

动物源性食品中黄霉素残留量测定的研究进展

周迎春^{1*}, 华向美², 刘少博³

(1. 河南进口肉类指定口岸漯河查验区服务中心, 漯河 462300; 2. 中华人民共和国漯河海关, 漯河 462300;
3. 大咖国际食品有限公司, 焦作 454850)

摘要: 黄霉素因显著的促生长、抗菌等优势曾被广泛应用于水产、畜禽养殖业, 但长期食用黄霉素残留的动物源性食品, 会破坏人体肠道菌群, 影响骨骼发育, 大量摄入甚至会产生造血功能障碍。我国已经全面禁用黄霉素饲料添加剂, 但仍有不法份子存在。因此建立高效、准确、全面的动物源性食品中黄霉素残留量的检测方法对实现药物残留有效监管、倒逼源头治理具有重要意义。本文综述了动物源性食品中黄霉素残留量的测定方法, 分析了动物源性食品中黄霉素残留量的测定方法存在的问题, 展望了动物源性食品中黄霉素残留量测定方法的研究方向, 以期为进一步优化动物源性食品中黄霉素残留量的检测方法提供思路。

关键词: 动物源性食品; 黄霉素; 残留量

Research progress on determination of flavomycin residues in foods of animal-derived foods

ZHOU Ying-Chun^{1*}, HUA Xiang-Mei², LIU Shao-Bo³

(1. Henan Import Meat Designated Port Luohe Inspection Area Service Center, Luohe 462300, China; 2. Luohe Customs of the People's Republic of China, Luohe 462300, China; 3. Daka International Food Co., Ltd., Jiaozuo 454850, China)

ABSTRACT: Flavomycin has been widely used in aquaculture, livestock and poultry industry because of its significant advantages of growth promotion and antibacterial. However, long-term consumption of animal-derived food with flavomycin residues will damage human intestinal flora, affect bone development, and even lead to hematopoietic dysfunction. China has banned flavomycin feed additives, but there are still lawless elements. Therefore, it is of great significance to establish an efficient, accurate and comprehensive method for the determination of flavomycin residues in animal-derived food for the effective supervision of drug residues. This paper reviewed the determination methods of flavomycin residues in animal-derived food, and analyzed the problems in the determination methods of flavomycin residues in animal-derived food, and prospected the research direction of the determination methods of flavomycin residues in animal-derived foods, in order to provide ideas for further optimization of the detection method of flavomycin residues in animal-derived food.

KEY WORDS: animal-derived food; flavomycin; residues

基金项目: 中华人民共和国漯河海关科研项目(2021KY001)

Fund: Supported by the Luohe Customs Scientific Research Project of the People's Republic of China (2021KY001)

*通信作者: 周迎春, 硕士, 助理工程师, 主要研究方向为食品检测。E-mail: 492930455@qq.com

*Corresponding author: ZHOU Ying-Chun, Master, Assistant Engineer, Henan Import Meat Designated Port Luohe Inspection Area Service Center, No.5, Songshan East Branch Road, Yancheng District, Luohe 462300, China. E-mail: 492930455@qq.com

0 引言

黄霉素(flavomycin)属于多组分磷酸糖脂类抗生素^[1],又称默诺霉素、斑伯霉素^[2]、黄磷脂素或黄磷脂醇素^[3]、富乐霉素、富拉磷。黄霉素有 5 种主要活性成分黄霉素 A、黄霉素 A₁₂、黄霉素 C₁、黄霉素 C₃、黄霉素 C₄,皆具有类似的化学特性和抗菌活性,其最主要活性组分为黄霉素 A,占活性组分总和的相对量大于 50%^[4]。

黄霉素具有促生长^[5-7]、提高饲料利用效率^[8]、提高家禽产蛋率^[4]和乳牛产奶量^[9]、抗菌^[10-11]、消炎^[12]、预防疾病^[13]、提高免疫力和存活率^[14]、用量少效果好^[15]等优势,因此被广泛用于畜禽养殖业^[16]、水产养殖业^[17]。研究表明黄霉素可显著改变瘤胃细菌的抗生素敏感性,可能产生耐药性和交叉耐药性^[18]。黄霉素可能在动物产品中残留^[19],长期食用黄霉素残留的动物源食品会破坏人体肠道菌群,影响骨骼发育,大量摄入甚至会产生造血功能障碍^[20]。黄霉素还可能通过动物粪便排到大自然中,污染我们赖以生存的土壤、地表水等环境,进而给人类生存安全带来威胁。

减少或禁用抗生素已成为养殖业发展的大势,黄霉素作为抗生素,也不可避免地被限制使用或禁用。自 2006 年 1 月 1 日起,欧盟禁止在饲料中添加黄霉素^[21]。我国检验检疫部门已将黄霉素列为动物源性食品残留监控计划^[22]。2016 年 8 月国家卫生计生委等十四部委联合发布《遏制细菌耐药国家行动计划(2016—2020 年)》,对黄霉素开展残留和耐药的风险评估^[23]。农业农村部第 194 号公告指出^[24],自 2020 年 1 月 1 日起,退出除中药外的所有促生长类药物饲料添加剂品种中,包含禁用黄霉素预混剂。针对全面禁用黄霉素饲料添加剂^[25],一方面应积极推进中药制剂^[26-28]、天然抗菌肽^[29]、益生元^[30-31]、益生菌^[32-33]、香精油^[34-36]、蜂胶粉^[21]等替代品的研发与使用^[37],维持生产成本^[38];另一方面应建立精准的检测技术,加强市场监管^[39]。动物源性食品中黄霉素残留量的检测方法是有效监控黄霉素残留的关键,本文针对现有检测技术进行分析总结,以期尽快建立高效、准确、全面的动物源性食品中黄霉素残留量的检测方法及检测标准提供思路。

1 黄霉素的主要检测方法

国外尚未检索到针对动物源食品中黄霉素检测的方法。目前,我国仅有的 2 个测定黄霉素和黄霉素 A 的地方标准针对基质却是饲料及饲料添加剂,没有统一的国家标准或者行业标准用于动物源食品中黄霉素的检测。

目前针对动物源食品中黄霉素检测的研究主要是对其主要活性组分黄霉素 A 的测定,一般通过检测黄霉素 A 的含量间接计算样品中黄霉素的添加量。国内外黄霉素 A 的检测技术主要有微生物法、液相色谱法、离子对高效液

相色谱法和液相色谱-串联质谱法,测定对象多为饲料,个别为猪肉、禽类组织。

2 动物源性食品中黄霉素残留量测定的研究进展及存在问题

2.1 微生物法

早期针对黄霉素的测定主要分为定性分析和定量分析 2 种方法。定性分析一般用薄层析法鉴定。定量分析是基于黄霉素具有抑制蜡样芽孢杆菌、葡萄球菌等微生物生长的效果的微生物法,可用于土壤、饲料、动物组织和排泄物中黄霉素含量及残留量的分析。欧盟 1831/2003/EC 标准^[40]指定饲料中黄霉素的测定方法为琼脂扩散法和葡萄球菌菌株法。琼脂扩散法还可用于定量检测动物组织及产品中的黄霉素。

1999 年赵晖等^[41]研究了微生物法测定出口猪肉中黄霉素残留量,该方法根据黄霉素能抑制蜡样芽孢杆菌生长,利用不同浓度的黄霉素标准工作液,通过测定抑菌圈的大小,绘制标准曲线,求出肉品中黄霉素的含量。该方法的回收率为 83.2%~93.9%,定量限为 940 μg/kg。

出入境检验检疫行业标准 SN/T 1005—2010《进出口肉品中富拉磷残留量检测方法 杯碟法》指出:用 50%甲醇溶液抽提试样中的富拉磷,均质后,用氢氧化钠溶液调至 pH 8.0,回流 15 min,冷却后离心,取上清液进行杯碟法测定。样液中的残留富拉磷抑制蜡样芽孢杆菌生长,产生抑菌圈,根据抑菌圈的大小测定肉品样液中富拉磷残留的含量。该方法沿用微生物鉴定法,方法定量限为 940 μg/kg。

微生物鉴定法属于筛选法,比较粗放,检出限高,可检测黄霉素兽药效价,但缺乏在复杂基质中痕量分析所必需的灵敏度、选择性和特异性,不能准确测定动物源性食品中黄霉素的多种活性组分。

2.2 液相色谱法

对比微生物检测方法,高效液相色谱法可直接鉴别多组分抗生素的组分分布情况,直接了解多组分抗生素的质量情况,同时在一定程度上可根据图谱的特异性鉴别不良组分的干扰。

2006 年版《进口兽药质量标准》^[42]指定,利用液相色谱法检测黄霉素预混剂中黄霉素 A 含量,利用微生物鉴定法测定黄霉素效价。高效液相色谱法被用于饲料中黄霉素残留的分析,采用 C₈ 色谱柱,以乙腈和 3 mmol/L 己基磺酸钠为流动相,分析波长为 260 nm,检出限为 1 mg/kg,平均回收率为 98%^[43]。与微生物法相比,该方法具有更高的特异性和准确性,检测速度快。

2015 年 TIAN 等^[44]利用高效液相色谱仪建立了测定虾和草鱼中黄霉素残留量的检测方法。样品经 50%甲醇水溶液提取,得到的提取液利用正己烷除脂,净化液经

RP-18 endcapped 色谱柱分离、富集, 在 256 nm 波长下检测。文献指出, 色谱图中含有 3 个定量积分峰, 由于黄霉素至少包含着 5 种活性成分, 因此, 该方法检测结果的准确性有待进一步确证。

相关文献中表明: 黄霉素中 5 种主要活性成分及其分子结构相似^[45], 还可能存在着如磷脂霉素(pholipomycin)、诺霉素 A(nosokomycin A)、诺霉素 B(nosokomycin B)、诺霉素 C(nosokomycin C)、诺霉素 D(nosokomycin D)等具有相似结构的杂质。高效液相色谱法试验操作相对容易, 检测速度快, 能观察到药物不同组分的分布情况, 易于辨别产品的成分间差异^[46]。但液相色谱法单靠极性和吸收波长来定性, 容易受到复杂基质干扰, 缺乏强有力的技术支撑, 难以对黄霉素 5 种组分进行定性、定量等深入研究, 而且黄霉素各种组分的峰型、分离度较差, 方法检出限、定量限高, 难以满足动物源性食品中黄霉素残留量的准确定量。

2.3 离子对高效液相色谱法

2008 年曾兆国等^[47]通过在流动相中加入庚烷基磺酸钠离子对试剂, 利用离子对色谱分析, 建立了一种鉴别黄霉素的方法。试验原理为: 黄霉素属于弱酸性的多组分物质, 庚烷基磺酸钠属于离子对试剂, 它在水中可电解成庚烷基磺酸钠负离子, 与胺类电离成的铵正离子结合而改变目标物保留性质。试验采用 C₁₈ 色谱柱, 以乙腈-3%庚烷基磺酸钠水溶液(35:65, V:V)为流动相, 流速 1.0 mL/min, 柱温 25 °C, 紫外检测器检测波长 256 nm。与国家颁发的《进口兽药质量标准》2006 年版^[42]鉴别黄霉素的液相色谱法进行比较, 该试验中建立的上机方法可使黄霉素 5 种主要组分分离效果更好, 而且无其他杂峰干扰, 能够更好地用于黄霉素的分离、鉴别, 但具体运用到实际样品的检测, 仍需要优化动物源性食品中黄霉素残留量测定的前处理方法以满足仪器测定条件。

2.4 液相色谱-串联质谱法

目前相关研究多是利用液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中黄霉素 A 残留量, 未查询到有关液相色谱-串联质谱法测定黄霉素 5 种主要组分残留量的检测方法。

2010 年 GALLO 等^[48]公布了在采用液相色谱-串联质谱仪进行多反应检测扫描(multi reaction monitoring, MRM)、负离子模式检测时, 黄霉素 A 具有 2 个特征母离子, 分别是单荷电分子离子[M-H]⁻ 1580.4 m/z 和双荷电分子离子作为母离子[M-H]²⁻ 789.9 m/z, 主要子离子产物有 7 种(详见图 1), 选取[M-H]²⁻中 575.7 m/z 作为定量离子, [M-H]²⁻中 554 m/z、[M-H]⁻中 1152 m/z 和 1109 m/z 作为定性离子。

2014 年许辉等^[20]建立了检测禽类组织(肌肉、脂肪、肝脏、肾脏)中黄霉素 A 残留的超高效液相色谱-串联质谱法, 样品经 10%氨化甲醇提取, 乙腈沉降蛋白净化后, 以 0.3%甲酸-5%乙腈-水溶液和 0.3%甲酸-5%水-乙腈为流动相, 使用 Agilent Poroshell 120 SB-C₁₈ 色谱柱超高效分离, MRM、负离子模式检测, 外标法定量。标准品为黄霉素 A, 这能够有效提高定量准确性^[49], 在 20~200 µg/L 线性范围内, 相关系数 $r \geq 0.995$; 方法定量限为 10 µg/kg, 回收率为 66.5%~89.4%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 4.7%~10.2%。该方法利用乙腈除杂, 比固相萃取柱净化更便捷、快速, 可有效用于禽类组织中黄霉素 A 残留的快速测定。

与高效液相色谱方法比较, 该方法具有判断准确、检测快速的特点, 具有很好的应用价值。但目标物只有黄霉素 A 并没有实现黄霉素 5 种主要组分的全部检测, 因此还需要进一步研究。深入研究黄霉素对环境和人类的危害, 就需要一种灵敏可靠的检测方法。液相色谱-串联质谱法较之高效液相色谱法具有更好的确定性, 在快速、准确检测领域的应用越来越广泛^[50]。

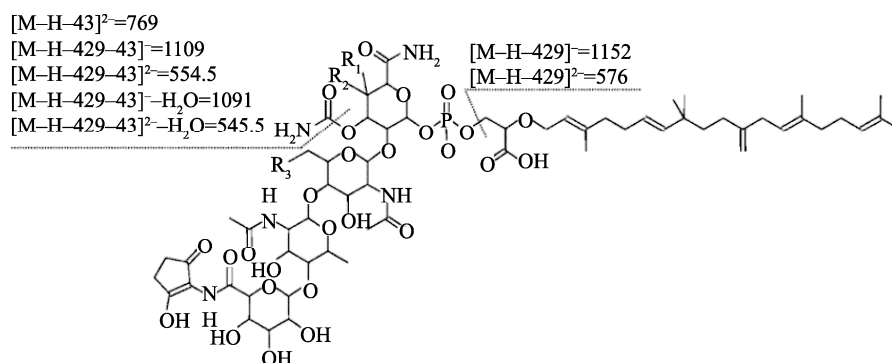


图 1 负离子模式下黄霉素 A 可能存在离子碎片

Fig.1 Ion fragmentation of flavomycin A may be present in negative ion mode

3 结束语

欧盟禁用抗生素的措施不仅激化了欧盟和其他国家之间的畜产品贸易战, 而且对全球畜牧业也产生了深远影响。我们应当对欧盟禁用抗生素添加剂的历史背景、科学依据和政治因素做出全面客观的了解, 在此基础上制定符合中国国情的政策。同时, 为了监测动物源性食品中黄霉素残留量, 保障动物源性食品安全, 消除贸易壁垒, 提高通关效率, 有必要制定动物源性食品中黄霉素残留量的测定方法。

现阶段, 针对动物源性食品中黄霉素检测方法的研究较少, 主要集中在对黄霉素主要成分黄霉素 A 的测定, 样品多为禽类组织、鱼、虾, 检测方法主要是微生物法、液相色谱法和液相色谱-串联质谱法。利用液相色谱-串联质谱法对动物源性食品中 5 种主要黄霉素活性成分残留量的测定方法还尚未见到报道, 是今后研究的一个方向。

黄霉素 5 种主要成分的单种纯品难以获得, 成为建立有效检测方法的一大障碍; 另外目前研究中黄霉素在质谱中的响应普遍不高。如何制得黄霉素 5 种主要成分的单种纯品, 如何提高黄霉素的响应值进而提高检测灵敏度, 如何提高动物源食品黄霉素测定的回收率是今后黄霉素 5 种主要成分检测方法的建立与优化的主要方向。

参考文献

- [1] 周迎春, 华向美, 刘少博. 黄霉素的性能及在饲料中添加黄霉素的潜在危害[J]. 饲料博览, 2021, 345(1): 41–44.
ZHOU YC, HUA XM, LIU SB. Properties of flavomycin and its potential harm in feed [J]. Feed Expo, 2021, 345(1): 41–44.
- [2] LIMEDE AC, MARQUES RS, POLIZEL DM, *et al.* Effects of supplementation with narasin, salinomycin, or flavomycin on performance and ruminal fermentation characteristics of *Bos indicus* Nellore cattle fed with forage-based diets [J]. J Anim Sci, 2021, 99(4): 1–11.
- [3] HABIB AB, ELHASSAN MMO, ABDELWAHID HH, *et al.* Influence of flavomycin on performance and egg quality of laying hens [J]. Int J Multidiscip Curr Res, 2017, 5(10): 1142–1144.
- [4] 李金强, 曹鹏, 尹大路, 等. 液相色谱串联质谱测定畜禽肉中黄霉素 A 的残留量[J]. 分析试验室, 2013, 32(1): 95–98.
LI JQ, CAO P, YIN DL, *et al.* Determination of flavomycin A residue in animal meat by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2013, 32(1): 95–98.
- [5] 尹卫卫, 白江松, 张志彦, 等. 黄霉素对水貂生长和毛皮性能的影响研究[J]. 黑龙江畜牧兽医, 2018, (19): 200–202.
YIN WW, BAI JS, ZHANG ZY, *et al.* Effect of flavomycin on growth and fur properties of mink [J]. Heilongjiang Anim Sci Vet Med, 2018, (19): 200–202.
- [6] 张万红, 袁永利, 宋雨泉, 等. 抗生素协同对黄羽肉鸡生产性能的影响[J]. 畜牧兽医科学(电子版), 2020, (12): 10–11.
ZHANG WH, YUAN YL, SONG YQ, *et al.* Effect of synergism of antibiotics on production performance of yellow feathered broilers [J]. Graziery Vet Sci (Electron Vers), 2020, (12): 10–11.
- [7] RAMOS MM, BERBER RCA, MOREIRA PSA. Productive performance of Nellore steers in pasture with association of flavomycin and monensin [J]. Núcleo, 2019, 12(2): 54–58.
- [8] WANG HL, SHI M, XU X, *et al.* Effects of flavomycin, *Bacillus licheniformis* and enramycin on performance, nutrient digestibility, gut morphology and the intestinal microflora of broilers [J]. J Poultry Sci, 2016, 53(2): 128–135.
- [9] ABD-ALLAH M, DAGHASH MWH. Influence of using flavomycin and propolis as feed additives on buffalo milk production, and growth performance and blood metabolites of suckling calves [J]. Egypt J Nutr Feeds, 2019, 22(1): 13–22.
- [10] TSENG YY, LIOU JM, HSU TL, *et al.* Development of bacterial transglycosylase inhibitors as new antibiotics: Moenomycin A treatment for drug-resistant *Helicobacter pylori* [J]. Bioorg Med Chem Lett, 2014, 24(11): 2412–2414.
- [11] SOROR EM. Effect of flavomycin and synbiotic on experimentally-infected common carp with *Pseudomonas aeruginosa* [J]. Benha Vet Med J, 2020, 39(1): 189–193.
- [12] HE Y, YANG YY, DONG YY, *et al.* The effects of flavomycin and colistin sulfate pre-treatment on ileal bacterial community composition, the response to *Salmonella typhimurium* and host gene expression in broiler chickens [J]. Microorganisms, 2019, 7(11): 1–17.
- [13] 尹卫卫, 白江松, 张志彦. 黄霉素对水貂抗病力的影响[J]. 黑龙江畜牧兽医, 2018, (24): 186–188.
YIN WW, BAI JS, ZHANG ZY. Effect of flavomycin on disease resistance of mink [J]. Heilongjiang Anim Sci Vet Med, 2018, (24): 186–188.
- [14] YUAN L, LI WL, HUO QQ, *et al.* Effects of xylo-oligosaccharide and flavomycin on the immune function of broiler chickens [J]. Peer J, 2018, (6): 1–13.
- [15] 高小聪, 吴艳平. 新型蛋雏鸡颗粒饲料对蛋雏鸡生长性能、免疫器官指数、肠道长度和胫长的影响[J]. 畜牧兽医科学(电子版), 2019, (18): 12–14.
GAO XC, WU YP. Effects of new type pellet feed on growth performance, immune organ index, intestinal length and tibial length of laying hens [J]. Graziery Vet Sci (Electron Vers), 2019, (18): 12–14.
- [16] LUNA A, TARIFA MF, FERNÁNDEZ ME, *et al.* Thymol, alpha tocopherol, and ascorbyl palmitate supplementation as growth enhancers for broiler chickens [J]. Poultry Sci, 2019, 98(2): 1012–1016.
- [17] 郭林英. 黄霉素对黄河鲤鱼生产性能的影响[J]. 河南水产, 2013, (2): 33–34.
GUO LY. Effect of flavomycin on production performance of Yellow River carp [J]. Henan Fish, 2013, (2): 33–34.
- [18] THAPALIYA D, FORSHEY BM, KADARIYA J, *et al.* Prevalence and molecular characterization of *Staphylococcus aureus* in commercially available meat over a one-year period in Iowa, USA [J]. Food Microbiol, 2017, 65: 122–129.
- [19] 王中成. 果胶寡糖螯合锌对肉仔鸡生长调控机制的研究[D]. 北京: 中国农业科学院, 2019.
WANG ZC. Study on the regulation mechanism of zinc pectin oligosaccharide chelate on the growth of broilers [D]. Beijing: Chinese Academy of Agricultural Sciences, 2019.

- [20] 许辉, 张鸿伟, 王凤美, 等. 液相色谱-串联质谱快速检测禽类组织中黄霉素 A 残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(12): 3784–3789.
- XU H, ZHANG HW, WANG FM, *et al.* Rapid determination of flavomycin A residue in poultry tissues by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(12): 3784–3789.
- [21] MARON DF, SMITHTJS, NACHMAN KE. Restrictions on antimicrobial use in food animal production: An international regulatory and economic survey [J]. Global Health, 2013, 9(1): 1–11.
- [22] 李金强, 沙美兰, 李晓玉, 等. 液相色谱串联质谱法测定饲料中黄霉素 A 的含量[J]. 中国兽药杂志, 2012, 46(9): 22–25.
- LI JQ, SHA ML, LI XY, *et al.* Determination of flavomycin A in feed by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Vet Med, 2012, 46(9): 22–25.
- [23] 刘春龙, 王仲琴, 方威. 中药制剂替代黄霉素对猪生长繁殖性能的影响[J]. 国外畜牧学(猪与禽), 2018, 38(10): 36–37.
- LIU CL, WANG ZQ, FANG W. Effect of traditional Chinese medicine preparation replacing flavomycin on growth and reproductive performance of pigs [J]. Anim Sci Abroad (Pigs Poultry), 2018, 38(10): 36–37.
- [24] 中华人民共和国农业农村部公告第 194 号[J]. 浙江畜牧兽医, 2020, 45(1): 28.
- Ministry of agriculture and rural areas of the People's Republic of China announcement No. 194 [J]. Zhejiang J Anim Sci Vet Med, 2020, 45(1): 28.
- [25] 周骏, 周明. 后抗生素时代猪的保健措施[J]. 饲料与畜牧, 2019, (5): 75–79.
- ZHOU J, ZHOU M. Health care measures for pigs in post antibiotic era [J]. Anim Agric, 2019, (5): 75–79.
- [26] 袁林, 李万利, 杜晨红, 等. 黄连解毒散和黄霉素对不同日龄肉鸡回肠菌群结构的影响[J]. 河南农业科学, 2020, 49(2): 142–149.
- YUAN L, LI WL, DU CH, *et al.* Effects of Huanglian Jiedu powder and flavomycin on the structure of ileum flora of broilers at different ages [J]. Henan Agric Sci, 2020, 49(2): 142–149.
- [27] 姜光丽. 中草药提取物对黄颡鱼生产性能及免疫功能的影响[J]. 饲料研究, 2015, (9): 56–60.
- JIANG GL. Effects of Chinese herbal extracts on growth performance and immune function of *Pelteobagrus fulvidraco* [J]. Feed Res, 2015, (9): 56–60.
- [28] TORKASHVAN S, SAKI AA. The effect of replacement antibiotic Flavomycin® with licorice extract and colloidal nano silver via in ovo injection and consumption of these compounds during production period on performance and some blood parameters of broilers [J]. Anim Sci J, 2019, 32(124): 59–76.
- [29] 谷子林, 马一鸣, 陈宝江, 等. 不同替抗生物活性物质对肉兔育肥和成活率的影响[A]. 中国畜牧业协会、新疆维吾尔自治区和田地区行政公署. 第九届(2019)中国兔业发展大会论文集[C]. 中国畜牧业协会、新疆维吾尔自治区和田地区行政公署: 中国畜牧业协会, 2019.
- GU ZL, MA YM, CHEN BJ, *et al.* Effects of different bioactive substances on fattening and survival rate of meat rabbits [A]. China Animal Husbandry Association, Hotan District Administrative Office of Xinjiang Uygur Autonomous Region. Proceedings of the 9th (2019) China Rabbit Industry Development Conference [C]. China Animal Husbandry Association, Hotan District Administrative Office of Xinjiang Uygur Autonomous Region: China Animal Husbandry Association, 2019.
- [30] TAYERI V, SEIDAVI A, ASADPOUR L, *et al.* A comparison of the effects of antibiotics, probiotics, synbiotics and prebiotics on the performance and carcass characteristics of broilers [J]. Vet Res Commun, 2018, 42(3): 1–13.
- [31] JUÁREZ-SILVA ME, CUCHILLO-HILARIO M, VILLARREAL-DELGADO E. Dietary supplementation of inulin or flavomycin and type of cut of rabbit meat: Changes on fatty acid profile and sensorial characteristics [J]. Rev Mex Cienc Pecu, 2019, 10(3): 552–570.
- [32] 刘翠玲, 张家国, 张长峰, 等. 3 种添加剂对鲤幼鱼生长、消化酶和免疫相关酶活性的影响[J]. 上海海洋大学学报, 2016, 25(5): 710–718.
- LIU CL, ZHANG JG, ZHANG CF, *et al.* Effects of three additives on growth, digestive enzyme and immune related enzyme activities of juvenile carp [J]. J Shanghai Ocean Univ, 2016, 25(5): 710–718.
- [33] YANG J, ZHAN K, ZHANG M. Effects of the use of a combination of two *Bacillus* species on performance, egg quality, small intestinal mucosal morphology, and cecal microbiota profile in aging laying hens [J]. Probiotics Antimicro, 2020, 12(1): 204–213.
- [34] YEGANEPARAST M, JAFARI ARVARI AR, HASHEMI SM. Effects of savory essential oil and flavomycin on performance and immune parameters in broiler chicks [J]. Res Anim Prod (Sci Res), 2019, 10(23): 1–10.
- [35] MAHMOUDI J, MIRZAIIE GS, FRAHAVAR A, *et al.* Influence of essential oils blend, probiotic and flavomycin on performance, gastrointestinal tract characteristics and blood parameters of broiler chickens [J]. Anim Prod, 2019, 21(3): 371–380.
- [36] GUO S, CHENG Q, LI Y, *et al.* Effects of dietary coated-oleum cinnamomi supplementation on the immunity and intestinal integrity of broiler chickens [J]. Anim Sci J, 2018, 89(11): 1581–1590.
- [37] SHAHRAMI E, JABBARI-RAD M, HOSSEINI SA, *et al.* Effects of different dietary levels of dill powder in comparison to growth promoters flavomycin on performance, humoral immune system response and cecal microbial population of broiler chickens [J]. Anim Prod, 2020, 22(4): 609–618.
- [38] CARDINAL KM, KIPPER M, ANDRETTA I, *et al.* Withdrawal of antibiotic growth promoters from broiler diets: Performance indexes and economic impact [J]. Poultry Sci, 2019, 98(12): 6659–6667.
- [39] CUONG NV, KIET BT, HIEN VB, *et al.* Antimicrobial use through consumption of medicated feeds in chicken flocks in the Mekong Delta of Vietnam: A three-year study before a ban on antimicrobial growth promoters [J]. PLoS One, 2021, 16(4): 1–11.
- [40] Regulation 1831/2003/EC of the European Parliament and of the council on additives for use in animal nutrition [S].
- [41] 赵晖, 徐新生, 黄洋, 等. 出口猪肉中富拉磷残留量微生物检测方法的研究[J]. 生物学杂志, 1999, (2): 3–5.
- ZHAO H, XU XS, HUANG Y, *et al.* Study on microbial detection of fulaphos residue in export pork [J]. J Biol, 1999, (2): 3–5.
- [42] 中华人民共和国农业部. 《进口兽药质量标准》[M]. 北京: 中华人民共和国农业部, 2006.
- Ministry of Agriculture of the People's Republic of China. Quality standards for imported veterinary drugs [M]. Beijing: Ministry of Agriculture of the People's Republic of China, 2006.
- [43] BONOMI A, ANGHINETTI A, LUCCELLI L. Estimation of flavomycin in mixed feeds by high performance liquid chromatography [J]. Riv Soc Ital Sci Dellal, 1990, 19(1-2): 85–88.

- [44] TIAN LL, HUANG DM, SHI YF, *et al.* Determination flavomycin residue in grass carp by high performance liquid chromatography [C]// 3rd International Conference on Material, Mechanical and Manufacturing Engineering (IC3ME 2015). Atlantis Press, 2015.
- [45] 陈剑慧, 管晨. 一种黄霉素的提取工艺: 中国, CN107586310B[P]. 2020-04-14.
- CHEN JH, GUAN C. Extraction process of flavomycin: China, CN107586310B [P]. 2020-04-14.
- [46] 刘慧敏, 聂琴, 黄召, 等. 母乳中脂溶性维生素的 HPLC 法建立及前处理方法[J]. 食品工业, 2020, 41(12): 313–317.
- LIU HM, NIE Q, HUANG Z, *et al.* Establishment of HPLC method for determination of fat soluble vitamins in human milk and its pretreatment [J]. Food Ind, 2020, 41(12): 313–317.
- [47] 曾兆国, 刘波, 陈永辉, 等. 离子对高效液相色谱法鉴别黄霉素方法的研究[J]. 饲料工业, 2008, (8): 46–47.
- ZENG ZG, LIU B, CHEN YH, *et al.* Identification of flavomycin by ion pair high performance liquid chromatography [J]. Feed Ind, 2008, (8): 46–47.
- [48] GALLO P, FABBROCINO S, SERPE L, *et al.* Determination of the banned growth promoter moenomycin A in feed stuffs by liquid chromatography coupled to electrospray ion trap mass spectrometry [J]. Rapid Commun Mass Spectrom, 2010, 24: 1017–1024.
- [49] 杨梦瑞, 简凌波, 王敏, 等. 盐酸沙拉沙星纯度定值方法研究及标准物质研制[J]. 农产品质量与安全, 2020, (6): 35–40, 44.
- YANG MR, JIAN LB, WANG M, *et al.* Study on the method for determining the purity of sarafloxacin hydrochloride and development of its reference material [J]. Qual Saf Agro-Prod, 2020, (6): 35–40, 44.
- [50] 尚远宏, 田金凤. QuEChERS-UPLC-MS/MS 法测定火龙果中 14 种农药残留[J]. 食品工业, 2020, 41(11): 315–319.
- SHANG YH, TIAN JF. Determination of 14 pesticide residues in pitaya by QuEChERS-UPLC-MS/MS [J]. Food Ind, 2020, 41(11): 315–319.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



周迎春, 硕士, 助理工程师, 主要研究方向为食品检测。
E-mail: 492930455@qq.com