DOI:10.19789/j.1004-9398.2026.01.008 Open Access
文献引用:李洪波,黄志伟,张振宇,等. HPLC-MS/MS快速测定鸡肉中酰胺醇类和硝基咪唑类药物[J].首都师范大学学报(自然科学版),2026,47(1):64-70. LI H B,HUANG Z W,ZHANG Z Y,et al. Determination chloramphenicol and nitroimidazole residues in chicken by HPLC-MS/MS[J]. Journal of Capital Normal University (Natural Science Edition),2026,47(1):64-70.

HPLC-MS/MS快速测定鸡肉中酰胺醇类和硝基咪唑类药物*

李洪波[1],黄志伟[1**],张振宇[2],刘 萌[1],马 宁[1]

(1.驻马店市产品质量检验检测中心,河南 驻马店 463000;2.济源产城融合示范区检验检测中心,河南 济源 459000)

摘要:为了实现快速同时测定鸡肉中酰胺醇类和硝基咪唑类药物残留,本研究建立了一种高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)分析检测技术方法。鸡肉样品匀浆粉碎后,经水预混合分散,乙腈提取,Captiva EMR-Lipid固相萃取柱一步净化,HPLC-MS/MS检测;酰胺醇类药物采用基质内标法定量,硝基咪唑类药物采用基质外标法定量。酰胺醇类和硝基咪唑类药物在0.3~10.0 μg/kg范围线性关系良好。二者的检测下限均为0.1 μg/kg,定量下限均为0.3 μg/kg。在1.0、2.0和5.0 μg/kg的添加质量分数水平下,酰胺醇类药物回收率为95.5%~105.8%,硝基咪唑类药物回收率为82.4%~109.3%,相对标准偏差为0.4%~10.1%。该方法简便、快捷,满足鸡肉中酰胺醇类和硝基咪唑类药物残留检测的相关规定和要求。

关键词:鸡肉;酰胺醇类;硝基咪唑类;HPLC-MS/MS
中图分类号:TS251.7;S859.84 **文献标志码**:A

Determination chloramphenicol and nitroimidazole residues in chicken by HPLC-MS/MS *

LI Hongbo[1], HUANG Zhiwei[1**], ZHANG Zhenyu[2], LIU Meng[1], MA Ning[1]

(1. Zhumadian Product Quality Inspection and Testing Center, Zhumadian Henan 463000;
2. Product Quality Monitoring and Testing Center of Jiyuan, Jiyuan Henan 459000)

Abstract: To achieve the rapid and simultaneous determination of amide alcohol and nitroimidazole drug residues in chicken, a high-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) analytical detection technique was established in this paper. The chicken samples were homogenized and crushed, pre-mixed and dispersed with water, extracted with acetonitrile, purified in one step with a Captiva EMR-Lipid solid-phase extraction column, and determined by HPLC-MS/MS. The amide alcohol and nitroimidazole drugs were quantified by the matrix-matched standard solution internal standard method and the matrix-matched standard solution external standard method, respectively. The amide alcohol and nitroimidazole drugs showed good linear relationships within the concentration range of 0.3 to 10.0 μg/kg. The detection limits were both 0.1 μg/kg, and the

收稿日期:2025-03-27
*河南省济源市科技攻关项目(24021001,24021006)
**通信作者:weizhi_000@163.com

quantification limits were both 0.3 μg/kg. At the levels of 1.0、2.0 and 5.0 μg/kg, the recovery rates of the amide alcohol drugs ranged from 95.5% to 105.8%, and the recovery rates of the nitroimidazole drugs ranged from 82.4% to 109.3%, with relative standard deviations ranging from 0.4% to 10.1%. This method is simple and rapid, and meets the relevant regulations and requirements for the detection of amide alcohol and nitroimidazole drug residues in chicken.

Keywords: chicken; chloramphenicol; nitroimidazole; HPLC-MS/MS

CLC: TS251.7; S859.84 **DC**: A

0 引 言

鸡肉具有低脂肪、高蛋白的特点,是我国居民饮食中动物蛋白的主要来源,仅次于猪肉[1-2]。部分养殖企业因过度追求经济利益,在肉鸡疫病防治中不合理使用兽药或在饲料中违规添加兽药等,使得鸡肉产品中兽药残留超标问题屡见报道[3],且多集中在酰胺醇类和硝基咪唑类药物残留问题。酰胺醇类主要包括氯霉素(chloramphenicol,CAP)、氟苯尼考(florfenicol, FF)和甲砜霉素(thiamphenicol, TAP),其鸡肉残留通过食物链对人体健康产生危害,如骨髓抑制、过敏反应、生殖系统危害、神经毒性、“灰婴综合征”等。美国、日本等国家,以及欧盟、世界卫生组织(World Health Organization,WHO)和联合国组织均规定禁止在畜牧和水产养殖中使用酰胺醇类抗生素[4]。硝基咪唑类药物,主要包括甲硝唑(metronidazole, MNZ)、替硝唑(tinidazole, TNZ)、地美硝唑(dimetridazole, DMZ)、洛硝哒唑(ronidazole, RNZ)等,具有抗原虫和抗菌活性。在现代养殖业,尤其是蛋鸡和肉鸡的养殖中硝基咪唑的使用较为普遍。长期低剂量摄入硝基咪唑类药物会对人体造成极大危害,如引起基因突变和潜在致癌。欧盟禁止在食品动物中使用RNZ[5]。2020年,农业农村部第250号公告[6]中发布了最新修订的“食品动物中禁止使用的药品及其他化合物清单”,明确规定了酰胺醇类药物及其盐、酯在所有动物食品中禁止使用;硝基咪唑类药物中禁止使用罗硝唑和TNZ。为有效监管动物产品中酰胺醇类抗生素和硝基咪唑类药物的残留,我国先后出台了20余项酰胺醇类抗生素和10余项硝基咪唑类药物的国家或行业检测标准,检测对象覆盖饲料、牛奶、畜禽肉、蜂蜜、水产品和肠衣等,检测方法主要包括液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-mass spectrometry, LC-MS)[7-10]、气相色谱-串联质谱法[11]等,而鸡肉中酰胺醇类药物和硝基咪唑类药物依然是重点监管对象。

目前,文献报道同时检测上述药物的方法主要集中在高效液相色谱-串联质谱(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)法[12-16],该方法适应范围广、检测通量高、灵敏度高、定性定量准确,为兽药残留检测的主要手段。佟芳荻等[12]建立了动物源性食品中硝基咪唑类和酰胺醇类药物残留量的LC-MS检测方法,定量限为0.1~10.0 μg/kg,加标回收率为82.1%~108.0%;温家欣等[13]采用QuEChERS提取净化技术,建立了测定蜜丸中氯霉素和硝基咪唑HPLC-MS/MS法,定量限为0.25~0.50 μg/kg,平均回收率为77.5%~116.0%;勇艳华[14]建立了同时检测鱼肉中3种氯霉素和5种硝基咪唑类药物的HPLC-MS/MS法,氯霉素类、MNZ和其他硝基咪唑类的检出限分别为0.1、0.5和1.0 μg/kg,平均回收率为82.3%~109.0%;凌莉等[15]建立了同位素内标校准超高效液相色谱-串联质谱法(ultra-HPLC-MS/MS, UHPLC-MS/MS)测定蜂蜜中氯霉素和硝基咪唑的方法,定量限为30.0~120.0 ng/kg,加标回收率为90.7%~103.3%。目前,未见同时检测鸡肉中酰胺醇类和硝基咪唑类药物的方法。本研究拟采用预分散提取、低温离心和Captiva EMR-Lipid固相萃取柱一步净化萃取技术结合HPLC-MS/MS检测,希望建立一种快速、高效、准确地检测鸡肉中酰胺醇类药物和硝基咪唑类药物的方法,以期实现对鸡肉中相关药物的高效监管,有效护航畜牧业健康发展。

1 实验部分

1.1 试剂和材料

100.0 μg/mL CAP、FF和TAP混合标准溶液,100.0 μg/mL CAP-D_5、FF-D_3和TAP-D_3内标混合标准溶液,100.0 μg/mL MNZ、TNZ、DMZ和RNZ混合标准溶液均购自北京坛墨科技有限公司;色谱纯乙腈

和甲醇均购自上海安谱实验科技有限公司;色谱纯甲酸和分析纯无水Na_2SO_4均购自天津科密欧化学试剂有限公司。实验用水均为纯净水,购自广州屈臣氏食品饮料有限公司。

鸡肉购自驻马店某大型超市,取整鸡的鸡胸和鸡腿肉,混合均质后,-18 ℃冷冻保存,备用。

1.2 仪 器

使用美国Waters公司生产的TQ-S型HPLC-MS/MS分析样品,搭配Waters Acquity BEH C18色谱柱(2.1 mm×50.0 mm,填料粒径为1.7 μm);使用莱谱(北京)科技有限公司生产的HM6300型畜产品全自动智能均质仪均质鸡肉样品;使用瑞士Precisa公司生产的S220A型电子天平称量样品;使用上海仪电科学仪器股份有限公司生产的HY-2型漩涡混匀仪混合溶液;使用上海安谱实验科技股份有限公司生产的EOAA-HM-01型多管漩涡混合仪震荡提取样品;使用德国Sigma公司生产的3-30KS型高速冷冻离心机离心溶液,离心温度为4 ℃、离心速度为14 000 r/min、离心半径为9.3 cm;使用美国安捷伦科技有限公司生产的Captiva EMR-Lipid型固相萃取柱去除样品溶液中的脂类,柱体积为3 mL、柱填料质量为300 mg;使用美国Waters公司生产的Prime HLB固相萃取柱去除样品中基质干扰物,柱体积为3 mL、柱填料质量为150 mg;使用美国Waters公司生产的HLB固相萃取柱吸附待测化合物,柱体积为3 mL、柱填料质量为60 mg;使用北京同泰科技发展有限公司生产的TTL-DCⅡ氮吹仪吹干样品溶液。

1.3 仪器条件

(1)色谱条件。柱温为35 ℃、进样量为5 μL、流速为0.3 mL/min,流动相为乙腈和水,其中硝基咪唑类药物的水溶液含0.1%甲酸。梯度洗脱程序:保留时间为0~0.50 min时,有机相和水相的体积比为2∶98;0.50~3.50 min时,上述体积比为60∶40;3.50~4.50 min时,上述体积比为2∶98。

(2)质谱条件。酰胺醇类药物采用负离子模式扫描,电离电压、源温度和脱溶剂温度分别为2.9 kV、150 ℃、450 ℃,进样速度为10 μg/min;硝基咪唑类药物采用正离子模式扫描,电离电压、源温度和脱溶剂温度分别为1.0 kV、150 ℃、500 ℃。多反应监测(multiple reaction monitoring,MRM)模式下其余详细参数列于表1。

1.4 标准溶液配制

分别取100 μL 100.0 μg/mL酰胺醇类药物混合标准溶液、硝基咪唑类药物混合标准溶液于10 mL容量瓶中,甲醇稀释并定容,得到1.0 μg/mL混合标准溶液,-18 ℃避光保存。取100 μL 100.0 μg/mL酰胺醇类药物内标溶液于10 mL容量瓶中,甲醇稀释并定容,得到1.0 μg/mL溶液,-18 ℃避光保存。

取1 mL 1.0 μg/mL混合标准溶液,于10 mL容量瓶中,用20.0%甲醇稀释并定容,得到100.0 ng/mL溶液,4 ℃避光保存,备用。取1 mL 1.0 μg/mL酰胺醇类药物内标溶液,于10 mL容量瓶中,用20.0%甲醇稀释并定容,得到100.0 ng/mL溶液,4 ℃避光保存,备用。

1.5 实际样品前处理

准确称取5 g解冻后鸡肉,置于50 mL离心管中,依次加入100 μL 100.0 ng/mL酰胺醇类药物内标溶液、5 mL水,涡旋混匀1.0 min;依次加入20 mL乙腈、8 g无水Na_2SO_4,振荡提取20 min后离心

表1 多反应监测模式下的质谱分析参数

Table 1 mass spectrometry analysis parameters in multiple reaction monitoring mode

类型	分析物	保留时间/min	母离子质荷比	子离子质荷比		锥孔电压/V	碰撞能量/eV	
				定量离子	定性离子		定量离子	定性离子
酰胺醇类	氯霉素	3.31	321.096	151.909	256.978	48	18	10
	甲砜霉素	2.50	354.096	289.988	184.977	48	12	20
	氟苯尼考	2.85	356.096	335.962	184.972	50	18	8
硝基咪唑类	甲硝唑	2.00	172.000	128.000	82.000	22	21	15
	替硝唑	2.37	248.222	121.075	128.040	28	14	18
	地美硝唑	2.11	142.000	96.000	81.000	25	15	22
	洛硝哒唑	2.09	201.000	140.000	55.000	17	10	20
酰胺醇内标	氯霉素-D_5	3.31	326.096	289.988	—	46	18	—
	甲砜霉素-D_3	2.50	357.160	293.050	—	48	10	—
	氟苯尼考-D_3	2.85	359.160	338.960	—	22	6	—

注:—为无数据。

5 min;取Captiva EMR-Lipid固相萃取柱,将少许脱脂棉填入柱管内,用玻璃棒轻压;取10 mL离心后上清液,过Captiva EMR-Lipid固相萃取柱,流出液50 ℃水浴,氮气吹干,用20.0%甲醇500 μL复溶,充分混匀后,过0.22 μm微孔滤膜,HPLC-MS/MS待测。

1.6　基质标准曲线的绘制

取空白鸡肉样品,按1.5节步骤处理后的空白样品流出液;分别取15、25、50、100和250 μL 100.0 ng/mL混合标准溶液置于5份空白样品流出液中,分别加入50 μL 100.0 ng/mL混合内标溶液,氮气吹干、复溶,过滤得到质量浓度分别为1.5、2.5、5.0、10.0和25.0 ng/mL的系列基质匹配标准工作液。酰胺醇类药物采用基质匹配同位素内标标准曲线校正,以外标与内标的质量浓度比为横坐标,对应峰面积比为纵坐标绘制曲线。硝基咪唑类药物采用基质匹配标准曲线校正,以各目标化合物的质量浓度和对应峰面积为横和纵坐标绘制曲线。

1.7　方法灵敏度的确定

取5 g空白样品,添加适量的标准溶液,制得一定含量的添加样品若干,按1.5节步骤处理后,上机测定信噪比(signal-to-noise ratio,*S*/*N*),确定灵敏度。当*S*/*N*=3时,为方法检测限;当*S*/*N*=10时,为方法定量限[17]。

1.8　准确度和精密度

称取5 g空白样品15份,添加一定体积的内、外标混合标准溶液,制得添加质量分数为1.0、2.0和5.0 μg/kg的样品,各5份,按1.5节步骤处理后检测,硝基咪唑类药物采用外标基质标准曲线法定量,酰胺醇类药物采用内标标准曲线法定量,并计算回收率(*R*)和相对标准偏差(relative standard deviation,RSD),相应计算公式为:

$$R=(\rho_{测}/\rho_{理})\times 100\%\text{或}=(x_{测}/x_{理})\times 100\%,$$

$$D_{RS}=\frac{\sqrt{\dfrac{\sum_{i=1}^{5}(m_i-\bar{m})^2}{5-1}}}{\bar{m}}\times 100\%,$$

式中:$\rho_{测}$为测量质量浓度值;$\rho_{理}$为理论质量浓度值;$x_{测}$为测量外标与内标的质量浓度比值;$x_{理}$为理论外标与内标的质量浓度比值;m_i为第i次测量的$\rho_{测}$或$x_{测}$,i=1、2、3、4、5;$\bar{m}$为m_i的平均值;R越接近100%,表明方法准确度越高;D_{RS}为RSD值,该值越小,表明方法精密度越高。

2　实验结果

2.1　条件优化

在最佳的锥孔电压和碰撞能量条件下,空白鸡肉中添加1.0 μg/kg硝基咪唑类和酰胺醇类药物特征总离子流色谱图如图1所示。整体而言,样品经梯度洗脱分离,各目标化合物峰型对称性较好,响应强度较高。其中:硝基咪唑类药物MNZ、DMZ和RNZ的保留时间接近,为2.00、2.10和2.09 min,存在峰重叠现象(图1(a)),酰胺醇类药物CAP、TAP和FF保留时间分别为3.31、2.50和2.85 min,分离良好(图1(b))。存在峰重叠的部分选择离子色谱图如图2所示,MRM模式扫描时,以子离子定量时重叠峰可实现准确定量。

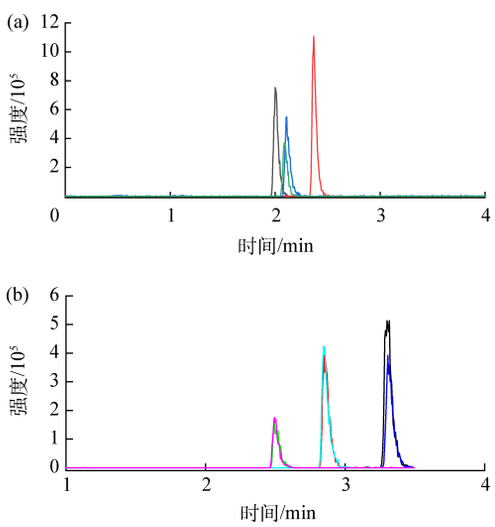


图1　空白鸡肉中添加1.0 μg/kg不同药物特征的总离子流图
(a)硝基咪唑类;(b)酰胺醇类

Figure 1　characteristic chromatogram of blank chicken after adding 1.0 μg/kg different drugs
(a)nitroimidazoles;(b)amphenicols

2.2　定量结果

酰胺醇类和硝基咪唑类药物的检测结果列于表2。二者均在质量分数为0.3~10.0 μg/kg时,具有良好的线性关系,线性相关系数(*r*)≥0.997。在样品添加质量分数为1.0、2.0和5.0 μg/kg时,酰胺醇类和硝基咪唑类药物*R*分别为95.5%~105.8%和82.4%~109.3%,二者的RSD为0.4%~10.1%。添加目标化合物后:当空白样品质量浓度为0.5 ng/mL、*S*/*N*=3时,检测下限为0.1 μg/kg;当空白样品的质量浓度为1.5 ng/mL、*S*/*N*=10时,定量下限为0.3 μg/kg。

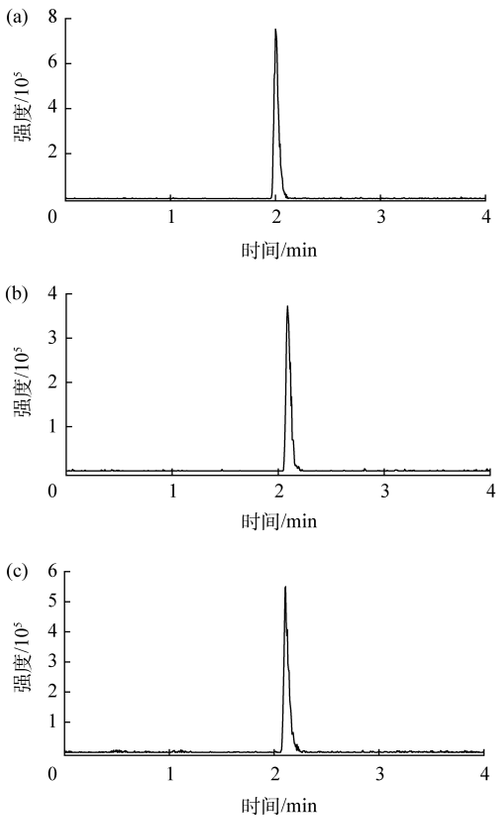


图2　部分目标化合物选择离子色谱图

(a)甲硝唑;(b)地美硝唑;(c)洛硝哒唑

Figure 2　select ion chromatogram for some target compound

(a) metronidazole;(b) dimetridazole;(c) ronidazole

2.3　实际样品检测

对购买的28批鸡肉样品检测结果表明,氟苯尼考检出1批,质量分数为1.8 μg/kg,其余均未检出。

3　讨　论

在酰胺醇类和硝基咪唑类药物检测方法文献中[13-15,18-19],提取溶剂主要有甲醇、乙腈、乙酸乙酯等。考虑到乙腈的溶解度大、黏性低,提取的共提物少,提取液澄清度较好,兼具有沉淀蛋白的作用,降低了后续实验净化柱净化的难度。因此选择乙腈作为提取溶剂。在实际操作中,乙腈提取造成了鸡肉样品结块,影响提取效率,故在乙腈提取前,先用少量水预分散样品。同时,为了避免鸡肉样品自身含水和预分散用水对后续定量检测的影响,在提取溶液中加入无水Na_2SO_4,考虑到5 g鸡肉样品和预分散用水的总水量为8~9 mL,1 g Na_2SO_4约固水1 270 μL,因此8 g Na_2SO_4可以固定溶液中所有水分。为节省前处理时间,提高检测效率,达到快速定量的目的,选用通过式固相萃取柱,确保了提取溶液顺利过柱。与常规离心相比,低温高速离心得到的溶液澄清度更高。在过柱净化实验时,个别净化柱出现堵塞现象;为解决该问题,在净化柱中加少许脱脂棉预处理待净化液,取得良好效果。考虑到HPLC-MS/MS对样品离子化时的溶剂效应,溶剂置换净化后的试样,选择20.0%甲醇作为上机溶液,获得了较好的峰形和响应值。

在流动相选择中,酰胺醇类药物在有机相为乙腈或甲醇、水相为水时,系统的响应值最佳,而在有机相为乙腈、水相为水(含0.1%甲酸或1.0%乙酸铵)系统的响应值较差;这是由于酰胺醇类药物含有多个易质子化的酸性基团,如硝基、羟基等,易失去质子,形成稳定的带负电的离子,因此流动相无需酸化处理。硝基咪唑类药物检测响应相反,其在乙腈、水(含0.1%甲酸)为流动相时系统的响应最佳;这是由于硝基咪唑类药物的咪唑环中氮原子碱性较强,在酸性条件下易于质子化,形成正离子,因此流动相选择加酸处理。为了保证对2类药物的检测灵敏度不低于国家标准[9-10],文中采用了2种流动相

表2　酰胺醇类和硝基咪唑类药物的检测结果

Table 2　quantitative detection results of amide alcohols and nitroimidazole drugs

化合物	线性方程	相关系数	回收率/%	相对标准偏差/%		
				1.0 μg·kg^{-1}	2.0 μg·kg^{-1}	5.0 μg·kg^{-1}
氯霉素	y=0.690 6x−0.026 7	0.999	98.6~105.8	5.1	6.0	0.9
甲砜霉素	y=0.921 5x+0.263 2	0.998	95.5~99.4	6.1	5.3	1.8
氟苯尼考	y=0.798 7x+0.803 0	0.999	98.7~103.4	3.5	2.8	0.4
甲硝唑	A=18 517ρ+424	0.997	88.8~96.1	5.3	4.9	5.6
替硝唑	A=24 668ρ+652	0.999	93.5~107.5	6.8	5.9	4.8
地美硝唑	A=12 315ρ+1 337	0.999	82.4~89.7	8.9	5.8	6.1
洛硝哒唑	A=9 033ρ+426	0.999	92.5~109.3	10.1	7.5	6.2

注:y为内外标峰面积的比值;x为外标与内标的质量浓度比;A为峰面积;ρ为标准溶液的质量浓度。

系统。鸡肉样品基质复杂,而基质效应是影响HPLC-MS/MS定量分析准确度和精密度的重要干扰因素[20],为消除或减少基质效应的影响,文中CAP、FF和TAP采用内标法校正,MNZ、TNZ、DMZ和RNZ采用基质匹配标准溶液校正。

以往研究多集中在蜂蜜和鱼肉产品,本方法填补了国内关于酰胺醇类和硝基咪唑药物在鸡肉中同步快速检测研究的空白,且前处理步骤少、处理速度快、检测灵敏度与准确度高,适合鸡肉样品批量筛查检测。其中:酰胺醇类药物的检测限为0.1 μg/kg,与国标[7]规定一致,RSD<6.1%,R为95.5%~105.8%;硝基咪唑类药物的检测限为0.1 μg/kg,灵敏度明显优于国标[11],RSD<10.1%,R为82.4%~109.3%。二者均满足标准要求。

4　结束语

本实验首次建立了一种快速检测鸡肉中酰胺醇类药物和硝基咪唑类药物残留的HPLC-MS/MS检测方法,其准确度和灵敏度均能满足兽药残留检验要求。下一步研究可在保证灵敏度的前提下,充分优化流动相系统,达到合并液相方法检测的目的;或以本方法为基础,将检测通量扩展为磺胺类、β受体激动剂类、喹诺酮类等药物。

©The editorial department of Journal of Capital Normal University (Natural Science Edition) 2025. This is an open access article under the CC BY-NC-ND 4.0 license (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

参 考 文 献

[1] 朱效博,武云龙,孙晓亮,等.液相色谱-串联质谱法同时检测鸡肉中61种抗菌药物[J].中国动物检疫,2022,39(3):111-120. DOI:10.3969/j.issn.1005-944X.2022.03.022.
ZHU X B, WU Y L, SUN X L, et al. Simultaneous determination of 61 antibiotics in chicken by LC-MS[J]. China Animal Health Inspection, 2022, 39(3): 111-120.

[2] 马丽娜,赵敏,张静,等. QuEChERS-超高效液相色谱串联质谱法同时测定鸡肉中7类42种兽药残留的研究[J].中国家禽,2021,43(8):68-74. DOI:10.16372/j.issn.1004-6364.2021.08.012.
MA L N, ZHAO M, ZHANG J, et al. Simultaneous determination of 42 veterinary drug residues from 7 classes in chicken using QuEChERS-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Poultry, 2021, 43(8): 68-74.

[3] 许均图,陈德斌,陈燕,等. Captiva EMR-Lipid小柱净化-超高效液相色谱串联质谱法快速测定鸡肉中12种兽药残留[J].现代食品,2022,28(23):151-154. DOI:10.16736/j.cnki.cn41-1434/ts.2022.23.040.
XU J T, CHEN D B, CHEN Y, et al. Rapid determination of 12 veterinary drug residues in chicken by Captiva EMR-Lipid cartridge cleanup combined with ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food, 2022, 28(23): 151-154.

[4] YUNIS A A, ARIMURA G K, ISILDAR M. DNA damage induced by chloramphenicol and its nitroso derivative: damage in intact cells[J]. American Journal of Hematology, 2010, 24(1): 77-84. DOI: 10.1002/ajh.2830240110.

[5] YANG J, CHEN L F, WANG Q Y, et al. Determination of nitroimidazole based on dispersive solid-phase extraction antibiotics combined with capillary electrophoresis[J]. Electrophoresis, 2023, 44(7/8): 634-645. DOI: 10.1002/elps.202200268.

[6] 农业农村部.中华人民共和国农业部公告第250号[EB/OL].(2020-01-06)[2024-11-26].https://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm.
Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China. Announcement No. 250 of the Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China [EB/OL]. (2020-01-06) [2024-11-26]. https://www. moa. gov. cn/gk/tzgg_1/gg/202001/t20200106_6334375.htm.

[7] 国家市场监督管理总局,中国国家标准化管理委员会.动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定 气相色谱-质谱/液相色谱-质谱法:GB/T 22338—2008[S].北京:中国标准出版社,2008.
State Administration for Market Regulation, Standardization Administration of China. Determination of chloramphenicol antibiotic residues in foodstuffs of animal origin-gas chromatography-mass spectrometry/liquid chromatography-mass spectrometry method: GB/T 22338-2008 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.

[8] 国家市场监督管理总局,中国国家标准化管理委员会.可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法:GB/T 20756—2006[S].北京:中国标准出版社,2006.
State Administration for Market Regulation, Standardization Administration of China. Determination of chloramphenicol, thiamphenicol and florfenicol residues in edible animal muscles, livers and aquatic products-liquid chromatography-tandem mass spectrometry method: GB/T 20756-2006 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2006.

[9] 国家市场监督管理总局,中国国家标准化管理委员会.

动物源食品中硝基咪唑残留量检验方法:GB/T 21318—2007[S].北京:中国标准出版社,2007.
State Administration for Market Regulation, Standardization Administration of China. Method for the determination of nitroimidazole residues in foodstuffs of animal origin: GB/T 21318-2007 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2007.

[10] 国家卫生健康委员会,国家市场监督管理总局.食品安全国家标准 动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法:GB/T 31628.23—2022[S].北京:中国标准出版社,2022.
National Health Commission of the People's Republic of China, State Administration for Market Regulation. National food safety standard - determination of nitroimidazole drug residues in animal derived foods - liquid chromatography-tandem mass spectrometry method: GB/T 31628.23-2022 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2022.

[11] 国家市场监督管理总局,中国国家标准化管理委员会.肉与肉制品 氯霉素含量的测定:GB/T 9695.32—2009[S].北京:中国标准出版社,2009.
State Administration for Market Regulation, Standardization Administration of China. Meat and meat products - determination of chloramphenicol content: GB/T 9695.32-2009 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2009.

[12] 佟芳荻,潘晓敏,邱国林,等.LC-MS/MS检测动物源性食品中12种激素类、硝基咪唑类和酰胺醇类药物残留[J].食品安全导刊,2023(14):53-57+62. DOI:10.16043/j.cnki.cfs.2023.14.016.
TONG F D, PAN X M, QIU G L, et al. Detection of 12 residues of hormones, nitroimidazoles, and amphenicols in animal-derived foods by LC-MS/MS [J]. China Food Safety Magazine, 2023(14):53-57+62.

[13] 温家欣,陈俏,曹雅静,等.改良QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定蜜丸中氯霉素和硝基咪唑类药物残留[J].化学研究与应用,2022,34(10):2304-2310. DOI:10.3969/j.issn.1004-1656.2022.10.005.
WEN J X, CHEN Q, CAO Y J, et al. Determination of chloramphenicol and nitroimidazole residues in honeyed pills by modified QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chemical Research and Application, 2022, 34(10):2304-2310.

[14] 勇艳华.液相色谱-串联质谱法同时检测鱼中氯霉素类和硝基咪唑类药物残留[J].食品安全导刊,2022(16):71-74+79. DOI:10.16043/j.cnki.cfs.2022.16.026.
YONG Y H. Simultaneous determination of chloramphenicols and nitroimidazoles residues in fish by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Food Safety Magazine, 2022(16):71-74+79.

[15] 凌莉,曲良娇,梁素丹,等.同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中氯霉素及5种硝基咪唑[J].现代预防医学,2023,50(20):3785-3789. DOI:10.20043/j.cnki.MPM.202306295.
LING L, QU L J, LIANG S D, et al. Determination of chloramphenicol and five nitroimidazoles in honey by isotope dilution-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Preventive Medicine, 2023, 50(20):3785-3789.

[16] 许佩勤,罗雪燕,陈茹.超高效液相色谱-串联质谱法测定凉茶中10种硝基咪唑类物质[J].食品安全质量检测学报,2024,15(14):84-92. DOI:10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240422001.
XU P Q, LUO X Y, CHEN R. Determination of 10 nitroimidazoles in herbal tea by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2024, 15(14):84-92.

[17] 张崇威,李华岑,陈蔷,等.鸡蛋及牛奶中四环素类药物残留量的液相色谱-串联质谱测定法[J].中国兽药杂志,2022,56(3):35-45. DOI:10.11751/ISSN.1002-1280.2022.03.05.
ZHANG C W, LI H C, CHEN Q, et al. Determination of tetracycline antibiotic residues in eggs and milk by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2022, 56(3):35-45.

[18] 姚璇,王波,刘兰霞,等.QuEChERS结合UPLC-MS/MS法测定畜禽肉中的硝基咪唑类药物[J].中国口岸科学技术,2023,5(12):67-74. DOI:10.3969/j.issn.2097-1227.2023.12.008.
YAO X, WANG B, LIU L X, et al. Determination of nitroimidazoles in livestock and poultry meat by QuEChERS combined with UPLC-MS/MS [J]. Port Science and Technology China, 2023, 5(12):67-74.

[19] VURAN B, ULUSOY HI, SARP G, et al. Determination of chloramphenicol and tetracycline residues in milk samples by means of nanofiber coated magnetic particles prior to high-performance liquid chromatography-diode array detection [J]. Talanta, 2021, 230: 122307. DOI: 10.1016/j.talanta.2021.122307.

[20] 王思威,曾广丰,刘艳萍,等.荔枝与龙眼中噻虫啉、螺虫乙酯及代谢物的高效液相色谱-串联质谱分析[J].分析测试学报,2019,38(2):201-206. DOI:10.3969/j.issn.1004-4957.2019.02.009.
WANG S W, ZENG G F, LIU Y P, et al. Analysis of thiacloprid, spirotetramat and its metabolites in litchi and longan by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2019, 38(2):201-206.

(责任编辑:王 媛)