

超高效液相色谱-串联质谱法检测牛肉中 16种镇静剂类药物残留

冯 静, 邹 淼, 陈 曦, 祁珍祯, 华正罡*

(辽宁省疾病预防控制中心, 沈阳 110005)

摘 要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法测定牛肉中镇静剂类药物代谢物残留的方法。**方法** 采用对样品碱水解, Oasis MCX 阳离子固相萃取小柱净化后, 超高效液相色谱-串联质谱多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式测定。色谱柱: AQUITY UPLC BEH C₁₈(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 柱温: 40 °C; 样品室温度: 4 °C; 流动相: A 相为酸化乙腈, B 相为 0.1%甲酸水, 梯度洗脱; 流速: 0.3 mL/min; 进样体积: 10 μL。**结果** 0.1~20.0 μg/L 范围内 16 种镇静剂的浓度与色谱峰面积响应之间线性关系良好($r \geq 0.995$)。最低检出限为 0.03~0.7 μg/kg。平均回收率为 89.7%~114.0%, RSD 为 0.4%~16.9%。**结论** 本方法检出限低, 精密度高, 适用于牛肉中镇静剂类药物残留的检测。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 牛肉; 畜肉; 镇静剂类药物残留

Determination of 16 sedative residues in beef by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

FENG Jing, ZOU Miao, CHEN Xi, QI Zhen-Zhen, HUA Zheng-Gang*

(Liaoning Center for Disease Control and Prevention, Shenyang 110005, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of 16 sedative residues in beef by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The sample was hydrolyzed by alkali, Oasis MCX cationic solid phase extraction column was purified and determined by HPLC-MS with multiple reaction monitoring mode. Chromatographic column was AQUITY UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm), column temperature was 40 °C, sample temperature was 4 °C, mobile phase was gradient elution solvent, with the mobile phase of A phase of acetonitrile acidification, and B phase of 0.1% formic acid water. Flow rate was 0.3 mL/min, and injection volume was 10 μL. **Results** The 16 pesticides had good linear relationships in the range of 0.1-20.0 μg/L, and the correlation coefficients were larger than or equal to 0.995. The limits of detection (LODs) were 0.03-0.7 μg/kg. The recoveries were 89.7%-114.0%, with the relative standard deviations (RSD) of 0.4%-16.9%. **Conclusion** The method has low limit of detection, and high precision, which is suitable for determination of sedative residues in beef.

KEY WORDS: ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; beef; livestock products; sedative drug residues

*通讯作者: 华正罡, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全风险监测。E-mail: 15998202462@163.com

*Corresponding author: HUA Zheng-Gang, Associate Chief Technician, Liaoning Center for Disease Control and Prevention, Shenyang 110005, China. E-mail: 15998202462@163.com

1 引言

镇静剂类药物是指对中枢神经系统有抑制作用的,可以起到减轻或消除动物狂躁不安使其恢复安静的一类药物。在畜类饲养过程中,如果非治疗情况下使用镇静剂类药物虽然能够达到使牲畜镇静催眠、增重催肥、快速出栏的效果,但残留在动物体内的镇静剂会对人体的中枢神经系统造成抑制,产生不良影响,因此许多国家已将此类药物列为禁用药物^[1,2]。国际食品法典委员会、欧盟、澳大利亚等机构及国家已对畜肉中镇静剂类药物残留限值做出了相关规定^[3]。我国 2002 年农业部 176 号^[4]和 235 号^[5]公告中对 10 种镇静剂类药物做出了相应的限值和限制。目前,国内外报道的镇静剂类药物残留的测定方法以液相色谱法^[6]、气相色谱-质谱联用法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)^[7]和液相色谱-串联质谱联用法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)为主,又因 LC-MS/MS 较其他方法优势明显而报道最多。王璐^[8]采用超高效液相色谱-串联质谱法测定保健食品中 7 种非法添加的化学镇静剂;张烁等^[9]建立畜肉中 10 种镇静剂残留的超高效液相色谱-串联质谱测定方法,采用内标法补偿基质效应,但内标物选择具有局限性。华萌萌等^[10]采用 HPLC-MS/MS 法检测鸡肉中 8 种镇静剂残留;以酸化乙腈提取,标准曲线法定量。LC-MS/MS 作为农药兽药残留检测的报道已经很多,但其在测定过程中基质,特别是畜肉类高蛋白、高脂肪等复杂基质对测定的干扰大^[11,12]、并且在日常监测工作中发现,牛肉基质会对目标监测物质出峰时间有所影响,并且在原目标监测物出峰位置有同质荷比的基质干扰出现,极易产生假阳性判定,又因目标监测物同位素内标难以获得,故对方法的准确性和重现性存在不容忽视的影响。本研究旨在研究进一步净化畜肉(以牛肉基质为代表)中的基质干扰,提高方法的灵敏度和准确度,以期为畜肉中镇静剂类药物残留的风险评估提供科学、可靠的检测方法参考。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

甲苯噻嗪、安眠酮、地西洋、异丙嗪、奥沙西洋、唑啉心安、氯氮卓、唑吡坦、氯丙嗪、乙酰丙嗪、阿扎哌隆、阿扎哌醇、丙酰二甲氨基丙吩噻嗪、氟哌啶醇、氟哌利多、奋乃静(纯度≥99.0%,德国 Dr Ehrenstorfer 公司);甲酸、乙酸、氢氧化钠、氨水(优级纯,北京化工厂);正己烷、乙腈、甲醇(色谱纯,美国 Fisher 公司);Oasis MCX6cc/150mg 固相萃取柱(美国 Waters 公司);水为超纯水。

2.2 仪器与设备

Acquity Xevo TQ 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国

Waters 公司); Thermo ST16R 高速冷冻离心机(美国 Thermo Fisher 公司); TurboVap LV 氮吹仪(美国 Caliper Life Sciences 公司); Vac Elut SPS 24 固相萃取仪(美国 Aglient 公司); Vortex-genie2 漩涡混合器(美国 Scientific Industries 公司); KQ5200DB 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 溶液的配制

标准储备液:分别准确称取 16 种镇静剂标准物质,以甲醇溶解配制成浓度 1000 mg/mL 的标准储备液,4℃保存。

混合标准使用液:准确吸取上述各储备液适量,以甲醇逐级稀释配制成 100 ng/mL 的混合标准使用液,于-20℃冰箱保存。

2.3.2 基质工作曲线配制

准确称取 2.0 g 空白牛肉基质样品,依次吸取适量体积的混合标准使用液,使其 16 种镇静剂的标准工作曲线范围为 0.10、1.0、5.0、10.0、20.0 ng/mL,样品按“2.3.4”项下处理后得基质工作曲线。以基质工作曲线对样品进行定量测定。

2.3.3 色谱条件

色谱柱: AQUITY UPLC BEH C₁₈(50 mm×2.1 mm, 1.7 μm);柱温: 40℃;样品室温度: 4℃;流动相: A 相为乙腈(含 0.1%甲酸), B 相为 0.1%甲酸水溶液,梯度洗脱条件见表 1。流速: 0.3 mL/min;进样体积: 10 μL。

表 1 色谱分离梯度洗脱条件
Table 1 Elution program of ultra performance liquid chromatography

时间/min	A/%	B/%
初始	5	95
4.0	28	72
5.5	28	72
8.5	30	70
12.0	68	32
16.0	5	95

2.3.4 串联质谱条件

离子源:电喷雾电离源(electrospray ionization, ESI⁺);毛细管电压: 1.5 kV;离子源温度: 150℃;锥孔反吹气流量: 氮气, 50 L/h;脱溶剂气温度: 500℃;脱溶剂气流量: 氮气, 1000 L/h;多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式采集。16 种镇静剂质谱参数见表 2 所示。

2.3.5 样品前处理

提取:准确称取 2.0 g 已制备好的牛肉样品于 50ml 塑料离心管中,加入 5 mol/L 氢氧化钠溶液 0.40 mL,超声振荡后于 70℃水浴中放置 1 h,取出后立即用冰水冷却,

表 2 16 种镇静剂测定的质谱参数及保留时间
Table 2 Parameters and retention time (*t_R*) of mass spectrometry for the determination of 16 sedative residues

化合物	离子对 (<i>m/z</i>)	锥孔电压/V	碰撞能量/eV	标准对照品 <i>t_R</i> /min	基质对照品 <i>t_R</i> /min
甲苯噻嗪	221.26/90.09*, 221.26/164.18	34	22,28	4.34	4.35
安眠酮	251.27/132.14*, 251.27.96/91.07	44	28,40	9.84	9.80
地西洋	285.30/193.23*, 285.30/154.14	38	30,24	11.45	11.43
异丙嗪	285.36/198.17*, 285.36/86.18	22	26,16	8.65	8.30
奥沙西洋	287.34/241.23*, 287.34/269.29	30	22,14	9.89	9.89
唑啉心安	299.39/116.22*, 299.39/222.26	36	20,20	5.38	5.35
氯氮卓	300.31/227.27*, 300.31/283.26	22	26,14	5.16	4.92
唑吡坦	308.39/235.36*, 308.39/92.11	46	36,48	4.94	4.96
氯丙嗪	319.32/86.18*, 319.32/58.14	32	18,28	10.83	10.99
乙酰丙嗪	327.37/86.18*, 327.37/58.14	30	20,26	8.63	8.06
阿扎哌隆	328.40/121.17*, 328.40/147.17	32	22,19	4.08	4.07
阿扎哌醇	330.48/121.17*, 330.48/149.19	30	22,26	3.56	3.57
丙酰二甲氨基丙吩噻嗪	341.45/86.17*, 341.45/58.14	34	20,30	10.70	10.40
氟哌啶醇	376.43/123.13*, 376.43/165.21	34	40,24	8.77	7.77
氟哌利多	380.46/165.21*, 380.46/194.26	26	26,16	6.18	5.63
奋乃静	404.44/171.27*, 404.44/143.19	38	24,26	10.08	10.07

注: “*”表示该离子用于定量检测。

同时加入 1.0 mol/L 盐酸溶液 10 mL, 涡旋混匀, 超声振荡 10 min 后以 10000 r/min 的速度, 4 °C 下离心 10 min, 倾出上清液置于另一 50 mL 离心管中, 在原离心管中再加入 1.0 mol/L 盐酸溶液 8 mL, 重复提取操作, 合并两次提取液并用 1.0 mol/L 盐酸溶液定容至 20 mL。取上清液进行净化。

净化: 向提取液中加入正己烷 20 mL, 涡旋振荡 5 min 后以 10000 r/min 的速度, 4 °C 下离心 10 min, 准确移取下层提取液 10 mL 至先用 6 mL 甲醇、6 mL 水活化的 MCX 固相萃取小柱上, 待溶液完全流出后, 依次用 5 mL 0.7 mol/L 盐酸溶液和 5 mL 80% 甲醇溶液淋洗小柱后将小柱减压抽干。用 5 mL 5% 氨化甲醇洗脱小柱, 洗脱液在氮气流下吹干, 用乙腈-水(1:9, V:V)溶液 1 mL 溶解, 溶液过 0.22 μm 滤膜, 待测。

3 结果与分析

3.1 色谱柱优化

结构上, 16 种镇静剂均为弱极性碱性化合物, ACQUITY 系列 CSH C₁₈ 柱对碱性化合物峰型极佳且高载量。实验对比两款色谱柱均能实现目标化合物的保留, 且峰型满足系统适用性实验, 考虑方法的通用性故本实验选择 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱作为固定相。

3.2 质谱条件优化

16 种镇静剂从结构上均属于含有氮原子的碱性化合物, 适用于 ESI 正离子模式扫描, 流动相中加入适量的甲酸有利于化合物电离, 提高离子响应, 在质谱条件优化过程中如调谐信号响应不理想可在调谐液配制时加入适量 1% 甲酸可提高响应。

3.3 前处理条件优化

因镇静剂类目标化合物均为碱性化合物^[13], 因此本文着重考察了 Waters Oasis 系列的通用 HLB 色谱柱以及对碱性化合物特异性更强的弱阳离子交换柱 WCX 柱和强阳离子交换柱 MCX 柱。实验分别对比酸性下的水提取和碱性条件下的乙腈提取 2 种提取方法, 实验发现当以 1.0 mol/L 盐酸溶液作为提取剂时, 能够对目标物提取完全且还有一定的沉淀蛋白作用, 以盐酸水溶液作为提取剂时适合与阳离子交换柱配合净化效率更高, 因此本文选用酸溶液作为提取剂提取目标物。又因镇静剂类目标化合物均为弱碱性化合物, 相较于通用 HLB 固相萃取小柱, 复合保留模式的阳离子交换柱更为适用。实验对比弱阳离子交换柱 WCX 柱和强阳离子交换柱 MCX 柱。实验结果显示 2 种固相萃取柱均能对目标物实现保留, 但因弱阳离子交换柱 WCX 柱的羧酸根对待测化合物吸附能力过强, 洗脱困

难而造成回收率低于强阳离子交换柱 MCX 柱,故本实验采用 MCX 柱对样品进行净化,结果见图 1。同时,在基质效应考察过程中本文发现,牛肉基质对某些镇静剂对照品的保留时间有影响,尤其是氯氮卓在原对照品出峰位置有一个与目标物相同离子对但丰度比不同的基质干扰,极易产生假阳性判断,谱图见图 2,具体数据见表 2。

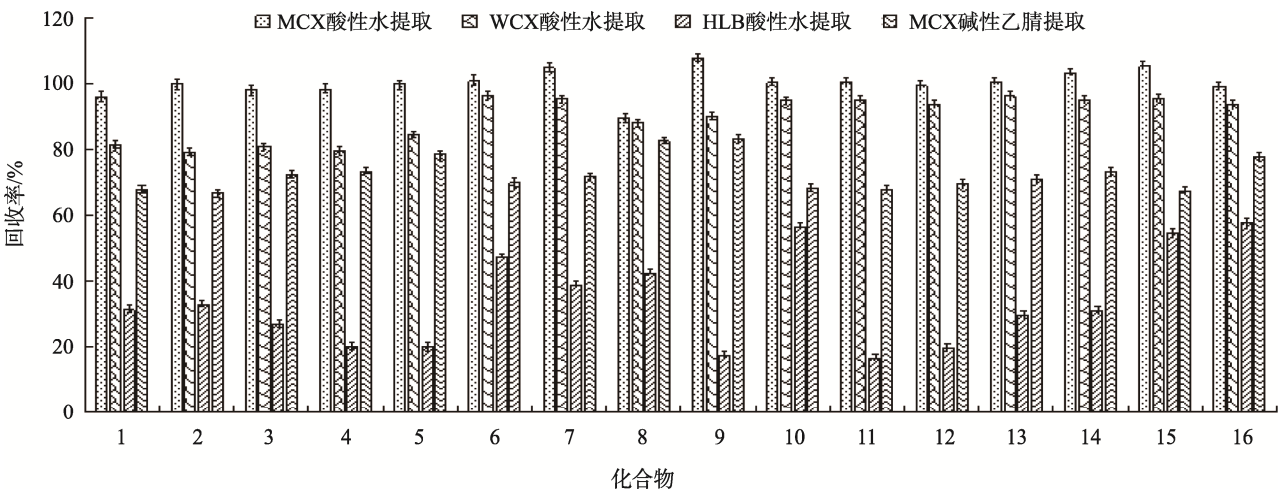
3.4 标准曲线和检出限

将标准基质系列工作液在上述色谱质谱条件下进行测定,以 16 种镇静剂的峰面积为 Y 轴,以各组分的浓度为 X 轴进行回归分析,得线性回归方程及相关系数,以 3 倍

信噪比对应的浓度作为方法检出限,结果见表 3。表 3 可见,在 0.1~20.0 μg/L 范围内 16 种镇静剂的浓度与色谱峰面积响应之间线性关系良好。

3.5 精密度和准确度

准确称取 18 份匀浆混合均匀的 2.0 g 阴性样品作为本底,分别进行低、中、高 3 个浓度水平的加标回收实验,每个浓度水平进行 6 平行操作,样品处理同前,上机测定,测定结果见表 3。16 种镇静剂类药物残留的平均回收率为 89.7%~114.0%,相对标准偏差为 0.4%~16.9%,16 种镇静剂类药物混合标准溶液的总离子流程图见图 3。



注:1:甲苯噻嗪;2:安眠酮;3:地西洋;4:异丙嗪;5:奥沙西洋;6:唑啉心安;7:氯氮卓;8:唑吡坦;9:氯丙嗪;10:乙酰丙嗪;11:阿扎哌隆;12:阿扎哌醇;13:丙酰二甲氨基丙吩噻嗪;14:氟哌啶醇;15:氟哌利多;16:奋乃静。

图 1 HLB 柱, MCX 柱和 WCX 柱对镇静剂类化合物的绝对回收率的影响(n=6)

Fig.1 Effects of HLB, MCX and WCX columns on the absolute recoveries of 16 sedative residues (n=6)

表 3 16 种镇静剂的回归方程、相关系数、检出限、回收率和相对标准偏差(n=6)

化合物	线性范围 /(μg/L)	线性方程	r	LOD /(μg/kg)	添加水平 /(μg/kg)	低		中		高	
						回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%
甲苯噻嗪	1.0~10	Y=133.8X-128.2	0.995	0.3	1, 4, 8	103.8	1.5	96.1	4.1	94.4	0.9
安眠酮	1.0~10	Y=310.2X-12.5	0.998	0.3	1, 4, 8	92.0	4.9	99.9	1.8	98.5	0.6
地西洋	0.1~10	Y=607.3X+266.7	0.996	0.03	0.1, 1, 5	93.3	5.5	98.3	7.5	100.4	0.8
异丙嗪	1.0~10	Y=57.31X-63.44	0.996	0.3	1, 4, 8	114.0	1.6	98.1	2.0	98.2	0.7
奥沙西洋	2.0~20	Y=7.427X-8.894	0.997	0.7	2, 10, 15	95.1	5.9	99.8	5.5	99.5	0.8
唑啉心安	0.1~10	Y=106.2X+5.551	0.996	0.03	0.1, 1, 5	93.3	5.5	100.8	5.5	99.73	1.0
氯氮卓	2.0~20	Y=6.210X-9.509	0.998	0.7	2, 10, 15	92.5	4.3	104.8	5.4	100.4	0.8
唑吡坦	0.1~10	Y=379.6X-23.84	0.998	0.03	0.1, 1, 5	98.3	4.1	89.7	4.3	100.5	0.8
氯丙嗪	0.1~10	Y=1238X-33.18	0.995	0.03	0.1, 1, 5	96.7	5.3	107.5	1.6	100.4	0.6
乙酰丙嗪	1.0~10	Y=871.2X-486.3	0.998	0.3	1, 4, 8	97.8	5.2	100.2	1.7	97.9	1.1
阿扎哌隆	2.0~20	Y=67.23X-75.96	0.995	0.7	2, 10, 15	100.0	5.2	100.6	4.9	94.8	1.0
阿扎哌醇	1.0~10	Y=379.1X-348.5	0.998	0.3	1, 4, 8	106.0	2.2	99.3	1.7	97.2	1.2
丙酰二甲氨基丙吩噻嗪	1.0~10	Y=803.0X-102.6	0.997	0.3	1, 4, 8	98.7	2.3	100.4	2.2	99.5	0.4
氟哌啶醇	0.1~10	Y=850.0X+1328	0.996	0.03	0.1, 1, 5	96.7	16.9	103.0	2.0	100.6	0.9
氟哌利多	0.1~10	Y=546.9X+5.342	0.995	0.03	0.1, 1, 5	93.3	5.5	105.2	2.6	99.3	1.0
奋乃静	1.0~10	Y=145.7X-0.8069	0.996	0.3	1, 4, 8	92.0	4.6	99.2	2.3	99.8	0.7

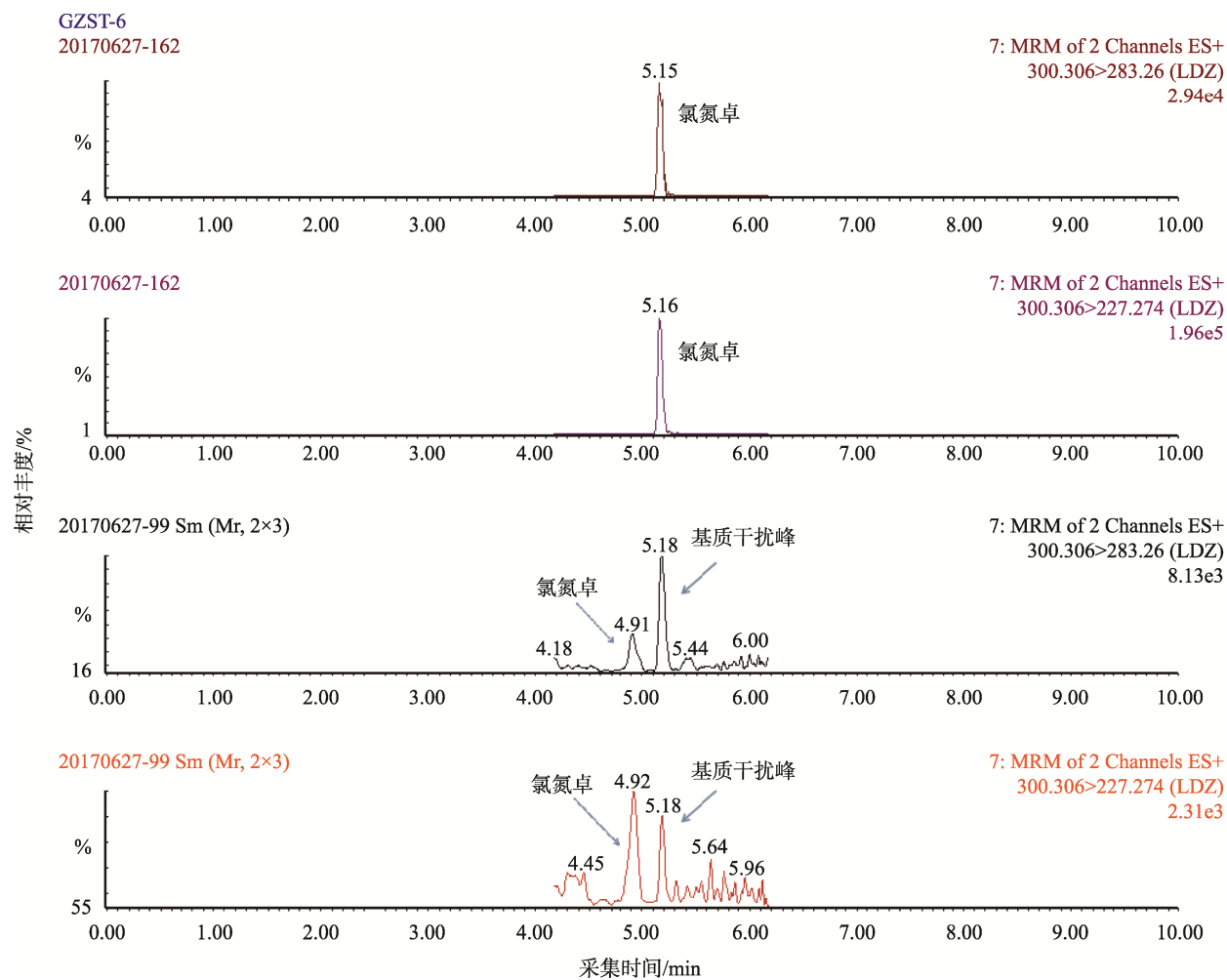


图 2 氯氮卓在甲醇(A, B)与牛肉基质(C, D)中保留时间对比图
Fig.2 Comparison of retention time of chlorazide in methanol (A, B) and beef matrix (C, D)

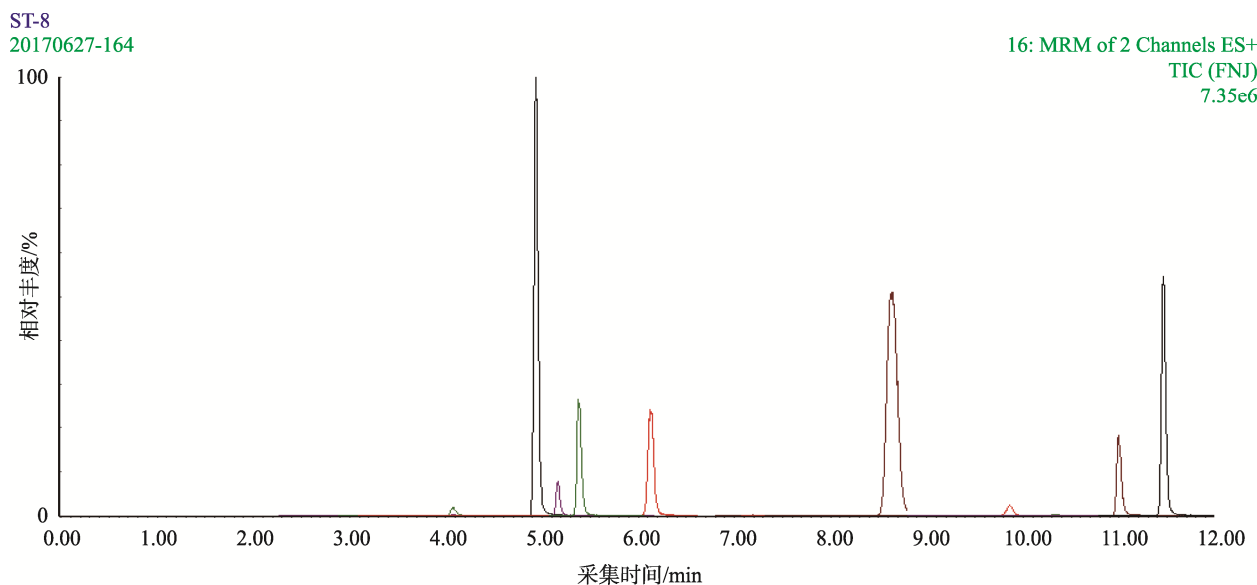


图 3 16 种镇静剂类药物混合标准溶液的总离子流程图
Fig.3 TIC diagrams for mixed standard solutions of 16 sedative residues

3.6 样品实测

应用本方法对市售 30 份牛肉样品进行测定,结果显示,所有样品均未检测有镇静剂残留。

4 结 论

农兽药残留检测的趋势是快速、简便、准确、灵敏以及高通量^[14,15]本研究采用碱溶液对样品基质进行水解处理,应用阳离子交换柱对其净化,取得了理想的净化效果,有效降低了基质效应提高了检测灵敏度。相比于其他方法,本文采用基质工作曲线法进行定量,有效补偿了样品前处理过程中的损失和基质效应,提高了方法的准确率和精密性。通过考察标准对照品、空白基质、空白基质加标样品中 16 种镇静剂的保留时间及丰度比,本文发现牛肉基质对镇静剂中氯氮卓的保留时间有一定影响,且在对照品原出峰位置有基质干扰,其丰度比与对照品丰度比依法判定不相符。因此如果忽视基质对某些镇静剂保留时间的影响,在日常测定过程中就极易产生假阳性判断,需工作者在检测过程中引起足够重视。

参考文献

- [1] 高馥蝶, 赵妍, 邵兵, 等. 超高效液相色谱四级杆飞行时间质谱法快速筛查牛奶中的农药和兽药残留[J]. 色谱, 2012, 30(6): 560–567.
Gao FD, Zhao Y, Shao B, *et al.* Rapid determination of pesticide and veterinary drug residues in milk by ultra performance liquid chromatography with quadrupole time-of-flight mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2012, 30(6): 560–567.
- [2] 岳振峰, 周乃元, 叶卫翔. 国内外食品安全限量标准实用手册[M]. 北京: 中国劳动社会保障出版社, 2011.
Yue ZF, Zhou NY, Ye WX. Domestic and foreign food safety evaluation standard practical manual [M]. Beijing: China Labour and Social Security Publishing House, 2011.
- [3] Codex Alimentarius commission (CAC). Codex Alimentarius commission Maximum Residue Limits for Veterinary Drugs in Foods Updated as at the 35th session of the Codex Alimentarius commission [EB/OL]. (2012-7-2)[2015-6-6].
- [4] 中华人民共和国农业部公告第 176 号. 禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录[EB/OL]. [2011-04-22]. http://jiuban.moa.gov.cn/zwllm/tzgg/gg/201104/20110422_1976307.htm
Announcement of the ministry of agriculture of the People's Republic of China No. 176. List of drugs prohibited for use in animal feed and drinking water [EB/OL]. [2011-04-22]. http://jiuban.moa.gov.cn/zwllm/tzgg/gg/201104/20110422_1976307.htm
- [5] 中华人民共和国农业部公告第 235 号. 动物性食品中兽药最高残留限量 [EB/OL]. [2008-03-04]. http://jiuban.moa.gov.cn/zwllm/nybz/200803/t20080304_1028649.htm
Announcement of the ministry of agriculture of the People's Republic of China No. 235. The maximum residue limit of veterinary drugs in animal food [EB/OL]. [2008-03-04]. http://jiuban.moa.gov.cn/zwllm/nybz/200803/t20080304_1028649.htm
- [6] 张力群, 吴平谷, 金铨, 等. 镇静剂残留分析的色谱检测技术研究进展[J]. 中国卫生检验杂志, 2013, 23(6): 1634–1638.
Zhang LQ, Wu PG, Jin Q, *et al.* Advances in chromatographic detection of sedative residues [J]. Chin J Health Lab Technol, 2013, 23(6): 1634–1638.
- [7] 朱坚, 刘世雄, 李波, 等. 动物组织中镇静剂残留量的 GC-MS 检测方法研究[J]. 分析测试学报, 2013, (24): 301–303.
Zhu J, Liu S X, Li B, *et al.* Studies on the methods for detecting residues of tranquilizers in animal's tissue by capillary gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2013, (24): 301–303.
- [8] 王璐. 超高效液相色谱-串联质谱法测定保健食品中 7 种非法添加的化学镇静剂[J]. 理化检验-化学分册, 2016, 52(6): 629–634.
Wang L. UPLC-MS/MS determination of 7 illegally added chemical sedatives in health-care food [J]. Phys Test Chem Anal B, 2016, 52(6): 629–634.
- [9] 张烁, 周爽, 陈达伟, 等. 畜肉中 10 种镇静剂残留的超高效液相色谱-串联质谱测定方法[J]. 分析测试学报, 2014, 33(11): 1213–1218.
Zhang S, Zhou S, Chen DW, *et al.* Determination of ten sedative residues in livestock products by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2014, 33(11): 1213–1218.
- [10] 华萌萌, 宫小明, 郭礼强, 等. HPLC-MS/MS 法检测鸡肉中 8 种镇静剂残留[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(19): 131–136.
Hua MM, Gong XM, Guo LQ, *et al.* Determination of eight sedative residues in chicken by HPLC-MS/MS [J]. Food Res Dev, 2016, 37(19): 131–136.
- [11] 魏晋梅, 周围, 解迎双, 等. 快速高分辨率液相色谱-串联质谱法测定牛肉中 24 种镇静剂类兽药残留量[J]. 食品与发酵工业, 2016, 42(2): 191–196.
Wei JM, Zhou W, Xie YS, *et al.* Determination of 24 sedative residues in beef by rapid resolution liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Ferment Ind, 2016, 42(2): 191–196.
- [12] 孙雷, 张骊, 徐倩, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测猪肉和猪肾中残留的 10 种镇静剂类药物[J]. 色谱, 2010, 28(1): 38–42.
Sun L, Zhang L, Xu Q, *et al.* Determination of ten sedative residues in pork and kidney by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2010, 28(1): 38–42.
- [13] 钱晓东, 于慧娟, 惠芸华, 等. 水产品中镇静剂残留的高效液相色谱-串联质谱法测定[J]. 湖南农业科学, 2010, (19): 134–137.
Qian XD, Yu HJ, Hui YH, *et al.* Determination of five kinds of sedative residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Hunan Agric Sci, 2010, (19): 134–137.
- [14] 李仲超. 液相色谱-质谱同时测定水产品中 78 种兽药残留[J]. 食品科学, 2014, 35(16): 217–221.
Li ZC. Simultaneous determination of 78 veterinary drug residues in aquatic produces by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2014, 35(16): 217–221.
- [15] 熊春兰, 郭平, 占春瑞, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产品中 8 类 38 种兽药残留[J]. 分析测试学报, 2013, 32(2): 193–198.
Xiong CL, Guo P, Zhan CR, *et al.* simultaneous determination of 8 kinds of 38 veterinary drugs residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2013, 32(2): 193–198.

(责任编辑: 武英华)

作者简介

冯 静, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为卫生理化检测及食品污染物风险监测与检测。

E-mail: 15998202462@163.com

华正罡, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全风险监测。

E-mail: 15998202462@163.com