

高效液相色谱-串联质谱法同时测定畜禽肉和牛奶中地塞米松和氯丙嗪残留

张燕^{1*}, 徐幸¹, 陈朋云¹, 杨培华¹, 杨飞¹, 刘学森²

(1. 大理州质量技术监督综合检测中心, 大理 671000; 2. 大理大学公共卫生学院, 大理 671000)

摘要: **目的** 建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定畜禽肉和牛奶中地塞米松和氯丙嗪残留的方法。**方法** 样品经乙腈提取, C₁₈固相分散萃取净化, 以0.1%甲酸水溶液和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 经C₁₈色谱柱分离, 采用电喷雾正离子(electronic spray ionization, ESI⁺)模式, 以多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式进行分析, 外标法定量。**结果** 该方法在0.5~200.0 µg/L范围内线性关系良好($r > 0.999$), 方法检出限为0.1 µg/kg, 定量限为0.3 µg/kg。在添加水平为0.5、1.0、5.0、10.0、25.0、50.0 µg/kg时, 平均回收率为70.1%~119.4%, 相对标准偏差为1.6%~9.4% ($n=6$)。**结论** 该方法简单高效、灵敏度高、重复性好、准确度高, 适用于畜禽肉和牛奶中地塞米松和氯丙嗪残留的同时测定。

关键词: 畜禽肉; 牛奶; 地塞米松; 氯丙嗪; 高效液相色谱-串联质谱法

Simultaneous determination of dexamethasone and chlorpromazine residues in livestock and poultry meat and milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Yan^{1*}, XU Xing¹, CHEN Peng-Yun¹, YANG Pei-Hua¹, YANG Fei¹, LIU Xue-Sen²

(1. Dali State Comprehensive Technical Inspection Center, Dali 671000, China;
2. College of Public Health, Dali University, Dali 671000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of the dexamethasone and chlorpromazine residues in livestock and poultry meat and milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The samples were extracted by acetonitrile, purified by C₁₈ solid phase dispersion extraction, separated on a C₁₈ column by gradient elution with acetonitrile-containing 0.1% formic acid water as mobile phase, analyzed in positive electronic spray ionization (ESI⁺) mode with dynamic multiple reaction monitoring (MRM), and quantified by the external standard method. **Results** The linearity of the method was good in the range of 0.5-200.0 µg/L, and the correlation coefficients were greater than 0.999, the limit of detection was 0.1 µg/kg and the limit of quantification was 0.3 µg/kg. The average recoveries were 70.1%-119.4% at the spiked levels of 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 25.0, 50.0 µg/kg, the relative standard deviations were 1.6%-9.4% ($n=6$). **Conclusion** This method is simple and efficient, sensitive, reproducible and accurate, which is suitable for the determination of dexamethasone

基金项目: 市场监管总局技术保障专项(2019YJ040)

Fund: Supported by the Technical Support Project of the State Administration for Market Regulation (2019YJ040)

*通信作者: 张燕, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。E-mail: shiyan1230@163.com

*Corresponding author: ZHANG Yan, Senior Engineer, Dali State Comprehensive Technical Inspection Center, Economic Development Zone 1 Box, Dali 671000, China. E-mail: shiyan1230@163.com

and chlorpromazine residues in livestock and poultry meat and milk.

KEY WORDS: livestock and poultry meat; milk; dexamethasone; chlorpromazine; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

0 引言

地塞米松又名氟美松、氟甲强地松龙、德沙美松, 属于糖皮质类激素。地塞米松作为动物生长调节剂, 可促进动物蛋白质合成和代谢, 由于其能提高饲料转化率, 促进畜禽生长, 增加产肉量, 因而早期被广泛用于畜牧生产^[1]。但研究表明, 地塞米松能使动物发生基因突变和癌变, 地塞米松及其残留对人、畜均有明显的毒副作用, 可能导致肌肉萎缩、生长抑制等副作用^[2-4], 所以在食物链中的残留倍受关注^[5]。氯丙嗪别名冬眠灵, 属于吩噻嗪类药物, 具有抗精神病、降温、镇吐、催眠和麻醉等作用^[6], 广泛应用于兽医临床治疗, 饲料中添加此类药物, 可间接起到催肥作用, 但残留的氯丙嗪会引起人体肝脏、肾脏的病变, 还会引起眼部并发症等^[7-8]。

目前这 2 种物质的检测方法主要是高效液相色谱法^[9-11]、气相色谱法^[12]、气相色谱-质谱法^[13-15]和高效液相色谱-串联质谱法^[16-19]等和国家标准规定的液相色谱-串联质谱法。GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》中地塞米松的限量要求为: 牛/羊/马肉的肌肉 1.0 μg/kg、肝 2.0 μg/kg、肾 1.0 μg/kg、牛奶 0.3 μg/kg, 对氯丙嗪的要求允许作治疗用, 但不得在动物性食品中检出。现有检测方法均为地塞米松、氯丙嗪单独检测或与其他同类物质同时检测, 尚未见 2 种物质同时检测的方法报道。且大多数方法采用乙酸乙酯^[18]、甲酸乙腈提取, 氮吹浓缩^[1,3,6,8], 再用固相萃取小柱进行净化处理^[2,4-5,7], 存在前处理烦琐复杂, 耗时费力, 有机试剂污染严重等缺点。针对近年来食用农产品中地塞米松和氯丙嗪的抽检频率较高的现状, 面对大批量样品, 有必要建立一种可同时检测 2 种物质的快速、可靠的检测方法。本研究拟采用 C₁₈ 固相分散萃取净化, 建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定畜禽肉和牛奶样品中地塞米松和氯丙嗪残留, 以便满足日常畜禽肉及牛奶中地塞米松和氯丙嗪的同时筛查和定性定量检测。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

猪肉、牛肉、鸡肉和牛奶购于当地市场。
地塞米松标准溶液(100 mg/L, 北京北方伟业计量技术研究院); 盐酸氯丙嗪标准品(纯度≥99.45%, 德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 甲酸(纯度≥98.0%, 比利时 Acros Organics 公司); 乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); HC-C₁₈ 固相分散萃取剂(粒径 4~63 μm)、石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB, 120~

400 目)、N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)、有机相针式过滤器(0.22 μm)(上海安谱科学仪器有限公司); 实验室用水为超纯水。

UFLC LC-20AD 高效液相色谱仪(日本岛津公司); API3200 质谱联用仪(美国 AB 公司); AL204 分析天平(0.1 mg)、AB135-S 分析天平(0.01 mg)(瑞士梅特勒-托利多公司); Endeavorsil C₁₈ 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 3 μm, 北京迪科马科技有限公司); TG16-WS 台式高速离心机(湘南湘仪实验室仪器开发有限公司); 10~5000 μL 移液枪(德国 Eppendorf 公司); 8880018 小型旋涡混匀器(德国 IKA 公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

取代表性样品猪肉、牛肉、鸡肉 300 g, 用搅拌机搅碎, 牛奶样品混匀, 准确称取 10.0 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞离心管中, 用 5 mL 移液器准确加入乙腈 10 mL, 漩涡提取 2 min, 加入 2.0 g 氯化钠, 涡旋 1 min, 6000 r/min 高速离心 5 min, 取上清液 1.5 mL 于 100 mg 的 C₁₈ 固相分散剂的离心管中, 涡旋净化 1 min, 静止 1 min, 过 0.22 μm 有机滤膜, 待测。

1.2.2 高效液相色谱-质谱分析条件

色谱条件: 色谱柱: Endeavorsil C₁₈ 柱(50 mm×2.1 mm, 3 μm); 流速: 0.3 mL/min; 流动相: 0.1%甲酸溶液+乙腈, 洗脱程序见表 1; 柱温: 35 °C; 进样量: 5 μL。

表 1 流动相的梯度洗脱程序			
Table 1 Gradient elution procedures for mobile phase			
时间/min	流速/(mL/min)	体积分数/%	
		0.1%甲酸溶液 A	乙腈 B
0.00~1.00	0.3	80	20
1.00~3.00	0.3	10	90
3.00~3.10	0.3	10	90
3.10~6.00	0.3	80	20

质谱条件: 电喷雾正离子源; 离子源温度: 500 °C; 雾化气: 50.0 psi; 辅助气流速: 50 psi; 电喷雾电压: 5500 V; 气帘气压力: 30 psi; 碰撞气体: 10 psi; 驻留时间: 100 ms; 碰撞室出口电压: 10 V; 定性定量离子对; 去簇电压(declustering potential, DP); 碰撞气能量(collision energy, CE); 入口电压(entrance potential, EP)及碰撞室入口电压(collision cell enter potential, CEP)见表 2。

1.2.3 标准溶液的配制和曲线绘制

准确称取 10.0 mg 盐酸氯丙嗪标准物质于 10 mL 容量瓶, 用乙腈溶解定容配制成 100 μg/mL 的标准物质储备液, 避光保存于-18 °C 冰箱中。再配制 1.0 mg/L 的地塞米松和氯丙嗪混合标准溶液, 按照样品前处理配制质量浓度梯度为 0.5、

1.0、2.5、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0、200.0 $\mu\text{g/L}$ 的空白样品基质溶液标准使用液,以地塞米松和氯丙嗪的峰面积为纵坐标,标准溶液质量浓度为横坐标绘制标准曲线。

1.3 数据处理

采用美国 AB SCIEX 的 Aalyst1.5.2 软件进行分析处理,Microsoft Office Excel 2003 和 SPSS Statistics 17.0 软件进行数据统计分析。

2 结果与分析

2.1 质谱条件的选择

采用针泵进样,分别将地塞米松和氯丙嗪标准溶液(100 $\mu\text{g/L}$)以 10 $\mu\text{L/min}$ 的流速注入离子源,通过正负模式进行全扫描,结果显示正离子模式比负离子模式响应更强,最后选择正离子模式全扫描,确定母离子分别为 m/z 393.1、 m/z 319.2,对其母离子进行二级质谱子离子扫描,得到碎片离子见表 2。采集全扫描的二级质谱图,根据子离子丰度及基质对其的干扰,分别选择丰度较高的 393.1/373.1、319.2/58.2 为定量离子对,再对电喷雾电压、碰撞气、气帘气、雾化气参数和辅助气流速、离子源温度进行优化,使地塞米松和氯丙嗪离子化效率达到最好,优化后的质谱参数见表 2。

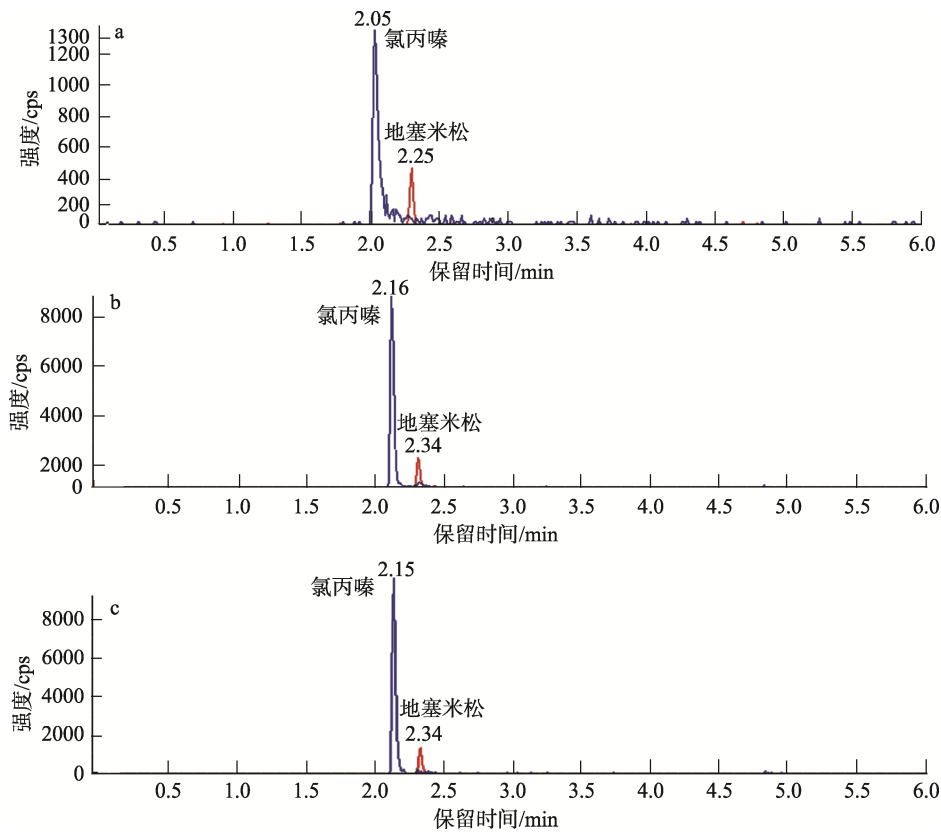
2.2 色谱条件的优化

本研究对比迪马科技 Endeavorsil C_{18} 色谱柱和资生堂 CAPCELL CORE C_{18} 这 2 种色谱柱的峰形效果及其响应强度,最后选择 Endeavorsil C_{18} 色谱柱,其峰形、响应强度和分离效果更佳,见图 1。本研究对比纯水-乙腈、0.1%甲酸水溶液-乙腈、0.1%甲酸水溶液-甲醇作为流动相对 2 种物质峰型及响应强度的影响,结果显示,纯水-乙腈对地塞米松的峰型及响应强度影响不大,但纯水-乙腈使氯丙嗪响应强度明显降低,且峰型变宽拖尾,见图 1a。另外,0.1%甲酸水溶液-甲醇体系作为流动相的色谱柱压力明显变高,响应强度变化不大(图 1c),而 0.1%甲酸水溶液-乙腈体系作为流动相的色谱柱压力小,且能达到要求的响应强度(图 1b),故选择 0.1%甲酸水溶液-乙腈溶液作为流动相,采用梯度洗脱,梯度洗脱程序详见表 1。

表 2 质谱分析参数
Table 2 Parameter of mass spectra

化合物	离子对(m/z)	DP/V	CE/V	EP/V	CEP/V
地塞米松	393.1/373.1*	45	12	6	21
	393.1/155.1	40	17	7	21
	393.1/337.1	40	17	6	21
氯丙嗪	319.2/58.2*	45	66	8	19
	319.2/80.2	45	50	8	19

注: *标注的为定量离子对。



注: a: 纯水-乙腈为流动相; b: 0.1%甲酸水溶液-乙腈为流动相; c: 0.1%甲酸水溶液-甲醇为流动相。

图 1 不同流动相对目标物的响应强度的影响

Fig.1 Effects of different mobile phase on the response intensities of the objects

2.3 样品前处理条件的选择

因地塞米松和氯丙嗪在极性溶剂中溶解性更好, 故本方法比较了乙腈、0.1%甲酸乙腈和甲醇作为提取剂时的提取效果和回收率。甲醇作为提取剂时, 提取出更多的脂肪, 基质杂质影响大, 回收率约为 55%, 显著低于乙腈提取回收率($P<0.01$), 乙腈和 0.1%甲酸乙腈作为提取剂时, 提取效果均较好, 且基质影响不大, 两者无显著性差异($P>0.05$)。因乙腈具有较好的沉淀蛋白质的作用, 故选择乙腈作为提取剂。

本研究采用 QuEChERS 法^[20-21], 对比了 GCB、C₁₈、PSA 固相分散剂对样品的净化效果, 由于 GCB 对含有芳香环结构的化合物具有较强的吸附力, 而地塞米松和氯丙嗪均含有芳香环结构, 故 GCB 净化后所得回收率仅有 30%; PSA 对地塞米松净化效果好且没有吸附作用, 但对氯丙嗪有极强的吸附作用, 回收率仅有 40%, 这可能是由于氯丙嗪苯环上的氯与 PSA 的酰胺发生反应, 导致目标物氯丙嗪被吸附^[22]; C₁₈ 对畜禽肉和牛奶样品均有很好的除脂作用, 又不吸附目标物, 2 种目标物的回收率均在 70%以上, 故选择 C₁₈ 固相分散萃取剂进行净化。

2.4 方法的线性范围与检出限

在优化的前处理和色谱质谱条件下, 以地塞米松和氯丙嗪的峰面积为纵坐标, 标准溶液质量浓度为横坐标, 得到地塞米松和氯丙嗪的标准曲线分别为 $Y=176X+406$ ($r=0.9994$)和 $Y=1.52\times10^3X+485$ ($r=0.9998$), 由此可见, 方法在 0.5~200.0 μg/L 范围内呈良好的线性关系。根据仪器

检出最低浓度 0.05 μg/L, 结合称样量及定容体积以及样品前处理过程, 以 3 倍信噪比($S/N=3$)计算出方法检出限为 0.1 μg/kg, 同时结合前处理方法及 10 倍信噪比($S/N=10$)计算方法定量限为 0.3 μg/kg。

2.5 方法回收率与精密度

本方法选用具有代表性的猪肉、牛肉、鸡肉和牛奶样品, 分别向不同基质样品中添加浓度为 0.5、1.0、5.0、10.0、25.0、50.0 μg/kg 6 个水平进行回收率实验, 每种基质不同水平浓度重复测定 6 次, 并进行日间稳定性检测, 检测结果见表 3。采用基质标准曲线校正, 其平均回收率在 70.1%~119.4% 范围, 相对标准偏差 (relative standard deviations, RSDs)为 1.6%~9.4%, 均小于 10%。故本研究建立的方法精密度和准确度较好, 能满足日常大批样品的筛查和检测。

2.6 实际样品测定

采用此方法对市售的 30 个畜禽肉和 10 牛奶样品进行检测, 40 个样品中有 1 个牛肉样品检出地塞米松含量为 9.73 μg/kg, 远超 GB 31650—2019 规定的限量要求 (1.0 μg/kg), 参照 GB/T 20741—2006《畜禽肉中地塞米松残留量测定 液相色谱-串联质谱法》和 GB/T 20763—2006《猪肾和肌肉组织中乙酰丙嗪、氯丙嗪、氟哌啶醇、丙酰二甲氨基丙吩噻嗪、甲苯噻嗪、阿扎哌隆、阿扎哌醇、唑啉心安残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》进行验证, 检测值分别为 9.64、0.924 μg/kg。这可能是养殖环节用药管理不严或者不科学、超量使用或不严格执行休药期规定造成的。

表 3 2 种物质在不同基质中 6 个添加水平的加标回收率和精密度
Table 3 Recoveries and RSDs of 2 kinds of compounds at 6 spiked levels in different matrixes

样品	添加浓度 (μg/kg)	日内地塞米松($n=6$)		日内氯丙嗪($n=6$)		日间地塞米松($n=12$)		日间氯丙嗪($n=12$)	
		回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
猪肉	0.5	70.1~89.4	8.4	83.1~103.2	4.6	70.3~87.5	8.9	81.1~105.2	5.3
	1.0	73.0~80.6	5.3	89.4~110.1	7.0	72.4~81.0	5.7	85.4~111.3	7.6
	5.0	80.6~106	9.2	79.2~113.4	7.3	79.1~103.0	9.4	76.1~115.6	7.9
	10	73.6~88.4	6.6	86.3~105.7	1.6	72.3~87.0	6.9	85.4~110.6	2.6
	25	88.4~104.0	6.7	88.6~108.9	4.0	88.9~106.0	6.9	85.6~104.9	5.2
	50	89.6~93.6	1.9	79.6~99.4	4.6	85.2~90.1	5.4	73.5~97.4	5.1
牛肉	0.5	72.1~90.1	9.3	93.2~116.8	3.1	74.1~92.3	9.8	90.2~116.8	3.9
	1.0	79.1~92.2	7.4	86.7~98.2	4.3	76.1~90.4	7.6	85.4~97.2	4.6
	5.0	91.4~108.8	6.5	99.4~105.3	6.5	91.4~108.8	6.9	100.2~107.6	7.0
	10	77.1~95.4	7.2	90.1~103.2	2.2	77.1~95.4	7.9	89.4~104.3	5.1
	25	90.8~108.8	7.3	83.4~106.1	4.3	90.8~108.8	7.3	82.9~106.9	5.1
	50	94.6~111.2	7.7	89.5~110.6	3.4	94.6~111.2	8.2	85.9~111.3	4.0

表 3(续)

样品	添加浓度 (μg/kg)	日内地塞米松(n=6)		日内氯丙嗪(n=6)		日间地塞米松(n=12)		日间氯丙嗪(n=12)	
		回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
鸡肉	0.5	70.6~88.4	6.8	80.6~99.3	2.9	70.6~88.4	6.9	79.5~100.5	3.3
	1.0	74.1~86.4	8.0	78.2~117.3	6.5	74.1~86.4	8.6	77.4~116.3	6.9
	5.0	102.4~119.4	6.1	90.2~100.6	6.2	102.4~119.4	7.2	90.5~112.1	7.6
	10	82.2~94.1	4.3	86.1~113.5	2.7	82.2~94.1	5.5	85.9~115.1	3.6
	25	104.0~113.4	5.6	90.4~118.9	4.1	101.2~103.1	6.3	91.4~119.0	4.8
	50	104.2~116.1	8.7	93.1~114.2	2.9	100.3~110.6	7.2	93.1~114.2	3.1
牛奶	0.5	90.4~88.6	8.2	87.6~99.7	3.0	89.6~89.4	9.3	87.7~100.1	3.4
	1.0	71.3~90.1	7.3	80.3~101.3	5.1	70.9~93.0	8.9	83.4~102.9	5.2
	5.0	79.2~106.9	2.1	80.6~104.9	3.9	78.3~103.5	3.0	81.3~103.9	4.0
	10	80.4~116.0	3.4	81.6~109.4	7.4	77.8~113.4	3.6	80.7~108.1	6.6
	25	87.9~109.6	8.9	91.2~106.7	6.9	79.4~106.0	9.1	90.7~107.5	9.3
	50	83.4~104.3	7.3	93.1~112.3	6.0	81.4~102.9	7.6	92.0~110.8	8.4

3 结 论

本方法建立了乙腈提取、C₁₈ 固相分散萃取净化、高效液相色谱-串联质谱法同时测定畜禽肉和牛奶中地塞米松和氯丙嗪残留的分析方法。与现有的国家检测方法 GB/T 20741—2006、GB/T 22978—2008《牛奶和奶粉中地塞米松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》和 GB/T 20763—2006 和报道文献^[2,7,19]相比,无需氮吹浓缩、固相萃取等烦琐步骤,前处理操作简单高效、净化效果好、重现性好、回收率和精密度好,实际工作中检测样品量大,1 个样品同时检测多个项目,采用本研究所建立的方法能进行大批量样品中地塞米松和氯丙嗪的同时筛查和定性定量检测,既省时省力,高效准确,又能满足检验检测要求。

参考文献

[1] 李存, 吴银良, 杨挺. 同位素稀释高效液相色谱串联质谱法测定猪肝中地塞米松和倍他米松残留量[J]. 分析化学, 2010, 38(2): 271-274.
LI C, WU YL, YANG T. Simultaneous determination of dexamethasone and betamethasone in swine liver by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with isotope dilution [J]. Chin J Anal Chem, 2010, 38(2): 271-274.
[2] 曹丽丽, 周鑫达, 张爱芝, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-大气压化学电离-串联质谱法测定多种动物源性食品中的地塞米松残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(15): 5080-5087.
CAO LL, ZHOU XD, ZHANG AIZ, *et al.* Determination of dexamethasone residues in various animal derived foods by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(15): 5080-5087.

[3] 陈妍, 倪炜华, 王丽丽, 等. 高效液相色谱串联质谱法快速测定牛奶中地塞米松残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(11): 3672-3677.
CHEN Y, NI WH, WANG LL, *et al.* Rapid determination of dexamethasone residues in milk by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(11): 3672-3677.
[4] GUO F, LIU Q, QU GB, *et al.* Simultaneous determination of five estrogens and four androgens in water samples by online solid-phase extraction coupled with high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2013, 1281: 9-18.
[5] 李首道, 涂凤琴, 陈烨超, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定奶粉中地塞米松[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(20): 185-189.
LI SD, TU FQ, CHEN YC, *et al.* Determination of dexamethasone in milk powder by UPLC-MS/MS [J]. Food Res Dev, 2019, 40(20): 185-189.
[6] 张絮青, 陈煦, 刘清. 超高效液相色谱串联质谱测定猪肉中氯丙嗪含量[J]. 中国药物经济学, 2013, (6): 38-39.
ZHANG JQ, CHEN X, LIU Q. Determination of chlorpromazine in pork by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Pharm Econ, 2013, (6): 38-39.
[7] 程建桥, 王传胜, 张峰. 超高效液相色谱-四级杆/静电场轨道阱高分辨质谱法测定猪肉中氯丙嗪及其代谢物[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(10): 2440-2445.
CHENG JQ, WANG CS, ZHANG F. Determination of chlorpromazine and its metabolites in pork by ultra performance liquid chromatography-quadrupole/electrostatic field orbitrap high resolution mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(10): 2440-2445.
[8] AMARAL L, VIVEIROS M, MOLNAR J. Antimicrobial activity of phenothiazines [J]. In Vivo, 2004, 18(6): 725-731.
[9] 韦林洪, 陈丽萍, 郭静, 等. 高效液相色谱法测定地塞米松及有关物质[J]. 分析实验室, 2019, 38(12): 1454-1458.
WEI LH, CHEN LP, GUO J. *et al.* Determination of dexamethasone and

- its related substances by HPLC [J]. *Chin J Anal Lab*, 2019, 38(12): 1454–1458.
- [10] 王新丽. 高效液相色谱法测定猪肝中盐酸氯丙嗪[J]. *中国卫生检验杂志*, 2010, 20(11): 2755–2756.
- WANG XL. Determination of chlorpromazine hydrochloride residue in pig liver by HPLC [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2010, 20(11): 2755–2756.
- [11] YADOLLAH Y, MOHAMMAD F. Extraction and determination of trace amounts of chlorpromazine in biological fluids using magnetic solid phase extraction followed by HPLC [J]. *J Pharm Anal*, 2014, 4(4): 279–285.
- [12] 贺江南, 雷丽红. 固相微萃取-气相色谱法检验盐酸氯丙嗪[J]. *光谱实验室*, 2002, 19(6): 751–754.
- HE JN, LEI HL. Determination of chlorpromazine hydrochloric by solid phase microextraction-gas chromatography [J]. *Chin J Spectrosc Lab*, 2002, 19(6): 751–754.
- [13] 张瑞, 苏小川, 雷宁生, 等. 气相色谱-质谱联用法测定人体尿液中地塞米松[J]. *应用预防医学*, 2014, 20(6): 379–381.
- ZHANG R, SU XC, LEI NS, *et al.* Determination of dexamethasone in human urine by GC-MS [J]. *Appl Prev Med*, 2014, 20(6): 379–381.
- [14] 吕燕, 杨挺, 赵健, 等. 气相色谱-质谱法测定猪肝中氯丙嗪残留量[J]. *分析试验室*, 2008, (3): 119–122.
- LV Y, YANG T, ZHAO J, *et al.* Determination of chlorpromazine in pig liver by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2008, (3): 119–122.
- [15] THOMAS ME, JOHN SD, ROGER TW, *et al.* Determination of dexamethasone in liver and muscle by liquid chromatography and gas chromatography/mass spectrometry [J]. *J Agric Food Chem*, 1995, 43: 140–145.
- [16] 齐士林, 吴敏, 严丽娟, 等. 超高效液相色谱-质谱对动物源食品中氯丙嗪、异丙嗪及其代谢物的测定[J]. *分析测试学报*, 2009, 28(6): 677–681.
- QI SL, WU M, YAN LJ, *et al.* Determination of chlorpromazine and promethazine and their metabolites in animal food using ultra performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2009, 28(6): 677–681.
- [17] WANG K, CAO QY, ZHAO LZ, *et al.* Determination of promethazine and chlorpromazine in eggs by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Food Ind*, 2020, 41(3): 299–302.
- [18] 陈少莉, 吴学贵, 王一晨, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速测定动物源性食品中的地塞米松残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(21): 7395–7400.
- CHEN SL, WU XG, WANG YC, *et al.* Rapid determination of dexamethasone residue in animal-origin foods by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(21): 7395–7400.
- [19] GUO C, SHI F, GONE L, *et al.* Ultra-trace analysis of 12 β -agonists in pork, beef, mutton and chicken by ultra performance liquid chromatography quadrupole-Orbitrap-tandem mass spectrometry [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2015, 107: 526–534.
- [20] RODRIGUES TB, MORAIS DR, GIANVECCHIO VAP, *et al.* Development and validation of a method for quantification of 28 psychotropic drugs in postmortem blood samples by modified micro-QuEChERS and LC-MS/MS [J]. *J Anal Toxicol*, 2021, 45(7). DOI: 10.1093/jat/bkaa138
- [21] 邵丽, 董耀, 王晓, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法快速测定鸡肉中 36 种兽药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(14): 5561–5567.
- SHAO L, DONG Y, WANG X, *et al.* Rapid detection of 36 kinds of veterinary drug residues in chicken by QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(14): 5561–5567.
- [22] 蒋宇佳. 深共融溶剂催化二酯化和酰胺化反应研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2021.
- JIANG YJ. Study on diesterification and amidation catalyzed by deep eutectic solvents [D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2021.

(责任编辑: 郑 丽 于梦娇)

作者简介



张 燕, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。

E-mail: shiyan1230@163.com