

通过式固相萃取柱结合 QuEChERS 前处理技术-液相色谱串联质谱法快速测定熟肉食品中 4 种 β_2 -受体激动剂残留

王莉莉, 张楠, 刘平, 刘伟, 李丽萍, 吴国华, 赵榕*, 范赛*

(北京市疾病预防控制中心, 北京市预防医学研究中心, 食物中毒诊断溯源技术北京市重点实验室, 北京 100013)

摘要: **目的** 建立通过式固相萃取柱结合前处理技术-液相色谱串联质谱法快速测定熟肉制品中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林 4 种常见 β_2 -受体激动剂类兽药残留的分析方法。**方法** 熟肉制品采用 5% 三氯乙酸酸解, NaCl 盐析乙腈萃取, 正己烷除脂后经通过式固相萃取柱和 QuEChERS 净化, 超高效液相色谱-串联质谱于电喷雾正离子源(ESI+)和多反应监测扫描模式下进行测定, 基质匹配标准曲线外标法定量。**结果** 4 种目标化合物阴性加标水平在 2、5、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 下, 回收率在 77.2%~104.7%之间, 相对标准偏差在 2.9%~9.6%之间。4 种目标化合物的检出限在 0.2~0.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间, 定量限在 0.6~2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。对 30 件熟肉样品进行目标化合物的检测, 未检测到 β_2 -受体激动剂类兽药残留。**结论** 该方法操作简便、快速, 灵敏度和准确度高, 包含种类较宽, 具有一定的拓展性, 适用熟肉制品相关残留的日常监测。

关键词: β_2 -受体激动剂; 熟肉制品; 超高效液相色谱串联质谱法; QuEChERS; 通过式固相萃取柱

Rapid determination of 4 kinds of β_2 -agonist residues in cooked meat by pass-through solid phase extraction column combined with QuEChERS pretreatment technique-liquid chromatography tandem mass spectrometry

WANG Li-Li, ZHANG Nan, LIU Ping, LIU Wei, LI Li-Ping, WU Guo-Hua, ZHAO Rong*, FAN Sai*

(Beijing Center for Disease Prevention and Control, Beijing Center for Prevention Medicine Research, Key Laboratory of Diagnostic and Traceability Technologies for Food Poisoning, Beijing 100013, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the rapid determination of veterinary drug residues of 4 common β_2 -receptor agonists in cooked meat products, including clenbuterol, ractopamine, salbutamol, and terbutaline, by pass-through solid-phase extraction column combined with pretreatment technique-liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Methods** The cooked meat products were subjected to acidolysis with 5% trichloroacetic acid, extraction with NaCl salting-out acetonitrile, and degreased with n-hexane, which were then

*通信作者: 赵榕, 主任技师, 主要研究方向为食品安全。E-mail: lxyue@yeah.net

范赛, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全。E-mail: fansai@163.com

*Corresponding author: ZHAO Rong, Chief Technician, Beijing Center for Disease Prevention and Control, Beijing Center for Prevention Medicine Research, Key Laboratory of Diagnostic and Traceability Technologies for Food Poisoning, No.16, Hepingli, East District, Beijing 100013, China. E-mail: lxyue@yeah.net

FAN Sai, Ph.D, Professor, Beijing Center for Disease Prevention and Control, Beijing Center for Prevention Medicine Research, Key Laboratory of Diagnostic and Traceability Technologies for Food Poisoning, No.16, Hepingli, East District, Beijing 100013, China. E-mail: fansai@163.com

purified by passing through a solid-phase extraction column and QuEChERS. The ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry was performed in electrospray positive ion source (ESI+) and multi-reaction monitoring scanning mode. The matrix matching standard curve was quantified by external standard method. **Results** The recoveries of the 4 target compounds were 77.2%–104.7% and the relative standard deviation was 2.9%–9.6% at the negative spiked levels of 2, 5, and 10 $\mu\text{g/kg}$, respectively. The detection limits of the 4 target compounds were 0.2–0.6 $\mu\text{g/kg}$, and the quantitative limits were 0.6–2.0 $\mu\text{g/kg}$. Thirty cooked meat samples were tested for the target compound and no residue of β_2 -receptor agonist veterinary drug was detected. **Conclusion** This method is simple, rapid, sensitive and accurate, has a wide range of types, and has certain expansibility. It is suitable for the daily monitoring of related residues of cooked meat products.

KEY WORDS: β_2 -receptor agonists; cooked meat products; liquid chromatography tandem mass spectrometry; QuEChERS; pass-through solid phase extraction column

0 引言

β_2 -受体激动剂是医学上常用于治疗支气管哮喘等临床症状的药物,多通过兴奋气道平滑肌和肥大细胞膜表面的 β_2 受体,舒张气道平滑肌、减少肥大细胞和嗜碱性粒细胞脱颗粒及其介质的释放、降低微血管的通透性、增加气道上皮纤毛的摆动等缓解哮喘症状^[1]。自20世纪被美国公司发现具有脂肪再分配和促进肌肉生长等作用,随后经常被应用于畜牧生产中,引发了国内外一系列的食物中毒事件^[2]。其中毒患者,轻者多感觉不适,重者行走不稳、无法握物,其他中毒症状包括心动过速、心律失常、腹痛、肌肉疼痛、恶心和眩晕等,较为严重者甚至因心脏骤停而昏迷死亡^[3-4],严重影响人体的健康,被我国和欧盟列为了禁用药物^[5],但屡禁不止,仍多次被违法使用在畜牧生产中。自1999—2019年,多次出现 β_2 -受体激动剂食物中毒^[6-7]。因此,建立熟肉制品中 β_2 -受体激动剂的简便快速的检测技术,有助于快速处置由 β_2 -受体激动剂引发的食物中毒事件,同时建立熟肉制品的 β_2 -受体激动剂的快速检测方法,也为有关部门进行监管提供了技术支持。

目前,有关动物性食品中的 β_2 -受体激动剂的检测方法较多,但多集中于鲜肉制品,检测方法包括酶联免疫法、气相色谱质谱法、液相色谱质谱法^[8-9]。近几年由于液相色谱串联质谱仪器的普及,特别是液相色谱串联质谱检测不需要将目标物衍生化,可以大量简化前处理过程,逐步替代了欧盟之前作为金标准的气相色谱质谱法,成为主流的检测方法^[10-12]。检测熟肉制品中的兽药残留量可以直接反应人们摄入的兽残的含量。通过式固相萃取柱无需活化,直接上样接收样品,操作简单,高效便捷。本研究采用通过式固相萃取柱结合前处理技术,建立了超高效液相色谱串联质谱联用法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时测定熟肉食品中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林4种 β_2 -受体激动剂类兽药残留,具有重要意义。同时,为了应对开放国内肉制品市场的冲击,建立简便快速的检

测技术,可以为动物性食品中 β_2 -受体激动剂风险监测和评估提供技术支持,进一步保障居民的食品安全。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Thermo Scientific™TSQ Altis™三重四极杆质谱仪(美国 Thermo Scientific 公司); T25 Basic 型均质器(美国 Sigma 公司); Milli-Q 超纯水制备系统(美国 Millipore 公司); PLS-A 固相萃取柱(150 mg/6 mL, 中国迪马科技公司); QuEChERS 净化管[50 mg N-丙基乙二胺(PSA), 100 mg C_{18} , 100 mg 氧化锆, 100 mg MgSO_4 , 北京纳欧科技有限公司]。

甲醇、乙腈、正己烷(色谱纯, 中国迪马科技公司); 三氯乙酸、氯化钠(优级纯, 中国北京试剂厂)。

标准品: 克伦特罗(clenbuterol)、莱克多巴胺(ractopamine)、沙丁胺醇(salbutamol)、特布他林(terbutaline)标准品(纯度大于 98.0%)、克伦特罗-D9、沙丁胺醇-D3、莱克多巴胺-D6、特布他林-D9(纯度大于 99.0%)(加拿大 TRC 公司)。

1.2 标准溶液配制

1.2.1 标准储备溶液

分别精密称取折合后的克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林标准品各 0.010 g, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为标准品储备溶液(1.0 mg/mL)于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。需要时各取储备液 0.1 mL 置于 10 mL 棕色容量瓶中, 用甲醇稀释 100 倍后成 10 mg/L 的混合中间液。使用前将中间液以甲醇稀释配制成 1 mg/L 的混合标准液于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存备用。

1.2.2 内标储备溶液

分别精密称取克伦特罗-D9、沙丁胺醇-D3、莱克多巴胺-D6、特布他林-D9 标准品各 0.010 g, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为标准品储备溶液(1.0 mg/mL)于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。需要时各取储备液 0.1 mL

置于 10 mL 棕色容量瓶中, 用甲醇稀释 100 倍后成 10 mg/L 的混合中间液。使用前将中间液以甲醇稀释配制成 1 mg/L 的混合标准液于 4 °C 冰箱保存备用。

1.3 样品前处理

1.3.1 试样的制备和保存

熟肉制品(牛肝、羊肝、牛肉、羊肉、驴肉)采集 200~500 g, 取肌肉部分用组织捣碎机绞碎, 四分法取 50~100 g, 放在具塞塑料瓶(管)中, 贴上标签后, 称取试样后将剩余试样放在-18 °C 冰箱冻藏。

1.3.2 提 取

称取 2.00 g 经绞碎均匀的熟肉于 50 mL 离心管中, 加 50 µL 100 µg/L β_2 -受体激动剂内标混和应用液静置 10 min, 加入 5 mL 5%三氯乙酸溶液, 用匀质机匀质 20 s, 涡旋混均, 超声 1 h 后, 加入 4 g NaCl, 10 mL 乙腈, 10 mL 正己烷, 涡旋后振荡 0.5 h, 4 °C 下 12000 r/min 离心 10 min, 取出 3 mL 中间层乙腈溶液待净化。

1.3.3 净 化

净化液直接过 PLS-A 固相萃取柱, 然后取 3 mL 上述

上清液至柱内, 直接收集过滤液于 QuEChERS 净化管内, 涡旋混均振摇 10 min, 12000 r/min 离心 10 min, 取 1 mL 上清液在 50 °C 水浴中氮气吹干。加入 0.2 mL 5%甲醇/水溶液混匀, 过 0.22 µm 滤膜后待液相色谱-串联质谱分析。

1.4 色谱-质谱条件

1.4.1 液相色谱参考条件

色 谱 柱: Thermo Scientific™Accucore™ RP-MS 柱 (2.1 mm×100 mm, 2.6 µm)或相当色谱柱; 柱温: 40 °C。流动相 A 为 0.1%甲酸水溶液, B 为 0.1%甲酸甲醇溶液, 采用梯度洗脱, 梯度洗脱程序: 5% B→50% B(0~5 min); 50% B→100% B(5~6 min); 100% B(6~8 min); 100% B→5% B(8~9 min); 5% B(9~10 min)。流速: 0.3 mL/min; 进样体积: 10 µL。

1.4.2 质谱参考条件

离子源: 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI); 毛细管电压: 3.5 kv; 离子传输管温度: 350 °C; 辅助气加热温度: 325 °C; 鞘气: 50 Arb; 辅助气: 10 Arb; 扫描方式: 正离子扫描; 检测方式: 多反应检测(multiple reaction monitoring, MRM); 定性离子对、定量离子对, 碰撞能量见表 1。

表 1 质谱参数
Table 1 Mass spectrum parameters

名称	保留时间/min	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	碰撞能量/V
特布他林-D9	2.50	235	108.0	32
			125.9	25
			153.1*	17
			107.0	31
特布他林	2.50	226	125.0	25
			152.0*	17
			148.0*	19
沙丁胺醇	2.54	240	165.9	14
			222.1	10
			151.0*	20
沙丁胺醇-D3	2.53	243	169.1	14
			225.1	11
			150.1	22
莱克多巴胺	4.18	302	164.1	16
			284.1*	14
			120.9	24
莱克多巴胺-D6	4.18	308	168.1	17
			290.1*	13
			168.0	30
克伦特罗	4.40	277	202.9*	17
			259.0	10
			169.0	31
克伦特罗-D9	4.37	286	203.9*	17
			268.1	12

注: 带*为定量离子。

2 结果与分析

2.1 前处理条件的优化

β_2 -受体激动剂类兽药在动物体内的残留多以结合态形式存在,其中克伦特罗在组织和排泄物中主要为游离态;沙丁胺醇在排泄物和组织中主要以硫酸盐合物的形式存在,其次为葡萄糖醛酸盐合物;特布他林主要为硫酸盐合物;莱克多巴胺主要以葡萄糖醛酸盐合物形式存在^[13-14]。因此针对该类药物的检测多需要进行酶解、酸解、碱解^[15],以保证检测数据的准确性和可靠性,并且不能选择单一性的 β -葡萄糖醛酸酶,必须选择 β -葡萄糖醛酸酶与硫酸酯酶的复合酶类进行酶解,并且多需要酶解过夜,导致检测时间过长,给实验造成不便。碱水解则应用范围相对较少,在该类药物的检测过程中极为少见^[16]。本研究采用三氯乙酸酸解的方式进行检测^[17-18],酸解过程仅需要 1 h,极大地减少了检测时间。并且三氯乙酸具有极强的沉淀蛋白的作用,能有效地减少蛋白类物质对于检测的干扰,对仪器相对友好。实验过程较常规的 MCX 柱减少了反复淋洗和洗脱的过程,所采用的 SPE 柱为通过式小柱,类似过滤效果,能有效去除样本中所含有的磷脂类干扰,这是 MCX 柱不能解决的关键问题,且单用 QuEChERS 处理的话,净化效果也较差,不能有效解决磷脂对于特布他林和沙丁胺醇的干扰问题^[19-21],因此采用了 SPE 结合 QuEChERS 的方式进行检测,取得了更好的净化效果。所应用的 QuEChERS 净化管中的填料, C₁₈ 可以有效地去除较多脂类和固醇类等弱极性与非极性化合物, PSA 可以去除极性有机酸、某些糖类和脂类。以正己烷除脂,乙腈为提取溶剂的情况下,分别选择 C₁₈、PSA 结合氧化铝均可以达到很好的净化效果,

获得良好的回收率,回收率见表 2。

2.2 方法的准确度和精密度

通过向阴性样品基质中分别添加 4 种 β_2 -受体激动剂进行测定,以确定方法的准确度和精密度。添加浓度水平在 2.0、5.0、10.0 $\mu\text{g/kg}$ 下,采用 1.3 样品预处理方法进行实验。4 种 β_2 -受体激动剂的回收率在 77.2%~104.7%之间,相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 在 2.9%~9.6%之间。结果见表 2。加标回收实验结果表明本方法的精密度和准确度基本良好,符合欧盟 2002/657/EC 对残留检测方法的规定。

2.3 方法的线性范围和检出限

为了更好地降低基质效应的干扰,本研究采用了基质匹配的标准溶液进行线性实验。分别吸取 100.0 $\mu\text{g/L}$ β_2 -受体激动剂混合标准应用液 5、10、20、50、100、200 μL ,加入 100 $\mu\text{g/L}$ β_2 -受体激动剂内标混和应用液,用阴性空白提取溶液定容至 1.0 mL,制备成 β_2 -受体激动剂含量 0.5、1.0、2.0、5.0、10、20 ng/mL 的基质匹配标准溶液(含 5 ng/mL 的内标溶液)供样品测定分析后绘制标准曲线,以系列标准溶液中分析物的浓度($\mu\text{g/L}$)与对应的氘代同位素内标的峰面积比值绘制校正曲线,按内标法计算试样中受体激动剂的含量。各化合物在 0.5~20.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内呈良好线性相关,相关系数(r)大于 0.995。质量浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的基质混合标准溶液的二级质谱的定量离子图见图 1。

采用空白基质加标(0.2、0.5 和 1.0 $\mu\text{g/kg}$)进行提取和净化的方式,计算方法的检出限(limit of detection, LOD)和定量限(limit of quantitation, LOQ)。以信噪比(S/N)为 3 的含量定为方法的检出限,以信噪比(S/N)为 10 的含量定为方法的定量限,结果见表 2。

表 2 4 种 β_2 -受体激动剂在 3 个添加水平的平均回收率和定量限
Table 2 Mean recoveries and limit of quantitation at 3 spiked levels of 4 β_2 -agonists

化合物	加标水平/($\mu\text{g/kg}$)	平均回收率/%	RSD/%	LOD/($\mu\text{g/kg}$)	LOQ/($\mu\text{g/kg}$)
特布他林	2	81.1	8.7	0.6	2.0
	5	96.3	4.6		
	10	96.1	7.4		
沙丁胺醇	2	79.3	4.3	0.5	1.5
	5	98.5	5.6		
	10	99.1	5.4		
莱克多巴胺	2	77.2	6.6	0.3	1.0
	5	93.6	5.6		
	10	98.4	6.3		
克伦特罗	2	81.7	2.9	0.2	0.6
	5	96.3	9.6		
	10	104.7	7.2		

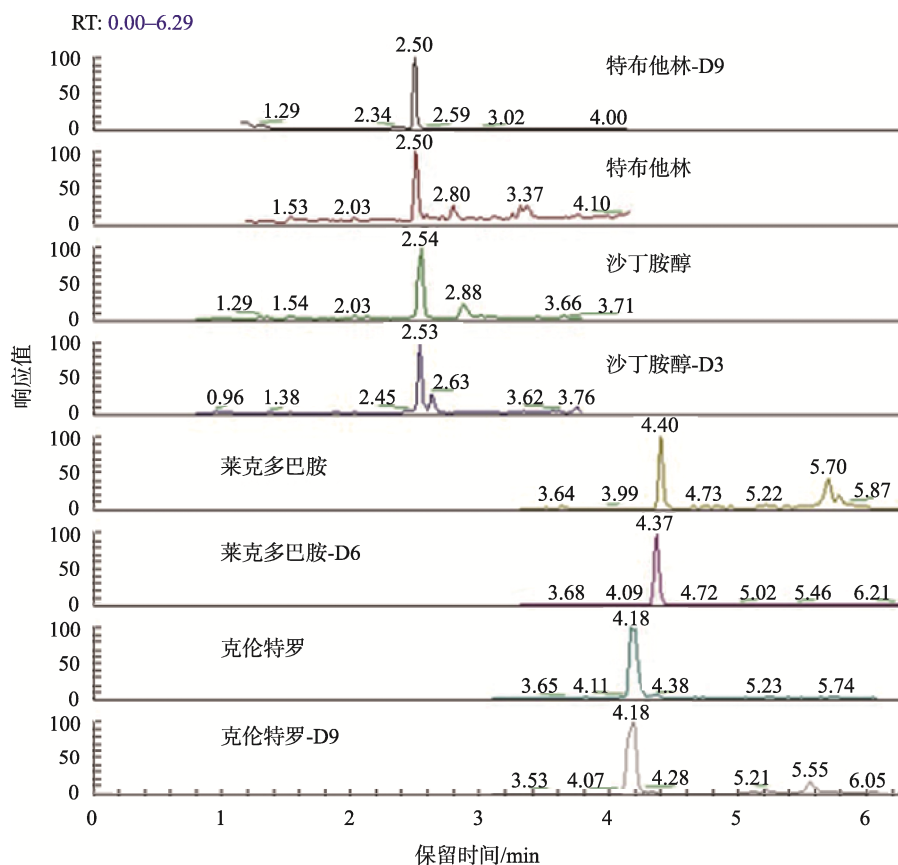


图 1 基质匹配标准的 MRM 定量离子提取色谱图(5.0 µg/kg)

Fig.1 Quantitative ion MRM spectra of matrix-matched standard (5.0 µg/kg)

2.4 实际样品测定

运用本方法对熟肉食品(牛肝、羊肝、牛肉、羊肉、驴肉)共 30 件进行 4 种 β_2 -受体激动剂类测定,未检测到阳性样本。

3 结论与讨论

随着国内兽药残留监控力度的加强,对于动物性食品中 β_2 -激动剂类化合物兽药残留检测方法的要求也逐步提高,简便快速的检测方法有助于动物性食品中 β_2 -激动剂类化合物兽药残留的多残留监测,有利于保障食品安全。本研究建立的方法准确可靠,简便快速,有助于市场中 β_2 -激动剂类化合物兽药残留的监管。

参考文献

- [1] 钟南山, 沈华浩, 申昆玲, 等. 上-下气道慢性炎症性疾病联合诊疗与管理专家共识[J]. 中华医学杂志, 2017, 97(26): 2001–2022.
ZHONG NS, SHEN HH, SHEN KL, *et al.* Joint diagnosis, treatment and management of upper and lower airway chronic inflammatory diseases [J]. Chin J Med Sci, 2017, 97(26): 2001–2022.
- [2] 王竹天, 杨大进. 食品安全与健康[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
WANG ZT, YANG DJ. Food safety and health [M]. Beijing: Chemical

Industry Press, 2005.

- [3] 杨宝峰, 陈建国. 药理学(第 9 版)[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2018.
YANG BF, CHEN JG. Pharmacology (9th edition) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2018.
- [4] HOFFMAN RJ, HOFFMAN RS, FREYBERG CL, *et al.* Clenbuterol ingestion causing prolonged tachycardia, hypokalemia, and hypophosphatemia with confirmation by quantitative levels [J]. J Toxicol Clin Toxicol, 2001, 39(4): 339–344.
- [5] 中华人民共和国农业农村部第 250 号公告. 食品动物中禁止使用的药品及其他化合物清单[Z].
Announcement No.250th of the Ministry of agriculture of the People's Republic of China. List of prohibited drugs and other compounds in food animals [Z].
- [6] GIANFRANCO B, TELEMACO C, FLAVIA F, *et al.* Clinical and pharmacological profile in a clenbuterol epidemic poisoning of contaminated beef meat in Italy [J]. Toxicol Letters, 2000, 114(1). DOI: 10.1016/S0378-4274(99)00270-2
- [7] 汪伟, 张坤龙. 20 例儿童盐酸克伦特罗食物中毒分析[J]. 安徽预防医学杂志, 2011, 17(3): 219–221.
WANG W, ZHANG KL. Analysis of 20 cases of clenbuterol food poisoning in children [J]. Anhui J Prev Med, 2011, 17(3): 219–221.
- [8] 朱富强, 丁卫平, 韩岩君, 等. 脂质去除分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中 5 种 α_2 -受体激动剂[J/OL]. 应用化学, 1–9 [2021-04-29]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/22.1128.O6.2021112>.

- 427.007.html.
- ZHU FQ, DING WP, HAN YJ, *et al.* Determination of five α_2 -receptor agonists in food of animal origin by lipid removal dispersion solid phase extraction coupled with ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J/OL]. Appl Chem, 1-9 [2021-04-29]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/22.1128.O6.20210112.1427.007.html>.
- [9] 李艳明, 王坤, 朱富强, 等. 通过式固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉中多种受体激动剂药物残留[J/OL]. 食品工业科技, 1-10 [2021-04-29]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020090182>.
- LI YM, WANG K, ZHU FQ, *et al.* Determination of receptor agonist residues in pork by solid-phase extraction coupled with ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J/OL]. Sci Technol Food Ind, 1-10 [2021-04-29]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020090182>.
- [10] 郭建博, 薛晓文, 刘开, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定清咽类保健食品中14种 β_2 -受体激动剂非法添加物[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(19): 6767-6774.
- GUO JB, XUE XW, LIU K, *et al.* Simultaneous determination of 14 illegal additives of β_2 -agonists in Qingyan health food by SUPER high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(19): 6767-6774.
- [11] 范赛, 张楠, 李丽萍, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测动物性食品中 α_2 -受体激动剂残留[J]. 卫生研究, 2020, 49(4): 591-596, 602.
- FAN S, ZHANG N, LI LP, *et al.* Detection of α_2 -receptor agonist residue in animal food by SUPER high performance liquid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. J Hyg Res, 2020, 49(4): 591-596, 602.
- [12] MEHRABIAN M, NOROOZIAN E, MAGHSOUDI SH. Preparation and application of $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ @ poly (o-phenylenediamine) nanoparticles as a novel magnetic sorbent for the solid-phase extraction of tellurium in water samples and its determination by ET-AAS [J]. Microchem J, 2021, 165(6): 104-106.
- [13] MARIA A, HERNANDEZ, APPU R. Basic pharmacology: Understanding drug actions and reactions, second edition [M]. CRC Press: 2020.
- [14] ZHANG JY, WEI YH, QIU SY, *et al.* A highly selective and simple fluorescent probe for salbutamol detection based on thioglycolic acid-capped CdTe quantum dots [J]. Spectrochim Acta Part A: Mol Biomol Spectrosc, 2021, 247(2): 107-119.
- [15] 尤启东. 药物化学(第三版)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2015.
- YOU QD. Pharmaceutical chemistry (third edition) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2015.
- [16] 励炯, 林伟杰, 王红青, 等. HPLC-MS/MS测定动物源性中药中的3种 β_2 -受体激动剂残留[J]. 中国现代应用药学, 2018, 35(4): 501-505.
- LI J, LIN WJ, WANG HQ, *et al.* Determination of 3 β_2 -agonist residues in traditional Chinese medicine of animal origin by HPLC-MS/MS [J]. Chin Mod Appl Pharm, 2018, 35(4): 501-505.
- [17] 吴永宁, 苗虹, 范赛, 等. 高效液相色谱-线性离子阱质谱法测定畜禽肌肉中 β_2 -受体激动剂及 β -阻断剂类药物残留[J]. 中国科学(B辑:化学), 2009, 39(8): 774-784.
- WU YN, MIAO H, FAN S, *et al.* Determination of β_2 -agonist and -blocker residues in livestock and poultry muscle by HIGH performance liquid chromatography-linear ion trap mass spectrometry [J]. Sci China (Ser B: chem), 2009, 39(8): 774-784.
- [18] FAN S, MIAO H, ZHAO Y, *et al.* Simultaneous detection of residues of 25 β_2 -agonists and 23 β -blockers in animal foods by high-performance liquid chromatography coupled with linear iontrap mass spectrometry [J]. J Agric Food Chem, 2013, 60(8), 1898-1905.
- [19] 王莹, 杜思宇, 张红, 等. 改进的 QuEChERS-UPLC-MS/MS 法测定动物源性食品中13种全氟化合物[J]. 食品工业科技, 2021, 42(1): 239-249.
- WANG Y, DU SY, ZHAN H, *et al.* Determination of perfluorinated compounds in food of animal origin by modified QuEChERS-UPLC-MS/MS method [J]. Sci Technol Food Ind, 2021, 42(1): 239-249.
- [20] 陈涛, 倪建秀, 丁春晖, 等. 应用 QuEChERS 方法检测动物源性食品中药物残留的研究进展[J]. 现代食品, 2020, (1): 22-24.
- CHEN T, NI JX, DING CH, *et al.* Research progress in the determination of drug residues in food of animal origin by QuEChERS method [J]. Mod Food, 2020, (1): 22-24.
- [21] RAHMAN M, HOQUE M, SAZEDUL, *et al.* Monitoring of pesticide residues from fish feed, fish and vegetables in Bangladesh by GC-MS using the QuEChERS method [J]. Heliyon, 2021, 7(3): 1-8.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介

王莉莉, 主管技师, 主要研究方向为食品安全。
E-mail: analyze705@163.com

赵 榕, 主任技师, 主要研究方向为食品安全。
E-mail: lxyue@yeah.net

范 赛, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全。
E-mail: fansai@163.com