

高效液相色谱-高分辨质谱法快速测定猪肉中的阿托品和普鲁卡因残留

尹原妍*, 曲斌, 刘雨昕, 陆桂萍, 刘善菁, 宋慧敏

(江苏省畜产品质量检验测试中心, 南京 210036)

摘要: 目的 建立高效液相色谱-高分辨质谱法测定猪肉中阿托品和普鲁卡因残留的分析方法。**方法** 样品经乙腈提取, 采用通过式吸附净化柱净化, 高效液相色谱 C₁₈ 柱分离化合物, 高分辨质谱分析测定, 平行反应监测模式定量检测, 外标法定量。**结果** 阿托品和普鲁卡因保留时间分别为 5 和 4 min, 在 0.1~5.0 μg/kg 之间线性关系良好, 批内、批间精密度均小于 20%, 回收率稳定在 85%~105% 之间, 定量限为 0.1 μg/kg。**结论** 该方法灵敏、快速、准确度高, 可用于监测猪肉中 2 种药物残留, 可为畜产品质量安全保障提供高效的技术支撑。

关键词: 阿托品; 普鲁卡因; 猪肉; 残留; 高效液相色谱-高分辨质谱法

Rapid determination of atropine and procaine residues in pork by high performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry

YIN Yuan-Yan*, QU Bin, LIU Yu-Xin, LU Gui-Ping, LIU Shan-Jing, SONG Hui-Min

(Jiangsu Institute for Quality Inspection and Testing of Animal Products, Nanjing 210036, China)

ABSTRACT: Objective To establish an analytical method for determination of atropine and procaine residues in pork by high performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry. **Methods** The samples were extracted with acetonitrile, purified by a mobile adsorption purification column, and the compounds were separated on a high performance liquid chromatography C₁₈ column, analyzed and determined by high-resolution mass spectrometry, detected quantitatively in parallel reaction monitoring mode, and quantified by external standard method. **Results** The retention times of atropine and procaine were 5 and 4 min, respectively. The linear relationships were good within the range of 0.1~5.0 μg/kg. The intra-assay and inter-assay precision were less than 20%, the recoveries were stable within the range of 85%~105%, and the limits of quantification were 0.1 μg/kg. **Conclusion** This method is sensitive, rapid and accurate, and can be used to monitor the residues of 2 kinds of drugs in pork, which can provide efficient technical support for the quality and safety assurance of livestock products.

KEY WORDS: atropine; procaine; pork; residues; high performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry

*通信作者: 尹原妍, 畜牧师, 主要研究方向为畜产品质量安全检验检测的新技术新方法研究。E-mail: 309684169@qq.com

*Corresponding author: YIN Yuan-Yan, Engineer, Jiangsu Quality Inspection and Testing Center for Animal Products, Nanjing 210036, China.
E-mail: qubin2000@hotmail.com

0 引言

阿托品(atropine, ATP)是从茄科植物中分离提取的一种生物碱类化合物, 因具有解除平滑肌痉挛、抑制腺体分泌等药理作用, 在兽医临幊上, 作为阻断 M 胆碱受体的抗胆碱药物使用, 主要用于解除消化道平滑肌痉挛、分泌增多和麻醉前给药等, 也用于有机磷酸酯类药物中毒和拮抗胆碱神经兴奋症状^[1]。普鲁卡因(procaine, PRC), 是一种常用局部麻醉药, 主要用于浸润麻醉、传导麻醉、硬膜外麻醉和封闭疗法^[2]。

近几年来, 少数不法分子为谋求经济利益最大化, 在动物屠宰前违规向动物体内大量注射阿托品和普鲁卡因, 利用阿托品抑制腺体分泌的药理学作用, 在短时间内引起动物口渴而主动大量饮水, 利用普鲁卡因麻醉的功效缓解动物的疼痛感, 最终达到增加动物体重、提高销售额的目的^[3]。然而, 阿托品是一种有毒的生物碱类化合物, 违规用药会导致阿托品在动物体内残留, 食用含有阿托品残留的动物性食品中毒后, 人会出现瞳孔扩大、神志模糊、狂躁不安、抽搐、昏迷等症状, 对消费者身体健康和生命安全造成威胁。近些年, 时有发生阿托品类生物碱中毒事件, 多见于人们食用了含有阿托品残留的动物源性食品^[4-7]。

GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》规定, 阿托品和普鲁卡因允许用于食品动物, 但未制定残留限量。因此, 规范二者的使用, 建立健全相关的残留监控机制对保障食品安全意义十分重大, 同时建立动物源性食品中二者的检验检测方法并用于食品安全监管监测, 也十分必要。

目前, 用于检测动物源性食品中阿托品和普鲁卡因残留量的方法^[8]主要有高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)^[9-10]、气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)^[11]和液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS)^[12-17]。本研究基于高效液相色谱-高分辨质谱法 (high performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry, HPLC-HRMS)的高灵敏度和高选择性^[18], 建立了猪肉中阿托品和普鲁卡因的测定方法, 并用于实际样品的测试, 以期为畜产品质量安全监管提供有效的技术手段支撑。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与材料

QE 液相色谱-高分辨质谱联用仪(美国 Thermo Fisher Scientific 公司); Sigma 3K30 离心机(德国西格玛公司); MS8 涡旋仪、KS 振荡器(德国 IKA 公司); VISIPREP 24TM DL 固相萃取前处理装置(美国色谱科公司); MV5 高通量平行浓缩

仪(美国莱伯泰科公司); LINKBLOW 氮气发生器(上海金浦科技有限公司)。

乙腈(分析纯, 德国 Merck 公司); 乙腈(色谱纯, 南京化学试剂厂有限公司); 甲酸(分析纯, 美国 Fisher 公司); 通过式吸附净化柱(EMR-lipid, 60 mg/3 mL, 美国安捷伦公司); 实验用水为实验室内自制。

标准物质: 阿托品(纯度 99.5%)、盐酸普鲁卡因(纯度 99.8%)(英国 LGC 公司)。

1.2 样品来源

猪肉样品均来源于江苏省畜产品质量检验测试中心。

1.3 溶液配制

取阿托品和盐酸普鲁卡因对照品各约 10 mg, 精密称定, 用甲醇:水(50:50, V:V)溶解, 制成 100 μg/mL 的标准储备液, 于-20 °C保存。

精密量取阿托品和普鲁卡因储备液各适量, 经甲醇:水(50:50, V:V)稀释, 制得 10 ng/mL 的标准混合工作液。

1.4 样品前处理

称取经均质的猪肉样品 2 g 于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 乙腈, 振荡提取 30 min, 高速低温离心, 量取上清液 4 mL 全部通过 EMR-Lipid 净化柱, 收集洗脱液, 精密量取其中的 2.0 mL 洗脱液, 在氮气流下吹干(50 °C水浴), 1.0 mL 初始流动相复溶, 作为供试液测定。

1.5 液相色谱-质谱条件

1.5.1 色谱条件

色谱柱: 安捷伦 Poroshell 120 EC-C₁₈ 柱(2.1 mm×100 mm, 1.9 μm)。流动相 A: 乙腈(含 0.1%甲酸), 流动相 B: 0.1%甲酸, 梯度洗脱条件见表 1。流速: 0.25 mL/min, 柱温: 30 °C, 进样量: 25 μL。

表 1 梯度洗脱条件
Table 1 Procedure of gradient elution

洗脱时间/min	流动相 B/%	流动相 A/%
0	85	15
5.5	25	75
5.7	85	15
8	85	15

1.5.2 质谱条件

质谱分析采用平行反应监测(parallel reaction monitoring, PRM)模式^[19-21]。质谱参数: 喷雾电压: 4500 V; 雾化气: 50 units; 辅助气: 20 units; 离子传输温度: 350 °C; 辅助加热温度: 400 °C; 分辨率: 35000。测试前使用校正液校正, 校正有效期维持在 7 d 内。目标物及其定量离子的精确质量数见表 2。

表 2 阿托品和普鲁卡因定性及定量离子信息
Table 2 Qualitative and quantitative ion information of atropine and procaine

目标化合物	母离子		子离子		保留时间/min	碰撞能量/eV
	组成	质荷比(<i>m/z</i>)	组成	精确质量数		
阿托品	[M+H] ⁺	290.2	C ₈ H ₁₄ N ⁺	124.11208	5.0	40
普鲁卡因	[M+H] ⁺	237.2	C ₆ H ₁₄ N ⁺	100.11208	4.0	25

1.6 方法学验证

经过测试的空白猪肉样品被用来考察方法学性能。使用空白猪肉样品制备一系列浓度的样品, 经样品前处理后, 评价方法的线性范围和定量限(limit of quantitation, LOQ), 向空白样品中添加低(0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、中(0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、高(1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$)3个浓度的目标物, 并同时测定多次, 来评估批内精密度和批间精密度, 通过对测得值与实际添加值的比较, 计算回收率。

2 结果与分析

2.1 监测离子的选择

平行反应监测的一大优势是在目标物靶向定量测定的同时可以获得目标物的子离子全扫描图, 而且是高分辨率、高质量精度的质谱全扫描图, 阿托品和普鲁卡因的子离子全扫描图如图1所示, 通过对二者子离子的归属(图1), 选择丰度最强的 *m/z* 124.11208 和 *m/z* 100.11208 作为各自的定量子离子, 同时, 其他的子离子可以作为定性判断的依据。

2.2 前处理方法的选择

近几年, 通过式净化成为兽药残留样品前处理的新方法、新技术, 样品提取液中的磷脂、脂质干扰物通过与固相萃取填料上的特定官能团吸附结合而保留在固相萃取柱上, 目标化合物通过固相萃取柱并保留在提取液中, 进而达到净化的目的。考虑到阿托品和普鲁卡因都是碱性小分子化合物, 结合文献^[22-23], 本研究首先选择通过式净化作为样品前处理方式。实践表明, 样品经净化后, 回收率不低于60%, 同时, 通过式净化方法简化了样品前处理流程, 单个样品的净化时间由30 min 缩短至3 min, 大大提高了实验效率。与文献其他方法的对比如表3所示。

2.3 方法学验证结果

2.3.1 专属性

空白猪肉的色谱图如图2所示, 阳性添加的猪肉(添加量为0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$)的色谱图见图3, 空白猪肉的基质干扰物未检出, 普鲁卡因的保留时间为4.0 min, 阿托品的保留时间为5.0 min, 二者保留时间均是死时间的3倍以上, 且色谱峰峰形对称, 达到了基线分离。

2.3.2 标准曲线及线性范围

将适量的标准工作液, 精密量取并添加到空白猪肉中, 制得目标物浓度梯度为0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的标准曲线样品, 经样品前处理和LC-HRMS测定, 分别以化合物质量浓度为横坐标, 以定量离子峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。阿托品和普鲁卡因在0.1~5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内, 有良好的线性关系[阿托品回归方程(权重系数 $1/\chi^2$)为 $Y=-45966+2364040X$, 相关系数0.9966, 普鲁卡因回归方程(权重系数 $1/\chi^2$)为 $Y=-88051+282440X$, 相关系数0.9914]。考虑到信噪比和重现性等因素, 在本方法中, 目标化合物的定量限为0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.3.3 精密度与回收率

向空白猪肉样品中分别添加1倍LOQ(低浓度)、2倍LOQ(中浓度)和10倍LOQ(高浓度)的目标物, 并且在每个浓度水平进行5次同步平行实验, 并考察3 d, 根据检测结果计算回收率, 并用相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)评价批内和批间精密度, 结果见表4, 批内、批间精密度均小于20%, 回收率稳定在85%~105%之间, 符合兽药残留分析的规范和要求。

2.4 实际样品的测定

江苏省畜产品质量检验测试中心在2018年的风险排查工作中, 对100个猪肉、牛肉样品进行了检测, 其中1例猪肉检出普鲁卡因, 残留量4.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。在2019年的风险监测与评估中, 对100个猪肉样品进行了检测, 其中2例检出阿托品, 残留量分别为0.13和0.16 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 同时, 在和另一名检验员“背靠背”进行的猪肉中水分测定结果[GB/T 9695.15—2008《肉与肉制品水分含量测定》(直接干燥法)]对比后发现, 按照GB 18394—2011《畜禽肉水分限量》判定, 残留量为0.16 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的样品水分(78.1%)超标(限量值≤77%), 残留量为0.13 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的样品水分(76.3%)不超标, 若按照即将实施的GB 18394—2020《畜禽肉水分限量》判定, 这2个样品的水分都超过标准的规定(限量值≤76.0%)。

3 结论

本研究建立了猪肉中阿托品和普鲁卡因残留的高效液相色谱-高分辨质谱快速测定方法, 方法简便、快速、灵敏, 经实际样品分析, 极低的定量限能够满足残留监控的需要, 为修订阿托品和普鲁卡因的残留限量提供了数据和技术支撑。

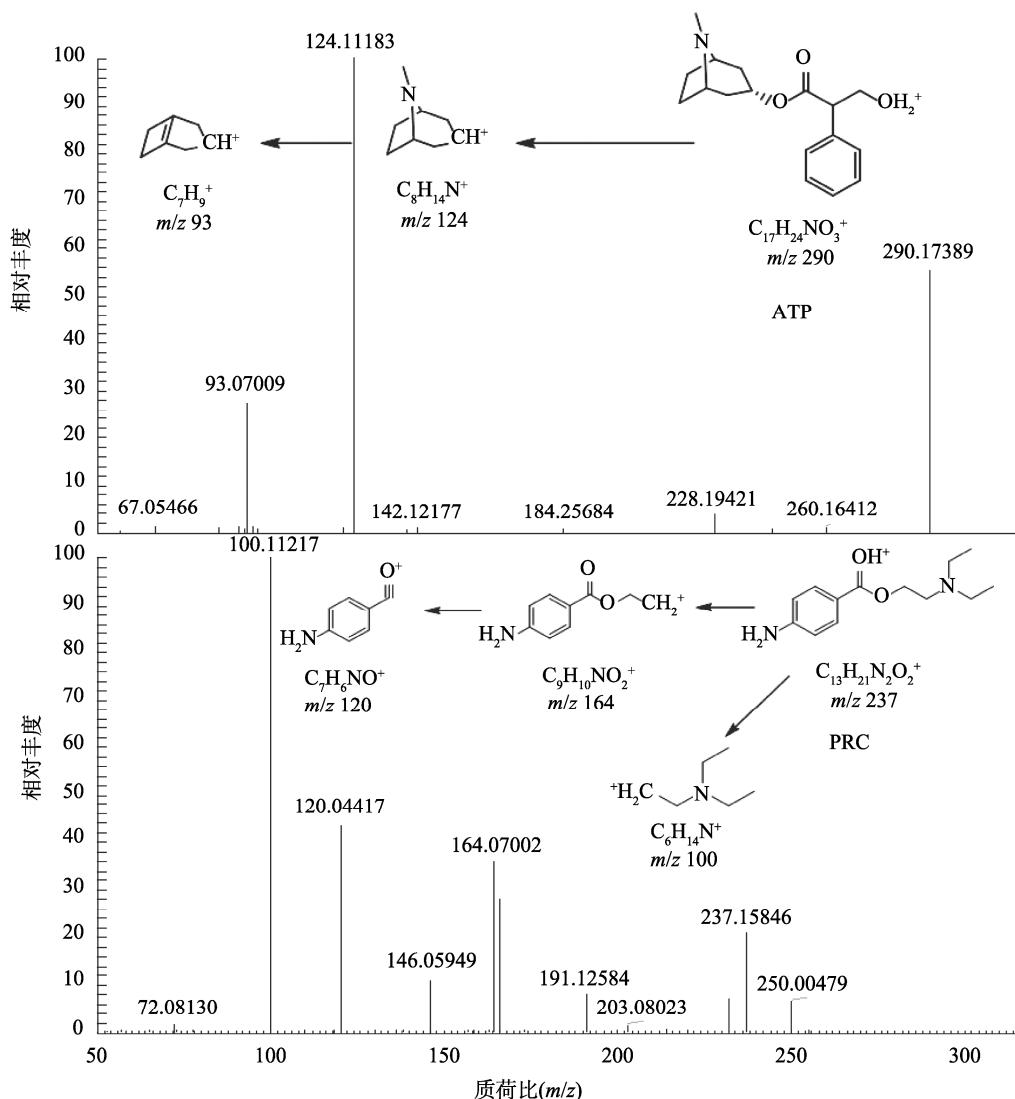


图 1 阿托品和普鲁卡因的子离子全扫描图
Fig.1 Full scan of the daughter ions of atropine and procaine

表 3 阿托品残留分析方法的对比
Table 3 Comparison of analytical methods for atropine residues

文献	目标物	前处理方法	分离检测	线性范围	LOQ	实际样品测试
9	ATP	甲醇提取, 正己烷脱脂	HPLC	0.002~0.02 mg/mL	2 mg/kg	无
10	ATP	乙腈提取, HLB 净化	HPLC	0.5~20 μg/mL	0.5 mg/kg	无
11	ATP	酸性水提取, 乙醚脱脂	GC-MS	0~100 ng	20 ng	有
12	ATP	KH ₂ PO ₄ 缓冲溶液-乙腈(4:1, V:V)提取	LC-MS/MS	0.10~5.0 ng/mL	1.5 μg/kg	无
13	ATP	乙腈-0.1%甲酸(90:10, V:V)提取, PEP-2 净化	LC-MS/MS	0.2~10 μg/kg	0.5 μg/kg	无
14	ATP 等	乙腈提取, 正己烷净化	LC-MS/MS	0.5~20 ng/mL	0.072 μg/kg	无
15	ATP、PRC 等	0.1 mol/L 磷酸盐缓冲溶液提取, HLB 净化	LC-MS/MS	0.25~50 μg/L	2.0 μg/kg	有
16	ATP、PRC 等	KH ₂ PO ₄ 缓冲溶液提取, MCX 净化	LC-MS/MS	0.5~50 μg/kg	0.5 μg/kg	无
17	ATP、PRC 等	硅藻土柱吸附	LC-HRMS	0.5~5.0 ng/mL	0.5 μg/kg	无
本文	ATP、PRC	乙腈提取, EMR-Lipid 净化	LC-HRMS	0.1~5.0 μg/kg	0.1 μg/kg	有

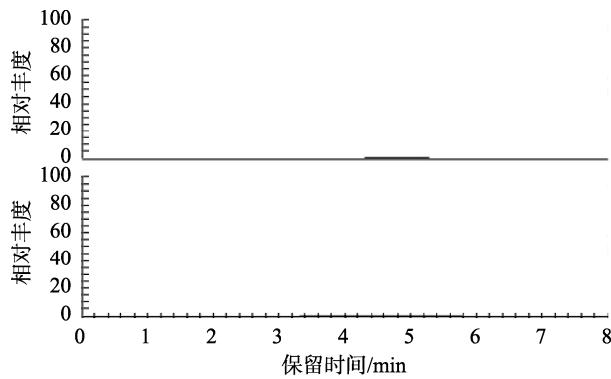


图2 空白猪肉的色谱图

Fig.2 Chromatogram of blank pork

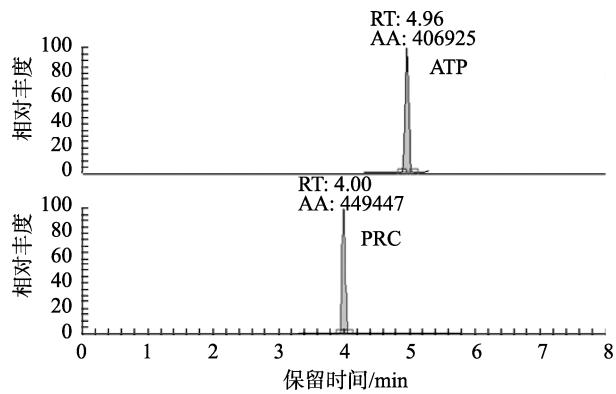


图3 阳性添加的色谱图(0.2 μg/kg)

Fig.3 Chromatograms of positive additions (0.2 μg/kg)

表4 猪肉中阿托品和普鲁卡因的回收率和精密度
Table 4 Recoveries and precisions of atropine and procaine in pork

药物名称	日内精密度 RSD/%				日间精密度 RSD/%				平均回收率/%		
	0.1 μg/kg	0.2 μg/kg	1.0 μg/kg	0.1 μg/kg	0.2 μg/kg	1.0 μg/kg	0.1 μg/kg	0.2 μg/kg	1.0 μg/kg	1.0 μg/kg	1.0 μg/kg
ATP	13.1	6.5	3.7	16.9	12.2	9.9	89.3	92.5	90.6		
PRC	9.2	8.8	5.0	15.8	11.7	8.2	87.6	89.8	102.3		

参考文献

- [1] 中国兽药典委员会. 中华人民共和国兽药典(2015年版一部)[M]. 北京: 中国农业出版社, 2016.
- Commission of Chinese Veterinary Pharmacopoeia. Chinese Veterinary Pharmacopoeia (Part 1 of 2015 edition) [M]. Beijing: China Agriculture Press, 2016.
- [2] 中国兽药典委员会. 中华人民共和国兽药典兽药使用指南-化学药品卷(2010年版)[M]. 北京: 中国农业出版社, 2011.
- Commission of Chinese Veterinary Pharmacopoeia. Guidelines for the use of veterinary drugs of Chinese Veterinary Pharmacopoeia (Chemical drugs volume of 2010 edition) [M]. Beijing: China Agriculture Press, 2011.
- [3] 苏岭, 温海玲. "潜规则"鬼魅下的注水肉[J]. 健康必读, 2009, 5: 32.
- SU L, WEN HL. Water-injected meat under the ghosts of hidden rules [J]. Gems Health, 2009, 5: 32.
- [4] 管世顺, 王想霞. 一起生兔肉含阿托品引起中毒的调查报告[J]. 河南预防医学杂志, 2000, 11(6): 367.
- GUAN SS, WANG XX. A report on food poisoning incident caused by atropine in raw rabbit meat [J]. Henan J Prev Med, 2000, 11(6): 367.
- [5] 张丹. 一起阿托品引起食物中毒检验分析报告[J]. 医学动物防制, 2008, 24(9): 699.
- ZHANG D. A report on food poisoning incident caused by atropine [J]. Med Anim Prev, 2008, 24(9): 699.
- [6] 徐勇, 王新华. 一起食用注射阿托品羊肉引起的食物中毒[J]. 食品与药品, 2001, (3): 29.
- XU Y, WANG XH. A food poisoning incident caused by eating mutton which contains atropine [J]. Food Drug, 2001, (3): 29.
- [7] 李文忠, 郑爱菊. 一起食用猪脖肉引起的阿托品中毒[J]. 预防医学文献信息, 2001, 7(2): 191.
- LI WZ, ZHENG AJ. A food poisoning incident caused by eating pork neck which contains atropine [J]. Chin J Prevent Med, 2001, 7(2): 191.
- which contains atropine [J]. Prev Med Tribune, 2001, 7(2): 191.
- [8] 王梓乐, 张艳芳, 郑丕苗, 等. 动物源性食品中阿托品残留检测研究进展[J]. 中国动物检疫, 2019, 36(11): 50-52.
- WANG ZL, ZHANG YF, ZHENG PM, et al. Research progress on detection of atropine residues in animal-derived foods [J]. China Anim Health Inspect, 2019, 36(11): 50-52.
- [9] 李长缨, 李东方, 于波. 高效液相色谱法测定肉制品中硫酸阿托品含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(5): 1090-1091.
- LI CY, LI DF, YU B. Determination of atropine sulfate in meat by HPLC [J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, 21(5): 1090-1091.
- [10] 薄永恒, 李淑焕, 杨修镇, 等. 高效液相色谱法检测猪肉、羊肉中阿托品残留量的研究[J]. 中国兽药杂志, 2020, 54(9): 28-32.
- BO YH, LI SH, YANG XZ, et al. Study on the determination of atropine residues in pork and lamb by HPLC [J]. Chin J Vet Drug, 2020, 54(9): 28-32.
- [11] 董仕林, 白怡平, 杨雪峰. 应用GC-MS检验羊肉中阿托品的方法研究[J]. 安徽预防医学杂志, 2006, 12(4): 227-231.
- DONG SL, BAI YP, YANG XF. Detection of atropine in mutton with gas chromatograph-mass spectrometer [J]. Anhui J Prev Med, 2006, 12(4): 227-231.
- [12] 林奕云, 杨熙, 林晨, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定牛肉中的阿托品[J]. 山东化工, 2019, 48: 90-92.
- LIN YY, YANG X, LIN C, et al. Determination of atropine in beef by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Shandong Chem Ind, 2019, 48: 90-92.
- [13] 胡兴娟, 吴宁鹏, 孟蕾, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉、猪肝及猪尿中的阿托品残留[J]. 中国兽药杂志, 2014, 48(7): 46-49.
- HU XJ, WU NP, MENG L, et al. Determination of atropine in porcine muscle, liver and urine by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Vet Drug, 2014, 48(7): 46-49.

- [14] 段科, 刘刚, 周凯, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测生肉中的阿托品和山莨菪碱[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(12): 4841–4846.
- DUAN K, LIU G, ZHOU K, et al. Determination of anisodamine and atropine in raw meat by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(12): 4841–4846.
- [15] 李志刚, 任南, 马燕红, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测鲜冻肉中违禁注水药物[J]. 食品科学, 2018, 39(12): 308–312.
- LI ZG, REN N, MA YH, et al. Determination of illegal water-retaining drugs in frozen meat by UPLC-MS/MS [J]. Food Sci, 2018, 39(12): 308–312.
- [16] 王海燕, 姜连阁, 王继双, 等. 液相色谱-串联质谱法同时测定畜肉中阿托品、山莨菪碱、东莨菪碱、普鲁卡因和利多卡因残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(15): 4043–4049.
- WANG HY, JIANG LG, WANG JS, et al. Simultaneous determination of anisodamine and atropine in raw meat by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(15): 4043–4049.
- [17] 陈树兵, 余晓玲, 李双, 等. 猪肉中常见的 9 种蓄水类药物残留的快速筛查[J]. 分析科学学报, 2021, 37(2): 188–192.
- CHEN SB, YU XL, LI S, et al. Rapid screening of nine common water flooding drug residues in pork [J]. J Anal Sci, 2021, 37(2): 188–192.
- [18] 曲斌, 刘善菁, 刘雨昕, 等. 基于平行反应监测模式的液相色谱-四极杆-静电场轨道阱质谱测定生鲜牛乳中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 药物分析杂志, 2019, 39(2): 333–340.
- QU B, LIU SJ, LIU YX, et al. Quantitative determination of fipronil and its metabolites residues in raw milk by liquid chromatography-quadrupole-orbitrap mass spectrometry with parallel reaction monitoring mode [J]. Chin J Pharm Anal, 2019, 39(2): 333–340.
- [19] 汪云花, 曲斌, 刘善菁, 等. 基于平行反应监测模式的液相色谱-四极杆-静电场轨道阱质谱法快速测定猪肉中 β -受体激动剂残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(10): 2369–2378.
- WANG YH, QU B, LIU SJ, et al. Quantitative determination of β -agonists residues in pork by liquid chromatography quadrupole-orbitrap-high resolution mass spectrometry based on parallel reaction monitoring mode [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(10): 2369–2378.
- [20] 曲斌, 吴玲, 刘雨昕, 等. 双重净化法结合液质联用法快速测定鸡蛋中的磺胺类药物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(23): 8958–8966.
- QU B, WU L, LIU YX, et al. Rapid determination of sulfonamides residues in eggs by dual-cleanup and liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(23): 8958–8966.
- [21] 吴玲, 刘雨昕, 刘善菁, 等. 液相色谱-质谱联用测定鸡蛋中 4-乙酰氨基苯甲酸的残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(3): 1100–1106.
- WU L, LIU YX, LIU SJ, et al. Residual determination of p-acetylaminobenzoic acid in eggs by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(3): 1100–1106.
- [22] LUO P, LIU XH, KONG F, et al. Simultaneous determination of 169 veterinary drugs in chicken eggs with EMR-Lipid clean-up using ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Anal Methods, 2019, 11(12): 1657–1662.
- [23] ZHAO LM, LUCAS D, LONG D, et al. Multi-class multi-residue analysis of veterinary drugs in meat using enhanced matrix removal lipid cleanup and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2018, 1549(1): 14–24.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介

尹原妍, 畜牧师, 主要研究方向为畜产品质量安全检验检测的新技术新方法研究。
E-mail: 309684169@qq.com