

QuEChERS 结合液相色谱串联质谱法同时测定 鸡蛋中氟虫腈与氯霉素等 7 种农兽药残留

黄梅花*

(佛山市高明区农业技术服务推广中心, 佛山 528500)

摘 要: **目的** 建立液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中氟虫腈与氯霉素等 7 种农兽药残留的分析方法。**方法** 样品经乙腈提取, QuEChERS 法进一步净化, 离心后取上清液用氮气吹至近干, 残渣用初始流动相溶解。用 5 mmol/L 乙酸铵溶液和乙腈作为流动相进行梯度洗脱, Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱进行色谱分离, 使用电子喷雾离子源(electron spray ionization, ESI-)和选择反应监测(selected reaction monitoring, SRM)模式测定, 初始流动相配制标准曲线, 外标法定量。**结果** 本方法在 8 min 内完成 7 种目标化合物的分离分析。7 种农兽药在 1~50 µg/L 范围内具有较好的线性关系, 相关系数均 r^2 大于 0.996。回收率在 82.7%~117.8%之间, 相对标准偏差小于 9.9%($n=6$)。**结论** 该方法样品前处理简单、效率高、灵敏、可靠、适用测定鸡蛋中氟虫腈与氯霉素等 7 种农兽药残留。

关键词: QuEChERS; 高效液相色谱-串联质谱法; 农兽药残留; 鸡蛋

Simultaneous determination of fipronil, chloramphenicol and other 7 kinds of pesticide and veterinary drug residues in eggs by liquid chromatography tandem mass spectrometry with QuEChERS

HUANG Mei-Hua*

(Foshan City Gaoming District Agricultural Technology Service and Popularize Center, Foshan 528500, China)

ABSTRACT: Objective To establish an analytical method for the determination of 7 kinds of pesticide and veterinary drug residues including fipronil, chloramphenicol, etc in eggs by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The sample was extracted with acetonitrile and purified for a further step using a Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe (QuEChERS) method. After centrifugation, the supernatant was taken and evaporated with nitrogen until nearly dry, the residue was dissolved by the initial mobile phase. The purified liquid was separated by the Poroshell 120 EC-C₁₈ chromatographic column with a gradient elution using 5 mmol/L ammonium acetate solution and acetonitrile as the mobile phase. The mass spectrometry was carried out by electrospray ion source (ESI-) and selective response monitoring (selected reaction monitoring, SRM) mode. The initial mobile phase prepared the standard curve and quantified by external standard method. **Results** This method completed the separation and analysis of seven kinds of target compounds in 8 minutes. There was a good linear relationship among the seven kinds of agricultural and veterinary drugs in the range of 1–50 µg/L (relative coefficient, $r^2 \geq 0.996$), the recovery was 82.7%–117.8%, and the relative standard deviation was less than 9.9%($n=6$). **Conclusion**

*通讯作者: 黄梅花, 工程师, 主要研究方向为药物残留的检测与研究。E-mail: hmh093@163.com

*Corresponding author: HUANG Mei-Hua, Engineer, Foshan City Gaoming District Agricultural Technology Service and Popularize Center, Foshan 528500, China. E-mail: hmh093@163.com

The method is simple, efficient, sensitive, reliable and can meet the requirement for simultaneous determination of fipronil, chloramphenicol and other 7 kinds of pesticide and veterinary drug residues in eggs.

KEY WORDS: QuEChERS; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; pesticide and veterinary drug residues; egg

1 引言

氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考 3 种兽药都属于酰胺醇类抗生素药物,具有良好的抗菌作用,曾在人类及动物身上被广泛使用,但因其其在动物身体中产生残留并抑制人体骨髓造血功能,引起人类再生障碍性贫血等副作用,目前已被许多国家列入禁用兽药范围^[1]。我国农业农村部公告第 250 号^[2]中规定氯霉素在所有食品动物中禁用,在动物性食品中不得检出;GB 31650-2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》^[3]规定,产蛋期家禽禁用甲砒霉素和氟苯尼考,禽蛋中不得检出。

蔓延欧洲 16 国的“毒鸡蛋”事件,是氟虫腈农药被违规使用,造成鸡蛋中检出氟虫腈。氟虫腈可杀灭跳蚤、螨和虱,被世界卫生组织列为“对人类有中度毒性”的化学品^[4]。氟虫腈,在光解、水解等作用下会发生氧化或还原反应生成氟甲腈、氟虫腈硫醚、氟虫腈砒 3 种代谢物,且这 3 种代谢物的毒性要高于氟虫腈原药^[5]。氟虫腈的残留物为氟虫腈及其 3 种代谢物之和,以氟虫腈表示^[6]。对于鸡蛋中氟虫腈的最大残留限量,国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)和日本肯定列表、美国相关标准、欧盟相关标准中的规定分别为 0.02、0.03 和 0.005 mg/kg^[7];我国的 GB 2763.1-2018《食品安全国家标准 食品中百草枯等 43 种农药最大残留限量》^[8]规定为 0.02 mg/kg。

目前鸡蛋中的只测定氯霉素等酰胺醇类兽药残留的研究有许多,如张英宣利用气相色谱法^[9],杨娜娜的高效液相色谱法^[10],方从容等的液相色谱串联质谱法^[11-14]。“毒鸡蛋”事件后鸡蛋中只测定氟虫腈农药残留的研究也有不少,如刘璇的气相色谱串联质谱法^[15],郝杰等的液相色谱串联质谱法^[16]。但这些方法专一性比较强,只能测定其中某一类农、兽药残留,同时测定鸡蛋中的氟虫腈与氯霉素等农兽药残留的研究比较少报道。因此,本研究采用分散固相萃取结合液相色谱串联质谱法同时测定鸡蛋中的氟虫腈及其代谢物与氯霉素类兽药,与国家标准方法相比优化了前处理过程,以期对鸡蛋中氟虫腈与氯霉素等农兽药残留的监控提供依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Thermo SCIENTIFIC UltiMate 3000-TSQ ENDURA (液相色谱-质谱联用仪)、ALLegra X-15R 冷冻台式离心机

(美国 Beckman Coulter 公司); MS1 涡旋混匀仪(德国 IKA 公司); AL204 电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司)。

氟虫腈、氟虫腈砒、氟甲腈、氟虫腈砒砒 4 种农药标准物质[浓度均为 1000 µg/mL,农业部环境质量监督检验测试中心(天津)];氯霉素(纯度 99.5%)、甲砒霉素(纯度 99.0%)、氟苯尼考(纯度 99.0%)3 种兽药标准品(德国 Dr.Ehrenstorfer 公司)。

乙腈、甲醇、乙酸乙酯、(色谱纯,德国 Merck 公司);氯化钠、无水硫酸钠(分析纯,天津市大茂化学试剂厂);15 mL QuEChERS 净化管(内含 400 mg PSA, 400 mg C₁₈EC, 1200 mg 无水硫酸镁,美国 Agilent 公司);0.22 µm 滤膜(美国 Agilent 公司);实验室用水为超纯水(经 Direct-Q3 超纯水器,美国密理博 Millipore 公司)。

鸡蛋:当地市场采购。

2.2 实验方法

2.2.1 溶液配制

氯霉素等 3 种兽药标准溶液的配制:分别准确称取 10 mg 的氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考标准品,用甲醇稀释至 100 mL,配成 100 µg/mL 的标准贮备液,-20 °C 保存。分别用甲醇溶液将 100 µg/mL 的标准溶液稀释至 1 µg/mL 的中间标准储备液,并置于-20 °C 的冰箱保存。

氟虫腈等 4 种农药标准溶液的配制:分别用乙腈溶液将 1000 µg/mL 的标准溶液稀释至 1 µg/mL 的单标准储备液,并置于-20 °C 的冰箱保存。

分别准确吸取 7 种 1 µg/mL 的农兽药标准溶液 1 mL,用乙腈稀释至 10 mL,配成 100 µg/L 的混合标准溶液,4 °C 保存。

标准曲线的配制:用初始流动相将混合标准溶液稀释至 0.5、1、2、5、10、20、50 µg/L。

2.2.2 样品前处理

准确称取 5 g(精确至 0.01 g)经组织匀浆机搅拌均匀的鸡蛋样品到 50 mL 的离心管中,加入 15 mL 的乙腈,涡旋混匀 1 min 后,旋转振荡 5 min。加入 1 g 氯化钠,4 g 无水硫酸钠,涡旋混匀 2 min 后,10000 r/min,4 °C 离心 6 min。吸取 8 mL 上清液至 15 mL 的 QuEChERS 净化管中,涡旋混匀 30 s 后,80000 r/min,4 °C 离心 5 min。吸取 5 mL 上清液至玻璃离心管中,40 °C 氮吹至近干,用 1 mL 的初始流动相溶解,过 0.22 µm 滤膜后上机测试。

2.2.3 液相色谱-串联质谱条件

液相色谱条件:色谱柱:Poroshell 120, EC-C₁₈ 柱

(2.1 mm×100 mm, 2.7 μm); 柱温 40 °C; 流动相 A 为 5 mmol/L 乙酸铵水溶液, 流动相 B 为乙腈。梯度洗脱程序: 0~3 min, 30%B; 3~6 min, 30%~90%B; 6~6.1 min, 90%~30%B; 6.1~8 min, 30%B, 结束。流速为 0.30 mL/min, 进样量为 10 μL。

质谱条件: 离子源为电子喷雾离子源(electrospray ionization, ESI), 采用负离子模式采集数据。电喷雾电压: 负离子模式 3000 V; 鞘气 27 Arb(赛默飞仪器的无量纲单位), 辅助气 2 Arb, 吹扫气 0 Arb; 离子传输管温度 270 °C, 喷嘴温度 300 °C; 扫描方式为选择反应监测模式(selected reaction monitoring, SRM)。

3 结果与分析

3.1 色谱与质谱条件优化

3.1.1 质谱条件优化

对浓度为 1 mg/L 的单标农兽药标准溶液以 Full Scan Q1 模式进行母离子扫描, 采用负离子模式优化, 选择信号较强且稳定的特征离子为母离子。确定母离子后, 进一步优化待测物的子离子、RF Lens 电压(射频透镜电压)、CE 值(碰撞能)。确定母离子与子离子后, 以 SRM 模式对 10 μg/L 的 7 种农兽药混合标准溶液进行分析, 详细质谱参数见表 1。

表 1 7 种农兽药的质谱参数
Table 1 Mass spectrometry parameters for 7 kinds of pesticides and veterinary drugs

序号	化合物	保留时间/min	极性	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能/V	透镜电压/V
1	甲矾霉素	1.14	阴极	354.1	185*、290	19.3、10.3	155、155
2	氟苯尼考	1.91	阴极	356.1	185、335.9*	18.5、10.3	133、133
3	氯霉素	2.16	阴极	321	152.1*、257	16.1、10.3	139、139
4	氟虫腈	7.25	阴极	437.2	251.9、329.9、331.9*	24.9、12.5、12.8	135、135、135
5	氟甲腈	7.34	阴极	388.9	281.9、350.9、352.9*	30.9、10.3、10.3	133、133、133
6	氟虫腈砒	7.48	阴极	452.9	281.9、414.9、416.8*	26.1、14.8、14.7	164、164、164
7	氟虫腈亚砒	7.51	阴极	420.9	263.9、382.9、384.9*	26.9、10.3、10.3	122、122、122

注: *为定量离子。

3.1.2 色谱条件优化

本研究采用了水-乙腈、乙酸铵水溶液-乙腈、水-甲醇、乙酸铵水溶液-甲醇共 4 种流动相组合对 7 种农兽药进行仪器分析, 比较 7 种化合物的出峰时间、分离度、峰形及峰宽、灵敏度等。结果发现: 与采用乙腈做流动相相比, 甲醇作为流动时, 7 种化合物的出峰时间整体延迟, 氯霉素、甲矾霉素、氟苯尼考 3 种兽药的峰宽较大, 而氟虫腈、氟虫腈砒、氟甲腈、氟虫腈亚砒 4 种农药的峰宽变化不大, 均较尖且对称; 与水-乙腈流动相组合相比, 采用乙酸铵水溶液-乙腈进行分析时, 氯霉素等 3 种兽药的峰形较好, 灵敏度较高。因此, 本研究采用乙酸铵水溶液-乙腈作为流动相对 7 种农兽药进行分析, 详细色谱图见图 1。

3.2 前处理条件优化

3.2.1 提取条件优化

农药残留检测的前处理实验一般采用乙腈作为提取剂如 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》^[17], 而兽药残留检测采用的提取剂一般有乙酸乙酯、甲醇、乙腈, 鸡蛋中氯霉素类残留检测多采用乙酸乙酯提取, 如 GB/T 20756-2006《可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲

矾霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》^[14], 也有采用乙腈提取的, 如张静等^[11]的研究, 另外, 还有研究在加入乙腈提取剂前会加入一定量的水以提高提取率^[15]。本实验分别采用了乙腈、乙酸乙酯、乙腈水溶液对鸡蛋中的氟虫腈与氯霉素等 7 种农兽药残留进行提取, 实验发现: 与采用乙腈作为提取剂相比, 乙酸乙酯作为提取剂时, 提取液颜色较深, 提取的杂质尤其是油脂比较多, 需要的净化材料更多。可能由于经组织匀浆后的鸡蛋样品本身是均匀液态的, 无需加水, 乙腈也可以与样品充分混合, 实验中加入水再加乙腈与只加入乙腈相比, 7 种农兽药的加标回收率接近, 具体数据见表 2。因此, 本方法选择乙腈作为提取剂。

3.2.2 净化条件优化

畜禽产品中的兽药残留的检测方法多采用正己烷来去油脂, 也有使用固相萃取小柱净化去杂质的, 还有的采用分散固相萃取的方法。本方法采用分散固相萃取法进行净化, 净化效率高, 操作方便快捷, 消耗的溶剂量少。

3.2.3 溶剂效应的消除

经分散固相萃取剂净化的溶液过 0.22 μm 滤膜后即可供液相色谱串联质谱测定, 但是由于此时的样品溶液为接近 100%乙腈, 溶剂强度大于流动相, 造成比较早出峰的氯

霉素、甲砒霉素、氟苯尼考峰展宽、峰分叉, 见图 2。另外, 氯霉素类的 3 种兽药信号值相对氟虫腓等 4 种农药的信号值小很多, 如果分散固相萃取净化后直接进入仪器测定, 此时样品前处理的整个过程是稀释的, 因此为提高氯霉素类药物的灵敏度, 同时消除溶剂效应, 见图 3, 本方法在净化后吸取 5 mL 净化液用氮气吹至近干, 再用 1 mL 初始流动相溶解的方法进行了溶剂交换的同时浓缩了样品溶液。

3.3 方法的线性范围及检出限

配制 0.5、1、2、5、10、20、50 $\mu\text{g/L}$ 7 个浓度点, 经仪器分析后, 以进样浓度 $X(\mu\text{g/L})$ 为横坐标, 峰面积 Y 为纵

坐标绘制标准曲线, 计算线性回归方程。以信噪比为 3($S/N=3$) 计算检出限(limits of detection, LOD), 信噪比为 10($S/N=10$) 计算定量限(limits of quantification, LOQ), 结果见表 3。由表 3 可知, 7 种农兽药具有良好的线性, 相关系数 r^2 大于 0.996, 定量限为 0.3~1.0 $\mu\text{g/kg}$, 可满足国内外对鸡蛋中氯霉素类兽药和氟虫腓及其代谢物残留的测定要求。

3.4 回收率及精密度实验

按 2.2.2 方法操作, 做添加回收实验, 7 种农兽药组分中 3 个加标浓度点的加标回收率为 82.7%~117.8%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 1.1%~9.9%, 具体见表 3。

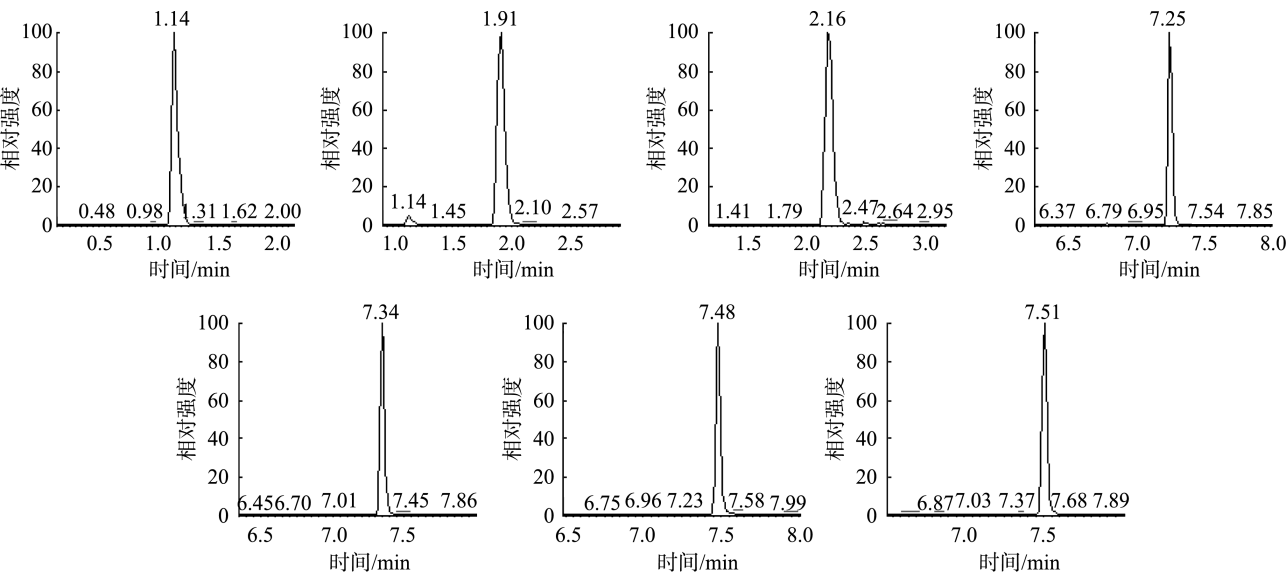


图 1 7 种农兽药的色谱图
Fig. 1 Chromatograms of 7 kinds of pesticides and veterinary drugs

表 2 不同提取剂(乙腈/乙腈+水)的提取效果
Table 2 The results of different extractants(Acetonitrile/Acetonitrile+water)

化合物	乙腈								乙腈+水							
	回收率/%							RSD/%	回收率/%							RSD/%
	1	2	3	4	5	6	平均值		1	2	3	4	5	6	平均值	
甲砒霉素	84.3	87.8	76.2	81.6	82.9	83.5	82.7	4.6	85.6	89.4	80.5	78.6	86.3	81.9	83.7	4.8
氟苯尼考	106.0	103.5	108.1	102.8	97.9	116.6	105.8	6.0	102.9	104.1	98.2	93.7	97.5	105.8	100.4	4.6
氯霉素	124.4	123.3	105.6	120.1	112.1	121.4	117.8	6.3	110.2	121.4	116.5	113.9	122.4	115.6	116.7	3.9
氟虫腓	84.4	86.0	91.0	82.0	91.9	90.4	87.6	4.6	85.9	87.2	92.6	88.6	84.9	90.7	88.3	3.3
氟甲腓	82.9	85.7	91.6	82.3	83.8	95.0	86.9	6.0	91.5	85.6	90.7	84.1	88.7	93.4	89.0	4.0
氟虫腓砒	85.8	92.7	89.9	91.0	89.8	89.6	89.8	2.5	84.9	82.7	89.4	91.4	93.7	79.5	86.9	6.3
氟虫腓亚砒	93.1	99.9	92.1	95.6	92.5	92.7	94.3	3.2	98.7	94.6	86.4	87.2	95.1	95.8	93.0	5.4

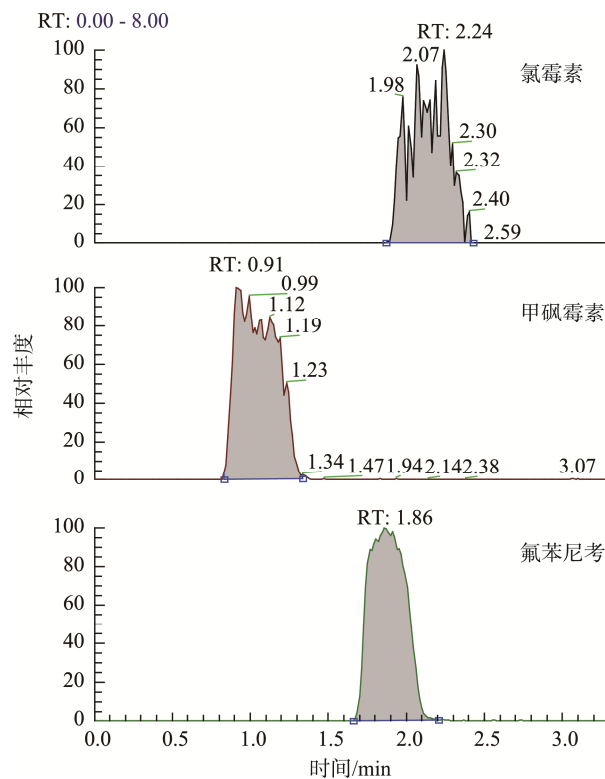


图 2 溶剂效应
Fig.2 solvent effect

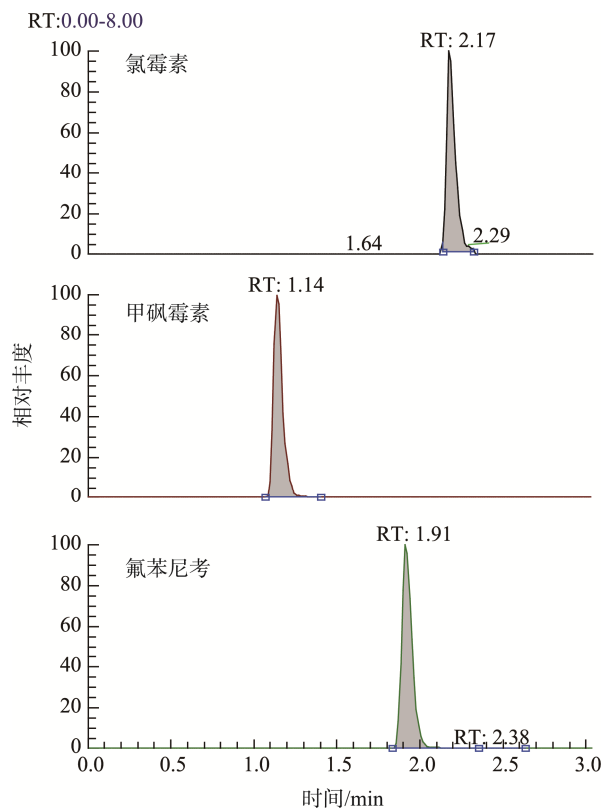


图 3 消除溶剂效应
Fig.3 Elimination of solvent effect

表 3 7 个化合物的定量限、平均回收率、精密度(n=6)
Table 3 Limits of quantification, recoveries and precisions of 7 compounds(n=6)

化合物	线性方程	相关系数 (r^2)	检出限 /($\mu\text{g/kg}$)	定量限 /($\mu\text{g/kg}$)	1.0 $\mu\text{g/kg}$		2.0 $\mu\text{g/kg}$		5.0 $\mu\text{g/kg}$	
					回收率/% RSD/%		回收率/% RSD/%		回收率/% RSD/%	
甲砒霉素	$Y=6.293\times10^3X+5.921\times10$	0.9983	0.3	1.0	104.1	9.5	82.7	7.2	86.6	2.3
氟苯尼考	$Y=8.271\times10^3X-3.45\times10$	0.9982	0.2	0.6	102.8	3.7	105.8	2.2	91.3	4.0
氯霉素	$Y=8.274\times10^3X-2.628\times10^2$	0.9991	0.3	1.0	105.5	9.2	117.8	8.9	94.6	4.9
氟虫腈	$Y=3.405\times10^4X+1.222\times10^4$	0.9967	0.1	0.3	88.3	9.1	87.6	4.9	87.9	5.2
氟甲腈	$Y=1.003\times10^5X+1.624\times10^4$	0.9998	0.1	0.3	88.8	4.7	86.9	5.9	91.2	1.1
氟虫腈砒	$Y=7.173\times10^4X+2.152\times10^4$	0.9987	0.1	0.3	96.5	9.9	89.8	2.4	87.6	1.5
氟虫腈亚砒	$Y=1.184\times10^5X-7.561\times10^3$	0.9978	0.1	0.3	93.6	8.4	94.3	3.3	85.5	7.0

从表 2 可看出本实验所做的分析方法的准确度、精密度、灵敏度均满足国内外对农药残留分析测定的要求,其中氟虫腈及其代谢物的灵敏度较高,检出限及定量限均低于 GB 23200.115-2018《食品安全国家标准 鸡蛋中氟虫腈及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》中的

0.005 mg/kg。

3.5 实际样品测定

采用本方法对来自市场的 10 份鸡蛋样品进行检测,没有发现阳性样品。

4 结论与讨论

本研究利用液相色谱串联质谱法测定鸡蛋中氯霉素与氟虫腈等7种农兽药残留,通过乙腈提取,分散固相萃取净化,做到了有效提取与高效净化,通过氮吹至近干后用初始流动相复溶达到了消除溶剂效应与浓缩样品溶液的目的,进而提高了检测方法的灵敏度,改善目标化合物的色谱峰峰形。该方法操作简单、快速,有良好的灵敏度,准确度和精密度,线性关系良好,能满足国内外对鸡蛋中氯霉素与氟虫腈等7种农兽药残留分析测定的要求。

参考文献

- [1] 施祖灏, 张小燕, 林伊莱, 等. 同位素稀释高效液相色谱串联质谱法同时测定鸡蛋中酰胺醇类药物及其代谢物[J]. 农产品质量与安全, 2012, (1): 11-16.
Shi ZH, Zhang XY, Lin YL, *et al.* Simultaneous determination of aminol drugs and their metabolites in eggs by isotopic dilutive high performance liquid chromatography series mass spectrometry [J]. Qual Saf Agro-Prod, 2012, (1): 11-16.
- [2] 中华人民共和国农业农村部公告第250号食品动物中禁止使用的药品及其他化合物清单[EB/OL]. [2020-01-06]. http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm.
Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China No. 250 List of banned drugs and other compounds in food animals [EB/OL]. [2020-01-06]. http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm.
- [3] GB 31650-2019 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量[S].
GB 31650-2019 National food safety standard-Maximum residue limits for veterinary drugs in food [S].
- [4] 崔相勇, 穆姣姣, 王岩松, 等. 液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中氟虫腈及其3种代谢物的含量[J]. 理化检验, 2018, 54(5): 601-605.
Cui XY, Mu JJ, Wang YS, *et al.* LC-MS/MS Determination of fipronil and its 3 metabolites in egg [J]. Phys Test Chem Anal, 2018, 54(5): 601-605.
- [5] 崔新仪, 储晓刚, 王大宁. 氟虫腈及其代谢物的研究进展[J]. 农药, 2008, (2): 87-89.
Cui XY, Cu XG, Wang DN. Research development of fipronil and its metabolites [J]. Agrochemicals, 2008, (2): 87-89.
- [6] GB 2763-2019 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2019 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [7] 张爱芝, 李湘江, 王志强, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速测定鸡蛋中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 色谱, 2018, 36(8): 745-751.
Zhang AZ, Li XJ, Wang ZQ, *et al.* Rapid determination of fipronil and its metabolite residues in eggs using ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(8): 745-751.
- [8] GB 2763.1-2018 食品安全国家标准 食品中百草枯等43种农药最大残留限量[S].
GB 2763.1-2018 National food safety standard-Maximum residue limits of 43 pesticides in food [S].
- [9] 张英宣. 气相色谱法测定鸡蛋中氯霉素残留量[J]. 农产品加工(学刊), 2006, (6): 65-66.
Zhang YX. Determination of chloramphenicol residue in egg by gas chromatography [J]. Acad Period Farm Prod Process, 2006, (6): 65-66.
- [10] 杨娜娜. 鸡蛋中四类兽药的高效液相色谱残留检测方法研究[D]. 保定: 河北农业大学, 2015.
- [11] Yang NN. Study on detection method of four veterinary drug residues in eggs by high performance liquid chromatography [D]. Baoding: Hebei Agricultural University, 2015.
- [12] 方从容, 高洁, 王雨昕, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中125种兽药残留[J]. 色谱, 2018, 36(11): 1119-1131.
Fang CR, Gao J, Wang YX, *et al.* Determination of 125 veterinary drugs residues in eggs by QuEChERS-ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(11): 1119-1131.
- [13] 张静, 高玉时, 周倩, 等. 高效液相色谱-电喷雾电离串联质谱法测定鸡肉、鸡蛋中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考药物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(6): 2211-2219.
Zhang J, Gao YS, Zhou Q, *et al.* Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in chicken and egg by high performance liquid chromatography-electrospray ionization-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(6): 2211-2219.
- [14] 管祖东, 吕小玲, 李文迹, 等. 液相色谱串联质谱法在检测鸡肉和鸡蛋中氯霉素残留的应用[J]. 福建畜牧兽医, 2015, 37(2): 28-30.
Guan ZD, Lv XL, Li WJ, *et al.* Determination of the residues of chloramphenicols in chicken and eggs by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Fujian J Anim Husband Veter Med, 2015, 37(2): 28-30.
- [15] GB/T 20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒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 Method for the determination of chloramphenicol, thiamphenicol, and florfenicol residues in edible animal muscles, liver and aquatic products-LC-MS-MS method [S].
- [16] 刘璇. 气相色谱-质谱法测定鸡蛋中氟虫腈的3种前处理方法比较[J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(11): 1303-1305.
Liu X. Comparison of three pretreatment methods for determination of fipronil residues in chicken eggs by gas chromatography - mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2018, 28(11): 1303-1305.
- [17] 郝杰, 邵瑞婷, 姜洁, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋、鸡肉中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 食品科学, 2019, 40(2): 318-323.
Hao J, Shao RT, Jiang J, *et al.* Determination of fipronil and its metabolites residues in chicken meat and eggs by QuEChERS-Ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2019, 40(2): 318-323.
- [18] NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S].
NY/T 761-2008 Pesticide multiresidue screen methods for determination of organophosphorus pesticides, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticides and carbamate pesticides in vegetables and fruits [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



黄梅花, 食品检测工程师, 主要研究方向为药物残留的检测与研究。
E-mail: hmh093@163.com