

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240422002

超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中多种肾上腺素类药物残留

张 彤¹, 王亚春², 李修平³, 董振霖⁴, 徐 静⁴, 李一尘⁴, 李志远⁵,
李晓东¹, 姜玲玲¹, 刘 瑜^{1*}

(1. 沈阳海关技术中心, 沈阳 110016; 2. 江苏省检验检疫科学技术研究院, 南京 210019;
3. 济宁海关综合技术服务中心, 济宁 272200; 4. 大连海关技术中心, 大连 116000;
5. 上海爱博才思科技有限公司, 上海 200000)

摘 要: **目的** 建立一种超高效液相色谱-串联质谱法同时测定动物源性食品中肾上腺素类、拟肾上腺素类、肾上腺素代谢物等 10 种肾上腺素类药的方法。**方法** 本研究采用乙腈提取, 分散固相萃取法(QuEChERS)净化, Shim-pack GIST C₁₈ 色谱柱, 甲醇和含 0.1% 甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵水溶液作为流动相, 超高效液相色谱-串联质谱法确证检测, 外标法定量。**结果** 10 种肾上腺素类物质在一定线性范围内关系良好, 相关系数均高于 0.9946, 方法定量限为 0.1~2.0 µg/kg, 回收率为 75.6%~107.5%, 相对标准偏差为 1.1%~8.7%。**结论** 该方法具有检测药物种类多、最低检测限低、稳定性好、简便快捷、节省试剂等优点, 为更好的控制市场上动物源性食品的品质提供的技术支持。**关键词:** 肾上腺素; 动物源性食品; 快速分散固相萃取; 超高效液相色谱-串联质谱法

Determination of multiple adrenaline drug residues in animal derived food by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Tong¹, WANG Ya-Chun², LI Xiu-Ping³, DONG Zhen-Lin⁴, XU Jing⁴,
LI Yi-Chen⁴, LI Zhi-Yuan⁵, LI Xiao-Dong¹, JIANG Ling-Ling¹, LIU Yu^{1*}

(1. Technology Center of Shenyang Customs, Shenyang 110016, China; 2. Jiangsu Institute of Inspection and Quarantine Science and Technology, Nanjing 210019, China; 3. Technology Center of Jining Customs, Jining 272200, China;
4. Technology Center of Dalian Customs, Dalian 116000, China; 5. Shanghai Aibo Caisi Technology Co., Ltd., Shanghai 200000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for simultaneous determination of 10 kinds of adrenaline related drugs composed of adrenaline, pseudoadrenaline, and adrenaline metabolites in animal derived food using ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** This study used acetonitrile extraction, dispersion solid-phase extraction (QuEChERS) purification, Shim pack GIST C₁₈ chromatographic column, methanol and 5 mmol/L ammonium acetate aqueous solution containing 0.1% formic acid as mobile phases, ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry to confirm detection, and external standard method

基金项目: 辽宁省自然科学基金项目(2022MS426)、海关总署科研项目(2022HK021)

Fund: Supported by the Liaoning Provincial Natural Science Foundation Project (2022MS426), and the Research Project of the General Administration of Customs (2022HK021)

***通信作者:** 刘瑜, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品理化检测。E-mail: liuyu-0117@163.com

***Corresponding author:** LIU Yu, Master, Senior Engineer, Shenyang Customs Technology Center, No.106 Dongbinhe Road, Shenhe District, Shenyang 110016, China. E-mail: liuyu-0117@163.com

for quantification. **Results** The relationship between 10 kinds of adrenaline like substances was good within a certain linear range, with correlation coefficients higher than 0.9946. The limit of quantitative of the method was 0.1–2.0 $\mu\text{g/kg}$, the recovery rates were 75.6%–107.5%, and the relative standard deviations were 1.1%–8.7%.

Conclusion This method has the advantages of detecting multiple types of drugs, low detection limit, good stability, simplicity and speed, and saving reagents, providing technical support for better controlling the quality of animal derived foods in the market.

KEY WORDS: adrenaline; animal derived food; QuEChERS; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

0 引言

肾上腺素类相关药物是通过与肾上腺素受体相结合来作用的,主要包括肾上腺素类、拟肾上腺素类、肾上腺素代谢物等。肾上腺素相关类药物自发现以来,一直是作为升高血压,促进心跳的特效药来使用^[1–5]。但人体大剂量摄入的肾上腺素类相关药物不但能够引发胸痛、血压骤升和心律失常,严重的可导致急性肺水肿、脑溢血,甚至是死亡^[6–10]。但是养殖户会在动物运输到屠宰场前大量使用肾上腺素类药物,使其屠宰前保持活力,避免运输中途的死亡,影响经济利益。但同时会造成可食动物体内的药物残留量过大,对人类身体健康带来危害^[11–14]。随着人们对肉、蛋、奶等动物源性食品质量安全水平要求的逐渐提高,建立快速、准确检测市售动物源性食品中肾上腺素相关类药物残留的分析方法显得十分重要。

国内现行标准中 SN/T 5170—2019《出口动物源食品中肾上腺素和去甲肾上腺素的测定》,利用固相萃取柱的净化方式,采用液相色谱-串联质谱法同时检测动物源性食品中 2 种肾上腺素类相关药物,该方法的检出限为 50~100 $\mu\text{g/kg}$; NY/T 3147—2017《饲料中肾上腺素和异丙肾上腺素的测定 液相色谱-串联质谱法》,利用混合型阳离子交换柱,液相色谱-串联质谱仪同时检测 2 种肾上腺素相关类药物,且方法的检出限为 5~10 $\mu\text{g/kg}$ 。而相关文献中,白艳梅等^[15]利用弱阳离子固相萃取柱提取,液相色谱-串联质谱仪内标法测定乳及乳制品中肾上腺素的含量,检出限为 20 $\mu\text{g/kg}$; 张海超等^[16]采用 Bond Elut PBA 固相萃取柱(硅胶键合苯硼酸固相萃取柱)提取,液相色谱串联质谱仪内标法测定动物源性食品中肾上腺素和去甲肾上腺素定量限为 10 $\mu\text{g/kg}$; 李鑫等^[17]利用直接提取的方式,通过液相色谱法对口服液中去氧肾上腺素进行了测定。刘勇军等^[18]利用 PBA 固相萃取柱提取,液相色谱-串联质谱仪测定猪肉中异丙肾上腺素、去氧肾上腺素和间羟胺的含量,检出限为 5.0 $\mu\text{g/kg}$; 何亮娜等^[19]采用 WCX 固相萃取柱提取,利用液相色谱串联质谱仪对畜禽肉中液中肾上腺素进行了测定,检出限为 0.36~0.40 $\mu\text{g/kg}$ 。

综上,现阶段肾上腺素类化合物的检测种类比较单一,缺乏同时检测动物源性食品中多种肾上腺素相关类药

物的分析方法,且多数采用固相萃取柱进行净化,这与 QuEChERS 净化相比更加的费时费力且成本较高^[20–25]。因此,本研究建立超高效液相色谱-串联质谱法,创建更加全面的肾上腺素相关类药物检测的谱库。新的检测谱库可同时测定动物源性食品中肾上腺素类、拟肾上腺素类和肾上腺素代谢物等 10 种肾上腺素相关类药物的残留量,特别是增加了去甲肾上腺素、去甲去甲肾上腺素的检测方法,期为动物源性食品中肾上腺素类相关药物残留量的筛查检测提供有力的技术支撑。

1 材料与方法

1.1 仪器与设备

UPLC-MS/MS-8060 超高效液相色谱串联质谱仪(日本岛津公司); Synergy UV 超纯水系统(美国密理博公司); Multi-prep 均质器(美国 PRO 公司); YP2001N 电子天平(精度 0.01 mg, 上海精密科学仪器有限公司); R300 旋转蒸发器(瑞士步琦公司); H3-20KR 离心机(湖南可成公司); SI-A256 涡混仪(美国赛默飞公司)。

1.2 材料与试剂

动物源性食品样品,采自沈阳周边农贸市场和批发市场。

肾上腺素、去甲肾上腺素、异丙肾上腺素、去甲去甲肾上腺素、去甲去甲肾上腺素、DL-4-羟基-3-甲氧基扁桃酸、DL-3,4-二羟基扁桃酸、茶甲唑啉、赛洛唑啉、羟甲唑啉 10 种肾上腺素相关类药物(纯度 $\geq 98\%$)、甲醇、乙腈、甲酸、乙酸铵、氯化钠、无水硫酸镁(色谱纯)、十八烷基硅烷键合硅胶(C_{18})、石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)、乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(ethylenediamine-N-propylsilane silica gel, PSA)、陶瓷均质子、0.22 μm 微孔滤膜(美国迪马公司); ACQUITY UPLC BEH C_{18} 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)、ACQUITY UPLC BEH C_8 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)、ACQUITY UPLC BEH Amide 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 2.0 μm)(日本岛津公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 样品的制备

畜禽肉样品每份样品不少于 500 g, 均质充分, 装入

干净的密封容器内, -18°C 避光密封保存。禽蛋样品每份样品不少于 500 g, 均质充分, 装入干净的密封容器内, -18°C 避光密封保存。牛奶和羊奶样品每份样品不少于 500 g, 均质充分, 装入干净的密封容器内, -18°C 避光密封保存。

1.3.2 样品提取与净化

(1) 提取

称取 2 g (精确至 0.01 g) 样品于 50 mL 离心管, 加入 20 mL 乙腈, 和 1 颗陶瓷均质子, 剧烈振荡 1 min, 然后加入 2.0 g 氯化钠、4.0 g 无水硫酸镁, 再次剧烈振荡 1 min, 后超声提取 10 min, 5000 r/min 离心 10 min, 得上清液, 待净化。

(2) 净化

准确移取 10 mL 将上清液, 加入含有 2.0 g GCB、1.0 g C_{18} 、1.5 g PSA 的带盖离心管中, 剧烈振荡 1 min。5000 r/min 离心 10 min。取 5 mL 上清液于鸡心瓶中, 旋转蒸发至近干, 用 1.0 mL 甲醇+水(V:V=1:1) 复溶, 过 0.22 μm 微孔滤膜后, 待测。

1.3.3 样品分析

(1) 色谱条件

Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 2.0 μm); 柱温: 40°C ; 样品室温度: 4°C ; 进样体积: 5.0 μL ; 流速: 0.35 mL/min; 流动相: A 为甲醇, B 为含 0.1% 甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵水溶液; 梯度洗脱程序: 0.00~2.00 min, 5% A; 2.00~4.00 min, 5%~20% A; 4.00~4.50 min, 20%~90% A; 4.50~5.00 min, 90% A; 5.00~8.00 min, 90%~5% A; 8.00~10.00 min, 5% A。

(2) 质谱条件

电喷雾电离(electrospray ionization, ESI); DL 温度: 300°C ; 加热块温度: 500°C ; 接口温度: 400°C ; 接口电压: 4.0 kV; 雾化气流量: 3.0 L/min; 加热气流量: 10.0 L/min; 干燥气流量: 10.0 L/min。

1.4 数据处理

通过岛津自带的软件浏览器对样品及标准品的谱图进行分析, 通过 Excel 2024 对相关的数据进行统计分析, 实验重复 6 次。

2 结果与分析

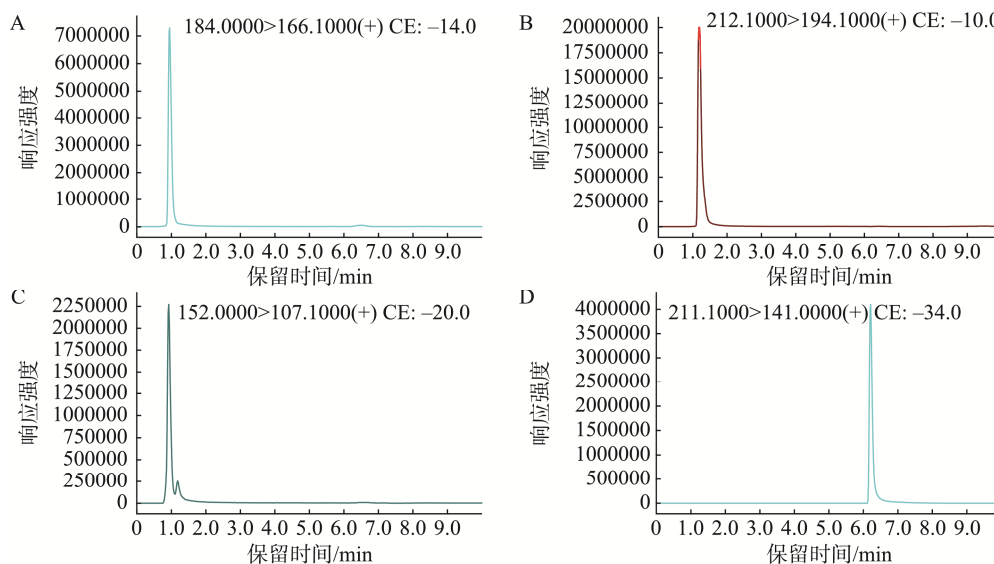
2.1 色谱条件的优化

2.1.1 色谱柱的选择优化

对比了 ACQUITY UPLC BEH C_{18} 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)、ACQUITY UPLC BEH C_8 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)、ACQUITY UPLC BEH Amide 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)和 Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 2.0 μm)等不同的正反相色谱柱对 10 种肾上腺素相关类药物的分离度的影响, 实验结果表明: Shim-pack GIST C_{18} 2.0 μm 色谱柱分离时 10 种肾上腺素相关类药物能够完全分离且具有更好的色谱峰形和灵敏度, 因此, 本研究选择 Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 2.0 μm)作为本研究的色谱柱, 此色谱柱条件下 10 种肾上腺素相关类药物的保留时间和质谱多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)图如图 1 所示。

2.1.2 质谱条件的优化

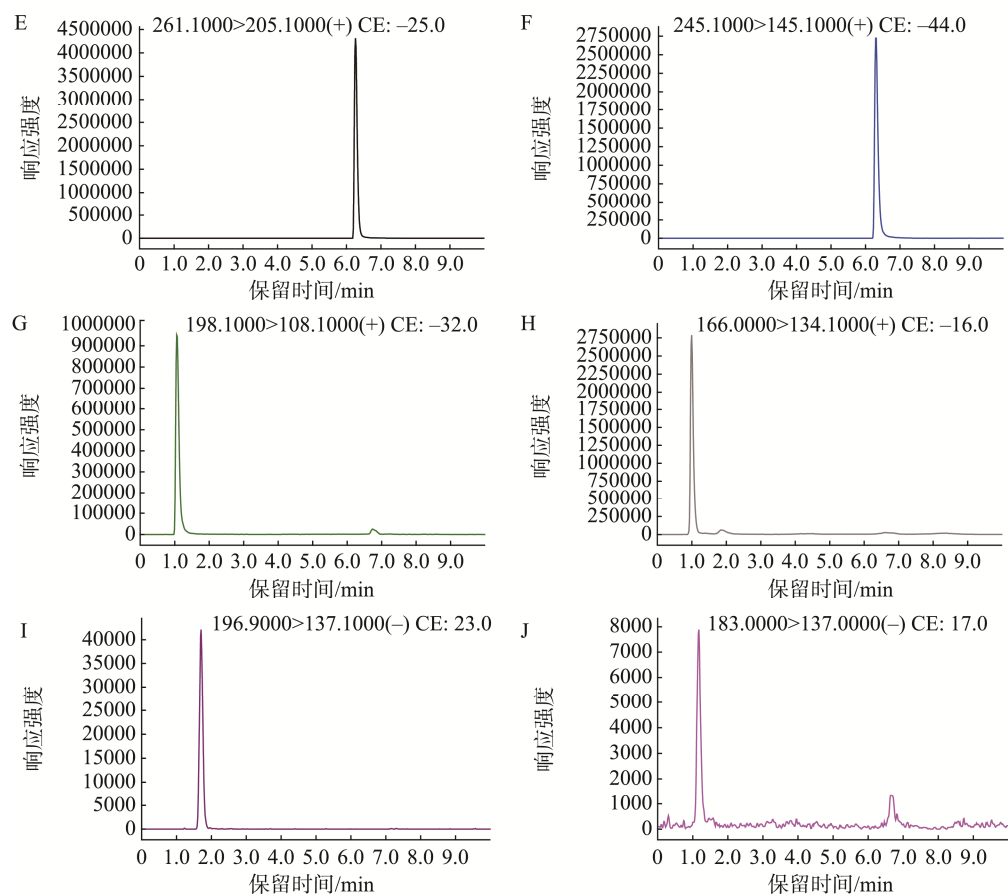
将 10 种肾上腺素相关类药物, 分别用甲醇溶解并稀释成为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 溶液, 在双通不接色谱柱的情况下。进行全扫描, 根据其分子式、分子结构特性以及扫描的离子碎片的响应值大小等因素, 确定其母离子和定性以及定量的子离子, 再在 MRM 模式下对初步确定的离子对进行 Q1 Pre Bias、Q3 Pre Bias、和 CE 等色谱条件的优化, 最终确定 10 种肾上腺素类相关药物的详细质谱参数, 如表 1 所示。



注: A: 肾上腺素; B: 异丙肾上腺素; C: 去甲肾上腺素; D: 茶甲唑啉; E: 羟甲唑啉; F: 赛洛唑啉; G: 卞肾上腺素; H: 去甲卞肾上腺素; I: DL-4-羟基-3-甲氧基扁桃酸; J: DL-3, 4-二羟基扁桃酸。

图1 10种肾上腺素类相关药物的保留时间和MRM图

Fig.1 Retention time and MRM map of 10 kinds of adrenaline



注: A: 肾上腺素; B: 异丙肾上腺素; C: 去甲肾上腺素; D: 萘甲唑啉; E: 羟甲唑啉; F: 赛洛唑啉; G: 卞肾上腺素; H: 去甲卞肾上腺素;
I: *DL*-4-羟基-3-甲氧基扁桃酸; J: *DL*-3, 4-二羟基扁桃酸。

图1(续) 10种肾上腺素类相关药物的保留时间和MRM图

Fig.1 Retention time and MRM map of 10 kinds of adrenaline

表 1 10 种肾上腺素类相关药物的质谱参数
Table 1 Mass spectrometry parameters of 10 kinds of adrenaline

中文	正负模式	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	驻留时间 /msec	Q1 Pre Bias /V	CE/V	Q3 Pre Bias /V
肾上腺素	ESI+	184.0	166.1*	30	-21	-14	-21
		184.0	107.1	30	-13	-22	-22
异丙肾上腺素	ESI+	212.1	194.1*	30	-17	-10	23
		212.1	107.1	30	-29	-20	-24
去甲肾上腺素	ESI+	152.0	107.1*	30	-10	-20	-23
		152.0	77.1	30	-10	-30	-29
萘甲唑啉	ESI+	211.1	141.0*	30	-20	-34	-20
		211.1	115.0	30	-20	-43	-20
赛洛唑啉	ESI+	261.1	205.1*	30	-20	-25	-20
		261.1	135.1	30	-12	-35	-27
羟甲唑啉	ESI+	245.1	145.1*	30	-20	-44	-20
		245.1	189.1	30	-20	-26	-20
卞肾上腺素	ESI+	198.1	108.1*	30	-26	-32	-27
		198.1	136.1	30	-26	-20	-28
去甲卞肾上腺素	ESI+	166.0	134.1*	30	-11	-16	-10
		166.0	121.1	30	-11	17	-13
<i>DL</i> -4-羟基-3-甲氧基扁桃酸	ESI-	196.9	137.1*	30	21	23	26
		196.9	138.0	30	14	15	12
<i>DL</i> -3,4-二羟基扁桃酸	ESI-	183.0	137.0*	30	25	17	12
		183.0	137.2	30	22	18	19

注: *为定量离子。

2.2 前处理条件的优化

2.2.1 提取溶剂和净化方式的选择

根据参考文献[26–30]以及相关资料查询, 本研究对比了甲醇、乙腈、三氯乙酸、高氯酸以及分别的混合溶液等进行了提取效果的对比, 结果显示不同的提取溶剂对这 10 种肾上腺素的提取效率不同, 最后综合考虑选择了比较稳定的乙腈作为提取溶剂。然后本研究考虑到不同的动物源性食品中含有的水分、油脂等影响检测的杂质, 以及相关文献所用到的净化方法, 以鸡肉和牛奶基质为例通过对不同的净化柱和不同比例 QuEChERS 材料配比对样品的净化效果和回收率的影响。结果表明, 净化时加入 2.0 g GCB、1.0 g C₁₈、1.5 g PSA 时, 样品回收率稳定在 72.5%~89.7%明显高于固相萃取柱和其他净化材料配比的效果。所以本研究采用 QuEChERS (2.0 g GCB、1.0 g C₁₈、1.5 g PSA)作为净化手段。

2.2.2 基质效应

为了确定基质效应对检测结果是否有影响。本研究分别以鸭肉和鸡蛋为例, 对 10 种肾上腺素相关类药物进行了回收测定, 结果如图 2 和图 3 所示。由图 2 和图 3 可知, 这 10 种肾上腺素相关类药物在鸡肉和猪肉中均存在明显的基质效应, 且效应机制表现不同。如去异丙肾上腺素在

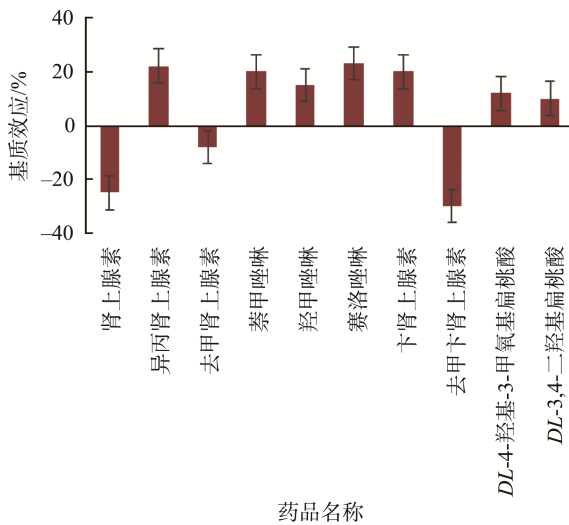


图2 10 种肾上腺素类相关药物在鸭肉中的基质效应
Fig.2 Matrix effects of 10 kinds of adrenaline in duck

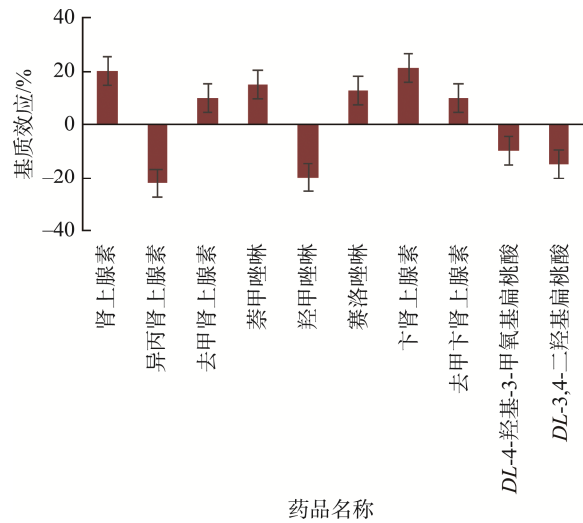


图3 10种肾上腺素类相关药物在鸡蛋中的基质效应
Fig.3 Matrix effects of 10 kinds of adrenaline in egg

鸭肉中具有基质增强效应但是在鸡蛋中就具有基质抑制效应。因此, 本研究采用相对应的空白基质加标工作曲线来对检测结果进行校正, 以克服基质效应所带来的影响。

2.3 方法学验证

将空白基质按 1.3 处理, 并配制混合工作曲线。以被测组分的浓度为横坐标, 被测组分的峰面积为纵坐标拟合工作曲线, 确定其相关系数符合要求, 并根据仪器信噪比 (S/N) 确定方法的定量限。由于不同药物的定量限不同, 分别向空白基质中加入其定量限 1 倍, 2 倍和 10 倍 3 个水平的化合物, 测定 10 种肾上腺素相关类药物添加量及其回收率、变异系数, 结果详见表 2。实验结果表明 10 种肾上腺素类的相关系数均不小于 0.9946, 回收率为 75.6%~107.5%, 相对标准偏差为 1.1%~8.7%, 定量限为 0.1~2.0 μg/kg。

2.4 实际样品检测

用本研究所确定的方法, 对沈阳本地以及周边市场上的鸡肉、猪肉、鸡蛋、鸭蛋、牛奶、羊奶各 20 个样品, 进行了 10 种肾上腺素相关类药物的检测。这 120 份动物源性食品的测定结果如表 3 所示。结果表明, 日常所接触到的动物源性食品中还会有部分的产品能够检测出肾上腺素相关类药物, 应引起重视, 定时对动物源性食品进行监控, 提高食品安全意识。

表 2 10 种肾上腺素类相关药物的曲线范围、相关系数、方法定量限、回收率、变异系数 Table 2 Curve range, correlation coefficient, method limit of quantification, recovery rate, and coefficient of variation of 10 kinds of adrenaline							
名称	线性范围 (ng/mL)	相关系数 (r)	线性方程	定量限 (μg/kg)	空白 基质	回收率 /%	变异系数 /%
肾上腺素	0.1~10.0	0.9995	Y = 12675X - 262	0.1	ND	87.5~95.2	2.7~3.8
异丙肾上腺素	0.1~10.0	0.9946	Y = 14876X + 4936	0.1	ND	75.6~98.4	3.5~6.4
去甲肾上腺素	0.2~20.0	0.9995	Y = 21985X + 886	0.2	ND	85.2~99.3	4.2~7.3

表 2(续)

名称	线性范围 (ng/mL)	相关系数 (r)	线性方程	定量限 (μg/kg)	空白 基质	回收率 /%	变异系数 /%
萘甲唑啉	0.2~20.0	0.9977	Y = 24306X-423	0.2	ND	80.6~82.4	1.9~7.5
赛洛唑啉	0.2~20.0	0.9981	Y = 24786X-1397	0.2	ND	77.2~92.5	3.7~6.9
羟甲唑啉	0.2~20.0	0.9976	Y = 24879X+1189	0.2	ND	84.7~95.2	1.1~5.2
卞肾上腺素	0.5~50.0	0.9995	Y = 612587X-2245	0.5	ND	79.5~95.3	4.8~8.7
去甲卞肾上腺素	0.2~20.0	0.9995	Y = 31879X+1206	0.2	ND	89.3~103.5	3.5~7.9
DL-4-羟基-3-甲氧基扁桃酸	1.5~150.0	0.9946	Y = 147869X-13691	1.5	ND	87.8~95.6	2.7~5.6
DL-3,4-二羟基扁桃酸	2.0~200.0	0.9976	Y = 282543X+3917	2.0	ND	93.3~107.5	4.7~8.5

注: ND 为未检出,下同。

表 3 实际样品中 10 种肾上腺素类药物残留检测结果
Table 3 Residual detection results of 10 kinds of adrenaline drugs in actual samples

药物名称	不同基质中药物检出数量/个						含量/(μg/kg)
	鸡肉	猪肉	鸡蛋	鸭蛋	牛奶	羊奶	
肾上腺素	3	ND	ND	ND	ND	ND	0.7~4.0
异丙肾上腺素	ND	2	ND	ND	ND	3	1.0~5.0
去甲肾上腺素	ND	ND	ND	2	ND	ND	2.0~7.6
萘甲唑啉	ND	2	ND	ND	ND	ND	1.0~3.0
赛洛唑啉	ND	ND	1	ND	ND	ND	ND
羟甲唑啉	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
卞肾上腺素	1	3	ND	ND	ND	ND	2.5~4.2
去甲卞肾上腺素	ND	ND	ND	ND	2	ND	/
DL-4-羟基-3-甲氧基扁桃酸	ND	1	ND	ND	ND	1	3.8~8.0
DL-3,4-二羟基扁桃酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

3 结 论

本研究建立了动物源性食品中同时测定 10 种肾上腺素相关类药物的超高效液相色谱-串联质谱法,10 种肾上腺素相关类药物的方法定量限为 0.2~2.0 μg/kg。该定性定量分析方法简便、快速、灵敏、重现性好,符合实验分析要求。目前的文献及标准中对于肾上腺素的检测种类较少,且检测基质比较单一。本研究可以同时检测 10 种肾上腺素相关类药物在动物源性食品中的残留。扩大了肾上腺素相关类药物的检测谱库,以及检测的基质和检测种类,降低了定量限,为肾上腺素相关类药物的检测奠定了基础,特别是实际样品检测中发现市场上出售的动物源性食品中有的还是含有部分肾上腺素类药物残留的,故本研究也为更好地控制市场上动物源性食品的品质提供了技术支撑,具有一定的推广和使用价值。

参考文献

[1] WANG CH, GONG B, MENG H, *et al.* Dalbergia odorifera essential oil protects against myocardial ischemia through upregulating nrf2 and

inhibiting caspase signaling pathways in isoproterenol-induced rats [J]. World J Tradit Chin Med, 2023, (3): 338-347.
[2] MASPUMEH T, FOROOZAN H, MOHAMMAD D, *et al.* Synthesis of 5-[(2-hydroxynaphthalen-1-yl)diazonyl] isophthalic acid and its application to electrocatalytic oxidation and determination of adrenaline, paracetamol, and tryptophan [J]. Chin Chem Lett, 2017, (2): 240-247.
[3] 梁顺达. 院内心搏骤停患者自主循环恢复影响因素的分析研究[D]. 合肥: 安徽医科大学, 2023.
LIANG SD. An analysis and study on the influencing factors of spontaneous circulation recovery in patients with cardiac arrest in the hospital [D]. Hefei: Anhui Medical University, 2023.
[4] HAN Q. Study on the mechanism of Yishen Zhongzhi formula in preventing and treating the testicular injury of rats based on antioxidation and caspase-3 apoptosis [J]. China Med Abst (Int Med), 2023, (4): 200-201.
[5] ZHOU QC, XIAO SL, LIN RK, *et al.* Polysaccharide of alopecia cucullata exerts antitumor effect by regulating Bcl-2, caspase-3 and ERK1/2 expressions during long-time administration [J]. Chin J Integrat Med, 2024, (1): 52-61.
[6] LI J, LU J, CHEN G, *et al.* Andrographolide protects retinal ganglion cells in rats with glaucoma by regulating the Bcl-2/Bax/caspase-3 signaling

- pathway [J]. *World J Tradit Chin Med*, 2022, (2): 241–246.
- [7] GAO K, ZHENG PF, YANG T, *et al.* Tangshenping granule inhibits pyroptosis in a rat model of streptozotocin-induced diabetic nephropathy via the NLRP3/caspase-1/GSDMD pathway [J]. *J Tradit Chin Med Sci*, 2021, (4): 317–326.
- [8] FAN QM, ZHAO WT, YUAN RYK, *et al.* The ethyl acetate extraction of *Pileostegia tomentella* (ZLTE) exerts anti-cancer effects on H1299 cells via ROS-induced canonical apoptosis [J]. *Chin J Nat Med*, 2020, (7): 508–516.
- [9] LU JJ, WANG YT. Identification of anti-cancer compounds from natural products [J]. *Chin J Nat Med*, 2020, (7): 481–482.
- [10] HONG H, LIU DX, LI J, *et al.* Enhanced hydrogen evolution reaction in FePt film with remanence due to decrease in domain walls [J]. *Rare Metals*, 2024, (3): 1108–1115.
- [11] 何光平. 肾上腺素在头孢类药物致过敏性休克患者抢救中的应用效果[J]. *现代养生*, 2023, (17): 1285–1287.
- HE GP. The application effect of adrenaline in the rescue of patients with cephalosporin induced allergic shock [J]. *Mod Health Preservat*, 2023, (17): 1285–1287.
- [12] 杨萌萌, 王引利. 去甲肾上腺素与多巴胺对急性心肌梗死后低血压状态应用比较[J]. *心血管病学进展*, 2023, (10): 955–960.
- YANG MM, WANG YL. Comparison of the application of norepinephrine and dopamine in the treatment of hypotension after acute myocardial infarction [J]. *Prog Cardiol*, 2023, (10): 955–960.
- [13] 胡玉蓉, 项美姣. 不同剂量去甲肾上腺素对感染性休克患者血流动力学和不良反应的影响[J]. *中国现代医生*, 2022, (34): 75–77.
- HU YR, XIANG MJ. The effects of different doses of norepinephrine on hemodynamics and adverse reactions in patients with septic shock [J]. *Chin Mod Doctor*, 2022, (34): 75–77.
- [14] 李志刚, 任南, 马燕红, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测鲜冻肉中违禁注水药物[J]. *食品科学*, 2018, (12): 308–312.
- LI ZG, REN N, MA YH, *et al.* Detection of prohibited water injection drugs in fresh frozen meat by high-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2018, (12): 308–312.
- [15] 白艳梅, 张立佳, 汪洋, 等. 同位素稀释高效液相色谱-串联质谱法测定乳与乳制品中 3-甲氧酪胺和肾上腺素[J]. *食品工业科技*, 2023, (19): 305–312.
- BAI YM, ZHANG LJ, WANG Y, *et al.* Isotope dilution high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for the determination of 3-methyltyramine and adrenaline in milk and dairy products [J]. *Food Ind Technol*, 2023, (19): 305–312.
- [16] 张海超, 魏欣欣, 王敬, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中肾上腺素和去甲肾上腺素的残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2022, (12): 3811–3817.
- ZHANG HC, WEI XX, WANG J, *et al.* Determination of residual adrenaline and norepinephrine in animal derived food by ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2022, (12): 3811–3817.
- [17] 李鑫, 代民言, 宁星, 等. 高效液相色谱法同时测定镇咳口服液中盐酸去氧肾上腺素、马来酸氯苯那敏、氢溴酸右美沙芬[J]. *化学分析计量*, 2023, (7): 70–73.
- LI X, DAI MY, NING X, *et al.* Simultaneous determination of epinephrine hydrochloride, chlorpheniramine maleate, and dexmedetomidine hydrobromide in cough suppressant oral solution by high performance liquid chromatography [J]. *Chem Anal Metrol*, 2023, (7): 70–73.
- [18] 刘勇军, 李婷, 刘洪斌, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉中肾上腺素类药物残留[J]. *肉类研究*, 2023, (3): 21–27.
- LIU YJ, LI T, LIU HB, *et al.* Determination of adrenaline residues in pork by ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Meat Res*, 2023, (3): 21–27.
- [19] 何亮娜, 马俊美, 范力欣, 等. 固相萃取结合超高效液相色谱-质谱法测定畜禽肉及肉制品中肾上腺素和多巴胺的残留量[J]. *肉类研究*, 2021, (9): 27–32.
- HE LN, MA JM, FAN LX, *et al.* Determination of residual levels of adrenaline and dopamine in livestock and poultry meat and meat products by solid-phase extraction combined with ultra-high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Meat Res*, 2021, (9): 27–32.
- [20] 张彤, 刘瑜, 李晓东, 等. 畜禽养殖活体动物体液中多种激素类药物残留监测方法研究[J]. *分析科学学报*, 2023, (6): 672–678.
- ZHANG T, LIU Y, LI XD, *et al.* Research on monitoring methods for residual hormones in the body fluids of live animals in livestock and poultry breeding [J]. *J Anal Sci*, 2023, (6): 672–678.
- [21] 张彤, 徐宜宏, 付海滨, 等. QuEChERS-UPLC-MS/MS 同时测定畜禽肉中 23 种驱虫类药物残留量[J]. *饲料工业*, 2024, (3): 120–126.
- ZHANG T, XU YH, FU HB, *et al.* QuEChERS UPLC-MS/MS simultaneous determination of 23 insecticidal residues in livestock and poultry meat [J]. *Feed Ind*, 2024, (3): 120–126.
- [22] 张彤, 刘瑜, 李晓东, 等. 畜禽养殖活体动物体液中多种激素类药物残留监测方法研究[J]. *分析科学学报*, 2023, (6): 672–678.
- ZHANG T, LIU Y, LI XD, *et al.* Research on monitoring methods for residual hormones in the body fluids of live animals in livestock and poultry breeding [J]. *J Anal Sci*, 2023, (6): 672–678.
- [23] 李艳, 许舒欣, 刘海培, 等. 液相色谱-串联质谱法测定血浆中甲氧基肾上腺素和甲氧基去甲肾上腺素[J]. *分析科学学报*, 2020, (3): 374–378.
- LI Y, XU SX, LIU HB, *et al.* Determination of methoxyepinephrine and methoxynorepinephrine in plasma by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Anal Sci*, 2020, (3): 374–378.
- [24] 孙欢, 张诚贤. 液质联用法测定鼻炎类滴鼻液中非法添加的 3 种拟肾上腺素类药物[J]. *中南药学*, 2019, (11): 1930–1933.
- SUN H, ZHANG CX. Determination of three illegally added adrenergic drugs in rhinitis nasal drops by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Zhongnan Pharm*, 2019, (11): 1930–1933.
- [25] 章欣, 霍永丽. 超高效液相色谱-串联质谱法测定化妆品中乳糖酸等 8 种有机酸[J]. *日用化学工业(中英文)*, 2023, (8): 981–988.
- ZHANG X, HUO YL. Ultra high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry for the determination of eight organic acids, including lactobacilli, in cosmetics [J]. *Daily Chem Ind (Chin English)*, 2023, (8): 981–988.
- [26] 刘珈伶. 离子交换固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定减肥食品中 p-辛弗林和去氧肾上腺素[J]. *食品安全质量检测学报*, 2022, (20): 6692–6698.
- LIU JL. Determination of p-simulane and deoxyepinephrine in weight loss foods by ion exchange solid phase extraction ultra high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2022,

- (20): 6692–6698.
- [27] 周楚楚, 杜鹏, 孟雅, 等. 肾上腺素注射液中肾上腺素磺化物的 HPLC 检测方法研究[J]. 药学学报, 2022, (9): 2805–2810.
- ZHOU CC, DU P, MENG Y, *et al.* Study on HPLC detection method of adrenaline sulfonate in adrenaline injection [J]. Acta Pharm Sin, 2022, (9): 2805–2810.
- [28] 张姮婕, 王觉晓, 唐瑶, 等. 基于 HILIC-MS/MS 法同时测定干细胞治疗产品中肾上腺素和利多卡因[J]. 中国药师, 2022, (6): 1068–1071.
- ZHANG HJ, WANG JX, TANG Y, *et al.* Simultaneous determination of adrenaline and lidocaine in stem cell therapy products based on HILIC-MS/MS method [J]. Chin Pharm, 2022, (6): 1068–1071.
- [29] 梁文耀, 李露, 夏泽敏, 等. 化妆品中萘甲唑啉的高效液相色谱检测及液相色谱-串联质谱法确证[J]. 香料香精化妆品, 2021, (1): 22–25, 32.
- LIANG WY, LI L, XIA ZM, *et al.* Detection of naphthazoline in cosmetics by high performance liquid chromatography and confirmation by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Flavor Essence Cosmet, 2021, (1): 22–25, 32.
- [30] 司孝清, 黄庭亮. 反相高效液相色谱法测定盐酸萘甲唑啉滴鼻液有关物质[J]. 科技与创新, 2019, (15): 135–136.
- SI XQ, HUANG TL. Determination of related substances in naphthazoline

hydrochloride nasal drops by reversed phase high performance liquid chromatography [J]. Technol Innov, 2019, (15): 135–136.

(责任编辑: 蔡世佳 韩晓红)

作者简介



张 彤, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品理化检测。
E-mail: 1471408980@qq.com



刘 瑜, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品理化检测。
E-mail: liuyu-0117@163.com