

超高效液相色谱-串联质谱法同时测定 3种水产品中氯霉素、四环素含量

黄媛*, 闫玉

(辽宁省食品检验检测院, 沈阳 110015)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时测定3种水产品中氯霉素、四环素的方法。**方法** 样品经Na₂EDTA-McIlvaine缓冲溶液(pH=4.0±0.5)提取, HLB柱净化, 采用色谱柱Waters Acquity BEH C₁₈柱(50 mm×2.1 mm, 1.7 μm)分离。电离方式为氯霉素使用电喷雾负离子模式; 四环素使用电喷雾正离子模式。检测方式为多反应监测。**结果** 该法线性关系良好, 相关系数大于0.999; 平均回收率为80.4%~97.8%; RSD均小于5%。**结论** 该方法操作简便快速, 准确度高, 可作为水产品中氯霉素、四环素的测定方法。**关键词:** 超高效液相-串联质谱法; 氯霉素; 四环素

Determination of chloramphenicol and tetracycline in 3 aquatic products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

HUANG Yuan*, YAN Yu

(Liaoning Institute for Food Control, Shenyang 110015, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for detection of chloramphenicol and tetracycline in 3 kinds of aquatic products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted by the solution Na₂EDTA-McIlvaine (pH=4.0±0.5), and the extracts were cleaned-up on HLB solid phase extraction column, Waters Acquity BEH C₁₈ column (50 mm×2.1 mm, 1.7 μm) was used to separate chloramphenicol and tetracycline in aquatic products. The ionization method of chloramphenicol was ESI- and the ionization method of tetracycline was ESI+, The detection method was multiple reaction monitoring (MRM). **Results** There was a good linear relationship with correlation coefficients better than 0.999. the average recoveries were in the range of 80.4%~97.8%, and RSD was less than 5%. **Conclusion** The method is convenient, quick and accurate, and can be used for the determination of chloramphenicol and tetracycline in aquatic products. **KEY WORDS:** ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; chloramphenicol; tetracycline

1 引言

氯霉素、四环素均为广谱抗生素, 氯霉素对多数革兰

氏阳性菌和阴性菌都有良好的抗菌抑制作用, 对畜禽水产品等的沙门氏菌病和大肠杆菌病的治疗效果良好。四环素类抗生素能够抑制细菌蛋白质的合成, 因此被广泛应用于

*通讯作者: 黄媛, 副主任药师, 主要研究方向为食品、保健食品检验检测。E-mail: jinse227@163.com

*Corresponding author: HUANG Yuan, Associate Chief Pharmacist, Liaoning Institute for Food Control, No.58, Changqing Road, Shenhe District, Shenyang 110015, China. E-mail: jinse227@163.com

细菌感染疾病的治疗^[1]。但两者的药物残留毒性会直接影响人类健康,氯霉素对造血系统有严重不良反应,四环素类毒性作用表现为降解产物的溶血或肝毒作用,而且长期低浓度的药物残留还会诱发病菌的耐药性^[2]。为加强兽药残留监控工作,保证动物性食品卫生安全,根据《兽药管理条例》^[3]规定,农业部(中华人民共和国第 235 号公告)规定了《动物性食品中兽药最高残留限量》^[4],其中水产品中氯霉素不得检出,四环素残留量不得高于 100 μg/kg。

我国现行的氯霉素类、四环素类检测国家标准,方法独立,各自发布,且发布时间较早,方法老化严重^[5-11]。氯霉素类抗生素残留量检测国家标准包含的方法主要有高效液相色谱串联质谱法^[5-9]、酶联免疫法^[10]、气相色谱法^[11-13]、气相色谱质谱法^[14,15]等,四环素类抗生素残留量检测国家标准包含的方法主要有液相色谱法^[16-18]、酶联免疫吸附法^[19]、高效液相色谱串联质谱法^[18,20]等。其中应用气相色谱法和气相色谱质谱法进行检测需对所测样品进行衍生化,前处理方法复杂耗时,且仪器分析时间也较长;酶联免疫法需要特殊的酶联免疫试剂盒,且反应时间较长,不适用于多种兽药残留分析;高效液相色谱法对于抗生素残留的检测有前处理方面的优势,但是仪器分析时间较长;高效液相色谱串联质谱法前处理方法简便快捷,灵敏度高,准确度高,且仪器分析时间短,适用于多种抗生素残留的同时分析。对于应用同一方法对氯霉素、四环素进行提取并检测目前报道的有高效液相色谱^[21-23]、高效液相色谱质谱联用法^[2,24]等,前处理方法多采用 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液提取^[25]。由于水产品养殖多采用多种抗生素联合用药,而我国现行的国家标准和行业标准多为同种类抗生素单独测定,缺少多种类抗生素同时测定的方法,因此,有必要建立一种同时测定水产品中多种抗生素残留量的简便快速高灵敏度的检测方法。本研究以 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液为提取溶剂,HLB 固相萃取为前处理手段,结合 UPLC-MS/MS 测定,建立一整套分析方法,实现对水产品中氯霉素、四环素的同时提取、检测。

2 材料与方法

2.1 仪器和设备

TQD 型超高效液相-串联质谱仪(沃特斯中国有限公司); IKA T25 数字匀质器(北京中联科仪科技有限公司); CR210W 高速冷冻离心机(日本 HITACHI 公司); TTL-DCII 可控温氮吹浓缩仪(余姚市长江温度仪表厂); 电子天平(感量 0.01 g、感量 0.00001 g,德国赛多利斯公司); W-SPE12 固相萃取装置(北京莱伯泰克仪器股份有限公司)

2.2 试剂和材料

标准品:氯霉素(纯度 99.8%)、氯霉素-D₅(纯度 97%)、盐酸四环素(纯度 98%,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司)。

甲醇(色谱纯,美国 Fisher 公司)、甲酸(色谱纯,德国 CNW 科技公司)。柠檬酸、磷酸氢二钠、乙二胺四乙酸二钠、氢氧化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。HLB 固相萃取小柱(3 cc, 60 mg, 沃斯特中国有限公司)。

样品:回收率测定样品(青虾、鲤鱼、海螺)均采购自农贸市场,能力验证样品(虾)由中国检验检疫科学研究院测试评价中心提供。

2.3 色谱条件

色谱柱: BEH C₁₈(50 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 柱温: 30 °C; 进样量: 5 μL; 流动相: A 为甲醇, B 为 0.1%甲酸水溶液,梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution program

时间/min	流速/(mL/min)	流动相 A/%	流动相 B/%
0	0.3	10	90
0.5	0.3	10	90
2	0.3	60	60
4	0.3	60	60
6	0.3	10	10

2.4 质谱条件

离子化方式:电喷雾电离;扫描方式:正离子、负离子;检测方式:多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM);脱溶剂气流量 650 L/Hr;脱溶剂气温度:450 °C;具体质谱参数见表 2。

表 2 质谱参数
Table 2 Mass spectrum parameters

目标化合物名称 (m/z)	母离子	子离子	锥孔电压 /V	碰撞能量 /V
氯霉素	321.0	151.9*	-30	-18
		257.0		-10
氯霉素-D ₅	326.0	156.9*	-30	-16
四环素	445.1	410.1*	28	22
		427.4		16

注: *为定量离子。

2.5 标准溶液及试剂配制

标准储备液的制备:精密称取氯霉素、氯霉素-D₅、盐酸四环素对照品各适量,分别用甲醇配制成 1.00 mg/mL 的储备液, -18 °C 储存于棕色瓶中。

标准中间液(1 μg/mL):准确吸取氯霉素、氯霉素-D₅、四环素标准储备液

各适量,用甲醇分别逐级稀释成 1 μg/mL 的标准中间液。

标准工作液(100 ng/mL):准确吸取氯霉素、氯霉素-D₅ 标准中间液适量,用甲醇稀释成 100 ng/mL 的标准工作液。

标准系列工作液:分别准确吸取氯霉素标准工作液 0.01、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 mL,四环素标准中间液 0.1、0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 mL,各加入氯霉素-D₅ 工作液 0.1 mL,加 10%甲醇配制成氯霉素标准系列浓度为 0.1、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 ng/mL,内标浓度均为 2.0 ng/mL,四环素标准系列浓度为 10.0、20.0、50.0、100.0、150.0、200.0 ng/mL 的混合标准系列溶液,临时配制。

Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液:称取柠檬酸 12.9 g,磷酸氢二钠 10.9 g,乙二胺四乙酸二钠 37.2 g,加水 900 mL 溶解,用 1 mol/L 氢氧化钠调 pH 至 4.0±0.5,加水至 1000 mL。

2.6 供试品溶液的制备

2.6.1 提取

称取样品 5.0 g,置 50 mL 离心管中,加入氯霉素-D₅ 标准工作液(100 ng/mL)0.1 mL,加入 25 mL Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液,10000 r/min 匀浆提取 1 min,8000 r/min 离心 10 min,用快速滤纸过滤,待净化。

2.6.2 净化

准确吸取 5 mL 滤液,以 1 滴/s 的速度过 HLB 固相萃取柱(使用前用 5 mL 甲醇和 5 mL 水预处理),待样液完全流出后,依次用 5 mL 水和 5 mL 甲醇:水(1:19, V/V)淋洗,弃去全部流出液,抽干。用 5 mL 甲醇洗脱,将洗脱液氮吹浓缩至干(40 ℃),用 1 mL 10%的甲醇复溶,过 0.22 μm 滤膜,供液相色谱-质谱联用仪测定用。

2.7 检出限实验

称取阴性样品 5 g,加入氯霉素标准溶液(10 ng/mL) 0.05 mL,四环素标准中间液(1 μg/mL) 0.05 mL,加入氯霉素-D₅ 标准工作液(100 ng/mL) 0.1 mL,其余操作同供试品溶液的制备。经液质联用仪检测,各组分的信噪比 S/N≥3,得出采用本方法进行检测,

2.8 回收率和精密度实验

准确称取阴性样品 5.0 g 共 18 份,6 份为一组,3 组分别加入氯霉素标准工作液(100 ng/mL) 0.025、0.05、0.25 mL,四环素标准中间液(1 μg/mL) 0.05、0.1、0.5 mL,各加入氯霉素-D₅ 标准工作液(100 ng/mL) 0.1 mL,其余操作同供试品溶液的制备。

3 结果与分析

3.1 前处理条件的优化

3.1.1 提取剂的选择

本方法分别采用乙酸乙酯、Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液、乙腈-EDTA 混合溶液对氯霉素、四环素进行提取,发现 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液对四环素的提取效率最高,乙酸乙酯对四环素的提取效率最低,3 种提取溶液对氯霉素的提取效率没有显著性差异,另外四环素类抗生素对各种氧化剂(包括空气中氧)、酸、碱都是不稳定的,其溶液随 pH 的不同会发生差向异构化、降解等反应,在 pH < 2 时易发生消去反应而生成脱水物,碱性条件下易生成异构体,因此结合文献^[26]采用 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液(pH=4.0)的弱酸提取液。一方面使 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液竞争结合金属离子,减少四环素类药物与金属离子的螯合反应,保证药物的游离性,提高提取效率;另一方面,四环素在弱酸条件下比较稳定,防止目标药物降解。因此本方法选择 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液作为氯霉素、四环素的提取溶剂。

3.1.2 净化条件的优化

HLB 固相萃取柱由亲水性的 N-乙烯吡咯烷酮和亲脂性的二乙烯基苯两种单体构成,适用于酸性、中性和碱性化合物,是一种亲水亲脂平衡的水可浸润性反相吸附剂,能耐受极端 pH 条件和不同的溶剂,相对保留容量较传统 C₁₈固相萃取柱高 3 倍,可保留更多的分析物并较少发生穿透,改善固相提取方法的回收率和重现性,因此选用 HLB 固相萃取柱进行样品净化。

3.2 线性关系考察

将混合标准系列按 2.5 项下方法进行测定,记录色谱图,以浓度为横坐标,氯霉素采用内标法定量,四环素采用外标法定量,绘制标准曲线,求得回归方程。结果见表 3。相关系数均大于 0.999,线性关系良好。

3.3 回收率和精密度

为考察应用本方法测定水产品中氯霉素、四环素含量的准确性,分别选取 3 种不同种类的水产品(青虾、鲤鱼、海螺)作为空白基质进行加标回收实验,设低、中、高 3 个加标浓度,每个浓度设 6 个平行。加标浓度分别为:氯霉素 0.5、1.0、5.0 μg/kg,四环素 10、20、100 μg/kg,2 种抗生素的加标回收率在 80.4%~97.8%,相对标准偏差(RSD)在 1.0%~4.2%(表 4),满足实验室质量控制规范食品理化检测的要求。

表 3 线性关系和检出限
Table 3 Linearity and limit of detection

组分	线性范围/(ng/mL)	回归方程	r	检出限/(μg/kg)
氯霉素	0.1~10	Y=1.4406X-1.9427	0.9990	0.1
四环素	10~200	Y=81.757X-264.18	0.9997	10

表 4 方法精密度和样品加标回收率(n=6)
Table 4 Method precision and sample standard addition recovery rate (n=6)

组分	加入量 (μg/kg)	虾			鱼			海螺		
		测得量 (μg/kg)	回收率/%	RSD/%	测得量 (μg/kg)	回收率/%	RSD/%	测得量 (μg/kg)	回收率/%	RSD/%
氯霉素	0.5	0.414	82.8	3.6	0.437	87.4	2.5	0.402	80.4	4.2
	1.0	0.857	85.7	2.1	0.869	86.9	2.3	0.848	84.8	3.4
	5.0	4.62	92.4	2.1	4.79	95.8	1.9	4.57	91.4	2.1
四环素	10	8.86	88.6	1.2	8.78	87.8	2.2	8.59	85.9	3.2
	20	18.3	91.5	1.0	19.0	95.0	1.7	18.1	90.5	2.0
	100	95.3	95.3	1.1	97.8	97.8	1.1	94.2	94.2	2.1

3.4 样品测定

应用本方法参加中国检验检疫科学研究院测试评价中心的“虾中氯霉素、四环素的测定能力验证”, 结果均为满意。测定结果及评价见表 5。

表 5 虾中氯霉素、四环素能力验证检测结果及评价
Table 5 Ability verification results and evaluation of chloramphenicol and tetracycline in shrimp

检测项目	样品编号	本实验室结果 (μg/kg)	指定值 (μg/kg)	Z 值
氯霉素	1	7.03	7.709	-0.4
	2	6.64	6.876	-0.1
四环素	1	78.6	105.0	-0.8
	2	109	157.6	-0.9

注: | Z | ≤2.0 为满意结果, 2.0 < | Z | < 3.0 为可疑结果, | Z | ≥3.0 为不满意结果。

4 结论与讨论

本方法通过 3 种不同种类的水产品(青虾、鲤鱼、海螺)进行加标回收试验,

得出结论: 对于 3 种水产品基质 3 个浓度水平的回收率均较高、重复性好。且方法检出限低、灵敏度高, 能够满足对水产品中氯霉素、四环素同时快速测定的要求。

对于动物源性食品中氯霉素的提取, 现有标准方法^[5-18]多采用乙酸乙酯提取, 应用乙腈、4%氯化钠去蛋白, 用正己烷除脂。对于四环素的提取, 多数文献^[21]采用 EDTA-McIlvaine 缓冲溶液、乙腈-EDTA 混合溶液、1%乙酸-乙腈等为提取溶液。本研究采用 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液(PH=4.0±0.5)提取, HLB 柱净化, 结合超高效液相色谱仪测定, 能够实现对氯霉素、四环素残留量的同时提取和测定。该方法操作简便快速, 灵敏度高, 准确度高, 可应用于水产品中氯霉素、四环素的定性定量测定。

参考文献

[1] 梅英杰, 史新宇, 董瑾, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时检测鸡肉中氯霉素、四环素、金霉素和土霉素[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(8): 240-245.
Mei YJ, Shi XY, Dong J, *et al.* Determination of chloramphenicol, tetracycline, chlortetracycline and oxytetracycline in chicken by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Ferment Ind, 2017, 43(8): 240-245.

[2] 李晓晶, 潘幼娴, 于鸿. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定水中氯霉素、氟甲砜霉素和 4 种四环素类抗生素[J]. 中国卫生检疫杂志, 2013, 23(11): 226-2428, 2432.
Li XJ, Pan YX, Yu H. Determination of chloramphenicol, florfenicol and 4 tetracycline antibiotics in water by SPE-UPLC-MS/MS [J]. Chin J Health Lab Technol, 2013, 23(11): 226-2428, 2432.

[3] 中华人民共和国国务院令 第 404 号. 兽药管理条例[EB/OL]. [2004-04-09]. http://www.gov.cn/gongbao/content/2016/content_5139499.htm
Order of the President of the People's Republic of China Number 404. Veterinary medicine management regulations [EB/OL]. [2004-04-09]. http://www.gov.cn/gongbao/content/2016/content_5139499.htm

[4] 中华人民共和国农业部第 235 号. 动物性食品中兽药最高残留限量[EB/OL]. [2002-10-24]. http://jiuban.moa.gov.cn/zwllm/nybz/200803/t20080304_1028649.htm
Ministry of agriculture of the People's Republic of China Number 235. The maximum residue limits of veterinary drugs in animal food [EB/OL]. [2002-10-24]. http://jiuban.moa.gov.cn/zwllm/nybz/200803/t20080304_1028649.htm

[5] GB 29688-2013 牛奶中氯霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
GB 29688-2013 Determination of chloramphenicol residues in milk-LC-MS/MS method [S].

[6] SN/T 1864-2007 进出口动物源食品中氯霉素残留量的检测方法 液相色谱-串联质谱法[S].
SN/T 1864-2007 Determination of chloramphenicol residues in animal-Derived food for import and export-LC-MS/MS method [S].

[7] 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 chloramphenicol residues in animal-Derived food [S].

[8] GB/T 20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砜霉素

- 和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
- GB/T 20756-2006 Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in Edible animal muscle, liver, and fishery products-LC-MS/MS method [S].
- [9] 农业部 781 号公告-2-2006 动物源食品中氯霉素残留量的测定 高效液相色谱-串联质谱法[EB/OL]. [2006-12-16]. <https://www.zhuangpeitu.com/p-9389.html>
- The Agriculture Department Announcement Number 781-2-2006. Determination of chloramphenicol residues in animal-derived food by liquid chromatography-tandem mass spectrometry[EB/OL]. [2006-12-16]. <https://www.zhuangpeitu.com/p-9389.html>
- [10] 农业部 1025 号公告-26-2008. 动物源食品中氯霉素残留检测 酶联免疫吸附法[EB/OL]. [2008-04-29]. <https://www.doczhi.com/p-500603.html>
- The Agriculture Department Announcement Number 1025-26-2008. Determination of chloramphenicol in edible animal tissues by immunoassay [EB/OL]. [2008-04-29]. <https://www.doczhi.com/p-500603.html>
- [11] 农业部 958 号公告-13-2007. 水产品中氯霉素、甲砷霉素、氟甲砷霉素残留量的测定 气相色谱法 [EB/OL]. [2007-12-18]. <http://www.doc88.com/p-3833745249731.html>
- The Agriculture Department Announcement Number 958-13-2007. Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in fishery products-Gas chromatography method [EB/OL]. [2007-12-18]. <http://www.doc88.com/p-3833745249731.html>
- [12] 农业部 1025 号公告-21-2008. 动物源食品中氯霉素残留量检测 气相色谱法[EB/OL]. [2008-04-29]. <http://www.doc88.com/p-9418116656594.html>
- The Agriculture Department Announcement Number 1025-21-2008. Determination of chloramphenicol residues in edible tissues of animal-Gas chromatography method [EB/OL]. [2008-04-29]. <http://www.doc88.com/p-9418116656594.html>
- [13] SC/T 3018-2004 水产品中氯霉素残留量的测定 气相色谱法[S].
- SC/T 3018-2004 Determination of chloramphenicol residues in fishery products-Gas chromatography method [S].
- [14] GB/T 18932.20-2003 蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法 气相色谱质谱法[S].
- GB/T 18932.20-2003 Determination of chloramphenicol in honey-GC-MS method [S].
- [15] 农业部 781 号公告-1-2006. 动物源食品中氯霉素残留量的测定 气相色谱-质谱法 [EB/OL]. [2006-12-16]. <http://www.doc88.com/p-97936619095.html>
- The Agriculture Department Announcement Number 781-1-2006. The determination of chloramphenicol in animal tissues by GC-MS method [EB/OL]. [2006-12-16]. <http://www.doc88.com/p-97936619095.html>
- [16] GB/T 22990-2008 牛奶和奶粉中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法[S].
- GB/T 22990-2008 Determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline, and doxycycline residues in milk and milk powder-HPLC-UV method [S].
- [17] GB/T 20764-2006 可食动物肌肉中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法[S].
- GB/T 20764-2006 Method for determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline, and doxycycline in edible animal muscles-LC-UV detection method [S].
- [18] 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].
- [19] 农业部 1025 号公告-20-2008. 动物性食品中四环素类药物残留检测 酶联免疫吸附法 [EB/OL]. [2008-04-29]. <http://www.doc88.com/p-3899720318373.html>
- The Agriculture Department Announcement Number 1025-20-2008. Determination of tetracyclines in animal food by immunoassay [EB/OL]. [2008-04-29]. <http://www.doc88.com/p-3899720318373.html>
- [20] GB/T 23409-2009 蜂王浆中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法[S].
- GB/T 23409-2009 Determination of residues of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline, and doxycycline in royal jelly-LC-MS/MS method [S].
- [21] 褚洪潮, 陈文生, 张权, 等. SPE-HPLC 同时测定鲜牛奶中四环素类和氯霉素抗生素残留[J]. 食品工业, 2014, 35(6): 259-262.
- Chu HC, Chen WS, Zhang Q, *et al.* Determination of TCs and CP residues in milk by SPE-HPLC [J]. Food Ind, 2014, 35(6): 259-262.
- [22] 刘蕴欣, 邓永健. 高效液相色谱法检测水产品中抗生素药物残留分析[J]. 轻工科技, 2019, 35(2): 116-117.
- Liu YX, Deng YJ. Determination of antibiotics residues in aquatic products by HPLC [J]. Light Ind Sci Technol, 2019, 35(2): 116-117.
- [23] 王露, 司晓萍, 唐辉, 等. 检测禽畜肉中 7 种抗生素残留[J]. 分析实验室, 2019, (7).
- Wang L, Si XP, Tang H, *et al.* Residue detection of seven kinds antibiotics in livestock and poultry meat [J]. Chin J Anal Lab, 2019, (7).
- [24] 李颖, 孙钰, 李峰. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定鱼、虾中 18 种抗生素药物残留[J]. 中国卫生检疫杂志, 2018, 28(23): 2830-2834, 2837.
- Li Y, Sun Y, Li F. Simultaneous determination of eighteen antibiotics residues in fish and shrimp by high performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2018, 28(23): 2830-2834, 2837.
- [25] 钱琛, 李静, 陈桂良. 动物源性食品兽药残留分析中样品前处理方法的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(5): 1668-1670.
- Qian C, Li J, Chen GL. Research progress of sample preparation methods in the veterinary drug residue analysis for animal-derived foods [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(5): 1668-1670.
- [26] 赵海香, 孙艳红, 丁明玉, 等. 多壁碳纳米管净化/超高效液相色谱串联质谱同时测定动物组织中四环素与喹诺酮多残留[J]. 分析测试学报, 2011, 30(6): 635-635.
- Zhao HX, Sun YH, Ding MY, *et al.* Simultaneous determination of tetracyclines and quinolones residues in animal tissue by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry and multiwalled carbon nanotubes cleaning [J]. J Instrum Anal, 2011, 30(6): 639-635.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



黄媛, 硕士, 副主任药师, 主要研究方向为食品、保健食品的检验检测。
E-mail: jinse227@163.com