

内标液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留

庄姜云¹, 刘建芳¹, 李红权¹, 唐媛媛¹, 詹海毅², 黄武¹, 孙良娟^{1*}

(1. 湛江海关技术中心, 湛江 524001; 2. 中国检验认证集团广东有限公司湛江分公司, 湛江 524001)

摘要: **目的** 建立液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的分析方法。**方法** 以氯霉素-D5 为内标, 样品用乙酸乙酯提取, 提取液在 45 °C 氮气吹至近干, 残渣用 2 mL 水溶解, 溶解液过 Oasis HLB 柱净化, 洗脱液在 45 °C 氮气吹干, 50% 甲醇水溶液定容, 后经正己烷脱色脱脂、PSA 粉末吸附净化, 高速离心过膜后用串联四极杆检测。样液经过 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱分离, 甲醇-水流动相梯度洗脱, 多反应监测扫描模式检测。采用内标法定量。**结果** 氯霉素在 0.1~4.0 μg/kg、甲砒霉素和氟苯尼考在 0~40.0 μg/kg 呈良好的线性关系, 相关系数大于 0.999, 回收率为 93.7%~109.7%, RSD 为 0.7%~11.4%, 检出限为 0.03~0.09 μg/kg, 定量限为 0.1~0.3 μg/kg。**结论** 该方法准确、检出限低、重现性好, 适用于蜂蜜中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留的检测。

关键词: 蜂蜜; 氯霉素; 甲砒霉素; 氟苯尼考; 液相色谱-串联质谱法

Determination of chloramphenicol, sulfoxycyn and fluorphenicol residues in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry with interior label

ZHUANG Jiang-Yun¹, LIU Jian-Fang¹, LI Hong-Quan¹, TANG Yuan-Yuan¹, ZHAN Hai-Yi², HUANG Wu¹, SUN Liang-Juan^{1*}

(1. Zhangjiang Customs Technology Center, Zhanjiang 524001, China;

2. China Inspection and Verification Group Guangdong Co., Ltd. Zhanjiang Branch, Zhanjiang 524001, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of chloramphenicol, sulfoxycyn and fluorphenicol in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** Chloramphenicol-D5 was used as the internal standard. The honey sample was extracted with ethyl acetate, the extract was blown to near dry at 45 °C with nitrogen, and the residue was dissolved with 2 mL water. The solution was purified by OASIS HLB column, the eluent was dried at 45 °C with nitrogen, and the volume was fixed with 50% methanol solution. The eluent was decolorized and degreased with N-hexane, and purified with PSA powder adsorption. The sample was separated by Agilent Eclipse XDB-C₁₈ chromatographic column, and eluted by methanol-water mobile phase gradient. The eluent was detected by MRM scanning mode of ESI ion source.

基金项目: 湛江市科技计划项目(2012E0202)

Fund: Supported by Zhanjiang Science and Technology Plan Project (2012E0202)

*通信作者: 孙良娟, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。E-mail: liangjuan2002@163.com

*Corresponding author: SUN Liang-Juan, Master, Senior Engineer, Zhangjiang Customs Technology Center, Guangdong Zhangjiang 524001, China. E-mail: liangjuan2002@163.com

Chloramphenicol was quantified by internal standard method. **Results** Chloramphenicol showed a good linear relationship between 0.1–4.0 g/kg, as well as sulfoxycycline and flufenicol ranged from 1.0 g/kg to 40.0 g/kg. The correlation coefficient was greater than 0.999, recoveries were 93.7%–109.7%, RSDs were 0.7%–11.4%, the limits of detection were 0.03–0.09 $\mu\text{g}/\text{kg}$, and the limits of quantitative were 0.1–0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$. **Conclusion** This method is accurate, has low limit of detection and good reproducibility, and is suitable for the determination of chloramphenicol, sulfoxamicol and florfenicol residues in honey.

KEY WORDS: honey; chloramphenicol; thiamphenicol; florfenicol; liquid chromatography tandem mass spectrometry

0 引言

氯霉素是一种广谱抗生素,能抑制细菌蛋白质的形成,对骨髓造血机能具有抑制作用,从而引起人的粒细胞缺乏病、再生障碍性贫血和溶血性贫血等毒副作用^[1-3],氯霉素在动物组织中的残留不仅对动物和人体有直接危害,更严重的是低浓度药物残留会诱发致病菌的耐药性,对人类的健康构成巨大的潜在威胁。氯霉素(chloramphenicol)、甲砒霉素(thiamphenicol)和氟苯尼考(flurfenicol)属于酰胺醇类药物,曾被广泛地用于动物各种传染性疾病的预防和治疗。甲砒霉素、氟苯尼考与氯霉素的结构相似,是替代氯霉素的理想药物^[4]。2003年农业部193号公告《食品动物禁用的兽药及其他化合物清单》^[5]及2020年农业部250号公告《动物性食品中兽药最高残留限量》^[6]附录4中规定氯霉素是在动物食品中禁止使用的药物,在动物食品(全部可食用的动物组织以及蛋和奶)中不得检出氯霉素。欧盟和美国也规定氯霉素在动物中禁止使用^[7-8]。

蜂蜜中含有丰富的果糖和葡萄糖,不仅能改善人体的血液循环、补充营养和恢复人体疲劳,还能起到润肺止咳、消积通便等作用^[9]。由于氯霉素的毒副作用大,欧盟、美国、中国先后对氯霉素在畜牧养殖业中禁用,甲砒霉素和氟苯尼考在蜂蜜养殖过程中成为氯霉素的替代品而被使用,为保障消费者的安全,需控制甲砒霉素和氟苯尼考在蜂产品中的残留量。利益驱使某些蜂农在养蜂过程中仍会违规使用抗生素,近几年仍偶有检出阳性蜂产品^[10-14],给消费者的身体健康带来危害,因此加强对蜂蜜中抗生素使用的监督控制,保障蜂蜜的食用安全十分必要。目前,国内标准中只明确提到蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法^[15],未见有蜂蜜中甲砒霉素、氟苯尼考检测标准的相关报道。本研究在样品中添加同位素内标氯霉素-D5,采用液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)同时测定蜂蜜中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的残留。由于蜂蜜含糖分高,极性色素、有机酸对检测的干扰大,所以采用固相萃取柱净化,再经正己烷脱色脱脂、PSA粉末吸附净化,以期为蜂蜜中氯霉素、

甲砒霉素和氟苯尼考残留量的检测提供参考。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

1290+G6460液质联用仪三重四极杆质谱,配ESI离子源、24孔固相萃取装置(美国安捷伦公司);Anke TDL-5-A离心机(中国培英公司);Turbovap®LV氮吹仪(美国Biotage公司);XH-B涡旋混匀器(天翎公司);Unimax 2010水平振荡器(德国Heidolph公司)。

甲醇、乙腈(色谱级,美国Fisher公司);乙酸乙酯、正己烷(分析纯,广州化学试剂厂产品);N-丙基乙二胺粉末(PSA, 40–63 μm)(上海安谱公司);Oasis HLB小柱(6 mL/200 mg,美国Waters公司);氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考(纯度99.0%以上,德国Dr.Ehrenstorfer公司);氘代氯霉素(d5-氯霉素)(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,中国Bepure公司);实验用水符合GB/T 6682规定的二级用水。

1.2 实验方法

1.2.1 溶液的配制

标准储备液的配制:分别精密称量经折算相当于12.5 mg的氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考标准物质于不同的25 mL容量瓶中,用甲醇溶解并分别定容至刻度,配制成浓度为0.5 mg/mL的标准储备液。

氯霉素(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、甲砒霉素和氟苯尼考(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)第一标准中间液:准确吸取0.5 mL氯霉素标准储备液、5 mL甲砒霉素、5 mL氟苯尼考标准储备液(500 mg/L)于25 mL容量瓶中,用甲醇稀释并定容至刻度。氯霉素(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、甲砒霉素和氟苯尼考(10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)第二标准中间液:准确吸取1.0 mL第一标准中间液于10 mL容量瓶中,用甲醇稀释并定容至刻度,配成第二标准中间液。

氯霉素(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、甲砒霉素和氟苯尼考(100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)混合标准工作溶液:准确吸取0.25 mL第二标准中间液于25 mL容量瓶中,用甲醇稀释并定容至刻度。准确移取上述标准工作溶液配成氯霉素0、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0 ng/mL,甲砒霉素和氟苯尼考0、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0 ng/mL的基质标准曲线。

氘代氯霉素(d5-氯霉素)内标标准储备液(4.0 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取 1.0 mL 氘代氯霉素(d5-氯霉素)标准溶液于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度。氘代氯霉素(d5-氯霉素)内标标准工作溶液(40 ng/mL): 准确吸取 0.25 mL 内标标准储备液于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度。

1.2.2 液相色谱-串联质谱条件

(1) 色谱条件

色谱柱 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 柱(4.6 mm \times 150 mm, 5 μm); 进样量: 5.0 μL ; 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 流速: 600 $\mu\text{L}/\text{min}$; 流动相: 溶剂 A 为纯水, 溶剂 B 为甲醇。

(2) 质谱条件

离子化方式: ESI, 负离子检测; 监测方式: MRM; 干燥气流量: 7 L/min ; 干燥气温度: 325 $^{\circ}\text{C}$; 雾化气压力: 45 L/min ; 鞘气温度: 350 $^{\circ}\text{C}$; 鞘气流速 10 L/min 。主要质谱参数见表 1。

1.2.3 样品前处理

称制备好的样品 2 g(精确至 0.01 g)至 50 mL 离心管中, 加入内标标准工作液 100 μL , 加入 2 mL 水, 于混匀器上快速混合 1 min, 加入 5 mL 乙酸乙酯, 振荡 15 min, 4500 r/min 离心 10 min, 移取上清液于玻璃管中, 样品再加入 5 mL 乙酸乙酯, 振荡 15 min, 4500 r/min 离心 10 min, 移取上清液于玻璃管中, 合并提取液。在 45 $^{\circ}\text{C}$ 下氮气吹至近干, 用 5 mL 水溶解残渣作为备用液, 待净化。

使用 Oasis HLB 柱之前依次用 3 mL 甲醇和 5 mL 水预处理, 保持柱体湿润。取备用液过柱, 溶液以 ≤ 3 L/min 的流速通过柱子, 待溶液完全流出, 用 2 \times 5 mL 水洗玻璃管并过柱, 然后用 5 mL 乙腈+水(乙腈 1 mL:水 7 mL)洗柱, 弃出全部淋出液, 减压抽干 10 min, 最后用 5 mL 乙酸乙酯洗脱, 收集全部洗脱液于 10 mL 玻璃管中, 于 45 $^{\circ}\text{C}$ 氮吹干, 用 1.0 mL 定溶液溶解, 振荡 1 min, 加入 3 mL 正己烷脱脂, 加 150 mg PSA, 4500 r/min 离心 5 min, 移取下清液于 1.5 mL 塑料离心管中, 在 10000 r/min 下离心 5 min, 取

上清液经 0.45 μm 滤膜过滤后上机测定。

2 结果与分析

2.1 流动相的选择

以水-甲醇, 水-乙腈, 比较 0.1% 甲酸水-乙腈作为流动相, 流动相水-甲醇分离效果好, 目标化合物有较强的响应值。甲醇在流动相中所占比例决定了氯霉素等 3 种化合物的保留时间、峰形和测定的灵敏度。为消除样品杂质对目标物的干扰, 本研究采用梯度洗脱(见表 2), 使氯霉素与杂质基本达到完全分离。

2.2 色谱柱的选择

氯霉素属于弱极性化合物, 为有利于色谱峰的分离及峰形的改善, 本研究分别采用 Agilent Zorbax Eclipse RRHD Plus C₁₈ 柱、Agilent Eclipse C₁₈ 柱和 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 柱进行分离实验, 实验表明最佳色谱条件为色谱柱 Eclipse XDB-C₁₈, 流动相水溶液-甲醇, 流速 0.6 mL/min 。在此条件下, 6.6 min 内可以较好地分离样品中氯霉素, 5.1 min 内可以较好分离样品中氟苯尼考, 4.5 min 内可以较好分离样品中甲砒霉素。3 种待测物和氯霉素内标的色谱图见图 1。

2.3 前处理的优化

氯霉素属于弱极性物质, 易溶于甲醇、乙腈、乙酸乙酯等有机溶剂。实验表明, 乙酸乙酯提取杂质多, 对测试目标有干扰, 提取颜色较深, 但乙酸乙酯提取率高, 因此本研究选用乙酸乙酯提取样品中的氯霉素, 加正己烷去除色素。蜂蜜是一个高糖分、有机酸复杂的样品, 检测的干扰性比较大, ANASTASSIADES 等^[16]发现 PSA 能有效除去植物样本中的有机酸、极性色素、糖类物质等极性基质杂质。陈舒舒等^[17]的研究表明, 在分散固相萃取净化时添加 PSA 可有效吸附蜂蜜中的糖类及有机色素等杂质。所以本研究采用 PSA 粉进一步净化提取。

表 1 质谱参数
Table 1 Mass spectrum parameters

化合物名称	Q1/amu	Q3/amu	MS2 分辨率	驻温时间/ms	碎裂电压/V	碰撞能量/V	加速电压/V
氯霉素	321.1	257.1	Width	50	120	3	3
		152.1*					
甲砒霉素	354.1	290.0	Width	50	107	4	3
		185.0*					
氟甲砒霉素	356.1	336.1*	Width	50	90	2	3
		185.1					
氘代氯霉素 (d5-氯霉素)	326.0	157.1*	Width	50	140	13	3

注: *为定量离子。

2.4 方法的线性关系

空白蜂蜜作为基质配制系列的混合标准溶液, 氯霉素的浓度范围为 0、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 甲砒霉素和氟苯尼考的浓度范围为 0、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 其中 CAP-D5 的浓度为 4.0 ng/kg , 以浓度为横坐标, 以峰面积比值为纵坐标进行线性回归, 其线性关系好, 相关系数 >0.999 , 根据信噪比 $S/N=3$ 和 $S/N=10$ 计算检出限(limit of detection, LOD)和定量限(limit of quantitation, LOQ)结果见表 3。

表 2 液相流动相梯度洗脱
Table 2 Mobile phase gradient elution

时间/min	流速/ $(\mu\text{L}/\text{min})$	甲醇/%	纯水/%
0	600	15	85
1	600	30	70
2	600	50	50
10	600	70	30
11	600	10	90

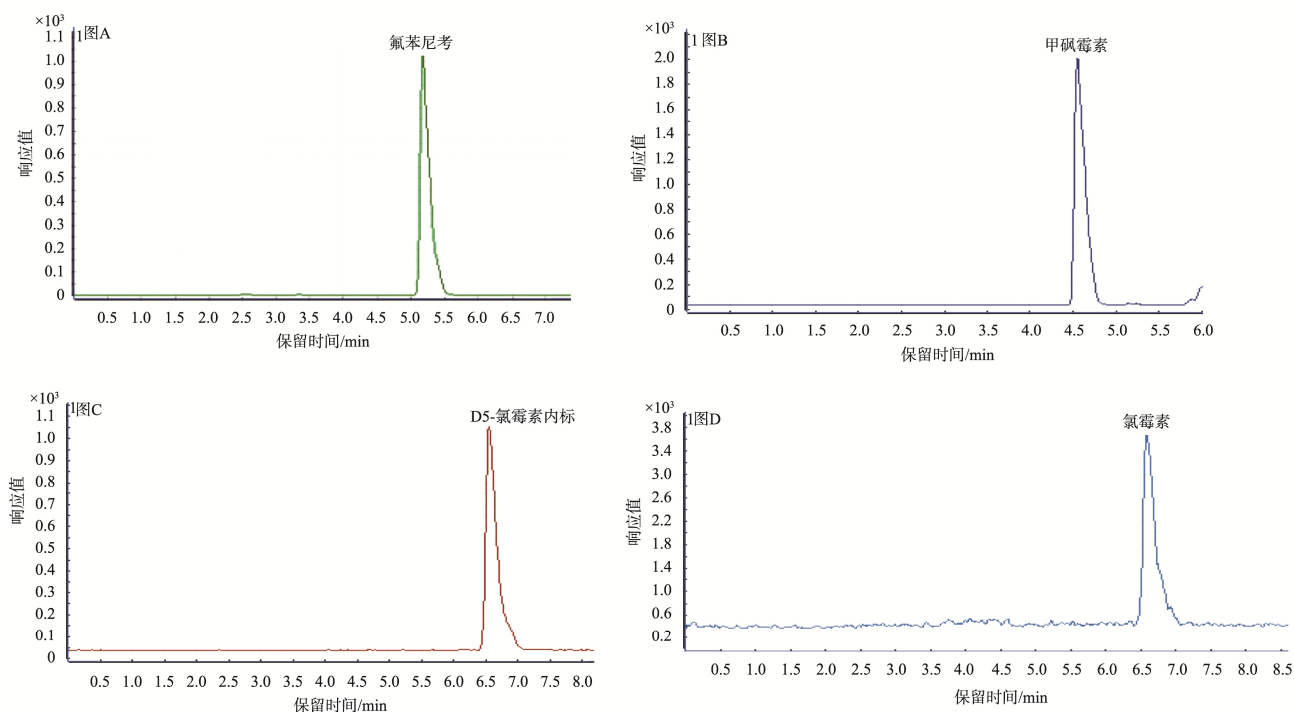


图 1 3 种化合物在蜂蜜中添加 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度的 MRM 质谱图
Fig.1 MRM chromatograms of 3 compound sat concentration 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ added to honey

表 3 3 种化合物的线性回归方程、相关系数和检出限
Table 3 Regression equations, correlation coefficients and limits of determination of 3 compounds

化合物	线性回归方程	相关系数(r)	线性范围/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	检出限/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	定量限/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$
氯霉素	$Y=0.621617X-0.008144$	0.9997	0.1-4.0	0.03	0.1
甲砒霉素	$Y=1834.459325X-567.026683$	0.9995	0.1-4.0	0.03	0.1
氟苯尼考	$Y=10003.576884X-3606.619739$	0.9993	0.1-4.0	0.09	0.3

2.5 方法的回收率和精密度

选择 1 份空白蜂蜜样品进行加标回收率和精密度实验, 样品分别添加氯霉素 0.1、1.0 和 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 甲砒霉素和氟苯尼考 1.0、2.0、10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的混合标准液各 8 份摇匀、静置 20 min 后按 1.4 方法处理并分析, 计算平均回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD), 结果见表 4, 可以看出, 各个水平的回收率范围为 93.7%~109.7%, RSD 为 0.7%~11.4%, 方法的准确度与精密度均满足对蜂蜜氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的方法检测要求。

2.6 PSA 净化前质谱图的比较

图 2 是没有经过 PSA 净化的 3 种化合物在蜂蜜中添加 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度的质谱图, 从图 2 中可见, 氯霉素峰型比较宽, 分离效果差; 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的质谱图响应值与图 1 相比, 响应值比较低。所以前处理经过 HLB 柱的净化后, 再加 PSA 净化, 可以达到很好的分离效

果, 提高化合物的响应值和回收率。

表 4 3 种化合物的加标回收率和精密度($n=8$)
Table 4 Recoveries and relative standard deviations of 3 compounds ($n=8$)

化合物	添加水平/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	回收率/%	RSD/%
氯霉素	0.1	101.0	11.4
	0.2	108.9	3.9
	1.0	105.9	2.3
甲砒霉素	1.0	107.5	3.0
	2.0	93.7	2.2
	10.0	102.7	1.5
氟苯尼考	1.0	109.7	5.4
	2.0	98.7	3.6
	10.0	106.5	0.7

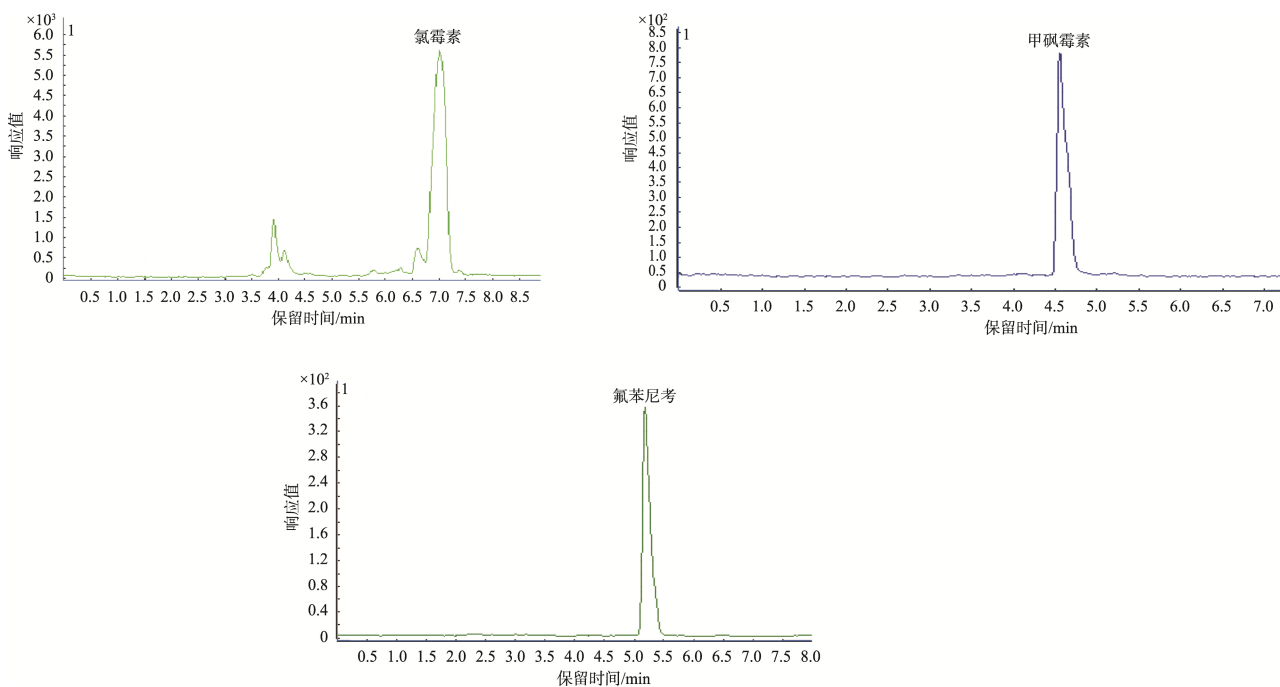


图 2 MRM 质谱图

Fig.2 MRM mass spectrogram

3 结论

本研究建立了蜂蜜中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的固相萃取—液相色谱/质谱分析方法, 该方法优化了仪器条件和前处理的净化步骤, 用乙酸乙酯提取、Oasis HLB 柱净化、正己烷去除色素、PSA 粉去除糖分和有机酸, 同时使用同位素内标法减少消除基质效应的影响, 具有检出

限低、灵敏度高、对仪器设备污染小的特点, 满足蜂蜜样品的检测需求。

参考文献

- [1] 李兰生, 王勇强. 对虾体内氯霉素含量测定方法的研究[J]. 青岛海洋大学学报(自然科学版), 1995, 25(3): 400-406.
LI LS, WANG YQ. Study on determination of chloramphenicol in

- shrimp [J]. *J China Ocean Univ (Nat Sci Ed)*, 1995, 25(3): 400–406.
- [2] 丁全福. 药理学[M]. 北京: 人民出版社, 2001.
DING QF. *Pharmacology* [M]. Beijing: People Press, 2001.
- [3] 马晓年, 段海波, 李文廷, 等. 超高效液相色谱串联三重四极杆质谱测定蜂蜜中氯霉素残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2017, 8(10): 3898–3902.
MA XN, DUAN HB, LI WT, *et al.* Determination of chloramphenicol residue in honey by ultra performance liquid chromatography/triple quadrupole tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2017, 8(10): 3898–3902.
- [4] 肖国军, 蔡超海, 王生, 等. 固相萃取高效液相色谱串联质谱法同时测定蜂蜜中甲硝唑、氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素残留[J]. *中国卫生检验杂志*, 2018, 28(1): 22–25.
XIAO GJ, CAI CH, WANG S, *et al.* Simultaneous determination of metronidazole, chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in honey by solid-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Tech*, 2018, 28(1): 22–25.
- [5] 中华人民共和国农业农村部公告第 193 号. 食品动物禁用的兽药及其他化合物清单[EB/OL]. [2002–04–15] <https://wenku.baidu.com/view/1f34d41355270722192ef733.html>.
Announcement No. 193 of the Ministry of Agriculture of the People's Republic of China. List of veterinary drugs and other compounds prohibited by food and animals [EB/OL]. [2002–04–15] <https://wenku.baidu.com/view/1f34d41355270722192ef733.html>.
- [6] 中华人民共和国农业农村部公告第 250 号. 动物性食品中兽药最高残留限量 [EB/OL]. [2020–01–06] http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm.
Announcement No. 250 of the Ministry of Agriculture of the People's Republic of China. Maximum residue limit of veterinary drugs in animal foods [EB/OL]. [2020–01–06] http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm.
- [7] No2377/90 Unofficial consolidated version of the annexes I to IV of council regulation [Z].
- [8] 21CFR556 Tolerances for residues of new animal drugs in food [Z].
- [9] 杜洪森. 蜂蜜中喹诺酮类、四环素类、氯霉素类抗生素的液相色谱-串联质谱测定法[J]. *广东化工*, 2020, 47(11): 202–205.
DU HM. Determination of quinolones, tetracycline and chloramphenicol antibiotics in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Guangdong Chem*, 2020, 47(11): 202–205.
- [10] 马晓年, 张秀清, 陈俊秀, 等. 云南省市售蜂蜜中氯霉素和甲硝唑残留检测结果分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(14): 3665–3669.
MA XN, ZHANG XQ, CHEN JX, *et al.* Analysis of chloramphenicol and metronidazole residue in honey of Yunnan province [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(14): 3665–3669.
- [11] 吕冰峰, 刘敏, 裴新荣. 2015 ~ 2018 年蜂蜜国家食品安全监督抽检结果分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(23): 8164–8170.
LV BF, LIU M, PEI XR, Results analysis of the national food safety supervision and sampling inspection of honey from 2015 to 2018 [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(23): 8164–8170.
- [12] 杨萍, 袁玥, 徐丹先, 等. 2016 ~ 2018 年云南省市售蜂蜜中氯霉素监测分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(22): 7629–7632.
YANG P, YUAN Y, XU DS, *et al.* Monitoring and analysis of chloramphenicol in honey on market in Yunnan province from 2016 to 2018 [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(22): 7629–7632.
- [13] 总局关于 1 批次蜂蜜和 1 批次食用油不合格情况的通告(2016 年第 129 号)[EB/OL]. [2016–09–20]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1687/164534.html>.
Circular of the general administration on the unqualified situation of one batch of honey and one batch of edible oil (No. 129, 2016) [EB/OL]. [2016–09–20]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1687/164534.html>.
- [14] 江苏省食品药品监督管理局关于公布 8 月 10 月食品安全监督抽检信息的公告(2017 年第 20 期) [EB/OL]. [2017–11–09]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/216637.html>.
Announcement of food and drug administration of Jiangsu province on publishing sample inspection information of food safety supervision from August to October (No. 20, 2017) [EB/OL]. [2017–11–09]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1688/216637.html>.
- [15] GB/T 18932. 19—2003 蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法液相色谱-串联质谱法[S].
GB/T 18932. 19—2003 Method for the determination of chloramphenicol residues in honey—Liquid chromatography–tandem mass spectrometry [S].
- [16] ANASTASSIADES M, LEHOTAY SJ, STAJNBAHER D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce [J]. *J AOAC Int*, 2003, 86(2): 2.
- [17] 陈舒舒, 许凯, 徐彦军, 等. 蜂蜜中氯霉素残留的检测及净化方法的研究[J]. *安全与环境学报*, 2006, 6(2): 92–95.
CHEN SS, XU K, XU YJ, *et al.* Detection and purification of chloramphenicol residue in honey [J]. *J Saf Environ*, 2006, 6(2): 92–95.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



庄姜云, 助理工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。

E-mail: 306131309@qq.com



孙良娟, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。

E-mail: liangjuan2002@163.com