

液相色谱-串联质谱法检测饲料中洛美沙星、 培氟沙星、氧氟沙星、诺氟沙星残留

史艳艳¹, 高琳¹, 李俊^{2*}, 何志霞¹

(1. 天津市兽药饲料监察所, 天津 300402; 2. 中国农业科学院饲料研究所, 北京 100081.)

摘要: **目的** 建立一种可同时检测饲料中4种氟喹诺酮类药物残留的液相色谱-串联质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)检测分析方法。**方法** 试样用磷酸盐缓冲液和乙腈混合进行提取, MCX固相萃取柱净化, 以甲醇-0.1%甲酸水溶液为流动相, LC-MS/MS法检测, 同时定性、定量测定4种氟喹诺酮类抗生素残留。**结果** 4种氟喹诺酮类抗生素在Hypersil GOLD C₁₈色谱柱上分离效果较好, 添加的回收率在60.3%~91.0%之间, 相对标准偏差在0.87%~5.91%之间($n=6$), 方法的检测限为2 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限为5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。**结论** 该方法准确、简便、快速, 能满足兽药残留分析的要求, 适合测定饲料中4种氟喹诺酮类抗生素残留。

关键词: 喹诺酮类; 液相色谱-串联质谱法; 饲料

Determination of lomefloxacin, pefloxacin, ofloxacin and norfloxacin residues in feed by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

SHI Yan-Yan¹, GAO Lin¹, LI Jun^{2*}, HE Zhi-Xia¹

(1. Tianjin Veterinary Drug and Feed Supervision Institute, Tianjin 300402, China; 2. Institute of Feed Research of Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for simultaneous determination of 4 fluoroquinolones residues in feed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted by mixing phosphate buffer and acetonitrile, purified by MCX solid phase extraction column, and detected by LC-MS/MS with methanol-0.1% formic acid solution as mobile phase. Four fluoroquinolone antibiotic residues were determined qualitatively and quantitatively at the same time. **Results** Four kinds of fluoroquinolones had good separation effects in Hypersil GOLD C₁₈ column. The recoveries were 60.3%-91.0%, with the relative standard deviations of 0.87%-5.91% ($n=6$). The limit of detection of the method was 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and the limit of quantitation was 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$. **Conclusion** The method is accurate, simple and rapid, and can meet the requirements of veterinary drug residue analysis, which is suitable for the determination of four fluoroquinolone antibiotics residues in feed.

KEY WORDS: quinolones; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; feed

*通讯作者: 李俊, 博士, 研究员, 主要研究方向为饲料加工与质量安全。E-mail: lijun08@caas.cn

*Corresponding author: LI Jun, Ph.D, Professor, Feed Institute, Chinese Academy of Agricultural Sciences, 12 Zhongguancun South Street, Haidian District, Beijing 100081, China. E-mail: lijun08@caas.cn

1 引言

氟喹诺酮类(fluoroquinolones)属吡啶酮酸类抗菌药,具有抗菌谱广、杀菌力强、快速高效、低毒、价格低廉等特点^[1-3]。因此被广泛用于治疗家禽家畜、以及小动物和水生动物由细菌、支原体感染引起的消化、呼吸等系统疾病。但该类药物本身具有毒性,超剂量或长期反复使用可引起中枢神经系统等不良反应^[3]。随着社会的发展和生活水平的不断提高,食品安全问题倍受关注。然而饲料的安全直接影响到动物性食品的安全,饲料的不安全因素通过食物链进入人体对健康造成危害。人若长期食用含抗生素的畜禽产品,可产生耐药性及其他不良反应^[4]。为保障畜禽产品的质量安全和人类健康,2015年9月农业部决定在食品动物中停止使用洛美沙星等4种兽药^[5],但滥用该类药物的情况依然存在,因此建立一种高效准确且同时检测饲料中多种喹诺酮类药物的方法具有重要意义。目前氟喹诺酮类药物检测主要有高效液相色谱法^[6,7]、微生物法^[8]、酶联免疫法^[9]、毛细管电泳法^[10]、飞行时间质谱法^[11]、高效液相色谱-串联质谱法^[12-16]等。液相色谱质谱联用法具有更高的灵敏度和选择性,应用广泛。本研究用液相色谱-串联质谱法同时检测饲料中4种氟喹诺酮类药物,通过对前处理方法和色谱质谱方法等的研究,建立一种快速、准确的检测方法。该方法操作步骤简便,重复性好,节约成本,易于广泛应用,以期作为饲料中的药物残留安全提供参考。

2 材料与方法

2.1 主要仪器、试剂与实验样品

Thermo TSQ Quantum 液相色谱-串联质谱(美国 Thermo 公司); Hypersil GOLD C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 5 μm, 美国 Thermo 公司); AE240S 电子天平(感量为 0.1 mg/0.01 mg, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); IEC CL31R 冷冻离心机(美国 Thermo 公司); GenPure 超纯水机(美国 Thermo 公司); BF-2000M 氮吹仪(八方世纪公司); GL88B 涡旋混合器(江苏海门市麒麟医用仪器厂); SPE-24A 固相萃取装置(上海鑫翁科学仪器有限公司); KQ-100DB 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); Waters Oasis HLB 固相萃取小柱(3 cc/60 mg, 美国 Waters 公司); Cleanert PCX 混合型阳离子交换柱(3 cc/60 mg, 博纳艾杰尔); Waters Oasis MCX 固相萃取小柱(3 cc/60 mg, 美国 Waters 公司)。

氧氟沙星、乳酸诺氟沙星、甲磺酸培氟沙星、洛美沙星(纯度>98%, 中国兽药药品监察所); 乙腈、甲醇(色谱纯, 德国 Merck 公司); 乙酸、甲酸(分析纯, 上海金山亭新化工试剂厂); 磷酸二氢钾(分析纯, 无锡市展望化工试剂有限公司)。

磷酸盐缓冲溶液(取磷酸二氢钾 13.6 g, 加水使溶解并稀释至 1000 mL, 用 5.0 mol/L 氢氧化钠溶液 pH 调至 7.0)。

实验样品: 从天津市辖区内抽取饲料样品, 得到的饲料样品粉碎处理后放于干燥处保存备用。

2.2 标准溶液的配制

2.2.1 4种喹诺酮类标准储备液

分别精密称取4种氟喹诺酮类药物25 mg(精确至0.1 mg), 用30 mmol/L 氢氧化钠溶解后移入25 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 配制成含量为1.0 mg/mL 的标准储备液。

2.2.2 标准曲线的制备

为去除基质干扰, 采用空白基质加标的方法做标准曲线, 即空白基质通过与样品同样的操作步骤进行操作, 将相对应浓度的标准溶液加入到净化后的洗脱液中, 配制浓度为2、5、10、20、50 ng/mL, 供液相色谱-串联质谱测定。

2.3 样品前处理

准确称取试样2 g(精确至0.001 g), 置于50 mL 具塞离心管中, 准确加入20.00 mL 磷酸盐乙腈提取液^[5], 振荡摇床振荡15 min。置于离心机中10000 r/min 离心10 min, 取上清液备用。分别用3 mL 甲醇、3 mL 水活化固相萃取柱, 准确移取10.00 mL 备用液过柱, 再用3 mL 水、3 mL 甲醇淋洗, 抽干。3 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液, 于50 °C下氮气吹干。准确移取1.00 mL 流动相溶解残留物, 涡旋混合, 过0.2 μm 滤膜后, 供液相色谱-串联质谱分析^[17]。

2.4 检测方法

2.4.1 液相色谱条件

本实验采用色谱柱: Hypersil GOLD C₁₈(100 mm×2.1 mm, 5 μm, 美国 Thermo 公司)。流动相: A: 0.1%甲酸水溶液, B: 甲醇。柱温: 35 °C, 上机体积20 μL, 流动相的梯度洗脱条件如表1所示。

表1 流动相梯度洗脱条件
Table 1 Gradient elution conditions of mobile phase

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流速/(mL/min)
0.00	70	30	0.25
1.00	70	30	0.25
5.00	30	70	0.25
6.00	70	30	0.25

2.4.2 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI⁺); 检测方式: 多反应监测; 雾化温度: 350 °C; 喷雾电压: 4.0 kV。质谱采集参数见表2。

3 结果与分析

3.1 样品前处理方法的选择

3.1.1 质谱条件的优化

以流动注射方式进行质谱优化, 分别对4种氟喹诺酮

表 2 4 种喹诺酮类的质谱条件
Table 2 Mass spectrometric conditions of 4 kinds of quinolones

化合物	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	喷雾电压/kV	补偿电压/V	碰撞能量/eV	离子化方式
氧氟沙星	362.2>261.2	362.2>318.2	4.0	89	25	ESI ⁺
	362.2>318.2				18	
诺氟沙星	320.1>276.2	320.1>276.2	4.0	90	13	ESI ⁺
	320.1>302.2				15	
培氟沙星	334.2>290.2	334.2>290.2	4.0	92	16	ESI ⁺
	334.2>316.2				22	
洛美沙星	352.2>265.1	352.2>265.1	4.0	89	20	ESI ⁺
	352.2>308.2				15	

类药物进行正、负离子模式扫描, 结果表明 4 种化合物在正离子[M+H]⁺模式下响应强度最高, 以甲醇-0.1%甲酸溶液(30:70, V:V)为基准流动相, 采用流动注射泵连续进样方式进行优化, 在正离子模式下全扫描, 以选择适当的分子离子峰, 确定母离子和子离子, 优化出最优质谱参数。

3.1.2 色谱条件的优化

(1) 色谱柱的选择

实验摸索过程中使用了 Hypersil GOLD C₁₈(100 mm×2.1 mm, 5 μm)色谱柱, 通过出峰效果来看, 4 种化合物都有较好的保留, 且都能有较高的响应值和较好的峰型, 因此本实验采用 Hypersil GOLD C₁₈进行本次检测方法的开发。图 1~4 分别

为氧氟沙星、洛美沙星、诺氟沙星和培氟沙星质谱色谱图。

(2) 流动相的选择

比较甲醇-水、甲醇-0.1%甲酸水溶液、甲醇-5 mmol/L 乙酸铵溶液为流动相时待测化合物的出峰时间、峰型、响应值以及信噪比 S/N, 实验证明以甲醇-0.1%甲酸水溶液为流动相时 4 种化合物的相应值均高于另外 2 种流动相下的响应值和信噪比, 同时也能很好地将 4 种组分分离出来且能得到很好的峰型, 因此本实验选用甲醇-0.1%甲酸水溶液为流动相。选择梯度洗脱, 改变流动相中水相和有机相的比例, 以保证重现性和最佳的峰型, 图 5 为 4 种化合物混标的出峰状况。

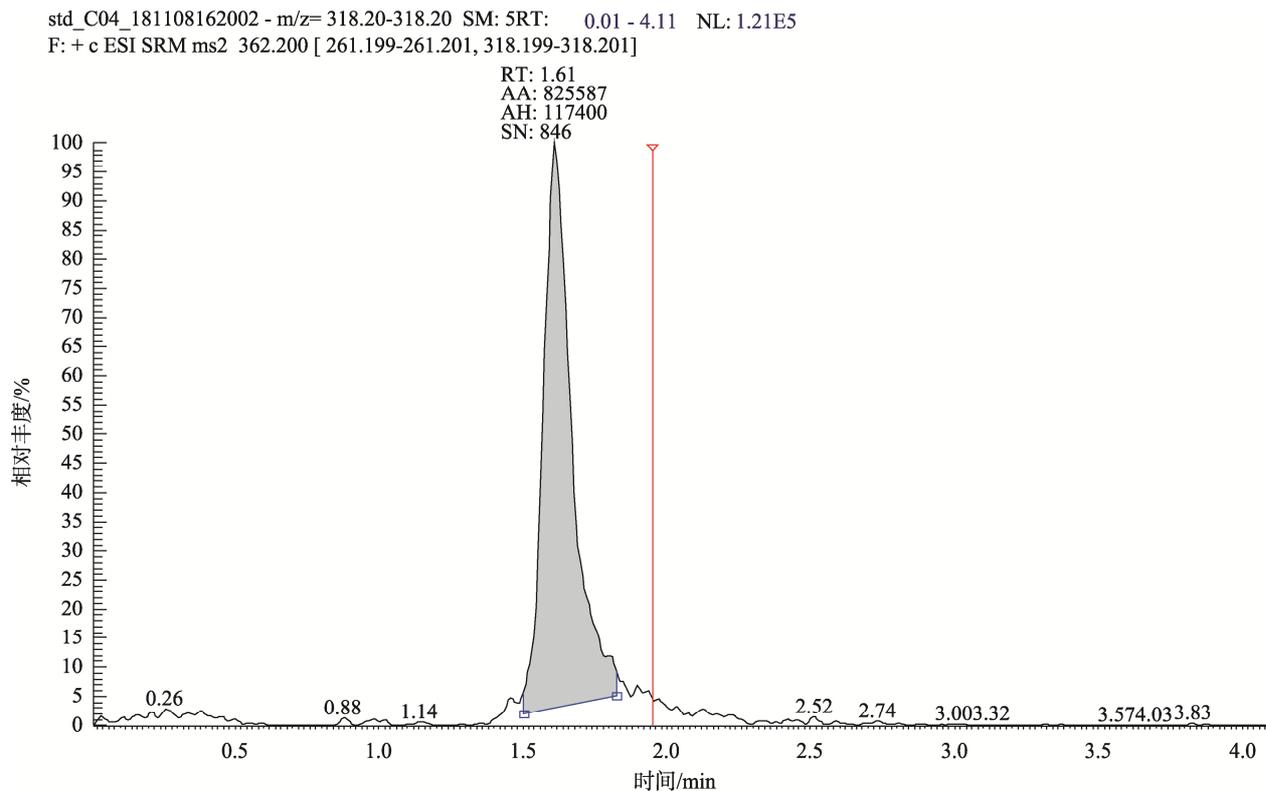


图 1 氧氟沙星谱图

Fig.1 Spectrogram of ofloxacin

std_C05_181108162713 - m/z= 265.10-265.10 SM: 5RT: 0.01 - 4.29 NL: 1.62E5
 F: + c ESI SRM ms2 352.200 [265.099-265.101, 308.199-308.201]

RT: 1.79
 AA: 1242279
 AH: 154546
 SN: 1109

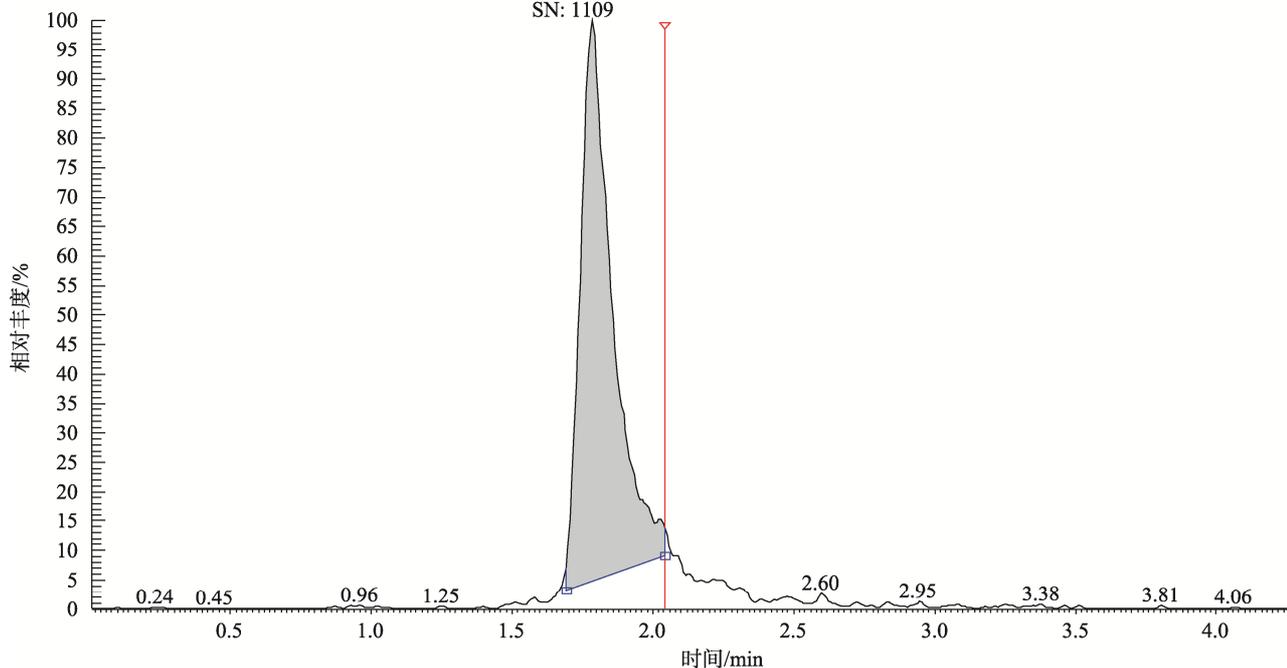


图 2 洛美沙星谱图

Fig.2 Spectrogram of lomefloxacin

std_C05_181108162713 - m/z= 276.20-276.20 SM: 5RT: 0.01 - 4.16 NL: 5.41E4
 F: + c ESI SRM ms2 320.100 [276.199-276.201, 302.199-302.201]

RT: 1.66
 MA: 379899
 MH: 52854
 SN: NA

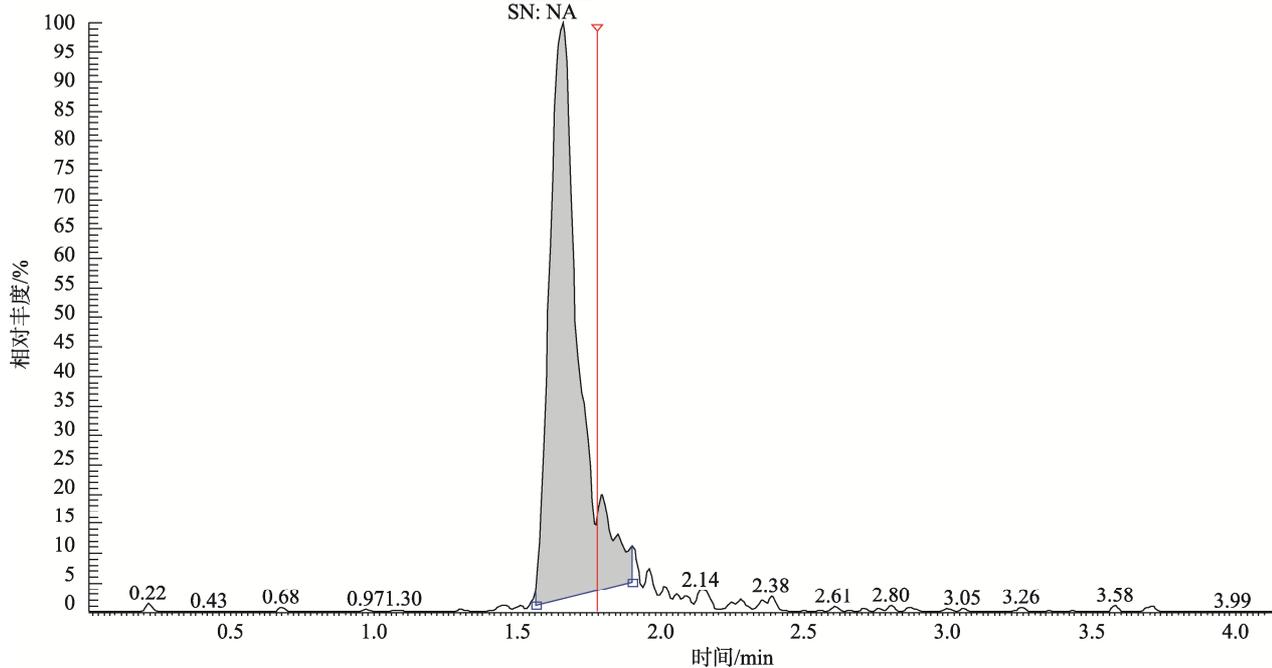


图 3 诺氟沙星谱图

Fig.3 Spectrogram of norfloxacin

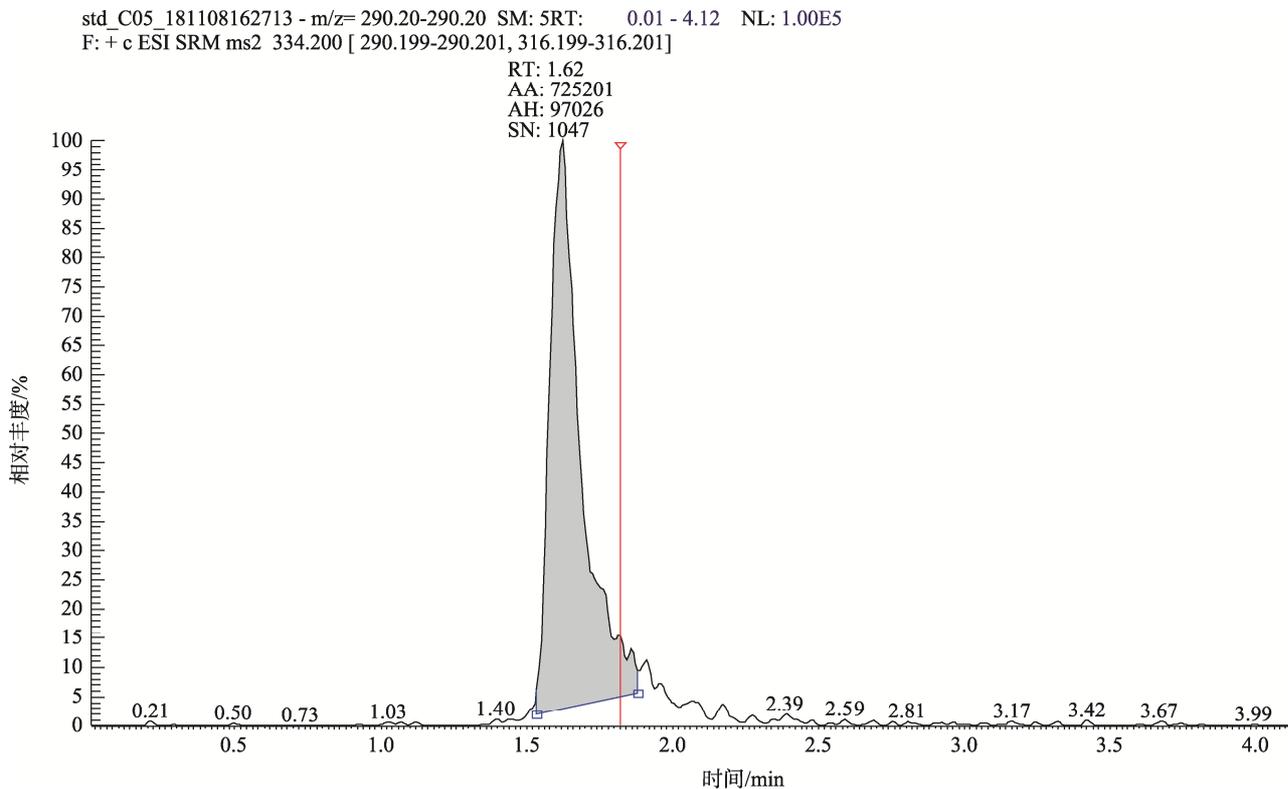


图 4 培氟沙星谱图
Fig.4 Spectrogram of pefloxacin

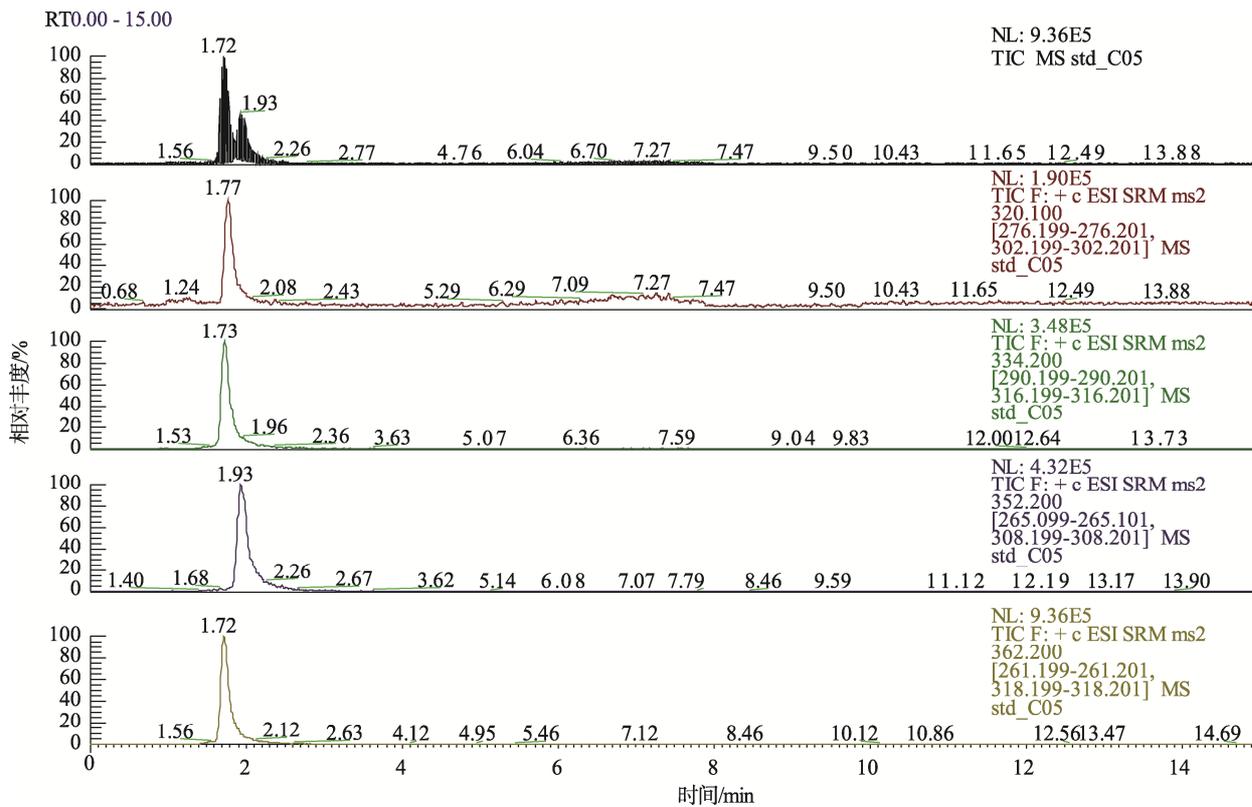


图 5 4 种化合物混标谱图
Fig.5 Mixed-label spectra of 4 kinds of compounds

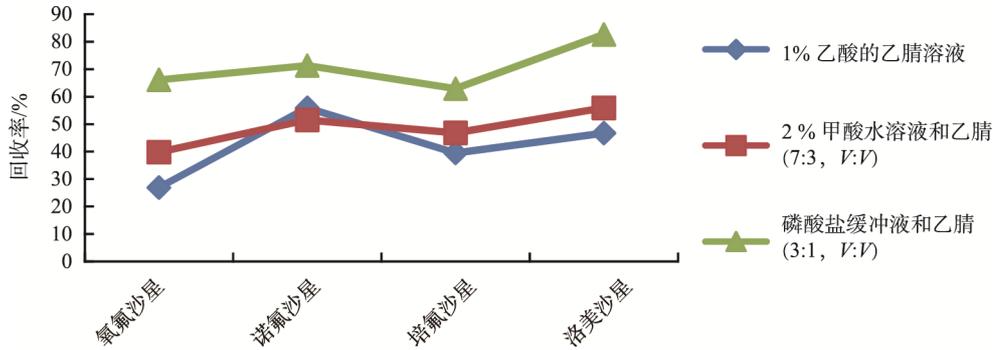


图 6 3 种提取液回收率比较

Fig.6 Comparison of recovery rates of 3 extracts

3.1.3 提取方法的优化

分别比较了 1%乙酸的乙腈溶液, 2%甲酸水溶液和乙腈(7:3, V:V)、磷酸盐缓冲液和乙腈(3:1, V:V)3 种提取液, 图 6 为 3 种提取液的回收率比较, 实验结果显示磷酸盐缓冲液和乙腈(3:1, V:V)提取效果较好。

3.1.4 净化方法的优化

由于饲料样品基质复杂, 对比了 HLB、PCX、MCX 3 种固相萃取柱回收率和净化效果。实验结果表明, MCX 效果最佳, 回收率最高能达到 90%以上, 最低也能达到 50%, 每种药物回收率均能达到预期水平, 且能很好的去除杂质干扰, 因此最终选择 MCX 柱进行净化。

3.2 方法学验证

3.2.1 线性关系

本方法检测为去除基质干扰, 采用基质添加的方法作标准系列曲线, 配制标准系列工作溶液, 其浓度为 2、5、

10、20、50 ng/mL, 作标准曲线, 氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星和沙拉沙星的相关系数 r^2 均大于 0.99, 在一系列浓度范围内具有良好的线性关系(如表 3)。空白基质加标后标准曲线图(见图 7~10)。结果表明, 4 种氟喹诺酮类药物浓度与对应的峰面积呈现良好的线性关系。

表 3 染料木素和大豆黄酮的标准曲线与线性评价
Table 3 Standard curves and linear evaluation of genistein and soybean flavonoids

化合物	线性方程	相关系数 r^2
氧氟沙星	$Y=124782X-8259.74$	0.9997
诺氟沙星	$Y=37689.3X-8535.86$	0.9932
培氟沙星	$Y=70314.6X-6194.78$	0.9931
洛美沙星	$Y=179045X-6026.71$	0.9908

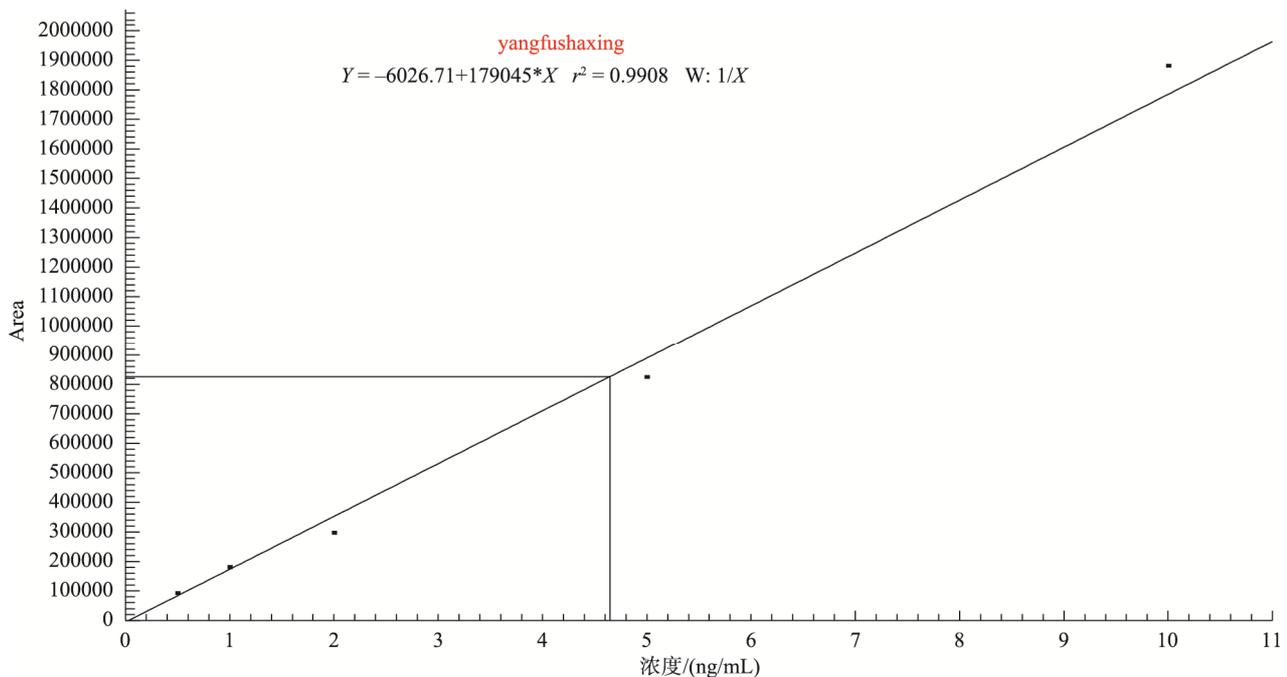


图 7 氧氟沙星基质加标曲线图

Fig.7 Ofloxacin matrix labeling curve

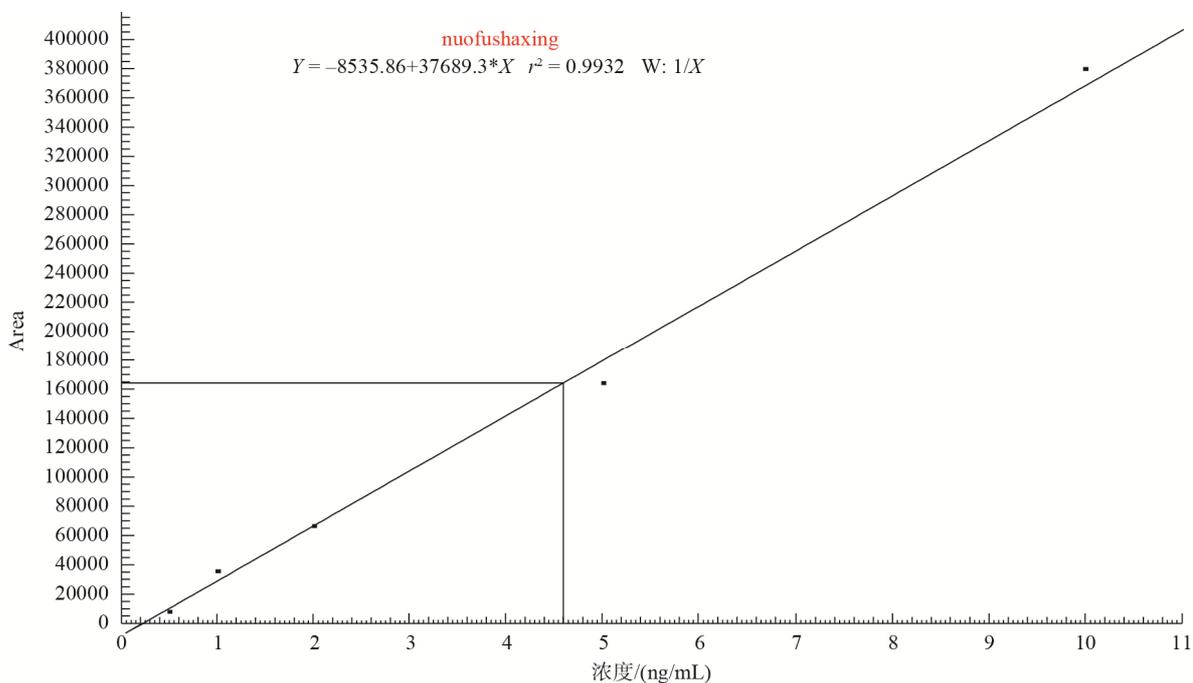


图 8 诺氟沙星基质加标曲线图
Fig.8 Norfloxacin matrix labeling curve

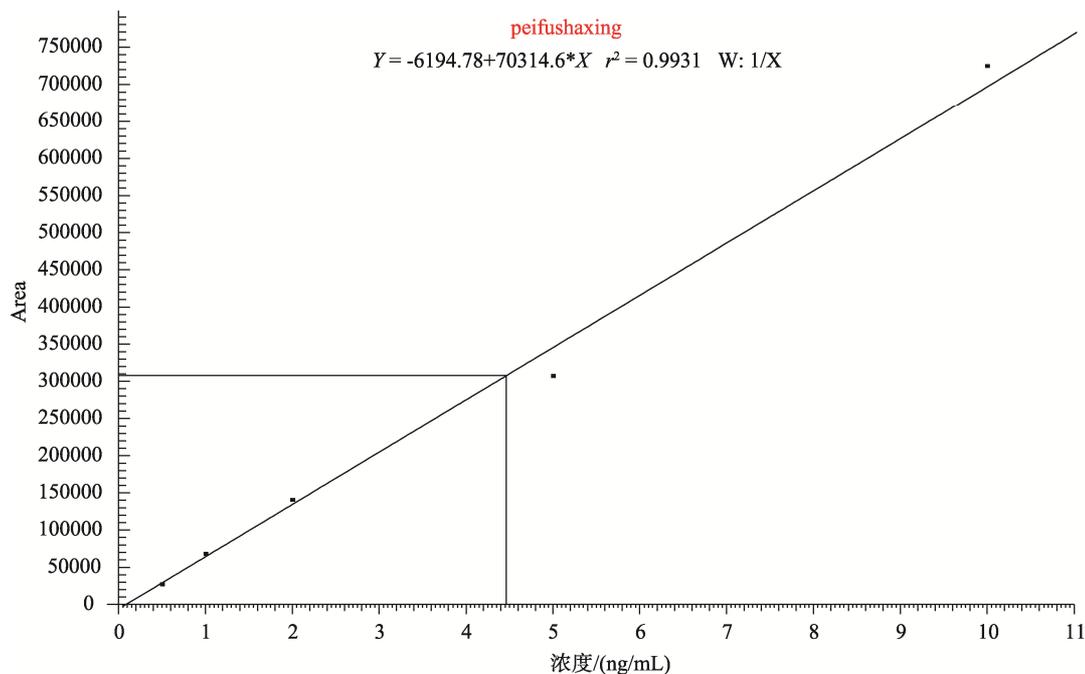


图 9 氧氟沙星基质加标曲线图
Fig.9 Ofloxacin matrix labeling curve

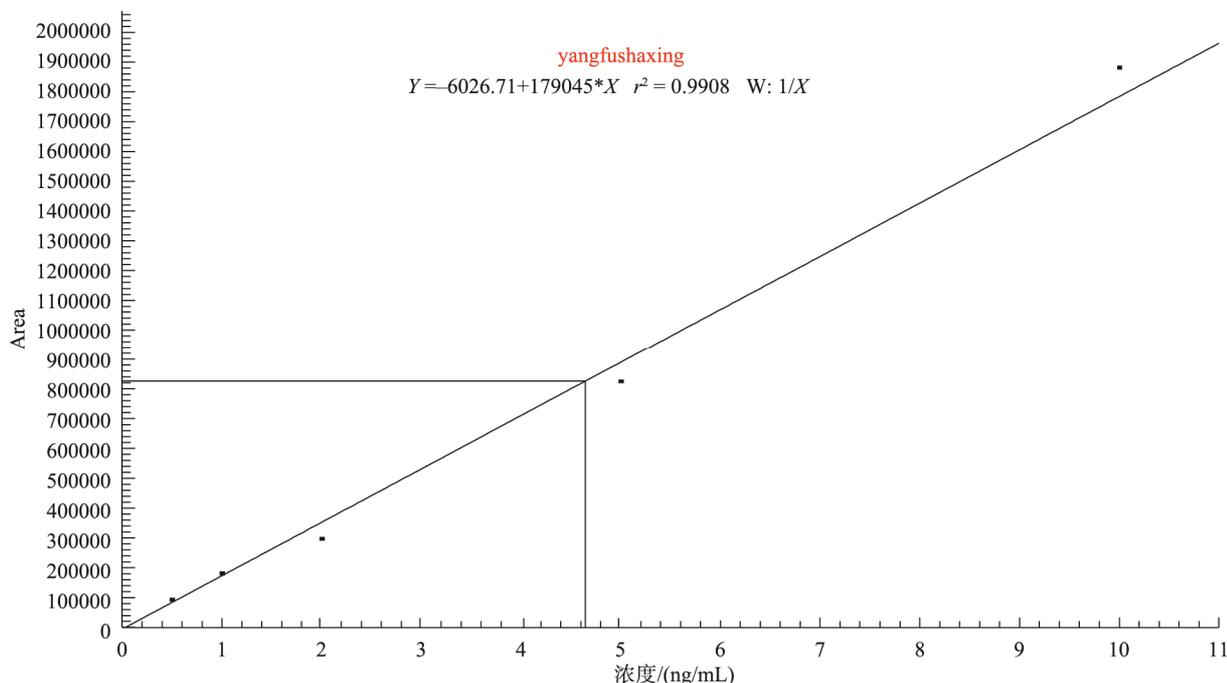


图 10 洛美沙星基质加标曲线图

Fig.10 Lomefloxacin matrix labeling curve

表 4 基质添加回收率与测定的变异系数(n=6)

Table 4 Recovery of matrix addition and coefficient of variation determined (n=6)

化合物名称	空白试样 4 种化合物含量/(ng/mL)	添加浓度/(ng/mL)	回收浓度/(ng/mL)	回收率/%	相对标准偏差/%
氧氟沙星	n.d.	20	15.6	78.0	2.08
	n.d.	50	36.6	73.3	0.87
	n.d.	100	79.3	79.3	1.32
诺氟沙星	n.d.	20	12.1	60.3	5.91
	n.d.	50	33.0	65.9	1.09
	n.d.	100	62.7	62.7	3.43
培氟沙星	n.d.	20	17.2	86.2	2.38
	n.d.	50	39.7	79.4	5.11
	n.d.	100	91.0	91.0	2.11
洛美沙星	n.d.	20	13.9	69.5	5.55
	n.d.	50	35.8	71.5	7.78
	n.d.	100	84.0	84.0	4.66

注: n.d.为未检出。

3.2.2 检测低限

按所建立的色谱条件,以 3 倍噪音比作为检测低限,4 种化合物均可达到 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$,测得本方法 4 种氟喹诺酮类药物的测定低限均可以达到 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,满足国内和国际对喹诺酮类药物残留监控的要求。

3.2.3 基质效应的消除

由于空白样品基质溶液对 4 种氟喹诺酮类标准物质有不同程度的影响,本文采用配制基质匹配标准溶液用于定量的方法,很好地消除了基质影响,完全能满足残留检测的要求。

3.2.4 方法的回收率和稳定性

用空白饲料进行添加回收实验。加标回收实验每个批次内同一浓度做 6 个平行,同时做空白对照,分析结果见表 4,4 种氟喹诺酮类抗生素在色谱柱上分离效果较好,回收率在 60.3%~91.0%之间,相对标准偏差在 0.87%~5.91%之间,方法准确度及精密度满足要求。

3.3 实际样品的测定

采用本研究中确定的检测方法对天津市辖区内 5 批次饲料样品进行 4 种化合物含量的测定,结果均未检出。

4 结 论

本研究建立了饲料中氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、沙拉沙星 4 种氟喹诺酮类残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。试样用磷酸盐缓冲液和乙腈混合进行提取, MCX 固相萃取柱净化, 以甲醇-0.1%甲酸水溶液为流动相, LC-MS/MS 法检测, 同时定性、定量测定 4 种氟喹诺酮类抗生素残留。4 种氟喹诺酮类抗生素在色谱柱上分离效果较好, 回收率在 60.3%~91.0%之间, 相对标准偏差在 0.87%~5.91%之间, 均能满足兽药残留分析的要求, 方法快速准确, 为饲料中多种兽药残留测定提供了可靠的前处理方法和检测手段。本方法可适用于对饲料中 4 种氟喹诺酮类抗生素的检测, 测定结果准确可靠、灵敏度高、重现性好。

参考文献

- [1] Hoelzer K, Wong N, Thomas J, *et al.* Antimicrobial drug use in food-producing animals and associated human health risks: what, and how strong, is the evidence? [J]. *BMC Vet Res*, 2017, 13(1): 211.
- [2] 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肉中 13 种喹诺酮类药物残留[J]. *质谱学报*, 2014, 35(2): 185-192.
Wang JQ, Ma JM, Xia X, *et al.* Simultaneous determination of 13 quinolone residues in pig muscle by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Chin Mass Spectrom Soc*, 2014, 35 (2): 185-192.
- [3] 张俊丰, 陈琳. 氟喹诺酮类药物在兽医临床的应用[J]. *兽药与饲料添加剂*, 2002, 7(5): 13-15.
Zhang JF, Chen L. Clinical application of fluoroquinolones in veterinary medicine [J]. *Vet Med Feed Addit*, 2002, 7(5): 13-15.
- [4] 李登赴. 饲料与畜禽产品质量安全问题浅析[J]. *贵州畜牧兽医*, 2008, 32(6): 19-21.
Li DF. Analysis of the quality and safety of feed and livestock products [J]. *Guizhou Anim Husb Vet Med*, 2008, 32(6): 19-21
- [5] 中华人民共和国农业部公告第 2292 号[EB/OL]. [2015-9-7]. http://www.moa.gov.cn/govpublic/SYJ/201509/t20150907_4819267.htm
Announcement No. 2292 of the Ministry of Agriculture of the People's Republic of China [EB/OL]. [2015-9-7]. http://www.moa.gov.cn/govpublic/SYJ/201509/t20150907_4819267.htm
- [6] 刘媛, 谢孟峡, 丁岚, 等. 高效液相色谱同时测定鸡蛋中 4 种氟喹诺酮类药物残留[J]. *分析化学*, 2004, 32(3): 352-355.
Liu Y, Xie MX, Ding L, *et al.* Simultaneous determination of four fluoroquinolones residues in eggs by high performance liquid chromatography [J]. *Anal Chem*, 2004, 32(3): 352-355.
- [7] 贾涛. 液相色谱-荧光法测定饲料中氟喹诺酮类药物[J]. *饲料广角*, 2012, (12): 43-46.
Jia T. Determination of fluoroquinolones in feeds by high performance liquid chromatography-fluorescence spectrometry [J]. *Feed China*, 2012, (12): 43-46.
- [8] 黄晓蓉, 郑晶, 李寿崧, 等. 鳊鱼及其制品中喹诺酮类药物残留的微生物快速检测方法[J]. *淡水渔业*, 2005, 35(4): 3-6.
Huang XR, Zheng J, Li SS, *et al.* Rapid detection of quinolone residues in eels and their products by microorganism [J]. *Freshwater Fish*, 2005, 35(4): 3-6.
- [9] 李雅丽. 喹诺酮类兽药残留的酶联免疫检测方法的研究与建立[D]. 无锡: 江南大学, 2008.
Li YL. Study and establishment of enzyme-linked immunosorbent assay for residual quinolones of veterinary drugs [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2008.

- [10] 李慧, 祁克宗, 邵黎, 等. 高效毛细管电泳用于饲料中 5 种氟喹诺酮类药物的同时测定[J]. *中国饲料*, 2009, (20): 33-37.
Li H, Qi KZ, Shao L, *et al.* Simultaneous determination of five fluoroquinolones in feed by high performance capillary electrophoresis [J]. *China Feed*, 2009, (20): 33-37.
- [11] 柯庆青, 李诗言, 贝亦江, 等. HPLC-Q-TOF/MS 法同时测定渔用饲料中磺胺类和喹诺酮类药物残留[J]. *浙江农业科学*, 2019, (1): 129-133.
Ke QQ, Li SY, Bai YJ, *et al.* Simultaneous determination of sulfonamides and quinolones residues in fishery feed by HPLC-Q-TOF/MS [J]. *Zhejiang Agric Sci*, 2019, (1): 129-133.
- [12] 岳振峰, 谢丽琪, 陈小霞, 等. 牛奶中 16 种喹诺酮类药物残留量的液相色谱-串联质谱法测定[J]. *分析测试学报*, 2008, 27(3): 240-243.
Yue ZF, Xie LQ, Chen XX, *et al.* Determination of 16 quinolone residues in milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2008, 27(3): 240-243.
- [13] 彭丽, 吴宁鹏, 张发旺, 等. 液相色谱-串联质谱法测定饲料中磺胺类和喹诺酮类药物的含量[J]. *中国兽药杂志*, 2014, 48(10): 53-59.
Peng Li, Wu NP, Zhang FW, *et al.* Determination of sulfonamides and quinolones in feed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Vet Med*, 2014, 48(10): 53-59.
- [14] 封家旺, 李封赛, 顾庆云, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定饲料中 6 种氟喹诺酮类兽药残留[J]. *畜牧与兽医*, 2015, 47(3): 101-103.
Feng JW, Li FS, Gu QY, *et al.* Determination of six fluoroquinolone veterinary drug residues in feed by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Anim Husb Vet Med*, 2015, 47(3): 101-103.
- [15] 张博华. 固相萃取-高效液相色谱联用同时分析环境水体中四种喹诺酮类抗生素[D]. 泰安: 山东农业大学, 2016.
Zhang BH. Simultaneous analysis of four quinolone antibiotics in environmental water by solid phase extraction coupled with high performance liquid chromatography [D]. Tai'an: Shandong Agricultural University, 2016.
- [16] 彭玉芬, 蔡杰, 蔡勤仁, 等. 固相萃取/UPLC-MS/MS 法检测饲料中 18 种喹诺酮类药物的研究[J]. *中国兽药杂志*, 2016, 50(12): 51-58.
Peng YF, Cai J, Cai QR, *et al.* Study on the determination of 18 quinolones in feed by solid phase extraction/UPLC-MS/MS [J]. *Chin J Vet Med*, 2016, 50(12): 51-58.
- [17] 易建希. 饲料中洛美沙星、培氟沙星、氧氟沙星、诺氟沙星的测定-高效液相色谱法[J]. *湖南饲料*, 2018, (2): 43-45.
Yi JX. Determination of lomefloxacin, pefloxacin, ofloxacin and norfloxacin in feed by high performance liquid chromatography [J]. *Hunan Feed*, 2018, (2): 43-45.

(责任编辑: 武英华)

作者简介



史艳艳, 兽医师, 主要研究方向为兽药、饲料和畜产品中药物残留检测。
E-mail: shiyanyan1216@126.com



李俊, 研究员, 博士, 主要研究方向为饲料加工与质量安全。
E-mail: lijun08@caas.cn