DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20250808001
引用格式: 范小龙, 邓曦, 吴婉琴, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定动物性食品中硝基咪唑类药物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(7): 22–30.
FAN XL, DENG X, WU WQ, *et al*. Determination of nitroimidazole drugs residues in animal-based foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(7): 22–30. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱-串联质谱法测定动物性食品中硝基咪唑类药物残留量

范小龙[1,2,3], 邓　曦[4], 吴婉琴[1,2,3], 王　亨[1,2,3], 朱松松[1,2,3], 江　丰[1,2,3*]

[1. 湖北省食品质量安全监督检验研究院, 武汉　430075; 2. 国家市场监督管理总局重点实验室(动物源性食品中重点化学危害物检测技术), 武汉　430075; 3. 湖北时珍实验室, 武汉　430065; 4. 鄂州市食品药品检验检测所, 鄂州　436001]

摘　要: 目的　建立高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋、鸡肉和猪肉基质中硝基咪唑类药物的残留量的方法。**方法**　样品经乙腈和乙腈水溶液超声提取, 乙腈饱和的正己烷溶液去油, 离心, 下层提取液经 Prime HLB 固相萃取柱净化后, 上机分析。采用 C_{18} 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)分离, 以 0.1%甲酸水溶液和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 外标法定量测定。**结果**　10 种硝基咪唑药物在 1~100 ng/mL 的范围内线性关系良好, 相关系数均高于 0.995, 定量限均为 1.0 μg/kg。10 种硝基咪唑药物于 1、2、10 倍定量限 3 个水平下的平均加标回收率范围为 80.1%~107.7%, 相对标准偏差范围为 0.8%~7.5%。采用该方法对收集的 150 批次样品进行分析, 共检出 3 批次阳性样品, 其中 2 批次鸡蛋样品检出甲硝唑, 含量分别为 896.0 μg/kg、1341.3 μg/kg; 1 批次鸡肉样品中检出地美硝唑, 含量为 480.2 μg/kg。**结论**　该方法高效准确, 满足猪肉、鸡肉、鸡蛋食品中硝基咪唑类药物的定性定量分析, 有效弥补现有国家标准食品基质不全、操作烦琐等问题, 同时为保障动物源性食品的卫生安全提供技术支撑。

关键词: 硝基咪唑类药物; 鸡蛋; 鸡肉; 猪肉; 高效液相色谱-串联质谱法

Determination of nitroimidazole drugs residues in animal-based foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

FAN Xiao-Long[1,2,3], DENG Xi[4], WU Wan-Qin[1,2,3], WANG Heng[1,2,3], ZHU Song-Song[1,2,3], JIANG Feng[1,2,3*]

(1. *Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test*, *Wuhan* 430075, *China*; 2. *Key Laboratory of Detection Technology of Focus Chemical Hazards in Animal-derived Food*, *State Administration for Market Regulation*, *Wuhan* 430075, *China*; 3. *Hubei Shizhen Laboratory*, *Wuhan* 430065, *China*; 4. *Ezhou Institute for Food and Drug Test and Control*, *Ezhou* 436001, *China*)

收稿日期: 2025-08-08
基金项目: 国家重点研发计划项目(2022YFF1100901)
第一作者: 范小龙(1989—), 男, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 553503578@qq.com
***通信作者:** 江丰(1985—), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品检测技术与食品安全。E-mail: 1327192177@qq.com

ABSTRACT: Objective　To establish a method for the determination of nitroimidazole drugs residues in egg, chicken and pork matrices by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods**　Samples were ultrasonically extracted with acetonitrile and acetonitrile-water solution, followed by degreasing with N-hexane saturated with acetonitrile. After centrifugation, the lower extract was purified using a Prime HLB solid-phase extraction column to instrumental analysis. Separation was achieved on a C_{18} column (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm) with a gradient elution using 0.1% formic acid in water and acetonitrile as mobile phases. Quantification was performed by the external standard method. **Results**　The 10 kinds of nitroimidazole drugs exhibited good linearity within the range of 1–100 ng/mL, with correlation coefficients (r^2) exceeding 0.995. The limit of quantitation for all compounds was 1.0 μg/kg. Average spike recoveries at 3 levels (1, 2 and 10 time limit of quantitation) ranged from 80.1% to 107.7%, with relative standard deviations between 0.8% and 7.5%. Analysis of 150 batches of samples using this method detected 3 positive batches: Metronidazole was identified in 2 egg samples (896.0 μg/kg and 1341.3 μg/kg), and dimetridazole was found in 1 chicken sample (480.2 μg/kg). **Conclusion**　This method is highly efficient and accurate, capable of conducting qualitative and quantitative analysis of nitroimidazole drugs in pork, chicken and egg products. It effectively addresses the issues of incomplete food matrix and cumbersome operation in the current national standards, and provides technical support for ensuring the hygiene and safety of animal-derived foods.

KEY WORDS: nitroimidazole drugs; eggs; chicken; pork; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

0　引　言

硝基咪唑是一类带有咪唑环的化合物, 主要包括甲硝唑、地美硝唑、洛硝哒唑等[1–5]。硝基咪唑类药物作为一类抗生素药物具有抗原虫、抗菌活性, 被广泛应用于治疗家禽组织滴虫病、球虫病以及猪出血性肠炎。但其对人群具有致癌、致畸的毒作用风险, 危害着公共卫生安全[6–12]。GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》规定, 地美硝唑和甲硝唑允许作治疗用, 但不得在动物源性食品中检出, 其他硝基咪唑类药物禁止用于食品动物的治疗, 且不得检出。

目前用于检测动物源食品中硝基咪唑类抗生素药物残留的方法主要有: 酶联免疫吸附法[13]、气相色谱-串联质谱法[14]、液相色谱法[15–20]、液相色谱-串联质谱法[21–25]等。酶联免疫吸附法易出现假阳性或假阴性, 一般用于大批量筛查。毛细管电泳法和液相色谱法的灵敏度较低。传统的国家标准方法, 如 GB/T 21318—2007《动物源性食品中硝基咪唑残留量检验方法》, 利用液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中硝基咪唑类药物, 但是采用凝胶色谱净化, 该过程烦琐复杂, 耗时较长, 消耗试剂及材料较多, 无法满足当前检测的需要, 对操作人员身体健康也可能造成较大危害; 农业农村部 1025 号公告-22—2008《动物源食品中 4 种硝基咪唑残留检测 液相色谱-串联质谱法》[26]只适用于猪的肌肉和肝脏组织, 前处理先提取再浓缩最后用固相萃取柱净化, 洗脱液氮吹复溶上机测定, 处理时间长, 且操作不当易造成损失; GB 31658.23—2022《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》只适用于猪、牛、羊和鸡的肌肉、肝脏和肾脏组织, 没有鸡蛋基质; SN/T 2624—2010《动物源性食品中多种碱性药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱质谱法》适用于猪肉、猪肝、鸡蛋、虾、牛奶中硝基咪唑类药物残留量的测定, 在测定鸡蛋中的硝基咪唑类药物时, 前处理需要将提取液旋至近干, 提取液中柠檬酸缓冲溶液比例较大, 旋至近干耗时时间长, 不宜大批量鸡蛋样品测定。且净化时采用 MEP 固相萃取柱和 MCX 固相萃取柱串联, 该过程烦琐, 操作不当易造成损失, 回收率低, 影响结果判定。

查阅食品安全查询系统(食安通)近 5 年来(2019—2024)全国硝基咪唑类不合格情况, 不合格的基质主要包括鸡蛋、蜂蜜、鸡肉、猪肉、水产品, 其中不合格率排名前 3 的为鸡蛋、鸡肉和猪肉。然而目前国内相关检测标准鲜少有同时包含这 3 种基质的方法规定。因此有必要建立相关检测方法同时对这 3 种基质中的硝基咪唑类农药残留进行检测。

鉴于此, 本研究建立高效液相色谱-串联质谱法, 对样本前处理方法及仪器条件进行了优化, 用于猪肉、鸡肉、鸡蛋食品中硝基咪唑类药物残留量的测定, 为保障动物源性食品的卫生安全和消费者“舌尖上的安全”提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 试剂与材料

硝基咪唑类标准品(质量浓度 1000 μg/mL, 上海安谱璀世标准技术服务有限公司), 各化合物信息见表 1; 甲醇、乙腈、正己烷、甲酸(色谱级, 德国 Merck 公司); 乙酸铵、甲酸铵、无水硫酸钠(色谱级, 国药集团化学试剂有限公司); Prime HLB 固相萃取柱(美国 Waters 公司); 有机相滤膜(0.22 μm, 天津津腾实验设备有限公司)。

猪肉、鸡肉、鸡蛋食品均购自于网络平台。

1.2 仪 器

Waters-Tq-s 型三重四级杆串联质谱仪、ACQUITY UPLC® HSS T_3 C_{18} (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)(美国 Waters 公司); XS204 型电子分析天平(感量 0.1 mg)、ME2002E 型电子分析天平(感量 0.01 g)[梅特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司]; Allegra X-15R 型高速离心机(美国贝克曼库尔特有限公司); SB-100D 超声波清洗器(宁波新芝生物科技股份有限公司); A05N6 粉碎机(佛山市瑞翌电子商务有限公司); EVA-80 氮吹仪(睿科集团股份有限公司)。

1.3 试验条件

1.3.1 标准溶液的配制

标准中间液: 精密量取标准品(硝基咪唑类单个标准品质量浓度均为 1000 μg/mL) 1.00 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 配制成质量浓度为 100 μg/mL 的单个标准溶液。

混合标准使用液: 分别精密量取标准中间液 0.1 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 配制成质量浓度为 1.00 μg/mL 混合标准使用液。

混合标准工作液: 分别精密量取混合标准使用液 10、20、50、100、200、500、1000 μL 至 10 mL 容量瓶中用水-乙腈(含 0.1%甲酸, 9:1, *V*:*V*)溶液稀释至刻度, 则各化合物质量浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 ng/mL。

1.3.2 样品的前处理

鸡蛋、鸡肉及猪肉基质样品经粉碎机搅碎混匀, –20 ℃保存。

称取样品 2.00 g 置于 50 mL 离心管中, 加入提取液(鸡蛋基质: 乙腈; 鸡肉及猪肉基质: 乙腈:水=9:1, *V*:*V*) 10 mL, 振荡提取 5 min, 超声提取 10 min, 加入无水硫酸钠 2 g, 涡旋 1 min, 4000 r/min, 离心 5 min; 取上层溶液, 加入 5 mL 乙腈饱和的正己烷, 涡旋混匀 1 min, 4000 r/min, 离心 5 min, 下层溶液待净化。

净化: 取上述溶液 5 mL, 加载到 Prime HLB 固相萃取柱(200 mg, 6 cc), 保持 1 s/滴流速, 收集全部流出液。流出液在 45 ℃水浴氮气吹干, 加入 1.0 mL 0.1%甲酸水-乙腈(9:1, *V*:*V*)溶解残渣, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 上机测试。

表 1 硝基咪唑类化合物 CAS 号、分子量、碎片离子等信息

Table 1 Informations such as CAS number, molecular weight and fragment ions of nitroimidazole compounds

中文名称	CAS 号	分子量/Da	分子式	碎片离子	锥孔电压/V	碰撞能量/eV
4-硝基咪唑	3034-38-6	113.07	$C_3H_3N_3O_2$	113.9/68.0*	20	15
				113.9/83.4		6
羟基甲硝唑	4812-40-2	187.15	$C_6H_9N_3O_4$	188.0/123.0*	30	15
				188.0/126.0		15
2-甲硝咪唑	88054-22-2	127.1	$C_4H_5N_3O_2$	128.0/42.0	60	20
				128.0/82.0*		13
羟甲基甲硝唑	936-05-0	157.15	$C_5H_7N_3O_3$	158.0/55.0	30	15
				1581.0/140.0*		12
甲硝唑	443-48-1	171.15	$C_6H_9N_3O_3$	172.0/82.0	30	21
				172.0/128.0*		15
罗硝唑	7681-76-7	200.15	$C_6H_8N_4O_4$	201.0/55.0	30	20
				201.0/140.0*		10
地美硝唑	551-92-8	141.13	$C_5H_7N_3O_2$	142.0/81.0	30	22
				142.0/96.0*		15
氯甲硝咪唑	4897-25-0	161.55	$C_4H_4ClN_3O_2$	162.0/116.0*	20	17
				162.0/144.9		15
苯硝咪唑	94-52-0	163.13	$C_7H_5N_3O_2$	163.9/90.9	18	32
				163.9/118.1*		18
异丙硝唑	14885-29-1	169.11	$C_7H_{11}N_3O_2$	170.0/109.0	32	25
				170.0/124.0*		16

注: *为定量离子。

1.3.3　仪器条件

(1)色谱条件

色谱柱: ACQUITY UPLC® HSS T_3 C_{18} (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 流动相: A 为 0.1%甲酸水溶液, B 为乙腈, 梯度洗脱程序见表 2; 流速: 0.3 mL/min; 柱温: 35 ℃; 进样量: 2 μL。

表 2　梯度洗脱程序

Table 2　Procedure of gradient elution

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	95.0	5.0
1.0	95.0	5.0
3.0	65.0	35.0
6.0	5.0	95.0
8.0	5.0	95.0
8.1	95.0	5.0
10.0	95.0	5.0

(2)质谱条件

采用电喷雾正离子源(electro spray ionization, ESI^+)在多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式下进行检测。其中, 脱溶剂气流速 1000 L/h(脱溶剂气为氮气), 脱溶剂温度 500 ℃, 锥孔气流量 50 L/h, 毛细管电压 3.0 kV(碰撞气体为氩气), 离子源温度 150 ℃, 各化合物碎片离子、碰撞能量等信息见表 1。

1.4　数据处理

相关质谱数据由 Masslynx 4.1 采集, 数据经 Masslynx 4.1 处理后, 采用 Microsoft Office Excel 2013 进行分析。

2　结果与分析

2.1　固相萃取柱的确定

以 Prime HLB 为代表的通过式固相萃取小柱可以吸附样品中脂肪、磷脂等干扰物质, 过滤后即可净化样品基质, 且无须活化平衡, 可直接上样, 操作简单[27–33]。适用于多目标物的高通量分析, 已成功用于畜禽、水产品和乳制品等食品中多种药物残留的快速检测分析[34–38]。以鸡蛋基质为例, 提取液采用 Prime HLB 固相萃取柱的净化方式, 能吸附鸡蛋提取液中的卵磷脂等干扰物质, 洗脱液是澄清透亮的。

用乙腈水溶液(乙腈:水=9:1, *V*:*V*, 下同)配制硝基咪唑类药物混合标准溶液过 PRIME HLB, 收集全部溶液, 氮气吹干, 复溶后上机测定, 计算回收率, 各化合物回收率在 92.8%~97.6%之间, 表明该固相萃取柱不会吸附硝基咪唑药物, 有良好的净化作用。

2.2　提取溶剂的选择

通过式的固相萃取柱, 无需活化淋洗, 可直接上样净化, 收集全部流出液, 因此一般样品提取液均含有高比例有机试剂, 最常见的是乙腈。本研究考察了乙腈、乙腈(含 0.5%甲酸)、乙腈(含 1%甲酸)、乙腈:水=9:1、乙腈-水=9:1(含 0.5%甲酸)、乙腈-水=9:1(含 1%甲酸)这 6 种组合溶液, 分别通过阴性基质加标(2 μg/kg), 计算回收率, 选择最合适的提取液, 各化合物在不同提取液, 不同基质条件下回收率结果见表 3, 各化合物的总离子流色谱图见图 1, 结果表明鸡蛋基质提取液为乙腈时各化合物平均回收率在

表 3　各化合物在不同基质、不同提取液条件下的加标平均回收率(%, *n*=3)

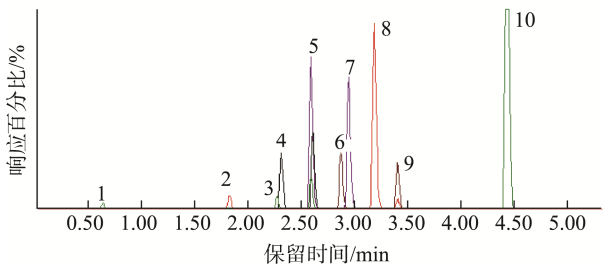
Table 3　Mean spiked recovery rates of target compounds in different matrices and extraction solutions (%, *n*=3)

基质	化合物	乙腈	乙腈 (含 0.5%甲酸)	乙腈 (含 1%甲酸)	乙腈:水=9:1	乙腈-水=9:1 (含 0.5%甲酸)	乙腈-水=9:1 (含 1%甲酸)
		平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)
鸡蛋	4-硝基咪唑	91.3 (5.3)	83.5 (5.4)	82.6 (4.3)	81.6 (4.3)	79.5 (5.3)	78.6 (4.6)
	羟基甲硝唑	92.4 (4.6)	84.6 (2.6)	83.3 (3.2)	82.4 (4.2)	81.6 (2.2)	83.9 (4.5)
	2-甲硝咪唑	90.6 (2.1)	82.8 (3.3)	81.6 (1.8)	83.3 (4.6)	79.5 (2.1)	81.6 (4.7)
	羟甲基甲硝唑	89.3 (3.2)	81.6 (2.8)	82.5 (1.2)	81.4 (2.8)	74.5 (2.8)	80.6 (2.3)
	甲硝唑	91.3 (4.6)	82.3 (1.7)	81.8 (5.3)	82.9 (1.6)	82.3 (4.6)	81.4 (5.2)
	罗硝唑	93.4 (5.3)	80.7 (4.6)	82.8 (3.4)	83.4 (2.7)	78.4 (5.6)	80.8 (4.2)
	地美硝唑	92.5 (1.3)	84.3 (5.2)	81.6 (2.8)	84.6 (3.6)	75.6 (4.2)	80.6 (4.3)
	氯甲硝咪唑	90.6 (2.8)	80.6 (2.2)	82.8 (4.6)	82.1 (4.5)	86.6 (4.3)	79.8 (4.9)
	苯硝咪唑	91.8 (1.7)	80.9 (3.4)	81.9 (2.3)	81.6 (2.2)	84.4 (4.7)	78.4 (4.1)
	异丙硝唑	92.1 (2.2)	81.6 (2.5)	81.6 (4.6)	82.1 (5.6)	72.9 (4.1)	79.4 (2.8)
鸡肉	4-硝基咪唑	85.3 (3.4)	80.4 (1.2)	82.3 (2.2)	91.6 (3.3)	82.6 (2.1)	80.6 (2.6)
	羟基甲硝唑	84.6 (5.6)	80.3 (5.6)	81.6 (5.6)	92.3 (4.8)	83.3 (5.3)	80.4 (3.2)
	2-甲硝咪唑	82.1 (7.8)	82.1 (4.6)	80.8 (3.4)	94.6 (7.2)	84.2 (5.1)	81.3 (4.6)
	羟甲基甲硝唑	80.6 (1.2)	80.6 (4.3)	84.6 (4.6)	92.8 (7.3)	78.8 (2.1)	79.4 (2.8)

表 3(续)

基质	化合物	乙腈	乙腈 (含 0.5%甲酸)	乙腈 (含 1%甲酸)	乙腈:水=9:1	乙腈-水=9:1 (含 0.5%甲酸)	乙腈-水=9:1 (含 1%甲酸)
		平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)	平均回收率 (RSDs)
	甲硝唑	83.3 (2.1)	81.4 (1.3)	82.8 (7.7)	91.1 (2.4)	79.8 (2.3)	78.6 (4.1)
	罗硝唑	79.9 (2.3)	82.8 (4.5)	81.6 (2.5)	95.5 (2.6)	83.2 (2.4)	77.3 (2.7)
	地美硝唑	80.4 (2.1)	82.6 (6.7)	80.9 (2.7)	92.1 (2.4)	81.2 (6.3)	77.4 (1.6)
	氯甲硝咪唑	82.3 (5.6)	81.7 (4.3)	81.8 (2.9)	93.3 (2.8)	80.2 (4.5)	79.8 (4.5)
	苯硝咪唑	81.6 (1.7)	80.7 (7.3)	82.7 (4.6)	92.7 (2.9)	79.8 (4.8)	80.1 (5.1)
	异丙硝唑	82.8 (2.8)	80.3 (8.4)	83.3 (2.3)	92.7 (3.2)	80.1 (5.3)	81.3 (2.2)
猪肉	4-硝基咪唑	81.6 (1.6)	81.6 (5.3)	84.4 (5.3)	91.6 (3.5)	75.8 (5.7)	81.9 (3.3)
	羟基甲硝唑	82.3 (3.3)	81.4 (2.4)	80.6 (4.2)	91.8 (3.7)	79.9 (4.2)	84.5 (4.2)
	2-甲硝咪唑	80.8 (4.5)	80.6 (1.8)	80.7 (2.2)	93.3 (3.8)	80.6 (7.5)	79.8 (5.6)
	羟甲基甲硝唑	81.7 (6.2)	80.7 (4.3)	81.3 (1.8)	94.5 (3.9)	81.3 (7.3)	77.8 (2.7)
	甲硝唑	82.5 (4.8)	80.9 (5.6)	82.4 (5.6)	95.8 (4.1)	80.4 (2.6)	74.6 (2.8)
	罗硝唑	83.6 (1.9)	81.6 (3.2)	80.7 (7.30	94.7 (4.3)	80.6 (3.4)	79.8 (2.4)
	地美硝唑	84.5 (2.50	81.2 (4.6)	80.9 (3.2)	94.6 (5.3)	79.9 (7.3)	78.5 (2.6)
	氯甲硝咪唑	80.6 (2.2)	82.3 (5.8)	81.9 (4.20	94.5 (4.2)	78.4 (4.3)	72.5 (3.2)
	苯硝咪唑	81.2 (3.6)	82.4 (2.6)	82.9 (4.6)	94.1 (4.6)	79.9 (4.6)	74.9 (2.4)
	异丙硝唑	83.3 (4.5)	81.7 (4.6)	81.7 (2.2)	93.1 (7.9)	80.6 (2.8)	80.4 (2.1)

注: 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。



注: 1. 2-甲硝咪唑; 2. 4-硝基咪唑; 3. 羟基甲硝唑; 4. 羟甲基甲硝唑; 5. 甲硝唑; 6. 罗硝唑; 7. 地美硝唑; 8. 氯甲硝咪唑; 9. 苯硝咪唑; 10. 异丙硝唑。

图 1 硝基咪唑类化合物总离子流色谱图(10 ng/mL)

Fig.1 Total ion current chromatogram of nitroimidazole compounds (10 ng/mL)

89.3%~93.4%之间, 标准偏差在 1.3%~5.3%之间; 鸡肉和猪肉基质提取液为乙腈:水=9:1 时各化合物平均回收率在 91.1%~95.8%之间, 标准偏差在 2.4%~7.9%之间, 均比其他提取液条件下各化合物的回收率高, 最后鸡蛋基质提取液确定为乙腈; 鸡肉和猪肉基质提取液为乙腈:水=9:1。

2.3 基质评价

为了进一步深入考察基质效应对实验结果的具体影响, 本研究采用了相对响应值法这一较为简单且直接的评价方法。基质效应的计算公式为: 基质效应/%=(样品基质中添加相同含量标准溶液的响应值/纯溶剂中标准溶液的响应值)×100%。根据检出阳性样品的具体情况, 对不同基质中各目标化合物的基质效应进行了综合测试。实验结果显示, 所有考察的目标化合物在各类基质中的基质效应均在±20%的范围内波动, 这表明基质效应在本研究条件下并不显著。因此, 在实际检测过程中, 可以直接采用溶剂标准溶液进行分析, 而无需过分担心基质效应对实验结果产生的干扰。

2.4 方法学的考察

2.4.1 线性范围、检出限及定量限

本研究分别选择鸡蛋、鸡肉、猪肉为 3 种空白样品, 采用逐步定量的添加标准溶液方式, 按照前处理方法步骤, 定量离子定性离子信噪比均大于 3 时添加浓度为检出限, 定量离子定性离子信噪比均大于 10 时添加浓度即为定量限; 采用溶剂标准曲线方程进行化合物的定量, 10 种化合物线性线性范围为 1~100 ng/mL, 线性关系良好, 相关系数均高于 0.995, 见表 4。检出限为 0.025~0.046 μg/kg, 定量限均为 1.0 μg/kg, 与 GB 31658.23—2022 规定的定量限一致, 满足日常监管要求。

2.4.2 回收率和精密度

由于本研究测定的物质均为禁用物质, 回收率在方法定量限、2 倍方法定量限和 10 倍方法定量限进行 3 水平实验, 因此, 分别对鸡蛋、鸡肉、猪肉 3 种基质样品进行加标回收率试验, 其添加水平、回收率、RSD 见表 5。10 种化合物添加水平为 1.0、2.0、10.0 μg/kg, 回收率范围为

表 4　各化合物的检出限、定量限及线性方程

Table 4　Limits of detection, limits of quantitation and linear equations for the individual compounds

化合物	检出限/(μg/kg)	定量限/(μg/kg)	线性范围/(ng/mL)	线性方程	相关系数(r^2)
4-硝基咪唑	0.025	1.0	1~100	Y=8384.39X–433.21	0.99613
羟基甲硝唑	0.029	1.0	1~100	Y=9636.21X–206.32	0.99628
2-甲硝咪唑	0.031	1.0	1~100	Y=10361.12X+104.30	0.99812
羟甲基甲硝唑	0.036	1.0	1~100	Y=7638.32X–120.02	0.99732
甲硝唑	0.029	1.0	1~100	Y=8934.56X+263.1	0.99685
罗硝唑	0.028	1.0	1~100	Y=10312.25X+106.33	0.99756
地美硝唑	0.025	1.0	1~100	Y=9642.33X–56.33	0.99689
氯甲硝咪唑	0.035	1.0	1~100	Y=8942.11X–891.46	0.99789
苯硝咪唑	0.039	1.0	1~100	Y=7693.12X–561.22	0.99689
异丙硝唑	0.040	1.0	1~100	Y=5567.16X+268.22	0.99875
4-硝基咪唑	0.046	1.0	1~100	Y=7985.59X–205.32	0.99864
羟基甲硝唑	0.038	1.0	1~100	Y=9986.12X–423.20	0.99874
2-甲硝咪唑	0.042	1.0	1~100	Y=8964.21X+123.11	0.99742
羟甲基甲硝唑	0.036	1.0	1~100	Y=9634.12X–456.23	0.99871

表 5　各化合物在不同基质、不同添加水平下的加标回收率(n=6)

Table 5　Spiked recovery rates of each compound under different matrices and different addition levels (n=6)

化合物	添加水平/(μg/kg)	鸡蛋		鸡肉		猪肉	
		平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
4-硝基咪唑	1.0	97.1	3.7	93.0	2.6	93.0	2.1
	2.0	97.5	1.9	95.2	1.3	95.2	1.5
	10.0	107.7	2.4	101.0	2.6	101.0	5.6
羟基甲硝唑	1.0	90.3	5.0	86.4	2.4	86.4	3.6
	2.0	91.4	1.6	86.3	2.8	86.3	6.8
	10.0	91.1	0.8	89.1	1.6	89.1	1.9
2-甲硝咪唑	1.0	92.0	3.6	90.2	1.7	90.2	4.9
	2.0	94.9	1.3	93.0	2.6	93.0	2.4
	10.0	91.2	3.8	91.0	2.4	91.0	4.9
羟甲基甲硝唑	1.0	84.0	5.5	83.7	2.6	83.7	2.7
	2.0	84.9	5.0	89.1	5.2	89.1	3.8
	10.0	89.0	2.6	87.7	2.9	87.7	4.2
甲硝唑	1.0	88.0	3.0	83.2	5.3	83.2	4.3
	2.0	92.8	4.7	84.7	4.6	84.7	3.6
	10.0	91.6	2.8	87.1	4.7	87.1	4.2
罗硝唑	1.0	91.7	4.0	86.4	5.1	86.4	5.1
	2.0	98.0	4.9	86.1	5.6	86.1	3.4
	10.0	101.2	4.5	86.8	4.7	86.8	5.0
地美硝唑	1.0	85.1	3.8	82.2	4.6	82.2	2.8
	2.0	86.7	3.5	80.5	5.2	80.5	3.6
	10.0	89.2	6.0	84.8	5.4	84.8	4.2
氯甲硝咪唑	1.0	83.3	4.2	85.3	5.1	85.3	7.0
	2.0	80.8	5.9	86.1	4.3	86.1	4.3
	10.0	85.2	3.8	88.7	4.6	88.7	2.6
苯硝咪唑	1.0	83.8	5.8	86.4	2.3	86.4	6.1
	2.0	84.2	3.0	86.8	3.6	86.8	3.8
	10.0	86.0	4.3	86.8	3.8	86.8	5.3
异丙硝唑	1.0	84.7	4.2	82.8	3.7	82.8	7.5
	2.0	83.8	4.7	86.1	4.6	86.1	4.6
	10.0	80.1	5.9	89.9	4.3	89.9	2.1

80.1%~107.7%, RSDs 范围为 0.8%~7.5%, 3 种基质的重复性实验的回收率范围和 RSD 与 GB 31658.23—2022 比较, 均在要求范围内, 满足分析要求。

2.5 实际样品测定

在农贸市场和生鲜超市购买共计 50 批次鸡蛋样品、50 批次鸡肉样品、50 批次猪肉样品, 按照前处理方法上机测定, 仅有 2 批次鸡蛋样品检出甲硝唑, 含量分别为 896.0 μg/kg、1341.3 μg/kg; 1 批次鸡肉样品中检出地美硝唑, 含量为 480.2 μg/kg, 这些样品依据 GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》判定为不合格。后期计划增加采样数量, 对方法进一步验证, 同时开展其他基质的验证工作。

3 结 论

本研究系统考察硝基咪唑类药物的多残留检测问题, 建立了一种操作简便、快速且准确的分析方法。实验结果表明, 该方法在灵敏度、准确度和精密度等方面均满足多残留检测的技术要求, 同时与 GB 31658.23—2022 相比, 符合国家标准规定的回收率及定量限要求。该方法核心原理基于高效的前处理技术与灵敏的仪器检测相结合, 适用于多种复杂基质中硝基咪唑类药物的同时测定, 具有一定的普遍性和推广价值。尽管本研究取得了良好效果, 但仍存在一些局限性, 例如在极端复杂的样品基质中可能受到干扰, 部分痕量代谢物的定量仍需进一步优化, 且方法在部分设备条件下的适用性尚未全面验证。与先前发表的研究[7−11]相比, 本研究在保持准确度和灵敏度的同时显著简化了操作流程、缩短了检测时间, 并实现了多残留同步分析, 弥补了现有国家标准和行业标准基质覆盖不全, 或者前处理过于烦琐, 耗时较长的问题。本方法在实际应用中可用于食品安全监管、药物质量控制和临床检测等领域, 为各食品检测机构提供了简单快速的筛选方法来应对大批量的动物源性食品日常监控, 为保证人民饮食安全提供技术支持。

参考文献

[1] 魏紫嫣, 方芳, 孙志文, 等. QuEChERS-UPLC/MS-MS 同时测定鸡肉、鸡蛋、鸡肝中 9 种硝基咪唑类药物残留量[J]. 中国饲料, 2024, 23(5): 367–373, 381.
WEI ZY, FANG F, SUN ZW, *et al.* Simultaneous determination of 9 nitroimidazole residues in chicken meat, eggs and chicken liver by QuEChERS-UPLC/MS-MS [J]. China Feed, 2024, 23(5): 367–373, 381.

[2] 吴琼婧, 陈诚, 李洪波. 液相色谱-串联质谱法前处理技术在食品中硝基咪唑类药物检测中的应用进展[J]. 食品安全导刊, 2024, 28(10): 144–148.
WU QJ, CHEN C, LI HB. Application progress of pretreatment technology for liquid chromatography-tandem mass spectrometry in the detection of nitroimidazoles in food [J]. China Food Safety Magazine, 2024, 28(10): 144–148.

[3] 王华, 罗达龙, 覃蓝, 等. PRiME HLB 固相萃取结合 UPLC-QTOF-MS 测定烟液与烟丝中的依托咪酯[J]. 分析仪器, 2024, 30(5): 25–30.
WANG H, LUO D L, QIN L, *et al.* Determination of etomidate in e-liquid and tobacco by PRiME HLB solid phase extraction combined with UPLC-QTOF-MS [J]. Analytical Instrumentation, 2024, 30(5): 25–30.

[4] 乔莉, 苏青, 田志娟, 等. 禽蛋中硝基咪唑类药物检测技术[J]. 今日畜牧兽医, 2024, 40(8): 62–64.
QIAO L, SU Q, TIAN ZJ, *et al.* Detection technology of nitroimidazoles in poultry eggs [J]. Today Animal Husbandry and Veterinary Medicine, 2024, 40(8): 62–64.

[5] 欧阳小艳, 黄珊, 蒙德军, 等. 固相萃取结合高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中 5 种硝基咪唑类药物残留[J]. 云南化工, 2024, 51(7): 90–93, 108.
OUYANG XY, HUANG S, MENG DJ, *et al.* Determination of 5 nitroimidazole residues in poultry eggs by solid phase extraction combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Yunnan Chemical Technology, 2024, 51(7): 90–93, 108.

[6] 宋晓园, 赖佐发, 廖婷. 液相色谱-三重四极杆串联质谱法检测祛痘类化妆品中硝基咪唑类药物[J]. 当代化工研究, 2024, 22(10): 40–43.
SONG XY, LAI ZF, LIAO T. Determination of nitroimidazoles in anti-acne cosmetics by liquid chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry [J]. Modern Chemical Research, 2024, 22(10): 40–43.

[7] 刘兰霞, 解迎双, 寇宗红, 等. QuEChERS-超高效液相串联质谱法同时测定蜂蜜中硝基咪唑类药物残留[J]. 中国食品, 2024, 16(6): 123–125.
LIU LX, XIE YS, KOU ZH, *et al.* Simultaneous determination of nitroimidazole residues in honey by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Food, 2024, 16(6): 123–125.

[8] 张远, 葛文娜, 霍海波, 等. 山东省某市市售鸡蛋和鸡肉中硝基咪唑类药物残留检测分析[J]. 预防医学论坛, 2024, 30(2): 107–110.
ZHANG Y, GE WN, HUO HB, *et al.* Analysis of nitroimidazole residues in commercially available eggs and chicken in a city of Shandong Province [J]. Preventive Medicine Tribune, 2024, 30(2): 107–110.

[9] 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.
YAO X, WANG B, LIU LX, *et al.* Determination of nitroimidazoles in livestock and poultry meat by QuEChERS combined with UPLC-MS/MS [J]. Chinese Port Science and Technology, 2023, 5(12): 67–74.

[10] 谢云波, 易鸣, 童文羽, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产品中 10 种硝基咪唑类药物残留量[J]. 湖北农业科学, 2023, 62(10): 172–177.
XIE YB, YI M, TONG WY, *et al.* Simultaneous determination of 10 nitroimidazole residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Hubei Agricultural Sciences, 2023, 62(10): 172–177.

[11] 王圆圆, 李宁, 贾浩程, 等. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定鸭蛋中 4 种硝基咪唑类药物残留[J]. 中国动物检疫, 2023, 40(10):

112–116.

WANG YY, LI N, JIA HC, *et al.* Simultaneous determination of 4 nitroimidazole residues in duck eggs by solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Animal Health Inspection, 2023, 40(10): 112–116.

[12] 夏金涛, 吴婉琴, 江丰, 等. 压片糖果中一种新型伐地那非衍生物的发现和确证[J]. 分析试验室, 2024, 43(7): 1004–1010.

XIA JT, WU WQ, JIANG F, *et al.* Discovery and confirmation of a novel vardenafil derivative in tableted candies [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2024, 43(7): 1004–1010.

[13] 周一冉, 王炳志, 李立群, 等. 胶体金免疫层析法快速检测禽蛋及蛋制品中硝基咪唑类药物残留[J]. 食品科技, 2025, 50(6): 328–335.

ZHOU YR, WANG BZ, LI LQ, *et al.* Rapid detection of nitroimidazole residues in poultry eggs and egg products by colloidal gold immunochromatography [J]. Food Science and Technology, 2025, 50(6): 328–335.

[14] 何东, 李秀英, 冼燕萍, 等. 气相色谱-质谱法测定祛痘化妆品中 4 种硝基咪唑类化合物[J]. 分析测试学报, 2015, 34(8): 911–916.

HE D, LI XY, XIAN YP, *et al.* Determination of four nitroimidazole compounds in anti-acne cosmetics by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2015, 34(8): 911–916.

[15] 张海, 杨舜娟, 李剑冰. 3 种硝基咪唑类药物治疗厌氧菌感染的疗效和经济学评价[J]. 临床合理用药, 2023, 16(24): 90–93.

ZHANG H, YANG SJ, LI JB. Efficacy and economic evaluation of three nitroimidazoles in the treatment of anaerobic bacterial infections [J]. Clinical Rational Drug Use, 2023, 16(24): 90–93.

[16] 张维谊, 丰东升, 龚海燕, 等. 鸡蛋中硝基咪唑类药物残留量的测定超高效液相色谱-串联质谱法[J]. 中国动物传染病学报, 2025, 23(10): 80–89.

ZHANG WY, FENG DS, GONG HY, *et al.* Determination of nitroimidazole residues in eggs by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Animal Infectious Diseases, 2025, 23(10): 80–89.

[17] 邱肖依, 王冬梅, 李佳宽, 等. 同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中硝基咪唑类药物及其代谢物[J]. 食品科学, 2023, 44(22): 366–372.

QIU XY, WANG DM, LI JK, *et al.* Determination of nitroimidazoles and their metabolites in eggs by isotope dilution-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science, 2023, 44(22): 366–372.

[18] 王旭峰, 王强, 张英侠, 等. 分子印迹固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法测定水产品中 15 种硝基咪唑类药物及其代谢物残留[J]. 分析试验室, 2023, 42(11): 1435–1441.

WANG XF, WANG Q, ZHANG YX, *et al.* Determination of 15 nitroimidazoles and their metabolite residues in aquatic products by molecularly imprinted solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2023, 42(11): 1435–1441.

[19] 姚建花, 邵国健, 余娟, 等. 超高效液相色谱-三重四极杆/复合线性离子阱质谱法快速测定动物源性食品中 5 种硝基咪唑类药物残留[J]. 中国食品卫生杂志, 2022, 34(6): 1212–1217.

YAO JH, SHAO GJ, YU J, *et al.* Rapid determination of 5 nitroimidazole residues in animal-derived foods by ultra performance liquid chromatography-triple quadrupole/composite linear ion trap mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2022, 34(6): 1212–1217.

[20] YDSTEN AK, OHD NNJ, HELLGREN U, *et al.* Prevalence of nitroimidazole-refractory giardiasis acquired in different world regions, Sweden, 2008—2020 [J]. Emerging Diseases Infectious, 2025, 31(6): 1235–1238.

[21] KHAFAGY SE, SMAQR AA, ALMUTAIRY KB, *et al.* Repurposing nitroimidazoles: A new frontier in combatting bacterial virulence and quorum sensing via *in silico*, *in vitro*, and *in vivo* insights [J]. Drug Development Research, 2025, 86(3): e70101.

[22] OZASA T, MIZUTANI M, NISHIHARA T, *et al.* Preparation of 10B-enriched nitroimidazole derivative by click reaction as a functional drug for hypoxia-targeting boron-neutron capture therapy [J]. Results in Chemistry, 2025, 15: 102245.

[23] KUMAR V, SHALINI S, CHOWDHARY S, *et al.* Design and synthesis of nitroimidazole-quinoline derivatives as potential therapeutics specifically against sexually-transmitted anaerobic protozoal pathogens [J]. Chemistry & Biodiversity, 2025, 34(2): e202500062.

[24] 徐媛原, 张微, 张杨, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中硝基咪唑类药物及其代谢物[J]. 饲料博览, 2022, 20(5): 59–63.

XU YY, ZHANG W, ZHANG Y, *et al.* Determination of nitroimidazoles and their metabolites in aquatic products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Feed Review, 2022, 20(5): 59–63.

[25] 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.

WEN JX, CHEN Q, CAO YJ, *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.

[26] [26] 中华人民共和国农业部. 1025 号公告-22-2008《动物源食品中 4 种硝基咪唑残留检测 液相色谱-串联质谱法》[EB/OL]. (2008-05-10). [2025-08 -0 8] .https://www.mo a.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/ 200805/t20080509_1036076.htm.

Announcement of the Ministry of Agriculture of the People's Republic of China. No.1025 Bulletin-22-2008 "Determination of four nitroimidazoles residues in animal derived food by liquid chromatography-tandem mass spectrometry" [EB/OL]. (2008-05-10) [2025-08-08]. https://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/200805/t20080509_1036076.htm

[27] 李斌. PRiME HLB 结合气相色谱串联质谱法测定平菇中 9 种农药及基质效应评价[J]. 食品安全导刊, 2022, 21(23): 55–58.

LI B. Determination of 9 pesticides in *Pleurotus ostreatus* by PRiME HLB combined with gas chromatography-tandem mass spectrometry and

evaluation of matrix effect [J]. China Food Safety Magazine, 2022, 21(23): 55–58.

[28] 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, 3(16): 71–74, 79.
YONG YH. Simultaneous detection of chloramphenicols and nitroimidazoles residues in fish by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Food Safety Magazine, 2022, 3(16): 71–74, 79.

[29] 唐韵熙, 白亚敏. 高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法同时测定鸡蛋中磺胺和硝基咪唑类药物残留[J]. 现代食品, 2022, 28(8): 195–201.
TANG YX, BAI YM. Simultaneous determination of sulfonamides and nitroimidazoles residues in eggs by high performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry [J]. Modern Food, 2022, 28(8): 195–201.

[30] 武源, 覃慧丽, 黄婷焱, 等. PRiME HLB 固相萃取柱结合气相色谱-串联质谱法快速测定茶叶中 200 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(2): 650–656.
WU Y, QIN HL, HUANG XY, *et al.* Rapid determination of 200 pesticide residues in tea by PRiME HLB solid phase extraction column combined with gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(2): 650–656.

[31] 王小兵, 李启艳, 冉金凤, 等. 超高效液相色谱-四极杆/飞行时间高分辨质谱法用于保健食品中 6 种非法添加降脂类药物的快速筛查与定量分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(5): 1214–1219.
WANG XB, LI QY, RAN JF, *et al.* Rapid screening and quantitative analysis of 6 illegally added lipid-lowering drugs in health foods by ultra performance liquid chromatography-quadrupole/time-of-flight high resolution mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(5): 1214–1219.

[32] 崔家铭, 张惠, 刘培勇, 等. PRIME HLB 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中林可霉素的残留[J]. 现代食品, 2025, 11(7): 196–198.
CUI JM, ZHANG H, LIU PY, *et al.* Determination of lincomycin residue in poultry eggs by PRiME HLB solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food, 2025, 11(7): 196–198.

[33] 邓航, 张可欣, 陈少琴, 等. Prime HLB SPE 净化结合高效液相色谱串联质谱法测定羊奶粉中6种消毒剂残留[J]. 现代食品科技, 2025, 41(4): 349–358.
DENG H, ZHANG KX, CHEN SQ, *et al.* Determination of 6 disinfectant residues in goat milk powder by Prime HLB SPE purification combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food Science and Technology, 2025, 41(4): 349–358.

[34] 欧柏尧, 宋海霞, 梁莹, 等. PRiME HLB 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中的孔雀石绿含量[J]. 安徽化工, 2024, 50(4): 146–149.
OU BY, SONG HX, LIANG Y, *et al.* Determination of malachite green in aquatic products by PRiME HLB solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Anhui Chemical Industry, 2024, 50(4): 146–149.

[35] 韩璟烜, 其布日其其格, 韩丽, 等. PRiME HLB-超高效液相色谱串联质谱法测定原料乳中 31 种药物残留[J]. 食品科技, 2024, 49(7): 315–321.
HAN JX, QIBURI QQG, HAN L, *et al.* Determination of 31 drug residues in raw milk by PRiME HLB-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science and Technology, 2024, 49(7): 315–321.

[36] 余海芬, 徐桦, 吴真善, 等. PRiME HLB 前处理技术联合超高效液相色谱-三重四极杆质谱系统检测水产品中 17 种磺胺类药物残留[J]. 现代食品, 2024, 30(1): 213–215, 224.
YU HF, XU H, WU ZS, *et al.* Detection of 17 sulfonamide residues in aquatic products by PRiME HLB pretreatment technique combined with ultra performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry system [J]. Modern Food, 2024, 30(1): 213–215, 224.

[37] 卞英芳, 侯广月, 张永菊, 等. PRiME HLB 固相萃取结合液相色谱-串联质谱法快速测定谷物中氯虫苯甲酰胺残留量[J]. 粮食与油脂, 2023, 36(9): 159–162.
BIAN YF, HOU GY, ZHANG YJ, *et al.* Rapid determination of chlorantraniliprole residue in grains by PRiME HLB solid phase extraction combined with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Cereals & Oils, 2023, 36(9): 159–162.

[38] 张丹, 刘柏林, 赵紫微, 等. PRiME HLB 柱净化-超高效液相色谱-串联质谱法快速测定果蔬制品中 5 种新型真菌毒素[J]. 分析化学, 2023, 51(8): 1343–1357.
ZHANG D, LIU BL, ZHAO ZW, *et al.* Rapid determination of 5 novel mycotoxins in fruit and vegetable products by PRiME HLB column purification-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2023, 51(8): 1343–1357.

(责任编辑: 韩晓红 安香玉)