

QuEChERS 结合超高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中莫昔克丁残留

徐 峰^{1,2}, 于佳勇³, 吴银良^{1*}

(1. 宁波市农产品质量检测中心, 宁波 315040; 2. 宁波大学海洋学院, 宁波 315040;
3. 通标标准技术服务有限公司宁波分公司, 宁波 315040)

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)检测莫昔克丁在牛奶中残留的分析方法。**方法** 采用 1%乙酸乙腈振荡提取, 离心后取上清液加乙二胺-N-丙基硅烷吸附剂[N-(n-Propyl)ethylenediamine, PSA]和十八烷基键合硅胶(C₁₈)混合净化, 上清液氮气吹干后用 50%乙腈水溶液定容后供 LC-MS/MS 测定。**结果** 在 0.0005~0.20 mg/L 浓度范围内线性良好, 相关系数为 0.9993。莫昔克丁在牛奶中的添加水平为 0.002~0.20 mg/kg, 平均回收率为 75.0%~82.6%, 相对标准偏差为 3.6%~4.8%。**结论** 本方法快速、灵敏度高, 适用于牛奶中莫昔克丁的检测。**关键词:** 莫昔克丁; 牛奶; 超高效液相色谱-串联质谱法; QuEChERS

Determination of moxidectin in milk by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

XU Feng^{1,2}, YU Jia-Yong³, WU Yin-Liang^{1*}

[1. Ningbo Agricultural Products Quality Detect Center, Ningbo 315040, China; 2. School of Marine Sciences, Ningbo University, Ningbo 315040, China; 3. SGS-CSTC Standards Technical Services (Ningbo) Co., Ltd., Ningbo 315040, China]

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of moxidectin residues in milk by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The moxidectin was extracted by oscillation with 1% acetic acid acetonitrile, after centrifugation, the liquid supernatant purified by N-(n-Propyl) ethylenesilane (PSA) and C₁₈ absorbent, the supernatant was dried with nitrogen and dissolved with 50% acetonitrile aqueous solution. Finally, it was determined by UPLC-MS/MS. **Results** The linearity was good in the concentration range of 0.0005~0.20 mg/L, and the correlation coefficient (*r*) was 0.9993. The average recoveries was 75.0%~82.6%, and the relative standard deviations was 3.6%~4.8%, when the addition levels of moxidectin were 0.002~0.20 mg/kg in milk. **Conclusion** This method is fast, sensitive and is suitable for the detection of moxidectin in milk.

KEY WORDS: moxidectin; milk; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; QuEChERS

基金项目: 宁波市农产品质量安全创新工程(2019CXGC007)

Fund: Supported by Ningbo Agricultural Product Quality and Safety Innovation Project (2019CXGC007)

*通信作者: 吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为农兽药残留分析。E-mail: wupaddyfield@tom.com

*Corresponding author: WU Yin-Liang, Ph.D, Professor, Ningbo Agricultural Products Quality Detect Center, Ningbo 315040, China. E-mail: wupaddyfield@tom.com

0 引言

莫昔克丁(moxidectin)又称莫西菌素,属于第 3 代米尔贝霉素类抗寄生虫药物(milbemycin)^[1-2]。由链霉素发酵产生尼莫克汀(namadectin),对尼莫克汀的 C23 位进行脲基取代,C13 位缺一个二糖基,C25 位替换其他取代基,一系列化学修饰后合成莫昔克丁^[3]。特殊的化学修饰,与其他阿维菌素类药物相比,莫昔克丁的驱虫活性更高,安全性更好,且杀虫效用更长,在兽医临床中常用于牛^[4]、猪、羊^[5]、野牛、鹿等动物对抗线虫和体表寄生虫^[6]。毒理学研究表明,莫昔克丁的高亲脂性,使莫昔克丁在动物脂肪中浓度极高,药物在乳汁中出现的时间只需 3.66 d,比伊维菌素快 6 倍,同时,乳汁中的最高浓度是血浆中的 3~4 倍^[7-8]。长期饮用含有莫昔克丁的牛奶,对人体带来一定的危害。我国 GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》^[9]中规定莫昔克丁在牛奶中的最高残留限量为 40 μg/kg,美国和欧盟的残留限量也均为 40 μg/kg^[10-11]。

目前,我国对于莫昔克丁的残留检测方法主要有酶联免疫法^[12]、液相色谱法^[13-14]和液相色谱-质谱联用法^[15-19],基质均为动物性组织,如刘永涛等^[17]建立的 QuEChERS 结合高效液相色谱-串联质谱法测定水产品基质中莫昔克丁的药物残留;潘新明等^[19]建立的液相色谱串联质谱法检测动物源性食品中莫昔克丁的残留,检出限为 5 μg/kg; IOULIA 等^[1]建立了鱼组织中阿维菌素和米尔贝霉素的液相色谱质谱联用法。牛奶基质中阿维菌素类药物的检测方法报道较少,国家标准也未制定牛奶中莫昔克丁的检测方法,DURDEN^[15]比较了牛奶中正负离子模式下的 7 种阿维菌素类药物响应,尹辉等^[20]建立了牛奶基质中液相色谱-三重四级杆/线性离子阱符合质谱分析方法,但现有方法中,前处理相对较为烦琐,处理时间长,大多使用 SPE 小柱来进行富集和净化。随着莫昔克丁应用范围越来越广,使用时间的延长,剂量的增加,耐药性的出现不容忽视^[21]。因此,急需建立一种快速、高灵敏度的莫昔克丁在牛奶基质中的检测方法。本研究采用 QuEChERS 的前处理方法,超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)定量,快速、准确、灵敏度高,为实际样品的检测提供技术支持,为制定国家标准提供相关依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

XevoTM TQ-S 超高相液相色谱-串联三重四级杆质谱仪(美国 Waters 公司); KS4000ic 恒温振荡器、GENIUS3 漩涡混合器(德国 IKA 公司); Sigma 3K15 高速离心机(德国 Sigma 公司); XPE205 电子天平(梅特勒-托利多公司); N-EVAP-112 氮吹仪(美国 Organomation 公司); Milli-Q 超纯

水(美国 Millipore 公司)。
莫昔克丁(92.42%, 德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司); 乙腈(色谱纯, 德国默克公司); 甲酸、乙酸(色谱纯, 上海阿拉丁公司); 乙二胺-N-丙基硅烷(PSA)填料(40~63 μm)、十八烷基键合硅胶(C₁₈)(50 μm)(上海安谱实验科技股份有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

准确称取莫昔克丁标准物质 10 mg(精确至 0.0001 g),用乙腈溶解并定容至 100 mL,配制质量浓度为 100 mg/L 的标准储备液,-20 °C 保存,备用。
准确移取 1 mL 莫昔克丁标准储备液,用乙腈稀释至 10 mL,配制质量浓度为 10 mg/L 的标准中间液,-4 °C 保存,备用。

准确移取 1 mL 莫昔克丁标准中间液,加入 4 mL 乙腈,再用纯水稀释至 10 mL,配制质量浓度为 1 mg/L 的标准工作液,用 50%乙腈水溶液梯度稀释,配制质量浓度为 0.2、0.1、0.01、0.001、0.0005 mg/L 系列标准工作液。

分别吸取 1 mL 系列标准工作液,加入到牛奶空白样品经提取、净化和吹干后的残余物中,充分涡旋溶解,配制质量浓度为 0.2、0.1、0.01、0.001、0.0005 mg/L 系列基质匹配标准工作液。

1.2.2 样品前处理

准确称取牛奶样品 2.00 g(精确至 0.01 g)置于 50 mL 离心管中,加入 8.0 mL 色谱纯乙腈,以 350 r/min 振荡提取 10 min 后,9500 r/min 离心 3 min,吸取 4.0 mL 上清液于装有 150 mg PSA 和 150 mg C₁₈ 的 10 mL 塑料离心管中,漩涡 1 min 后 9500 r/min 离心 3 min。吸取 2.0 mL 上清液氮气吹干后用 50%乙腈水溶液定容至 1 mL 混合均匀,过 0.22 μm 滤膜后供超高效液相色谱串联质谱仪测定。

1.2.3 仪器条件

(1)液相色谱条件

采用色谱柱 Acquity UPLC BEH C₁₈ (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm),柱温 35 °C; 样品室温度: 15 °C; 流动相 A 为 0.1% 甲酸溶液,流动相 B 为 0.1%甲酸乙腈溶液,按表 1 的梯度洗脱条件进行分离,进样量为 5 μL。

表 1 流动相及流速
Table 1 The mobile phase and the flow rate

时间/min	流速/(mL/min)	A/%	B/%
0.00	0.300	25	75
1.00	0.300	25	75
3.00	0.300	5	95
4.50	0.300	5	95
4.60	0.300	25	75
6.00	0.300	25	75

(2)质谱条件

离子源: 电喷雾离子源; 扫描方式: 正离子扫描 [electron spray ionization, ESI(+)]; 检测方式: 多反应监测 (multiple reaction monitoring, MRM), 具体参数见表 2; 电离电压: 4.0 kV; 雾化气流速: 1000 L/h; 锥孔气流速: 150 L/h; 源温: 150 °C; 雾化温度: 500 °C。

1.2.4 添加回收实验

利用添加回收实验来衡量分析方法的准确度和精密度, 牛奶空白样品中添加莫昔克丁标准溶液, 添加浓度分别为 0.002、0.020、0.20 mg/kg, 每个浓度重复 5 次。

1.2.5 残留量计算方式

采用外标法计算残留量。计算公式见式(1):

$$w = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times V_4 \times A_1}{m(V) \times V_2 \times V_5 \times A} \quad (1)$$

式中 w : 样品中待测物的残留量, mg/kg;

ρ : 标样中待测物的浓度, mg/L;

V_1 : 前处理方法中总提取液体积, mL;

V_2 : 前处理方法中分取体积, mL;

V_3 : 前处理方法中定容体积, mL;

V_4 : 样品进样体积, mL;

V_5 : 标样进样体积, mL;

A_1 : 样品中待测物的峰面积;

m : 样品称取的质量, g;

A : 标样中待测物的峰面积。

2 结果与分析

2.1 质谱条件的优化

莫昔克丁属于兽医临床允许使用、有限的药物, 确证该物质至少需要 3 个识别点 (identification point, IP)。因此, 根据莫昔克丁的分子结构中含有 N 原子, 考虑 $[M+H]^+$ 模式, 在电喷雾正离子模式下, 通过对 5 mg/L 的莫昔克丁标准溶液做全扫描, 确定母离子 (1 个 IP), 再进行二级质谱扫描, 通过改变碰撞电压, 选取响应较高且稳定的 2 个离子 (3 个 IP) 作为子离子, 再次对选取的离子对进行锥孔电压和碰撞电压的优化, 最终的质谱参数见表 2。

2.2 色谱条件的优化

为了形成更稳定的 $[M+H]^+$ 加合离子, 获得更好的峰形和灵敏度, 比较了乙腈-0.1%甲酸和 0.1%甲酸乙腈-0.1%甲酸 2 种流动相体系, 结果显示同时在有机相和水相中加入甲酸, 峰形更好。确定 0.1%甲酸乙腈-0.1%甲酸溶液作为流动相, 初始比例为 75:25 ($V:V$), 流动相流速为 0.3 mL/min。

莫昔克丁属于弱极性化合物, 考虑使用常用 Acquity UPLC BEH C_{18} 柱 (2.1 mm×100 mm, 1.7 μ m), 通过 0.05 mg/L 的莫昔克丁标准溶液上机, 目标峰保留时间为 4.29 min, 靠后出峰, 峰形稍有拖尾。将 C_{18} 柱的长度换成 50 mm, 其他参数不变, 目标物保留时间为 2.29 min, 且拖尾改善, 故选择 Acquity UPLC BEH C_{18} 柱 (2.1 mm×50 mm, 1.7 μ m) 作为色谱柱。

2.3 方法前处理的优化

2.3.1 提取剂的选择

本研究比较乙腈、1%乙酸乙腈和 1%氨化乙腈 3 种不同的提取剂。在牛奶空白样品中添加 100 μ L 浓度为 1 mg/L 的标准工作液, 分别加入不同的提取剂 8 mL, 振荡提取离心后, 取上清液 0.5 mL, 加入 0.5 mL 纯水, 上机计算回收率, 用同浓度基质标准工作液校正定量。由于牛奶中含有蛋白质和脂肪, 加入 1%氨化乙腈时, 牛奶提取液沉淀成一团, 加入乙腈和 1%乙酸乙腈时, 牛奶提取液均出现沉淀颗粒物。回收率结果显示, 1%氨化乙腈的回收率只有 40%~50%, 乙腈的回收率在 70%~86%之间, 1%乙酸乙腈作为提取剂时, 回收率在 85%~90%之间, 故选择乙酸乙腈。同时比较了 0.1%乙酸乙腈、1%乙酸乙腈和 2%乙酸乙腈 3 种不同酸度的提取剂, 结果表明 1%乙酸乙腈条件下, 回收率较其他 2 种酸度提取剂更好, 因此, 最终确定 1%乙酸乙腈作为本研究的提取溶剂。

本研究在确定提取剂的前提下, 对提取剂的使用量进行了研究。在牛奶空白样品中添加 100 μ L 浓度为 1 mg/L 的标准工作液, 分别加入 6、8 和 10 mL 的提取剂, 进行相同的前处理操作, 计算回收率。结果表明提取剂使用量为 8 mL 和 10 mL 时, 回收率在 85%~96%之间, 本着对环境友好的要求, 选择提取剂使用量为 8 mL。

表 2 质谱分析参数
Table 2 MS/MS parameters

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	驻留时间/s	锥孔电压/V	碰撞电压/eV
莫昔克丁	640.4	498.2	0.150	42	10
		528.4*	0.150	42	8

注: *为定量离子。

2.3.2 净化剂的选择

残留检测过程中,常使用 SPE 小柱和分散固相萃取法净化杂质,由于 SPE 小柱净化过程溶剂使用量大、耗时,因此本研究采用分散固相萃取法。在牛奶空白提取液中添加 100 μL 浓度为 1 mg/L 的标准工作液,用不同的 PSA 和 C₁₈ 的量净化,用对应基质标准溶液校正,计算回收率,同时计算对应的基质效应(斜率比=基质标准曲线斜率/纯溶剂标准曲线斜率)来反映净化效果。结果表明,单独使用 PSA 时,改变 PSA 的使用量,净化效果变化不明显(图 1a),在 PSA 的基础上,1:1 加入 C₁₈,由于 C₁₈ 能吸附油脂,起到很好的净化作用,图 1b 表明当 PSA+C₁₈(150 mg+150 mg)时,净化效果最好,满足检测条件。

2.4 线性关系和定量限

将 1.2.1 节配制的基质标准工作液进样分析,以莫昔克丁质量浓度(X , mg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标绘制溶剂标准工作曲线。结果表明,莫昔克丁在质量浓度为 0.0005~0.2 mg/L 范围内线性相关,见表 3。测定添加 2 μg/kg 莫昔克丁的空白样品,用外标法计算定量限(≥ 10 倍信噪比计算),结果表明信噪比大于 10,莫昔克丁的定量

限为 2 μg/kg,满足检测的要求。

2.5 基质效应

将 1.2.1 节配制的标准工作液进样分析,以莫昔克丁质量浓度(X , mg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标(Y)绘制溶剂标准工作曲线,得出莫昔克丁纯溶剂线性回归方程为 $Y=960061X+2627$,相关系数 r 为 0.9973。

考察基质效应的公式为基质效应=基质匹配标准曲线斜率/纯溶剂标准曲线斜率。大于 1 和小于 1 分别代表基质增强和基质抑制作用。结果表明莫昔克丁在牛奶中的基质效应为 0.87,基质效应的容许范围为 0.8~1.2,符合检测要求^[21]。

2.6 回收率和精密度

添加回收实验结果显示(表 4):莫昔克丁在牛奶中的添加浓度为 0.002~0.20 mg/kg,平均回收率在 75.0%~82.6%之间,相对标准偏差最大值为 4.8%。根据欧盟 2002/657/EC,对兽药残留检测方法不同添加浓度的回收率原则要求,本方法的回收率范围符合欧盟要求^[23]。图 2 为莫昔克丁在牛奶中添加浓度为 0.002 mg/kg 时的色谱图,基质空白色谱图表明空白样品无干扰。

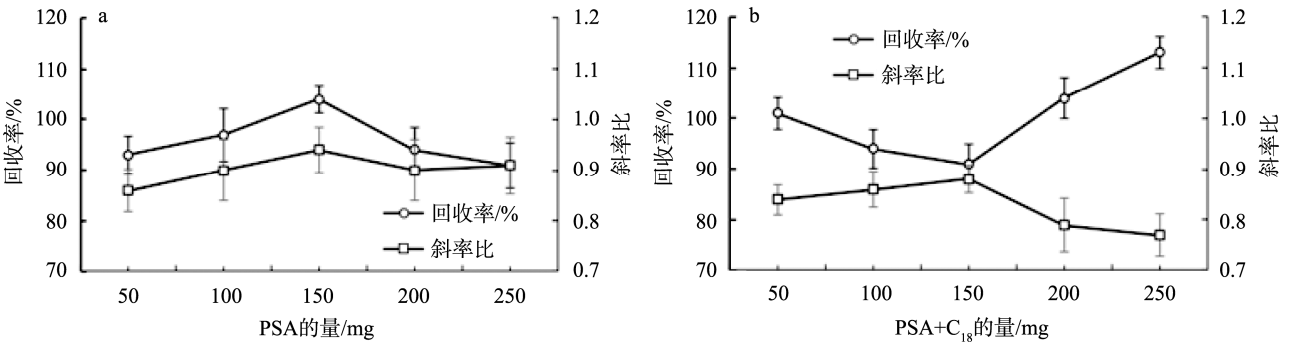
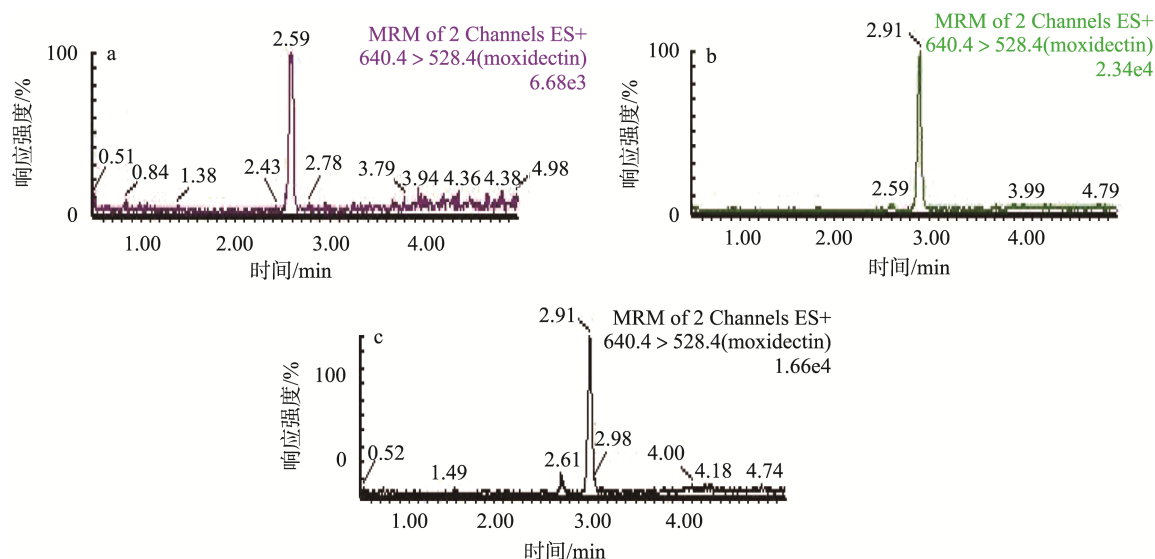


图 1 不同 PSA 净化量(a)和不同 PSA-C₁₈(1:1) (b)净化量对莫昔克丁在牛奶中回收率的影响和对应的基质效应
Fig.1 Effect of different amounts of PSA (a) and PSA-C₁₈ (1:1) (b) on the recovery of moxidectin in milk and the corresponding matrix effects

表 3 莫昔克丁的线性回归方程、相关系数、线性范围和定量限 Table 3 Equations of linear regression, correlation coefficients (r), linear ranges and limits of quantification (LOQs) of moxidectin				
分析物	线性范围/(mg/L)	线性方程	相关系数(r)	定量限/(μg/kg)
莫昔克丁	0.0005~0.20	Y=837601X+1467	0.9993	2.0

表 4 莫昔克丁在牛奶中的添加回收率(n=5) Table 4 Recoveries of moxidectin in milk at three levels (n=5)			
分析物	添加水平/(mg/kg)	牛奶	
		平均回收率/%	相对标准偏差 RSD/%
莫昔克丁	0.002	75.0	4.8
	0.020	81.8	3.8
	0.20	82.6	3.6



注: a: 牛奶空白样品; b: 基质匹配标准溶液; c: 0.002 mg/kg 添加样品。

图2 莫昔克丁色谱图

Fig.2 The chromatograms of moxidectin

3 结论与讨论

本研究建立了 QuEChERS 前处理方法结合超高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中莫昔克丁残留的分析方法。采用 1%乙酸乙腈振荡提取,离心后取上清液加 PSA 和 C_{18} 混合净化,吸取 2 mL 上清液氮气吹干后用 50%乙腈水溶液定容后供 LC-MS/MS 测定。通过对前处理条件的优化,减少了有机溶剂的使用量,节约了时间成本,提高了检测方法的灵敏度,且该方法重现性好,为实际检测工作提供了技术支持。

参考文献

- [1] IOULIA CM, MARILENA ED, NIKOLAOS ST. Ionization study and simultaneous determination of avermectins and milbemycines in fish tissue by LC-ESI-MS/MS [J]. J Chromatogr B, 2019, 1104: 134–140.
- [2] BURCU A, AYHAN F. The effects of heat applications on macrocyclic lactone-structured antiparasitic drug residues in cows' milk [J]. Food Addit Contam, 2020, 37(7): 1145–1155.
- [3] MCKELLAR QA, BENCHAOUI HA. Avermectins and milbemycins [J]. J Vet Pharmacol Therap, 1996, 19: 331–351.
- [4] FAZZIO LE, STREITENBERGER N, GALVAN WR. Efficacy and productive performance of moxidectin in feedlot calves infected with nematodes resistant to ivermectin [J]. Vet Parasitol, 2016, 223: 26–29.
- [5] VADLEJCH J, MAKOVICH YP, CADKOVA Z, et al. Efficacy and persistent activity of moxidectin against natural muelleriuscapillaris, infection in goats and pathological consequences of muelleriosis [J]. Vet Parasitol, 2016, 218: 98–101.
- [6] 郑小莉,林仙军. 莫西菌素在养殖业中的应用与研究[J]. 浙江畜牧兽医, 2014, 39(1): 21–22.
- ZHENG XL, LIN XJ. Application and research of moximectinin aquaculture industry [J]. Zhejiang Anim Husb Vet, 2014, 39(1): 21–22.
- [7] OUKESSOU M, BERRAG B, ALVINERIE M. A comparative kinetic study of ivermectin and moxidectin in lactating camels (*Camelus dromedarius*) [J]. Vet Parasitol, 1999, 83: 151–159.
- [8] 杜小燕, 蒋金书, 李志强. 莫西菌素的研究进展[J]. 中国兽医杂志, 2003, 39(6): 47–49.
- DU XY, JIANG JS, LI ZQ. Research progress on moximectin [J]. Chin J Vet Med, 2003, 39(6): 47–49.
- [9] 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 standards-Maximum residue limits for veterinary drugs in foods [S].
- [10] AMERICA. Electronic code of federal regulation [EB/OL]. [2020-09-28]. https://www.ecfr.gov/cgi-bin/text-idx?c=ecfr&sid=0b4fb497199a62567a43c7136412b4d7&tpl=/ecfrbrowse/Title21/21cfr556_main_02.tpl 2020-09-28.
- [11] (EU) No 37—2010 Regulations Official European union [S].
- [12] CROOKS SRH, BAXTER AG, MCCAUGHEY WJ. Detection of ivermectin residues in bovine liver using an enzyme immunoassay [J]. Analyst, 1998, 123(2): 355–358.
- [13] 张睿, 王海涛, 姚燕林, 等. 柱前衍生高效液相色谱法检测动物源性食品中 4 种阿维菌素类药物残留[J]. 检验检疫科学, 2008, 18(4): 29–32.
- ZHANG R, WANG HT, YAO YL, et al. Pre-column derivatization and high performance liquid chromatography for the detection of 4 amepamectins in animal-derived foods [J]. Inspect Quarant Sci, 2008, 18(4): 29–32.
- [14] ALIM S, SUN T, MCLEROY GE, et al. Confirmation of eprinomectin, moxidectin, doramectin, and ivermectin in beef liver by liquid chromatography/positive ion atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry [J]. J AOAC Int, 2000, 83(1): 31–38.
- [15] DURDEN DA. Positive and negative electrospray LC-MS-MS methods for quantitation of the antiparasitic endectocide drugs, abamectin, doramectin, emamectin, eprinomectin, ivermectin, moxidectin and

- selamectin in milk [J]. *J Chromatogr B*, 2007, 850(12): 134–146.
- [16] 宫小明, 董静, 孙军, 等. 动物源性食品中阿维菌素类药物残留的 QuEChERS-液质联用法测定[J]. *分析测试学报*, 2010, 29(9): 933–937.
- GONG XM, DONG J, SUN J, *et al.* Determination of avermectin residues in animal-originated food stuffs by QuEChERS and liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2010, 29(9): 933–937.
- [17] 刘永涛, 余琳雪, 王桢月, 等. 改良的 QuEChERS 结合高效液相色谱-串联质谱同时测定水产品中 7 种阿维菌素类药物残留[J]. *色谱*, 2017, 35(12): 1276–1285.
- LIU YT, YU LX, WANG ZY, *et al.* Simultaneous determination of seven avermectin residues in aquatic products by modified QuEChERS combined with high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2017, 35(12): 1276–1285.
- [18] 周秀锦, 周向阳, 邵宏宏, 等. ASE-SPE-HPLC-MS/MS 检测水产品中阿维菌素类药物残留[J]. *安徽农业科学*, 2014, 42(22): 7406–7408.
- ZHOU XJ, ZHOU XY, SHAO HH, *et al.* Determination of avermectin residues in aquatic products by ASE-SPE-HPLC-MS/MS [J]. *J. Anhui Agric Sci*, 2014, 42(22): 7406–7408.
- [19] 潘新明, 潘守奇, 于金玲, 等. 液相色谱串联质谱检测动物源性食品中莫西丁克残留[J]. *安徽农业科学*, 2011, 39(22): 13563–13564, 13567.
- PAN XM, PAN SQ, YU JL, *et al.* Determination of moxidecton residues in animal-derived food by LC-MS/MS [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2011, 39(22): 13563–13564, 13567.
- [20] 尹晖, 王亦琳, 叶妮, 等. 液相色谱-三重四极杆/线性离子阱符合质谱技术检测牛奶中莫西丁克残留[J]. *中国兽药杂志*, 2020, 54(10): 30–35.
- YIN H, WANG YL, YE N, *et al.* Determination of moxidecton residues in milk by LC-QTRAP [J]. *Chin J Vet Med*, 2020, 54(10): 30–35.
- [21] 李娇, 李庆山, 徐凤波. 莫西菌素在畜牧业中的应用研究进展[J]. *中国畜牧兽医*, 2018, 45(12): 3587–3593.
- LI J, LI QS, XU FB. Research progress of moxidectin in animal husbandry [J]. *China Anim Husb Vet Med*, 2018, 45(12): 3587–3593.
- [22] FRENICH, AG, ROMERO-GONZÁLEZ R, Gómez-Pérez ML, *et al.* Multi-mycotoxin analysis in eggs using a QuEChERS-based extraction procedure and ultra-high-pressure liquid chromatography coupled to triple quadrupole mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2011, 1218: 4349–4356.
- [23] Commission decision of 12 august 2002 implementing council directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results [Z].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



徐 峰, 主要研究方向为农药残留分析。
E-mail: 344403036@qq.com



吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为农兽药残留分析。
E-mail: wupaddyfield@tom.com