

基质分散固相萃取-高效液相色谱-可变波长 检测法测定新鲜牛奶中 8 种抗生素

陈晓燕, 周静峰*, 施家威

(浙江医药高等专科学校, 宁波 315100)

摘 要: 目的 建立基于基质分散固相萃取-高效液相色谱-可变波长检测法测定新鲜牛奶中氯霉素、呋喃唑酮、甲硝唑、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺-5-甲氧嘧啶、磺胺甲基异恶唑、磺胺二甲氧嘧啶 8 种抗生素的分析方法。**方法** 采用 0.5% 乙酸乙腈对新鲜牛奶中的 8 种抗生素进行提取, 提取液用 C_{18} 粉末和乙二胺-N-丙基甲基硅烷(primary secondary amine, PSA)粉末基质分散固相萃取, 以乙酸酸化的乙腈溶液(pH=3.0)和 0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH=3.0)为流动相, Eclipse XDB- C_{18} (4.6 mm×150 mm, 5 μ m)色谱柱, 梯度淋洗分离, 多波长检测定量。**结果** 8 种抗生素在 1.0~100.0 μ g/kg 质量浓度范围内线性关系良好, 相关系数为 0.99904~1.00000; 对新鲜牛奶进行 3 个水平(5、20、50 μ g/kg)的加标回收实验, 其回收率为 84%~101%, 相对标准偏差为 2.4%~10.7%; 检出限为 0.18~0.41 μ g/kg, 定量限为 0.53~1.23 μ g/kg。**结论** 本方法适用于新鲜牛奶或液态奶中抗生素的检测, 其前处理方法简便、回收率高、灵敏度高, 能够满足实验要求。

关键词: 高效液相色谱法; 抗生素; 新鲜牛奶; 基质分散固相萃取

Determination of 8 kinds of antibiotics in fresh milk by matrix dispersion solid phase extraction-high performance liquid chromatography- variable wavelength detection method

CHEN Xiao-Yan, ZHOU Jing-Feng*, SHI Jia-Wei

(Zhejiang Pharmaceutical College, Ningbo 315100, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of 8 kinds of antibiotics [chloramphenicol (CAP), furazolidone (FZD), metronidazole (MNZ) and sulfadiazine (SD), sulfapyridine (SP), sulfamonomethoxine (SMM), sulfamethoxazole (SMX), sulfamethazine (SMZ)] in milk samples by matrix dispersion solid phase extraction-high performance liquid chromatography-variable wavelength detection method. **Methods** Eight kinds of antibiotics in fresh milk were extracted with 0.5% acetonitrile acetate. C_{18} powder and primary secondary amine (PSA) powder matrix were used for dispersive solid phase extraction. Acetonitrile solution acidified with acetic acid (pH=3.0) and 0.05 mol/L potassium dihydrogen phosphate (pH=3.0) were used as mobile phases. Eclipse XDB- C_{18} (4.6 mm×150 mm, 5 μ m) was used as mobile phase chromatographic column, gradient elution separation, multi

基金项目: 浙江省科技厅浙江省公益基金项目(GC20B070009)、浙江省食品药品监管系统科技计划项目(2019011)

Fund: Supported by the Zhejiang Public Welfare Fund Project (GC20B070009), and the Science and Technology Program of Zhejiang Food and Drug Supervision System (2019011)

***通信作者:** 周静峰, 教授, 主要研究方向为食品科学。E-mail: 4213980@qq.com

***Corresponding author:** ZHOU Jing-Feng, Professor, Zhejiang Pharmaceutical College, No.888 East Yinxian Avenue, Yinzhou District, Ningbo 315100, China. E-mail: 4213980@qq.com

wavelength detection and quantification. **Results** Eight kinds of antibiotics were good in the range of 1.0–100.0 $\mu\text{g/kg}$, the correlation coefficient was 0.99904–1.00000. The recoveries of 8 kinds of antibiotics at 3 spiked levels of 5, 20 and 50 $\mu\text{g/kg}$ were ranged from 84% to 101%, and relative standard deviations ranging from 2.4% to 10.7%. The limits of detection (LOD) were 0.18 to 0.41 $\mu\text{g/kg}$, and the limits of quantification (LOQ) were between 0.53 to 1.23 $\mu\text{g/kg}$. **Conclusion** This method is suitable for the detection of antibiotics in liquid milk such as fresh milk. The method is simple, with high recovery rate and sensitivity, and can meet the requirements of the experiment.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; antibiotics; fresh milk; matrix dispersion solid phase extraction

0 引言

随着人民生活水平的逐渐提高, 营养保健意识的不断增强, 乳制品消费市场逐步扩大并趋于成熟^[1], 乳制品的重要性与安全性也受到了越来越高的重视^[2], 尤其是牛奶中的抗生素问题^[3–6]。因此, 建立一套针对牛奶中常见抗生素的简单、便捷、灵敏的检测方法非常必要。

目前, 国内外用于牛奶中抗生素检测的方法有: 应用微生物塑料薄膜平板, 进行快速定性半定量分析^[7], 利用超高效液相色谱-串联质谱仪高通量的优势, 对新鲜牛奶中多达 72 个组分的抗生素残留进行快速测定^[8], 分子印迹技术^[9]、浊点萃取法^[10]等前处理方法也应用于检测中。但这些检测方法均存在操作复杂、溶剂毒性大、不适于基层检测等问题。本研究基于基质分散固相萃取-高效液相色谱-可变波长检测法测定新鲜牛奶中 8 种抗生素(氯霉素、呋喃唑酮、甲硝唑、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺-5-甲氧嘧啶、磺胺甲基异恶唑、磺胺二甲氧嘧啶), 以期在基层日常新鲜液态奶中抗生素的检测提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 材料

新鲜牛奶: 市售。

1.2 仪器与试剂

1200 高效液相色谱仪(配紫外可变波长检测器, 美国 Agilent 公司); Milli-Q 超纯水器(美国 Millipore 公司)。

C₁₈ 粉末(45 μm , 孔径 60 Å)、乙二胺-N-丙基甲硅烷(primary secondary amine, PSA)粉末(美国 Agilent 公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Tedia 公司); 固相萃取柱 ProElut Na₂SO₄(6 mL, 1000 mg, 美国迪马公司); 正己烷、二氯甲烷(色谱纯, 德国默克公司); 磷酸二氢钾、磷酸、乙酸(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 氯霉素、呋喃唑酮、甲硝唑、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺-5-甲氧嘧啶、磺胺甲基异恶唑、磺胺二甲氧嘧啶 8 种抗生素标准品(纯度 $\geq$ 99.5%, 德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司)。

1.3 色谱条件

色谱柱 Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm $\times$ 150 mm, 5 μm), 流动相: 乙酸酸化的乙腈溶液(pH=3.0)(A), 0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH=3.0)(B), 流速 1.0 mL/min。梯度洗脱: 0~12 min, 5%~55% A (4.2% A/min), 后运行 5 min。进样量 10 μL ; 柱温 30 $^{\circ}\text{C}$ 。检测波长程序: 0~5.4 min, 325 nm; 5.5~8.1 min, 270 nm; 8.15~9.0 min, 365 nm; 9.1~12.0 min, 270 nm。

1.4 样品前处理方法

称取 C₁₈ 和 PSA 各 1.0 g 置于玻璃研钵中, 加入 1.0 mL 乙腈:水(1:1, V:V)碾磨活化吸附剂。然后吸取 1.0 g 牛奶样品, 将样品与活化的吸附剂碾磨混合均匀, 并将得到的匀质物填入空柱, 使用 6 mL 正己烷清洗并抽干, 之后将 ProElut Na₂SO₄ (6 mL, 1000 mg)固相萃取柱与上述自制小柱连接, 最后用 5.0 mL 乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V)将目标化合物洗脱, 洗脱液在 50 $^{\circ}\text{C}$ 条件下, 氮气吹干, 使用 200 μL 正己烷溶解残留物, 待测。

1.5 基质匹配工作曲线的制作

为了降低基质效应, 采用了基质匹配工作曲线方法。将 8 种抗生素分别配制成 10.0 mg/L 的混合标准使用液。取 6 份空白牛奶样品, 分别加入混合标准使用液 2~200 μL , 按 1.4 处理。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

目前各实验室常采用的检测抗生素的流动相为甲醇–0.05%乙酸水溶液、乙腈–0.05%乙酸水溶液、乙腈–0.004%磷酸水溶液以及酸化乙腈-磷酸盐缓冲溶液(pH=2.5~4.0)。研究发现, 流动相选择乙腈和磷酸盐缓冲溶液时各组分均有较大相应, 但是本研究发现流动相体系中 pH 的变化对基线影响非常大, 见图 1A[乙酸酸化的乙腈(pH=3.0)], 基线的剧烈变化对后期定量分析造成巨大影响。因此最终使用乙酸酸化的乙腈(pH=3.0)-磷酸盐缓冲溶液(pH=3.0)作流动相, 8 种抗生素可以在 12 min 内实现完全分离, 同时达到基线平稳, 见图 1B。

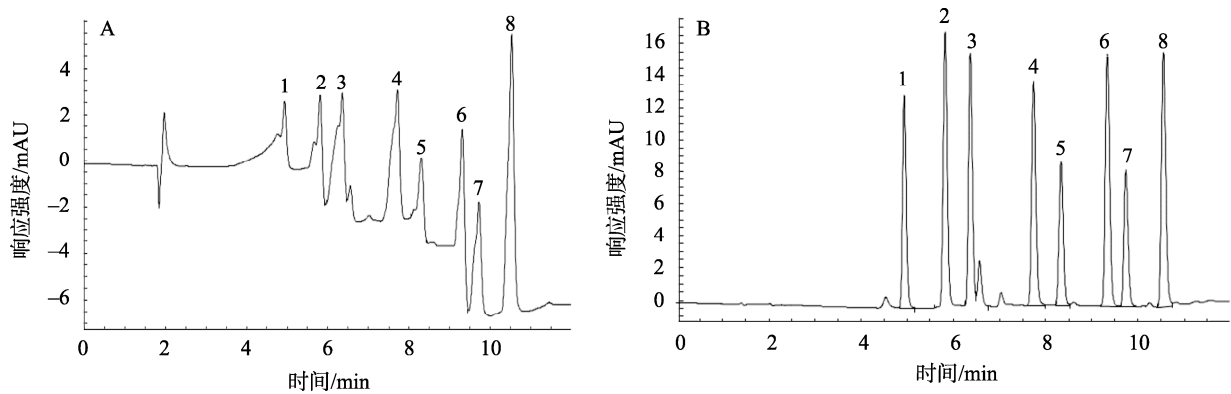
磺胺类抗生素结构中有一个苯环，在紫外波长 270 nm 条件下有特征吸收，甲硝唑、氯霉素和呋喃唑酮分别在 325、270 和 365 nm 有特征吸收，因此设置了波长程序性变化，从而实现了 8 种抗生素的良好分离，并具有较低的检出限，可靠的重复性。

2.2 样品前处理的优化

吸附剂和洗脱溶剂的相关性质是基质分散固相萃取中的关键因素，它们决定了萃取效果和最终提取物的纯度^[11-12]。使用空白牛奶加标样品测试每个因素的不同设置或条件，以回收率和相对标准偏差作为指标，对萃取剂、活化剂、样品与吸附剂的配比、洗脱溶剂、洗脱体积进行优化，结果如图 2 所示。最终确定：采用 C₁₈ 和 PSA 各 1.0 g 作为吸附剂，用 1.0 mL 乙腈:水(1:1, V:V)研磨活化后加入牛奶样品，研磨混合均匀，使用 5.0 mL 乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V)将目标化合物洗脱。

2.2.1 吸附材料的种类

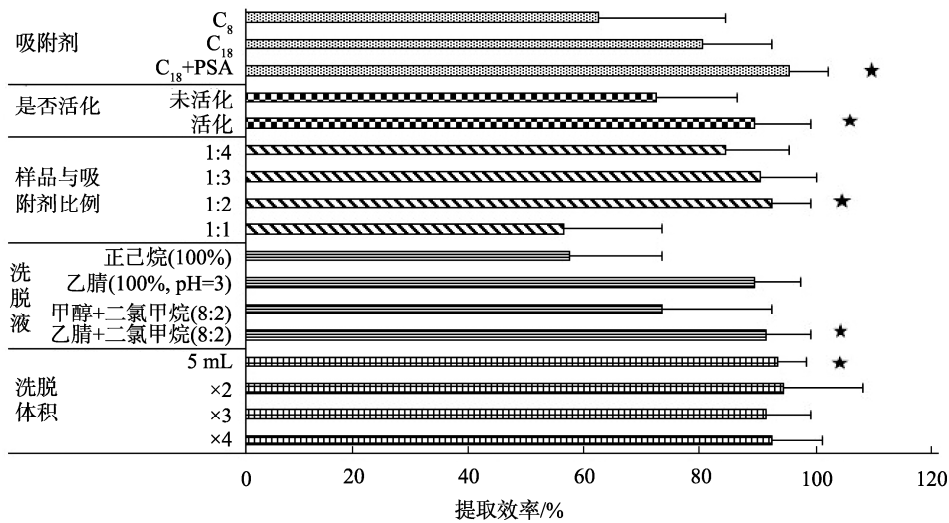
本研究基于基质分散固相萃取方法原理，其核心是不同的吸附剂对于目标化合物会有不同的吸附效果。C₁₈+PSA、C₁₈和 C₈通常用作分散相和吸附相^[13]，C₁₈和 PSA 可以很好地吸附液态奶制品中的脂肪酸、有机酸以及非极性类杂质^[14]。PSA 吸附剂可以通过与水溶性基质、非极性有机物基质的相互作用进行化合物交换，如果表面带有电荷，则可以通过离子交换进行化合物交换^[15-16]。C₁₈和 C₈是基于键合、反相(十八烷基硅烷)、不规则硅胶(二氧化硅)颗粒，建议作为极性和非极性分析物的通用固相萃取相，而且根据已发表的文献^[17]，C₁₈被认为是最合适的萃取相。通过本研究的提取效率实验发现 8 种抗生素的平均提取效率如下：C₁₈+PSA(92%)>C₁₈(81%)>C₈(71%)，同时净化效率表明 C₁₈+PSA 优于 C₁₈(图 3)。因此最终选择 C₁₈ 和 PSA 各 1.0 g 作为基质分散固相萃取的吸附材料。



注：1. 甲硝唑；2. 磺胺嘧啶；3. 磺胺吡啶；4. 磺胺-5-甲氧嘧啶；5. 呋喃唑酮；6. 磺胺甲基异恶唑；7. 氯霉素；8. 磺胺二甲氧嘧啶，下同。

图 1 不同色谱条件的 8 种抗生素分离

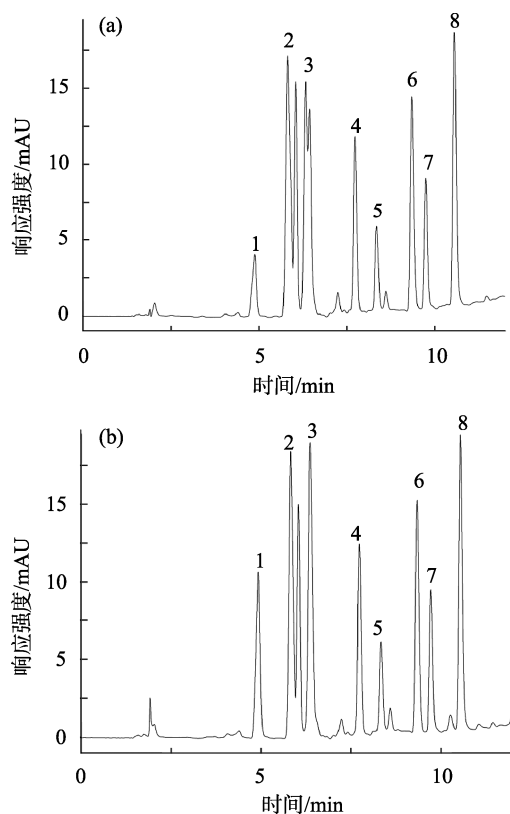
Fig.1 Separation of 8 kinds of antibiotics under different chromatographic conditions



注：误差线为相对标准偏差，星号为最优条件。

图 2 8 种抗生素在不同条件下的平均提取率

Fig.2 Average extraction efficiency of total 8 kinds of antibiotics for different conditions



注: (a): C_{18} 提取; (b): C_{18} +PSA 提取。

图 3 添加 50 $\mu\text{g/kg}$ 抗生素混合物的空白牛奶样品的色谱图

Fig.3 Chromatogram of blank milk sample added 50 $\mu\text{g/kg}$ antibiotic mixture

2.2.2 吸附材料的活化

吸附剂表面的活化可以在吸附剂表面提供更多的空位, 尽管大多数固相萃取(solid phase extraction, SPE)方法需要活化吸附剂, 但许多基质固相分散(matrix solid phase dispersion, MSPD)方法忽略了这一步骤^[18]。实验中分别采用活化的吸附剂和未活化的吸附剂对同一牛奶样品进行提取和净化, 其中一份 2.0 g 吸附剂(C_{18} +PSA)被 1.0 mL 乙腈:水(1:1, V:V)活化后再进行基质分散固相萃取, 另一份直接进行基质分散固相萃取。2 种吸附剂用 1.0 mL 牛奶分散, 用 5 mL 正己烷洗涤, 用 5 mL 乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V)洗脱。洗脱后, 活化吸附剂具有更强的吸附能力, 萃取效率如图 2 所示。最终采用 1.0 mL 乙腈:水(1:1, V:V)研磨后活化吸附剂进行基质分散固相萃取。

2.2.3 吸附材料使用量

研究了样品与吸附剂(C_{18} +PSA)的比例对于提取效率的影响, 并采用了从 1:1 ($m:m$)到 1:4 ($m:m$)的比例。对于牛奶样品, 确定 1:2 ($m:m$)的比例足以适当分散样品, 并且在将吸附剂量增加到样品量的两倍以上后, 没有观察到萃取效率的改善。因此最终选择 C_{18} 和 PSA 共 2.0 g 作为基质分散固相萃取的吸附材料。

2.2.4 洗脱液种类

选择合适的洗脱溶剂是基质分散固相萃取的关键。分别测试了正己烷、乙腈(pH=3.0)、甲醇:二氯甲烷(8:2, V:V)以及乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V), 结果见图 2。乙腈(pH=3.0)与乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V)溶剂混合物洗脱效率几乎相同, 但考虑到使用乙腈和二氯甲烷混合物的另一个优点是提取溶剂比其他洗脱溶剂具有更少的脂质^[19], 确定洗脱液为乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V)。

2.2.5 洗脱液体积

MSPD 萃取柱的洗脱体积是另一个主要的优化步骤。为了在不增加总溶剂消耗的情况下提高分析物提取效率, 分别测试了使用洗脱的乙腈:二氯甲烷(8:2, V:V)体积从 5.0 mL 到 20 mL 的回收率, 如图 2 所示, 未观察到显著差异。因此, 确定洗脱溶剂的体积为 5.0 mL。

2.3 线性关系、检出限及定量限

将 8 种抗生素按 1.5 的方法配制成基质匹配工作曲线, 以各待测物的质量浓度(X , mg/L)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标绘制工作曲线, 其曲线方程及相关系数结果见表 1。8 种抗生素在 1.0~100.0 $\mu\text{g/kg}$ 浓度范围内线性关系良好, 相关系数为 0.99904~1.00000。

在取样量为 1.0 g 时, 本方法中 8 种抗生素的检出限为 0.18~0.41 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 0.53~1.23 $\mu\text{g/kg}$, 见表 1。与前人的研究相比, 本方法的检出限更低。罗文婷等^[20]用超高效液相色谱法测定甲硝唑、呋喃唑酮以及氯霉素的检出限为 0.01 mg/L (取样量为 1.0 g 时, 其检出限为 0.01 mg/kg); 陈振桂等^[21]采用高效液相色谱法测定 13 种磺胺类药物的检出限均大于等于 0.02 mg/kg。

2.4 回收率

在新鲜牛奶中分别加入 3 个水平(5、20、50 $\mu\text{g/kg}$)的 8 种抗生素, 确定方法的回收率, 其加标色谱图见图 4。各溶液中 8 种抗生素的平均回收率在 84%~101%之间(详见表 1), 满足检测的要求。

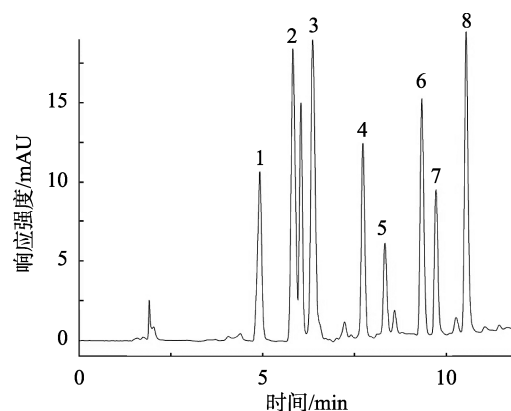


图 4 牛奶加标样品色谱图(20.0 $\mu\text{g/kg}$)

Fig.4 Chromatogram of milk spiked sample (20.0 $\mu\text{g/kg}$)

表 1 8 种抗生素的线性范围及方法学验证结果
Table 1 Linear range and methodology validation results of 8 kinds of antibiotics

化合物	回收率/(RSD/%)			检出限*/(μg/kg)	定量限*/(μg/kg)	标准曲线(1.0~100.0 μg/kg)	相关系数(r)
	5 μg/kg	20 μg/kg	50 μg/kg				
氯霉素	84(3.1)	86(5.7)	92(2.4)	0.23	0.69	Y=53.90X+0.03	1.00000
呋喃唑酮	88(7.4)	84(4.2)	97(4.6)	0.41	1.23	Y=38.51X+6.02	0.99904
甲硝唑	101(5.9)	93(6.3)	99(2.6)	0.21	0.63	Y=72.04X+0.15	0.99999
磺胺嘧啶	92(8.73)	93(4.8)	96(3.5)	0.18	0.53	Y=98.36X+0.40	0.99994
磺胺吡啶	89(10.7)	91(6.6)	97(3.7)	0.22	0.65	Y=89.09X+2.33	0.99998
磺胺-5-甲氧嘧啶	89(7.1)	95(2.6)	93(4.8)	0.28	0.83	Y=74.09X+5.83	0.99987
磺胺甲基异恶唑	93(8.8)	92(4.7)	99(3.9)	0.21	0.63	Y=91.67X-4.55	0.99993
磺胺二甲氧嘧啶	91(9.1)	94(10.6)	98(3.6)	0.18	0.53	Y=121.72X-5.21	0.99991

注：“*”取样量为 1 g。

2.5 实际样品分析

在某地区知名超市，购买了 3 种市面常见的新鲜牛奶进行了 3 个批次的测试，所有批次样品均未检出上述 8 种抗生素。

3 结论与讨论

本次研究采用基质分散固相萃取-高效液相色谱-可变波长检测法，先用 0.5%乙酸乙腈溶液对新鲜牛奶中的 8 种抗生素进行提取，再利用 C₁₈ 粉末和 PSA 粉末进行净化，优化了色谱条件和提取方法等参数，实现了在 12 min 内同时检测氯霉素、呋喃唑酮、甲硝唑、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺-5-甲氧嘧啶、磺胺甲基异恶唑、磺胺二甲氧嘧啶 8 种抗生素。结果表明该方法灵敏高、准确度好、方法操作简单，为新鲜牛奶或其他液态奶中典型抗生素的分析提供了一种快速、准确、可靠的分析方法，更加适合于基层检测单位对新鲜牛奶或其他液态奶中抗生素检测的要求。此外，基于基质分散固相萃取方法的易用性，可以尝试拓展到其他食品中抗生素、农残、兽残的检测。

参考文献

[1] 孔艳峰. 论我国乳制品工业现状与发展趋势[J]. 黑龙江科技信息, 2014, (23): 11.
KONG YF. On the current situation and development trend of China's dairy industry [J]. Heilongjiang Sci Technol Inform, 2014, (23): 11.
[2] 戚洁阳. 乳制品中抗生素残留量高效液相色谱分析方法研究[D]. 上海: 复旦大学, 2011.
QI JY. Determination of antibiotic residues in dairy products by HPLC [D]. Shanghai: Fudan University, 2011.
[3] 阿说阿沙, 邹文佳, 付婧洁, 等. 荧光免疫分析法在牛奶抗生素残留检

测中的研究进展[J]. 中国兽医杂志, 2019, 55(9): 62-64.
ASHUOAS, ZOU WJ, FU JJ, *et al.* Research progress of fluorescence immunoassay in detection of antibiotic residues in milk [J]. Chin J Veter Med, 2019, 55(9): 62-64.
[4] 印虹, 赵宁. 我国地区乳品抗生素残留的 meta 分析[J]. 中国乳品工业, 2017, 45(4): 44-47.
YIN H, ZHAO N. Meta-analysis of antibiotics in milk in China [J]. Chin Dairy Ind, 2017, 45(4): 44-47.
[5] 李小会, 李海星, 段亚军, 等. 免疫分析技术在乳及乳制品抗生素类兽药残留检测中的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(4): 776-780.
LI XH, LI HX, DUAN YJ, *et al.* Application of immunoassay technology in the detection of veterinary drug residue of milk and dairy products [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(4): 776-780.
[6] 李世俊, 邓斌, 张曦, 等. 牛奶中氨基苄西林残留的 HPLC 分析方法研究[J]. 黑龙江畜牧兽医, 2007, 10(10): 68-68.
LI SJ, DENG B, ZHANG X, *et al.* Determination of ampicillin residues in milk by HPLC [J]. Heilongjiang Anim Sci Veter Med, 2007, 10(10): 68-68.
[7] NTAKATSANE M, CHEN P, LIU JS, *et al.* Optimization of microbiological plastic film test plate conditions for rapid detection of antibiotics in milk [J]. J Food Measure Charact, 2020, 14(6). DOI: 10.1007/s11694-020-00576-0
[8] 王承平, 秦宇, 侯蓓蓓, 等. UPLC-MS/MS 检测生鲜牛奶中 72 种抗生素残留[J]. 食品与机械, 2019, 35(9): 74-76, 83.
WANG CP, QIN Y, HOU BB, *et al.* Determination of 72 antibiotics residues in raw milk by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Mach, 2019, 35(9): 74-76, 83.
[9] 李云辉. 分子印迹法-高效液相色谱-串联质谱法检测牛奶中的氨基糖苷类抗生素[J]. 现代食品, 2018, (19): 110-115.
LI YH. Determination of aminoglycoside antibiotics in milk by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry with molecular imprinting [J]. Mod Food, 2018, (19): 110-115.
[10] 张玉娜, 丁一, 孙欣, 等. 浊点萃取-高效液相色谱法检测牛奶中的喹

- 诺酮类抗生素[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(11): 4562–4568.
- ZHANG YN, DING Y, SUN X, *et al.* Detection of quinolones bactericides in milk by cloud point extraction and high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(11): 4562–4568.
- [11] SILVA MGD, AQUINO A, DOREA HS, *et al.* Simultaneous determination of eight pesticide residues in coconut using MSPD and GC/MS [J]. Talanta, 2008, 76: 680–684.
- [12] BRINKMAN UAT, RAMOS L, KRISTENSON EM. Recent advances in matrix solid-phase dispersion [J]. Trend Anal Chem, 2006, 25: 96–111.
- [13] 施家威, 李继革, 王玉飞, 等. 分散固相萃取-气相色谱-三重四级杆质谱分析蔬菜中 112 种农药残留[J]. 色谱, 2012, 30(6): 602–612.
- SHI JW, LI JG, WANG YF, *et al.* Analysis of 112 pesticide residues in vegetables using dispersive-solid phase extraction and gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2012, 30(6): 602–612.
- [14] ZHU CY, WEI J, DONG XF, *et al.* Fast analysis of malachite green, leucomalachite green, crystal violet and leucocrystal violet in fish tissue based on a modified QuEChERS procedure [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(4): 419–425.
- [15] 王艺聪, 刘磊磊. 离子液体固定化材料在固相萃取中的应用研究进展[J]. 色谱, 2021, 39(3): 241–259.
- WANG YC, LIU LL. Research progress in application of immobilized ionic liquid materials to separation by solid-phase extraction [J]. Chin J Chromatogr, 2021, 39(3): 241–259.
- [16] 王娇, 齐沛沛, 刘真真, 等. 基于磁纳米材料的土壤中多农药残留高通量分析技术研究[J]. 分析化学, 2019, 47(2): 262–270.
- WANG J, QI PP, LIU ZZ, *et al.* High throughput analysis of multiple pesticides residue in soil samples using magnetic nanoparticles as dispersive adsorbent [J]. Chin J Anal Chem, 2019, 47(2): 262–270.
- [17] 桂罗兰, 董立厚, 宋海峰, 等. 基于配体结合分析-液相色谱串联质谱技术的生物技术药物定量分析方法研究进展[J]. 药物分析杂志, 2020, 40(7): 1150–1159.
- GUI LL, DONG LH, SONG HF, *et al.* Research progress in quantitative analysis of biotechnology drugs based on hybrid LBA with LC-MS/MS [J]. Chin J Pharm Anal, 2020, 40(7): 1150–1159.
- [18] 魏佳楠, 秦墨林, 杨俊超, 等. 填充吸附剂微萃取技术及其在微小体积样品萃取应用中的研究进展[J]. 色谱, 2021, 39(3): 219–228.
- WEI JN, QIN ML, YANG JC, *et al.* Research progress of microextraction by packed sorbent and its application in microvolume sample extraction [J]. Chin J Chromatogr, 2021, 39(3): 219–228.
- [19] 刘义伟, 何正, 陈洁, 等. 吸入型平喘药的人体血药浓度测定方法的研究进展[J]. 中国医院药学杂志, 2019, 39(21): 2227–2235.
- LIU YW, HE Z, CHEN J, *et al.* Progress on the analytical methods determining inhaled antiasthmatic in human plasma [J]. Chin J Hosp Pharm, 2019, 39(21): 2227–2235.
- [20] 罗文婷, 吴青, 简伟明, 等. 超高效液相色谱法测定水产品中违禁兽药氯霉素、呋喃唑酮和甲硝唑残留[J]. 分析化学研究简报, 2009, 3(6): 877–880.
- LUO WT, WU Q, JIAN WM, *et al.* Simultaneous determination of illegal veterinary drugs of chloramphenicol, furazolidone and metronidazole in aquatic product using ultra performance liquid chromatography [J]. Chin J Anal Chem, 2009, 3(6): 877–880.
- [21] 陈振桂, 占春瑞, 郭平, 等. 高效液相色谱法同时测定水产品中 13 种磺胺类药物残留的研究[J]. 食品科学, 2007, 28(10): 448–451.
- CHEN ZG, ZHAN CR, GUO P, *et al.* Study on simultaneous determination of 13 sulfonamides residues in aquatic products by HPLC [J]. Food Sci, 2007, 28(10): 448–451.

(责任编辑: 于梦娇 郑丽)

作者简介



陈晓燕, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品质量与安全。
E-mail: 2432885504@qq.com



周静峰, 教授, 主要研究方向为食品科学。
E-mail: 4213980@qq.com