

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20250331006

引用格式: 钱秀荣, 徐梦媛, 石飞云, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定预制菜中 6 种喹诺酮类抗生素和强力霉素残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(12): 133–139.

QIAN XR, XU MY, SHI FY, *et al.* Determination of 6 kinds of quinolones and doxycycline residues in prepared dishes by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(12): 133–139. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱-串联质谱法测定预制菜中 6 种喹诺酮类抗生素和强力霉素残留量

钱秀荣, 徐梦媛, 石飞云, 王君君, 陈志永, 黎俊宏*

(常州市疾病预防控制中心, 常州 213001)

摘 要: 目的 建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定预制菜中喹诺酮类抗生素(恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、培氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星)和强力霉素残留量。**方法** 使用 84%乙腈水溶液(1%冰乙酸)为提取溶液, 以 Oasis Prime-HLB 固相萃取柱净化富集, 收集全部流出液, 氮吹近干, 加入 1 mL 复溶液 10%甲醇水溶液(含 1%冰乙酸)涡旋溶解, 取上清过 0.22 μm 微孔滤膜, 经 Waters ACQUITY UPLC TM BEH C₁₈ 柱(100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm)分离, 以甲醇和 0.1%甲酸水溶液为流动相, 电离方式为喷雾正离子模式, 采用多反应监测模式通过高效液相色谱-串联质谱仪进行分析。**结果** 7 种抗生素在考察浓度范围内线性关系良好($r>0.9990$), 方法检出限为 0.03~0.24 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 0.09~0.72 $\mu\text{g/kg}$, 加标回收率为 84.5%~114.0%, 相对标准偏差为 1.1%~4.1%。**结论** 本研究所建立的方法方便快捷、准确度高、稳定性好, 能够对预制菜中 6 种喹诺酮类兽药残留及强力霉素残留进行定量分析。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; 预制菜; 抗生素; 喹诺酮类; 强力霉素

Determination of 6 kinds of quinolones and doxycycline residues in prepared dishes by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

QIAN Xiu-Rong, XU Meng-Yuan, SHI Fei-Yun, WANG Jun-Jun, CHEN Zhi-Yong, LI Jun-Hong*

(Changzhou Center for Disease Control and Prevention, Changzhou 213001, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of quinolones antibiotics (enrofloxacin, ciprofloxacin, norfloxacin, pefloxacin, ofloxacin, lomefloxacin) and doxycycline residues in prepared dishes by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Methods** The 84% acetonitrile

收稿日期: 2025-03-31

基金项目: 2024 年常州市卫健委青年人才科技项目(QN202463); 江苏省第六期“333 高层次人才培养工程”第三层次培养对象项目[(2022)3-4-163]; 常州市“十四五”卫生健康高层次人才培养工程-拔尖人才项目(2022CZBJ099); 常州市科技计划资助项目(CJ20242056); 南京医科大学常州公共卫生高等研究院开放课题基金项目(CPHN202302)

第一作者: 钱秀荣(1990—), 女, 硕士, 实验师, 主要研究方向为卫生检验。E-mail: 1352364825@qq.com

*通信作者: 黎俊宏(1982—), 男, 硕士, 副主任技师, 主要研究方向为卫生检验及管理。E-mail: 41788950@qq.com

aqueous solution (1% ice acetic acid) was used as extraction solution, Oasis Prime-HLB solid phase extraction column was used to purify and concentrate, all the eluents were collected, nitrogen-blown to nearly dry, and 1 mL of complex solution 10% methanol aqueous solution (containing 1% ice acetic acid) was added to vortex dissolve, and 0.22 μm microporous filter membrane was taken as supernatant. The Waters ACQUITY UPLC TM BEH C₁₈ column (100 mm $\times$ 2.1 mm, 1.7 μm) was separated, methanol and 0.1% formic acid aqueous solution were used as mobile phase, ionization mode was spray positive ion mode, and the analysis was performed by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry using multiple reaction detection mode. **Results** The linear correlation of the 7 kinds of antibiotics was good ($r>0.9990$). The limits of detection were 0.03–0.24 $\mu\text{g/kg}$ and the limits of quantitation were 0.09–0.72 $\mu\text{g/kg}$. The recoveries were 84.5%–114.0% and the relative standard deviations were 1.1%–4.1%. **Conclusion** The method established in this study is convenient, rapid, accurate and stable, and can be used for quantitative analysis of 6 kinds of quinolone veterinary drug residues and doxycycline residues in prepared dishes.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; prepared dishes; antibiotics; quinolones; doxycycline

0 引言

预制菜是以一种或多种农产品为主要原料,运用标准化流水作业,通过预加工(分切、搅拌、腌制、滚揉成型等)和/或预烹调(炒、炸、烤、煮、蒸等)制成,并进行预包装的成品或者半成品菜肴^[1-2]。预制菜按原料可分成肉类、水产类、蔬菜菌菇类、面点类等,预制菜因成本比较低,而且能满足居家或办公用餐等需求,所以比较受欢迎,而肉类菜肴加工相对复杂,其在预制菜市场中更占据着重要地位^[3-4]。因此越来越多的人关注到肉类预制菜的食品安全风险。而肉类预制菜中的抗生素问题也日渐显著,而长期摄入抗生素超标的预制菜可能会对人体造成严重影响^[5-7]。

肉类食品中可能存在的抗生素主要包括 β -内酰胺类、氨基糖苷类、四环素类、喹诺酮类、氯霉素类、磺胺类、硝基呋喃类、大环内酯类等^[8-9]。这些抗生素在畜禽养殖过程中被广泛使用,主要是为了预防和控制疾病,以及保障食品安全和人体健康。其中喹诺酮类抗生素是一类人工合成的广谱性抗菌类抗生素,不仅吸收效果好,而且毒性较低^[10-11];四环素类除了有广谱的抗菌作用,还有改善饲料利用率的作用,它在畜牧业中常被用作饲料添加剂以促进动物生长,缩短饲养周期^[12-13],这两类抗生素在各种禽类动物的应用上十分广泛。抗生素的过量添加不但使动物产生耐药性^[14-15],而且会在肉、蛋、奶等动物源性食品中残留,对人体健康造成潜在危害^[16]。

动物源性食品中抗生素的检测主要有高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)和高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS), HPLC-MS/MS 基于的高灵敏度和分析速度快等优势,成为抗生素残留的首选方法^[17]。固相萃取技术(solid phase extraction, SPE)是最实

用的样品前处理方法,该方法有机溶剂消耗低,易实现自动化或与其他仪器联用,广泛应用于基质复杂的食品分析领域,可适用于大批量样品筛查分析。基于喹诺酮类抗生素和四环素类抗生素运用比较广泛,近年来关于两种抗生素同时检测的研究并不多,而且大部分研究主要集中在基质比较简单的单品种样品(如蔬菜、鸡蛋、肉类等^[18-21])检测中,对于基质比较复杂的预制菜中抗生素的研究较少,为了满足饮食多样化需要,本研究建立了一种预制菜中同时检测 6 种喹诺酮类抗生素和 1 种四环素类抗生素的方法,优化了前处理过程,为预制菜的兽药残留的监管提供解决思路和数据支撑。

1 材料与方法

1.1 试剂与材料

乙腈、甲醇、甲酸(色谱纯,德国默克 Merck 公司);冰乙酸(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);喹诺酮标准品、强力霉素标准品、同位素内标标准品恩诺沙星-d5、环丙沙星-d8、氧氟沙星-d3、培氟沙星-d5(质量浓度 100 mg/L),洛美沙星-d5(质量浓度 5 mg/L),强力霉素-d3(质量浓度 1 mg/L)(上海安谱瑾世标准技术服务有限公司)。

样品:选择江苏省常州市 4 个区中不同的超市进行采样,每个区确定 3 个超市,每种样品从 3 个超市分别采样 1 份,共采集 14 种不同的预制菜,将采集的样品送至检验科进行检测。检验科收到样品后,将采集的样品(3 份)用搅拌机搅碎、混匀,根据要求进行取样,相同样品取样两次做平行,取样后每份样品中加入 50 μL 混合内标使用液。

1.2 仪器与设备

LCMS-8060 高效液相色谱-三重四极杆质谱仪(日本岛津公司);AG245 梅特勒-托利多电子天平(精度 0.001 g,

上海梅特勒-托利多公司); Raykal-AutoEVA 60 全自动氮吹仪(中国睿科有限公司); Milli-Q IQ 7000 超纯水系统(美国密理博公司); KUDOS 超声仪(上海科导超声仪器有限公司); Eppendorf-Centrifuge 5804R 冷冻离心机(德国 Eppendorf 公司); Oasis Prime-HLB 固相萃取柱、Waters ACQUITY UPLC TM BEH C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm, 美国 Waters 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 样品前处理及标准系列配制

准确称取样品 2.500 g(精确至 0.001 g)于 50 mL 离心管中, 准确加入 125 μL 混合内标使用液(200 ng/mL), 10 mL 84%乙腈水溶液(1%冰乙酸), 立即混匀, 涡旋 1 min, 超声 15 min, 1000 r/min 离心 10 min(低于 4 ℃), 取上清液待净化。取 5 mL 上清液, 以 1~2 mL/min 的流速通过固相萃取柱[Oasis Prime HLB 200 mg, 3 mL, 经 84%乙腈水溶液(1%冰乙酸)活化并抽干], 收集全部流出液, 吸取 4 mL 于 40 ℃氮吹干, 加入 1 mL 复溶液 10%甲醇水溶液(含 1%冰乙酸)涡旋溶解, 转移至 1.5 mL 离心管中, 15000 r/min 离心 5 min(低于 4 ℃), 取上清液过 0.22 μm 滤膜后上机测定。

混合标准工作液: 将各标准溶液用 15%甲醇水溶液(含 1%冰乙酸)稀释配制成为 1 μL/mL 的混合标准工作液。内标标准工作液: 将内标用甲醇稀释配制成为 0.5 μg/mL 的混合内标工作液。分别吸取混合标准工作液 10、20、50、100、200、500、1000 μL 和混合内标工作液 200 μL, 用 10%甲醇水溶液(含 1%冰乙酸)定容至 1 mL, 配制成 1、2、5、10、20、50、100 ng/mL 混合标准系列。

1.3.2 仪器工作条件

选用 Waters ACQUITY UPLC TM BEH C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 流量 0.3 mL/min; 进样量 1 μL; 柱温箱 40 ℃; 流动相 A 为甲醇溶液, B 为 0.1%甲酸水溶液, 梯度洗脱。梯度洗脱程序: 0~4.5 min, B 为 85%; 4.5~7.0 min, B 为 60%; 7.0~7.1 min, B 为 10%; 7.1~9.1 min, B 为 1%; 9.1~12 min, B 为 85%。离子源: 电喷雾离子源, 扫描模式: 正离子模式; 碰撞气为氮气; 雾化气流量 3 L/min; 加热气流量 10 L/min; 干燥气流量 10 L/min; 接口温度 300 ℃; 脱溶剂温度 526 ℃; DL 管温度 250 ℃; 加热块温度 400 ℃。

1.4 方法优化

1.4.1 色谱条件的优化

本研究选择 Waters ACQUITY UPLC TM BEH C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm)色谱柱作为分析柱, 考察了甲醇-0.1%甲酸水溶液和乙腈-0.1%甲酸水溶液 2 种不同流动相组成对峰响应和分离效果的影响。结果显示甲醇作为有机相较乙腈响应更高, 且 7 种抗生素都能同时出峰。综合考虑最终选择甲醇-0.1%甲酸水溶液作为流动相。

1.4.2 质谱条件的优化

在正离子模式下, 对 20 ng/mL 的混合标准溶液进行全扫描。首先在 Q1 MS 模式下扫描, 得到 14 种目标化合物的母离子, 然后在产物离子扫描模式下进行子离子全扫描, 选择出两个响应较强且稳定的碎片离子为子离子, 其中一个为定性离子, 另一个为定量离子。将各目标化合物的母离子和对应的两个碎片离子组成离子对, 在多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式下优化 Q1、Q3 和 CE 电压。

1.5 数据处理

方法学验证采用 6 次平行测定, 并对样品进行 3 次平行测定, 结果取平均值; 线性方程的计算通过岛津 LCMS-8060 工作站进行; 采用 WPS 表格、WPS 文字 12.1.0.2 进行数据统计及表格绘制, Origin 2021 进行绘图。

2 结果与分析

2.1 仪器条件优化结果

在 MRM 模式下优化 Q1、Q3 和 CE 电压, 优化后的质谱参数见表 1。流动相选用甲醇-0.1%甲酸水溶液, 样品上清液过 0.22 μm 滤膜后上机测定。7 种抗生素的峰型图见图 1, 喹诺酮类抗生素出峰较早, 集中在 5~7 min, 强力霉素保留时间在 7.99 min, 峰型均较好, 分析时间适中。

表 1 质谱参数
Table 1 Mass spectrometry parameters

物质	质荷比(<i>m/z</i>)		Q1Pre 偏差/V	CE	Q3Pre 偏差/V
	母离子	子离子			
恩诺沙星	360.3	316.4	18	21	20
		342.2*	11	24	23
恩诺沙星-d5	365.1	245.2*	26	28	26
		314.15*	15	18	21
环丙沙星	332.2	231.05	13	37	24
		235.3*	12	36	23
诺氟沙星	320.3	302.2	16	21	19
		276.3*	15	18	30
诺氟沙星-d5	325.1	307.2*	16	19	20
		290.3*	11	16	21
培氟沙星	334.3	233.2	23	25	25
		295.3	17	20	20
培氟沙星-d5	339.1	238.3*	16	27	25
		318.3*	18	20	24
氧氟沙星	362.2	261.2	27	30	16
		261.2*	20	30	26
洛美沙星	352.3	265.0	12	24	30
		308.3*	10	18	20
洛美沙星-d5	357.1	270.2*	10	24	27
		313.0	10	18	22
强力霉素	445.0	428.0*	21	21	14
		154.0	21	32	15
强力霉素-d3	448.1	431.2*	12	18	29

注: *为定量离子对。

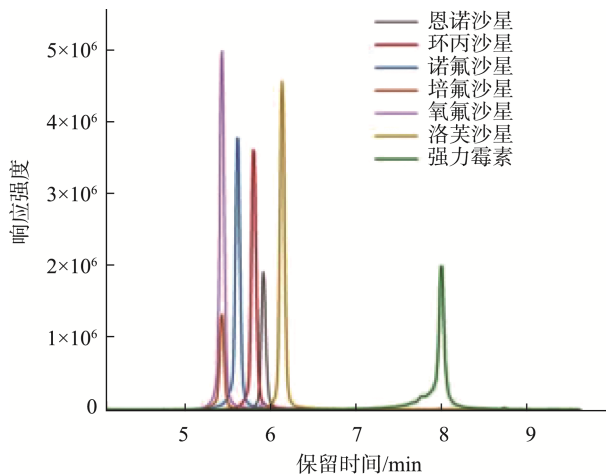


图 1 7 种抗生素的峰型图
Fig.1 Peak chromatograms of 7 kinds of antibiotics

2.2 基质效应

基质效应(matrix effects, ME)是指分析物在标准溶液中的质谱响应与在其他生物基质中相同分析物的质谱响应之间的差异,这些效应通常源于生物基质中的内源性成分和保存剂,它们可能会影响目标化合物的色谱行为和电离过程,从而导致离子抑制或离子增强,影响检测结果的准确性^[22-25]。ME=(基质匹配标准曲线斜率/空白溶剂标准曲线斜率-1)×100%。ME%在 0%~20%间为弱 ME, 20%~50%之间为中度 ME, 大于 50%为强 ME。以样品基质最为复杂的金汤佛跳墙 2 为基质做基质曲线,通过 HPLC-MS/MS 检

测结果显示,恩诺沙星、诺氟沙星、培氟沙星 ME 弱,环丙沙星、强力霉素 ME 中度,氧氟沙星、洛美沙星 ME 强。见表 2。

2.3 方法学验证

2.3.1 线性参数、检出限和定量限
按照仪器工作条件测定,得到线性回归方程和相关系数。以 3 倍信噪比(S/N)计算检出限,以 3 倍检出限计算定量限,见表 3。结果显示,检出限为 0.03~0.24 μg/kg,定量限为 0.09~0.72 μg/kg,标准曲线线性较好 $r>0.999$,满足定量要求。

2.3.2 加标回收试验
选取 3 种具有代表性的预制菜(金汤佛跳墙 2、梅干菜扣肉、酸菜鱼)进行加标回收试验,加标浓度按照低、中、高 3 种浓度进行添加,加标样连续测定 6 次,计算回收率和测定值的相对标准偏差,结果见表 4~表 6。回收率为 84.5%~114.0%,回收率好,相对标准偏差为 1.1%~4.1%,重复性好,表明该方法适用于预制菜中 7 种抗生素的测定。

2.4 实际样品检测

通过对 14 种预制菜样品进行检测,其中,一份预制菜中检出恩诺沙星量为 2.87 μg/kg,两份预制菜中检出强力霉素量分别为 80.95 μg/kg、3.60 μg/kg,其他样品均未检出。见表 7。同时对阳性样本进行复测,复测时带入 3 份平行质控样本以确保结果可靠,检测结果一致,说明本研究建立的方法适用于预制菜中 7 种抗生素的检测。

表 2 MEs 测定结果
Table 2 Determination results of the MEs

项目	效应方程				MEs/%
	溶剂曲线	相关系数(r)	基质曲线	相关系数(r)	
恩诺沙星	$Y=103139X+86662.8$	0.9993	$Y=117591X-315614$	0.9990	14.0
环丙沙星	$Y=164684X+79592.2$	0.9993	$Y=199588X-370695$	0.9991	21.2
氧氟沙星	$Y=172414X+542887$	0.9990	$Y=279470X-415549$	0.9990	62.1
诺氟沙星	$Y=198525X+102995$	0.9993	$Y=183763X-382483$	0.9994	7.40
洛美沙星	$Y=173327X+121703$	0.9995	$Y=278481X-475270$	0.9993	60.7
培氟沙星	$Y=61722.0X+116026$	0.9990	$Y=68359.0X-187643$	0.9991	10.8
强力霉素	$Y=129401X-153628$	0.9998	$Y=168429X-598974$	0.9992	30.2

表 3 线性参数、检出限和定量限
Table 3 Linear parameters, limits of detection and limits of quantitation

方法	项目	线性回归方程	相关系数(r)	检出限/(μg/kg)	定量限/(μg/kg)
HPLC-MS/MS	恩诺沙星	$Y=0.09616X-0.03145$	0.9999	0.03	0.09
	环丙沙星	$Y=0.18906X-0.12073$	0.9995	0.24	0.72
	氧氟沙星	$Y=0.24435X-0.18222$	0.9998	0.05	0.15
	诺氟沙星	$Y=0.10197X-0.11161$	0.9998	0.06	0.18
	洛美沙星	$Y=0.09838X-0.06324$	0.9999	0.05	0.15
	培氟沙星	$Y=0.06035X-0.01673$	0.9990	0.06	0.18
	强力霉素	$Y=0.24216X-0.03324$	0.9990	0.16	0.48

表 4 金汤佛跳墙 2 加标回收试验结果

Table 4 Results of recovery test of the fotiaoqiang two with golden broth

方法	项目	低			中			高		
		加标量 /(μg/kg)	回收率/%	RSDs/%	加标量 /(μg/kg)	回收率/%	RSDs/%	加标量 /(μg/kg)	回收率/%	RSDs/%
HPLC-MS/MS	恩诺沙星	4	85.3	3.9	20	88.8	3.1	100	89.2	2.6
	环丙沙星	4	89.0	2.6	20	89.0	2.2	100	90.7	3.1
	氧氟沙星	4	87.3	3.4	20	90.0	2.4	100	89.1	2.9
	诺氟沙星	4	103.5	1.5	20	98.0	1.1	100	94.8	2.3
	洛美沙星	4	87.0	2.7	20	88.9	3.1	100	92.0	2.3
	培氟沙星	4	85.0	2.9	20	87.9	2.1	100	84.5	3.0
	强力霉素	4	107.2	4.1	20	104.3	1.9	100	105.6	2.6

表 5 梅干菜扣肉加标回收试验结果

Table 5 Results of recovery test of the steamed pork belly with preserved mustard greens

方法	项目	低			中			高		
		加标量 /($\mu\text{g/kg}$)	回收率/%	RSD/%	加标量 /($\mu\text{g/kg}$)	回收率/%	RSD/%	加标量 /($\mu\text{g/kg}$)	回收率/%	RSD /%
HPLC-MS/MS	恩诺沙星	4	90.5	2.4	20	89.3	2.3	100	88.3	2.8
	环丙沙星	4	88.3	1.6	20	86.6	3.1	100	87.0	1.4
	氧氟沙星	4	86.5	3.3	20	89.7	1.7	100	89.1	2.6
	诺氟沙星	4	93.5	2.8	20	92.1	1.2	100	105.8	1.6
	洛美沙星	4	88.8	1.5	20	89.9	2.4	100	90.1	2.9
	培氟沙星	4	86.3	2.5	20	90.6	1.9	100	85.3	2.1
	强力霉素	4	114.0	1.2	20	105.1	2.6	100	112.4	1.5

表 6 酸菜鱼加标回收试验结果

Table 6 Results of recovery test of the sour pickled vegetable fish

方法	项目	低			中			高		
		加标量 /(μg/kg)	回收率/%	RSD/%	加标量 /(μg/kg)	回收率/%	RSD/%	加标量 /(μg/kg)	回收率/%	RSD/%
HPLC-MS/MS	恩诺沙星	4	88.3	2.8	20	91.1	3	100	88.6	1.7
	环丙沙星	4	87.0	1.4	20	88.5	2.5	100	86.8	2.1
	氧氟沙星	4	89.1	2.6	20	89.8	1.6	100	91.5	1.6
	诺氟沙星	4	105.8	1.6	20	103.8	3.4	100	86.7	3.5
	洛美沙星	4	90.1	2.9	20	88.0	1.2	100	93.8	2.2
	培氟沙星	4	85.3	2.1	20	92.0	1.5	100	89.3	1.9
	强力霉素	4	112.5	1.5	20	95.6	2.9	100	109.3	2.4

表 7 样品检测结果($\mu\text{g/kg}$)
Table 7 Results of samples test ($\mu\text{g/kg}$)

[illegible]

3 讨论与结论

抗生素广泛运用于禽肉类及水产业用来预防和治疗疾病^[26],部分商家为了追求经济利益,未合理用药及药物还未代谢完就将其销售^[27],导致兽药残留于动物源性食品中,进而通过食物链进入预制菜中,长期摄入残留量超标的预制菜会对人体健康产生危害^[28],通过科学检测和严格管控可降低人体健康危害的风险。目前常用的检测方法有 HPLC 和 HPLC-MS/MS,本次研究建立了一种同时测定预制菜中喹诺酮类(恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、培氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星)抗生素和强力霉素的残留量的 HPLC-MS/MS 方法。结果显示,红烧肥肠中检出恩诺沙星,酸辣柠檬拆骨凤爪和狮子头中检出强力霉素,检测结果反映了当前某些食品中仍存在兽药残留问题。长期摄入含恩诺沙星残留的食品,可能引发过敏、轻度胃肠道刺激或不适症状,大剂量或长期摄入还可能导致肝损伤,并且容易诱导耐药性,影响该类药物的临床疗效^[29-30];而长期摄入含强力霉素的食物,可能对生殖系统发生损害^[31]。所以,相关部门需要进一步完善监管体系,加强对养殖环节中兽药使用的监管,严格规范预制菜生产企业的采购标准和生产流程,加大对成品的检测力度和频率,确保预制菜的质量安全。该方法参数均能满足实际需求,实现了多种抗生素同步快速筛查分析,极大的缩短了预制菜的检测时间,提高检验效率,减少试剂的消耗以及环境污染,为预制菜的兽药残留的监管提供解决思路和数据支撑。

参考文献

- [1] 黄胜海,唐修君,贾晓旭,等. 禽肉预制菜产业的发展现状及其质量安全的影响因素与提升策略[J]. 中国农业科技导报, 2024, 26(6): 133-140.
HUANG SH, TANG XJ, JIA XX, *et al.* Development status of pre-prepared poultry meat dishes industry, influencing factors and promotion strategies of its quality and safety [J]. Journal of Agricultural Science and Technology, 2024, 26(6): 133-140.
- [2] 赵超凡,陈树俊,李文兵,等. 预制菜产业发展问题分析[J]. 现代食品科技, 2023, 39(2): 104-109.
ZHAO CF, CHEN SJ, LI WB, *et al.* Analysis of issues in the development of the pre-prepared dishes sector [J]. Modern Food Science and Technology, 2023, 39(2): 104-109.
- [3] 金柯男,朱广潮,程代,等. 肉类预制菜的安全与控制研究进展[J]. 现代食品科技, 2023, 39(2): 110-118.
JIN KN, ZHU GC, CHENG D, *et al.* Research progress on safety and control of pre-prepared meat dishes [J]. Modern Food Science and Technology, 2023, 39(2): 110-118.
- [4] 申磊,王冬梅. 豫北地区预制菜中 5 种重金属元素污染状况调查[J]. 环境与健康杂志, 2025, 42(3): 238-241.
SHEN L, WANG DM. Investigation of status of heavy metal contamination in pre-prepared food in northern Henan Province [J]. Journal of Environment and Health, 2025, 42(3): 238-241.

- [5] 徐慧静,徐梦洁,孙亚范,等. 预制菜生产过程食品安全风险控制及监管措施[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(11): 1-8.
XU HJ, XU MJ, SUN F, *et al.* Food safety risks control and regulatory measures in the production process of prepared dishes [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(11): 1-8.
- [6] 陈璇,项君涵,肖珊,等. 低温流通肉类预制菜的品质影响因素与控制技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(3): 100-109.
CHEN X, XIANG JH, XIAO S, *et al.* Research progress on quality influencing factors and regulation technology of low-temperature circulation prepared meat cuisine [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(3): 100-109.
- [7] 黎梓杭,黄凯雯,江伟烽,等. 冷冻家禽类预制菜加工及复热技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(16): 213-223.
LI ZH, HUANG KW, JIANG WF, *et al.* Advances in processing and reheating technologies for frozen prepared poultry foods [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2023, 14(16): 213-223.
- [8] 付海燕,卢欢欢,龙婉君,等. 动物源食品中抗生素残留检测方法与研究进展[J]. 轻工学报, 2023, 38(6): 37-45.
FU HY, LU HH, LONG WJ, *et al.* Progress in the detection methods of antibiotic residues in animal derived food and research [J]. Journal of Light Industry, 2023, 38(6): 37-45.
- [9] 李亮. 畜牧生产中常用的抗生素种类及科学使用[J]. 畜禽业, 2022, 33(9): 24-26.
LI L. Commonly used antibiotic categories in livestock production [J]. Livestock and Poultry Industry, 2022, 33(9): 24-26.
- [10] 程明明,朱熠,程微微. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定禽蛋中 6 种喹诺酮类兽药残留量及 8 种新烟碱类杀虫剂残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(22): 188-195.
CHENG MM, ZHU Y, CHENG WW. Rapid determination of 6 kinds of quinolone qesidues and 8 kinds of neonicotinoid insecticides in poultry eggs by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(22): 188-195.
- [11] 张明浩,康珊珊,郭靖立,等. 新烟碱类杀虫剂在农药复配中的应用进展[J]. 农药, 2022, 21(5): 8970.
ZHANG MH, KANG SS, GUO JL, *et al.* Application progress of neonicotinoid insecticides in pesticide combination [J]. Agrochemicals, 2022, 21(5): 8970.
- [12] 张永芳,李晓. LC-MS 法对畜禽肉中四环素类药物含量的测定与分析[J]. 食品工业, 2023, 44(12): 313-318.
ZHANG YF, LI X. Determination and analysis of tetracycline drugs in livestock and poultry meat by LC-MS [J]. The Food Industry, 2023, 44(12): 313-318.
- [13] 李增明,解玉龙,马春光. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定牦牛肉中多种抗生素残留[J]. 化学试剂, 2024, 46(6): 99-106.
LI ZM, XIE YL, MA CG. Determination of veterinary drug residues in yak meat by quechers-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chemical Reagents, 2024, 46(6): 99-106.
- [14] 曹弘扬,汪庆,赵佳丽,等. 食源性抗生素耐药菌的污染现状、传播扩散及健康风险研究进展[J]. 中国抗生素杂志, 2022, 47(10): 1002-1012.
CAO HY, WANG Q, ZHAO JL, *et al.* Progress on the contamination status, dissemination, and health risks of foodborne antibiotic resistant bacteria [J]. Chinese Journal of Antibiotics, 2022, 47(10): 1002-1012.
- [15] WANG YT, LIN YT, WAN TW, *et al.* Distribution of antibiotic resistance

- genes among *Staphylococcus* species isolated from ready-to-eat foods [J]. Journal of Food and Drug Analysis, 2019, 27(4): 841–848.
- [16] 程恭灏, 张启洋, 孔玉坤, 等. 环境中四环素类抗生素处理技术及危害的研究进展[J]. 内江科技, 2024, 45(9): 31–33.
CHENG GH, ZHANG QY, KONG YK, *et al.* Research progress on treatment technology and harm of tetracycline antibiotics in environment [J]. Neijiang Science and Technology, 2024, 45(9): 31–33.
- [17] 王楠. 动物源性食品中抗菌药物残留检测技术研究进展[J]. 现代食品, 2024, 30(18): 205–207.
WANG N. Research progress on detection technology of antimicrobial residues in animal-derived foods [J]. Modern Food, 2024, 30(18): 205–207.
- [18] 田东升, 张铁良, 张江, 等. 鸡肉和组织中磺胺类、四环素类、喹诺酮类药物的残留分析方法[J]. 中国兽医卫生, 2024, 1(2): 56–66.
TIAN DS, ZHANG TL, ZHANG J, *et al.* The residue analysis methods for sulfonamides, tetracyclines, and quinolones in chicken meat and tissues [J]. China Veterinary Hygiene, 2024, 1(2): 56–66.
- [19] 汤优. 磁珠固相分散萃取-超高效液相色谱串联质谱法检测饲料中的喹诺酮类、磺胺类、四环素类等35种药物含量[J]. 中国饲料, 2024(23): 209–215.
TANG Y. Determination of 35 drugs including quinolones, sulphonamides and tetracyclines in feedstuffs by magnetic bead solid-phase dispersion extraction [J]. China Feed, 2024(23): 209–215.
- [20] 刘凯, 王丽娜, 郭思琦. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中四环素类、喹诺酮类、磺胺类残留量[J]. 广东饲料, 2023, 32(3): 31–34.
LIU K, WANG LN, GUO SQ. Determination of tetracyclines, quinolones and sulfonamides in eggs by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Guangdong Feed, 2023, 32(3): 31–34.
- [21] 苏燕, 魏宇涛, 李谢才, 等. 超高效液相色谱串联质谱同时测定豆芽、豆干、火锅底料中喹诺酮类、磺胺类、硝基咪唑类、四环素类42种抗生素药物[J]. 中国食品卫生杂志, 2023, 35(1): 65–71.
SU Y, WEI YT, LI SC, *et al.* Simultaneous determination of 42 antibiotics of quinolones, sulfonamides, nitroimidazoles and tetracycline in bean sprouts, dried tofu and hot pot seasoning by ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2023, 35(1): 65–71.
- [22] 傅群, 刘凤鸣, 何毓文, 等. UPLC-MS/MS法测定食用植物油中乙基麦芽酚的基质效应[J]. 食品工业, 2024, 45(3): 297–301.
FU Q, LIU FM, HE YW, *et al.* Matrix effects of ethyl maltol in edible vegetable oil by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. The Food Industry, 2024, 45(3): 297–301.
- [23] 郭萍, 陈美珠, 谢恺, 等. 蔬菜农药残留分析中基质效应的研究[J]. 中国卫生标准管理, 2023, 14(23): 9–12.
GUO P, CHEN MZ, XIE K, *et al.* Study of matrix effects in pesticide residue analysis in vegetables [J]. China Health Standard Management, 2023, 14(23): 9–12.
- [24] PANUWET P, HUNTER RE, D'SOUZA PE, *et al.* Biological matrix effects in quantitative tandem mass spectrometry-based analytical methods: Advancing biomonitoring [J]. Critical Reviews in Analytical Chemistry, 2015, 46(2): 93–105.
- [25] 闫君, 陈婷, 张婕, 等. 农药残留检测的基质效应研究综述[J]. 食品科技, 2024, 49(6): 335–341.
YAN J, CHEN T, ZHANG J, *et al.* A review of matrix effects in pesticide residue detection [J]. Food Science and Technology, 2024, 49(6): 335–341.
- [26] 段宁馨, 邹玉婷, 古飞燕, 等. 动物源性食品中氟喹诺酮类兽药残留检测方法研究进展[J]. 肉类研究, 2022, 36(1): 56–62.
DUAN NX, ZOU YT, GU FY, *et al.* Recent progress in analytical methods for detection of fluoroquinolone residues in food of animal origin [J]. Meat Research, 2022, 36(1): 56–62.
- [27] 陈秀红, 卜宁霞, 陈娟, 等. 动物源性食品中兽药残留现状及控制措施[J]. 中外食品工业, 2024(18): 55–57.
CHEN XH, BU NX, CHEN J, *et al.* Status and control measures of veterinary drug residues in food of animal origin [J]. Chinese and Foreign Food Industry, 2024(18): 55–57.
- [28] 李吉岭. 食品中农药残留检测技术要点探讨[J]. 中国食品工业, 2023(7): 62–63, 76.
LI JL. Main points of pesticide residue detection technology in food [J]. China Food Industry, 2023(7): 62–63, 76.
- [29] 王盼雪, 王丽, 李岑, 等. 利用磁固相萃取和表面增强拉曼光谱定量检测鸡肉和猪肉中的恩诺沙星[J]. 中国食品卫生杂志, 2024, 36(5): 541–549.
WANG PX, WANG L, LI C, *et al.* Quantitative detection of enrofloxacin in chicken and pork by magnetic solid phase extraction and surface-enhanced Raman spectroscopy [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2024, 36(5): 541–549.
- [30] 李妍, 闫蕊, 王孝研, 等. 动物源性食品中氟喹诺酮类抗生素残留检测方法的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(10): 2918–2928.
LI Y, YAN R, WANG XY, *et al.* Research advances on detection of fluoroquinolones residues in animal-derived products [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(10): 2918–2928.
- [31] 魏瑞成. 兽药强力霉素(Doxycycline)的环境污染及安全性评价研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2017.
WEI RC. The environmental contamination and safety evaluation of veterinary drug doxycycline [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2017.

(责任编辑: 蔡世佳 韩晓红)