

超高效液相色谱-串联质谱法同时测定饮用水中 林可霉素、替米考星和泰乐菌素残留

牛 蓉^{1,2}, 秦丽波^{1,2*}, 张梦丽^{1,2}, 马瑛洁^{1,2}, 周兰兰², 洪梦佳^{1,2}

(1. 河南宏信检测技术有限公司农产食品检测中心, 南阳 473000; 2. 牧原食品股份有限公司品控部, 南阳 473000)

摘 要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时测定饮用水中林可霉素、替米考星和泰乐菌素残留的分析方法。**方法** 样品经 0.45 μm 水系滤膜过滤后用高氯酸溶液调节 pH 至 2.5, 加入螯合剂乙二胺四乙酸二钠, 采用 HLB 固相萃取柱净化后, 用超高效液相色谱-串联质谱仪测定, 外标法定量。**结果** 该方法在 0.5~20.0 ng/mL 范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999; 方法的检出限为 0.3~2.0 ng/L, 定量限为 0.6~6.0 ng/L; 平均回收率范围为 75.5%~107.9%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 2.4%~5.8%。**结论** 本方法操作简单、分离效果良好、灵敏度高, 适用于饮用水中林可霉素、替米考星、泰乐菌素残留量的同时测定。

关键词: 饮用水; 林可霉素; 替米考星; 泰乐菌素; 超高效液相色谱-串联质谱法

Simultaneous determination of lincomycin, tilmicosin and tylosin residues in drinking water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

NIU Rong^{1,2}, QIN Li-Bo^{1,2*}, ZHANG Meng-Li^{1,2}, MA Ying-Jie^{1,2}, ZHOU Lan-Lan², HONG Meng-Jia^{1,2}

(1. Agricultural Food Testing Center, Henan Hongxin Testing Technology Co., Ltd., Nanyang 473000, China;

2. The Quality Control Department, Muyuan Foods Co., Ltd., Nanyang 473000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of lincomycin, tilmicosin and tylosin residues in drinking water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were filtered by 0.45 μm water system filter membrane, adjusted the pH to 2.5 with perchloric acid solution, added ethylenediamine tetraacetic acid disodium, purified by HLB solid phase extraction, determined by UPLC-MS/MS and quantified by external standard method. **Results** This method had good linearity in the range of 0.5–20.0 ng/mL, all correlation coefficients were greater than 0.999; the limits of detection were in the range of 0.3–2.0 ng/L, and the limits of quantification were in the range of 0.6–6.0 ng/L; the average recoveries were ranged from 75.5% to 107.9% with the relative standard deviations (RSDs) of 2.4%–5.8%. **Conclusion** This method is simple to operate and has good separation and high sensitivity, and it is suitable for the simultaneous determination of lincomycin, tilmicosin and tylosin residues in drinking water.

KEY WORDS: drinking water; lincomycin; tilmicosin; tylosin; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

*通信作者: 秦丽波, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 1012098146@qq.com

*Corresponding author: QIN Li-Bo, Master, Engineer, Henan Hongxin Testing Technology Co., Ltd., Nanyang 473000, China. E-mail: 1012098146@qq.com

0 引言

抗生素是指微生物或者高等动植物在自身代谢过程中产生的对其他微生物具有杀灭或抑制作用的一类次级代谢产物。常见的抗生素可分为磺胺类、四环素类、大环内酯类、林可酰胺类等^[1-2]。其中大环内酯类抗生素属于广谱抗生素,主要包括替米考星、泰乐菌素、罗红霉素等,其共性为对革兰氏阳性菌、支原体有抑制作用且结构特点一致^[3-5]。林可酰胺类抗生素属于窄谱抗生素,常见的包括林可霉素及克林霉素^[6],其抗菌机制主要体现在阻碍目标蛋白质的合成,最终发挥该类抗生素的抗菌活性^[7-9]。虽然林可酰胺类与大环内酯类抗生素在结构上存在比较大的差异,但其抗菌机制相似,即这两类抗生素均属于高脂溶性的碱性化合物,在动物体内分布较为普遍且对细胞屏障的穿透力较强,还具有很多共同的药理学特征^[9]。

每年有约2.1亿公斤的抗生素被使用,其中约46%用于水产养殖和畜禽行业中^[10],抗生素可以预防及治疗疾病,还有助于提高动物的生产性能^[11],但滥用抗生素不仅严重影响食品安全,而且影响生态环境^[12]。2020年7月,饲料全面禁止添加抗生素^[13],养殖场内饮水加药方式势必成为抗生素使用的重要方式,这将会造成一定程度的水线抗生素残留。另外,兽用抗生素进入水产养殖和畜牧行业后,随着动物粪便及尿液排出并进入到环境中,随着降雨的冲洗进入深层土壤,进而出现在地表水和地下水中,造成水环境中抗生素的残留^[14-16]。张俊等^[17]对海河流域附近的地表水中的抗生素进行了检测,共检出3大类15种抗生素,其中磺胺类药物检出质量浓度高达107.5 ng/L。YANG等^[18]研究发现,全球淡水环境中至少报道过57种抗生素检出,其中四环素类的检出质量浓度最高,为17 ng/L。姜蕾等^[19]对上海黄浦江上游区域水环境中采集的水样进行检测,共检出11种不同类型的抗生素,其中甲砒霉素质量浓度最高,为36.85 ng/L。水环境中抗生素如此高浓度地检出应该引起我们的重视。

目前有关抗生素残留检测主要集中在动物源性食品方面,如畜禽肌肉及肝脏、蜂蜜、牛奶、鸡蛋等,而有关饮用水中的抗生素残留检测的报道较少,且检测项目主要集中在磺胺类、四环素类、氟喹诺酮类等^[20-22]。大环内酯类及林可酰胺类药物具有毒性低、价格便宜等特性,其在养殖业内具有不可替代的地位,在养殖端使用后,经过一系列的代谢及流动,势必会进入水环境中,造成饮用水中抗生素的残留,如余伟铎^[23]报道过林可酰胺类及大环内酯类抗生素常在水环境中被检出。

目前针对林可酰胺类及大环内酯类抗生素残留检测方法主要有微生物法、薄层色谱法、高效液相色谱法、超高效液相色谱-串联质谱法等,其中超高效液相色谱-串联质谱法具有灵敏度高、使用范围广、定量准确等优势^[24],在

抗生素残留检测中广泛应用。因此本研究建立超高效液相色谱-串联质谱法测定饮用水中林可霉素、替米考星及泰乐菌素残留的分析方法,以期为饮用水中抗生素残留检测技术提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

盐酸林可霉素(纯度98.70%,北京坛墨质检公司);替米考星(纯度80.70%)、酒石酸泰乐菌素(纯度92.10%)(德国Dr. Ehrenstorfer公司);甲醇、乙腈(色谱纯,美国天地有限公司);甲酸(色谱纯,上海阿拉丁公司);高氯酸、乙二胺四乙酸二钠、氨水(分析纯,天津科密欧公司);HLB固相萃取柱、C₁₈固相萃取柱、SCX固相萃取柱、Silica固相萃取柱(500 mg, 6 mL, 上海安谱实验科技股份有限公司)。

1.2 仪器与设备

1290-G6470 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国安捷伦公司);PHSJ-3F pH计(上海雷磁公司);24位固相萃取真空装置(德国默克公司);HU20500B 超声波清洗器(深圳市朗杰超声电器有限公司);GM-0.5B 隔膜真空泵(天津市津腾实验设备有限公司);Kwinbon 6800 样本浓缩仪(北京勤邦生物技术有限公司);MS105DU 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 样品前处理

(1)提取

取一定量水样,放置至室温,用隔膜真空泵经0.45 μm水系滤膜过滤,准确量取250 mL置于500 mL锥形瓶中,用0.1 mol/L高氯酸溶液调节样品pH至2.5,加入0.5 g乙二胺四乙酸二钠,置于超声波清洗器中顺时针充分超声混匀,待净化。

(2)净化

HLB固相萃取柱依次用5 mL甲醇和5 mL超纯水活化,将1.3.1中待净化样品在重力作用下过柱,待样品全部上柱后,用5 mL 5%甲醇溶液洗涤小柱,弃去全部流出液,HLB柱用真空泵抽干;用5 mL甲醇洗脱待测物,收集洗脱液于10 mL玻璃试管中,洗脱液置于45 °C水浴氮气吹干,用0.1%甲酸水-乙腈定容至0.5 mL,超声混匀1 min,过0.22 μm有机滤膜过滤,待测定。

1.3.2 标准溶液配制

标准储备溶液:准确称取适量上述3种标准品,用甲醇分别配制成100 μg/mL的标准储备液,保存于-18 °C。

混合标准工作溶液:取适量室温的标准储备液,用甲醇配制成100 ng/mL混合标准工作溶液,临用前现配。

标准溶液:将标准工作溶液用0.1%甲酸水-乙腈配制成0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 ng/mL系列浓度标准溶

液,待测定。

1.3.3 仪器条件

(1)色谱条件

色谱柱: ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ (50 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 柱温: 28 °C; 流动相 A: 乙腈; 流动相 B: 0.1%甲
酸水, 梯度洗脱(洗脱条件见表 1), 后运行 3 min; 流速:
0.3 mL/min; 进样量: 2.0 μL。

表 1 梯度洗脱条件

Table 1 Conditions of gradient elution

时间/min	流动相 A/%
0.0~2.0	10~30
2.0~2.5	30~70
2.5~5.0	70~90
5.0~8.0	90~10

(2)质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(electron spray ionization, ESI);
扫描方式: 正离子扫描; 检测模式: 多反应监测(multiple
reaction monitoring, MRM); 母离子、子离子、碎裂电压及
碰撞能量见表 2。

表 2 林可霉素、替米考星、泰乐菌素的质谱参数

Table 2 Mass spectrum parameters of lincomycin, tilmicotin
and tylosin

名称	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	驻留时间 /min	碎裂电压 /V	碰撞能量 /V
林可霉素	407.3	126.3*	85	110	30
		359.3	85	110	15
替米考星	869.6	174.2*	85	125	52
		132.1	85	125	57
泰乐菌素	916.9	174.3*	85	165	45
		144.8	85	165	50

注: *为定量离子。

2 结果与分析

2.1 前处理条件优化

2.1.1 上样体积的选择

增加样品的上柱体积可提高目标物的检出限值,但
固相萃取柱的容量是固定的,上样体积过大会导致固相萃
取柱过载,部分目标物随上样液一起流出,导致回收率偏
低,重现性差。因此选择 250、500、1000 mL 待测样品分
别过固相萃取柱来明确上样体积对回收率的影响,从而选
择最佳上样体积,每组设定 3 个重复。结果显示,当样品
体积为 1000 mL 时,林可霉素、替米考星、泰乐菌素 3 种

抗生素的回收率均较低,过柱时间过长且固相萃取柱过载;
当样品体积为 500 mL 和 250 mL 时,3 种抗生素的回收率
均保持一致,在 80%~90%之间(见图 1),说明当样品体积
为 500 mL 时固相萃取柱并未过载,但过柱时间过长,综合
考虑故选择 250 mL 为最终上样体积。

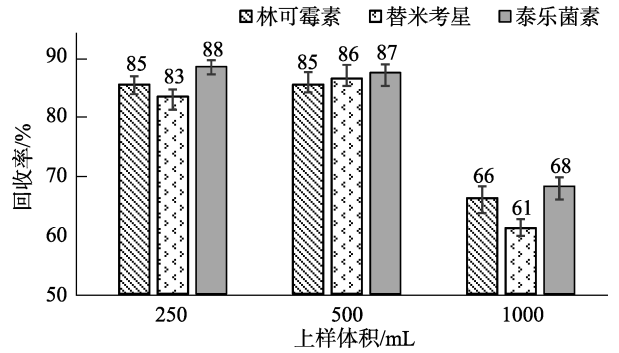


图 1 不同上样体积的回收率(*n*=3)

Fig.1 Recoveries results of different loading volume (*n*=3)

2.1.2 pH 的选择

样品溶液的 pH 对样品中抗生素的化学形态及其与固
相萃取柱之间的作用力都有着显著的影响(*P*<0.05),本研
究采用 0.1 mol/L 高氯酸溶液将加标浓度均为 20 ng/L 的 6 个
平行水样分别调节 pH 至 1.5、2.5、3.5、4.5、5.5、6.5,每
组设定 3 个重复,采用 HLB 固相萃取柱净化,结果显示,在
pH 为 2.5 时,林可霉素、替米考星、泰乐菌素的回收率最高,
分别为 78%、71%、91%(见图 2)。因此,选择用 0.1 mol/L
高氯酸溶液将水样 pH 调节至 2.5 以获得较好的回收率。

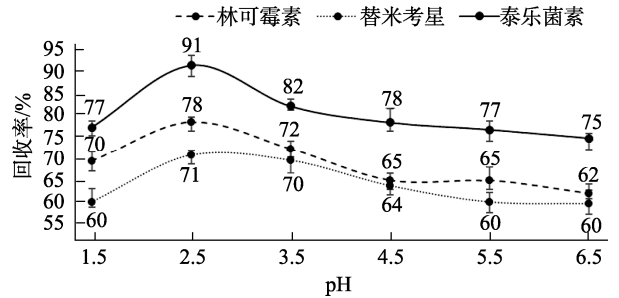


图 2 不同 pH 的回收率结果(*n*=3)

Fig.2 Recoveries results of different pH (*n*=3)

2.1.3 固相萃取柱的选择

净化大环内酯类及林可酰胺类药物常用的固相萃取
柱有 C₁₈、Silica、SCX 及 HLB 固相萃取柱,因此本研究考
察 C₁₈、HLB、SCX、Silica 这 4 种固相萃取柱对加标浓度
为 20 ng/L 的纯水样品的净化效果,每组设定 3 个重复。结
果显示 HLB 固相萃取柱净化目标化合物的回收率为
99%~112%,而其他 3 种固相萃取柱回收率在 11%~50%之
间,故本研究最终选择 HLB 为最佳固相萃取柱(见图 3)。

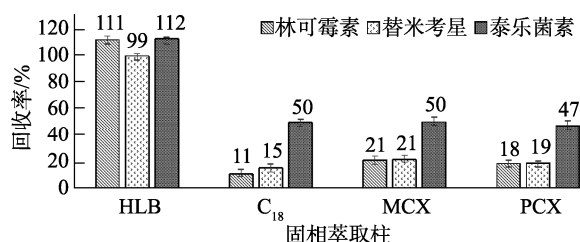


图 3 不同固相萃取柱的回收率结果($n=3$)
Fig.3 Recoveries results of different solid phase extraction column ($n=3$)

2.2 仪器条件优化

2.2.1 色谱条件优化

本研究选择了 ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm)、ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ (50 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 2 种不同长度的色谱柱, 对林可霉素、替米考星、泰乐菌素 3 种物质进行分离, 发现 ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ (50 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 可在 4.5 min 内完成目标物的分离, 且分离效果良好, 故选择 ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ (50 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 为本研究测定所用色谱柱。

本研究考察了 0.1% 甲酸水-乙腈、0.01 mol/L 甲酸铵溶液-乙腈 2 种不同类型的流动相进行目标物的洗脱, 发现

采用 0.1% 甲酸水-乙腈作为流动相进行洗脱时, 目标化合物的响应值更高、分离效果更优且易于配制, 流动相中无缓冲盐, 对色谱柱损伤更小。因此选择了 0.1% 甲酸水-乙腈作为本研究测定所需流动相, 见图 4。

2.2.2 质谱参数优化

将质量浓度均为 10 ng/mL 的林可霉素、替米考星、泰乐菌素标准溶液分别进样, 采用全扫描模式确定目标物的母离子; 采用选择离子监控模式确定母离子的最佳碎裂电压; 采用子离子扫描模式确定每一种目标物对应的定性子离子及定量子离子; 采用多反应监测模式优化每一对母离子-子离子碰撞能量, 最终优化的质谱参数见表 2。

2.3 检出限、定量限及线性关系

配制 0.5~20.0 ng/mL 质量浓度范围内标准溶液, 按照仪器条件进行测定。以化合物的峰面积(Y)对质量浓度(X , ng/L)绘制标准曲线, 线性回归方程及相关系数见表 3。该方法在 0.5~20.0 ng/mL 范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999。同时以空白水样为基质进行加标, 加标浓度范围为 0.1~6.0 ng/L, 考察检出限和定量限, 按 3 倍信噪比($S/N=3$)和 10 倍信噪比($S/N=10$)计算方法的检出限和定量限, 由表 3 可知该方法的检出限和定量限均符合检测的要求。

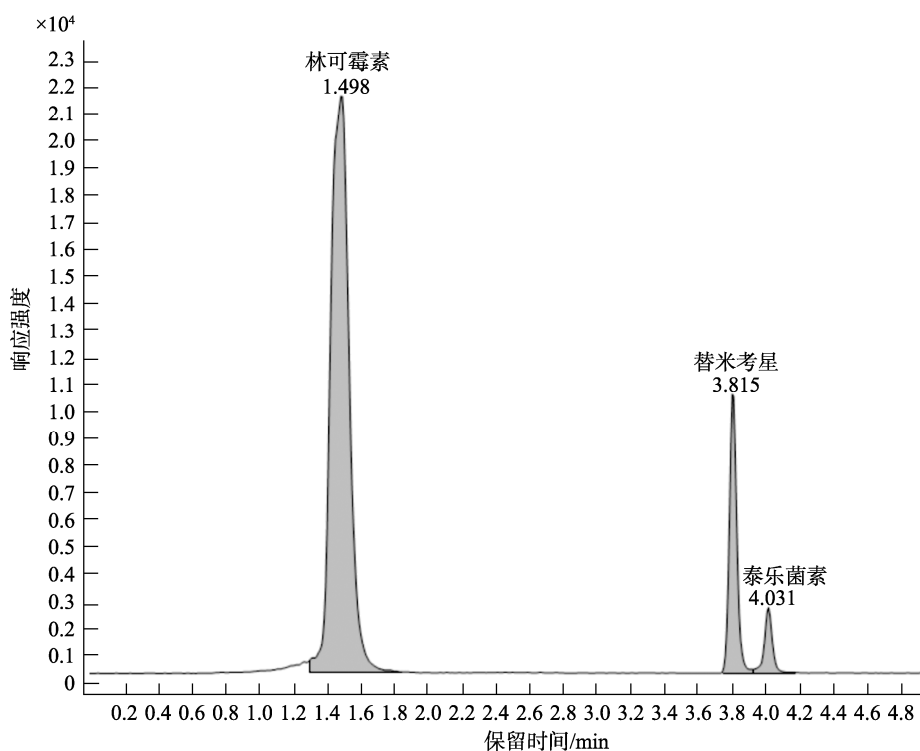


图 4 林可霉素、替米考星、泰乐菌素的总离子流色谱图
Fig.4 Total ion flow chromatogram of lincomycin, tilmicosin and tylosin

表 3 林可霉素、替米考星、泰乐菌素的线性回归方程、相关系数、检出限和定量限

Table 3 Linear regression equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantitation of lincomycin, tilmicosin and tylosin

化合物	线性回归方程	相关系数	检出限/(ng/L)	定量限/(ng/L)
林可霉素	$Y=7397.055X-648.97$	0.9999	0.3	0.6
替米考星	$Y=1240.305X+51.92$	0.9998	0.6	2.0
泰乐菌素	$Y=349.86X+50.91$	0.9999	2.0	6.0

2.4 回收率

以空白水样为基质进行加标回收实验, 加标浓度分别为 5、10、20、50、100、200 ng/L, 每个浓度水平做 6 个平行, 提取净化后上机检测, 结果显示该方法的平均回收率在 75.5%~107.9% 之间, 相对标准偏差 (relative standard deviations, RSDs) 为 2.4%~5.8% (见表 4), 满足饮用水中林可霉素、替米考星、泰乐菌素的检测分析要求。

表 4 林可霉素、替米考星、泰乐菌素的平均回收率和相对标准偏差 (n=6)

Table 4 Average recoveries and relative standard deviations of lincomycin, tilmicosin and tylosin (n=6)

化合物名称	加标浓度/(ng/L)	平均回收率/%	RSDs/%
林可霉素	5	99.7	2.4
	10	95.4	3.7
	20	98.4	2.6
	50	96.2	5.8
	100	107.9	3.2
	200	105.7	3.4
替米考星	5	84.4	2.5
	10	89.9	5.1
	20	75.5	4.1
	50	99.1	3.9
	100	104.8	4.2
	200	97.5	2.8
泰乐菌素	5	81.8	3.8
	10	97.7	4.5
	20	104.4	3.8
	50	85.5	3.4
	100	76.3	4.8
	200	79.5	4.7

2.5 实际样品检测

应用本方法对南阳市附近 5 个养殖场内饮用水 15 份及 3 个水厂的出厂水 9 份进行了检测, 其中在 1 份养殖场

内饮用中检出林可霉素, 质量浓度为 0.9 ng/L, 其余样品中均未检出林可霉素、替米考星和泰乐菌素, 但仍需要引起相关部门的重视。

3 结论与讨论

本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱法测定饮用水中林可霉素、替米考星和泰乐菌素残留量的分析方法, 样品采用高氯酸溶液调节 pH, HLB 固相萃取柱净化, 同时利用质谱的高选择性, 实现对饮用水中林可霉素、替米考星和泰乐菌素残留量的定量分析。该方法具有操作简单、灵敏度高、检出限低等优点, 可以为饮用水中林可霉素、替米考星和泰乐菌素的检测提供参考。

参考文献

[1] CHEN J, YING GG, DENG WJ. Antibiotic residues in food: Extraction, analysis, and human health concerns [J]. J Agric Food Chem, 2019, 67: 7569–7586.

[2] 郭添荣. 动物源食品中兽药残留的高通量筛查方法研究[D]. 成都: 成都大学, 2021.

GUO TR. Study on high-throughput screening methods for veterinary drug residues in foods of animal origin [D]. Chendu: Chengdu University, 2021.

[3] 冯凯, 辛杰, 田俊, 等. 天然抗生素结构与构效关系研究进展[J]. 中国抗生素杂志, 2021, 46(9): 1–12.

FENG K, XIN J, TIAN J, *et al.* Research progress of structures and structure-activity relationships of natural antibiotics [J]. Chin J Antibiot, 2021, 46(9): 1–12.

[4] YANG C, SONG G, LI M. A review of the toxicity in fish exposed to antibiotics [J]. Comp Biochem Phy, 2020, 237: 108840.

[5] 梁敏, 章雪琴. 水产品中大环内酯类药物残留检测技术的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 595–601.

LIANG M, ZHANG XQ. Research progress on detection of macrolide residues in aquatic product [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(2): 595–601.

[6] LEWIS C, CLAPP HW, GRADY JE. *In vitro* and *in vivo* evaluation of lincomycin, a new antibiotic [J]. Antimicrob Agents Chem, 1963, 161: 570–582.

[7] REUSSER F. Effect of lincomycin and clindamycin on peptide chain initiation [J]. Antimicrob Agents Chem, 1975, 7: 32–37.

[8] WILSON DN. Ribosome-targeting antibiotics and mechanisms of bacterial resistance [J]. Nat Rev Microbiol, 2014, 12: 35–48.

[9] 钟冠男, 陈华, 刘文. 林可酰胺类抗生素的生物合成研究进展[J]. 科学通报, 2019, 64: 499–513.

ZHONG GN, CHEN H, LIU W. Recent advances in the biosynthesis of

- lincosamide antibiotics [J]. *Chin Sci Bull*, 2019, 64: 499–513.
- [10] HVISTENDAHL M. China takes aim at rampant antibiotic resistance [J]. *Pub Health*, 2012, 336(6083): 95.
- [11] 王晓娟, 年夫照, 夏运生, 等. 抗生素使用现状及其在生态环境系统的行为研究进展[J]. *中国土壤与肥料*, 2020, (6): 286–291.
- WANG XJ, NIAN FZ, XIA YS, *et al.* Current status of antibiotic use and its behavior in ecological system [J]. *Soils Fertilizers Sci China*, 2020, (6): 286–291.
- [12] LUO L, WANG GL, WANG ZM, *et al.* Optimization of Fenton process on removing antibiotic resistance genes from excess sludge by single-factor experiment and response surface methodology [J]. *Sci Total Environ*, 2021, 788: 14788.
- [13] 吕新年. 饲料行业禁抗后抗生素替代方案探讨与研究[J]. *试验研究*, 2021, (2): 23–25.
- LV XN. Discussion and research on the alternatives of antibiotics after anti-antibiotic in feed industry [J]. *Exp Res*, 2021, (2): 23–25.
- [14] 李红燕, 陈兴汉. 环境中抗生素的污染现状及危害[J]. *中国资源综合利用*, 2018, (5): 82–95.
- LI HY, CHEN XH. Pollution status and harm of antibiotics in the environment [J]. *Chin Resour Comp Util*, 2018, (5): 82–95.
- [15] 赵方凯, 杨磊, 乔敏, 等. 土壤中抗生素的环境行为及分布特征研究进展[J]. *土壤*, 2017, 49(3): 428–436.
- ZHAO FK, YANG L, QIAO M, *et al.* Environmental behavior and distribution of antibiotics in soils: A review [J]. *Soils*, 2017, 49(3): 428–436.
- [16] JUNAID M, WANG Y, HAMID N, *et al.* Prioritizing selected PPCPs on the basis of environmental and toxicogenetic concerns: A toxicity estimation to confirmation approach [J]. *J Hazard Mater*, 2019, 380: 120828.
- [17] 张俊, 罗阳, 潘曼曼, 等. 水体中磺胺、四环素、喹诺酮类抗生素检测方法[J]. *中国环境监测*, 2013, 29(4): 111–115.
- ZHANG J, LUO Y, PAN MM, *et al.* Analysis of sulfonamide, tetracycline and quinolones antibiotics in surface water [J]. *Environ Monit Chin*, 2013, 29(4): 111–115.
- [18] YANG Y, SONG W, LIN H, *et al.* Antibiotics and antibiotic resistance genes in global lakes: A review and meta analysis [J]. *Environ Int*, 2018, 116: 60–73.
- [19] 姜蕾, 蔡海芸, 卢宁. 黄浦江上游水体中抗生素的分布特征与生态风险[J]. *净水技术*, 2014, (22): 81–85.
- JIANG L, CAI HY, LU N. Occurrence and ecological risk of antibiotics in upstream aquatic environment of the Huangpu river [J]. *Water Purif Technol*, 2014, (22): 81–85.
- [20] 唐雪惠, 张威, 刘艺, 等. SPE UPLC-MS/MS 测定饮用水体中 6 种抗生素[J]. *供水技术*, 2017, 11(6): 59–61.
- TANG XH, ZHANG W, LIU Y, *et al.* Determination of 6 antibiotics in drinking water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry coupled with solid-phase extraction [J]. *Water Technol*, 2017, 11(6): 59–61.
- [21] 石奥. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定畜禽饮用水中 23 种抗生素和 3 种 β -受体激动剂[J]. *色谱*, 2016, 34(2): 176–183.
- SHI AO. Determination of 23 antibiotics and 3 β -agonists in livestock drinking water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry coupled with solid-phase extraction [J]. *Chin J Chromatogr*, 2016, 34(2): 176–183.
- [22] 李勇亮, 郑妹凤. 固相萃取-超高效液相色谱法测定饮用水中四环素类抗生素[J]. *环境职业与医学*, 2016, 33(6): 624–626.
- LI YJ, ZHENG MF. Determination of tetracyclines in drinking water by ultra high performance liquid chromatography coupled with solid phase extraction [J]. *J Environ Occup Med*, 2016, 33(6): 624–626.
- [23] 余伟铎. 重庆市养殖与生活废水中抗生素污染特征研究[D]. 广州: 广州大学, 2020.
- SHE WD. Study on the characteristics of antibiotic pollution in aquaculture and domestic wastewater in Chongqing [D]. Guangzhou: Guangzhou University, 2020.
- [24] 岳振峰. 食品中兽药残留检测指南[M]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- YUE ZF. Guidelines for the detection of veterinary drug residues in food [M]. Beijing: Standards press of China, 2010.

(责任编辑: 于梦娇 张晓寒)

作者简介



牛蓉, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: 1823100046@qq.com



秦丽波, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: 1012098146@qq.com