

分散固相萃取结合液相色谱-串联质谱法测定淡水鱼中9种磺胺类和3种喹诺酮类药物残留量

周瑞铮*, 陈锦杭, 张树权, 周惠健, 郑耀林, 林秋凤

(东莞市食品药品检验所, 东莞 523808)

摘要: 目的 建立分散固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测淡水鱼中9种磺胺类和3种喹诺酮类药物的分析方法。**方法** 淡水鱼肉样品用1%甲酸乙腈提取, 提取液经盐析后取乙腈层, 用分散固相萃取净化包净化, 目标物用C₁₈色谱柱(2.1 mm×50 mm, 1.7 μm)分离, 采用0.1%甲酸水-乙腈作为流动相进行梯度洗脱, 利用电喷雾离子源正离子多反应监测模式进行测定, 内标法定量。**结果** 9种磺胺和3种喹诺酮类药物在1~50 ng/mL浓度范围内线性关系良好, 相关系数均大于0.999。检出限和定量限分别为0.1~1.0 μg/kg、0.5~5.0 μg/kg, 在3个不同浓度添加水平下的平均回收率为84.4%~114.6%, 相对标准偏差为1.0%~7.8% (n=6)。**结论** 该方法操作简单、快速、灵敏度高, 适用于淡水鱼中常见9种磺胺和3种喹诺酮类兽药残留测定。

关键词: 分散固相萃取; 液相色谱-串联质谱法; 淡水鱼; 磺胺; 喹诺酮

Determination of 9 kinds of sulfonamides and 3 kinds of quinolones residues in freshwater fish by dispersive solid phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHOU Rui-Zheng*, CHEN Jin-Hang, ZHANG Shu-Quan, ZHOU Hui-Jian,
ZHENG Yao-Lin, LIN Qiu-Feng

(Dongguan Institutes for Food and Drug Control, Dongguan 523808, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 9 kinds of sulfonamides and 3 kinds of quinolones residues in freshwater fish by dispersive solid phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Freshwater fish samples were extracted with 1% formic acid acetonitrile, the extracted solution was salted out, and the acetonitrile layer was purified with disperse solid phase extraction purification package, the target substance was separated on a C₁₈ column (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm), and gradient elution was carried out using water and acetonitrile with 0.1% formic acid as mobile phase, the electrospray ion source positive ion multi-reaction monitoring mode was used for determination, and the internal standard method was used for quantification. **Results** The 9 kinds of sulfonamides and 3 kinds of quinolones had good linear relationships in the concentration range of 1–50 ng/mL, and the correlation coefficients were all greater than 0.999. The limits of detection and limits of quantification were 0.1–1.0 μg/kg and 0.5–5.0 μg/kg, respectively, the average recoveries were 84.4%–114.6% at 3 kinds of different supplemental levels. The relative standard deviations were 1.0%–7.8% (n=6). **Conclusion** This method is simple, rapid, sensitive and suitable for the determination of 9 kinds

*通信作者: 周瑞铮, 硕士, 主要研究方向为食品检验。E-mail: Zhou Ruizheng1124@126.com

*Corresponding author: ZHOU Rui-Zheng, Master, Dong Guan Huangqi Road, Songshanghu District, Dongguan 523808, China. E-mail: Zhou Ruizheng1124@126.com

of sulfonamides and 3 kinds of quinolones residues in freshwater fish.

KEY WORDS: dispersive solid phase extraction; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; freshwater fish; sulfonamide; quinolone

0 引言

磺胺类、喹诺酮类药物是人工合成的、具有对氨基苯磺酰胺结构的广谱类抗生素药物,可以预防和治疗细菌感染性疾病被广泛应用于畜禽、水产养殖行业^[1-3]。抗生素通过养殖直接投放进入鱼体,或通过养猪或水面养鸭的粪便进入水体环境,从而间接进入鱼体^[4-5]。该类抗生素可通过食物链蓄积进入人体,对器官产生一定的毒性,增加人类疾病风险^[6]。美国和欧盟均对磺胺和喹诺酮类药物做出了残留限量标准,我国国家标准规定动物源性食品中磺胺总量的最高残留限量为 100 μg/kg。恩诺沙星(以恩诺沙星、环丙沙星之和计)最高残留限量为 100 μg/kg,氧氟沙星不得检出^[7]。目前,高效液相色谱-串联质谱法是测定抗生素残留的主要检测方法,具有灵敏度高、准确度高、重现性好等优点,是测定动物源性食品中抗生素残留的主要检测方法^[8-11]。样品前处理是分析检测的重要环节,其过程包括分离、净化,直接影响检测方法的准确性和灵敏度,常用的前处理方法有液液萃取、固相萃取、分散固相萃取^[12-16]。本研究以淡水鱼为研究对象,采用分散固相萃取净化,对液相分离条件、质谱条件和样品前处理进行了优化,建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定淡水鱼中 9 种磺胺类(磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺嘧啶、磺胺氯达嗪、磺胺邻二甲氧嘧啶)和 3 种喹诺酮类(恩诺沙星、环丙沙星、氧氟沙星)抗生素残留的分析方法,以为淡水养殖生态系统中的磺胺和喹诺酮残留风险提供参考^[17-19]。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

样品为超市抽取,包括淡水鲈鱼 15 份、鳊鱼 20 份、鲫鱼 20 份、草鱼 20 份和福寿鱼 15 份。

磺胺氯达嗪、磺胺嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶(纯度大于 97%,中国食品药品检定研究院);磺胺甲基噁唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲氧嘧啶、氧氟沙星、磺胺喹噁啉、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、环丙沙星(纯度大于 97%,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司);磺胺二甲嘧啶(纯度大于 97%,中国药品生物制品鉴定所);恩诺沙星、磺胺邻二甲氧嘧啶-D3、磺胺间二甲氧嘧啶-D6、诺氟沙星-D5 恩诺沙星-D5、环丙沙星-D8(纯度大于 97%,北京曼哈格生物科技

有限公司)。

乙腈、甲醇、甲酸、正己烷(色谱纯,美国 Tidea 公司);CNW dSPE 净化管(上海安谱实验科技股份有限公司)。

1.2 仪器与设备

SCIEX 5500⁺质谱联用仪[配电喷雾(electrospray, ESI)离子源,美国 AB 公司];CPA225D 电子分析天平(感量 0.00001 g)、BSA223S 电子分析天平(感量 0.001 g)(德国赛多利斯公司);3K 15 离心机(9500 r/min,德国 Sigma 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 色谱条件

色谱柱: Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm);流速 0.2 mL/min;柱温 30 °C;进样量 2 μL。流动相 A: 0.1%甲酸水溶液;流动相 B: 乙腈。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 液相洗脱梯度
Table 1 Liquid elution gradient

时间/min	0.1%甲酸水/%	乙腈/%
0.00	85.0	15.0
4.00	50.0	50.0
5.00	0	100.0
6.50	0	100.0
6.60	85.0	15.0
10.00	85.0	15.0

1.3.2 质谱条件

离子源:电喷雾(electrospray, ESI);扫描模式:正离子扫描;检测方式:多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM);雾化气(GS1):50.0 psi(氮气);辅助气(GS2):50.0 psi(氮气);气帘气:30.00 psi(氮气);喷雾电压:5500 V;去溶剂温度:550 °C;碰撞气:8.00 psi(氮气)。

1.3.3 标准溶液

分别称取 10 mg 12 种标准物质于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解定容配制成质量浓度为 1.0 mg/mL 的单一标准储备液,置于-20 °C 冰箱中贮存,使用期限为 1 个月。根据需要将上述储备液混合稀释成不同质量浓度的混合标准溶液,现用现配。定量分析时,9 种磺胺和 3 种喹诺酮均采用内标法进行校正。其中,氧氟沙星以诺氟沙星

-D5 为内标; 恩诺沙星以恩诺沙星-D5 为内标, 环丙沙星以环丙沙星-D8 为内标, 磺胺喹啉、磺胺间二甲氧嘧啶以磺胺间二甲氧嘧啶-D6 为内标, 磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺氯达嗪、磺胺邻二甲氧嘧啶以磺胺邻二甲氧嘧啶-D3 为内标。

1.3.4 样品前处理

(1) 提取

将鱼肉去骨均质后称取 2 g (精确至 0.1 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 15 mL 1% 甲酸-乙腈溶液, 于旋涡混匀器上涡旋 5 min, 加入 4 g $MgSO_4$ 、1 g NaCl, 然后超声水浴 10 min, 以 5000 r/min 离心 5 min, 转移上清液备用, 加入 15 mL 1% 甲酸-乙腈溶液重复上述步骤再提取一次, 合并 2 次提取液。

(2) 净化

将提取液转移到 CNW dSPE 净化管中, 涡旋 5 min, 以 5000 r/min 离心 5 min, 转移净化管中所有上清液到鸡心瓶中, 40 °C 减压蒸发至近干。加入 1 mL 5% 乙腈水复溶, 涡旋混合 1 min, 过 0.22 μm 滤膜, 供液相色谱-质谱测定。

取空白样品进行平行操作。

1.3.5 基质加标标准工作曲线的制备

称取与试样基质相应的阴性样品 2.0 g, 加入上述 6 种不同浓度的标准系列溶液 1.0 mL, 按照 1.3.4 步骤与试样同时进行提取和净化, 即得基质加标标准工作曲线溶液。

2 结果与分析

2.1 色谱和质谱条件优化

对于磺胺类和喹诺酮类, 水相中加入甲酸后, 目标物的峰形较好, 灵敏度也会得到显著提高^[13-14]。添加不同浓度的甲酸, 结果表明含 0.1% 甲酸的水溶液作为水相时, 各目标物的峰形尖锐, 分离效果较好, 当酸浓度增大, 目标物电离受到抑制。原因是这两类药物均呈弱碱性, 加入适当浓度的酸可以促进目标化合物带电, 从而提高待测物在电喷雾离子源中的正离子化效率, 促进 $[M+H]^+$ 峰的形成, 最终提高了质谱响应。待测物中的同分异构体先用混合标准溶液进行色谱分离, 再用单一标准溶液进行确定各异构体的时间窗口。

根据待测物的化学结构, 12 种化合物适合在电喷雾正离子模式下进行母离子全扫描, 确定其母离子均为 $[M+H]^+$ 。实验在 ESI^+ 模式下进行离子化, 采用质谱直接进样的方式将 100 ng/mL 的混合标准中间液进行质谱参数优化, 以各化合物的分子离子峰为母离子, 进行子离子全扫描, 得到它的碎片离子信息; 通过改变碰撞能量 (collision energy, CE) 和去簇电压 (declustering potential, DP), 选择信号较强、干扰较小的子离子对, 其中丰度相对较强的为定

量离子, 另一个作为定性离子, 在 MRM 模式下对 2 个碎片离子的 CE 和 DP 等质谱条件进行优化, 使定量离子、定性离子的响应达最佳, 各种物质灵敏度达到最优。优化后的质谱参数见表 2。

2.2 样品前处理优化

液质分析的提取溶剂, 大多采用甲醇或乙腈, 而采用乙腈可以避免从动物组织中提取出过多的脂肪, 同时它具有较好的蛋白沉淀效果、较少共提物的特点^[8-10], 本方法选择乙腈作为提取溶剂。磺胺类药物有酸碱两性, 在不同的溶剂中均有一定的溶解性^[15,20]; 喹诺酮类药物带有伯胺或仲胺基团, 具有一定的弱碱性, 在酸性提取溶剂下, 更易被萃取^[16]。实验比较了乙腈中分别添加 1%、2%、5% 甲酸的提取效果, 在浓缩过程中发现 2% 甲酸乙腈、5% 甲酸乙腈组的旋蒸时间是 1% 甲酸乙腈组的 2 倍, 再结合回收率, 发现提取液中加入 1% 甲酸可达到较理想的回收率, 因此最终选择 1% 甲酸乙腈作为提取溶剂。实验还考察了 1、2、5、10、15 min 超声提取时间对目标物的提取效果。结果表明, 随着超声提取时间的延长, 目标物提取率随之增大。当超声时间增至 10 min 和 15 min 时, 目标物的回收率无明显差异。为了保证提取效率、减少杂质干扰, 最终选择超声时间为 10 min。

2.3 基质效应、线性关系、检出限与定量限

方法基质效应, 如表 3 所示, 其中氧氟沙星的基质效应最强, 为 1.19, 其余待测物质在 0.83~1.12 之间。虽然 12 种物质均受到一定的基质效应影响, 但根据文献^[17]研究基质效应在 0.80~1.20 之间可不考虑基质效应的影响。

本研究采用内标法, 以系列标准溶液的质量浓度 X 为横坐标, 以化合物峰面积和内标峰面积的比值 Y 为纵坐标, 绘制标准曲线。如表 3 所示, 各组分在 1~50 ng/mL 浓度范围内线性良好, 相关系数均大于 0.999。以定量离子的 3 倍信噪比 ($S/N=3$) 为检出限 (limit of detection, LOD), 10 倍信噪比 ($S/N=10$) 为定量限 (limit of quantitation, LOQ), 测定各组分的检出限和定量限浓度, 如表 3 所示, 各组分的检出限在 0.1~1.0 $\mu g/kg$ 之间, 定量限在 0.5~5.0 $\mu g/kg$ 之间。

2.4 回收率及精密度

在空白样品中添加 9 种磺胺和 3 种喹诺酮类药物混合标准溶液, 添加量分别为 2.0、4.0 和 6.0 $\mu g/kg$, 结果见表 4。各化合物的平均回收率为 84.4%~114.6%, 相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 为 1.0%~7.8%, 回收率、精密度均符合 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检验》附录 F 的检测方法确认的技

术要求^[20]。

中均未有磺胺类、氧氟沙星和环丙沙星药物残留, 1 份鲫鱼、1 份福寿鱼和 1 份鲈鱼中检出恩诺沙星, 含量分别为 13.28、9.99、9.41 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.5 实际样品检测

采用本方法检测 5 种淡水鱼共 90 份试样。检测样品

表 2 9 种磺胺和 3 种喹诺酮类药物的质谱采集参数
Table 2 Mass spectrometric parameters of 9 kinds of sulfonamides and 3 kinds of quinolones

化合物	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞电压/V	去簇电压/V
磺胺甲基嘧啶	2.03	265.1	156.1*	23	80
			172.1	23	80
磺胺甲噁唑	3.39	254.1	156.1*	22	60
			108.2	35	60
磺胺二甲嘧啶	2.37	279.1	186.1*	25	80
			156.1	25	80
磺胺间二甲氧嘧啶	3.98	311.0	156.4*	27	80
			108.4	40	80
磺胺间甲氧嘧啶	2.93	281.0	156.1*	25	60
			215.1	25	60
磺胺喹噁啉	3.99	301.0	156.1*	25	100
			108.1	38	100
磺胺嘧啶	1.62	251.1	156.1*	23	80
			108.1	33	80
磺胺氯达嗪	3.09	285.0	156.1*	22	80
			108.1	35	80
磺胺邻二甲氧嘧啶	3.25	311.0	156.4*	27	80
			108.4	40	80
氧氟沙星	1.84	362.0	318.0*	27	120
			261.0	38	120
恩诺沙星	2.27	360.1	316.0*	27	100
			245.0	38	100
环丙沙星	1.95	332.0	288.0*	26	100
			245.0	34	100
磺胺邻二甲氧嘧啶-D3	3.21	314.1	156.1	25	100
磺胺间二甲氧嘧啶-D6	3.93	317.1	156.1	28	120
诺氟沙星-D5	1.81	365.1	321.1	30	120
恩诺沙星-D5	2.26	325.1	307.1	31	120
环丙沙星-D8	1.93	340.1	322.1	30	100

注: *为定量离子。

表 3 线性范围、线性方程、相关系数、检出限、定量限、基质效应

Table 3 Linear ranges, regression equations, correlation coefficients, limits of detection, limits of quantification and matrix effect

名称	线性范围/(ng/mL)	线性方程	相关系数(<i>r</i>)	LOD/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	LOQ/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	基质效应
磺胺甲基嘧啶	1~50	$Y=0.03573X$	0.9998	0.2	1.0	1.09
磺胺甲噁唑	1~50	$Y=0.05238X$	0.9998	1.0	5.0	0.89
磺胺二甲嘧啶	1~50	$Y=0.04506X$	0.9999	1.0	5.0	1.01
磺胺间二甲氧嘧啶	1~50	$Y=0.27048X$	0.9999	0.2	1.0	1.02
磺胺间甲氧嘧啶	1~50	$Y=0.02600X$	0.9994	0.4	2.0	0.91
磺胺喹噁啉	1~50	$Y=0.09792X$	0.9994	0.3	1.5	1.02
磺胺嘧啶	1~50	$Y=0.04584X$	0.9999	0.2	1.0	1.12
磺胺氯达嗪	1~50	$Y=0.03754X$	0.9998	0.3	1.5	0.96
磺胺邻二甲氧嘧啶	1~50	$Y=0.08521X$	0.9999	0.1	0.5	1.06
氧氟沙星	1~50	$Y=0.18407X$	0.9996	0.2	1.0	1.19
恩诺沙星	1~50	$Y=0.06307X$	0.9994	0.2	1.0	0.83
环丙沙星	1~50	$Y=0.04282X$	0.9994	1.0	5.0	0.84

表 4 加标回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 4 Standard recoveries and RSDs ($n=6$)

编号	名称	2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$		4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$		6.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
1	磺胺甲基嘧啶	102.7	3.2	111.9	5.0	107.3	2.7
2	磺胺甲噁唑	92.1	2.3	112.9	1.9	106.6	6.6
3	磺胺二甲嘧啶	105.2	7.5	110.2	4.4	97.6	4.1
4	磺胺间二甲氧嘧啶	95.2	5.0	113.3	7.8	99.2	4.4
5	磺胺间甲氧嘧啶	89.2	4.6	107.5	3.1	100.9	3.1
6	磺胺喹噁啉	84.7	3.9	102.9	3.2	100.8	4.5
7	磺胺嘧啶	90.0	4.6	106.5	3.7	102.2	4.4
8	磺胺氯达嗪	84.4	5.6	114.6	4.6	114.0	4.2
9	磺胺邻二甲氧嘧啶	95.2	2.0	110.3	1.0	103.8	6.8
10	氧氟沙星	92.2	1.2	109.9	4.0	98.3	1.9
11	恩诺沙星	94.0	1.2	103.3	1.6	100.7	7.6
12	环丙沙星	94.4	1.9	106.7	2.4	95.2	2.9

3 结论与讨论

本研究采用高效液相色谱-串联质谱法检测淡水鱼中 9 种磺胺和 3 种喹诺酮, 通过实验优化, 9 种磺胺和 3 种喹诺酮得到很好的分离, 本方法前处理简便、高效、成本低, 为大批量样品检测节省了时间, 为动物源性食品中磺胺类和喹诺酮类药物的检测提供参考方向。实际样品检测结果表明, 抽检淡水鱼中检出恩诺沙星, 但并未超出标准规定的最高残留限量。

参考文献

- 高何刚, 王瑞, 杜赛, 等. 液相色谱-质谱/质谱联用在磺胺和喹诺酮类兽药残留检测中的应用概述[J]. 中国卫生检验杂志, 2017, 27(12): 1821-1823.
- GAO HG, WANG R, DU S, *et al.* Overview of the application of liquid chromatography-mass spectrometry/mass spectrometry in the detection of sulfonamides and quinolones residues in veterinary drugs [J]. *Chin J Health Inspect*, 2017, 27(12): 1821-1823.
- 朱志谦. 用于同时测定动物源性食品中磺胺类和氟喹诺酮类药物残留的 QuEChERS-UPLC-MS/MS 方法建立[D]. 南京: 南京农业大学, 2013.
- ZHU ZQ. Establishment of QuEChERS-UPLC-MS/MS method for simultaneous determination of sulfonamides and fluoroquinolones residues in animal derived foods [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2013.
- 杨梅, 孙思, 潘承丹, 等. 三穗鸭中磺胺类和喹诺酮类药物残留检测及风险评估[J]. 食品工业科技, 2019, 40(21): 245-249.
- YANG M, SUN S, PAN CD, *et al.* Detection and risk assessment of sulfonamides and quinolones residues in Sansui duck [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2019, 40(21): 245-249.
- 尹燕敏, 沈颖青, 朱月芳, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定水和沉积物中磺胺类、喹诺酮类和氯霉素类抗生素残留[J]. 分析科学学报, 2015, (2): 228-232.
- YIN YM, SHEN YQ, ZHU YF, *et al.* Simultaneous determination of sulfonamides, quinolones and chloramphenicols residues in water and sediment by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Anal Sci*, 2015, (2): 228-232
- 钱卓真, 汤水粉, 梁焱, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产养殖环境沉积物中磺胺类、喹诺酮类、大环内酯类抗生素[J]. 质谱学报, 2019, (4): 357-368.
- QIAN ZZ, TANG SF, LIANG Y, *et al.* Simultaneous determination of sulfonamides, quinolones and macrolides in aquaculture sediments by QuEChERS high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Mass Spectr*, 2019, (4): 357-368.
- 任丹丹, 谢云峰, 李少晖, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定畜禽肉中 17 种磺胺类药物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, (4): 858-863.
- REN DD, XIE YF, LI SH, *et al.* Determination of 17 sulfonamides residues in animal meat by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, (4): 858-863.
- 中华人民共和国农业部公告 第 235 号[EB/OL]. [2002-12-24]. http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/201006/t20100606_1535491.htm [20 21 -02-23].
- Announcement No. 235 of the Ministry of agriculture of the people's Republic of China [EB/OL]. [2002-12-24]. http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/201006/t20100606_1535491.htm [2021-02-23].
- 张林田, 陆奕娜, 黄学泓, 等. 通过式净化-高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中 42 种兽药残留[J]. 分析科学学报, 2020, 36(1): 87-93.
- ZHANG LT, LU YN, HUANG XH, *et al.* Determination of 42 kinds of veterinary drug residues in animal derived food by HPLC-MS/MS method [J]. *J Anal Sci*, 2020, 36(1): 87-93.
- 张虹艳, 邱国玉, 吴福祥, 等. 组织研磨-QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法测定动物源食品中磺胺类药物残留以及基质效应的研究[J]. 食品工业科技, 2020, 41(10): 259-264.
- ZHANG HY, QIU GY, WU FX, *et al.* Determination of sulfonamides residues in animal food by tissue grinding QuEChERS high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry and matrix effect [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2020, 41(10): 259-264.
- 覃玲, 董亚蕾, 王钢力, 等. 分散固相萃取-液相色谱-串联质谱法测定常见动物源性食品中 42 种兽药残留[J]. 色谱, 2018, (9): 880-888.
- QIN L, DONG YL, WANG GL, *et al.* Determination of 42 veterinary drug residues in common animal derived foods by dispersive solid phase extraction liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2018, (9): 880-888.
- 吴学贵, 王一晨, 陈少莉, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定罗非鱼养殖淡水中的 9 种喹诺酮类药物含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(19): 165-171.
- WU XG, WANG YC, CHEN SL, *et al.* Simultaneous determination of nine quinolones in Tilapia aquaculture fresh water by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(19): 165-171.
- 才凤, 赵飞, 贾宏新. 超高效液相-串联质谱法测定速冻调理肉制品中 18 种喹诺酮类药物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(24): 8456-8461.
- CAI F, ZHAO F, JIA HX. Determination of 18 quinolones residues in frozen meat products by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(24): 8456-8461.
- 张元, 李伟青, 周伟娥, 等. 食品中磺胺类药物前处理及检测方法研究进展[J]. 食品科学, 2015, 36(23): 340-346.
- ZHANG Y, LI WQ, ZHOU WE, *et al.* Research progress on pretreatment and detection methods of sulfonamides in food [J]. *Food Sci*, 2015, 36(23): 340-346.
- 刘新辉, 王情情, 张瑗, 等. Oasis PRiME HLB 净化法测定动物源性食品中的兽药多残留[J]. 农产品质量与安全, 2019, (5): 15-20.
- LIU XH, WANG QQ, ZHANG Y, *et al.* Determination of veterinary drug residues in animal derived food by oasis preme HLB purification method

- [J]. Qual Saf Agric Prod, 2019, (5): 15–20.
- [15] 李红丽. QuEChERS-UPLC-MS/MS 同时测定动物性食品中 24 种残留兽药方法及基质效应的研究[D]. 重庆: 西南大学, 2020.
- LI HL. Study on simultaneous determination of 24 veterinary drug residues contained in animal derived foods and the matrix effect with QuEChERS-UPLC-MS/MS [D]. Chongqing: Southwest University, 2020.
- [16] 杜鹃, 赵洪霞, 陈景文. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定养殖海水中 23 种抗生素[J]. 色谱, 2015, 33(3): 348–353.
- DU J, ZHAO HX, CHEN JW. Simultaneous determination of 23 antibiotics in mariculture water using solid-phase extraction and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2015, 33(3): 348–353.
- [17] MATUSZEWSKI BK. Standard line slopes as a measure of a relative matrix effect in quantitative HPLC-MS bioanalysis [J]. J Chromatogr B, 2006, 830(2): 293–300.
- [18] JUNG HN, PARK DH, YOO KH, *et al.* Simultaneous quantification of 12 veterinary drug residues in fishery products using liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chem, 2021, (46): 129105.
- [19] HOFF RB, MOLOGNONI L, DEOLINDO C, *et al.* Determination of 62 veterinary drugs in feedingstuffs by novel pressurized liquid extraction methods and LC-MS/MS [J]. J Chromatogr, 2020, 1152: 122232.
- [20] 沈春华. 高效液相色谱-串联质谱法检测肉类原料中的药物多残留[J]. 肉类工业, 2020, (12): 38–43.
- SHEN CH. Determination of multi drug residues in meat by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Meat Ind, 2020, (12): 38–43.

(责任编辑: 王欣郑丽)

作者简介

周瑞铮, 硕士, 主要研究方向为食品检验。

E-mail: Zhou Ruizheng1124@126.com