

# Captiva EMR-Lipid 固相萃取结合高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肉中氯霉素类药物残留量

王东鹏, 叶 诚\*, 李小莎  
(武汉海关技术中心, 武汉 430050)

**摘要: 目的** 建立 Captiva EMR-Lipid 固相萃取结合高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肉中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的分析方法。**方法** 采用乙腈提取样品, 经 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱净化, 以甲醇-水为流动相, CNW Athena C<sub>18</sub>-WP 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 3 μm)进行分离, 采用电喷雾负离子扫描和多重反应监测模式, 内标法定量。**结果** 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考在 0.5~20.0 ng/mL 范围内呈现良好的线性关系 ( $r > 0.9975$ ), 方法的检出限为 0.10~0.14 μg/kg, 定量限为 0.25~0.47 μg/kg, 平均回收率为 97.50%~117.00%, 相对标准偏差为 5.55%~8.93%。**结论** 该方法简单快速、稳定可靠, 适用于猪肉中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的同时测定。

**关键词:** Captiva EMR-Lipid 固相萃取; 高效液相色谱-串联质谱法; 氯霉素; 甲砒霉素; 氟苯尼考; 猪肉

## Simultaneous determination of chloramphenicol drugs residues in pork by Captiva EMR-Lipid solid phase extraction combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Dong-Peng, YE Cheng\*, LI Xiao-Sha  
(Wuhan Customs Technology Center, Wuhan 430050, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the simultaneous determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in pork by Captiva EMR-Lipid solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The sample was extracted with acetonitrile, purified by Captiva EMR-Lipid solid phase extraction column, separated by CNW Athena C<sub>18</sub>-WP chromatographic column (100 mm×2.1 mm, 3 μm) with methanol-water as mobile phase, the analyte was determined by electrospray negative ion scanning mode and multiple reaction monitoring mode with internal standard method for quantification. **Results** The method had good linear relationship in the range of 0.5–20.0 ng/mL for chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol ( $r > 0.9975$ ), the limits of detection were 0.10–0.14 μg/kg, the limits of quantification were 0.25–0.47 μg/kg, the average recoveries were 97.50%–117.00%, and the relative standard deviations were 5.55%–8.93%. **Conclusion** This method is simple and fast, stable and reliable, and suitable for the simultaneous determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in pork.

基金项目: 武汉海关科研项目(2019WK005)

Fund: Supported by the Wuhan Customs Scientific Research Project (2019WK005)

\*通信作者: 叶诚, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全分析与检测。E-mail: yechenghust@163.com

\*Corresponding author: YE Cheng, Senior Engineer, Wuhan Customs Technology Center, No.588, Qintai Road, Hanyang District, Wuhan 430050, China. E-mail: yechenghust@163.com

**KEY WORDS:** Captiva EMR-Lipid solid phase extraction; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; chloramphenicol; thiamphenicol; florfenicol; pork

## 0 引言

氯霉素类抗生素(如氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考)曾是兽医中常用的抑菌性广谱类抗生素,随着研究的不断深入,发现氯霉素通过胎盘屏障可引起新生儿毒性反应,发生“灰婴综合征”<sup>[1]</sup>,同时氯霉素还会抑制骨髓造血系统,引发再生障碍性贫血。氯霉素因性质稳定、不易分解,易通过动物源性食品进入人体,长期摄入氯霉素超标的食物将严重危害人体的神经系统、免疫系统和造血系统,目前许多国家已将氯霉素类抗生素列入兽药禁用范围<sup>[2]</sup>。我国农业农村部第 250 号公告规定,在所有动物源性食品中不得检出氯霉素<sup>[3]</sup>,与氯霉素相比,尽管甲砒霉素和氟苯尼考不良反应有所减轻<sup>[4]</sup>,但在 GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》中规定,甲砒霉素和氟苯尼考在禽蛋中不得检出。

目前氯霉素类药物的检测分析方法主要有薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法、气相色谱-串联质谱法、高效液相色谱-串联质谱法、生物芯片法和酶联免疫吸附法<sup>[4,5-8]</sup>。高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)因前处理简单、灵敏度高、分离效果好、定性定量结果可靠等优点广泛应用于氯霉素类药物的残留检测<sup>[9-13]</sup>。氯霉素类药物常用的前处理方法有 QuEChERS<sup>[14-15]</sup>、固相萃取<sup>[16-21]</sup>、液液萃取<sup>[9,22-23]</sup>等,操作过程复杂、有机试剂消耗多,同时由于猪肉中含有丰富的蛋白质和脂肪等多种干扰物质,对检测结果影响较大。

新型的 Captiva EMR-Lipid 净化柱,即增强型脂质去除净化柱,结合了体积排阻和疏水相互作用,可高选择性和高效地去除脂质,对脂质中 C<sub>5</sub> 及以上的碳链具有极强的吸附性,此外还能最大程度地减少分析物的流失,从而显著提高方法的可靠性和耐用性。该技术无需活化、洗脱等操作,简化了样品前处理过程,可实现重力自流,并且简便易用。目前 Captiva EMR-Lipid 净化柱已用于食品中  $\beta$ -受体激动剂、黄曲霉毒素、赭曲霉毒素、玉米赤霉烯酮及人血浆中真菌毒素等多种有害物质的检测<sup>[24-28]</sup>,然而采用 Captiva EMR-Lipid 净化柱对猪肉中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的检测分析鲜见报道。

本研究拟采用 Captiva EMR-Lipid 固相萃取并结合高效液相色谱-串联质谱法建立猪肉中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的快速检测方法,以期在保证消费者安全的同时可为我国食品安全检测技术提供新思路。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

氯霉素、甲砒霉素标准品(浓度 100  $\mu\text{g/mL}$ , 农业农村部环境保护科研检测所); 氟苯尼考标准品(浓度 100  $\mu\text{g/mL}$ , 北京坛墨质检科技有限公司); 氯霉素氘代同位素内标(CAP-D<sub>5</sub>, 浓度 99.6  $\mu\text{g/mL}$ , 北京曼哈格生物科技有限公司); 甲醇(色谱纯, 武汉弗顿控股有限公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Honeywell 公司); 乙酸乙酯(色谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 甲酸铵(色谱纯, 德国 CNW 公司); 实验用水为超纯水(优普超纯水制造系统净化获得); Captiva EMR-Lipid SPE 增强型脂质去除净化柱(3 mL/300 mg, 美国 Agilent Technologies 公司)。

猪肉: 购自当地超市。

### 1.2 仪器与设备

1200 高效液相色谱仪(美国 Agilent Technologies 公司); 4000 Q-TRAP 串联质谱仪(美国 AB SCIEX 公司); BS210S 万分之一电子天平(德国赛多利斯仪器系统有限公司); Neofuge1600R 台式冷冻离心机(上海力申科学仪器有限公司); DMT-2500 涡旋振荡仪(杭州米欧仪器有限公司); KQ-500 超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司); HGC-24A 氮气吹干仪(天津恒奥科技发展有限公司); VPS-1-40L 优普超纯水制造系统(四川优普超纯科技有限公司)。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 标准溶液的配制

准确移取氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考标准储备液(100  $\mu\text{g/mL}$ )各 1 mL, 用 10% 甲醇水溶液定容至 10 mL, 配制成质量浓度为 10  $\mu\text{g/mL}$  的标准中间液。移取标准中间液各 1 mL, 用 10% 甲醇水溶液配制成质量浓度为 1  $\mu\text{g/mL}$  的混合标准中间溶液。此外, 配制 0.1  $\mu\text{g/mL}$  氯霉素氘代同位素内标工作液。用 10% 甲醇水溶液逐级稀释配制成质量浓度为 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 ng/mL 的标准工作液, 并在每个浓度点添加内标工作液 100  $\mu\text{L}$ , 内标质量浓度为 10 ng/mL。

#### 1.3.2 样品前处理

取猪肉 2 kg, 去皮, 捣碎组织, 备用。精密称取猪肉样品 2.5 g 于 50 mL 离心管中, 加入氯霉素氘代同位素内标工作液 250  $\mu\text{L}$ , 加入 10 mL 的乙腈溶液, 涡旋, 振荡 30 min, 超声 15 min, 8500 r/min 离心 5 min, 取上清液于另一 50 mL 离心管。

取4 mL上清液过 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱, 收集流出液, 于45 °C水浴下氮吹至近干, 用10%甲醇水溶液定容至1 mL, 过0.22 μm 滤膜, 供HPLC-MS/MS分析。

### 1.3.3 仪器条件

#### (1) 色谱条件

采用CNW Athena C<sub>18</sub>-WP 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 3 μm); 流动相A为水, B为甲醇; 流速0.35 mL/min; 进样体积10 μL; 柱温30 °C; 梯度洗脱程序: 0~3.5 min, 30% A; 3.5~5 min, 30% A~80% A; 5~5.5 min, 80% A~30% A; 5.5~12 min, 30% A。

#### (2) 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI); 扫描方式: 负离子模式; 监测方式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式; 离子源温度(temperature, TEM): 500 °C; 气帘气(curtain gas, CUR): 10 Psi; 喷雾电压(ionspray voltage, IS): -4200 V; 雾化气: 40 Psi; 辅助气: 50 Psi。离子对及碰撞能见表1。

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱质谱条件的优化

#### 2.1.1 色谱条件的优化

本研究考察了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-5 mmol/L 甲酸铵水溶液和乙腈-5 mmol/L 甲酸铵水溶液4种流动相对氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氯霉素氘代同位素内标的出峰时间、响应、分离度、峰形及峰宽等的影响。结果表明, 以乙腈-水为流动相, 基质效应较大, 而采用甲醇-水为流动相, 3种化合物具有较好的分离度和峰形, 基质干扰较

少, 无明显的拖尾现象, 且化合物灵敏度高、响应较好。与纯水相比, 加入甲酸铵有利于改善峰形, 但区别不大, 因甲酸铵属于盐类流动相, 考虑到对色谱柱及液相-质谱系统使用寿命的影响, 因此最终选用甲醇-水为流动相。最终优化的流动相梯度洗脱程序为: 0~3.5 min, 30% A; 3.5~5 min, 30% A~80% A; 5~5.5 min, 80% A~30% A; 5.5~12 min, 30% A。氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氯霉素氘代同位素内标的提取离子流图如图1。

#### 2.1.2 质谱条件的优化

取氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考单个标准溶液采用电喷雾离子源, 在多反应监测模式下进行检测。同一周期内进行正负离子扫描, 结果表明, 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考在负离子模式下响应较好, 同时选择信号强、响应好的离子作为母离子。再通过二级质谱进一步优化目标化合物的子离子、去簇电压和碰撞能等参数, 具体的质谱参数见表1。

## 2.2 前处理条件的优化

#### 2.2.1 提取条件的优化

兽药残留常采用甲醇、乙腈和乙酸乙酯作为提取剂<sup>[2,29]</sup>, 因此, 本研究考察了甲醇、乙腈、80%甲醇水、80%乙腈水和乙酸乙酯的提取效果, 结果表明, 甲醇和80%甲醇水提取效果较差, 提取液浑浊且难以过膜, 回收率低; 与80%甲醇水相比, 80%乙腈水提取液浑浊度降低, 但仍然存在浑浊现象。此外发现乙酸乙酯提取的油脂较多, 且采用Captiva EMR-Lipid柱净化时回收率相对较低; 而采用乙腈提取时, 溶液相对澄清, 且回收率在80%以上, 因此最终选取乙腈作为提取剂。

表1 3种氯霉素类药物的质谱参数  
Table 1 Mass spectrum parameters of 3 kinds of chloramphenicol drugs

化合物	母离子( <i>m/z</i> )	子离子( <i>m/z</i> )	去簇电压/V	碰撞能/V
氯霉素	320.9	152.0*	-87	-22
		257.0		-19
		176.0		-22
		194.0		-18
		118.9*		-45
氟苯尼考	355.8	184.9	-84	-28
		218.8		-15
		151.8		-22
		184.9*		-31
甲砒霉素	354.0	290.0	-85	-16
		239.9		-20
氯霉素氘代同位素内标	325.9	261.9*	-100	-16
		157.0		-26

注: \*为定量离子对。

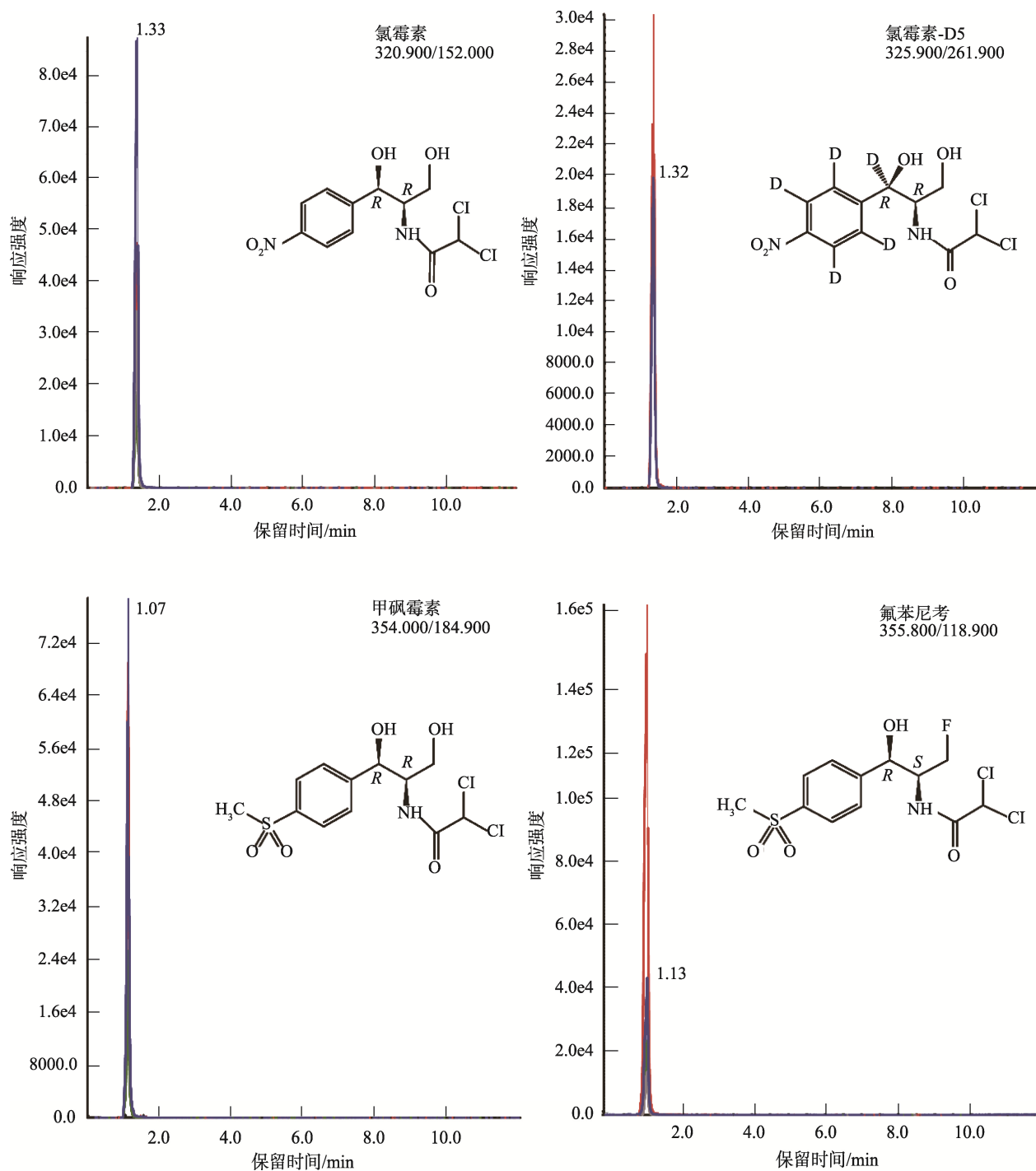


图 1 氯霉素类药物的提取离子流图  
Fig.1 Extracted ion chromatograms of chloramphenicol drugs

### 2.2.2 净化方式的选择

为了尽可能除去猪肉样品中对目标化合物检测结果产生较大影响的脂肪、蛋白质和矿物质等, 本研究采用新型的 Captiva EMR-Lipid 净化柱, 上样后直接收集流出液即可完成净化过程。Captiva EMR-Lipid 柱是一种高选择性、高效率的脂质去除净化柱, Captiva EMR-Lipid 吸附剂使用新型化学键合相, 结合了体积排阻与疏水相互作用,

可显著改善脂质去除的选择性。与传统的动物源性食品中氯霉素类药物检测采用的固相萃取柱<sup>[30]</sup>和复合免疫亲和柱<sup>[31]</sup>相比, Captiva EMR-Lipid 柱不仅净化效率高, 有机试剂消耗少, 同时在净化过程中无需活化、淋洗、洗脱等多个步骤, 有效缩短了净化时间, 操作简单。本研究比较了 CNWBOND HC-C<sub>18</sub>、CNWBOND LC-C<sub>18</sub> 和 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱的净化效果, 结果显示, Captiva

EMR-Lipid 净化柱无需消耗有机溶剂, 同时仅依靠重力样品溶液在 8 min 内即可通过固相萃取柱, 净化速率快且回收率较高。HC-C<sub>18</sub> 和 LC-C<sub>18</sub> 固相萃取柱在上样前需要活化等多个步骤, 延长了净化时间, 且 C<sub>18</sub> 对目标物也有一定的吸附, 导致回收率降低。

### 2.3 方法学的考察

#### 2.3.1 线性关系及检出限

配制 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 ng/mL 标准工作

液进样分析, 以进样浓度( $X$ , ng/mL)为横坐标, 峰面积  $Y$  为纵坐标绘制标准曲线, 计算回归方程和相关系数。以信噪比( $S/N$ )为 3 和信噪比为 10 分别计算检出限(limit of detection, LOD)和定量限(limit of quantification, LOQ)。结果如表 2 所示, 3 种药物在 0.5~20.0 ng/mL 范围内具有良好的线性关系, 相关系数  $r > 0.9975$ , 检出限为 0.10~0.14  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 定量限为 0.25~0.47  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 可以满足国内外对猪肉中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留的检测要求。

表 2 3 种氯霉素类药物的回归方程、相关系数、检出限和定量限

Table 2 Regression equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantification of 3 kinds of chloramphenicol drugs

化合物	回归方程	相关系数( $r$ )	检出限/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	定量限/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$
氯霉素	$Y=0.241X+0.0049$	0.9997	0.10	0.25
甲砒霉素	$Y=0.106X+0.0748$	0.9975	0.10	0.33
氟苯尼考	$Y=0.145X+0.0452$	0.9996	0.14	0.47

#### 2.3.2 样品稳定性

按 1.3.2 项下方法制备加标样品, 样品在 0~4  $^{\circ}\text{C}$  下保存, 分别于 0、4、12、24 h 进样分析, 计算各成分峰面积的相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs) ( $n=6$ )。由结果可知, 经不同时间点分析, 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考峰面积的 RSDs 分别为 1.87%、2.67%、3.04%, 说明供试品溶液于 0~4  $^{\circ}\text{C}$  下保存, 在 24 h 内基本稳定, 可满足日常检测的需求。

#### 2.3.3 回收率和精密度

按 1.3.2 项下方法, 分别向猪肉样品中添加 0.1、0.2、1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的标准品混合溶液, 进行 3 水平的回收率实验, 每个浓度重复测定 6 次。结果如表 3 所示, 氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的平均回收率为 97.50%~117.00%, 精密密度为 5.55%~8.93%, 说明该方法回收率和精密度良好。

表 3 3 种药物在猪肉样品中的平均回收率和精密度结果( $n=6$ )  
Table 3 Average recoveries and precisions results of 3 kinds of drugs in pork ( $n=6$ )

化合物	加标浓度/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	平均回收率/%	精密密度/%
氯霉素	0.1	106.33	8.93
	0.2	100.83	6.41
	1.0	110.67	8.14
甲砒霉素	0.1	117.00	6.94
	0.2	97.50	7.83
	1.0	107.35	5.55
氟苯尼考	0.1	112.17	8.52
	0.2	104.42	7.22
	1.0	109.88	6.24

#### 2.3.4 实际样品的测定

采用此方法检测了当地市场上的 10 个猪肉样品, 所有样品中均未检出氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考。

## 3 结论与讨论

本研究首次采用 Captiva EMR-Lipid 净化柱结合高效液相色谱-串联质谱法建立了猪肉样品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考的检测方法。以乙腈提取, 采用新型的 Captiva EMR-Lipid 柱净化, 可以有效去除脂质和蛋白质等干扰物, 有效提高了回收率, 达到了更好的净化效果。该方法无需活化、淋洗和洗脱等多个步骤, 缩短了样品前处理时间和有机试剂的消耗, 操作简单, 线性关系良好, 具有较好的回收率和精密度, 结果稳定可靠, 可以满足国内外猪肉中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考药物残留检测分析的需求。

### 参考文献

- [1] 舒顺顺, 米倩, 杨彩霞, 等. 液相质谱法同时检测猪肉中氯霉素和地塞米松[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 186-190.  
SHU SS, MI Q, YANG CX, et al. Simultaneous determination of chloramphenicol and dexamethasone residues in pork by liquid phase mass spectrometry [J]. Food Res Dev, 2019, 40(5): 186-190.
- [2] 黄梅花. QuEChERS 结合液相色谱串联质谱法同时测定鸡蛋中氟虫腈与氯霉素等 7 种农兽药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1821-1826.  
HUANG MH. Simultaneous determination of fipronil, chloramphenicol and other 7 kinds of pesticide and veterinary drug residues in eggs by liquid chromatography tandem mass spectrometry with QuEChERS [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(6): 1821-1826.
- [3] 农业农村部. 中华人民共和国农业农村部公告第 250 号食品动物中禁止使用的药品及其他化合物清单 [EB/OL]. [2020-01-06]. [http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg\\_1/gg/202001/t20200106\\_6334375.htm](http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm) [2021-09-25].

- Ministry of Agriculture and Rural Areas. Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China No.250 list of banned drugs and other compounds in food animals [EB/OL]. [2020-01-06]. [http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg\\_1/gg/202001/t20200106\\_6334375.htm](http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm) [2021-09-25].
- [4] 马燕红, 李志刚, 陈超. 食品中氯霉素类药物残留量检测方法研究进展[J]. 肉类研究, 2016, 30(7): 35–38.
- MA YH, LI ZG, CHEN C. An overview on analytical methods for the multiresidue detection of chloramphenicols in food products [J]. Meat Res, 2016, 30(7): 35–38.
- [5] JIAN N, LI R, LI J, *et al.* Simple, efficient, and eco-friendly sample preparation for simultaneous determination of paracetamol and chloramphenicol in meat [J]. J Sep Sci, 2019, 42(16): 2696–2705.
- [6] DOĞAN YN, PAMUK Ş, GÜRLER Z. Chloramphenicol and sulfonamide residues in sea bream (*Sparus aurata*) and sea bass (*Dicentrarchus labrax*) fish from aquaculture farm [J]. Environ Sci Pollut Res, 2020, 27(33): 41248–41252.
- [7] 张春辉. 气相色谱质谱法同时测定动物组织中盐酸克伦特罗、莱克多巴胺及氯霉素[J]. 企业科技与发展, 2020, (9): 79–81.
- ZHANG CH. Simultaneous determination of clenbuterol, ractopamine and chloramphenicol in animal tissues by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Enterp Sci Technol Dev, 2020, (9): 79–81.
- [8] 郭军, 王文兰, 赵全东, 等. 气相色谱法测定水产品中氯霉素残留的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(23): 6216–6220.
- GUO J, WANG WL, ZHAO QD, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of chloramphenicol residue in aquatic products by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(23): 6216–6220.
- [9] 陆春胜, 马莉, 张学博, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉中氯霉素类兽药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(24): 8268–8272.
- LU CS, MA L, ZHANG XB, *et al.* Determination of chloramphenicol residues in pork by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(24): 8268–8272.
- [10] 苏亚, 李雅宁, 郭林云, 等. 禽蛋中氯霉素、甲砒霉素残留的液质联用检测[J]. 内蒙古石油化工, 2020, 46(5): 11–13.
- SU Y, LI YN, GUO LY, *et al.* Detection of chloramphenicol and methamphenicol residues in eggs by liquid chromatography and mass spectrometry [J]. Inner Mongolia Petrochem Ind, 2020, 46(5): 11–13.
- [11] 李琴, 王宇坤, 仵红军. 牛奶中氯霉素残留量 LC-MS/MS 快速测定方法[J]. 食品工程, 2019, (4): 60–62.
- LI Q, WANG YK, WU JH. Rapid determination of chloramphenicol residues in milk by LC-MS-MS [J]. Food Eng, 2019, (4): 60–62.
- [12] 郭旭光. 三级四极杆液质联用快速检测水产动物类罐头中的氯霉素[J]. 海峡药学, 2019, 31(5): 57–59.
- GUO XG. Fast determination of chloramphenicol residues in canned aquatic animals by HPLC-MS/MS [J]. Strait Pharm J, 2019, 31(5): 57–59.
- [13] 李正元, 周杰. QChERS 提取与高效液相色谱-电喷雾电离串联质谱联用法快速检测食品中氯霉素类物质的残留量[J]. 广东化工, 2020, 47(18): 162–163.
- LI ZY, ZHOU J. Quick determination of chloramphenicols residues in foods by QuEChERS extraction and high performance liquid chromatography-mass/mass spectrometry [J]. Guangdong Chem Ind, 2020, 47(18): 162–163.
- [14] SNEGOCKI T, SELL B, GIERGIEL M, *et al.* QuEChERS and HPLC-MS/MS combination for the determination of chloramphenicol in twenty two different matrices [J]. Molecules, 2019, 24(3): 384.
- [15] LIU HY, LIN SL, FUH MR. Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in milk and honey using modified QuEChERS extraction coupled with polymeric monolith-based capillary liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Talanta, 2016, 150: 233–239.
- [16] 马晓年, 梁志坚, 李怡. 固相萃取小柱-超高效液相串联质谱测定牛奶中氯霉素[J]. 中国乳品工业, 2020, 48(3): 52–55.
- MA XN, LIANG ZJ, LI Y. Determination of chloramphenicol in milk by SPE-ultra performance liquid chromatography/triple quadrupole tandem mass spectrometry [J]. China Dairy Ind, 2020, 48(3): 52–55.
- [17] 粟有志, 李艳美, 周均, 等. 分散微固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定水样中 3 种氯霉素类和 11 种激素类药物残留[J]. 分析科学学报, 2020, 36(1): 69–74.
- SU YZ, LI YM, ZHOU J, *et al.* Dispersive micro-solid phase extraction combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for determination of 3 chloramphenicols and 11 hormones residue in water samples [J]. J Anal Sci, 2020, 36(1): 69–74.
- [18] 肖国军, 蔡超海, 王生, 等. 固相萃取高效液相色谱串联质谱法同时测定蜂蜜中甲硝唑、氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(1): 22–25.
- XIAO GJ, CAI CH, WANG S, *et al.* Simultaneous determination of metronidazole, chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in honey by solid-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2018, 28(1): 22–25.
- [19] LI J, GONG J, YUAN H, *et al.* Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol in chinese gelatin medicines using dispersive solid-phase extraction coupled with ultra high-performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Chromatogr Sci, 2020, 58(5): 471–476.
- [20] LIAN Z, WANG J. Selective detection of chloramphenicol based on molecularly imprinted solid-phase extraction in seawater from Jiaozhou bay, China [J]. Mar Pollut Bull, 2018, 133: 750–755.
- [21] ZHANG Z, WU Y, LI X, *et al.* Multi-class method for the determination of nitroimidazoles, nitrofurans, and chloramphenicol in chicken muscle and egg by dispersive-solid phase extraction and ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chem, 2017, 217: 182–190.
- [22] RIZZO S, RUSSO M, LABRA M, *et al.* Determination of chloramphenicol in honey using salting-out assisted liquid-liquid extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry and validation according to 2002/657 European Commission Decision [J]. Molecules, 2020, 25(15): 3481.
- [23] WANG B, PANG M, ZHAO X, *et al.* Development and comparison of liquid-liquid extraction and accelerated solvent extraction methods for quantitative analysis of chloramphenicol, thiamphenicol, florfenicol, and florfenicol amine in poultry eggs [J]. J Mass Spectrom, 2019, 54(6): 488–494.
- [24] 张凤艳, 蒋万枫, 王锡青. QuEChERS EMR-Lipid 技术结合 LC-QTOF 快速筛查与确证液体乳中兽药残留[J]. 中国乳品工业, 2018, 46(4): 57–60.

- ZHANG FY, JIANG WF, WANG XQ. Rapid screening and confirmation of veterinary drug residues in milk by QuEChERS EMR-Lipid technology and LC-Q-TOF/MS [J]. *Chin Dairy Ind*, 2018, 46(4): 57-60.
- [25] 黄泽玮, 闵宇航, 杜钢, 等. QuEChERS EMR-Lipid 技术结合 LC/MS/MS 快速筛查与确证猪肉中 55 种兽药残留[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(11): 270-276, 283.
- HUANG ZW, MIN YH, DU G, *et al.* Rapid screening and confirmation of 55 kinds of veterinary drug residues in pork by QuEChERS EMR-Lipid technology and LC/MS/MS [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2019, 40(11): 270-276, 283.
- [26] 李磊, 李海畅, 高婧, 等. QuEChERS EMR-Lipid-LC/MS/MS 测定 8 种  $\beta$ -受体激动剂[J]. *食品研究与开发*, 2016, 37(9): 178-182.
- LI L, LI HC, GAO J, *et al.* Determination of 8 kinds of  $\beta$ -agonists by QuEChERS EMR-Lipid-LC/MS/MS [J]. *Food Res Dev*, 2016, 37(9): 178-182.
- [27] ARCE-LOPEZ B, LIZARRAGA E, FLORES-FLORES M, *et al.* Development and validation of a methodology based on Captiva EMR-lipid clean-up and LC-MS/MS analysis for the simultaneous determination of mycotoxins in human plasma [J]. *Talanta*, 2020, 206: 120193.
- [28] YANG S, LUO Y, MU L, *et al.* Risk screening of mycotoxins and their derivatives in dairy products using a stable isotope dilution assay and LC-MS/MS [J]. *J Sep Sci*, 2021, 44(4): 782-792.
- [29] 赵浩军, 杨青梅岭, 张燕, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肉中氯霉素、氟苯尼考和五氯酚的残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(12): 4121-4126.
- ZHAO HJ, YANG QML, ZHANG Y, *et al.* Simultaneous determination of chloramphenicol, florfenicol and pentachlorophenol in pork by QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(12): 4121-4126.
- [30] 柯庆青, 李诗言, 周凡, 等. 基于通过型固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产品中的氯霉素和红霉素[J]. *食品科学*, 2017, 38(24): 241-246.
- KE QQ, LI SY, ZHOU F, *et al.* Simultaneous determination of chloramphenicol and erythromycin residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with Oasis PRiME HLB solid phase extraction cleanup [J]. *Food Sci*, 2017, 38(24): 241-246.
- [31] 王清, 王国民, 郗存显, 等. 复合免疫亲和柱净化-液相色谱-串联质谱法同时测定动物源性食品中 6 种玉米赤霉醇类化合物和氯霉素残留量[J]. *色谱*, 2014, 32(6): 640-646.
- WANG Q, WANG GM, XI CX, *et al.* Simultaneous determination of 6 kinds of zeranols and chloramphenicol in foodstuffs of animal origin by combination immunoaffinity column clean-up and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2014, 32(6): 640-646.

(责任编辑: 于梦娇 郑丽)

### 作者简介



王东鹏, 硕士, 主要研究方向为药物分析与食品安全检测。  
E-mail: 1808124001@qq.com



叶 诚, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全分析与检测。  
E-mail: yechenghust@163.com