DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251224001
引用格式: 张艳, 王全胜, 吴银良. 分散固相萃取-液相色谱-串联质谱法快速测定羊可食性组织中得曲恩特残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(12): 122–127.
ZHANG Y, WANG QS, WU YL. Rapid determination of derquantel residues in sheep edible tissues by dispersive solid-phase extraction-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(12): 122–127. (in Chinese with English abstract).

分散固相萃取-液相色谱-串联质谱法快速测定羊可食性组织中得曲恩特残留量

张 艳[1,2], 王全胜[1,2], 吴银良[1,2*]
(1. 宁波市农业科学研究院, 宁波 315040; 2. 宁波市特色农产品质量安全检测与控制重点实验室, 宁波 315040)

摘 要: 目的 建立分散固相萃取-液相色谱-串联质谱法快速测定 4 种羊可食性组织中得曲恩特残留量的方法。**方法** 样品中残留药物用乙腈提取, 提取液采用分散固相萃取净化, 以 5 mmol/L 甲酸铵溶液-乙腈为流动相在 C_{18} 色谱柱上进行梯度洗脱, 电喷雾正离子模式下进行监测, 基质校准外标法定量。**结果** 在 0.01~20.00 μg/L 的系列质量浓度范围内 4 种组织基质标准曲线均呈良好线性关系, 相关系数均大于 0.999; 方法检出限和定量限分别为 0.03 μg/kg 和 0.10 μg/kg; 加标平均回收率在 89.9%~99.8%之间, 相对标准偏差小于 10%。**结论** 该方法快速、灵敏, 可用于羊可食性组织样品中得曲恩特残留量的分析。

关键词: 得曲恩特; 羊可食性组织; 分散固相萃取; 液相色谱-串联质谱法; 残留量

Rapid determination of derquantel residues in sheep edible tissues by dispersive solid-phase extraction-liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Yan[1,2], WANG Quan-Sheng[1,2], WU Yin-Liang[1,2*]
(1. *Ningbo Academy of Agricultural Sciences*, *Ningbo* 315040, *China*; 2. *Ningbo Key Laboratory of Testing and Control for Characteristic Agro-product Quality and Safety*, *Ningbo* 315040, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for rapid determination of derquantel residues in 4 kinds of sheep edible tissues by dispersive solid-phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Veterinary drug residues in samples were extracted with acetonitrile, and the extracts were purified via dispersive solid-phase extraction. Gradient elution was performed on a C_{18} chromatographic column using 5 mmol/L ammonium formate solution-acetonitrile as the mobile phase. Detection was carried out in positive electrospray ionization mode, and quantification was achieved by matrix-matched external standard method. **Results** The results showed that there were good linearity in the range of 0.01–20.00 μg/L for the 4 kinds of matrix-matched calibration

收稿日期: 2025-12-24
基金项目: “科创甬江 2035”重点研发计划项目(2025Z102)
第一作者: 张艳(1978—), 女, 工程师, 主要研究方向为农兽药残留分析。E-mail: 2798886379@qq.com
***通信作者:** 吴银良(1975—), 男, 正高级工程师, 主要研究方向为农兽药残留分析。E-mail: wupaddyfield@sina.com

curves, and the correlation coefficients were above 0.999. The limit of detection and limit of quantitation were 0.03 μg/kg and 0.10 μg/kg, respectively. The average recoveries ranged from 89.9% to 99.8%, with relative standard deviations below 10%. **Conclusion**　This method is rapid and sensitive, and can be used for the practical determination of derquantel residues in sheep edible tissues.

KEY WORDS: derquantel; sheep edible tissues; dispersive solid-phase extraction; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; residues

0　引　言

蠕虫等寄生虫对人类食用动物造成的感染是一个重要的医学和公共卫生问题[1–6]。开发用于预防和治疗这些寄生虫感染的新型兽药已成为近十多年重要的兽药研制方向, 其中得曲恩特是开发成功的典型代表[1]。该药主要作用机制是通过拮抗线虫体内的烟碱乙酰胆碱受体亚型, 抑制神经肌肉传导, 从而诱导靶标蠕虫发生松弛型麻痹药, 无法附着或存活于宿主组织, 最终被排出体外[7]。目前, 该药主要以复方的形式(常与莫昔克丁或阿苯达唑)在欧盟、澳大利亚、新西兰和部分南美国家登记使用。然而, 不正确使用驱虫药, 例如高于推荐剂量、不遵守休药期等, 可能会导致供人类食用的动物产品中存在药物残留[8–13]。因此为避免得曲恩特残留造成危害, 我国已在 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》中制定了其在绵羊 4 种组织中的最大残留限量(maximum residue limit, MRL), 其中肌肉 0.3 μg/kg, 脂肪 7.0 μg/kg, 肝 0.8 μg/kg 和肾 0.4 μg/kg, 但我国尚未有与之配套的残留方法标准制定, 方法研究也鲜有报道。

目前, 对于动物性食品中兽药残留量确证分析, 液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)分析已成为最主要的分析技术手段[14–19]。其中也有大量的驱虫药残留量确证分析文章报道[20–25], 但涉及得曲恩特的残留分析方法鲜少。PARK 等[26]建立了 LC-MS/MS 测定牛肉、猪肉和鸡肉中包括得曲恩特在内的驱虫药残留分析方法, 但样品不涉及羊可食组织, 定量限为 0.2~0.4 μg/kg, 难以满足兽药残留分析方法定量限至少达到 0.5MRL 的要求[27]; JEDZINIAK 等[28]曾利用 LC-MS/MS 建立了奶及奶制品中包括得曲恩特在内的驱虫药残留分析方法, 但其灵敏度更低, 定量限仅 1~10 μg/kg; 邵琳智等[29]申请的得曲恩特残留分析方法发明专利中涉及的动物可食组织样品种类为羊肉、羊肝或羊肾, 但该方法前处理相对比较烦琐, 需要 2 次提取和 2 次液液分配去脂净化步骤, 检出限为 0.3 μg/kg, 同样无法达到 0.5MRL。考虑到得曲恩特最大残留限量非常低, 以及现代残留分析均要求前处理尽可能简单化, 本研究拟通过仪器及前处理条件的优化, 建立 LC-MS/MS 测定得曲恩特残留量分析方法, 以期为动物性食品安全生产提供监控手段。

1　材料与方法

1.1　试剂与材料

乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 甲酸铵(色谱纯, 美国 Tedia 公司); 得曲恩特标准品(纯度 99.9%, 德国 Witega 公司); N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)粉、C_{18} 粉(40~60 μm, 中国 Agela Technologies 公司)。

羊组织样品购于京东平台和当地超市。

1.2　仪器与设备

Acquity UPLC-Xevo^{TM} TQ MS 液相色谱-串联质谱仪、Acquity BEH C_{18} 柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); BS124S 分析天平(精度为 0.01 mg, 北京赛多利斯仪器公司); ME3002 电子天平(精度为 0.01 g, 瑞士梅特勒-托利多公司); Sigma 3K15 高速离心机(美国 Sigma 公司); HQ-60-Ⅱ型旋涡混合仪(北京方正公司)。

1.3　方　法

1.3.1　样品前处理

准确称取组织样品 2 g, 置于 50 mL 塑料离心管中, 准确加入 10 mL 乙腈, 涡旋 15 s 后以 350 r/min 振荡提取 15 min, 9000 r/min 离心 3 min, 取上清液 3 mL 到已装有 100 mg PSA 和 100 mg C_{18} 粉的 10 mL 塑料离心管中, 涡旋混合 1 min 后 9000 r/min 离心 2 min, 准确移取 0.5 mL 上清液用 5 mmol/L 甲酸铵溶液稀释至 1.0 mL, 过 0.22 μm 滤膜, 上机测定。

1.3.2　仪器条件

色谱柱: Acquity BEH C_{18} 柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 溶剂 A 为 5 mmol/L 甲酸铵溶液, 溶剂 B 为乙腈; 梯度洗脱条件: B 相初始比例 20%保持 1.0 min, 再在 0.1 min 内线性提高至 95%, 保持 2.1 min, 然后在 0.1 min 内线性降至 20%, 保持 1.7 min; 流速为 0.3 mL/min; 柱温 35 ℃; 进样量 10 μL。

质谱条件: 电喷雾电离(electrospray ionization, ESI)源正离子模式; 多反应检测(multiple reaction monitoring, MRM)模式; 毛细管电压: 0.5 kV; 萃取锥孔电压: 30 V; 射频(radio frequency, RF)透镜电压: 0.5 V; 离子源温度: 150 ℃; 脱溶剂气温度: 500 ℃; 锥孔气流速: 150 L/h; 脱溶剂气流速: 1000 L/h; 倍增器电压: 650 V; 二级碰撞气: 氩气; 得曲恩特定性离子对为 *m*/*z* 480.2>148.2, 定量离子

对为 *m*/*z* 480.2>405.3, 锥孔电压均为 96 V, 碰撞能量分别为 40 eV 和 30 eV。

1.4 数据处理

LC-MS/MS 仪器分析数据采用 MassLynx 软件进行采集和处理; 标准曲线线性方程、添加回收率和相对标准偏差采用 Excel 2010 进行处理, 并分别使用 Word 2010 和 Excel 2010 进行表格和图的绘制。

基质效应采用基质匹配标准溶液标准曲线斜率与溶剂标准溶液标准曲线斜率的比值进行评价, 比值介于 0.8~1.2 表示基质效应不明显, 高于 1.2 表示有明显基质增强效应, 低于 0.8 表示有明显基质抑制效应。

2 结果与分析

2.1 提取条件优化

含 0.1%甲酸的乙腈/甲醇(95:5, *V*:*V*)[26]和乙腈[28]曾被用于提取动物组织中得曲恩特残留, 取得了较好的提取效果。考虑到残留分析中使用乙腈更加普遍, 采用不同体积乙腈(5.0、7.5、10.0、12.5 和 15.0 mL)对 4 种羊组织中得曲恩特的提取效果进行了研究, 样品量均为 2 g, 添加浓度 100 μg/kg, 结果详见图 1。从图 1 可知, 乙腈对得曲恩特提取效果较好, 回收率在 80%以上; 同时随着乙腈体积增加, 提取回收率总体呈增加趋势; 且当乙腈体积为 10.0 mL 时, 4 种组织中得曲恩特提取回收率均高于 93%。因此, 在保证准确度的前提下, 为使用方便和节约溶剂, 采用 10.0 mL 乙腈提取 1 次。

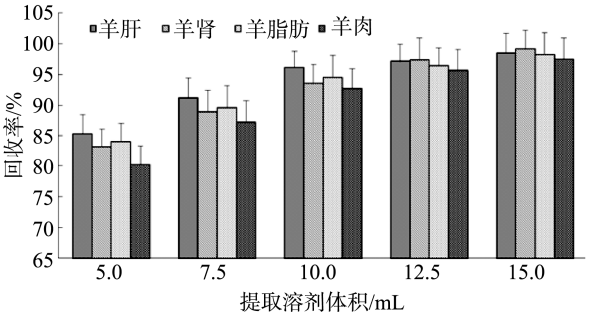


图 1 不同提取溶剂体积下得曲恩特在 4 种羊组织中的提取回收率(*n*=3)

Fig.1 Recoveries of derquantel under different volumes of extraction solvent for 4 kinds of sheep tissues (*n*=3)

2.2 净化条件优化

对于兽药残留分析, 常用的净化手段有固相萃取净化和分散固相萃取净化。传统固相萃取步骤相对烦琐, 但通过式固相萃取无需复杂的活化步骤[30], 操作简单快捷, 近年来在兽药残留分析应用较多, 因此试验过程中对通过式固相萃取净化和分散固相萃取净化的效果进行了比较。

通过式固相萃取净化采用规格为 300 mg/3 mL 的 EMR-Lipid 固相萃取柱进行试验, 结果发现不同体积 4 种组织提取液(2.5、5.0 和 10.0 mL)过柱时所得过柱回收率均小于 65%, 原有的基质抑制效应变得更强, 如羊肝样品基质抑制效应增强了约 40%。分散固相萃取净化方法先采用常用吸附剂 PSA 和 C_{18} 单独对净化步骤回收率是否有影响进行了试验, 空白提取液用量为 3 mL, 结果发现 PSA 用量在 25~150 mg 和 C_{18} 用量在 25~150 mg 范围内, 所有样品分散固相萃取净化步骤回收率均在 97.0%~103%之间, 可见 PSA 和 C_{18} 用量对净化步骤回收率几乎无影响; 固定 C_{18} 用量为 100 mg, 对不同 PSA 用量(0、25、50、75、100 和 150 mg)下基质效应的情况进行了研究, 结果见图 2; 从图 2 可知, 随着 PSA 用量增加 4 种组织的基质效应改善均不明显, 但也不存在基质抑制效应变得更强的现象。因此, 综合上述 2 种净化方式所得回收率和基质效应情况, 分散固相萃取净化方法整体效果明显更好, 因此前处理最终采用该方法进行净化, PSA 和 C_{18} 用量均为 100 mg。

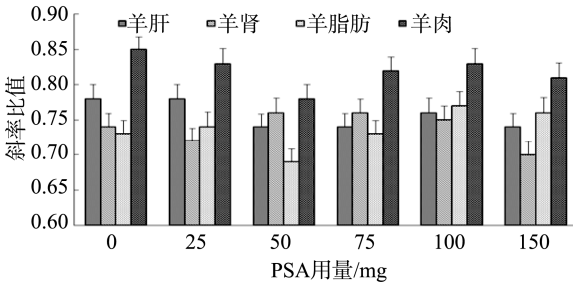


图 2 不同 PSA 使用量下基质标准曲线与溶剂标准曲线斜率的比值(*n*=3)

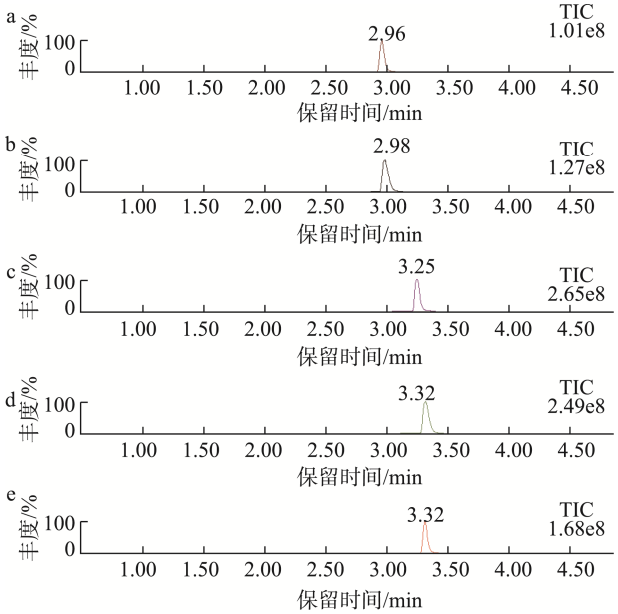
Fig.2 Ratio of slopes of matrix-matched standard curves to solvent standard curves under different PSA dosages (*n*=3)

2.3 仪器条件优化

由于得曲恩特具有亚胺基化学结构, 易质子化形成正离子, 因此 PARK 等[26]采用电喷雾离子源正离子模式建立了该药的 LC-MS/MS 分析方法。本研究同样在电喷雾离子源正离子模式下采用“T”三通方式, 利用 IntelliStart 软件优化得到 1.3.2 节中的质谱参数, 所选择的特征离子与 PARK 等[26]建立的方法特征离子一致。

考虑到 C_{18} 色谱柱被大部分驱虫药 LC-MS/MS 分析方法采用进行色谱分析, 本研究利用 Acquity BEH C_{18} (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm)色谱柱对 5 种流动相[0.1%甲酸溶液/乙腈、0.1%甲酸溶液/甲醇、5 mmol/L 甲酸铵溶液/乙腈、5 mmol/L 甲酸铵溶液/甲醇和 5 mmol/L 甲酸铵溶液(含 0.1%甲酸溶液)/乙腈]对得曲恩特响应影响进行了研究, 结果详见图 3。从图 3 可知, 当流动相中水相为 5 mmol/L 甲酸铵溶液时, 得曲恩特的响应值明显增强, 约为 0.1%甲酸溶液为水相时响应的 2~3 倍, 这说明甲酸铵体系更有利于得曲恩特的 $[M+H]^+$离子形成; 同时水相 5 mmol/L 甲酸铵溶液中加入甲酸后, 得曲恩特的响应略有下降; 5 mmol/L 甲酸铵溶液/

乙腈作为流动相时得曲恩特响应最强。因此, 本研究最终选择 5 mmol/L 甲酸铵溶液/乙腈作为流动相。



注: TIC 为总离子流色谱图(total ion chromatogram); a. 0.1%甲酸溶液/乙腈; b. 0.1%甲酸溶液/甲醇; c. 5 mmol/L 甲酸铵溶液/乙腈; d. 5 mmol/L 甲酸铵溶液/甲醇; e. 5 mmol/L 甲酸铵溶液(含 0.1%甲酸溶液)/乙腈。

图 3　不同流动相下得曲恩特 LC-MS/MS 分析 MRM 色谱图

Fig.3　MRM chromatograms of derquantel by LC-MS/MS under different mobile phases

2.4　方法学验证

2.4.1　特异性

对购自京东平台和当地超市的 20 个羊组织样品按 1.3.1 进行前处理, 再利用 1.3.2 的仪器条件进行 LC-MS/MS 分析测定。结果发现 20 个样品均未检出得曲恩特, 也未发现明显的干扰峰, 因此该方法特异性强, 选择性较好。

2.4.2　线性关系

利用 5 mmol/L 甲酸铵溶液将用乙腈稀释配制的 10 μg/mL 的得曲恩特标准溶液逐级稀释至 0.025、0.100、0.500、2.000、10.000 和 50.000 μg/L 的标准工作液。移取标准工作液 0.40 mL 和经分散固相萃取净化的空白样品提取液 0.50 mL, 混合后用 5 mmol/L 甲酸铵溶液稀释至 1.0 mL, 配制质量浓度为 0.01、0.04、0.20、0.80、4.00 和 20.00 μg/L 的基质匹配标准工作液进行仪器分析。每一浓度进样 3 次, 以标准工作液的质量浓度为横坐标(X, μg/L), 峰面积为纵坐标(Y), 绘制基质匹配标准曲线。所得 4 种羊组织的基质标准曲线方程分别为 Y=147783X+875(羊肉)、Y=135319X+1029(羊肝)、Y=133539X+2147(羊肾)和 Y=137100X+2300(羊脂肪), 决定系数(r^2)依次分别为 0.9998、0.9997、0.9998 和 0.9999。

2.4.3　回收率、精密度和检出限

根据 GB 31650.1—2022 中得曲恩特的最大残留限量、欧盟 2021/808/EC 中有关 MRL 药物添加回收试验添加浓度的规定[27]和本方法中得曲恩特的灵敏度情况, 研究选取 0.10、0.30 (1.0MRL)和 0.45 μg/kg(羊肉)、0.1、0.7、7.0 (1.0MRL)和 10.5 μg/kg(羊脂肪)、0.1、0.8 (1.0MRL)和 1.2 μg/kg(羊肝)和 0.1、0.4 (1.0MRL)和 0.6 μg/kg (羊肾)浓度点进行添加回收试验, 空白样品添加标准溶液后涡旋 15 s 后静置 30 min 后按 1.3.1 操作, 重复 3 次, 每次重复 6 个平行, 代表性空白样品和添加图谱详见图 4。从表 1 中可知, 4 种羊组织中得曲恩特的平均回收率在 89.9%~99.8%之间, 批内相对标准偏差为 1.9%~6.9%, 批间相对标准偏差为 2.8%~5.3%, 这说明方法准确度和精密度较好; 以噪音信号的 3 倍和 10 倍确定检出限和定量限, 得出 4 种组织中得曲恩特检出限为 0.03 μg/kg, 定量限为 0.10 μg/kg, 该定量限低于 0.5MRL, 满足兽药残留分析方法的要求。

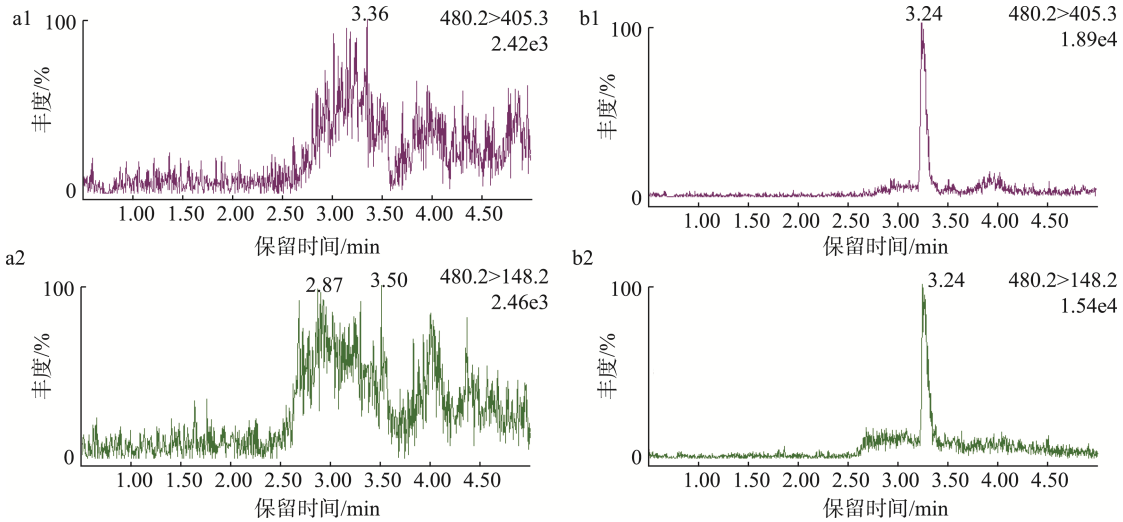


图 4　羊肉空白样品(a1~a2)和添加样品(b1~b2)的 MRM 色谱图(添加浓度: 0.1 μg/kg)

Fig.4　MRM chromatograms of blank (a1-a2) and fortified samples (b1-b2) of sheep meat (addition concentration: 0.1 μg/kg)

表 1 羊组织中得曲恩特的添加回收率和相对标准偏差

Table 1 Recoveries and relative standard deviations of derquantel in sheep tissues

组织种类	平均回收率/%				批内相对标准偏差/%				批间相对标准偏差/%			
	0.1 μg/kg	0.1MRL	1.0MRL	1.5MRL	0.1 μg/kg	0.1MRL	1.0MRL	1.5MRL	0.1 μg/kg	0.1MRL	1.0MRL	1.5MRL
羊肉	94.1	/	94.5	94.2	4.8	/	4.7	4.7	3.8	/	4.8	4.4
	96.8	/	89.9	92.8	2.1	/	4.8	4.0				
	95.0	/	95.5	93.8	4.2	/	3.0	5.1				
羊肝	96.9	/	91.8	90.7	2.3	/	3.8	6.2	5.2	/	4.9	5.0
	95.5	/	93.0	94.1	6.1	/	6.9	4.8				
	91.9	/	92.4	93.1	5.6	/	4.2	3.9				
羊肾	93.8	/	95.9	91.3	3.9	/	4.1	5.2	2.8	/	4.1	4.9
	95.1	/	93.9	97.5	1.9	/	5.1	3.8				
	94.4	/	93.9	95.9	2.8	/	3.1	3.5				
羊脂肪	92.0	99.8	92.5	91.4	6.0	3.7	4.5	3.1	5.3	4.4	4.9	4.8
	98.8	95.2	98.8	95.3	3.6	3.2	4.2	4.4				
	93.5	92.6	99.3	95.6	3.6	2.5	3.0	5.8				

注: /为未有具体数据。

3 结 论

本研究通过优化提取和净化条件以及仪器条件建立了羊组织中得曲恩特分散固相萃取-LC-MS/MS 分析方法。经不同体积乙腈对样品提取效果研究表明, 10 mL 乙腈提取 1 次提取回收率就能达到 93%以上; 净化方法上比较了通过式固相萃取净化和分散固相萃取净化的回收和净化效果, 采用 PSA 和 C_{18} 粉分散固相萃取净化的净化效果总体上明显好于采用 EMR-Lipid 固相萃取柱的固相萃取净化, 经过净化液稀释后即可进行仪器分析; 仪器分析时得曲恩特的灵敏度以 5 mmol/L 甲酸铵溶液作为水相时明显比常用水相 0.1%甲酸溶液时更高。方法整体操作简单方便, 经验证方法基质标准曲线均呈良好线性关系, 决定系数均大于 0.999; 方法灵敏度能达到 0.5 MRL 以下, 定量限为 0.10 μg/kg; 且准确度较高, 加标平均回收率在 89.9%~99.8%之间, 方法适用于羊组织中的得曲恩特残留量分析。

参考文献

[1] KAMINSKY R, RUFENER L, BOUVIER J, *et al*. Worms—A “license to kill” [J]. Veterinary Parasitology, 2013, 195: 286–291.

[2] 张彤, 徐宜宏, 付海滨, 等. QuEChERS-UPLC-MS/MS 同时测定畜禽肉中 23 种驱虫类药物残留量[J]. 饲料工业, 2024, 45(3): 120–126.
ZHANG T, XU YH, FU HB, *et al*. Determination of 23 vermifuge residues in livestock and poultry meat by QuEChERS-UPLC-MS/MS [J]. Feed Industry, 2024, 45(3): 120–126.

[3] BUSTAMANTE-RANGEL M, DELGADO-ZAMARRENO MM, FODRIGUEZ-GONZALO E, *et al*. Simple method for the determination of anthelmintic drugs in milk intended for human consumption using liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2022, 102: 322–329.

[4] YOO KH, PARK DH, EL-ATY AM, *et al*. Development of an analytical method for multi-residue quantification of 18 anthelmintics in various animal-based food products using liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal pharmaceutical Analysis, 2021, 11: 68–76.

[5] 沈斯文, 王敏, 汪弘康, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定生乳中抗吸虫药物及其代谢物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(16): 28–35.
SHEN SW, WANG M, WANG HK, *et al*. Determination of fasciolicides and its metabolite residues in raw milk by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(16): 28–35.

[6] HOU J, SHI Y, MAO R, *et al*. Determining nine fasciolicides and three metabolite residues in milk and infant formula using solid-phase extraction and liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. Food Research International, 2024, 192: 114753.

[7] LITTLE PR, HODGE A, MAEDER SJ, *et al*. Efficacy of a combined oral formulation of derquantel–abamectin against the adult and larval stages of nematodes in sheep, including anthelmintic-resistant strains [J]. Veterinary Parasitology, 2011, 181: 180–193.

[8] FU L, ZHU J, ZHOU Q, *et al*. Improved detection of veterinary drug residues: Advancing analytical techniques to ensure food safety [J]. Current Pharmaceutical Analysis, 2023, 19: 745–758.

[9] KINSELLA B, BYRNE P, CANTWELL H, *et al*. Determination of the new anthelmintic monepantel and its sulfone metabolite in milk and muscle using a UHPLC-MS/MS and QuEChERS method [J]. Journal of Chromatography B, 2011, 879: 3707–3713.

[10] CASEY CR, ANDERSEN WC, WILLIAMS NT, *et al*. Multiclass, multiresidue method for the quantification and confirmation of 112 veterinary drugs in game meat (bison, deer, elk, and rabbit) by rapid polarity switching liquid chromatography−tandem mass spectrometry [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2021, 69(4): 1175–1186.

[11] 乔勇升, 王萍, 黄银波, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱同时测定乳制品中的苯并咪唑类药物及其代谢物残留量[J]. 食品工业科技, 2024, 45(13): 221–229.

QIAO YS, WANG P, HUANG YB, *et al*. Simultaneous determination of benzimidazoles and their metabolites residues in dairy products by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(13): 221–229.

[12] 李云萱, 王璐璐, 陈颖, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定淡水鱼虾中 11 种苯并咪唑类药物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(5): 207–214.
LI YX, WANG LL, CHEN Y, *et al*. Determination of 11 kinds of residues of benzimidazole drugs in freshwater fish and shrimp by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(5): 207–214.

[13] RYDCHUK M, PLOTYTSIA S, ZASADNA Z, *et al*. Simple and efficient UPLC-ESI-MS/MS method for multi-residue analysis of 14 coccidiostatic agents in poultry liver and muscle tissues [J]. Food Control, 2023, 152: 109815.

[14] MELEKHIN AO, TOLMACHEVA VV, GONCHAROV NO, *et al*. Multi-class, multi-residue determination of 132 veterinary drugs in milk by magnetic solid-phase extraction based on magnetic hypercrosslinked polystyrene prior to their determination by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2022, 387: 132866.

[15] 袁定帅, 谭国聪, 李猛, 等. 通过式固相萃取结合超高效液相色谱串联质谱法测定动物源性食品中多种抗吸虫药物残留[J]. 粮食与油脂, 2025, 38(7): 157–162.
YUAN DS, TAN GC, LI M, *et al*. Determination of multiple antifluke drug residues in animal derived food by pass-through solid phase extraction combined with ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Cereals & Oils, 2025, 38(7): 157–162.

[16] 杨帆, 张晓梅, 阎炳, 等. 超高压液相色谱-串联质谱法测定奶粉中抗吸虫药物残留[J]. 分析化学, 2023, 51(10): 1685–1692.
YANG F, ZHANG XM, YAN B, *et al*. Determination of fasciolicide residues in milk powder by ultra-high pressure liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2023, 51(10): 1685–1692.

[17] 王颖怡, 吴玉田, 孟春杨, 等. HPLC-MS/MS 技术同时测定鸡蛋中 5 种抗球虫药[J]. 食品工业, 2023, 44(6): 291–294.
WANG YY, WU YT, MENG CY, *et al*. Simultaneous determination of five anticoccidials in eggs by HPLC-MS/MS [J]. The Food Industry, 2023, 44(6): 291–294.

[18] 李红丽, 贺超, 苏敏, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法同时测定猪肉中 24 种兽药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(4): 86–96.
LI HL, HE C, SU M, *et al*. Simultaneous determination of 24 kinds of veterinary drug residues in pork by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(4): 86–96.

[19] XU F, ZHANG Z, SHI Q, *et al*. Rapid determination and risk evaluation of multi-class antibiotics in aquatic products by one-step purification process coupled with ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Talanta, 2024, 277: 126421.

[20] 邱永为, 何玉榆, 李湘媛, 等. 液相色谱-串联质谱法测定畜禽产品皮脂组织中多种兽药残留量[J]. 国外畜牧学·猪与禽, 2025, 45(3): 62–67.
QIU YW, HE YY, LI XY, *et al*. Simultaneous determination of multiple veterinary drugs residues in fat tissues of livestock and poultry products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Animal Science Abroad-Pigs and Poultry, 2025, 45(3): 62–67.

[21] PASTORE VAA, SANTOS F, LANA MAG, *et al*. Development and validation of a multiresidue method for the determination of macrocyclic lactones, monensin, and fipronil in bovine liver by UHPLC-MS/MS using a QuEChERS extraction [J]. Food Analytical Methods, 2022, 15: 3177–3188.

[22] 吴丹, 林英扬, 张杨, 等. 超高效液相色谱质谱法同时测定水产品中 58 种药物残留[J]. 中国渔业质量与标准, 2024, 14(6): 1–9.
WU D, LIN YY, ZHANG Y, *et al*. Simultaneous determination of 58 drug residues in aquatic products by UPLC-MS/MS [J]. Chinese Fishery Quality and Standard, 2024, 14(6): 1–9.

[23] STUCHLIKOVA L, ZOTAKOVA B, BARTIKOVA H, *et al*. Investigation of the metabolism of monepantel in ovine hepatocytes by UHPLC/MS/MS [J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2013, 405: 1705–1712.

[24] XIANG JJ, YUAN LJ, LIAO QG, *et al*. Determination of benzimidazoles in chicken and egg samples by urea-based covalent organic polymer (UCOP) pipette tip-solid-phase extraction (PT-SPE) and high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS) [J]. Analytical Letters, 2024, 57(8): 1215–1226.

[25] 朱春雨, 吴移山, 郑景娇. 高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中地克珠利、妥曲珠利及其代谢物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(16): 211–218.
ZHU CY, WU YS, ZHENG JJ. Determination of diclazuril, toltrazuril and their metabolites in eggs by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(16): 211–218.

[26] PARK H, KIM E, LEE TH, *et al*. Multiclass method for the determination of anthelmintic and antiprotozoal drugs in livestock products by ultra-high-performance liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. Food Science of Animal Resources, 2023, 43(5): 914–937.

[27] The European Commission. Commission Implementing Regulation (EU) 2021/808 of 22 March 2021 on the performance of analytical methods for residues of pharmacologically active substances used in food-producing animals and on the interpretation of results as well as on the methods to be used for sampling and repealing decisions 2002/657/EC and 98/179/EC [J]. Official Journal of the European Union, 2021, L180: 84–109.

[28] JEDZINIAK P, OLEJNIK M, ROLA JG, *et al*. Anthelmintic residues in goat and sheep dairy products [J]. Bulletin of the Veterinary Institute in Pulawy, 2015, 59: 515–518.

[29] 邵琳智, 吴映璇, 欧阳少伦, 等. 动物源性材料中得曲恩特残留的测定方法和应用: ZL201710038125.7 [P]. 2017-01-17.
SHAO LZ, WU YX, OUYANG SL, *et al*. Determination of derquantel in animal derived materials and its application: ZL201710038125 [P]. 2017-01-17.

[30] 张艳, 王全胜, 徐峰, 等. 通过型固相萃取-液相色谱串联质谱法快速测定牛羊肉中莫奈太尔及其代谢产物[J]. 农产品质量与安全, 2023(5): 50–54.
ZHANG Y, WANG QS, XU F, *et al*. Rapid determination of monepantel and its metabolites in bovine and ovine muscles by liquid chromatography-tandem mass spectrometry with pass-through solid phase extraction [J]. Quality and Safety of Agro-products, 2023(5): 50–54.

(责任编辑: 韩晓红　安香玉)