	头孢唑肟	79.7	6	20
4	苄星青霉素	64.2	18	4
5	普鲁卡因青霉素	56.7	17	4
6	阿莫西林	53.1	8	10
7	氨苄西林	38.4	8	10
8	红霉素	46.8	8	40
9	泰乐菌素	63.5	45	50
10	替米考星	57.5	45	50
11	土霉素	91.8	60	100
12	四环素	20.1	50	100
13	金霉素	72.4	50	100
14	双氢链霉素	49.3	750	200
15	庆大霉素	38.6	650	200
16	恩诺沙星	40.7	700	100
17	氟甲喹	51.6	900	50
18	林可霉素	63.2	20	150
19	磺胺二甲嘧啶	70.6	550	25
20	粘菌素	67.5	800	50

注: *为乳中最大残留限量(maximum residue limit, MRL), 规定的数据来源于中华人民共和国农业部第 235 号公告《动物性食品中兽药最高残留限量》。

所示。其中乳酸菌发酵法对头孢噻吩(3 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、头孢氨苄(80 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、头孢唑肟(6 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、阿莫西林(8 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、氨苄西林(8 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、红霉素(8 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、泰乐菌素(45 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、替米考星(45 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、土霉素(60 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、四环素(50 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、金霉素(50 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、林可霉素(20 $\mu\text{g}/\text{kg}$)这 12 种抗生素的检测限低于其在牛乳中的 MRL, 可以判定牛乳中这 12 种抗生素残留量是否合格。李琴^[36]、刘顺顺^[37]等分别建立了 2 种通过发酵来检测牛乳中抗生素的方法, 但均属于定性检测, 没有测定方法的检测限。王超逸等^[38]使用嗜热脂肪芽孢杆菌建立了乳粉中抗生素残留的检测方法, 该方法对 β -内酰胺类和四环素类抗生素的检测限为 80 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 高于本研究方法的检测限; 而对氨基糖苷类抗生素的检测限低于本研究方法的检测限, 检测效果优于本方法。

分析表 5 的数据可以发现, 本方法对 β -内酰胺类、大环内酯类、四环素类、林可霉素类抗生素敏感性较高, 检测限低于 MRL, 符合检测要求; 而对氨基糖苷类、喹诺酮类、磺胺类及多粘菌素类敏感性较低, 检测限高于 MRL, 可能是由于试验所用乳酸菌株对不同类抗生素敏感性不同造成的。

3.4 检测方法的验证

表 6 是乳酸菌发酵法与 GB/T 4789.27 方法检测市售 111 份液态乳及乳粉中抗生素残留的结果。比较数据可知, 111 份液态乳和乳粉中, 乳酸菌发酵法阳性检出率为 9.0%; GB/T 4789.27 方法阳性检出率为 11.7%, 说明乳酸菌发酵法的灵敏度略低于 GB/T 4789.27 方法的灵敏度。

表 6 乳酸菌发酵法与国标方法对 111 份市售液态乳和乳粉样品的检测结果

Table 6 Test results of 111 samples of commercial milk and milk powder detected by lactic acid bacteria fermentation method and GB method

种类	样品总数(份)	阳性检出率(%)	
		乳酸菌发酵法	国标方法
牛乳	85	8.2	10.6
乳粉	26	11.5	15.3
合计	111	9.0	11.7

方法结果验证表明, 乳酸菌发酵法检测乳中抗生素残留基本符合检测要求。乳酸菌发酵法和 GB/T 4789.27 法的检测结果均表明: 乳粉的不合格率大于液态乳的不合格率, 说明目前乳粉中抗生素残留问题比液态乳严重。

4 结论

本研究建立了乳酸菌发酵法检测牛乳中抗生素残留的方法, 具体检测步骤为: 液态牛乳样品经 90 $^{\circ}\text{C}$ 杀菌 10

min 后, 冷却至 43 $^{\circ}\text{C}$, 以 3% 的接种量接种活化的检测菌种, 43 $^{\circ}\text{C}$ 发酵 4 h, 若未凝乳, 则判定样品抗生素残留, 若发生凝乳, 则判定样品无抗生素残留。使用本方法检测牛乳中 8 类 20 种抗生素, 结果表明乳酸菌发酵法对 β -内酰胺类、大环内酯类、四环素类、林可霉素类 4 类共 12 种抗生素的检测限低于其在牛乳中的 MRL, 符合检测要求。使用本方法与 GB/T 4789.27 方法检测 111 份商品液态乳及乳粉样品, 结果验证表明, 乳酸菌发酵法的灵敏度略低于 GB/T 4789.27 方法。但本方法操作简单, 耗时较短, 可用于基层奶站对原料奶中抗生素残留的初筛。

参考文献

- [1] 孙晶玮, 赵新淮. 微生物法检验乳中抗生素残留的局限性[J]. 东北农业大学学报, 2007, 38(4): 507-510.
Sun JW, Zhao XH. Limitation of detection on antibiotic residues in milk by microbiological method [J]. J Northeast Agric Univ, 2007, 38(4): 507-510.
- [2] 马兆瑞, 祝战斌, 卡尔·莱金特. 乳和乳制品中残留抗生素的检测方法[J]. 中国乳品工业, 2003, 31(4): 37-40.
Ma ZR, Zhu ZB, LACHAT C. Screening test of antibiotics residues in milk and milk products [J]. China Dairy Ind, 2003, 31(4): 37-40.
- [3] 俞漪, 胡雪莲, 巢强国, 等. 液体乳中抗生素残留量快速检测方法探究[J]. 食品研究与开发, 2010, 31(8): 133-136.
Yu Y, Hu XL, Chao QG, et al. Emulsified rapid detection of antibiotic residues method of inquiry [J]. Food Res Dev, 2010, 31(8): 133-136.
- [4] Zayas-Blanco FD, García-Falcón MS, Simal-Gándara J. Determination of sulfamethazine in milk by solid phase extraction and liquid chromatographic separation with ultra-violet detection [J]. Food Control, 2004, 15: 375-378.
- [5] 刘功良, 赵晓娟, 陈芝琦, 等. 微生物抑制法快速检测鲜牛乳中红霉素残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(6): 1751-1756.
Liu GL, Zhao XJ, Chen YQ, et al. Research on microbial inhibition for rapid detection of erythromycin in raw milk [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(6): 1751-1756.
- [6] Žvirauskienė R, Šalomskienė J. An evaluation of different microbial and rapid tests for determining inhibitors in milk [J]. Food Control, 2007, 18(5): 541-547.
- [7] Yoo JA, Hardin MT, Chen XD. The influence of milk composition on the growth of *Bacillus stearothermophilus* [J]. J Food Eng, 2006, 77(1): 96-102.
- [8] 李延华, 张兰威, 王伟君. 微生物法检测乳中抗生素残留及假阳性产生的原因[J]. 食品与发酵工业, 2005, 31(8): 93-96.
Li YH, Zhang LW, Wang WJ. Methods of microbial detection antibiotic residue in milk and examination of factors of false-positive outcomes [J]. Food Ferment Ind, 2005, 31(8): 93-96.
- [9] Kukurová I, Hozová B. Interactions of antimicrobials in milk and their detection by the disk diffusion method and Delvotest SP [J]. J AOAC Int, 2003, 86(3): 529-533.
- [10] 王宏博, 高雅琴, 杜天庆, 等. 牛奶中抗生素残留的危害及检测方法的研究进展[J]. 畜牧与饲料科学, 2010, 31(4): 158-160.
Wang HB, Gao YQ, Du TQ, et al. The hazards of antibiotic residues in

- milk and detection method overview [J]. Anim Husb Feed Sci, 2010, 31(4): 158-160.
- [11] 宁海容, 彭瑛, 金兴良, 等. 牛奶中抗生素残留检测研究进展[J]. 中国畜牧兽医, 2012, 39(8): 227-230.
Ning HR, Peng Y, Jin XL, *et al.* Research progress of detection method of antibiotics in milk [J]. Chin Anim Husb Vet Med 2012, 39(8): 227-230.
- [12] 王志强, 胡国媛, 李志勇, 等. 微生物抑制法快速检测鲜奶中多种抗生素残留[J]. 中国食品卫生杂志, 2008, 20(2): 139-141.
Wang ZQ, Hu GY, Li ZY, *et al.* Determination of antibiotics residues in raw milk by microbial inhibition method [J]. Chin J Food Hyg, 2008, 20(2): 139-141.
- [13] Das S, Kumar N, Vishweswaraiah RH, *et al.* Microbial based assay for specific detection of β -lactam group of antibiotics in milk [J]. Food Sci Technol Int, 2014, 51(6): 1161-1166.
- [14] Gaudin V, Maris P, Fuselier R, *et al.* Validation of a microbiological method: the STAR protocol, a five-plate test, for the screening of antibiotic residues in milk [J]. Food Addit Contam, 2004, 21(5): 422-433.
- [15] Jank L, Martins MT, Arsand JB, *et al.* High-throughput method for the determination of residues of β -lactam antibiotics in bovine milk by LC-MS/MS [J]. Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Exp Risk Assess, 2015, 32(12): 1992-2001.
- [16] Wang L, Li Y Q. Simultaneous determination of ten antibiotic residues in milk by UPLC[J]. Chromatographia, 2009, 70(1): 253-258.
- [17] Gabrovska KI, Ivanova SI, Ivanov YL, *et al.* Immunofluorescent analysis with magnetic nanoparticles for simultaneous determination of antibiotic residues in milk [J]. Anal Lett, 2013, 46(10): 1537-1552.
- [18] GB 5413.34-2010 食品安全国家标准 乳和乳制品酸度的测定[S].
GB 5413.34-2010 National food safety standard-Determination of acidity in milk and milk products [S].
- [19] GB/T 21314-2007 动物源性食品中头孢匹林、头孢噻吩残留量检测方法液相色谱-质谱/质谱法[S].
GB/T 21314-2007 Determination of cephapirin and ceftiofur residues in foodstuffs of animal origin-LC-MS/MS method [S].
- [20] GB/T 29685-2013 食品安全国家标准 动物性食品中克林霉素、克林霉素和大观霉素多残留的测定 液相色谱-质谱法[S].
GB/T 29685-2013 National food safety standard Determination of lincomycin, clindamycin and spectinomycin residues in animal derived food Gas chromatography-mass spectrometric method [S].
- [21] GB/T 22989-2008 牛乳和乳粉中头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢喹肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 22989-2008 Determination of cefapirin, cephalixin, cefalonium, cefquinome residues in milk and milk powder-LC-MS-MS method [S].
- [22] GB/T 21315-2007 动物源性食品中青霉素族抗生素残留量检测方法液相色谱-质谱质谱法[S].
GB/T 21315-2007 Determination of penicillins residues in foodstuffs of animal origin-LC-MS/MS method [S].
- [23] GB/T 22988-2008 牛乳和乳粉中螺旋霉素、吡利霉素、竹桃霉素、替米卡星、红霉素、泰乐菌素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 22988-2008 Determination of spiramycin, pirlimycin, oleandomycin, tilmosin, erythromycin and tylosin residues in milk and milk powder-LC-MS-MS method [S].
- [24] GB/T 21317-2007 动物源性食品中四环素类兽药残留量检测方法 液相色谱-质谱 质谱法与高效液相色谱法[S].
GB/T 21317-2007 Determination of tetracyclines residues in food of animal origin-LC-MS/MS method and HPLC method [S].
- [25] GB/T 22975-2008 牛乳和乳粉中阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林和双氯西林残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 22975-2008 Determination of amoxicillin, ampicillin, piperacillin, penicillin G, penicillin V, oxacillin, cloxacillin, nafcillin, dicloxacillin residues in milk and milk powder-LC-MS-MS method [S].
- [26] GB/T 22966-2008 牛奶和奶粉中 16 种磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 22966-2008 Determination of sixteen sulfonamide residues in milk and milk powder-LC-MS-MS method [S].
- [27] GB/T 22969-2008 奶粉和牛奶中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 22969-2008 Determination of streptomycin, dihydrostreptomycin and kanamycin residues in milk and milk powder-LC-MS-MS method [S].
- [28] GB/T 22985-2008 牛奶和奶粉中恩诺沙星、达氟沙星、环丙沙星、沙拉沙星、奥比沙星、二氟沙星和麻保沙星残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 22985-2008 Determination of enrofloxacin, danofloxacin, ciprofloxacin, sarafloxacin, orbifloxacin, difloxacin and marbofloxacin in milk and milk powder-LC-MS-MS method [S].
- [29] SN/T 1921-2007 进出口动物源性食品中氟甲喹残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法[S].
SN-T 1921-2007 Determination of flumequine in foodstuffs of animal origin for import and export-LC-MS/MS method [S].
- [30] SN/T 2223-2008 进出口动物源性食品中粘菌素残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法[S].
SN/T 2223-2008 Determination of tiamulin residue in foodstuffs of animal origin for import and export-LC-MS/MS method [S].
- [31] GB/T 4789.27-2008 食品卫生微生物学检验 鲜乳中抗生素残留量检验[S].
GB/T 4789.27-2008 Microbiological examination of food hygiene-Examination of residue of antibiotics in fresh milk [S].
- [32] 李志成, 张连斌, 王碧德, 等. 发酵温度对冻干乳酸菌发酵剂活菌数的影响[J]. 西北农业学报, 2006, 15(2): 156-158.
Li ZC, Zhang LB, Wang BD, *et al.* Effect of fermented temperature on the viable bacteria counts of freeze-dried starter [J]. Acta Agric Boreali-occident Sin, 2006, 15(2): 156-158.
- [33] 廖钰婷, 吴均, 龙谋, 等. 西藏牧区自然发酵牦牛酸奶的乳酸菌菌种筛选及工艺优化[J]. 食品科学, 2015, 36(11): 140-144.
Liao YT, Wu J, Long M, *et al.* Screening of dominant lactic acid bacteria from naturally fermented yak milk in Tibetan pastoral areas and optimization of fermentation conditions for yak yogurt production [J]. Food Sci, 2015, 36(11): 140-144.
- [34] 李俊阳, 李成平, 张煜, 等. 酸奶发酵剂的筛选与应用[J]. 浙江农业科学, 2016, 57(9): 1482-1485+1491.
Li JY, Li CP, Zhang Y, *et al.* Screening and application of yogurt starter [J]. J Zhejiang Agric Sci, 2016, 57(9): 1482-1485+1491.
- [35] 郭凡财, 耿卫东, 张丹扬, 等. 酸奶发酵过程中抗生素对酸度的影响[J]. 生物加工过程, 2010, 8(5): 25-29.
Guo FC, Geng WD, Zhang DY, *et al.* Influence of antibiotics on acidophilus milk acidity during the fermentation [J]. Chin J Bioprocess

- Eng, 2010, 8(5): 25–29.
- [36] 李琴, 轩诗海. 原料乳中抗生素定性检测-发酵酸度法研究[J]. 生命科学仪器, 2010, 8(1): 25–26.
- Li Q, Xuan SH. A Method for qualitative determination of antibiotics in milk-fermentation acidity [J]. Life Sci Instrum, 2010, 8(1): 25–26.
- [37] 刘顺顺, 康俊巍, 白娟娟, 等. 小样发酵法抗生素残留的检测[J]. 轻工科技, 2013, 12: 13–14.
- Liu SS, Kang JW, Bai JJ, *et al.* Detection of antibiotic residues in small-scale fermentation [J]. Light Ind Sci Technol, 2013, 12: 13–14.
- [38] 王超逸, 马凯, 王勇军. 微生物法检测乳粉中抗生素残留的构建[J]. 浙江农业科学, 2013, (3): 309–311.
- Wang CY, Ma K, Wang YJ. Determination of antibiotic residues in milk

powder by microbiological method [J]. J Zhejiang Agric Sci, 2013, (3): 309–311.

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



张莉, 高级工程师, 主要研究方向为食品微生物检验与研究。
E-mail: wswzhangli@163.com

《食品无损检测技术专题》征稿函

食品的品质是关系到人民生命安全和国民经济发展的重大问题。无损检测技术作为一种新兴的检测技术, 在食品品质的变化、流通环节的质量变化等过程中, 可起到保证食品质量与安全的作用。其在线检测可实现高通量样品的食用安全性筛查和品质分级。

鉴于此, 本刊特别策划“食品无损检测技术”专题。由中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所王静研究员担任专题主编。专题将围绕(1)高光谱图像检测技术、激光拉曼光谱、近红外光谱、X 射线图像、荧光光谱、磁共振成像技术、人工嗅觉与人工味觉的传感器技术等食品无损检测新技术和装备; (2)产品品质、外观、口感等方面的实用性无损检测技术等或您认为该领域有意义的话题展开讨论。计划在 2017 年 6 月出版。

鉴于您在该领域的成就, 王静研究员和主编吴永宁研究员特邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请在 2017 年 4 月 1 日前通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

Email: jfoodsqa@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部