

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240802001

# 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法测定 猪肉及猪肝中56种抗生素残留量

刘晓晔<sup>1#</sup>, 张柏铭<sup>2#</sup>, 王宏宇<sup>3</sup>, 王晓茵<sup>2</sup>, 孙晓亮<sup>2</sup>, 李木子<sup>2</sup>, 方汉卿<sup>2</sup>,  
曹旭敏<sup>2</sup>, 万思敬<sup>4\*</sup>, 秦立得<sup>2\*</sup>

(1. 青岛农业大学动物医学院, 青岛 266109; 2. 中国动物卫生与流行病学中心, 青岛 266032;  
3. 河北省动物疫病预防控制中心, 石家庄 050035; 4. 青岛市农产品质量安全中心, 青岛 266100)

**摘要:** **目的** 建立一种检测猪肉和猪肝中喹诺酮类、磺胺类、大环内酯类、四环素类、林可酰胺类、截短侧耳类共6类56种抗生素残留的固相萃取(solid phase extraction, SPE)-超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱(ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry, UPLC-MS/MS)法。**方法** 使用2种不同的提取液[2 mL 乙二胺四乙酸(ethylenediaminetetraacetic acid, EDTA)-McIlvaine 缓冲液、1.5 mL 甲醇和4.5 mL 乙腈与8 mL 乙腈]先后提取样品中目标药物, 经正己烷去脂, 使用HLB固相萃取柱净化, 3 mL 洗脱液(甲醇:乙酸乙酯=7:3, V:V)洗脱, 采用UPLC-MS/MS检测。**结果** 56种抗生素在2~100 µg/kg范围内线性关系良好, 相关系数均大于0.990。该方法检出限为0.2~2.0 µg/kg, 定量限为0.6~4.5 µg/kg。猪肉样品中大部分抗生素(83.93%)回收率为60.04%~106.59%, 猪肝样品中大部分抗生素(83.93%)回收率为50.04%~124.41%。采用本方法对市售20份猪肉样品和13份猪肝样品检验, 只有1份猪肝样品中检出恩诺沙星残留, 且残留浓度低于国家标准。**结论** 此方法灵敏度较高、重现性好, 可用于猪肉和猪肝中目标抗生素残留含量准确检测, 满足日常动物源性食品安全监测和风险监测的需求, 为保障动物产品安全提供技术支撑。

**关键词:** 抗生素残留; 猪肉; 猪肝; 固相萃取; 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法

## Determination of 56 kinds of antibiotics residues in pork and swine liver using ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry

LIU Xiao-Ye<sup>1#</sup>, ZHANG Bai-Ming<sup>2#</sup>, WANG Hong-Yu<sup>3</sup>, WANG Xiao-Yin<sup>2</sup>, SUN Xiao-Liang<sup>2</sup>,  
LI Mu-Zi<sup>2</sup>, FANG Han-Qing<sup>2</sup>, CAO Xu-Min<sup>2</sup>, WAN Si-Jing<sup>4\*</sup>, QIN Li-De<sup>2\*</sup>

基金项目: 中国动物卫生与流行病学中心创新基金项目(DW2022005)

**Fund:** Supported by the China Animal Health and Epidemiology Center Innovation Fund (DW2022005)

#刘晓晔和张柏铭为共同第一作者

#LIU Xiao-Ye and ZHANG Bai-Ming are Co-first Authors

\*通信作者: 万思敬, 高级兽医师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 1061400659@qq.com

秦立得, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: qinlide@caheec.cn

\*Corresponding author: WAN Si-Jing, Senior Veterinarian, Qingdao Agricultural Products Quality and Safety Center, No.791, Guangshui Road, Licang District, Qingdao 266100, China. E-mail: 1061400659@qq.com

QIN Li-De, Master, Assistant Professor, China Animal Health and Epidemiology Center, No.369, Nanjing Road, Shibei District, Qingdao 266032, China. E-mail: qinlide@caheec.cn

(1. School of Animal Medicine, Qingdao Agricultural University, Qingdao 266109, China; 2. China Animal Health and Epidemiology Center, Qingdao 266032, China; 3. Hebei Provincial Animal Epidemic Control Center, Shijiazhuang 050035, China; 4. Qingdao Agricultural Products Quality and Safety Center, Qingdao 266100, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method that validates for the simultaneous detection of 56 kinds of antibiotic residues belong to 6 classes, namely, quinolones, sulfonamides, macrolides, tetracyclines, lincosamides, and pleuromutilins, in pork and swine liver samples using solid phase extraction (SPE) and ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The 2 different extracts [2 mL ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA)-McIlvaine buffer, 1.5 mL methanol, 4.5 mL acetonitrile, and 8 mL acetonitrile] were used to extract target antibiotics from pork and swine liver samples. These extractions were defatted by n-hexane, cleaned up with HLB solid-phase extraction columns, eluted with 3 mL elution (methanol: ethyl acetate=7:3, V:V) and analyzed by UPLC-MS/MS. **Results** The 56 kinds of antibiotics exhibited strong linear relationships within the range of 2–100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , with all linear correlation coefficients exceeding 0.990. The limits of detection this method ranged from 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$  to 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , and the limits of quantification varied between 0.6  $\mu\text{g}/\text{kg}$  and 4.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . The recovery rate of 83.93% target antibiotic in pork was 60.04%–106.59%, whereas the rate of 83.93% target analytes in swine liver failed within a range of 50.04% to 124.41%. Enrofloxacin residue was detected in only one swine liver sample out of 20 pork samples and 13 swine liver samples using this method, with the residual concentration being below the national standard. **Conclusion** This method exhibits high sensitivity and reproducibility, enabling the simultaneous determination of various antibiotics in pork and swine liver products. It meets the requirements for daily food safety monitoring and potential risks detection of target analytes in animal products, offering technical support to ensure the safety of these products.

**KEY WORDS:** antibiotic residues; pork; swine liver; solid phase extraction; ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry

## 0 引言

食品安全是人民群众关注的热点, 国家市场监督管理总局和农业农村部公布数据显示, 我国动物源性食品质量合格率连续多年稳定在 97% 以上<sup>[1]</sup>。但每年仍有大量不合格动物源性食品被检出, 其中抗生素残留超标问题显著。长期食用抗生素超标的动物源性食品可导致牙釉质发育障碍、肾功能损伤、胃肠道反应重、神经功能损伤及血液造血功能障碍等<sup>[2-4]</sup>, 严重威胁消费者身体健康。为保障食品安全, 国家制定了系列强制性标准, 近年来修订的 GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》、GB 31650.1—2022《食品安全国家标准 食品中 41 种兽药最大残留限量》等标准严格限定动物源性食品中抗生素残留限量。目前养殖环节使用的抗生素种类多, 且有新型抗生素不断批准使用, 会导致动物源性食品中抗生素残留超标。为提高动物源性食品中抗生素残留检测效率, 并发现潜在风险, 有必要建立并不断完善能够同时准确测定动物源性食品中多种抗生素残留的高通量检测方法, 为保障食品安全提供技术支持。

目前我国现行动物源性食品中抗生素残留检测标准<sup>[5]</sup>以液相色谱-串联质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)法为主, 但设备性能受色谱仪谱带

展宽和系统压力的限制。而超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometer, UPLC-MS/MS)解决了上述问题, 提高了色谱分离度和分离速度, 具有灵敏度高、特异性强、可实现高通量测定等优点<sup>[6-7]</sup>, 本研究采用该方法进行检测。固相萃取法(solid phase extraction, SPE)以选择性吸附与选择性洗脱的液相色谱为分离原理对样品进行分离和纯化, 具有溶剂用量少、操作简单、选择性高、富集性好等优势<sup>[8-9]</sup>, 同时能减少基质效应和离子抑制<sup>[10]</sup>。但现行国家标准和文献报道的检测方法多适用于一种基质, 检测药物种类较少, 难以满足多类药物同时检测的需求<sup>[11-12]</sup>。如 GB 31658.17—2021《食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》规定了动物源性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类共 36 种药物残留的测定方法, 但未涉及大环内酯类、林可胺类等养殖业常用抗生素残留的测定。张华锋等<sup>[13]</sup>建立了检测猪肉中 24 种磺胺类和喹诺酮类抗生素残留的方法, 适用基质仅为猪肉, 测定的药物种类和数量较少。牛蓉等<sup>[14]</sup>建立了检测猪肉和猪肝中 4 种四环素类抗生素残留量的方法, 检测的目标药物种类单一。

目前养殖环节使用的抗生素种类多, 导致动物源性食品中可能含有多种抗生素残留。为满足检测猪肉和猪肝中多种

抗生素残留进行质量评价和风险筛查的需求,本研究采用乙二胺四乙酸(ethylenediaminetetraacetic acid, EDTA)-McIlvaine 缓冲液、甲醇和乙腈提取, SPE 法净化, UPLC-MS/MS 检测猪肉和猪肝中喹诺酮类、磺胺类、大环内酯类、四环素类、林可酰胺类、截短侧耳类共 6 类 56 种抗生素残留, 可为保障动物源性食品安全提供技术支撑。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与设备

Acquity UPLC-Xevo TQ MS 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪、Oasis HLB 固相萃取柱(60 mg, 3 mL)、Waters Acquity BEH C<sub>18</sub> 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm)(美国 Waters 公司); Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司); N-EVAP112 型氮气蒸发仪(美国 Organomation Associates 公司); KQ700DV 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); QL-866 型漩涡混合器(海门市其林贝尔仪器制造有限公司); 5804R 台式高速冻离心机(德国 Eppendorf 公司); BS2202S 型电子天平(精度 0.01 g, 德国赛多利斯科学仪器有限公司); 针式滤器(0.22 μm, 美国 Pall 公司)。

### 1.2 材料与试剂

本研究涉及的猪肉及猪肝样品均购自青岛市超市与农贸市场, 经检测不含待测药物的样品为空白样品, 于 -20 °C 冰箱冷冻保存。

乙腈、甲醇、乙酸乙酯、甲酸、正己烷(色谱纯, 德国 CNW 公司); 氨水、乙二胺四乙酸二钠、一水合柠檬酸、十二水合磷酸氢二钠(分析纯, 中国国药集团化学试剂公司); 超纯水为 Milli-Q 超纯水仪所制。

本研究使用的标准品包括喹诺酮类(21 种)、磺胺类(21 种)、林可酰胺类(2 种)、大环内酯类(7 种)、截短侧耳类(1 种)和四环素类(4 种)共 6 类 56 种药物(德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司), 具体纯度见表 1。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 标准溶液的配制

标准品储备液: 分别称取 2.5 mg 的标准品, 用甲醇溶解并定容至 25 mL, 配制成质量浓度为 100 μg/mL 的标准品储备液, -20 °C 条件下避光保存, 有效期 6 个月。

混合标准品工作液: 分别准确移取 500 μL 标准品储备液至 50 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度线, 混匀, 配制成 1 μg/mL 的标准品工作液, -20 °C 条件下避光保存, 有效期 1 个月。

#### 1.3.2 前处理方法

##### (1) 提取方法

将猪肉和猪肝样品用绞肉机搅碎, 准确称取 (2.00±0.01) g 样品于 50 mL 离心管中。样品中加入 2 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液(pH=4.0)涡动混匀后加入 1.5 mL 甲醇和 4.5 mL 乙腈, 涡动混匀。使用漩涡混合器 2500 r/min

振荡 10 min, 离心机 4 °C 条件下 8000 r/min 离心 5 min, 取上清液。沉淀物加入 8 mL 乙腈按上述条件振荡提取、离心取上清液, 合并两次提取上清液。

取合并上清液 10 mL, 水浴温度 45 °C 的条件下用氮气蒸发仪吹至近干。加入 5 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液(pH=4.0)复溶, 用漩涡混合器以 2500 r/min 振荡 5 min, 超声处理 5 min。复溶后的离心管中加入 2.5 mL 正己烷去脂, 漩涡振荡混匀, 在离心机 4 °C 的条件下 8000 r/min 离心 5 min, 保留下层水相复溶液。

##### (2) 净化方法

Oasis HLB 固相萃取柱依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水和 3 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液活化, 取 4 mL 去脂复溶液至活化好的 HLB 固相萃取柱流净后, 依次用 3 mL 水、3 mL 5% 甲醇水溶液淋洗, 真空泵抽干。使用 3 mL 洗脱液(甲醇:乙酸乙酯=7:3, V:V)洗脱目标药物并收集洗脱液, 将洗脱液在 45 °C 条件下氮气蒸发仪吹至近干。用 1 mL 复溶液(0.1% 甲酸水:乙腈=9:1, V:V)溶解残渣, 涡动后超声 1.5 min 再次涡动 30 s, 用 0.22 μm 针式滤膜过滤后上机检测。

#### 1.3.3 分析条件

色谱条件: 色谱柱为 Waters Acquity BEH C<sub>18</sub> 柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm), 柱温 35 °C。流动相 A 为 0.1% 甲酸水溶液, 流动相 B 为乙腈, 进样体积 5 μL, 流速为 0.3 mL/min。液相色谱梯度洗脱条件为: 0~1.0 min, 90% A; 1.0~6.0 min, 90%~65% A; 6.0~8.0 min, 65%~50% A; 8.0~8.1 min, 50%~2% A; 8.1~9.0 min, 2% A; 9.0~9.1 min, 2%~90% A; 9.1~11.0 min, 90%。

质谱条件: 本研究采用 UPLC-MS/MS 系统配备电喷雾电离(electrospray ionization, ESI)源, 使用 MassLynx V4.2 系统进行仪器控制和数据分析, 系统在 ESI<sup>+</sup>下采用多反应监测模式(multiple reaction monitoring mode, MRM)进行样品检测。毛细管电压 0.60 kV, 离子源温度 150 °C, 脱溶剂度 500 °C; 锥孔氮气流量为 50 L/h, 碰撞氮气流量为 0.24 L/h。

#### 1.3.4 方法学验证

##### (1) 基质校正曲线的绘制

将空白猪肉和猪肝样品按照 1.3.2 步骤提取净化后, 加入混合标准工作液使其成为目标药物浓度为 2.0、5.0、10.0、15.0、20.0、50.0、100.0 μg/kg 的系列标准溶液, 使用 UPLC-MS/MS 检测分析, 以药物浓度为横坐标(X, μg/kg)、响应值为纵坐标(Y), 绘制基质校正曲线。

##### (2) 基质效应

基质是指除目标药物外其他的所有杂质, 这些杂质对目标药物分析所产生的增强或抑制作用称为基质效应(matrix effects, ME)。基质效应计算见公式(1):

$$ME/\% = \frac{J}{S} \times 100 \quad (1)$$

其中, S 为各待测药物试剂标准曲线的斜率, J 为相对应的各待测药物基质匹配标准曲线的斜率<sup>[15]</sup>。

表 1 药物标准品、纯度以及质谱参数  
Table 1 Drug standards, purity and mass spectrometry parameters

药物种类	药物名称	纯度/%	保留时间/min	母离子( $m/z$ )	子离子( $m/z$ )	锥孔电压/V	碰撞能量/V
喹诺酮类	吡哌酸	98.5	2.47	304.6	189.1	30	32
					217.2		22
	诺氟沙星	98.0	3.33	320.4	276.3	32	16
					302.3		20
	氧氟沙星	98.5	3.36	362.4	261.3	34	26
					318.3		18
	氟罗沙星	98.5	3.34	370.7	269.3	30	28
					326.4		16
	培氟沙星	98.0	3.42	334.4	233.3	34	24
					290.3		18
	麻保沙星	97.0	3.11	363.4	72.2	30	20
					320.2		14
	环丙沙星	98.5	3.47	332.4	231.2	32	32
					288.3		18
	洛美沙星	97.0	3.67	352.4	265.3	34	22
					308.3		16
	达氟沙星	97.0	3.70	358.4	82.2	34	38
					340.3		22
	恩诺沙星	98.0	3.87	360.4	245.2	32	24
					316.3		18
	奥比沙星	99.0	3.99	396.4	295.0	36	24
					352.1		18
	克林沙星	98.0	4.31	366.3	236.0	32	36
					305.0		22
	沙拉沙星	99.0	4.37	386.4	299.2	36	26
					342.3		18
司帕沙星	98.0	4.46	393.7	292.4	30	24	
				349.4		18	
二氟沙星	98.5	4.45	400.4	299.2	36	28	
				356.3		20	
西他沙星	98.5	5.29	410.4	349.0	26	22	
				392.9		14	
那氟沙星	97.0	6.81	361.6	283.2	30	36	
				343.4		24	
萘啶酸	98.0	6.88	233.4	187.2	20	24	
				215.2		14	
吡咯酸	98.0	8.04	289.5	243.1	32	32	
				271.2		18	
恶喹酸	97.0	5.50	262.0	215.9	26	28	
				244.0		20	
氟甲喹	97.0	7.25	262.5	202.1	26	32	
				244.2		18	
磺胺类	甲氧吡啶	99.0	3.16	291.4	123.0	34	24
					230.0		22
	磺胺醋酰	98.5	1.93	215.3	91.9	16	22
					155.9		10
	磺胺二甲基异噻啶	99.5	1.84	280.0	124.1	30	20
					186.2		16
	磺胺二甲基噻啶	97.0	3.52	279.7	124.1	30	20
					186.2		16
	磺胺噻唑	99.0	2.60	256.3	91.9	26	26
					155.9		14
	磺胺甲基噻啶	97.0	2.93	256.3	91.9	28	26
					155.9		16
	磺胺吡啶	99.5	2.71	250.3	92.0	30	26
					156.0		16
	磺胺噻啶	98.5	2.20	251.4	91.9	24	24
					156.0		14
	磺胺二甲恶唑	98.0	3.40	268.3	113.0	24	14
					155.9		14
	磺胺二甲异恶唑	98.5	5.03	268.7	92.2	28	28
					156.3		16

表 1(续)

药物种类	药物名称	纯度/%	保留时间/min	母离子( $m/z$ )	子离子( $m/z$ )	锥孔电压/V	碰撞能量/V
	磺胺曲沙唑	97.0	5.03	268.7	92.2	28	28
					156.3		16
	磺胺甲噻二唑	97.0	3.70	271.3	91.9	24	26
					155.9		14
	磺胺间甲氧嘧啶	97.0	4.31	281.7	92.2	30	30
					156.3		14
	磺胺对甲氧嘧啶	98.0	3.76	281.3	91.9	30	28
					155.9		16
	磺胺邻二甲氧嘧啶	98.5	4.84	311.3	91.9	32	30
					155.9		16
	磺胺间二甲氧嘧啶	98.5	4.84	311.3	91.9	32	30
					155.9		16
	磺胺甲恶唑	97.0	4.93	254.0	92.0	26	28
					155.9		16
酞磺胺噻唑	98.5	5.06	404.4	156.0	30	18	
				256.1		14	
磺胺苯酰	98.5	5.76	277.5	92.1	20	26	
				156.0		12	
磺胺喹噁啉	99.0	6.10	301.3	91.9	28	26	
				155.9		16	
磺胺苯吡唑	98.0	6.18	315.4	158.1	34	28	
				158.2		20	
林可酰胺类	林可霉素	97.0	2.59	408.0	126.2	36	26
					359.3		18
	克林霉素	97.0	5.37	425.6	126.2	38	28
					377.3		18
大环内酯类	加米霉素	98.0	5.61	778.8	82.9	50	44
					116.1		42
	替米考星	98.0	5.99	869.9	88.0	68	66
					174.2		44
	泰乐菌素	99.0	7.11	916.6	88.1	58	76
					174.2		38
	红霉素	98.5	7.54	717.3	82.9	22	46
					158.1		30
	罗红霉素	99.0	7.57	838.0	116.1	32	40
					158.2		34
阿奇霉素	98.5	7.89	749.9	83.1	46	50	
				158.2		38	
麦迪霉素	99.5	7.98	815.3	109.2	44	56	
				174.3		34	
截短侧耳类	泰妙菌素	97.0	7.62	494.8	118.9	30	42
四环素类	四环素	98.0	3.78	445.3	154.1	24	26
					410.3		18
	土霉素	98.0	3.40	461.4	426.2	26	18
					443.3		14
	金霉素	97.5	5.07	479.4	444.0	28	20
					462.3		18
多西环素	97.0	5.44	445.4	154.1	28	28	
				428.0		18	

### 1.3.5 检出限和定量限的测定

空白猪肉和猪肝样品按 1.3.2 步骤提取后添加适量混合标准工作液上机检测。以 3 倍信噪比( $S/N=3$ )对应的样品浓度作为方法的检出限(limit of detection, LOD), 以 10 倍信噪比( $S/N=10$ )对应的样品浓度作为方法的定量限(limit of quantification, LOQ)。

### 1.3.6 添加回收实验

在空白猪肉和猪肝样品添加适量混合标准工作液, 使其成为目标药物浓度为 5.0、10.0、50.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的阳性样品, 进行添加回收实验, 按照 1.3.2 步骤进行样品处理和检测。每个添加浓度的样品进行 3 批实验, 每批实验设置 6 个重复, 以此计算添加回收率、批内相对标准偏差和批间相对标准偏差。

### 1.3.7 实际样品检测

采用本研究建立的分析方法, 对青岛市超市和农贸市场购买的 20 份猪肉样品和 13 份猪肝样品进行检测。

### 1.4 数据处理

本研究使用 MassLynx V4.2 系统进行仪器控制和数据分析。得到的数据利用 Office 家庭和学版 2016 Excel 软件进行数据分析以及制作表格, 采用 Origin 2022 软件绘图。

## 2 结果与讨论

### 2.1 液相条件的优化

本研究涉及的多种目标药物为同分异构体, 如磺胺间甲氧嘧啶和磺胺对甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶和磺胺间二甲氧嘧啶, 仅使用三重四极杆质谱检测难以有效区分, 因此对流动相组成和梯度洗脱条件等液相条件进行优化。本研究使用不同有机相(甲醇和乙腈<sup>[16-17]</sup>)和不同水相(0.1%甲酸水和 0.2%甲酸水)的组合, 并进行比对。检测结果显示, 使用甲醇和乙腈都能够对目标药物实现有效的分离, 且峰形较为尖锐、对称; 但使用甲醇作为流动相时系统压力较高, 因此选用乙腈作为有机相。甲酸水可以改善色谱峰的分离度和灵敏度<sup>[18-19]</sup>, 使用 0.1%甲酸水和 0.2%甲酸水作为水相时, 目标药物响应值相差较少, 因此使用 0.1%甲酸水作为水相。

### 2.2 样品前处理方法的优化

在称取的(2.00±0.01) g 空白猪肉样品中准确添加 20 μL 混合标准品工作液, 使空白样品成为目标药物浓度为 10 μg/kg 的添加阳性猪肉样品, 并用于该方法的优化。使用本研究确立的方法对猪肝样品进行检测和方法学验证发现, 该方法同样适用于猪肝中 6 类 56 种抗生素残留检测。

#### 2.2.1 不同组合提取液的优化

本研究涉及从猪肉和猪肝中提取、净化和检测 6 类 56 种抗生素, 不同种类的抗生素理化性质差异较大, 为提升目标药物的回收率, 对提取液进行了优化。乙腈提取肉类样品中多类抗生素的效果较好, 可使蛋白质凝聚变性而有助于蛋白质沉降分离, 且能够降低提取液的基质效应<sup>[20-21]</sup>; 四环素类抗生素是动物源性食品中检出率较高的抗生素, EDTA-McIlvaine 缓冲液能有效降低金属离子与四环素类抗生素的螯合<sup>[22]</sup>, 有助于四环素类药物的提取。因此本研究使用乙腈和 EDTA-McIlvaine 缓冲液作为提取液并进行优化。此外, 相关文献方法显示, 提取液中加入适量的甲醇能提高肉类样品中多类药物的回收率, 但过量的甲醇反而会增加基质效应, 降低方法的灵敏度和回收率<sup>[23-24]</sup>。

在实验室现有研究基础上<sup>[15]</sup>, 本研究在提取液中加入甲醇, 并对甲醇的加入量进行优化。实验进行 3 批实验, 每批实验设置 3 个重复。比对的提取液组合包括, 组合 A<sub>1</sub>: 第一次加入 2 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液(pH=4.0)、1.5 mL 甲醇、4.5 mL 乙腈, 第二次加入 2 mL 甲醇、6 mL 乙腈; 组

合 A<sub>2</sub>: 第一次加入 2 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液(pH=4.0)、1.5 mL 甲醇、4.5 mL 乙腈, 第二次加入 8 mL 乙腈; 组合 A<sub>3</sub>: 第一次加入 2 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液(pH=4.0)、6 mL 乙腈, 第二次加入 8 mL 乙腈。

检测结果显示(图 1), 提取液组合 A<sub>2</sub> 对猪肉中喹诺酮类、磺胺类、林可酰胺类、大环内酯类、截短侧耳类和四环素类药物具有较好的提取效果, 各类药物平均回收率为 64.36%~85.35%, 高于 A<sub>1</sub> 提取液组合(各类目标药物平均回收率 51.45%~67.17%)和 A<sub>3</sub> 提取液组合(各类目标药物平均回收率 47.62%~66.42%)。因此, 本方法的提取液组合优化为, 第一次提取液使用 2 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液、1.5 mL 甲醇和 4.5 mL 乙腈, 第二次提取液使用 8 mL 乙腈作为提取液。

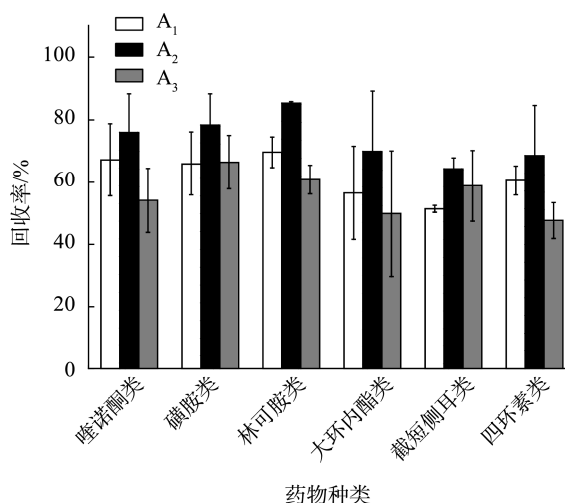


图 1 不同提取液提取猪肉样品(20 μg/kg)中 6 类目标药物的平均回收率

Fig.1 Average recovery rates of 6 classes of target drugs from pork samples (20 μg/kg) using different extracts

#### 2.2.2 淋洗液的优化

淋洗目的是将目标药物保留在固相萃取柱的同时, 去除不需要的组分或杂质<sup>[25]</sup>, 参考文献<sup>[26]</sup>报道纯水和甲醇组合淋洗效果要优于纯水和酸化甲醇的组合。本研究对淋洗液甲醇浓度进行了优化, 实验进行 3 批实验, 每批实验设置 3 个重复。比较 20%甲醇溶液(B<sub>1</sub>)、10%甲醇溶液(B<sub>2</sub>)和 5%甲醇溶液(B<sub>3</sub>)的作为淋洗液的淋洗效果。检测结果显示(图 2), 使用 5%甲醇溶液作为淋洗液时, 目标药物的平均回收率为 62.3%~77.5%, 明显优于使用 20%甲醇和 10%甲醇作为淋洗液时效果。因此本研究选用 5%甲醇溶液作为淋洗液。

#### 2.2.3 去脂方法的优化

畜禽肉类样品基质较为复杂, 尤其是肝脏样品脂肪和色素含量较高<sup>[27-28]</sup>。过量脂肪会降低方法的灵敏度, 堵塞固相萃取柱, 严重影响检测效率, 因此, 去脂是样品前处理的关键步骤<sup>[29]</sup>。本研究对比了使用正己烷和使用不同浓度的氨水淋洗固相萃取柱去脂的效果, 采用处理方式包括: C<sub>1</sub>:

固相萃取净化前的复溶液中加入 2.5 mL 正己烷后振荡, 离心分离水相和正己烷以去脂; C<sub>2</sub>: 用 3 mL 10%氨水淋洗固相萃取柱去脂; C<sub>3</sub>: 用 3 mL 20%氨水淋洗固相萃取柱去脂。

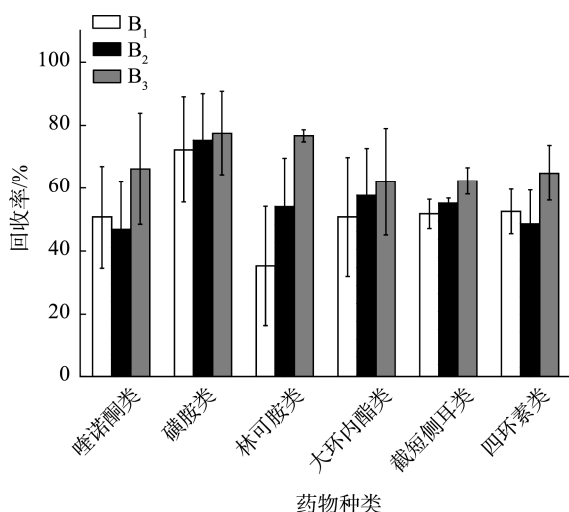


图 2 不同淋洗液对 6 类目标药物平均回收率影响  
Fig.2 Effects of different washing solutions on the average recovery rate of 6 classes of target drugs

在实验过程中发现, 使用正己烷去脂处理后的上样液清澈, 过固相萃取柱速度较快; 未使用正己烷去脂处理复溶液浑浊并含有大量絮状物, 呈乳白色, 导致复溶液流过固相萃取柱的速度缓慢, 甚至堵塞固相萃取柱, 严重影响检测效率。实验结果显示(图 3), 使用 20%氨水作为淋洗液去脂时, 各类药物平均回收率较其他处理组明显降低, 特别是喹诺酮类和四环素类药物回收率仅约为 30%。采用正己烷去脂和 10%氨水作为淋洗液时 HLB 柱可有效保留目标药物, 目标药物平均回收率分别为 54.26%~80.07%和 57.08%~88.57%。

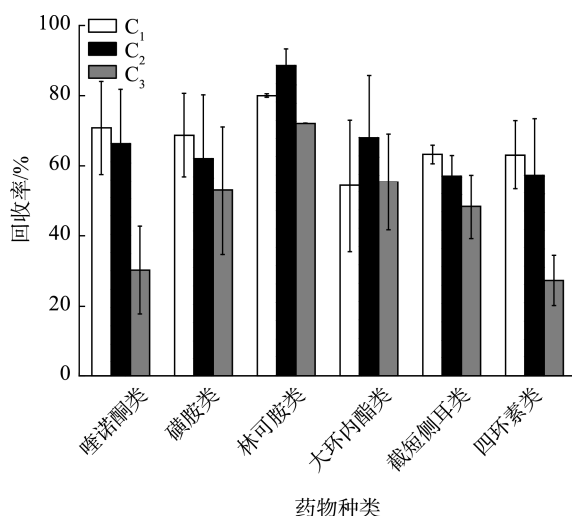


图 3 不同去脂方法对 6 类目标药物平均回收率的影响  
Fig.3 Effects of different lipid removal methods on the average recovery of 6 classes of target drugs

经正己烷去脂后上样液清澈, 过柱时流速明显高于其他处理组, 因此选择使用在固相萃取净化前的复溶液中加入 2.5 mL 正己烷轻微振荡, 离心分离水相和正己烷, 并取下层水相作为上样液的方法去脂。

## 2.3 方法学评价

### 2.3.1 基质效应

通过计算公式确定猪肉和猪肝样本中目标药物的基质效应, 结果见表 2。当目标药物基质效应值大于 100 时, 仪器检测该药物时检测信号增强, 表现为基质增强效应。除林可霉素(461.58%)外, 猪肉样品中大部分目标药物的基质效应为 59.68%~138.55%, 其中 24 种药物基质效应大于 100%, 表现为增强基质效应。猪肝样品中目标药物的基质效应为 65.27%~156.54%, 其中 12 种药物基质效应大于 100%, 表现为增强基质效应。

### 2.3.2 线性关系和灵敏度

56 种抗生素的基质效应及 LOD、LOQ、线性方程及相关系数见表 2。结果表明, 在猪肝和猪肉样品中, 56 种抗生素在 2.0~100 μg/kg 范围内基质校正曲线相关系数( $r^2$ )均大于 0.990, 线性关系良好; 目标抗生素的 LOD 为 0.2~2.0 μg/kg, LOQ 为 0.6~4.5 μg/kg。结果证明该方法的灵敏度高, 猪肉和猪肝中药物 LOD 和 LOQ 均优于 GB 31658.17—2021、GB/T 21312—2007《动物源性食品中 14 种喹诺酮药物残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》, 可满足检测需求。

### 2.3.3 添加回收率和精密度

在空白猪肉和猪肝中添加不同体积的混合标准工作溶液, 使其成为目标药物浓度为 5.0、10.0、50.0 μg/kg 的阳性猪肉和猪肝样品, 每个浓度设置 6 个重复, 使用本研究建立的方法检测目标药物浓度, 测定该方法回收率和精密度。检测分析结果显示, 该方法可有效提取猪肉和猪肝中目标药物, 药物回收率良好, 批内相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)和批间 RSD 较小, 方法稳定性和精密度好。猪肉和猪肝中 56 种目标药物的平均回收率和批内 RSD、批间 RSD 分别见表 3。

猪肉样品中 83.93% (47/56) 抗生素的平均回收率为 60.04%~106.59%, 克林沙星、沙拉沙星、西他沙星、替米考星、红霉素、泰妙菌素、土霉素、金霉素、多西环素的回收率为 41.36%~81.50%; 目标药物批内 RSDs 为 1.17%~10.85%, 批间 RSDs 为 3.42%~26.64%, 其中氧氟沙星、加米霉素、替米考星、土霉素的批间相对标准偏差大于 20%。

猪肝样品中 83.93% (47/56) 抗生素平均回收率为 50.04%~124.41%, 磺胺甲噁二唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺噻唑啉、林可霉素、泰乐菌素、麦迪霉素、泰妙菌素、四环素、金霉素的回收率为 28.13%~88.81%; 目标药物批内 RSDs 为 2.34%~19.72%, 批间 RSDs 为 4.11%~31.26%。

表 2 6 类 56 种抗生素的基质效应、LOD 和 LOQ、线性方程及相关系数  
Table 2 Matrix effects, LOD, LOQ, linear equations and correlation coefficients of 6 classes 56 kinds of antibiotics

药物种类	药物名称	猪肉					猪肝				
		ME /%	LODs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	线性方程	相关系数 ( $r^2$ )	ME /%	LODs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	线性方程	相关系数 ( $r^2$ )
喹诺酮类	吡哌酸	107.97	0.9	2.7	$Y=2016.60X-525.07$	0.9978	115.89	0.9	2.7	$Y=647.82X-319.34$	0.9916
	诺氟沙星	101.92	0.6	1.8	$Y=3038.63X+395.69$	0.9983	106.24	0.9	2.7	$Y=818.12X-255.14$	0.9967
	氧氟沙星	112.41	0.3	0.9	$Y=7515.67X-3544.96$	0.9906	102.53	0.5	1.5	$Y=1608.99X+540.93$	0.9977
	氟罗沙星	111.31	0.3	0.9	$Y=3221.73X+1302.58$	0.9926	75.97	1.5	4.5	$Y=631.05X+4.78$	0.9954
	培氟沙星	117.40	0.3	0.9	$Y=4700.65X+1052.97$	0.9931	86.75	0.6	1.8	$Y=1177.03X+501.83$	0.9941
	麻保沙星	118.65	0.3	0.9	$Y=10909.50X+2248.57$	0.9933	70.01	0.5	1.5	$Y=2060.01X+54.68$	0.9985
	环丙沙星	105.75	0.6	1.8	$Y=2668.60X-23.89$	0.9922	103.65	0.6	1.8	$Y=651.45X-31.72$	0.9976
	洛美沙星	96.37	0.3	0.9	$Y=7915.45X+2341.97$	0.9947	88.27	0.5	1.5	$Y=1942.32X-254.05$	0.9994
	达氟沙星	115.88	2.0	6.0	$Y=1315.74X-830.19$	0.9943	156.54	0.9	2.7	$Y=932.05X-33.38$	0.9966
	恩诺沙星	125.47	0.3	0.9	$Y=9355.89X+2762.40$	0.9958	87.95	0.5	1.5	$Y=2780.80X+71.18$	0.9997
	奥比沙星	90.18	0.3	0.9	$Y=19636.50X+6345.07$	0.9933	70.47	0.5	1.5	$Y=3374.07X+348.43$	0.9964
	克林沙星	92.38	1.5	4.5	$Y=2444.16X+414.53$	0.9938	73.37	1.0	3.0	$Y=554.56X-271.83$	0.9931
	沙拉沙星	101.71	0.5	1.5	$Y=3824.72X+734.84$	0.9952	84.23	0.6	1.8	$Y=860.32X-229.66$	0.9981
	司帕沙星	84.61	0.3	0.9	$Y=4466.29X+1552.40$	0.9947	73.61	0.5	1.5	$Y=750.26X-110.47$	0.9972
	二氟沙星	132.10	0.3	0.9	$Y=5096.97X+1254.91$	0.9967	70.83	0.6	1.8	$Y=1335.27X+84.14$	0.9992
	西他沙星	88.55	1.5	4.5	$Y=1419.20X+649.51$	0.9948	72.18	1.5	4.5	$Y=779.98X+646.13$	0.9906
	那氟沙星	88.65	0.3	0.9	$Y=3480.32X+1209.97$	0.9964	73.93	1.0	3.0	$Y=680.90X+61.87$	0.9970
	萘啶酸	115.76	0.3	0.9	$Y=16503.60X+1718.71$	0.9968	106.76	0.9	2.7	$Y=3532.19X+709.88$	0.9985
	吡咯酸	74.50	0.6	1.8	$Y=1981.71X+283.05$	0.9943	83.08	0.6	1.8	$Y=434.65X+239.78$	0.9930
	恶喹酸	102.49	0.2	0.6	$Y=70110.40X+13540.40$	0.9961	84.29	0.9	2.7	$Y=15116.10X+4009.59$	0.9984
氟甲喹	92.95	0.5	1.5	$Y=3381.22X+130.96$	0.9974	88.33	0.5	1.5	$Y=554.19X+120.02$	0.9971	
磺胺类	甲氧吡啶	91.08	0.3	0.9	$Y=17226.60X+8675.77$	0.9930	77.69	1.0	3.0	$Y=3480.09X+312.78$	0.9987
	磺胺醋酰	96.67	0.3	0.9	$Y=10680.90X+3011.46$	0.9966	89.64	1.0	3.0	$Y=571.89X+118.31$	0.9966
	磺胺二甲基异噻啶	101.48	0.3	0.9	$Y=20531.60X+12544.80$	0.9950	86.23	0.9	2.7	$Y=4069.21X+1165.19$	0.9963
	磺胺二甲基噻啶	101.99	0.9	2.7	$Y=2991.21X+2381.75$	0.9917	105.38	1.5	4.5	$Y=380.07X+1905.28$	0.9916
	磺胺噻唑	110.49	0.3	0.9	$Y=17797.80X-10674.70$	0.9909	88.00	0.6	1.8	$Y=1941.03X+24.00$	0.9983
	磺胺甲基噻啶	102.72	0.3	0.9	$Y=6203.04X+652.97$	0.9980	79.12	0.5	1.5	$Y=664.69X+28.79$	0.9991
	磺胺吡啶	99.33	0.3	0.9	$Y=17866.60X+5389.94$	0.9960	92.83	1.5	4.5	$Y=2622.89X+148.47$	0.9974
	磺胺噻啶	104.33	0.5	1.5	$Y=4297.21X+788.66$	0.9984	79.52	0.9	2.7	$Y=388.45X-66.31$	0.9962
	磺胺二甲恶唑	90.69	0.3	0.9	$Y=12332.70X+4093.56$	0.9969	75.99	0.9	2.7	$Y=770.17X-606.69$	0.9907
	磺胺二甲异恶唑	94.06	0.6	1.8	$Y=1481.27X+505.01$	0.9926	65.75	1.5	4.5	$Y=102.54X-44.36$	0.9924
	磺胺曲沙唑	88.13	0.6	1.8	$Y=1550.58X+486.39$	0.9968	68.95	1.5	4.5	$Y=117.36X-8.33$	0.9921
	磺胺甲噻二唑	96.13	0.3	0.9	$Y=15295.80X+6622.61$	0.9947	70.92	1.0	3.0	$Y=1225.35X-110.82$	0.9991
	磺胺间甲氧噻啶	84.38	0.6	1.8	$Y=4178.09X+1692.54$	0.9946	69.18	1.0	3.0	$Y=303.09X+88.72$	0.9964
	磺胺对甲氧噻啶	88.91	0.6	1.8	$Y=21238.40X+9490.08$	0.9936	78.01	0.9	2.7	$Y=2105.87X-128.66$	0.9981
	磺胺邻二甲氧噻啶	93.24	0.3	0.9	$Y=23429.70X+10656.80$	0.9961	65.27	0.9	2.7	$Y=2303.38X+729.96$	0.9933
	磺胺间二甲氧噻啶	91.23	0.3	0.9	$Y=20454.80X+8469.14$	0.9969	79.04	1.0	3.0	$Y=2166.16X+338.72$	0.9981
	磺胺甲恶唑	90.95	0.3	0.9	$Y=21791.70X+6415.13$	0.9970	74.66	0.6	1.8	$Y=1249.77X+543.41$	0.9910



表 2(续)

药物种类	药物名称	猪肉					猪肝				
		ME /%	LODs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	线性方程	相关系数 ( $r^2$ )	ME /%	LODs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQs /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	线性方程	相关系数 ( $r^2$ )
	酞磺胺噻唑	79.52	1.5	4.5	$Y=82.20X+63.57$	0.9919	119.70	0.2	0.6	$Y=13.16X+5.43$	0.9904
	磺胺苯酰	81.08	0.3	0.9	$Y=2370.52X+945.25$	0.9954	102.61	1.0	3.0	$Y=149.77X-22.36$	0.9941
	磺胺喹噁啉	72.17	0.3	0.9	$Y=5490.73X+2137.37$	0.9920	82.04	1.0	3.0	$Y=525.97X+126.73$	0.9967
	磺胺苯吡唑	78.73	0.3	0.9	$Y=4010.75X+1274.57$	0.9981	78.30	0.6	1.8	$Y=422.20X+7.51$	0.9961
林可酰胺类	林可霉素	461.58	0.3	0.9	$Y=16708.30X+4018.03$	0.9944	108.64	0.6	1.8	$Y=6674.79X+660.77$	0.9958
	克林霉素	79.80	0.3	0.9	$Y=15444.60X+12861.50$	0.9979	94.67	0.5	1.5	$Y=4808.74X+1568.68$	0.9983
大环内酯类	加米霉素	111.56	0.9	2.7	$Y=610.85X+261.71$	0.9937	127.10	1.5	4.5	$Y=202.59X+149.34$	0.9913
	替米考星	79.52	0.6	1.8	$Y=1253.54X+303.44$	0.9966	79.16	0.3	0.9	$Y=423.58X+1.36$	0.9941
	泰乐菌素	79.11	0.3	0.9	$Y=4734.96X+1477.32$	0.9939	67.83	0.2	0.6	$Y=1352.87X+619.22$	0.9936
	红霉素	138.55	0.6	1.8	$Y=5431.00X+1960.12$	0.9925	82.24	0.5	1.5	$Y=1006.44X+311.46$	0.9974
	罗红霉素	72.14	0.9	2.7	$Y=1011.07X+290.83$	0.9919	78.47	0.3	0.9	$Y=218.97X+161.84$	0.9901
	阿奇霉素	80.37	0.3	0.9	$Y=737.48X+527.41$	0.9920	77.18	0.5	1.5	$Y=245.71X+62.49$	0.9940
	麦迪霉素	92.99	0.3	0.9	$Y=9960.74X+2839.60$	0.9961	73.25	0.3	0.9	$Y=3514.65X+392.22$	0.9987
截短侧耳类	泰妙菌素	128.58	0.3	0.9	$Y=26696.40X+14747.30$	0.9918	81.63	0.5	1.5	$Y=5716.02X+1568.75$	0.9982
四环素类	四环素	102.62	0.6	1.8	$Y=10804.90X-3974.73$	0.9951	85.32	0.6	1.8	$Y=1381.56X+106.49$	0.9986
	土霉素	91.47	1.5	4.5	$Y=5540.71X+177.26$	0.9982	80.31	0.5	1.5	$Y=1179.25X+92.56$	0.9920
	金霉素	59.68	1.5	4.5	$Y=495.48X+56.87$	0.9907	78.00	1.5	4.5	$Y=202.73X+137.31$	0.9918
	强力霉素	107.97	0.9	2.7	$Y=3731.46X+3445.47$	0.9936	115.89	0.9	2.7	$Y=1099.29X+3091.51$	0.9913

表 3 猪肉及猪肝中 56 种抗生素平均回收率和批内 RSDs ( $n=6$ )、批间 RSDs ( $n=18$ ) (%)Table 3 Recovery rates of 56 kinds of antibiotics in pork and swine liver added at 3 levels, intra-RSDs ( $n=6$ ) and inter-RSDs ( $n=18$ ) (%)

药物种类	药物名称	猪肉样品添加水平									猪肝样品添加水平								
		5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$			10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$			50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$			5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$			10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$			50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$		
		回收率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收率	批内 RSDs	批间 RSDs
喹诺酮类	吡哌酸	62.46	6.43	14.55	72.38	4.86	8.23	69.04	3.91	6.43	60.73	5.98	13.77	68.74	5.66	11.57	71.45	2.88	4.33
	诺氟沙星	64.11	7.82	15.25	74.86	5.77	9.62	67.82	3.69	7.92	66.93	3.59	8.88	70.16	3.79	5.41	71.41	4.01	7.99
	氧氟沙星	81.49	10.85	26.64	90.13	5.65	7.78	78.91	4.82	9.40	81.82	10.47	15.65	76.86	5.50	8.39	83.55	4.18	10.41
	氟罗沙星	76.89	7.72	12.45	89.31	5.52	7.17	77.01	4.45	10.04	87.68	6.29	10.78	79.90	6.56	8.62	88.04	5.61	8.97
	培氟沙星	77.16	6.96	14.98	87.26	5.87	8.78	79.65	5.16	8.18	88.69	9.48	10.61	77.16	5.61	11.39	83.08	4.44	8.16
	麻保沙星	75.10	5.02	10.82	83.82	5.62	7.13	76.65	4.74	8.74	85.94	6.50	8.87	77.53	6.31	9.84	86.26	4.09	5.97
	环丙沙星	65.23	7.51	15.51	73.83	5.63	8.63	67.35	4.01	12.17	66.86	5.21	7.58	71.79	3.86	6.83	72.69	4.65	7.92
	洛美沙星	72.41	6.07	9.46	79.92	4.15	6.06	72.99	5.73	11.37	78.29	4.22	6.63	73.54	5.39	8.01	80.87	2.56	4.50
	达氟沙星	63.01	6.53	14.95	72.33	4.54	9.11	83.83	5.96	10.13	78.85	4.29	5.77	75.76	6.48	8.99	82.28	3.82	6.53
	恩诺沙星	80.33	7.29	9.89	84.93	6.34	7.63	80.71	5.40	8.51	85.34	9.67	13.47	75.47	4.99	7.94	84.08	5.48	7.71
	奥比沙星	80.15	5.81	7.87	86.02	3.22	5.35	81.74	3.98	8.85	85.99	5.94	9.72	75.78	4.62	8.13	85.92	4.70	6.35
	克林沙星	74.51	8.35	16.45	58.57	5.90	11.46	60.00	4.28	8.83	58.12	4.48	9.27	65.02	7.44	12.64	65.01	6.16	10.95
	沙拉沙星	56.43	8.54	14.15	74.11	6.27	9.60	72.86	5.37	12.86	69.80	5.28	11.67	66.66	4.90	7.68	71.09	3.62	7.96
	司帕沙星	67.19	7.02	12.99	69.34	4.52	6.84	70.93	3.15	10.82	72.36	6.25	9.51	72.26	9.07	17.39	75.04	8.18	16.27
	二氟沙星	62.43	7.92	11.27	85.77	4.64	5.73	80.42	4.54	11.26	78.26	7.89	10.09	73.37	4.86	7.47	80.91	4.12	6.02
	西他沙星	81.50	8.99	17.65	53.85	4.82	12.69	57.45	4.07	8.55	71.29	5.42	11.34	55.72	10.47	19.04	63.77	5.71	14.28
	那氟沙星	60.04	5.20	10.05	78.50	5.56	9.57	79.06	4.31	17.36	86.74	15.24	20.35	92.49	14.28	31.26	95.30	13.35	25.60
	萘啶酸	70.07	4.93	7.04	86.18	5.21	6.32	87.51	5.03	8.69	80.75	6.94	13.01	76.12	4.33	6.26	80.62	5.81	8.86
	吡咯酸	85.88	4.19	6.38	73.09	3.96	7.14	78.38	4.33	6.39	79.09	5.96	9.63	62.06	8.35	16.28	66.21	5.01	9.88
	恶喹酸	70.63	4.14	5.39	87.42	4.73	6.68	87.88	3.33	6.25	85.26	7.43	11.74	83.02	5.48	7.01	81.68	6.41	8.88
氟甲喹	82.82	3.74	6.18	78.97	4.48	7.51	86.37	4.06	4.54	85.65	4.17	14.46	76.96	6.60	11.77	85.69	4.32	9.23	

表 3(续)

药物 种类	药物 名称	猪肉样品添加水平									猪肝样品添加水平								
		5.0 µg/kg			10.0 µg/kg			50.0 µg/kg			5.0 µg/kg			10.0 µg/kg			50.0 µg/kg		
		回收 率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收 率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收 率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收 率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收 率	批内 RSDs	批间 RSDs	回收 率	批内 RSDs	批间 RSDs
磺胺类	甲氧苄啶	78.36	5.43	8.06	83.01	4.49	6.49	77.36	3.66	5.52	83.27	6.34	9.08	72.07	5.51	8.87	79.31	3.75	6.59
	磺胺醋酰	82.76	2.38	17.13	84.80	2.27	3.42	84.80	5.32	7.25	61.76	4.30	14.16	57.98	5.22	10.67	56.78	4.54	11.40
	磺胺二甲 基异噁啉	106.59	4.18	6.52	81.03	2.86	4.65	77.31	2.19	5.59	67.73	7.32	18.55	62.19	5.86	11.06	62.05	5.48	11.21
	磺胺二甲 基噁啉	81.81	4.40	5.86	93.83	2.36	5.84	77.04	1.93	4.66	124.41	19.72	17.85	87.93	15.55	19.52	61.00	6.22	15.53
	磺胺噻唑	89.98	4.37	5.19	85.20	4.20	6.60	78.01	2.48	4.98	64.33	8.22	16.75	63.17	4.96	9.57	62.26	5.67	9.62
	磺胺甲 基噁啉	85.55	2.38	5.50	77.00	2.56	5.24	78.03	1.17	7.23	73.56	7.23	13.84	61.64	4.96	9.33	61.46	6.61	11.24
	磺胺吡啶	83.31	2.82	5.69	80.14	3.13	4.73	79.18	2.73	7.45	59.08	9.46	19.43	62.22	5.73	10.43	65.74	6.86	9.82
	磺胺噻 唑	86.59	3.32	6.03	83.21	3.35	6.62	79.00	2.12	5.31	65.50	5.74	16.09	56.67	5.91	11.69	59.24	5.08	10.17
	磺胺二甲 恶唑	84.07	2.33	3.56	82.02	3.70	6.69	77.19	2.71	4.67	98.23	8.32	15.19	77.90	7.00	4.11	120.05	14.40	19.80
	磺胺二甲 异恶唑	81.75	3.16	10.42	67.13	2.84	8.88	61.66	1.95	11.14	68.23	9.19	22.85	52.97	8.29	17.79	64.52	8.53	17.01
	磺胺曲 沙唑	72.00	6.67	8.51	80.48	6.22	9.11	81.76	3.61	7.93	64.81	11.83	24.93	61.58	8.01	9.74	59.41	5.48	9.93
	磺胺甲 噻二唑	79.89	6.43	9.90	82.37	5.15	6.73	80.88	4.22	7.01	50.05	8.27	19.80	49.84	8.07	12.64	45.68	7.60	19.36
	磺胺间 甲氧噁啉	75.64	3.91	5.64	75.64	2.26	5.58	74.18	1.65	9.31	63.14	11.10	19.39	60.26	8.00	12.60	60.79	6.93	9.94
	磺胺对 甲氧噁啉	79.93	5.14	7.47	82.15	3.78	6.79	76.03	2.98	5.19	65.34	6.84	16.10	58.49	6.61	12.48	60.51	7.18	11.97
	磺胺邻 二甲氧噁啉	84.64	4.61	6.46	83.46	3.43	5.65	78.53	2.13	6.85	72.81	7.45	14.20	62.46	8.08	13.82	60.13	7.30	12.85
	磺胺间 二甲氧噁啉	89.67	4.28	6.75	86.77	3.96	6.57	78.25	2.34	8.81	62.19	5.57	12.84	58.15	4.24	9.39	50.04	7.11	15.40
	磺胺甲 恶唑	76.02	4.68	6.69	78.10	4.86	7.11	76.41	3.34	5.80	67.27	9.55	20.45	58.91	6.58	11.63	57.73	6.63	11.64
	酞磺胺 噻唑	78.21	4.56	6.96	78.84	3.98	7.02	79.23	2.90	5.59	101.56	18.20	26.47	79.98	18.45	15.93	68.89	12.74	20.52
	磺胺苯 酰	65.98	6.70	16.69	78.63	7.72	15.68	76.32	6.46	12.90	59.87	10.26	23.00	57.49	5.27	10.63	59.83	6.27	12.75
	磺胺喹 噁啉	69.27	5.44	8.49	71.96	4.30	6.55	74.35	4.49	8.18	42.14	5.92	19.54	45.57	3.23	8.41	40.29	5.33	17.21
磺胺苯 吡唑	62.01	7.11	9.66	60.92	4.65	10.00	67.26	3.14	8.91	54.71	11.77	25.08	50.49	4.76	10.23	50.47	7.88	15.93	
林可酰 胺类	林可霉素	73.54	6.34	10.04	71.61	4.16	7.92	72.67	4.22	9.50	37.45	7.86	27.52	34.29	9.02	18.60	33.65	5.47	21.01
	克林霉素	66.09	6.07	11.77	76.65	6.28	7.66	69.96	5.72	10.07	77.56	8.31	16.35	68.43	13.88	8.38	71.92	2.34	5.27
大环内 酯类	加米霉素	65.12	7.31	21.56	72.64	5.62	7.71	66.38	8.26	18.41	67.42	11.09	21.51	77.33	14.07	18.39	77.71	4.85	9.95
	替米考星	52.56	7.98	21.69	71.55	6.43	11.57	57.51	3.17	14.81	67.36	9.25	15.75	73.84	6.30	20.74	74.29	5.86	8.64
	泰乐菌素	62.57	8.76	18.63	77.08	7.62	10.37	68.45	5.01	9.25	40.61	3.74	17.84	28.13	6.02	22.03	30.04	2.50	8.47
	红霉素	41.36	7.57	23.50	53.01	7.33	15.78	42.94	6.17	17.19	65.73	7.42	13.19	72.58	7.19	14.47	76.36	4.41	7.34
	罗红霉素	68.21	8.22	17.94	82.35	6.90	10.47	76.93	5.22	13.86	54.85	9.17	21.72	57.32	5.72	16.11	66.74	3.69	7.89
	阿奇霉素	71.28	6.57	16.75	81.91	7.10	9.82	79.02	9.61	14.62	63.17	8.34	19.28	58.32	11.31	13.30	69.46	5.18	9.44
麦迪霉素	68.71	8.09	14.73	74.32	6.60	9.98	70.14	5.45	18.63	35.40	5.76	13.88	39.29	4.92	14.85	38.24	4.24	11.53	
截短侧 耳类	泰妙菌素	56.09	7.67	16.65	68.05	5.41	11.03	54.11	6.23	18.07	54.74	6.64	16.16	49.18	8.98	15.29	57.05	5.32	11.92
四环 素类	四环素	75.23	6.07	9.10	72.50	9.31	10.01	71.89	6.86	16.81	46.35	3.45	11.45	52.46	5.31	11.69	53.87	3.79	6.97
	土霉素	49.56	3.38	22.93	61.33	3.51	7.12	52.15	3.31	11.00	62.86	11.93	22.55	66.97	6.38	10.07	64.69	5.98	14.84
	金霉素	62.65	4.20	16.41	70.63	3.08	7.66	58.88	4.14	10.52	63.54	8.63	17.29	42.61	3.92	17.97	88.81	10.26	20.97
	多西环素	43.28	4.40	19.63	51.32	6.64	15.96	44.04	4.76	16.24	111.83	16.69	24.05	84.24	13.73	18.54	70.58	5.78	17.71

## 2.4 实际样品的检测

使用该方法检测青岛市采集到的 20 份猪肉和 13 份猪肝,检测结果显示,所有猪肉样品未检出 6 类 56 种目标药物残留;1 份猪肝样品中检测出恩诺沙星残留,检测浓度为 2.20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。根据 GB 31650—2019 限量标准与农业部第 2292 号公告,猪肝中恩诺沙星最大残留限量为 200  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,所检出的 1 份猪肝样品抗生素残留量未超标。

## 2.5 与我国现行检测方法的比较

与我国现行检测猪肉和猪肝中喹诺酮类、磺胺类、大环内酯类、林可酰胺类、四环素类等抗生素残留的方法相比(表 4),本研究建立的方法灵敏度高、检测药物种类多。检测猪肉和猪肝中通过样品检测证明,本方法灵敏度高,准确性好,特异性强,可满足猪肝和猪肉样品样品中喹诺酮类、磺胺类、四环素类、大环内酯类、林可酰胺类、截短侧耳类 6 类 56 种抗生素的检测和风险监测的需求。

表 4 本研究主要检测参数与相关中国国标方法比较  
Table 4 Comparison of main detection parameters of this study with relevant Chinese national standards

检测方法	目标药物种类	LODs/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	LOQs/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$
本研究方法	喹诺酮类(21 种)、磺胺类(21 种)、林可酰胺类(2 种)、大环内酯类(7 种)、截短侧耳类(1 种)和四环素类(4 种)6 类 56 种抗生素	0.2~2.0	0.6~4.5
GB 31658.17—2021	磺胺类(4 种)、喹诺酮类(13 种)和四环素类(4 种)共 3 类 36 种抗生素	2.0	10.0
GB/T 21312—2007	喹诺酮类(14 种)抗生素	2.0~5.0	3.0~10.0
GB/T 21316—2007《动物源性食品中磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》	磺胺类(23 种)抗生素	-	50.0
GB 29685—2013《食品安全国家标准 动物性食品中林可霉素、克林霉素和大观霉素多残留的测定 气相色谱质谱法》	林可酰胺类(2 种)	15.0	20.0
GB/T 20762—2006《畜禽肉中林可霉素、竹桃霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、克林霉素、螺旋霉素、吉它霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》	大环内酯类(9 种)	1.0	-

注: -表示标准未规定数值。

## 3 结论

本研究建立可检测猪肉和猪肝中喹诺酮类、磺胺类、大环内酯类、林可酰胺类、四环素、截短侧耳类 6 类 56 种抗生素残留的 UPLC-MS/MS 方法,重点优化了液相条件和前处理方法。使用两种提取液提取样品中目标药物,即首先使用 2 mL EDTA-McIlvaine 缓冲液、1.5 mL 甲醇、4.5 mL 乙腈,再使用 8 mL 乙腈,实现对猪肉和猪肝中不同理化性质的抗生素高效提取。对不同的去脂方法进行比较,确定使用 2.5 mL 正己烷去除 5 mL 上样液中的脂类,在有效去脂的同时显著提升检测速率。本研究使用猪肉作为样品,对固相萃取净化方法进行优化,先后使用 3 mL 水和 3 mL 5% 甲醇溶液淋洗 HLB 固相萃取柱,有效保留目标抗生素的同时减少杂质的干扰。

方法学验证证明,该方法同样适用于猪肝中多类抗生素的检测,且该方法的灵敏度、回收率、重复性和检测药物种类优于多种猪肝中抗生素残留的检测方法<sup>[14,30-31]</sup>。检测猪肉和猪肝样品中 56 种目标药物时,该方法净化效果好,目标药物回收率高,批内和批间相对标准偏差较低,

方法稳定可靠。通过检测市售猪肉和猪肝样品证明,该方法灵敏准确,适用于猪肉和猪肝中 6 类 56 种抗生素残留的检测,可满足肉制品品质检验和风险监测的需求。

## 参考文献

- [1] 畜牧兽医局. 对十三届全国人大二次会议第 5771 号建议的答复 [EB/OL]. [2019-08-29]. [http://www.moa.gov.cn/govpublic/xmsyj/201908/t20190829\\_6326862.htm](http://www.moa.gov.cn/govpublic/xmsyj/201908/t20190829_6326862.htm) [2024-05-05].  
Animal Husbandry and Veterinary Bureau. Reply to recommendation No. 5771 of the Second Session of the Thirteenth National People's Congress [EB/OL]. [2019-08-29]. [http://www.moa.gov.cn/govpublic/xmsyj/201908/t20190829\\_6326862.htm](http://www.moa.gov.cn/govpublic/xmsyj/201908/t20190829_6326862.htm) [2024-05-05].
- [2] 李永秋, 周贵德. 抗生素在兽医临床上应用存在的问题及其对策[J]. 养殖技术顾问, 2012(4): 243.  
LI YQ, ZHOU GD. Problems and countermeasures of antibiotics in veterinary clinical application [J]. Technol Advisor Anim Husb, 2012(4): 243.
- [3] ABDALLAH H, ARNAUDGUILHEM C, JABER F, et al. Multiresidue analysis of 22 sulfonamides and their metabolites in animal tissues using quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe extraction and high resolution mass spectrometry (hybrid linear ion trap-Orbitrap) [J]. J Chromatogr A, 2014, 1355: 61-72.

- [4] JI X, XU Y, WANG J, *et al.* Multiresidue determination of antibiotics in ready-to-eat duck eggs marketed through e-commerce stores in China and subsequent assessment of dietary risks to consumers [J]. *J Food Sci*, 2021, 86(5): 2145–2162.
- [5] 食品药品监管总局办公厅. 食品药品监管总局办公厅关于印发国家食品安全监督抽检实施细则(2018 年版)的通知[EB/OL]. [2018-01-18]. [https://www.gov.cn/xinwen/2018-01/24/content\\_5260165.htm](https://www.gov.cn/xinwen/2018-01/24/content_5260165.htm) [2024-05-07]. China Food and Drug Administration. Notice of the CFDA on printing and distributing the implementation rules for national food safety supervision and sampling inspection (2018 Edition) [EB/OL]. [2018-01-18]. [https://www.gov.cn/xinwen/2018-01/24/content\\_5260165.htm](https://www.gov.cn/xinwen/2018-01/24/content_5260165.htm) [2024-05-07]
- [6] 姜文华, 韦立毅, 邱晋, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肉中 93 种兽药和违禁化合物[J]. *现代预防医学*, 2020, 47(8): 1477–1483. JIANG WH, WEI LY, QIU J, *et al.* Determination of 93 veterinary drugs and prohibited chemicals in pork by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Mod Prev Med*, 2020, 47(8): 1477–1483.
- [7] DASENAKI ME, THOMAIDIS NS. Multi-residue determination of 115 veterinary drugs and pharmaceutical residues in milk powder, butter, fish tissue and eggs using liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Anal Chim Acta*, 2015, 880: 103–121.
- [8] 李佩, 李银峰, 王杰晶, 等. 固相萃取技术在药物分析中的应用[J]. *现代药物与临床*, 2013, 28(2): 261–264. LI P, LI YF, WANG JJ, *et al.* Application of solid-phase extraction technology in pharmaceutical analysis [J]. *Drugs Clinic*, 2013, 28(2): 261–264.
- [9] 陈容, 刘育彤, 王泽林, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中的 67 种禁用药物[J]. *食品安全质量检测学报*, 2023, 14(7): 226–234. CHEN R, LIU YX, WANG ZL, *et al.* Determination of 67 kinds of prohibited drugs in poultry eggs by solid phase extraction coupled with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2023, 14(7): 226–234.
- [10] PONTES FLD, GASPARETTO JC, DE-FRANCISCO TMG, *et al.* Development and validation of a multiclass method for the analysis of veterinary drug residues in eggs using liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Anal Method*, 2017, 10: 1063–1077.
- [11] 梁素丹, 陈剑刚, 张艳. 全自动固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定动物肌肉中喹诺酮类和四环素类兽药残留[J]. *中国食品卫生杂志*, 2018, 30(2): 151–157. LIANG SD, CHEN JG, ZHANG Y. Simultaneous determination of 19 sulfonamides drugs residues in pig liver by pass-through solid phase extraction coupled with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Food Hyg*, 2018, 30(2): 151–157.
- [12] 王展华, 王一涵, 施贝, 等. 通过式固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肝中 19 种磺胺类兽药残留[J]. *安徽农业科学*, 2022, 50(18): 159–164. WANG ZH, WANG YH, SHI B, *et al.* Simultaneous determination of 19 sulfonamide veterinary drug residues in pig liver by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2022, 50(18): 159–164.
- [13] 张华锋, 罗纲, 张瑞芳, 等. 液质联用法同时测定猪肉中磺胺类和喹诺酮类药物残留[J]. *食品安全导刊*, 2024(17): 79–83. ZHANG HF, LUO G, ZHANG RF, *et al.* Simultaneous determination of sulfonamides and quinolones residues in pork by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2024(17): 79–83.
- [14] 牛蓉, 秦丽波, 李远恒, 等. 猪肉及猪肝中四环素类药物残留量测定的高效液相色谱法[J]. *中国兽药杂志*, 2023, 57(11): 55–61. NIU R, QIN LB, LI YH, *et al.* Determination of tetracyclines residues in pork meat and pork liver by high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Vet Drug*, 2023, 57(11): 55–61.
- [15] 王宏宇. 猪组织中多类抗菌药物多残留检测方法研究[D]. 天津: 天津农学院, 2021. WANG HY. Study on the detection method of multiple antibacterial drugs and multiple residues in pig tissue [D]. Tianjin: Tianjin Agricultural University, 2021.
- [16] MOL HGJ, PLAZA-BOLAÑOS P, ZOMER P, *et al.* Toward a generic extraction method for simultaneous determination of pesticides, mycotoxins, plant toxins, and veterinary drugs in feed and food matrixes [J]. *Anal Chem*, 2008, 80(24): 9450–9459.
- [17] 富玥. 高效液相色谱-串联质谱法检测猪肝中硝基咪唑类药物残留量[J]. *现代食品*, 2022, 28(3): 171–175. FU Y. Determination of nitroimidazole residues in pig liver by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Mod Food*, 2022, 28(3): 171–175.
- [18] 张朋杰, 张宪臣, 李云松, 等. QuEChERS 结合超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱法快速测定禽畜肉中 157 种农药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2022, 13(16): 5391–5400. ZHANG PJ, ZHANG XC, LI YS, *et al.* Rapid determination of 157 kinds of pesticide residues in livestock and poultry meat by QuEChERS combined with ultra performance liquid chromatography-quadrupole/electrostatic field orbitrap high resolution mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2022, 13(16): 5391–5400.
- [19] 冯丽凤. 液相色谱-串联质谱法测定禽畜肉中左旋咪唑的含量[J]. *广东化工*, 2020, 47(4): 173–175. FENG LF. Determination of levamisole in livestock meat by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2020, 47(4): 173–175.
- [20] 张静, 马丽娜, 刘茵茵, 等. 联合净化法结合高效液相色谱-串联质谱同时测定鸽蛋中 5 类 24 种兽药残留[J/OL]. *中国家禽*, 1-8. [2024-10-28]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/32.1222.s.20240702.1806.008.html> ZHANG J, MA LN, LIU YY, *et al.* Simultaneous determination of 5 kinds of 24 veterinary drug residues in pigeon eggs by combined purification method coupled with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J/OL]. *China Poultry*, 1-8. [2024-10-28]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/32.1222.s.20240702.1806.008.html>
- [21] 秦立得, 赵思俊, 宋翠平. QuEChERS 法在兽药残留检测中的优化与应用[J]. *中国动物检疫*, 2020, 37(12): 98–107. QIN LD, ZHAO SJ, SONG CP. Optimization and application of QuEChERS in detection of veterinary drug residues [J]. *China Anim Health Inspect*, 2020, 37(12): 98–107.
- [22] 庞小莲, 刘吉成, 黎美莲, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定畜禽肉及其内脏中四环素类兽药残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(15): 4089–4098.

- PANG XL, LIU JC, LI ML, *et al.* Determination of tetracycline veterinary drug residues in livestock and poultry meat and its visceral by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(15): 4089–4098.
- [23] DECHENG S, PEILONG W, YANG L, *et al.* Simultaneous determination of antibiotics and amantadines in animal-derived feedstuffs by ultra performance liquid chromatographic-tandem mass spectrometry [J]. *J Chromatogr B*, 2018, 1095: 183–190.
- [24] 方从容, 高洁, 王雨昕, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中 125 种兽药残留[J]. *色谱*, 2018, 36(11): 1119–1131.  
FANG CR, GAO J, WANG YX, *et al.* Determination of 125 veterinary drugs residues in eggs by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2018, 36(11): 1119–1131.
- [25] 金明, 周围, 刘红卫, 等. 超高压液相色谱质谱联用法同时测定牛肝中七种磺胺类药物[J]. *分析实验室*, 2009, 28(2): 16–20.  
JIN M, ZHOU W, LIU HW, *et al.* Simultaneous determination of 7 sulfonamide residues in cow liver by ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2009, 28(2): 16–20.
- [26] 范莹莹, 其鲁, 杨树民. 高效液相色谱-质谱联用法检测猪肉中 5 种青霉素的残留量[J]. *分析实验室*, 2007, 26(12): 76–79.  
FAN YY, QI L, YANG SM. Determination of 5 penicillin residues in pork by HPLC/MS/MS (trap) [J]. *Chin J Anal Lab*, 2007, 26(12): 76–79.
- [27] JI J, ZHANG Y, WANG J. Rapid detection of nine synthetic cathinones in blood and urine by direct analysis in real-time-tandem mass spectrometry [J]. *Rapid Commun Mass Sp*, 2021, 35(15): e9136.
- [28] 张丽芳, 肖璵, 李宁, 等. 液相色谱-串联质谱法测定猪可食用组织中氨茶碱残留[J]. *食品与机械*, 2023, 39(7): 62–67.  
ZHANG LF, XIAO J, LI N, *et al.* Determination of aminophylline residues in edible tissues of pig by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Mach*, 2023, 39(7): 62–67.
- [29] FRENICH AG, AGUILERA-LUIZ M, VIDAL JLM, *et al.* Comparison of several extraction techniques for multiclass analysis of veterinary drugs in eggs using ultra-high pressure liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Anal Chim Acta*, 2010, 661(2): 150–160.
- [30] 王玲, 林柯璐. 超相液相色谱-串联质谱法测定鲜猪肉中 8 种磺胺类药物残留[J]. *食品安全导刊*, 2021(29): 100–102.
- WANG L, LIN KL. Determination of eight sulfonamide drug residues in fresh pork by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2021(29): 100–102.
- [31] 刘善菁, 陆桂萍, 刘雨昕, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定猪肝中 4 种四环素类药物残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(11): 4379–4387.  
LIU SJ, LU GP, LIU YX, *et al.* Determination of 4 kinds of tetracyclines residues in swine liver by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(11): 4379–4387.

(责任编辑: 安香玉 蔡世佳)

## 作者简介



刘晓晔, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: 2772637180@qq.com



张柏铭, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: zhangbaiming@caheec.cn



万思敬, 高级兽医师, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: 1061400659@qq.com



秦立得, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: qinlide@caheec.cn