

高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉中 8 种 β -受体激动剂残留

李丽珍, 吴学贵*, 李小梅, 何春慧, 张丽姬, 王芳姑, 邱小元

(海南威尔检测技术有限公司, 澄迈 571924)

摘要: **目的** 建立高效液相色谱-串联质谱法(High performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)同时测定猪肉中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗残留量的方法。**方法** 2 g 猪肉样品加入 8 mL 0.2 mol/L 乙酸钠水溶液和 50 μ L β -葡萄糖醛甙酶, 37 $^{\circ}$ C 水浴处理, 过滤后加入高氯酸除蛋白质, 用氢氧化钠调节 pH 至 9.5~10, 25 mL 乙酸乙酯分两次提取, 浓缩, 用正己烷除脂, 采用 HPLC-MS/MS 多反应监测模式检测, 外标法定量。**结果** 克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林的线性范围为 0.5 ~ 5 μ g/kg, 氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗的线性范围为 0.25 ~ 5 μ g/kg, 相关系数均大于 0.995, 沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗和喷布特罗的检出限为 0.25 μ g/kg, 定量限为 0.50 μ g/kg, 克伦特罗、莱克多巴胺、妥布特罗的检出限为 0.15 μ g/kg, 定量限为 0.25 μ g/kg。加标回收率为 82% ~ 105%, 相对标准偏差为 4.65%~16.18%($n=6$)。 **结论** 该方法经济、简便、快速、准确, 适用于猪肉中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗残留量的检测。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; β -受体激动剂; 残留; 猪肉

Determination of eight kinds of β -agonist residues in pork by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LI Li-Zhen, WU Xue-Gui*, LI Xiao-Mei, HE Chun-Hui, ZHANG Li-Ji, WANG Fang-Gu, QIU Xiao-Yuan

(Hainan Willtest Technology Co., Ltd., Chengmai 571924, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of the clenbuterol, ractopamine, salbutamol, terbutaline, chlorpromazine, fenoterol, tulobuterol and penbutolol residues in pork by high performance liquid chromatography -tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** The 2 g pork samples were added with 8 mL of 0.2 mol/L sodium acetate aqueous solution and 50 μ L of β -glucuronosylase in a water bath at 37 $^{\circ}$ C. After filtration, perchloric acid was added to remove protein, and the pH was adjusted to 9.5–10 with sodium hydroxide, extracted twice with 25 mL ethyl acetate, then concentrated, and degreased with n-hexane, detected by HPLC-MS/MS multiple reaction monitoring mode, and the contents were quantified by external standard method. **Results** Clenbuterol, ractopamine, salbutamol and terbutaline had good relationships in the range of 0.5–5 μ g/kg ($r > 0.9950$). Chlorpromazine, fenoterol, tulobuterol and penbutolol had good relationships in the range 0.25 ~ 5 μ g/kg ($r > 0.9950$). The limit of detection of salbutamol, terbutaline, chlorpromazine, fenoterol and penbutolol was 0.25

*通讯作者: 吴学贵, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: 412992054@qq.com

*Corresponding author: WU Xue-Gui, Engineer, Hainan Willtest Technology Co., Ltd., Laocheng Hi-tech Industry Demonstration Zone, Hainan, China. E-mail: 412992054@qq.com

$\mu\text{g}/\text{kg}$, and the limit of quantification was $0.50 \mu\text{g}/\text{kg}$. The detection limit of clenbuterol, ractopamine, tulobuterol was $0.15 \mu\text{g}/\text{kg}$, and the quantification limit was $0.25 \mu\text{g}/\text{kg}$. The recovery rates were 82%–105%, and the relative standard deviations were 4.65%–16.18%($n=6$). **Conclusion** This method is economical, simple, rapid and accurate, and suitable for the determination of clenbuterol, ractopamine, salbutamol, terbutaline, chlorpromazine, fenoterol, tulobuterol and penbutolol residues in pork.

KEY WORDS: liquid chromatography-tandem mass spectrometry; β -agonist; residues; pork

1 引言

β -受体激动剂常俗称“瘦肉精”，是一类具有促进蛋白质合成，抑制脂肪沉积的苯乙酸铵类化合物的统称，其母体为苯乙酸铵^[1]。根据母体结构上苯环取代基可分为苯胺型、苯酚型、苯二酚性和卤素取代型^[2]。它能提高家畜的胴体瘦肉转化率和饲料转化率^[3]，人食用含 β -受体激动剂类药物的动物源性食品，可能会引起中毒反应^[4]，会表现出心室早搏，四肢、脸、颈部骨骼肌震颤，还引发代谢紊乱等症状^[5]。农业部等国家部委先后下发了第 176 号公告、第 193 号公告和第 1519 号条例等禁止使用 β -受体激动剂类药物作为兽药和饲料添加剂^[6]。尽管 β -受体激动剂类药物已经禁用多年，但在利益驱使下，依旧有人为了谋取利益，生产、销售、使用“瘦肉精”类药物， β -受体激动剂类药物检测监控工作仍需严格执行。目前检测 β -受体激动剂所用相关标准方法有液相色谱-串联质谱法^[7-9]、气相色谱-串联质谱法^[10-12]、高效液相色谱法^[13]、胶体金免疫层析技术^[14]等检测方法。由于 β -受体激动剂进入人或动物身体后，转化为葡萄糖醛酸甙合物或硫酸甙合物^[15]， β -葡萄糖醛酸酶是一种可以使葡萄糖醛酸苷键加水分解的酶，它可以把葡萄糖醛酸甙合物或硫酸甙合物的糖苷键切断，所以检测 β -受体激动剂检测一般先进行酶解^[5]。本文参考农业部方法^[9]进行检测研究方法，该方法由于 SPE 小柱成本较高，且 SPE 小柱可能存在质量问题易造成化合物损失，因此本研究采用高氯酸沉淀蛋白后，使用正己烷净化替代 SPE 小柱净化，建立高效液相色谱-串联质谱法检测，外标法定量。此方法经济、简便、快速、准确，为 β -受体激动剂类药物提供可靠的检测方法。

2 材料与方 法

2.1 仪器、试剂和材料

1200 高效液相色谱仪(美国 Agilent Technologies 公司); API3200 三重四级杆质谱仪、Analyst1.5.2 Software(美国 AB Sciex 公司); AB204-S 电子天平(瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司); TTL-DCH 氮吹仪(北京同泰联科技发展有限公司); LXJ-IIB 低速大容量多管离心机、TGL-16G-A 台式高速冷冻离心机(上海安亭科学仪器厂)。

乙腈、甲醇、正己烷(色谱纯, 北京百灵威科技有限公司); 高氯酸(优级纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司); 甲酸(色谱纯)、 β -葡萄糖醛酸苷酶/芳基硫酸酯酶(sulfatase activity < 20000 units/mL)(德国 CNW 公司); 克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇(纯度均 $\geq 95.00\%$, 德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司); 特布他林、氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗、喷布特罗(纯度均 $\geq 98\%$, 上海安谱实验科技股份有限公司)。

2.2 标准储备液配制

分别准确适量盐酸克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗、喷布特罗标准品，用乙腈分别配制制成 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 储备液。

2.3 样品处理与净化

称取 2.00 g 样品，加入 8 mL 0.2 mol/L 乙酸铵溶液($\text{pH}=5.2$)，加入 $50 \mu\text{L}$ β -葡萄糖醛酸苷酶， $37 \text{ }^\circ\text{C}$ 水浴振荡 16 h 。酶解后放置至室，混匀， $4000 \text{ r}/\text{min}$ 离心 10 min ，取出上清液于另一离心管中，加入高氯酸调 pH 至 1.0 ± 0.2 ， $4000 \text{ r}/\text{min}$ 离心 10 min ，将上清液转移至另一离心管，加入 10 mol/L NaOH 溶液调 pH $9.5-10$ ，加入乙酸乙酯 15 mL ，涡旋混匀，并振荡 10 min ，离心 10 min ，取上清液至离心管，再下层水相中加入乙酸乙酯 10 mL ，混匀，振荡 10 min ，离心 5 min ，合并有机相，氮气吹干，加入 3 mL 乙腈饱和的正己烷，涡匀，加入 1 mL 乙腈- 0.1% 甲酸溶液($V:V=10:90$)，涡旋 1 min ， $12000 \text{ r}/\text{min}$ 离心 5 min ，弃正己烷层，下层过 $0.22 \mu\text{m}$ 有机滤膜后供高效液相色谱-串联质谱测定。

2.4 液质条件

2.4.1 色谱条件

色谱柱: Agilent Poroshell 120 EC- C_{18} ($2.1 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$, $2.7 \mu\text{m}$); 柱温: $30 \text{ }^\circ\text{C}$; 进样量: $10 \mu\text{L}$; 流动相: A 为 0.5 mmol 乙酸铵- 0.1% 甲酸水, B 为乙腈; 梯度洗脱程序如下: $0.00 \sim 2.00 \text{ min}$, A 保持 96% 不变, $2.00 \sim 7.50 \text{ min}$, $96\% \sim 4\%$ A, $7.50 \sim 8.00 \text{ min}$, $4\% \sim 96\%$ A, $8.00 \sim 14.00 \text{ min}$, A 保持 96% 不变; 流速: $0.30 \text{ mL}/\text{min}$ 。

2.4.2 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(electron spray ionization, ESI), 正离子扫描, 多反应监测(multiple- reaction monitoring,

MRM); 电喷雾电压: 5500 V; 离子源温度: 550 °C; 气帘气压力: 20 psi; 雾化气电压: 55 psi; 辅热加热气电压: 45 psi。各物质的质谱多反应监测条件如表 1 所示。

3 结果与分析

3.1 前处理步骤优化

3.1.1 标准溶液配制和定容液的选择

本文用甲醇和乙腈进标准溶液配制和定容液进行比较, 甲醇作为溶剂配制标准溶液, 取出标准溶液时, 标准溶液容易残留在移液枪头造成定量不准确, 乙腈粘度相对甲醇粘度低, 选用乙腈配制标准溶液。

3.1.2 pH 对回收率影响

沉淀蛋白后, 用氢氧化钠溶液调节 pH 对化合物回收率有影响, 文中以目标物沙丁胺醇、克伦特罗、莱克多巴胺、特布他林四种目标物为例对高氯酸溶液沉淀蛋白后用氢氧化钠溶液调节 pH 对回收率影响进行研究。阴性样品加标浓度 2.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 设计 4 个 pH 范围分别为 8.9~9.5、9.5~10、10~10.5, 进行 3 个平行加标, 回收率见表 2。研究表明 pH 对莱克多巴胺、特布他林、沙丁胺醇影响较大, 克伦特罗影响较小。pH 在 9.5~10 范围内, 四种化合物回收率高且相对稳定, 因此本实验用 NaOH 溶液将提取液调节 pH 至 9.5~10。

表 1 各目标化合物的质谱参数

Table 1 Mass spectrometry parameters of each target compound

编号	目标化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	锥孔电压/V	碰撞电压/eV
1	沙丁胺醇	302.284	164.189,107.024*	41	47,23
2	克伦特罗	277.141	202.973,258.972*	41	23,15
3	莱克多巴胺	240.234	222.132/148.164*	31	25,15
4	特布他林	226.258	152.148,125.078*	46	33,23
5	氯丙那林	214.160	117.976,153.946*	41	39,23
6	非诺特罗	304.176	135.017,106.998*	31	27,41
7	妥布特罗	228.129	119.028,153.970*	31	30,23
8	喷布特罗	292.010	133.016,236.063*	51	37,23

注: *为定量离子。

表 2 不同 pH 对应的 β -受体激动剂回收率($n=3$)

Table 2 Recovery rate of β -agonists at different pH ($n=3$)

目标物	pH 范围								
	8.9~9.5			9.5~10			10~10.5		
	序号	检测值/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	回收率/%	序号	检测值/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	回收率/%	序号	检测值/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	回收率/%
莱克多巴胺	p ₁	1.05	42	p ₁	2.79	111.6	p ₁	3.04	121.6
	p ₂	1.40	56	p ₂	2.89	115.6	p ₂	2.13	85.2
	p ₃	1.12	44.8	p ₃	2.55	102	p ₃	2.22	88.8
特布他林	p ₁	0.645	25.8	p ₁	2.19	87.6	p ₁	2.12	84.8
	p ₂	0.703	28.1	p ₂	2.13	85.2	p ₂	2.02	80.8
	p ₃	0.549	21.9	p ₃	2.02	80.8	p ₃	2.03	81.2
沙丁胺醇	p ₁	0.749	30.0	p ₁	2.08	83.2	p ₁	2.14	85.6
	p ₂	0.966	38.6	p ₂	2.14	85.6	p ₂	2.07	82.8
	p ₃	0.648	25.9	p ₃	2.10	84.0	p ₃	2.12	84.8
克伦特罗	p ₁	2.28	91.2	p ₁	2.20	88.0	p ₁	2.87	114.8
	p ₂	2.52	100.8	p ₂	2.36	94.4	p ₂	2.49	99.6
	p ₃	2.27	90.8	p ₃	2.03	81.2	p ₃	2.02	80.8

注: 加标浓度为 2.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, p₁、p₂、p₃ 分别表示对应的 pH 范围的 3 个平行回收率。

3.1.3 净化条件优化

使用 SPE 净化小柱过程中容易发生柱子堵塞及 SPE 小柱质量问题引起过柱效果不佳问题。考虑到去除蛋白质后, 提取液中主要的杂质是油脂类, 文中用正己烷去除主要杂质及其他非极性物质。用猪肉阴性样品进行实验对正己烷和 SPE 小柱净化效果进行对比, 正己烷净化效果见图 1 和 SPE 小柱净化效果见图 2。阴性样品加标浓度为 $2\mu\text{g}/\text{kg}$, 经正己烷净化后的检测图谱见图 3。从图谱可见, 正己烷和 SPE 净化效果差异较小, 对检测结果影响不大, 且正己烷净化操作简便, 同时避免 SPE 柱质量问题引起的过柱效果不佳情况发生, 提高了净化效率, 且节约试剂减少对环境污染, 同时节约实验成本。

3.2 检出限和定量限

对阴性样品添加标准溶液经前处理制成 $0.25 \sim 5\mu\text{g}/\text{kg}$ 系列标准曲线, 同时进行检出限和定量限验证, 结果见表 3。表 3 结果表明: 克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林的线性范围 $0.5\mu\text{g}/\text{kg} \sim 5\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度

范围内有较好的线性关系, 氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗的线性范围 $0.25\mu\text{g}/\text{kg} \sim 5\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度范围内有较好的线性关系, 相关系数均大于 0.995。克伦特罗、莱克多巴胺、妥布特罗检出限为 $0.15\mu\text{g}/\text{kg}$ ($S/N > 3$), 定量限为 $0.25\mu\text{g}/\text{kg}$ ($S/N > 10$)。沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗、喷布特罗检出限为 $0.25\mu\text{g}/\text{kg}$ ($S/N > 3$), 定量限为 $0.50\mu\text{g}/\text{kg}$ ($S/N > 10$), 检出限和定量限满足国家标准要求^[9]。

3.3 方法准确度和精密度

采用阴性样品加标法进行定量, 以消除阴性基质影响。在阴性样品中添加 3 个浓度添加, 研究方法准确度和精密度。克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林添加水平为 0.5、1、 $5\mu\text{g}/\text{kg}$, 氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗添加水平为 0.25、1、 $5\mu\text{g}/\text{kg}$ 。每个添加水平进行 6 个样品平行实验。计算添加平均回收率和相对偏差, 结果见表 4, 猪肉中各化合物的平均回收率为 82%~105%, 相对标准偏差为 4.65%~16.18%。

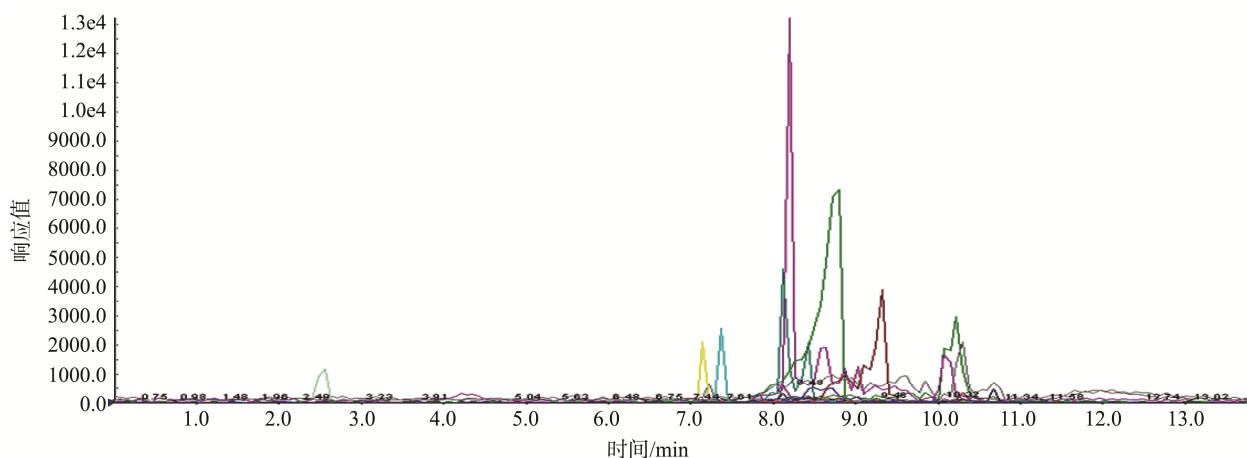


图 1 正己烷净化阴性样品图

Fig.1 Negative sample diagram of n-hexane purification

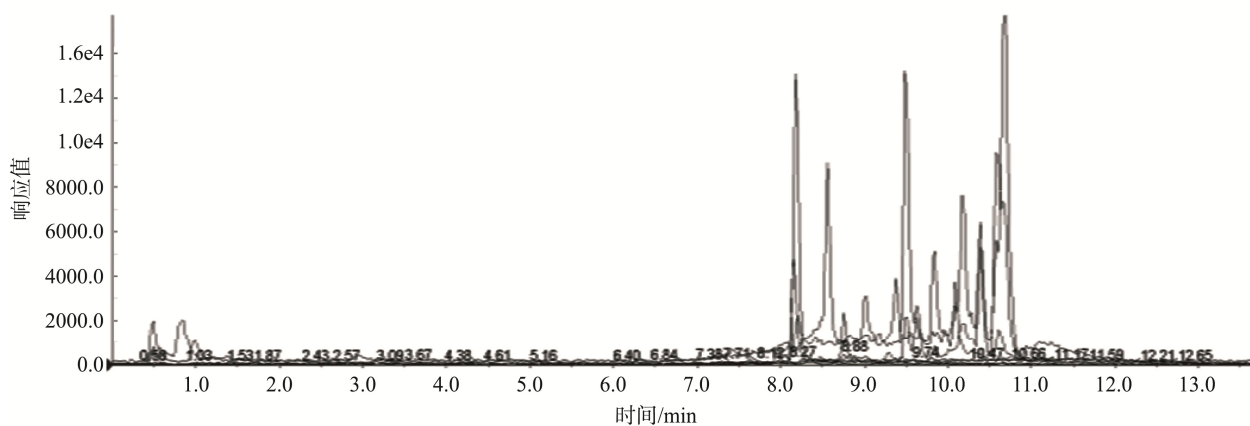


图 2 SPE 柱净化阴性样品图

Fig.2 SPE column purification of negative samples

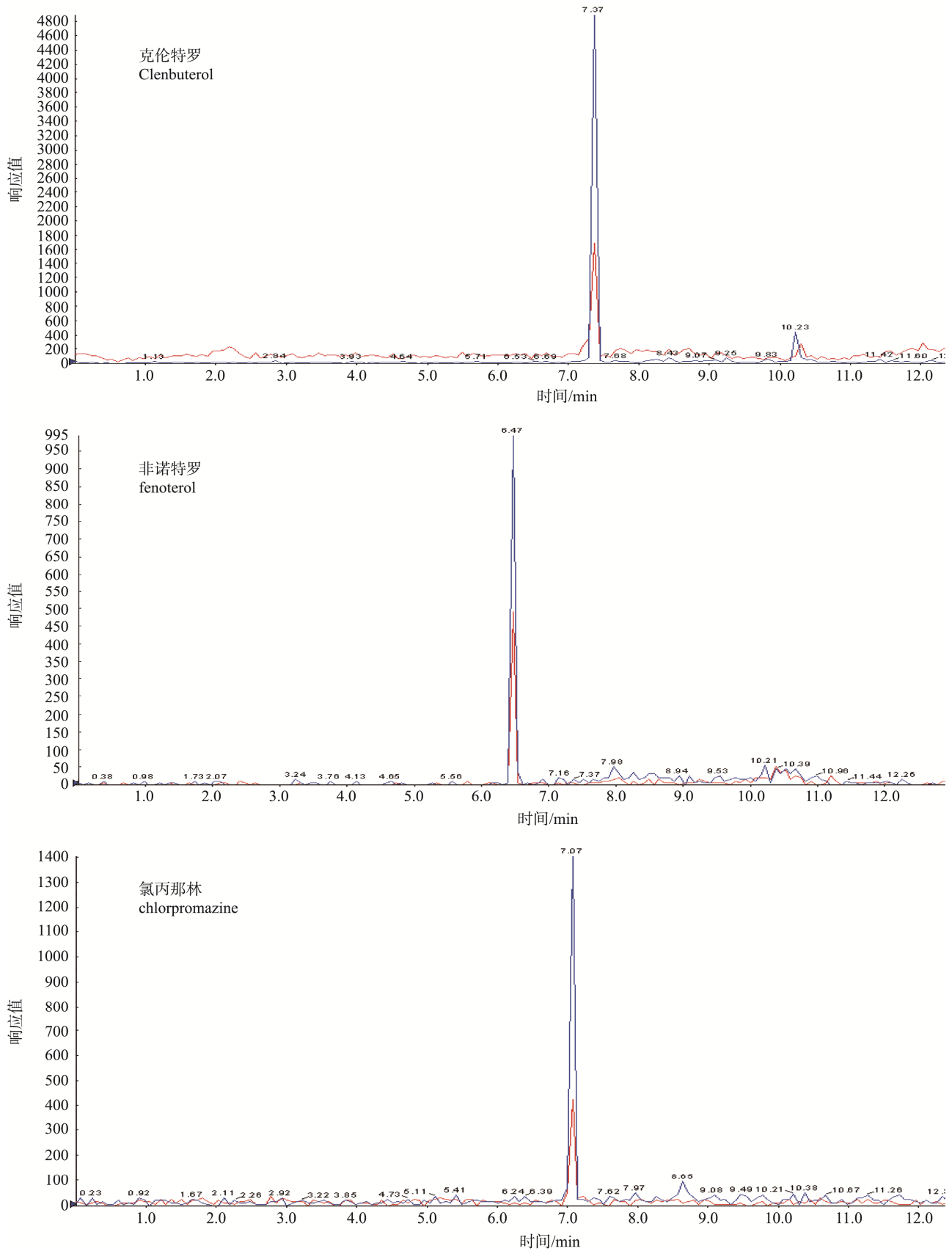
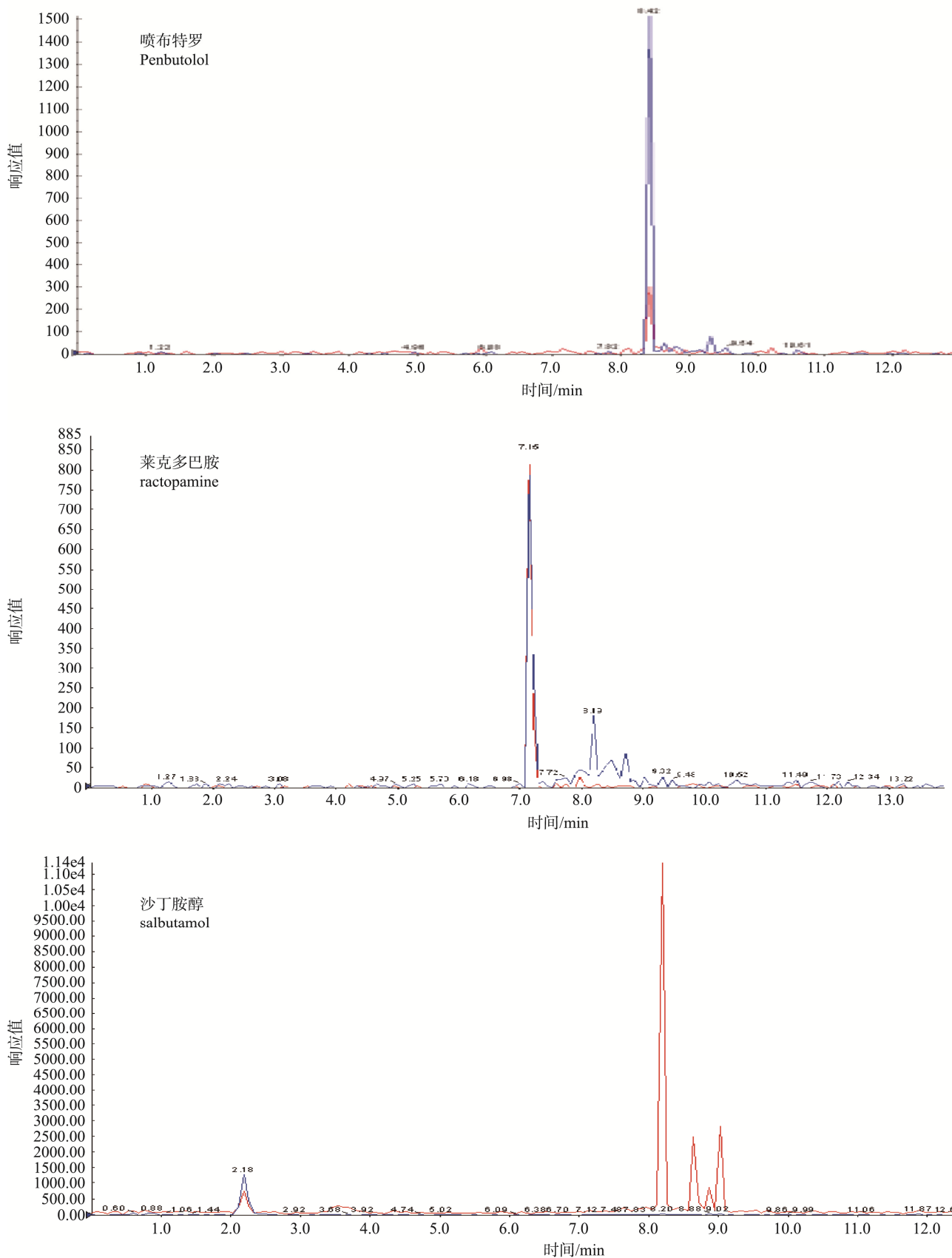
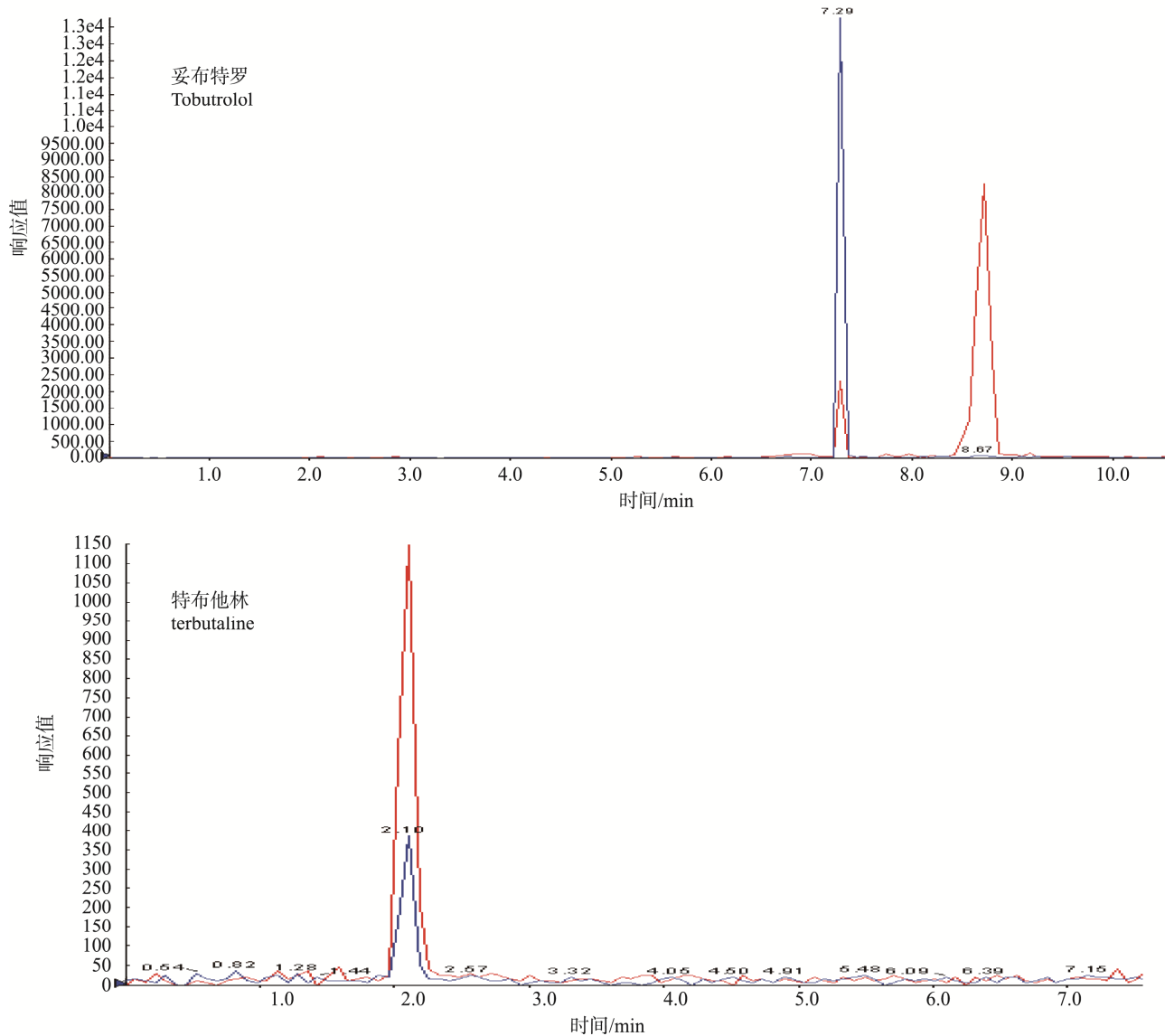


图 3 样品经正己烷净化后的 8 种 β -受体激动剂图谱
Fig.3 Chromatogram of eight kinds of β -agonists after purification with n-hexane



续图 3 样品经正己烷净化后的 8 种 β -受体激动剂图谱

Fig.3 Chromatogram of eight kinds of β -agonists after purification with n-hexane



续图 3 样品经正己烷净化后的 8 种 β -受体激动剂图谱

Fig.3 Chromatogram of eight kinds of β -agonists after purification with n-hexane

表 3 猪肉中 8 种 β -受体激动剂线性范围、回归方程、相关系数、检出限、定量限

Table 3 Linear range, regression equation, correlation coefficient, detection limit, limit quantitation of eight kinds of β -agonists in pork

化合物	线性范围/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回归方程	相关系数 r	检出限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
克伦特罗	0.5 ~ 5	$Y=0.9792X+0.012$	0.9961	0.15	0.25
莱克多巴胺	0.5 ~ 5	$Y=0.9704X+0.044$	0.9967	0.15	0.25
沙丁胺醇	0.5 ~ 5	$Y=0.9625X+0.053$	0.9971	0.25	0.5
特布他林	0.5 ~ 5	$Y=1.007X-0.011$	0.9962	0.25	0.5
氯丙那林	0.25 ~ 5	$Y=1.063X-0.140$	0.9955	0.25	0.5
非诺特罗	0.25 ~ 5	$Y=0.9714X+0.103$	0.9958	0.25	0.5
妥布特罗	0.25 ~ 5	$Y=0.9958X+0.005$	0.9998	0.15	0.25
喷布特罗	0.25 ~ 5	$Y=1.076X-0.226$	0.9962	0.25	0.5

表4 猪肉中8种 β -受体激动剂的添加浓度、平均回收率、相对标准偏差($n=6$)Table 4 Concentration, average recovery, relative standard deviation of eight kinds of β -agonists in pork ($n=6$)

编号	化合物	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率 /%	相对标准偏差 /%
1	克伦特罗	0.5	82	9.25
		1.0	99	10.00
		5.0	85	9.94
2	莱克多巴胺	0.5	90	11.32
		1.0	99	5.68
		5.0	88.6	8.76
3	沙丁胺醇	0.5	88	16.18
		1.0	104	7.98
		5.0	87.6	10.05
4	特布他林	0.5	90	10.55
		1.0	84	6.33
		5.0	85	10.92
5	氯丙那林	0.25	88	9.14
		1.0	102	8.75
		5.0	94	8.85
6	非诺特罗	0.25	100	9.40
		1.0	98	6.76
		5.0	89	9.56
7	妥布特罗	0.25	90	6.31
		1.0	101	9.41
		5.0	95	4.65
8	喷布特罗	0.25	85	9.20
		1.0	105	9.89
		5.0	99	8.85

3.4 方法验证

参加行业内能力比对,用2.3步骤进行前处理,按2.4仪器检测条件进行检测,克伦特罗和莱克多巴胺真值分别为5、3 $\mu\text{g}/\text{kg}$,内标定量检测结果分别为4.78、2.55 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率分别为95.6%、85%。外标方法定量检测结果分别为4.97、2.41 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率分别为99.4%、80.3%,结果均符合国家标准^[9]要求。

3.5 实际样品检测

采用本方法检测了40个猪肉样品及其他畜肉样品中的克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗残留检测,结果均为阴性。

4 结论与讨论

本方法应用高效液相色谱-质谱法建立猪肉中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺

特罗、妥布特罗和喷布特罗残留检测方法。用高氯酸沉淀猪肉中蛋白后,用NaOH溶液调pH至9.5~10,目标化合物取得稳定且较高回收率,采用正己烷净化可实现基质净化效果,操作简便,净化时间缩短,检测效率提高,且节省检测成本,适合大批量样品处理。该方法检出限0.15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.50 $\mu\text{g}/\text{kg}$,相对标准偏差4.65%~16.18%,满足国家标准要求。该方法经济、简便、快速、准确,适用于猪肉中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林、氯丙那林、非诺特罗、妥布特罗和喷布特罗残留检测。若样品涉及到多种动物源性基质,添加对应内标化合物相用此方法前处理,能更好消除基质干扰作用。

参考文献

- [1] 陈清平,韩峰,汪洋,等. 食源性动物组织中 β -受体激动剂研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(2): 385-393.
Chen QP, Han F, Wang Y, et al. Research progress on β -agonists in food-borne animal tissues [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(2): 385-393.
- [2] 王培龙. β -受体激动剂及其检测技术研究[J]. 农产品质量与安全, 2014, 1: 44-52.
Wang PL. The research about β -agonists and their detection techniques [J]. Qual Saf Agro-Prod, 2014, 1: 44-52.
- [3] 张苏珍,王益军,田蕴,等. 猪肝、牛肉、羊肉中5种 β -受体激动剂残留的超高效液相色谱-串联质谱分析方法的建立[J]. 动物营养学报, 2018, 30: 4087-4094.
Zhang SZ, Wang YJ, Tian Y, et al. Establishment of an ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry method for the determination of 5 kinds of gamma-receptor agonist residues in pork liver, beef and mutton [J]. Chin J Animal Nutr, 2018, 30: 4087-4094.
- [4] 沈建忠,江海洋. 畜产品中 β -受体激动剂残留及其危害[J]. 中国动物检疫, 2011, 28(6): 27-28.
Shen JZ, Jiang HY. Residues of β -adrenergic agonist in animal products and its hazards [J]. Chin Animal Health Inspect, 2011, 28(6): 27-28.
- [5] 俞晓兰,夏宝林,张维益,等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡肉中5种 β -受体激动剂残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(16): 4320-4325.
Yu XL, Xia BL, Zhang WY, et al. Determination of 5 kinds of β -agonist residues in chicken by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(16): 4320-4325.
- [6] 魏凤静. 关于“瘦肉精”分类、危害及检测标准的探讨[J]. 山东畜牧兽医, 2017, (4): 59-60.
Wei FJ. Discussion on classification, hazard and testing standards of "lean meat powder" [J]. Shangdong J Animal Sci Veter Med, 2017, (4): 59-60.
- [7] 叶培,岳振峰,肖陈贵,等. 液相色谱-串联质谱法检测猪肉中28种 β -受体激动剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(3): 682-688.
Ye P, Yue ZF, Xiao CG, et al. Determination of 28 β -agonist in pork by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2013, 4(3): 682-688.
- [8] GB/T 22286-2008 动物源性食品中多种 β -受体激动剂残留量的测定液相色谱串联质谱法[S].
GB/T 22286-2008 Determination of β -agonists residues in foodstuff of

- animal origin-Liquid chromatography-tandem mass spectrometric method [S].
- [9] 农业部 1025 号公告-18-2008 动物源性食品中 β -受体激动剂残留检测液相色谱-串联质谱法[S].
Notice No.1025th-18-2008 of the Ministry of Agriculture -Detection residues of β -agonists in feed- Liquid chromatography-tandem mass spectrometric method [S].
- [10] 农业部 1063 号公告-7-2008 饲料中 8 种 β -受体激动剂的检测 气相色谱-质谱法[S].
Notice No.1063th-7-2008 of the Ministry of Agriculture-Monitoring of 8 kinds of β -agonists in feed-Gas chromatography -mass spectrometry method [S].
- [11] 农业部 1031 号公告-3-2008 猪肝和猪尿中 β -受体激动剂残留检测 气相色谱-质谱法[S].
Notice No.1031th-3-2008 of the Ministry of Agriculture-Determination of β -agonist residues in swine liver and urine -Gas chromatography -mass spectrometry method [S].
- [12] 吴平谷, 陈慧华, 王强, 等. 气相色谱-质谱法测定动物组织中残留的 10 种 β_2 -兴奋剂[J]. 色谱, 2008, 26(1): 39-42
Wu PG, Chen HH, Wang Q, *et al.* Multi-residue analysis of 10 β_2 -agonists in animal tissues using gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2008, 26(1): 39-42.
- [13] 吴巧丽, 叶春生. 胶体金免疫层析技术快速检测莱克多巴胺残留[J]. 现代食品科技, 2012, 28(11): 1595-1599.
WU QL, Ye CS. Colloidal gold immunochromatographic assay for residual ractopamine [J]. Mod Food Sci Technol, 2012, 28(11): 1595-1599.
- [14] 张锦红, 江涛, 曾昭智, 等. HPLC 法测定猪血浆及组织中盐酸克仑特罗的含量[J]. 广东药学院学报, 2011, 27(3): 239-242.
Zhang JH, Jiang T, Zeng ZJ, *et al.* Determination of clenbuterol in plasma and tissue by HPLC [J]. J Guangdong Pharm Univ, 2011, 27(3): 239-242.
- [15] 李俊锁, 邱月明, 王超. 兽药残留分析[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002.
Li JS, Qiu YM, Wang C. Residue analysis for veterinary drug [M]. Shanghai: Shanghai Scientific & Technical Publishers, 2002.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



李丽珍, 工程师, 主要研究方向为食用农产品质量研究。

E-mail: 767605373@qq.com



吴学贵, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 412992054@qq.com