

超高效液相-串联质谱法测定速冻调理肉制品中 18 种喹诺酮类药物残留量

才 凤*, 赵 飞, 贾宏新

(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 high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时检测速冻调理肉制品中 18 种喹诺酮类药物的含量。**方法** 速冻调理肉制样品用酸化乙腈溶液提取净化, 采用乙腈-甲酸水体系作为流动相进行梯度洗脱, 样品在电喷雾离子源正离子多反应监测模式下进行测定, 内标法定量。**结果** 18 种喹诺酮类药物在 2.5~20 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.990。检出限和定量限分别为 0.5、1.5 $\mu\text{g/kg}$, 在 3 个不同添加水平下的平均回收率为 72.5%~110.7%, 相对标准偏差为 1.5%~11.4% ($n=6$)。**结论** 该方法操作简单、快速, 灵敏度高, 能够适用于速冻调理肉制品等肉制品的测定。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 喹诺酮类药物; 速冻调理肉制品

Determination of the residues of 18 quinolones in quick-frozen prepared meat products by ultra-high performance liquid phase tandem mass spectrometry

CAI Feng*, ZHAO Fei, JIA Hong-Xin

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

ABSTRACT: Objective To establish a method for simultaneous determination of quinolones in frozen processed meat products by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The quick-frozen conditioning meat sample was extracted and purified with acidified acetonitrile solution, and the gradient elution was carried out using acetonitrile-formic acid water system as mobile phase. It was measured in the electrospray ion source positive ion multiple reaction monitoring mode, and quantified by internal standard method. **Results** The 18 quinolones had a good linear relationship within the concentration range of 2.5–20 $\mu\text{g/L}$, and the correlation coefficients were all greater than 0.990. The limit of detection and quantification were 0.5 and 1.5 $\mu\text{g/kg}$, respectively. The average recoveries at 3 different levels of addition were 72.5%–110.7%, and the relative standard deviations were 1.5%–11.4% ($n=6$). **Conclusion** The method is simple, rapid and sensitive, and can be applied to the determination of frozen meat products.

KEY WORDS: ultra high performance liquid phase tandem mass spectrometry; quinolones; frozen meat products

基金项目: 辽宁省自然科学基金项目(2014004028)

Fund: Supported by Natural Science Foundation of Liaoning Province (2014004028)

*通讯作者: 才凤, 高级工程师, 主要研究方向为药品、保健食品和食品质量研究。E-mail: 311cf03@163.com

*Corresponding author: CAI Feng, Senior Engineer, Liaoning Inspection and Certification Center, No. 58 Changqing Street, Shenhe District, Shenyang City, Liaoning Province, China. E-mail: 311cf03@163.com

1 引 言

喹诺酮是一类合成抗生素类药物, 治疗系统感染疾病, 并且在动物饲养中作为预防和治疗药物普遍使用^[1-3]。但在禽畜养殖过程中由于不合理使用及滥用抗生素的药物, 导致动物源性食品中药物残留问题不断增加, 成为影响肉制品质量安全的主要因素^[4]。近年来, 这些药物在动物组织中的残留已引起广泛关注。联合国粮农组织、世界卫生组织食品添加剂专家联合委员会、欧盟都已制定了多种喹诺酮类药物在动物组织中的最高残留限量^[5]。目前喹诺酮类药物分析方法有高效液相色谱、液相色谱串联质谱、液相色谱与电喷雾电离串联质谱、荧光光谱法、毛细管电泳法和酶联免疫法等^[6-11]。高效液相色谱法采用紫外或荧光法测定, 紫外灵敏度低, 荧光检测虽灵敏度高, 但容易受到基质干扰, 选择性较差。毛细管电泳法方法稳定性差, 由于仪器自身限制, 难以大规模推广应用。酶联免疫法操作简单, 但难以进行定量。液相串联质谱具有高灵敏度、效率高等优点, 广泛应用于食品中的农、兽药残留的精确定量检测。由于我国食品环境的复杂化, 有必要研究更高通量的方法对肉及肉制品中的喹诺酮进行全面的筛查和监控^[12,13]。本研究采用固相萃取净化, 对超高效液相色谱-串联质谱检测器检测液相分离条件和质谱检测条件进行了优化, 同时测定速冻调理肉制品中 18 种喹诺酮类药物残留, 为相关检测单位日常监管工作提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器、试剂与材料

ESI TQD 三重四级杆质谱仪、XEVO 超高相液相色谱仪(美国 Waters 公司); UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 1.7 μm, 美国 WATERS 公司); Milli-Q A10 (美国 Millipore 公司); Vortex3 涡旋混合仪(德国 IKA 公司); DT 512H 超声波恒温水浴振荡器(朗博仪器制造有限公司); X1R 高速冷冻离心机(美国热电公司); TTL-DCII 氮吹仪(北京同泰联科技发展有限公司)。

乙腈、甲醇(色谱级, 美国 Fisher 公司); 实验用水为超纯水(18.0 MΩ)。

18 种喹诺酮类标准品包括萘啶酸(99.0%)、奥索利酸(98.0%)、氟甲喹(98.3%)、西诺沙星(99.5%, Dr.Ehrenstorfer GmbH); 依诺沙星(91.1%)(中国药品生物制品检定所); 吡哌酸(83.6%)、诺氟沙星(99.5%)、环丙沙星(84.2%)、司帕沙星(99.8%)、培氟沙星(71.1%)(中国食品药品检定研究院); 洛美沙星(99.0%)、达氟沙星(94.0%)、恩诺沙星(98.5%)、氧氟沙星(99.0%)、奥比沙星(97.8%)、氟罗沙星(99.6%)、沙拉沙星(95.0%)、双氟沙星(98.0%)(德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司); 3 种内标物标准品包括氘代诺氟沙星

(99.2%)、氘代环丙沙星(94.6%)、氘代恩诺沙星(99.8%)(德国 Witega 公司)。

样品主要来源于沈阳、本溪、铁岭、抚顺、鞍山、辽阳等地, 覆盖了以上各城市的麻辣烫店、火锅店、农贸市场、生鲜超市和各大商场等, 抽样时间 6 月到 10 月, 涉及的样品主要有鸭肉、鸡肉、午餐肉、各种丸类等速冻调理肉制品共 200 批次。

2.2 标准溶液的配制

分别精密称取各标准品、内标标准品适量, 各用 50% 甲酸乙酸甲醇定容至刻度, 配制成质量浓度约是 1000 mg/L 的单标准储备液, 置于棕色瓶中, 于-20 ℃冰箱中保存。将上述储备液用甲醇稀释为 10 mg/L 的混合标准中间液。用时根据需要, 用 0.1%甲酸-乙腈(90:10, V:V)溶液逐级稀释为混合标准工作液, 临用现配。

2%甲酸乙腈溶液的配制: 量取 98 mL 乙腈, 向其中加入 2 mL 甲酸, 混合均匀即得。

2.3 样品处理

称取匀质后的试样 5.00 g 于 50 mL 离心管中, 加入 1000 ng/mL 混合内标溶液 0.05 mL, 加入 10 mL 2%甲酸乙腈溶液, 拧紧上盖, 于涡旋混合仪上涡旋 1 min; 以 8000 r/min 的速度离心 5 min, 将上清液转移至另一 50 mL 离心管中, 残留物再用 10 mL 2%甲酸乙腈溶液提取 2 次, 合并 3 次提取液; 提取液于氮气流下吹至近干, 用 1.00 mL 初始比例流动相溶解, 加入 1 mL 正己烷, 涡旋混合 30 s, 取下层溶液过 0.22 μm 滤膜分析测。

2.4 空白基质匹配混合标准溶液的配制

取空白基质速冻调理肉制品样品, 加入混合标准工作溶液 1.00 mL, 按 2.3 方法处理样品, 即得空白基质匹配混合标准溶液。

2.5 色谱条件

色谱柱: UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 柱温: 30 ℃; 进样量: 5 μL。流动相 A 为 0.1%甲酸水溶液, 流动相 B 为乙腈溶液; 流速: 0.3 mL/min。梯度洗脱程序见表 1。

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

时间/min	流速/(mL/min)	A/%	B/%
0.00	0.3	90	10
3.00		90	10
8.00		70	30
9.00		70	30
9.50		5.0	95
11.50		5.0	95
13.00		90	10

2.6 质谱条件

电喷雾离子源(ESI); 正离子扫描; 多反应监测(multiple-reaction monitoring, MRM); 喷雾电压 3 kV; 离子源温度: 500 °C; 雾化气流速: 0.8 L/min; 质谱采集参数见表 2。

3 结果与分析

3.1 仪器条件优化

3.1.1 色谱条件

通过查阅文献^[14-16], 采用液相串联质谱测喹诺酮类药物, 流动相多采用甲酸水乙腈, 喹诺酮类药物极性较大, 且该类化合物结构式中含有羧基和哌嗪基, 属于酸碱两性化合物, 反相液相分析时色谱峰容易拖尾, 通常选择酸性溶液作为流动相, 因甲酸可为化合物提供必需的质子来源, 提高其离子化率, 本方法以 C₁₈ 色谱柱为分离柱, 以乙腈

和 0.1%甲酸水作为流动相进行梯度洗脱, 发现这 18 种药物分离良好, 峰形对称, 信号强, 灵敏度高。优化后的梯度洗脱程序见表 1。因研究中发现喹诺酮类化合物性质相近, 保留时间较为接近, 但可以通过碎片离子的差异进行区分。图 1 为 5 µg/kg 添加水平下, 速冻调理肉制品中目标化合物的总离子流色谱图。

3.1.2 质谱条件

实验采用质谱直接进样的方式将 0.5 mg/L 的混合标准中间液进样, 分别在电喷雾正离子模式下进行母离子全扫描, 确定其母离子均为[M+H]⁺。再以各化合物的分子离子峰为母离子, 进行子离子全扫描, 得到它的碎片离子信息; 通过改变碰撞能量和锥孔电压, 选择信号较强的子离子作为特征子离子, 其中丰度相对较强的为定量离子, 另一个作为定性离子, 再进行 2 个碎片离子的碰撞能量和锥孔电压等质谱条优化, 使定量离子和定性离子的响应达最优, 各种物质的灵敏度、峰形达到最佳。优化得到的质谱参数见表 2。

表 2 喹诺酮类药物的质谱参数
Table 2 mass spectrometric parameters of quinolones

药物	保留时间/min	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	锥孔电压/V	碰撞能量/eV
氟甲喹	9.12	262.1	202.0 244.0*	35	35 15
诺氟沙星	2.40	320.0	233.1 276.1*	40	25 20
依诺沙星	1.76	321.0	234.0 303.1*	40	30 35
环丙沙星	2.45	332.1	245.0 288.1*	42	18 22
洛美沙星	2.43	352.1	265.1* 308.1	39	22 16
恩诺沙星	3.93	360.3	245.0 316.0*	25	20 20
氧氟沙星	2.18	362.3	261.0 318.1*	25	30 20
氟罗沙星	2.05	370.1	269.1* 326.1	42	25 19
沙拉沙星	5.45	386.2	299.1 342.1*	45	27 18
司帕沙星	2.62	393.3	292.3 349.3*	30	25 20
奥比沙星	4.32	396.1	295.1 352.1*	36	24 18
双氟沙星	5.60	400.3	356.2 382.2*	30	20 20
培氟沙星	2.30	334.1	233.1 290.1*	42	19 19
萘啶酸	8.53	233.1	187.0 215.0*	30	25 15
奥索利酸	6.78	262.0	216.0 244.0*	32	30 19
西诺沙星	5.76	263.2	189.1 245.1*	35	30 15
吡哌酸	1.02	304.0	189.0 271.0*	36	22 16
达氟沙星	3.40	358.2	96.0 341.1*	38	25 20

注: 标注*的碎片为定量离子。

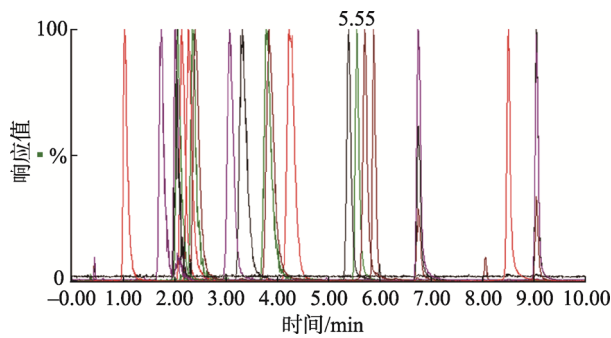


图 1 速冻调理肉制品中 18 种喹诺酮类药物的总离子流图
Fig.1 Total ion flow of 18 quinolones in quick-frozen prepared meat products

3.2 样品前处理条件的优化

喹诺酮类药物极性较大, 且该类化合物大多带有伯胺或仲胺基团, 具有一定的弱碱性, 乙腈作为提取溶剂对生物蛋白的沉淀作用较好, 能起到一定净化作用。因此考

察了添加不同体积分数的甲酸乙腈溶液作为提取溶剂的提取效果, 实验表明 2%甲酸乙腈溶液作为提取液可达提取效率最优。

3.3 线性方程、检出限与定量限

按照 2.4 项的方法配制 6 个水平的基质混工作曲线, 并在优化的色谱条件和质谱条件下进行检测。以目标化合物定量离子的峰面积与内标物定量离子的峰面积的比值(Y)作为纵坐标、质量浓度(X , $\mu\text{g/L}$)为横坐标绘制曲线, 18 种喹诺酮类药物的线性范围为 2.5~20 $\mu\text{g/L}$, 相关系数 r 均大于 0.990, 线性关系良好, 检出限为 0.5 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 1.5 $\mu\text{g/kg}$, 如表 3。

3.4 回收率和精密度

在空白样品中添加 18 种喹诺酮类药物混合标准溶液, 制备含量分别为 1.0、2.0 和 5.0 $\mu\text{g/kg}$ 的加标样品, 按照 2.3 项处理方法及 2.5 和 2.6 项的测定条件进行回收率实验, 每个添加水平平行测定, 结果见表 4。各化合物的平均回收率为 72.5%~110.7%, 相对标准偏差为 1.5%~11.4%。

表 3 线性范围、检出限与定量限
Table 3 Linear range, detection limits and quantitative limits

药物	线性方程	相关系数	检出限/($\mu\text{g/kg}$)	定量限/($\mu\text{g/kg}$)
氟甲喹	$Y=366.4X+4438.4$	0.9976	0.5	1.5
诺氟沙星	$Y=0.1464 X+0.7446$	0.9954		
依诺沙星	$Y=15.35 X+338.2$	0.9915		
环丙沙星	$Y=0.1492 X+1.211$	0.9929		
洛美沙星	$Y=45.54 X+355.5$	0.9963		
恩诺沙星	$Y=0.1147 X+1.062$	0.9911		
氧氟沙星	$Y=49.88 X+603.7$	0.9904		
氟罗沙星	$Y=43.66 X+547.9$	0.9939		
沙拉沙星	$Y=29.74 X+379.3$	0.9907		
司帕沙星	$Y=58.66 X+527.8$	0.9969		
奥比沙星	$Y=69.09 X+250.3$	0.9980		
双氟沙星	$Y=40.04 X+508.0$	0.9908		
培氟沙星	$Y=34.10 X+852.2$	0.9946		
萘啶酸	$Y=366.5 X+4438.4$	0.9963		
奥索利酸	$Y=222.5 X+1132.9$	0.9961		
西诺沙星	$Y=117.6 X+7481.2$	0.9928		
吡哌酸	$Y=4.833 X+68.74$	0.9964		
达氟沙星	$Y=42.38 X+1128.6$	0.9934		

3.5 实际样品检测

采用本方法,对200批次速冻调理肉制品食品进行检测,卫生部公布的“食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单”禁止使用喹诺酮^[17]。速冻调理肉中检出11批次含有喹诺酮类药物,环丙沙星为31.0、21.7、95.5、72.7、59.5、59.8、0.071、87.2 mg/kg,培氟沙星为59.4、56.9、200 μg/kg,恩诺沙星为20.1 μg/kg,氧氟沙星为57.1 μg/kg。

表 4 速冻调理肉制品中 18 种喹诺酮类药物回收率和精密度 (n=6)

Table 4 Recoveries and precisions of 18 quinolones in quick-frozen prepared meat products (n=6)

药物	1.5 μg/kg		2.0 μg/kg		5.0 μg/kg	
	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%	回收率 /%	RSD /%
氟甲喹	88.3	4.8	85.9	6.8	89.7	4.9
萘啶酸	86.8	5.3	88.2	6.2	91.3	5.7
奥索利酸	85.4	6.1	86.5	4.5	89.5	4.2
吡哌酸	90.5	5.7	91.3	4.2	94.2	3.1
诺氟沙星	86.3	5.9	85.3	3.0	89.7	2.8
依诺沙星	76.5	4.8	82.0	2.7	84.2	2.9
洛美沙星	77.2	7.8	83.2	6.4	85.7	4.1
丹诺沙星	76.8	10.3	88.6	3.8	89.2	4.4
西诺沙星	84.6	5.6	89.3	3.9	91.8	3.5
恩诺沙星	95.1	8.9	105.8	9.7	100.1	8.3
氧氟沙星	87.9	11.4	103.6	5.6	104.2	5.3
氟罗沙星	72.5	7.1	103.4	10.3	106.1	8.2
沙拉沙星	89.7	4.7	100.3	3.6	101.4	3.7
司帕沙星	97.4	10.3	110.7	4.1	106.8	4.1
奥比沙星	89.0	5.1	100.8	6.2	100.3	5.2
双氟沙星	74.1	7.8	86.1	3.7	87.8	3.9
培氟沙星	101.9	2.5	102.7	1.5	101.5	2.3
达氟沙星	90.8	6.4	95.3	5.2	99.3	3.9

4 结 论

本研究采用改进的方法,建立了超高效液相-串联质谱法同时检测速冻调理肉制品中18种喹诺酮类药物的分析方法。该方法操作简便、准确、快速,其灵敏度、回收率和精密度均符合检测技术的要求,可以为食品检验检测机构进行速冻调理肉制品中的喹诺酮类药物检测提供技术支持。

参考文献

[1] 乔军. 氟喹诺酮类药物的合理应用[J]. 中国现代药物应用, 2010, 4(9):

162-163.
Qiao J. Rational application of fluoroquinolones [J]. Chin J Mod Drug Appl, 2010, 4(9): 162-163.
[2] 张敏, 刘庆玉, 敖永华. 高效液相色谱-荧光检测畜禽粪污中四种氟喹诺酮类抗生素残留[J]. 湖北农业科学, 2012, 51(3): 602-604.
Zhang M, Liu QY, Ao YH. Detection of four fluoroquinolones residues in livestock and poultry feces by high performance liquid chromatography with fluorescence [J]. Hubei Agric Sci, 2012, 51(3): 602-604.
[3] 李佩佩, 郭远明, 陈雪昌, 等. 色谱法检测动物源食品中喹诺酮类药物残留研究进展[J]. 食品科学, 2013, 34(3): 303-307.
Li PP, Guo YM, Chen XC, *et al.* Progress in determination of quinolones residues in animal food by chromatography [J]. Food Sci, 2013, 34(3): 303-307.
[4] 王金秋, 马建民, 夏曦. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肌肉中13种喹诺酮类药物残留[J]. 质谱学报, 2014, 35(2): 85-192.
Wang JQ, Ma JM, Xia X. Simultaneous determination of 13 quinolones residues in pig muscle by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Mass Spectr, 2014, 35(2): 85-192.
[5] 李雅丽, 郝晓蕾, 龚宝庆, 等. HPLC-ESI-MS/MS测定动物性食品中19种喹诺酮类药物残留的研究[J]. 食品科学, 2008, 29(8): 502-506.
Li YL, Hao XL, Gong BQ, *et al.* Hplc-ESI-MS /MS determination of 19 quinolones residues in animal food [J]. Food Sci, 2008, 29(8): 502-506.
[6] 王成真, 刘戎, 张嘉慧, 等. 高效液相色谱法快速测定鸡蛋中5种氟喹诺酮类药物残留[J]. 分析测试学报, 2018, 37(5): 615-620.
Wang CZ, Liu R, Zhang JH, *et al.* Rapid determination of 5 fluoroquinolones residues in eggs by high performance liquid chromatography [J]. J Instrum Anal, 2018, 37(5): 615-620.
[7] 张续, 王君, 朱英. 鱼肉中4种喹诺酮类药物的高效液相色谱串联质谱测定方法[J]. 环境卫生学杂志, 2018, 8(6): 507-512.
Zhang X, Wang J, Zhu Y. Method for determination of four quinolones in fish by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Environ Hyg, 2018, 8(6): 507-512.
[8] 赵飞, 高广慧, 贾宏新. 超高效液相色谱-串联四极杆质谱法测定麻辣烫中喹诺酮类药物残留[J]. 分析测试学报, 2017, 36(6): 768-772.
Zhao F, Gao GH, Jia HX. Determination of quinolones in malatang by ultra-high performance liquid chromatography-tandem quadrupole mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2017, 36(6): 768-772.
[9] 李少晖, 任丹丹, 谢云峰, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肝中14种喹诺酮类药物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(4): 851-857.
Li SH, Ren DD, Xie YF, *et al.* Determination of 14 quinolones in pig liver by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(4): 851-857.
[10] 王敏娟, 胡佳薇, 田丽, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定鸡蛋中21种喹诺酮及四环素类抗生素残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2017, 27(4): 473-476.
Wang MJ, Hu JW, Tian L, *et al.* Simultaneous determination of 21 quinolones and tetracycline antibiotic residues in eggs by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Health Inspect, 2017, 27(4): 473-476.
[11] 李琳, 文学忠, 钟雯, 等. 检测氟喹诺酮类药物残留方法对比与分析[J]. 农业与技术, 2015, 35(21): 7-9.
Li L, Wen XZ, Zhong W, *et al.* Comparison and analysis of methods for

- detecting fluoroquinolones residues [J]. *Agric Technol*, 2015, 35(21): 7–9.
- [12] 陈君义, 孙慧宇, 高翔, 等. 液相色谱-串联质谱法同时测定泥鳅中 6 种喹诺酮类药物残留[J]. *食品科技*, 2013, 3(38): 324–327.
- Chen JY, Sun HY, Gao X, *et al.* Simultaneous determination of 6 quinolones residues in loach by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci Technol*, 2013, 3(38): 324–327.
- [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, 24(40): 91–95.
- Zhang ZG, Zhang J, Liu ZB. Study on 15 quinolones residues in pork by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Guangdong Agric Sci*, 2013, 24(40): 91–95.
- [14] 梁艳, 熊梅瑾, 张静静, 等. LC-MS/MS 法测定猪肉中 7 种喹诺酮类药物的残留[J]. *华西药理学杂志*, 2012, 6(27): 715–717.
- Liang Y, Xiong MJ, Zhang JJ, *et al.* Determination of 7 quinolones residues in pork by LC-MS/MS method [J]. *Chin J Pharm*, 2012, 6(27): 715–717.
- [15] 龙启萍, 曹海兰, 吕东晋, 等. 超高效液相色谱-质谱串联法测定牦牛肉中 11 种喹诺酮类药物残留[J]. *医学动物防制*, 2018, 34(6): 570–573.
- Long QP, Cao HL, Lv DJ, *et al.* Determination of 11 quinolones residues in yak meat by ultra-high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Med Anim Control*, 2018, 34(6): 570–573.
- [16] 陈晓红, 姚浔平, 李小平. 高效液相色谱-串联质谱测定鸡肉中氟喹诺酮类药物残留的研究[J]. *中国卫生检验杂志*, 2008, 7(18): 1239–1241.
- Cheng XH, Yao XP, Li XP. Determination of fluoroquinolones in chicken by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2008, 7(18): 1239–1241.
- [17] 食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单[Z]. List of non-edible substances and misusable food additives that may be illegally added in food [Z].

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介

才 凤, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为药品、保健食品和食品质量研究。
E-mail: 311cf03@163.com