

实验技术与方法

QuEChERS结合高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中的
氯霉素药物残留赵飒¹,王培锋¹,聂晨¹,韩静静¹,邱芳¹,张晓梅¹,任燕杰¹,郭亚辉²

(1. 青岛海关技术中心, 山东 青岛 266002; 2. 江南大学食品科学与技术学院, 江苏 无锡 214122)

摘要:目的 建立 QuEChERS (Quick、Easy、Cheap、Effective、Rugged、Safe) 结合高效液相色谱-串联质谱法 (HPLC-MS/MS) 测定禽蛋 (鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋) 中的氯霉素药物残留的分析方法。方法 禽蛋样品经乙腈提取, 经 (PSA: C₁₈=1:1) 净化处理, 采用高效液相色谱-串联质谱法测定, 同位素内标法定量。结果 禽蛋基质中氯霉素在 0.020~2.0 μg/kg 线性范围内, 相关系数 $r>0.999$; 方法检出限 0.020 μg/kg, 定量限 0.050 μg/kg; 在添加浓度水平为 0.020、0.10、0.50 μg/kg 时, 回收率范围为 80.8%~119.0%, 相对标准偏差为 4.09%~15.21% ($n=6$)。采用建立的方法对市购禽蛋样品和天然污染鸡蛋样品进行验证测试, 方法实用性满足残留测试要求。结论 本方法前处理操作简便、灵敏度高、可有效用于禽蛋中氯霉素药物残留的监控与定量测定。

关键词: QuEChERS; 高效液相色谱-串联质谱法; 氯霉素; 禽蛋

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2023)03-0346-07

DOI: 10.13590/j.cjfh.2023.03.005

Determination of chloramphenicol residue in poultry eggs by QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometryZHAO Sa¹, WANG Peifeng¹, NIE Chen¹, HAN Jingjing¹, QIU Fang¹, ZHANG Xiaomei¹,
REN Yanjie¹, GUO Yahui²(1. Technology Center of Qingdao Customs District, Shandong Qingdao 266002, China;
2. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Jiangsu Wuxi 214122, China)

Abstract: Objective To develop a method for determination of chloramphenicol residue in poultry eggs (hen egg, duck egg, quail egg, and goose egg) using QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) protocols combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** The chloramphenicol residue in egg samples was extracted with acetonitrile, followed by QuEChERS protocol with cleaning-up mixture (PSA: C₁₈=1:1), and then determined by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) with internal standard quantification. **Results** The linearity of chloramphenicol in poultry eggs was 0.020-2.0 μg/kg, with a correlation coefficient $r>0.999$. The limit of detection (LOD) of the method was 0.020 μg/kg, and the limit of quantitation (LOQ) was 0.050 μg/kg. Recoveries ranged from 80.8% to 119.0% at spiked level of 0.020, 0.10 and 0.50 μg/kg with the relative standard deviations (RSDs) of 4.09%-15.21% ($n=6$). The developed method was validated using real-life samples as well as naturally incurred egg samples and showed good applicability in chloramphenicol residue analysis in poultry eggs. **Conclusion** This proposed method is rapid, simple and sensitive, which could be effectively used for monitoring and determination of chloramphenicol residue in poultry eggs.

Key words: QuEChERS; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; chloramphenicol; poultry eggs

收稿日期: 2021-12-31

基金项目: 国家重点研发计划 (2019YFC1605205); 青岛海关科技项目 (QK202017)

作者简介: 赵飒 女 工程师 研究方向为食品质量安全检测 E-mail: 425643339@qq.com

通信作者: 张晓梅 女 高级工程师 研究方向为食品质量安全检测 E-mail: sdsywl@163.com

郭亚辉 男 副教授 研究方向为食品安全与质量控制 E-mail: guoyahui@jiangnan.edu.cn

张晓梅和郭亚辉为共同通信作者

氯霉素属于酰胺醇类药物,是一种广谱抗生素,其对多数革兰氏阴性菌和革兰氏阳性菌均有良好的抑制作用,广泛用于畜禽及水产动物传染疾病的预防和治疗^[1-5]。但是,氯霉素残留会严重抑制人体骨髓造血系统各项功能,在临床应用中已做出严格控制^[6]。目前,氯霉素已被中国、欧盟、美国等多个国家列为禁用药之一。中华人民共和国农业部公告第250号《动物性食品中兽药最高残留限量》规定,在所有食品动物均不得使用,在动物性食品中均不得检出氯霉素^[7];欧盟新发布的(EU) No 2019/1871规定氯霉素的行动执行限(Reference points for action, RPA)为0.15 μg/kg;新西兰初级产业部于2021年发布2021/07号公告,对所有食品中氯霉素的最高残留限量拟修订至0.15 μg/kg的水平。禽蛋的营养成分高,富含各种蛋白质及脂类,已成为消费者家中常备食物之一。但由于部分养殖户在养殖过程中违规使用氯霉素、兽药,饲料不合格、环境污染等问题,近年来禽蛋中也经常检出氯霉素残留^[8-10],这将严重威胁消费者的身体健康。

动物源性食品中氯霉素药物残留的检测方法主要有微生物法^[11]、免疫分析法^[12-14]、分子印迹法^[15]、液相色谱法^[16]、气相色谱法^[17]、液相色谱-串联质谱法^[18-19]。微生物法灵敏度低;免疫分析法易出现假阳性;液相色谱法稳定性好,但灵敏度低,检测限普遍高,无法满足痕量分析的要求;气相色谱法前处理过程繁琐,对检测人员有较高要求,耗时长,不适用于大批量样品检测;而液相色谱-串联质谱法灵敏度与精密度高、准确性好,已成为分析检测的主流技术之一。近年来,QuEChERS(Quick、Easy、Cheap、Effective、Rugged、Safe)^[20-23]前处理技术因其操作简单、快速、耗材少、安全等特点已逐渐应用于农药残留、兽药残留、真菌毒素、添加剂等的快速提取和净化^[24]。禽蛋基质相较其他动物源性组织更为复杂,目前现行国家标准仅有动物肌肉组织中的氯霉素残留检测方法,还未见禽蛋中氯霉素检测的国标方法。

本研究基于QuEChERS前处理方法,优化相关前处理步骤,结合液相色谱-串联质谱技术,内标法定量,建立了一种操作简便、灵敏度与精密度高的禽蛋中氯霉素药物残留的检测方法,可为禽蛋(鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋)中氯霉素药物监控提供技术支撑,保障禽蛋类食品安全。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样品

市售鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋;人工饲喂蛋鸡获得的2个浓度水平的天然污染鸡蛋样品。

1.1.2 主要仪器与试剂

液相色谱仪(APUS PLUS,成都珂睿科技有限公司);三重四级杆质谱仪(Sciex 5500,美国SCIEX);分析天平(BSA223S,德国赛多利斯);涡旋混合器(IKA MS3,德国IKA公司),超高速冷冻离心机(CR22GII,日本HITACHI公司),氮吹仪(AutoEVA-20L,厦门睿科集团股份有限公司)。

氯霉素(CAS:56-75-7,纯度:≥99.24%,中国天津阿尔塔科技有限公司),D5-氯霉素(CAS:202480-68-0,纯度:≥98.9%,中国天津阿尔塔科技有限公司),甲酸、乙腈、乙酸乙酯(色谱纯,美国MERCK公司),N-丙基乙二胺(Primary secondary amine, PSA)、C₁₈(分析纯,北京安捷飞科技有限公司),超纯水(电阻率:18.2 MΩ·cm,Direct8超纯水机制备,德国Milli-Q公司)。

1.2 方法

1.2.1 样品前处理

称取试样10.0 g(准确至±0.1 g),于50 mL离心管中,将氯霉素内标标准工作液稀释至10 ng/mL(当天有效),加入稀释后的内标20 μL,然后加入16 mL乙腈,振荡混匀,加入5.0 g氯化钠,振荡提取10 min,以8000 r/min离心10 min,离心半径为12 cm。移取12 mL上清液至15 mL离心管中(管中提前称取600 mg PSA和600 mg C₁₈混匀备用),漩涡混匀10 min,以8000 r/min离心10 min,离心半径为12 cm,准确移取8 mL上清液至15 mL玻璃氮吹管中,40 °C下氮气吹干,准确加入1 mL 0.1%甲酸水,涡旋溶解残余物,经0.22 μm滤膜过滤,供液相色谱-串联质谱测定。

1.2.2 仪器条件

色谱:色谱柱:资生堂CAPCELL PAK C₁₈ MGII(3.0 mm I.D.×100 mm,3 μm),柱温35 °C;流量0.3 mL/min;进样量10 μL;流动相A为乙腈,B为水。梯度洗脱程序:0~1.5 min,A:10%~70%;1.5~5 min,A:70%;5~8 min,A:90%;8.01~10 min,A:10%。

质谱:电喷雾离子源(ESI);离子源温度:300 °C;电喷雾电压:4500;扫描模式:多反应监测(Multiple reaction monitoring,MRM);质谱参数见表1。

1.2.3 标准溶液配制

精确称取氯霉素、D₅-氯霉素标准品各10 mg,甲

表1 氯霉素和D₅-氯霉素特征离子参考质谱条件Table 1 MRM parameters of chloramphenicol and D₅-chloramphenicol

化合物	保留时间/min	母离子/(m/z)	子离子/(m/z)	去簇电压/V	碰撞能量/V
氯霉素	7.17	321.00	151.9*	-75.0	-24.0
氯霉素	7.17	321.00	256.9	-75.0	-17.0
D ₅ -氯霉素	7.15	326.10	157.0*	-75.0	-25.0

注:*为定量离子

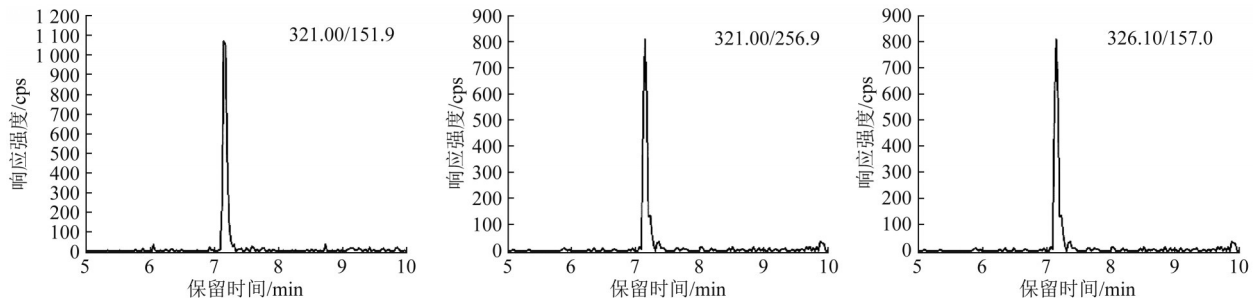
醇溶解并定容至 10 mL,配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准贮备液,-20℃以下保存,有效期 6 个月。用甲醇将储备液稀释为 10 μg/mL 的标准中间液,-20℃以下保存,有效期 3 个月。实验前将各中间液用甲醇稀释为 0.1 μg/mL 的标准工作液,2~8℃保存。

2 结果

2.1 色谱条件的优化

先后采用资生堂 CAPCELL PAK C₁₈ MGII(3.0

mml. D×100 mm, 3 μm)、安捷伦 Proshell120 SB C₁₈(2.1×100 mm,2.7 μm),Phenomenex Kinetex F5 100A(2.1×100 mm,2.6 μm)色谱柱进行了色谱分离的比较,结果显示,采用资生堂 CAPCELL PAK C₁₈ MGII(3.0 mml. D×100 mm, 3 μm)色谱柱,分离效果好,保留时间适宜,基质干扰小;且在常规压力体系及碱性分析体系下可延长柱寿命,因而更适宜于负离子模式下的分析,故选择该型号色谱柱进行氯霉素的分离分析。氯霉素及氯霉素内标的多反应监测图见图 1。

图1 氯霉素及D₅-氯霉素标准溶液(0.020 μg/kg)的多反应监测图Figure 1 Extracted ion chromatograms of MRM transitions of chloramphenicol and D₅-chloramphenicol standard solution (0.020 μg/kg)

2.2 提取条件的优化

氯霉素极性弱,微溶于水,易溶于乙腈、乙酸乙酯、甲醇等有机溶剂。研究表明^[25],乙酸乙酯作为提取溶剂时,若操作不当极易使禽蛋基质乳化变成凝胶状,导致提取效率低,这对操作人员要求较高;而乙腈不仅对弱极性化合物有较好的提取效率,且在沉淀蛋白的同时又能有效避免脂类的过量提取^[26],适合于禽蛋这类蛋白质及脂类含量高的基质。针对提取溶剂,本研究设计了 2 种前处理方案,除提取溶剂外其他条件均相同,向鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋中分别添加浓度水平为 0.050 μg/kg 的氯霉素,每种基质做 3 次平行,四种基质的回收率见表 2。由表 2 可见,采用乙腈进行提取的整体效果要优于乙酸乙酯,内标的使用可有效降低基质效应,提高回收率,故本研究选取乙腈作提取溶剂,结合 QuEChERS 方法进行净化,内标法定量,可有效减少干扰,增加提取效率,保证方法的准确度与灵敏度。

2.3 净化方法的优化

禽蛋液基质复杂,蛋白质及脂类含量高,需对

表2 不同提取溶剂(乙腈/乙酸乙酯)的提取效果

Table 2 The effects of different extractants (acetonitrile/ethyl acetate)

提取溶剂	绝对回收率/%	同位素内标校正回收率/%
乙腈	78.3±10.3*	102.1±6.3*
乙酸乙酯	66.4±12.3*	90.4±9.8*

注:*, $P<0.05(t\text{-test})$

其进行净化消除这类物质的干扰后方可进入质谱检测。QuEChERS 方法中常以 PSA、C₁₈、石墨化炭黑(Graphitized carbon black, GCB)作为吸附剂。PSA 主要用于吸附脂肪类和糖类等极性化合物,C₁₈则对非极性物质有较高的容量,可有效去除油脂等长链脂类化合物及脂溶性色素,GCB 主要是用于吸附色素等物质^[27]。

考虑到禽蛋基质颜色较浅,GCB 颜色深且对氯霉素有吸附损失^[28],本实验选取 PSA 与 C₁₈作为净化试剂。在其他条件相同的情况下,向鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋中分别添加浓度水平为 0.050 μg/kg 的氯霉素,考察了 PSA:C₁₈为 0:10、1:9、2:8、4:6、5:5、6:4、8:2、9:1、10:0 时氯霉素的回收率与净化效果,每种基质做 3 次平行,四种基质的平均回收率

曲线见图 2。

由图 2 可见,当单独使用 PSA 或 C₁₈时,四种基质中的氯霉素回收率不高,而使用了 PSA 与 C₁₈混合处理过的样品,氯霉素的回收率都有所改善,且当 PSA 与 C₁₈ 比例为 5:5(1:1)时,四种基质中氯霉素的回收率较均衡。研究过程显示,当单独使用 PSA 或 C₁₈时,净化液均呈现深黄色,随着 C₁₈使用比例增加,净化液颜色逐渐澄清,随后又变深。综合回收率、净化效果与操作成本,本研究选择 PSA:C₁₈ 为 1:1,使用量各 600 mg 作为 QuEChERS 处理程序的净化试剂。使用 PSA:C₁₈ 为 1:1 的净化试剂对鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋四种基质的提取液进行净化、检测后,发现鸡蛋与鹌鹑蛋净化前后无明显杂质峰,而未净化前的鸭蛋与鹅蛋基质的定量离子(321.00/151.9)旁均有杂质峰,净化后的样品则无

明显干扰(图 3~4),说明本研究采用的净化试剂可有效减少干扰,保证定量结果准确性。

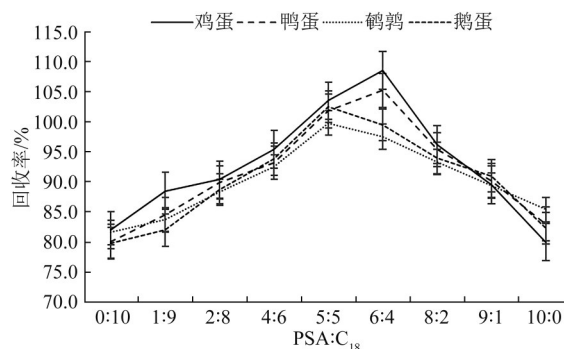


图 2 不同 PSA 与 C₁₈ 配比下鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋中的氯霉素回收率

Figure 2 Curves of recoveries of chloramphenicol in hen eggs, duck eggs, quail eggs and goose eggs under various ratios of PSA and C₁₈

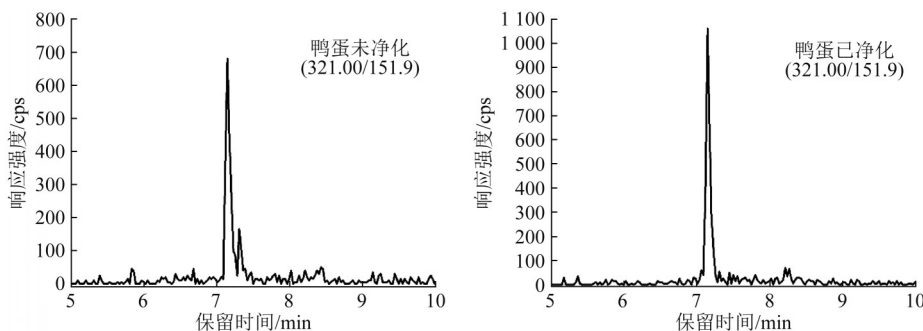


图 3 未使用净化剂与使用净化剂处理的鸭蛋样品中氯霉素的多反应监测图(添加水平 0.050 μg/kg)

Figure 3 Extracted ion chromatograms of MRM transitions of chloramphenicol in duck egg samples treated with and without clean-up cartridges (spiking level 0.050 μg/kg)

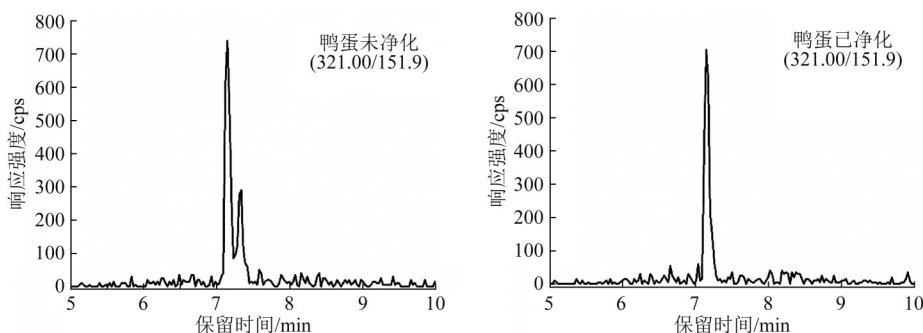


图 4 未使用净化剂与使用净化剂处理的鹅蛋样品中氯霉素的多反应监测图(添加水平 0.050 μg/kg)

Figure 4 Extracted ion chromatograms of MRM transitions of chloramphenicol in goose egg samples treated with and without clean-up cartridges (spiking level 0.050 μg/kg)

2.4 方法的线性范围及检出限与定量限

按前述仪器条件进行测定,以氯霉素峰面积与相应内标物的离子对峰面积比值为纵坐标(Y),标准溶液的浓度为横坐标(X)绘制标准曲线,结果显示氯霉素浓度范围在 0~1.0 μg/L 范围内线性良好,相关系数(*r*)大于 0.999,可满足定量分析需要。

在四种蛋类的空白基质中添加低浓度水平氯霉素标准溶液,以定量离子的 S/N=3 和 S/N=10 分别计算检出限和定量限。综合考虑现行国际法规

限量趋势及不同仪器响应差异,本方法检出限为 0.020 μg/kg(四种基质平均 S/N=5.5),定量限为 0.050 μg/kg(四种基质平均 S/N=14.5)。

2.5 精密度与回收率

分别向四种已知空白禽蛋样品中添加浓度水平为 0.020、0.10、0.50 μg/kg 的氯霉素,进行回收率实验,每个添加水平重复测定 6 次,内标法定量,结果见表 3,其回收率范围为 80.8%~119.0%,相对标准偏差为 4.09%~15.21%,表示该方法的准确度和

表3 鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋的氯霉素加标回收率与精密度($n=6, \%$)Table 3 Recoveries and reproducibility of chloramphenicol of hen eggs, duck eggs, quail eggs and goose eggs at four different levels ($n=6, \%$)

样品基质	添加水平/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	测定次数						RSD/ $\%$
		1	2	3	4	5	6	
鸡蛋	0.02	97.3	99.2	89.0	100.0	94.7	101.0	4.60
	0.10	98.2	93.2	100.0	91.3	80.8	95.9	7.37
	0.50	107.0	114.0	87.9	110.0	94.0	89.8	10.75
鹌鹑蛋	0.02	102.0	108.0	110.0	101.0	92.2	104.0	6.09
	0.10	91.8	99.4	100.0	103.0	97.2	94.8	4.09
	0.50	101.0	97.0	89.3	103.0	88.7	85.3	7.74
鹅蛋	0.02	110.0	82.8	94.6	86.5	92.1	119.0	14.46
	0.10	89.6	98.2	111.0	90.6	92.2	90.6	8.66
	0.50	104.0	100.0	89.0	107.0	112.0	85.0	10.57
鸭蛋	0.02	114.0	99.0	106.0	112.0	84.6	85.7	12.77
	0.10	101.0	85.7	116.0	108.0	80.9	83.4	15.21
	0.50	112.0	108.8	87.0	94.0	91.6	104.0	10.16

精密度均满足分析要求。

2.6 实际样品检测

随机购买超市和市场上鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋、鹅蛋,每种各10份,共计40份样品,采用本方法进行检测,结果显示,所购买的40份禽蛋样品均未检出氯霉素残留,而本研究开发的方法前处理简便,耗时短(处理40批次样品,前处理时间仅需1.2h),可满足大批量样品分析需求。

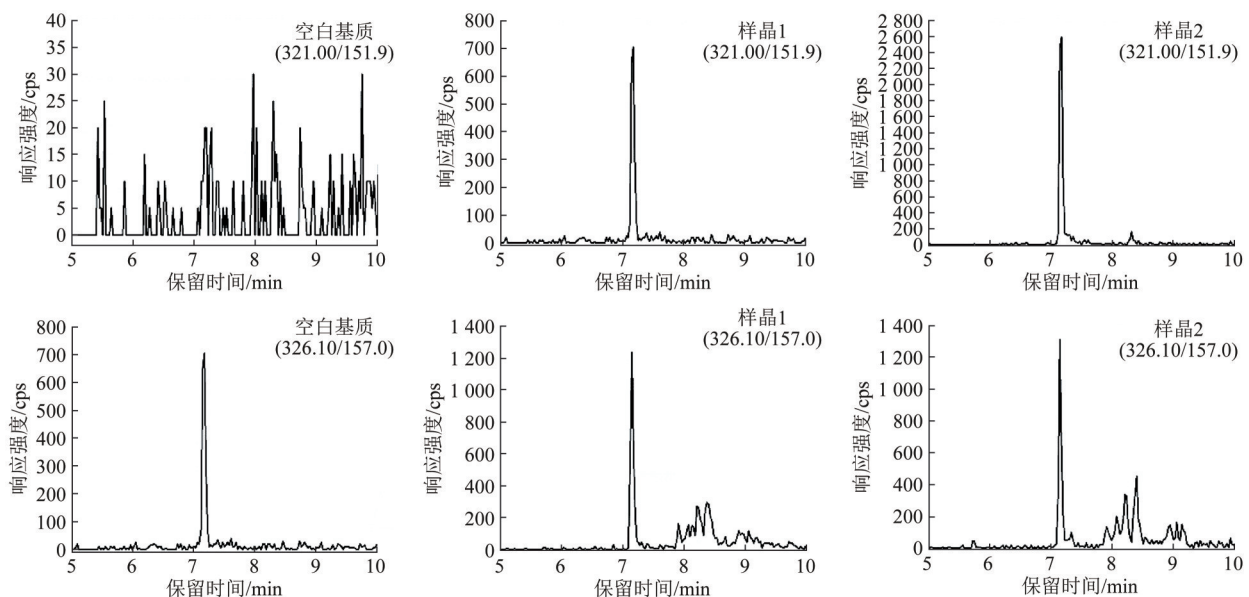
为考察方法对于真实阳性样品的测定效果,本研究使用氯霉素饲喂蛋鸡获得了2个浓度水平的天然污染鸡蛋样品,经6家实验室定值分别为 0.027 ± 0.003 和 $0.063 \pm 0.005 \mu\text{g}/\text{kg}$,使用本方法测定的氯霉素含量水平见表4,相应的氯霉素定量离

子与 D_5 -氯霉素的测定图谱见图5。统计检验显示,本方法测定值与多实验室的定值水平无显著差异(t -test, $P > 0.05$),可进一步反映本研究方法对于真实阳性样本分析的准确性,也进一步证明了方法的实际应用效能。

表4 天然污染的阳性鸡蛋样品中氯霉素检测结果($n=6, \mu\text{g}/\text{kg}$)Table 4 Results of chloramphenicol in naturally incurred egg samples treated by chloramphenicol ($n=6, \mu\text{g}/\text{kg}$)

样品	检测结果	定值结果
样品1	$0.025 \pm 0.001^*$	$0.027 \pm 0.003^*$
样品2	$0.065 \pm 0.001^*$	$0.063 \pm 0.005^*$

注: *: $P > 0.05$ (t -test)

图5 空白鸡蛋样品与天然污染阳性鸡蛋样品中氯霉素定量离子对与 D_5 -氯霉素提取离子流图Figure 5 Extracted ion chromatograms of quantification MRM transition of chloramphenicol and D_5 -chloramphenicol MRM transition in blank and naturally incurred egg samples

3 结论

本研究基于 QuEChERS 前处理方法,对提取条件及净化剂配比等参数进行了优化,结合液相色谱-串联质谱测定,采用内标法定量,建立了禽蛋中氯霉素药物残留的检测方法,弥补了现行国标方法相应检测基质的缺乏^[29],可满足国际上日益严格的氯霉素检测执行限量,为相应产品的质量控制在提供有力技术支撑。该方法操作简便、灵敏度与精密度均可满足日常检测需求。

虽然本研究获取的市售实际样品中均未检出氯霉素,但不乏有氯霉素检出的报道^[30-31],这表明目前市场上禽蛋产品仍有安全风险。人为非法使用氯霉素、饲料不合格与环境污染等都是可能造成的原因,有关部门仍需加强对禽蛋中氯霉素药物残留的风险监测和评估。

参考文献

- [1] CHEN D M, DELMAS J M, HURTAUD-PESEL D, et al. Development of a multi-class method to determine nitroimidazoles, nitrofurans, pharmacologically active dyes and chloramphenicol in aquaculture products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food Chemistry, 2020, 311: 125924.
- [2] 陈胜军,孙万青,岑剑伟,等.中国水产品主要质量安全问题来源与控制研究进展[J].中国渔业质量与标准,2021,11(5):50-55.
CHEN S J, SUN W Q, CEN J W, et al. Research progress on influence factors and control of aquatic product quality and safety in China [J]. Chinese Fishery Quality and Standards, 2021, 11(5): 50-55.
- [3] 邱文倩,林坚,华永有.水产养殖水环境氯霉素污染状况研究[J].中国公共卫生,2019,35(2):246-249.
QIU W Q, LIN J, HUA Y Y. Detection of chloramphenicol contamination in aquaculture water with UPLC/MS/MS[J]. Chinese Journal of Public Health, 2019, 35(2): 246-249.
- [4] 杨季芳,吴友吕,吕美玲,等.中国对虾弧菌病的药物治疗研究[J].东海海洋,1992,10(4):42-50.
YANG J F, WU Y L, LYU M L, et al. Study on drug treatment of for vibriosis of cultural prawn[J]. Donghai Marine Science, 1992, 10(4): 42-50.
- [5] 高婷,李应超,王亚芳,等.中兽药散剂中非法添加酰胺醇类药物的检测方法研究[J].中国兽药杂志,2019,53(9):49-56.
GAO T, LI Y C, WANG Y F, et al. Study on the detection method of illegal addition of amide-alcohols in Chinese veterinary drug powder[J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2019, 53(9): 49-56.
- [6] 杨灿,沈根祥,胡双庆,等.氯霉素对大型溞的急性和慢性毒性效应研究[J].生态毒理学报,2018,13(5):248-255.
YANG C, SHEN G X, HU S Q, et al. Acute and chronic toxicity of chloramphenicol to daphnia magna[J]. Asian Journal of Ecotoxicology, 2018, 13(5): 248-255.
- [7] 中华人民共和国农业农村部.公告第250号 动物性食品中兽药最高残留限量[EB/OL].(2020-01-06)[2022-06-10].http://www.moa.gov.cn/govpublic/xmsyj/202001/t20200106_6334375.htm.
Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China. Announcement No. 250 Maximum Residue Limits for Veterinary Drugs in Animal Foods.[EB/OL].(2020-01-06)[2022-06-10].http://www.moa.gov.cn/govpublic/xmsyj/202001/t20200106_6334375.htm.
- [8] 盛英霞,熊雅婷,任丹丹.山东省家禽产品兽药残留情况调查分析[J].食品安全导刊,2018(10):50-55.
SHENG Y X, XIONG Y T, REN D D. Investigation and analysis of veterinary drug residues in poultry products in Shandong province[J]. China Food Safety Magazine, 2018(10): 50-55.
- [9] 辛丽娜,谭喜梅,梁飞燕,等.2018年广西禽蛋中兽药残留风险检测结果分析[J].食品安全质量检测学报,2019,10(17):5621-5627.
XIN L N, TAN X M, LIANG F Y, et al. Analysis of the detection results of veterinary drug residues in poultry eggs in Guangxi in 2018[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(17): 5621-5627.
- [10] 刘青,梁晓聪,张巍,等.2016—2019年陕西省动物源性食品中甲硝唑和氯霉素残留状况[J].卫生研究,2021,50(6):1019-1021,1024.
LIU Q, LIANG X C, ZHANG W, et al. Residue status of metronidazole and chloramphenicol in animal-derived food in Shaanxi Province from 2016 to 2019 [J]. Journal of Hygiene Research, 2021, 50(6): 1019-1021, 1024.
- [11] YAN C, ZHANG J, YAO L, et al. Aptamer-mediated colorimetric method for rapid and sensitive detection of chloramphenicol in food[J]. Food Chemistry, 2018, 260: 208-212.
- [12] 国家质量监督检验检疫总局.蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法 酶联免疫法:GB/T 18932.21—2003[S].北京:中国标准出版社,2004.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. Method for the determination of chloramphenicol residues in honey—Enzyme linked immunosorbent assay method: GB/T 18932.21—2003 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2004.
- [13] 陈小雪,张林田,相大鹏,等.水产品中氯霉素残留的放射免疫分析[J].检验检疫科学,2006,16(3):19-21.
CHEN X X, ZHANG L T, XIANG D P, et al. Determination of chloramphenicol residues in aquatic products by charm ii radioimmunoassay[J]. Inspection and Quarantine Science, 2006, 16(3): 19-21.
- [14] 周萍,李樱红,尹志红,等.胶体金免疫层析法快速测定蜂胶及蜂胶乙醇提取物中氯霉素残留[J].中国蜂业,2019,70(5):68-72.
ZHOU P, LI Y H, YIN Z H, et al. Rapid determination of chloramphenicol residues in propolis and ethanol extracts of propolis by colloidal gold immunochromatography assay [J]. Apiculture of China, 2019, 70(5): 68-72.
- [15] 张慧洁,苏立强,李国武,等.分子印迹碳量子点荧光探针

- 的合成及其在氯霉素检测中的应用研究[J]. 分析试验室, 2019, 38(5): 596-600.
- ZHANG H J, SU L Q, LI G W, et al. Synthesis of molecularly imprinted carbon quantum dots fluorescent probe and its application in the detection of chloramphenicol [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(5): 596-600.
- [16] 罗昭军, 陈幸, 单乃荣, 等. 高效液相色谱法检测鸡蛋中氯霉素类药物残留[J]. 中国畜牧兽医文摘, 2018, 34(3): 72-74.
- LUO Z J, CHEN X, SHAN N R, et al. Determination of chloramphenicol residues in eggs by high performance liquid chromatography [J]. Chinese Abstracts of Animal Husbandry and Veterinary Medicine, 2018, 34(3): 72-74.
- [17] 赵文亚, 沈美芳, 徐幸莲, 等. 气相色谱法测定水产品中氯霉素残留[J]. 水产学报, 2003, 27(3): 278-282.
- ZHAO W Y, SHEN M F, XU X L, et al. Determination of chloramphenicol residues in aquatic products by gas chromatography [J]. Journal of Fisheries of China, 2003, 27(3): 278-282.
- [18] 曾勇, 董文婷, 周青, 等. 液相色谱-串联质谱法测定禽蛋和禽肉中酰胺醇类药物残留[J]. 农产品质量与安全, 2019(3): 35-38, 48.
- ZENG Y, DONG W T, ZHOU Q, et al. Determination of amphenicols drugs residues in poultry eggs and meat by LC-MS/MS[J]. Quality and Safety of Agro-Products, 2019(3): 35-38, 48.
- [19] 郁宏燕, 熊晓辉, 游京晶, 等. 液相色谱-质谱法测定乳及乳制品中氯霉素类抗生素的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(4): 1485-1489.
- YU H Y, XIONG X H, YOU J J, et al. Determination of chloramphenicols in milk and dairy products by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(4): 1485-1489.
- [20] 刘畅, 孙安敏. QuEChERS方法在食品非法添加物检测中的应用[J]. 农业科学研究, 2019, 40(2): 46-51, 56.
- LIU C, SUN A M. The application of QuEChERS method in food illegal additives detection [J]. Journal of Agricultural Sciences, 2019, 40(2): 46-51, 56.
- [21] 陈娟, 李永琴, 卜宁霞, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法检测牛奶中11种激素类药物残留[J]. 中国兽药杂志, 2021, 55(8): 27-33.
- CHEN J, LI Y Q, BU N X, et al. Determination of 11 hormones residues in milk using QuEChERS by ultrahigh-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2021, 55(8): 27-33.
- [22] ŚNIEGOCKI 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: Basel, Switzerland, 2019, 24(3): 384.
- [23] LIU H Y, LIN S L, FUH M R. 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.
- [24] 刘远晓, 关二旗, 卞科, 等. QuEChERS法在食品有机污染物检测中的研究进展[J]. 食品科学, 2017, 38(19): 294-300.
- LIU Y X, GUAN E Q, BIAN K, et al. A review of the application of QuEChERS in the determination of organic contaminants in foods [J]. Food Science, 2017, 38(19): 294-300.
- [25] 李成, 王锡兰, 姚东校, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定鸡肉、鸡蛋中9种兽药残留[J]. 热带农业科学, 2021, 41(9): 86-92.
- LI C, WANG X L, YAO D X, et al. Simultaneous determination of 9 veterinary drug residues in chicken and eggs by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Tropical Agriculture, 2021, 41(9): 86-92.
- [26] ANASTASSIADES M, LEHOTAY S J, ŠTAJNBAHER D, et al. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and “dispersive solid-phase extraction” for the determination of pesticide residues in produce [J]. Journal of AOAC International, 2019, 86(2): 412-431.
- [27] 易江华, 段振娟, 方国臻, 等. QuEChERS方法在食品农兽药残留检测中的应用[J]. 中国食品学报, 2013, 13(2): 153-158.
- YI J H, DUAN Z J, FANG G Z, et al. Study of QuEChERS method for the detection of pesticide and veterinary drug residues in foods [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2013, 13(2): 153-158.
- [28] 陈其煌. QuEChERS结合高效液相色谱-串联质谱法测定饲料中氯霉素[J]. 福建农业科技, 2021, 52(3): 46-52.
- CHEN Q H. Determination of chloramphenicol in feed by QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Fujian Agricultural Science and Technology, 2021, 52(3): 46-52.
- [29] 国家质量监督检验检疫总局. 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定: GB/T 22338—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. Determination of multi-residues of chloramphenicols in animal-original food: GB/T 22338—2008[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.
- [30] 张蕤, 张春萍, 熊慧霞, 等. 改良的QuEChERS与超高效液相色谱三重四极杆质谱法检测动物源性食品中胺苯醇类药物残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2021, 31(2): 152-154, 167.
- ZHANG R, ZHANG C P, XIONG H X, et al. Residual determination of fenicol antibiotics in animal derived foods by modified QuEChERS combined with ultra performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2021, 31(2): 152-154, 167.
- [31] 王胜, 肖三华, 唐非. 武汉市市售水产品中氯霉素、孔雀石绿与结晶紫污染状况[J]. 公共卫生与预防医学, 2018, 29(4): 101-103.
- WANG S, XIAO S H, TANG F. Pollution status of chloramphenicol, malachitegreen and crystal violet in water products sold in Wuhan [J]. Journal of Public Health and Preventive Medicine, 2018, 29(4): 101-103.