

# 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时检测鸡蛋及其制品中8种兽药残留

高敏\*, 孔兰芬

(云南轻纺职业学院, 昆明 650200)

**摘要:** **目的** 建立一种快速、高效的固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定鸡蛋及其制品中的甲硝唑、地美硝唑、氯霉素、氟苯尼考、甲砒霉素、尼卡巴嗪、金刚烷胺和灭蝇胺 8 种兽药的分析方法。**方法** 样品前处理采用 80%乙腈(含 0.1%甲酸)提取, 经 PRiME HLB 小柱净化后检测。以乙腈-0.05%甲酸为流动相, 在质谱检测器的多反应监测模式下以外标法定量。**结果** 8 种兽药组分在 1.0~200.0 ng/mL 浓度范围内线性关系良好, 相关系数( $r^2$ )为 0.9982~0.9999, 检出限范围为 0.3~5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 定量限范围为 1.0~10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。加标实验分别添加低、中、高的 3 个水平浓度, 加标回收率达到 82.1%~96.2%, 相对标准偏差为 2.13%~5.97% ( $n=5$ )。**结论** 该方法具有前处理简单、灵敏度高和检测速度快的优点, 适用于鸡蛋及其制品中 8 种兽药组分的同时监测和分析。

**关键词:** 固相萃取; 高效液相色谱-串联质谱法; 鸡蛋; 兽药残留

## Simultaneous determination of 8 kinds of veterinary drug residues in eggs and their products by solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

GAO Min\*, KONG Lan-Fen

(Yunnan Light and Textile Industry Vocational College, Kunming 650200, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a rapid and efficient method for simultaneous determination of 8 kinds of veterinary drugs, including metronidazole, dimenazole, chloramphenicol, florfenicol, thiamphenicol, nicarbazine, amantadine and cyromazine in eggs and their products by solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The sample was extracted with 80% acetonitrile (containing 0.1% formic acid) for pretreatment, and purified on a PRiME HLB column for detection. Acetonitrile-0.05% formic acid was used as mobile phase and quantified by external standard method under the multi reaction monitoring mode of mass spectrometry detector. **Results** The linear relationships of 8 kinds of veterinary drugs components were good within the range of 1.0–200.0 ng/mL, with the correlation coefficients ( $r^2$ ) of 0.9982–0.9999, the limits of detection were 0.3–5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , and the limits of quantitation were 1.0–10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . In the spiked assay, low, medium and high concentrations were added, the recoveries were in the range of 82.1%–96.2%, and the RSD were 2.13%–5.97% ( $n=5$ ). **Conclusion** This method has the advantages of simple pretreatment, high sensitivity and fast detection speed, and is suitable for the simultaneous monitoring and analysis of 8 kinds of veterinary drugs components in eggs and their products.

\*通信作者: 高敏, 副教授, 主要研究方向为食品科学、食品质量与安全。E-mail: mengbianm3@163.com

\*Corresponding author: GAO Min, Associate Professor, Yunnan Light and Textile Industry Vocational College, Ningbo Road, Anning Vocational Education Base, Kunming 650200, China. E-mail: mengbianm3@163.com

**KEY WORDS:** solid phase extraction; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; egg; veterinary drug residues

0 引 言

硝基咪唑类(甲硝唑、地美硝唑)、酰胺醇类(氯霉素、氟苯尼考、甲砒霉素)2 类兽药均为广谱抗菌药<sup>[1-2]</sup>, 具有抗菌谱广、吸收迅速的特点, 但对血液系统毒性较大, 我国规定禁止在供食用动物的饲养过程中使用<sup>[3-4]</sup>; 尼卡巴嗪兽药主要是用于预防饲养过程中肉鸡球虫病, 但禁止在鸡产蛋期使用<sup>[5]</sup>; 金刚烷胺是人工合成抗病毒药, 灭蝇胺是一种用于养殖场环境杀虫的杀虫剂, 都被禁止在动物源食品中检出<sup>[6-8]</sup>。以上这 8 种化合物分属 5 大类, 化合物性质差异较大, 按现有标准只能分类检测, 至少需要进行 5 次实验, 实验消耗时间较长, 对监测此类产品的质量也产生一定难度<sup>[9-10]</sup>。鸡蛋及其制品是日常食用的一类重要食品, 从国家市场监督管理总局食品安全抽检结果公布系统显示来看也是兽药残留超标较多的食品种类之一。因此, 研究和建立一种快速、高效的同时测定鸡蛋及其制品中这 8 种兽药组分的检测方法, 对于评价此类食品的安全具有重要意义。

目前针对鸡蛋及其制品中这 8 种兽药残留分类检测方法有酶联免疫法、高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)<sup>[11-14]</sup>。酶联免疫法易产生假阳性或者假阴性结果, 一般用于常规大批量快速筛查; 高效液相色谱法检测稳定性较好, 但样品前处理要经过提取、氮吹、浓缩等步骤, 较为烦琐和耗时。本研究利用固相萃取(solid phase extraction, SPE)前处理净化技术, 简化提取过程, 缩短时间, 并依据高效液相色谱-串联质谱法的特异选择性和高灵敏度, 尝试建立 SPE 净化技术结合 HPLC-MS/MS 法同时检测鸡蛋及其制品中 8 种兽药残留的方法<sup>[15-16]</sup>, 以期对鸡蛋及其制品中兽药残留的分析和监控提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

标准物质: 甲硝唑(99.5%)、地美硝唑(99.5%)、氯霉素(99.9%)、甲砒霉素(99.5%)、氟苯尼考(99.5%)、尼卡巴嗪(98.0%)、金刚烷胺(99.8%)、灭蝇胺(99.8%)(德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 甲醇、乙腈、甲酸(色谱纯, 德国 Merck 公司)。

样品来源: 鸡蛋、卤鸡蛋(蛋制品)均随机购买于当地超市。

1.2 仪器与设备

XEVOTQ-XS 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国

WATERS 公司); XS204 型电子天平(瑞士梅特勒托利多有限公司)。

固相萃取柱(MCX、LC-Si、PRiME HLB) (100 mg/3 mL, 美国 WATERS 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 色谱条件

色谱柱选用 HSS T<sub>3</sub> (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 进样量为 2 μL; 流速为 0.20 mL/min; 柱温为 30 °C; 流动相为 A: 0.05%甲酸溶液, B: 乙腈; 洗脱条件见表 1。

表 1 HPLC-MS/MS 梯度洗脱条件  
Table 1 HPLC-MS/MS gradient elution conditions

| 时间/min | 流速/(mL/min) | 流动相 A/% | 流动相 B/% |
|--------|-------------|---------|---------|
| 0      | 0.20        | 85      | 15      |
| 6.0    | 0.20        | 85      | 15      |
| 7.0    | 0.20        | 15      | 85      |
| 20.0   | 0.20        | 15      | 85      |
| 25.0   | 0.20        | 85      | 15      |

1.3.2 质谱条件

电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI)模式: 采用正离子电离模式(ESI<sup>+</sup>)和负离子电离模式(ESI<sup>-</sup>)同时扫描; 监测模式: 多反应监测(multi-reaction monitoring, MRM)模式; 离子源温度: 180 °C; 去溶剂温度: 420 °C; 脱溶剂气流量: 22 L/min; 锥孔气流量: 1.8 L/min。

1.3.3 样品的提取与净化

称取 2.0 g 样品至离心管中, 加入 20 mL 提取液, 超声 10 min 后离心 2 min (5000 r/min), 取上清液进行固相萃取, 3 款 MCX、LC-Si 以及 PRiME HLB 依据各自的固相萃取步骤进行后, 收集滤液过 0.22 μm 滤膜后上机测定。

1.3.4 标准曲线的绘制

称取适量 8 种兽药标准品, 用甲醇溶解并配制成 1000.0 ng/mL 的中间液, 检测前以流动相配制标准混合溶液(1.0、5.0、25.0、50.0、100.0、200.0 ng/mL), 经仪器进行分析, 绘制标准曲线。

2 结果与分析

2.1 提取溶液的选择

参考相关文献<sup>[17-19]</sup>, 本研究分别比较了提取溶液I: 20% 氨水乙腈、提取溶液II: 乙酸乙酯、提取溶液III: 乙腈、提取溶液IV: 80%乙腈(含 0.1%甲酸)这 4 种提取液对添加了 20 μg/kg 的阳性样品中的目标物的提取效果, 记录下目标物峰面积, 分析不同类型的提取溶液对兽药组分提取的影响,

结果见图 1。

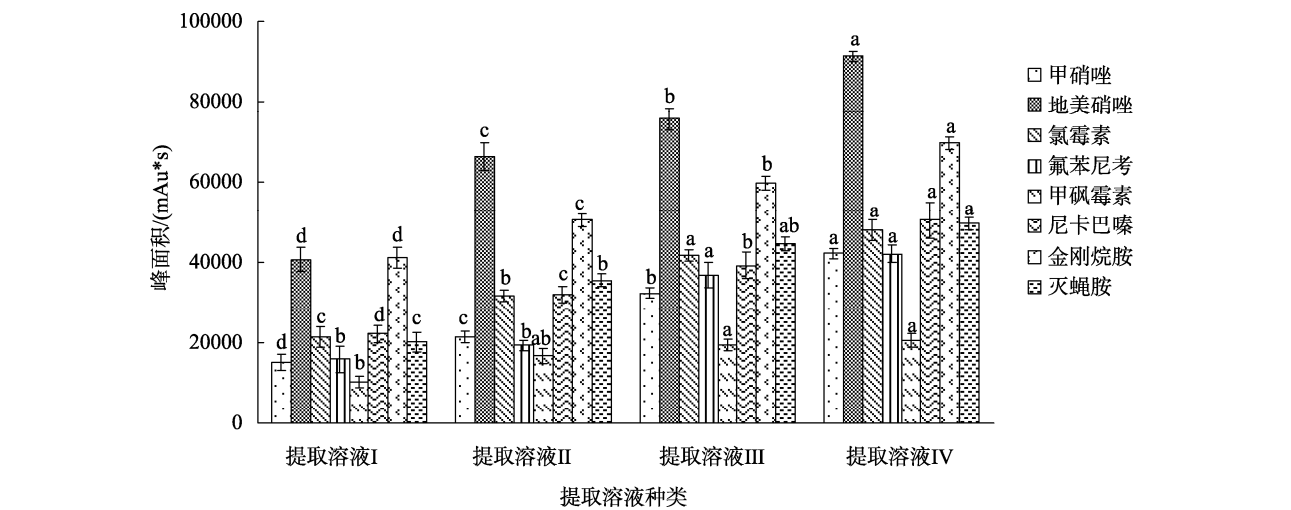
由图 1 可知, 80%乙腈(含 0.1%甲酸)的提取效果整体优于其他 3 种提取溶液, 能够有效提取 8 种兽药, 这与其化合物性质有关, 在此比例的偏酸性提取溶液条件下, 8 种兽药组分在提取液中的分配系数高, 且与流动相相容, 能够实现较满意的提取效果, 不同提取溶液间目标组分的峰面积差异显著( $P < 0.05$ ), 因此本研究选择 80%乙腈(含 0.1%甲酸)作为提取液。

2.2 固相萃取柱的选择

鸡蛋及其制品中含蛋白质、磷脂类等营养物质, 易对目标组分产生干扰, 一般选择固相萃取方式净化效果较好。本研究检测的 8 种组分中硝基咪唑类前处理常使用 MCX 固相萃取小柱, 酰胺醇类前处理常使用 LC-Si 固相萃取小柱和

HLB 固相萃取小柱, 而尼卡巴嗪前处理常使用 HLB 固相萃取小柱。本研究以各组分加标回收的峰面积为比较依据, 分析这 3 类小柱对 8 种兽药提取的影响, 结果如图 2 所示。

由图 2 可知, 综合 8 种兽药组分来看, 采用 HLB 小柱最合适, 各组分的峰面积最高, 且不同类型固相萃取小柱间目标组分的峰面积差异显著( $P < 0.05$ )。这是由于 MCX 和 LC-Si 固相萃取小柱特异选择性强, 对有些组分不能很好地保留; 而 HLB 固相萃取小柱适合大多数化合物, 对 8 种兽药都有非常好的保留效果, 因此使用 HLB 小柱回收效果最好。且本研究采用了新型 PRiME HLB 固相萃取柱, 此种类型固相萃取柱处理步骤简单, 只需上样过滤后即可检测, 缩短了前处理时间, 提高了实验效率, 故选择 PRiME HLB 固相萃取小柱作为前处理的净化方式。



注: 不同提取溶液间目标组分的峰面积上的不同小写字母表示具有显著差异( $P < 0.05$ ), 相同小写字母表示无显著差异( $P > 0.05$ ), 下同。

图 1 4 种提取溶液对 8 种兽药回收率的影响( $n=5$ )

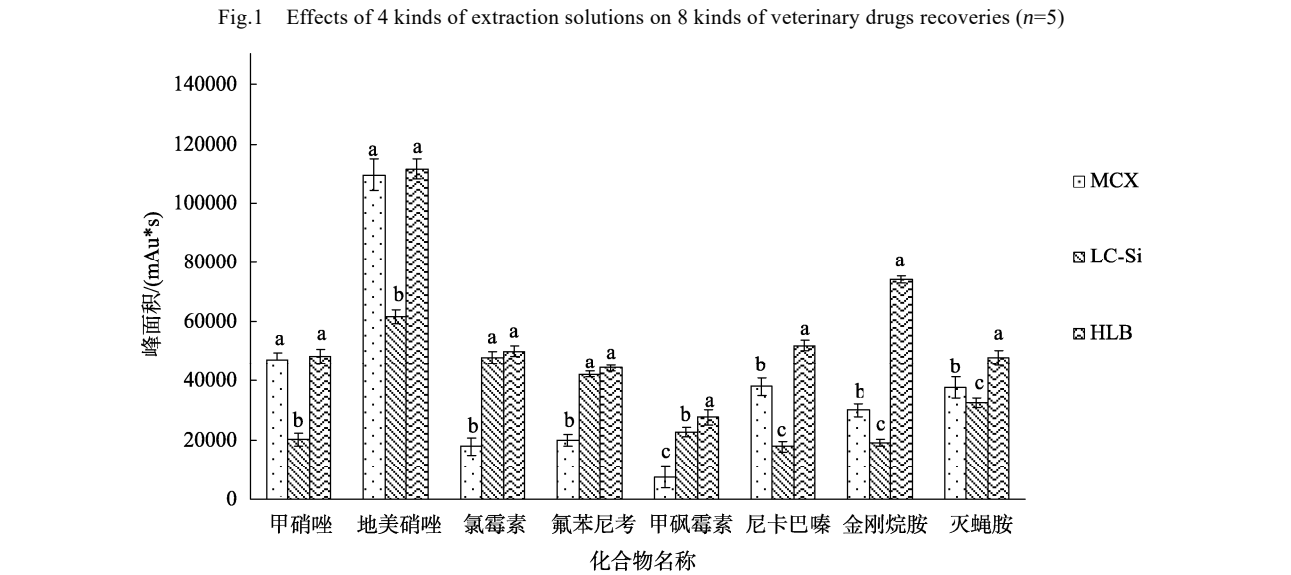


图 2 8 种兽药组分经 3 种固相萃取小柱处理后的比较( $n=5$ )

Fig.2 Comparison of 8 kinds of veterinary drugs components treated with 3 kinds of SPE columns ( $n=5$ )

2.3 流动相的选择

在流动相的选择中, 比较了乙腈-水、甲醇-水、乙腈-0.05%甲酸溶液、乙腈-0.10%甲酸溶液和乙腈-0.20%甲酸溶液等不同流动相在 HSS T<sub>3</sub> (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm) 反相色谱柱的分离效果。结果发现, 流动相中没有甲酸存在的情况, 如: 乙腈-水、甲醇-水流动相条件下, 8 种兽药的电离效果较差, 出现峰拖尾、峰型对称性差等情况。在以甲酸水溶液代替水后的流动相条件下, 情况得到改善。并通过测定目标组分的响应值发现, 在负离子监测模式中 0.1% 和 0.2% 甲酸溶液组成的流动相对尼卡巴嗪的响应值有抑

制作用, 所以选择乙腈-0.05%甲酸溶液(梯度洗脱)作为流动相可以获得较好的实验结果, 在 HSS T<sub>3</sub> 色谱柱上分离 8 种兽药的标准溶液总离子流图见图 3。

2.4 质谱条件的选择

本研究采用了 ESCI 复合电喷雾离子源, 具备同时喷雾正、负离子源, 配合检测系统的高频率信号采集能力, 实现同时测定 8 种不同性质的兽药残留组分功能, 提升了检测效率。本研究对 8 种兽药组分的混合标准溶液进行一级和二级质谱扫描, 并优化质谱参数, 具体质谱分析参数见表 2。

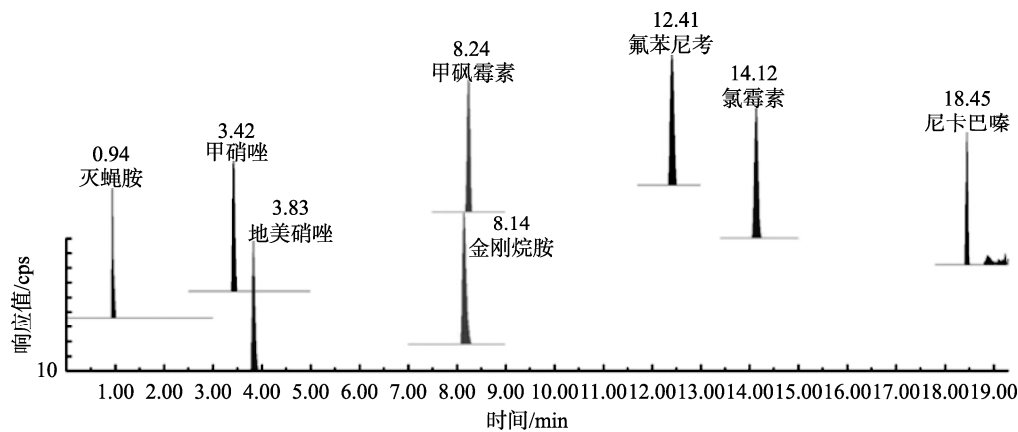


图 3 8 种兽药组分的多反应监测色谱图  
Fig.3 MRM chromatogram of 8 kinds of veterinary drugs components

表 2 8 种兽药的多反应监测扫描模式的质谱参数  
Table 2 Mass spectrum parameters of scanning mode for multi reaction monitoring of 8 kinds of veterinary drugs

| 目标化合物 | 母离子( <i>m/z</i> ) | 子离子( <i>m/z</i> ) | 去簇电压/V | 碰撞电压/V |
|-------|-------------------|-------------------|--------|--------|
| 甲硝唑   | 172.0             | 82.0              | 30     | 24     |
|       |                   | 128.0*            |        | 13     |
| 地美硝唑  | 142.0             | 81.1              | 33     | 21     |
|       |                   | 96.1*             |        | 15     |
| 氯霉素   | 320.8             | 151.9*            | 40     | 20     |
|       |                   | 256.9             |        | 14     |
| 氟苯尼考  | 354.0             | 185.1             | 32     | 19     |
|       |                   | 290.0*            |        | 12     |
| 甲砒霉素  | 356.1             | 185.1             | 33     | 19     |
|       |                   | 336.0*            |        | 12     |
| 尼卡巴嗪  | 301.1             | 107.0             | 21     | 37     |
|       |                   | 136.9*            |        | 18     |
| 金刚烷胺  | 152.1             | 93.0              | 34     | 20     |
|       |                   | 135.1*            |        | 22     |
| 灭蝇胺   | 167.0             | 85.0              | 40     | 17     |
|       |                   | 125.1*            |        | 17     |

注: \*定量离子。

2.5 方法的线性范围与灵敏度

按 1.3.4 实验步骤配制 8 种兽药组分的标准混合溶液, 以乙腈-0.05%甲酸为流动相进行梯度洗脱, 绘制标准曲线。结果如表 3 所示, 8 种兽药组分在 1.0~200.0 μg/mL 线性范围内均具有较好的线性关系, 8 种兽药组分的检出限(limit of detection, LOD)范围为 0.3~5.0 μg/kg, 定量限(limit of quantitation, LOQ)范围为 1.0~10.0 μg/kg。

2.6 方法回收率与精密度

本研究加标回收样品选用鸡蛋和鸡蛋制品 2 种基质, 分别添加相对于 8 种兽药残留定量限的低、中、高的 3 个水平混合标准品, 每个结果测定 5 次, 进行加标回收的实验。

由表 4 可见, 在 2 种不同的基质样品中, 8 种兽药的加标回收率为 82.1%~96.2%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.13%~5.97%, 说明本研究检测数据的

准确度和精密度可靠。

表 3 8 种兽药组分的回归方程和相关系数  
Table 3 Regression equations and correlation coefficients of 8 kinds of veterinary drug components

| 目标化合物 | 线性回归方程             | 相关系数   |
|-------|--------------------|--------|
| 甲硝唑   | $Y=3106.9X-159.36$ | 0.9984 |
| 地美硝唑  | $Y=49653.4X+568.4$ | 0.9983 |
| 氯霉素   | $Y=3482.6X-136.7$  | 0.9996 |
| 氟苯尼考  | $Y=2148.9X+118.9$  | 0.9989 |
| 甲矾霉素  | $Y=1125.0X+68.3$   | 0.9988 |
| 尼卡巴嗪  | $Y=25164.5X+126.9$ | 0.9999 |
| 金刚烷胺  | $Y=36932.9X+332.4$ | 0.9991 |
| 灭蝇胺   | $Y=24653.6X+115.5$ | 0.9982 |

表 4 鸡蛋及制品中回收率和精密度实验(n=5)  
Table 4 Recoveries and precision tests in eggs and their products (n=5)

| 目标物  | 基质形态 | 加标量/(μg/kg) | 回收率/%            | RSD/%            |
|------|------|-------------|------------------|------------------|
| 甲硝唑  | 鸡蛋   | 5, 25, 50   | 85.1, 84.6, 87.2 | 2.35, 3.21, 4.18 |
|      | 鸡蛋制品 | 5, 25, 50   | 92.3, 84.3, 89.4 | 4.31, 3.96, 3.66 |
| 地美硝唑 | 鸡蛋   | 5, 25, 50   | 86.3, 94.6, 93.2 | 3.75, 4.21, 4.17 |
|      | 鸡蛋制品 | 5, 25, 50   | 94.2, 92.9, 91.6 | 3.58, 4.21, 3.79 |
| 氯霉素  | 鸡蛋   | 1, 5, 10    | 91.9, 93.1, 88.2 | 4.46, 3.70, 4.57 |
|      | 鸡蛋制品 | 1, 5, 10    | 86.5, 89.2, 89.4 | 3.38, 3.66, 2.67 |
| 氟苯尼考 | 鸡蛋   | 1, 5, 10    | 94.1, 87.0, 89.1 | 4.01, 3.97, 3.37 |
|      | 鸡蛋制品 | 1, 5, 10    | 85.2, 86.1, 87.2 | 4.21, 3.23, 3.57 |
| 甲矾霉素 | 鸡蛋   | 1, 5, 10    | 91.3, 84.6, 88.2 | 2.13, 3.61, 4.15 |
|      | 鸡蛋制品 | 1, 5, 10    | 92.6, 88.3, 86.4 | 4.21, 4.76, 5.97 |
| 尼卡巴嗪 | 鸡蛋   | 10, 50, 100 | 82.1, 91.2, 92.2 | 3.15, 4.11, 4.45 |
|      | 鸡蛋制品 | 10, 50, 100 | 96.2, 90.3, 94.4 | 3.51, 4.16, 3.63 |
| 金刚烷胺 | 鸡蛋   | 10, 50, 100 | 91.5, 93.5, 87.6 | 5.63, 5.01, 4.73 |
|      | 鸡蛋制品 | 10, 50, 100 | 87.6, 90.1, 95.4 | 3.78, 3.65, 2.34 |
| 灭蝇胺  | 鸡蛋   | 10, 50, 100 | 91.4, 90.6, 87.5 | 4.45, 5.01, 4.36 |
|      | 鸡蛋制品 | 10, 50, 100 | 87.5, 83.6, 87.1 | 4.01, 4.06, 2.30 |

2.7 实际样品的检测

将本方法应用于从超市中随机抽取的 12 份鸡蛋及 10 份鸡蛋制品共 22 批次样品, 检测 8 种兽药组分的残留。结果 8 种目标组分未检出, 整体情况良好。

3 结论与讨论

本研究建立了 SPE-HPLC-MS/MS 同时检测鸡蛋及其

制品中 8 种兽药残留的分析方法, 样品由 80%乙腈(含 0.1%甲酸)进行提取, 经 PRiME HLB 固相萃取小柱净化处理后, 可实现对 8 种兽药组分的净化, 并对样品中 8 种兽药残留进行定性和定量分析。加标回收实验中, 在鸡蛋和鸡蛋制品 2 类基质中的回收率达到 82.1%~96.2%。此法与已有食品安全国家标准方法相比, 满足检测限的要求, 并能同时检测不同性质的多种兽药组分, 缩短了样品处理时间、简化了萃取步骤, 在保证兽药残留检测方法性能标准

要求的同时,提高了实验效率,对畜禽产品及其制品的质量安全监管具有重要意义。

## 参考文献

- [1] 陈迁,梅和坤,白楠,等.硝基咪唑类药物在人体内代谢的研究进展[J].中国药学杂志,2015,50(14):1169-1173.  
CHEN Q, MEI HK, BAI N, *et al.* Metabolism research progress of nitroimidazoles in human body [J]. Chin Pharm J, 2015, 50(14): 1169-1173.
- [2] 周晖,陈燕,迟秋池,等.动物源性食品中多种兽药残留检测的研究进展[J].食品安全质量检测学报,2019,10(10):2889-2895.  
ZHOU H, CHEN Y, CHI QC, *et al.* Research progress on detection of veterinary drug residues in animal derived food [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(10): 2889-2895.
- [3] 邓兰月.动物源性食品中多兽药残留前处理方法研究进展[J].畜牧兽医科技信息,2020,519(3):17-18.  
DENG LY. Research progress on pretreatment methods of multi veterinary drug residues in animal derived food [J]. Chin J Anim Husb Vet Med, 2020, 519(3): 17-18.
- [4] 孙思,王安波,杨梅,等.超高效液相色谱法在中兽药检测中的应用[J].中国畜牧兽医文摘,2017,33(4):65.  
SUN S, WANG AB, YANG M, *et al.* Application of ultra-high performance liquid chromatography in detection of veterinary drugs [J]. Chin Anim Husb Vet Abstr, 2017, 33(4): 65.
- [5] FRASELLE ST, DEROP V, DEGROODT JM, *et al.* Validation of a method for the detection and confirmation of nitroimidazoles and the corresponding hydroxy metabolites in pig plasma by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Anal Chim Acta, 2007, 586: 383-393.
- [6] 丁葵英,许文娟,郭礼强,等.液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中烟碱类化合物的基质效应研究[J].食品安全质量检测学报,2019,10(10):2949-2954.  
DING KY, XU WJ, GUO LQ, *et al.* Matrix effect of determination of nicotine compounds in vegetables by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(10): 2949-2954.
- [7] 张弛,潘家荣,帅瑞琪,等.动物性食品中硝基咪唑类兽药多残留酶联免疫检测方法建立[J].核农学报,2016,30(2):323-331.  
ZHANG C, PAN JR, SHUAI RQ, *et al.* Research on enzyme linked immunosorbent assay for multi-residues of nitroimidazoles in foods of animal origin [J]. J Nucl Agric Sci, 2016, 30(2): 323-331.
- [8] 于敏,张美娟,张河霞,等.高效液相色谱法测定牛奶中硝基咪唑类残留量[J].食品安全质量检测学报,2018,9(2):447-451.  
YU M, ZHANG MJ, ZHANG HX, *et al.* Determination of nitroimidazoles residues in milk by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(2): 447-451.
- [9] 张丽媛,周剑,王敏,等.液相色谱-串联质谱法测定鸡肉和鸡蛋中3种硝基咪唑类药物[J].食品安全质量检测学报,2019,10(14):4508-4514.  
ZHANG LY, ZHOU J, WANG M, *et al.* Determination of 3 kinds of nitroimidazoles in chicken and egg by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(14): 4508-4514.
- [10] 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):81-87.  
ZHANG LT, LU YN, HUANG XH, *et al.* Determination of 42 veterinary drug residues in animal-derived foods by pass-through cleanup-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Sci, 2020, 36(1): 81-87.
- [11] 姜文华,韦立毅,邱晋,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉中93种兽药和违禁化合物[J].现代预防医学,2020,47(8):1477-1483.  
JIANG WH, WEI LY, QIU J, *et al.* Determination of 93 veterinary drugs and prohibited compounds in pork by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Mod Prev Med, 2020, 47(8): 1477-1483.
- [12] 魏云计,朱臻怡,冯民,等.高效液相色谱-串联质谱快速测定饲料中硝基咪唑类药物及其代谢物残留[J].分析测试学报,2017,36(3):377-381.  
WEI YJ, ZHU ZY, FENG M, *et al.* Rapid determination of nitroimidazoles and their metabolites residues in feeds by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2017, 36(3): 377-381.
- [13] 陈岑,黄柳倩,程巧鹭,等.基于QuEChERS提取的高效液相色谱-串联质谱法同时测定4种不同基质类型化妆品中15种硝基咪唑类禁用药物[J].分析测试学报,2019,38(11):1285-1293.  
CHEN C, HUANG LQ, CHENG QY, *et al.* Simultaneous determination of 15 prohibited nitroimidazoles in 4 matrixes of cosmetics by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with QuEChERS extraction [J]. J Instrum Anal, 2019, 38(11): 1285-1293.
- [14] 郭萌萌,国佼,吴海燕,等.通过式固相萃取-液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱快速筛查鱼肉中全氟化合物及其前体物质[J].分析化学,2016,44(10):1504-1513.  
GUO MM, GUO J, WU HY, *et al.* Rapid screening of perfluorinated compounds and their precursors in fish by solid-phase extraction-liquid chromatography-quadrupole/electrostatic field orbital trap high-resolution mass spectrometry [J]. Anal Chem, 2016, 44(10): 1504-1513.
- [15] 张桂云,杨伟强,林振宇.分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法检测水产品中多兽药残留[J].福州大学学报(自然科学版),2019,47(3):424-429.  
ZHANG GY, YANG WQ, LIN ZY. Dispersive solid phase extraction-ultra high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry to detect multiple veterinary drug residues in aquatic products [J]. J Fuzhou Univ (Nat Sci Ed), 2019, 47(3): 424-429.
- [16] 张婧雯,张海超,范斌,等.通过式固相萃取/超高效液相色谱-串联质谱法快速测定动物源性食品中安乃近代谢物残留量[J].分析测试学报,2019,38(9):1114-1119.  
ZHANG JW, ZHANG HC, FAN B, *et al.* Fast determination of amnesic metabolites residues in animal-derived foods by solid-phase extraction-ultra-high performance liquid chromatography tandem mass

- spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2019, 38(9): 1114–1119.
- [17] 励炯, 邱红钰, 贾彦博, 等. 通过式固相萃取净化/UPLC-MS/MS 法测定特殊医学用途配方食品中的 13 种非法添加化学成分[J]. 分析测试学报, 2018, 37(3): 307–312.
- LI J, QIU HY, JIA YB, *et al.* Determination of 13 illegally added chemical constituents in formula foods for special medical uses by solid phase extraction purification/UPLC-MS/MS method [J]. J Instrum Anal, 2018, 37(3): 307–312.
- [18] 李照, 常建军, 喻东威. 高效液相色谱串联质谱法检测液体乳中四环素类和喹诺酮类兽药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(3): 688–692.
- LI Z, CHANG JJ, YU DW. Determination of veterinary drug residues of tetracyclines and quinolones in liquid milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(3): 688–692.
- [19] 徐伟, 耿士伟, 刘路. 高效液相色谱-串联质谱法同时检测猪肉中 125 种兽药残留[J]. 天津农业科学, 2020, 26(2): 50–57.
- XU W, GENG SW, LIU L. Simultaneous detection of 125 veterinary drug residues in pork by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Tianjin Agric Sci, 2020, 26(2): 50–57.

(责任编辑: 张晓寒 郑丽)

## 作者简介

高 敏, 副教授, 主要研究方向为食品科学、食品质量与安全。  
E-mail: mengbianm3@163.com