doi:10.11751/ISSN.1002 – 1280.2019.08.06

高效液相色谱法检测鸡可食性组织中的磺胺氯吡嗪残留

邢玉娟[1],吕凤霞[2],陈　玲[3],牛华星[3],刘运镇[1],
邱树磊[1],冯文丽[2],刘联盟[2],李灵娟[2]

(1.江苏农牧科技职业学院,江苏泰州 225300;2.河南牧翔动物药业有限公司,郑州 451162;3.山东省兽药质量检验所,济南 250022)

[收稿日期] 2019 – 06 – 26　**[文献标识码]** A　**[文章编号]** 1002 – 1280 (2019) 08 – 0036 – 08　**[中图分类号]** S859.84

[摘　要]　对建立的一种鸡组织中磺胺氯吡嗪钠残留检测的高效液相色谱法进行复核验证。鸡组织样品中磺胺氯吡嗪钠残留经乙腈提取,正己烷去脂肪,MCX 固相萃取小柱净化。采用高效液相色谱紫外检测器检测,流动相为乙腈 – 0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液(35:65,*V/V*),紫外检测波长为 272 nm,外标法定量。结果显示,磺胺氯吡嗪钠标准工作液在 0.04 ~ 20.0 μg/mL 范围内具有良好的线性关系(R^2 = 0.9999)。在鸡肌肉、肝脏、肾脏、皮脂各组织中添加浓度分别为 40、100、200 μg/kg 时,各组织样品中磺胺氯吡嗪钠的回收率范围为 74.70% ~ 93.67%。磺胺氯吡嗪钠的检测限为 20 μg/kg,定量限为 40 μg/kg。复核验证的鸡组织中磺胺氯吡嗪钠残留检测高效液相色谱法可行,方法简便快捷,回收率高,适合鸡组织中磺胺氯吡嗪的残留检测。

[关键词]　磺胺氯吡嗪钠;鸡组织;残留检测;高效液相色谱法

Determination of Sulfachloropyrazine Residues in Chicken Edible Tissues by High Performance Liquid Chromatography

XING Yu – juan[1], LV Feng – xia[2], CHEN Ling[3], NIU Hua – xing[3], LIU Yun – zhen[1],
QIU Shu – lei[1], FENG Wen – li[2], LIU Lian – meng[2], LI Ling – juan[2]

(1. *Jiangsu Agri – animal Husbandry Vocational College*, *Taizhou Jiangsu* 225300, *China*;
2. *Henan Muxiang Animal Pharmaceutical Co.*, *Ltd*, *Zhengzhou* 451162, *China*;
3. *Shandong Provincial Institute of Veterinary Drug Quality Inspection*, *Jinan* 250022, *China*)

Abstract: To development and validation the method for determination of sulfachloropyrazine sodium residues in chicken tissues by HPLC, the tissue samples extraction of acetonitrile, hexane to fat, MCX solid phase extraction column, cleaned by C18 chromatographic column (then detected with the HPLC) was used to analyze the high

---

作者简介:邢玉娟,副教授,从事中药药理研究工作。E – mail:272104978@qq.com.

performance liquid chromatography, and the active phase was acetonitrile/0.02 mol/L monopotassium phosphoric solution (65∶35, *V/V*), the ultraviolet detection wavelength was 272 nm. The results showed that a good linear relationship was accepted in the range of 0.04 ~ 20.0 μg/mL (R^2 = 0.9999). By the adding conditions of 40, 100, 200 μg/kg of sulfaclozine sodium in the muscle tissue, liver tissue, renal tissue, sebum, the recovery rate were between 74.70% and 93.67%. The limit of detection was 20 μg/kg, and the limit of quantification was 40 μg/kg. The results indicated that the HPLC method has a high sensitivity, good accuracy and precision, and it could be used for detecting residual sulfachloropyrazine sodium effectively.

Key words: sulfachloropyrazine sodium; chicken tissues; residues determination; high performance liquid chromatography (HPLC)

磺胺氯吡嗪钠属于磺胺类广谱抗菌药,在兽医临床主要用于球虫病的治疗,此外还可用于球虫病暴发时继发禽伤寒、禽霍乱的防治[1-3],但过分滥用可导致食品中大量残留。目前,欧美国家及我国农业农村部规定了磺胺类药物在动物性食品中的最高残留限量为 0.1 mg/kg[4]。近年来对动物源性食品中磺胺类药物残留检测方法研究不断深入,主要包括免疫学方法、高效液相色谱法、气相色谱法、液质联用法、气质联用法等[5-8]。本试验对聂巧等[9]建立的鸡组织中磺胺氯吡嗪钠残留量的 HPLC 检测方法进行复核验证,以期对磺胺氯吡嗪钠的残留实施监控提供技术支持。

1　材料与方法

1.1　仪器与试剂

1.1.1　仪器　Waters 2695 高效液相色谱仪,2489uV/Vis 二极管陈列检测器,美国 Waters 公司;C18 填料固相萃取小柱为美国 Supelco 公司产品;PT1200 组织匀浆机,瑞士 KINEMATICA 公司;XH－J 涡旋混合器,杭州浣熊仪器科技有限公司;N－EVAP34 氮吹仪,Organomation Assciates 公司;BS110S 电子天平,德国赛多利斯天平公司;MXB22 超声仪,华粤行仪器有限公司。

1.1.2　试剂与材料　乙腈、甲醇为色谱纯,天津市科密欧有限公司;其余试剂为分析纯。磺胺氯吡嗪钠对照品,含量 99.0%,批号 40908,购自德国 Dr. Ehrenstorfer 公司。

1 日龄 AA 白羽肉鸡,30 只,购自开封正大有限公司。使用不含任何药物的全价配合饲料饲养至 30 日龄,颈静脉放血处死,无菌采集胸肌、肝脏、肾脏和皮脂组织样品,组织匀浆后置于 －20 ℃冰箱冰冻保存。

1.2　主要试液配制　0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液:准确称取 2.7218 g 磷酸二氢钾,用 1000 mL 超纯水定容并混匀,即制得 0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液;5% 氨化乙腈:准确吸取氨水 5 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀即得;乙腈－0.1 mol/L 盐酸水溶液:将乙腈和 0.1 mol/L 盐酸水溶液按 50∶50(*V/V*)比例混匀;乙腈饱和正己烷溶液:分别准确量取乙腈和正己烷各 200 mL,充分混匀静置,上层液体即为乙腈饱和正己烷;流动相:将乙腈和 0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液按 35∶65(*V/V*)比例混匀,经 0.22 μm 有机滤膜过滤,超声脱气 20 min;磺胺氯吡嗪储备液:精密称取磺胺氯吡嗪钠对照品 28.9 mg 于 25 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,即为浓度为 1000 μg/mL 的磺胺氯吡嗪标准储备液。置 －20 ℃冷冻保存;磺胺氯吡嗪标准工作液:准确吸取适量磺胺氯吡嗪标准储备液,用流动相稀释成适宜的磺胺氯吡嗪系列标准工作液。

1.3　色谱工作条件　流动相:乙腈－0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液(35∶65,*V/V*);色谱柱:Waters Xbridge C18 柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm);检测波长 272 nm;流速 1.0 mL/min;柱温 35 ℃;进样量 20 μL[9-11]。

1.4 标准曲线建立 准确量取适量磺胺氯吡嗪钠储备液,用流动相稀释,配制成含磺胺氯吡嗪钠质量浓度为 0.08、0.20、1.00、2.00、10.00、20.00 μg/mL 的标准溶液。供 HPLC 测定,记录图谱、采用外标法进行计算,以测得的峰面积 A 为纵坐标,相应质量浓度 C 为横坐标,绘制标准工作曲线,求出回归方程和相关系数(R^2)。

1.5 样品前处理

1.5.1 样品的提取 称取 2.00 ± 0.01 g 待测组织于 50 mL 离心管中,加入 3 g 无水硫酸钠,再加入 5% 氨化乙腈 9 mL,旋涡震荡 3 min,超声 10 min 后,离心 15 min(4 ℃,12000 r/min),将上清液移至 50 mL 离心管中。残渣用上述相同方法重复提取一次,合并上清液。于上清液中加入 5 mL 乙腈饱和正己烷,旋涡振荡 2 min,离心 10 min(4 ℃,12000 r/min),弃去正己烷,保留下层液体备用,再重复该方法除脂 2 次。将除脂后液体于 40 ℃ 水浴氮气吹至近干。用 1 mL 乙腈 - 0.1 mol/L 盐酸水溶液(50:50,V/V)的复溶液溶解近干残渣,旋涡振荡 1 min;再加 0.1 mol/L 盐酸水溶液 3 mL,旋涡振荡 1 min,离心 10 min(4 ℃,12000 r/min),取上清液备用,记为 A 液。残渣加 0.1 mol/L 盐酸水溶液 3 mL 涮洗离心管,旋涡振荡 30 s,记为 B 液。

1.5.2 样品的净化 Oasis MCX(60 mg/3 mL)小柱依次用甲醇 3 mL 活化,超纯水 3 mL 平衡,将上清液 A 全部过柱;依次 B 溶液 3 mL、甲醇 1 mL 淋洗;用 5% 氨化乙腈 6 mL 洗脱,收集洗脱液于 10 mL 离心管中,40 ℃ 水浴氮气吹干,用 1 mL 流动相溶解残渣,经 0.22 μm 有机滤膜过滤,供 HPLC 测定。

1.6 方法的灵敏度考察 取空白肝脏、肾脏、皮脂和肌肉组织样品添加适量浓度的磺胺氯吡嗪钠标准工作液,各 5 个平行,按照样品前处理方法处理后检测,记录图谱。取信噪比(S/N)≥3 时的样品浓度为检测限(LOD);以信噪比(S/N)≥10,且准确度与精密度符合要求的样品浓度为定量限(LOQ)。

1.7 方法的准确度和精密度考察 采用标准添加法,进行回收率试验。配制肌肉、肝脏、肾脏和皮脂在 0.04、0.10、10.00 mg/kg 三个添加浓度水平,按照样品前处理方法处理后检测。各浓度 5 个样品平行试验,重复 3 次,求添加回收率以及批内、批间的相对标准偏差。

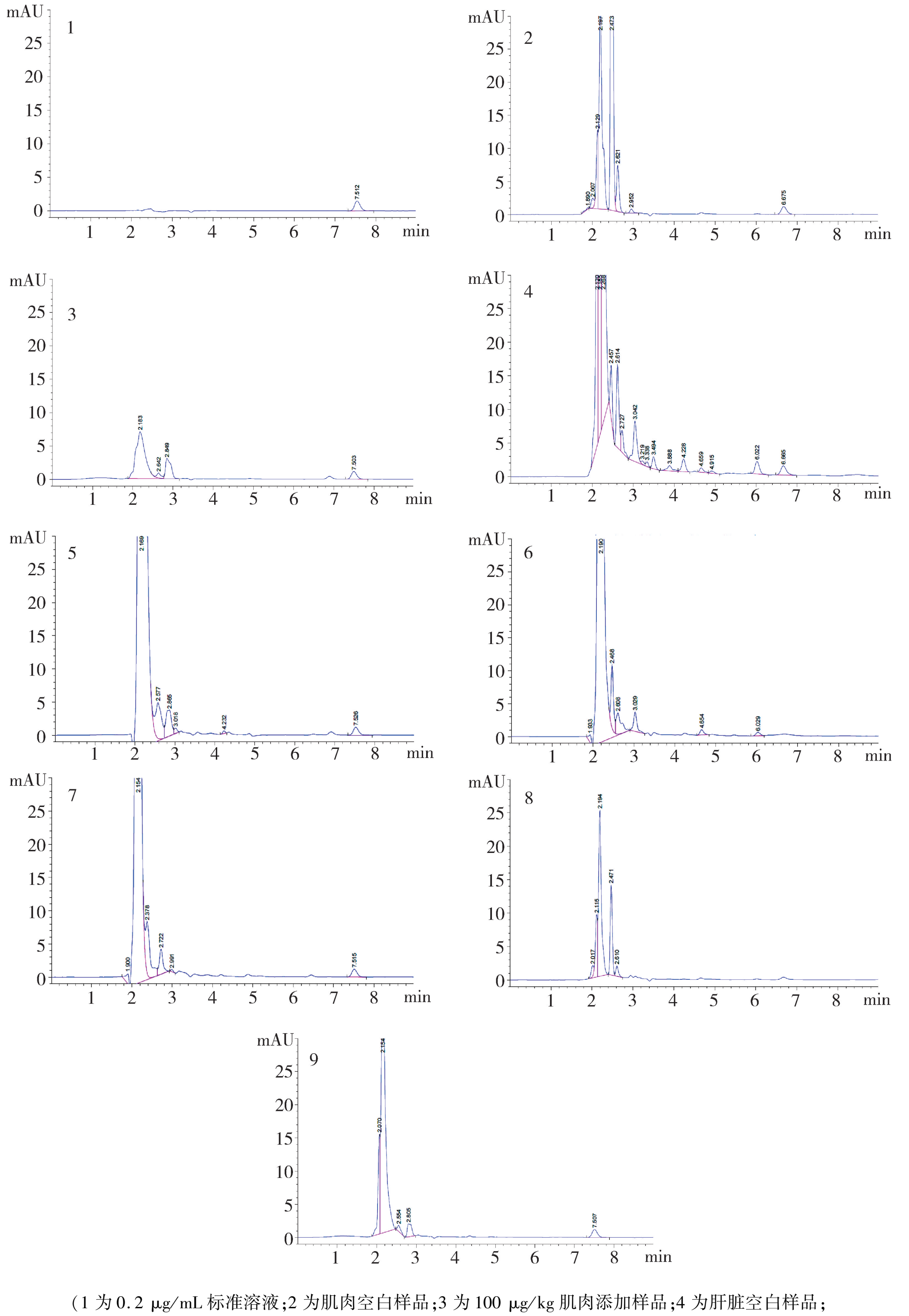
2 结果与分析

2.1 色谱分离 在优化的色谱条件下,测得鸡肌肉、肝脏、肾脏、皮脂中磺胺氯吡嗪钠的保留时间分别为 7.503、7.526、7.515、7.507 min,色谱峰峰形较佳,均为基线分离峰。鸡肌肉、肝脏、肾脏、皮脂空白提取液在上述时间均无干扰峰出现(图 1)。

2.2 标准曲线 磺胺氯吡嗪钠标准溶液在 0.08 ~ 20.0 μg/mL 浓度范围内,药物浓度与峰面积呈良好的线性关系,标准工作曲线 $Y = 109.56X - 74.054$,R^2 为 0.9999。

2.3 灵敏度 鸡肌肉、肝脏、肾脏和皮脂组织的空白试料经前处理后检测,测定结果表明:在相应的保留时间,空白试料对所测分析物无干扰。添加浓度为 40 μg/kg 时信噪比(S/N)均大于 10,信噪比满足定量限的要求,确定本方法的定量限。添加浓度为 20 μg/kg 时信噪比(S/N)均大于 3,信噪比满足定量限的要求,确定为本方法的定量限。

2.4 准确度、精密度 样品添加回收率结果见表 1。四种组织的回收率均在 74.70% ~ 93.67%,批内及批间变异系数均小于 10%。表明该方法准确度、精密度高,重复性好。



（1 为 0.2 μg/mL 标准溶液；2 为肌肉空白样品；3 为 100 μg/kg 肌肉添加样品；4 为肝脏空白样品；
5 为 100 μg/kg 肝脏添加样品；6 为肾脏空白样品；7 为 100 μg/kg 肾脏添加样品；
8 为皮脂空白样品；9 为 100 μg/kg 皮脂添加样品）

图 1　鸡组织中添加磺胺氯吡嗪钠色谱图

Fig 1　The chromatograms of sulfaclozine in chicken tissues

表 1　回收率试验结果

Tab 1　Results of recovery tests

组织	变异系数	添加浓度/(μg · kg^{-1})	平行 5 批样品实测回收率/%					平均回收率/%	批内 *RSD*/%	批间 *RSD*/%
			1	2	3	4	5			
肌肉	批内(n = 5)	40	76.60	82.47	83.77	88.19	70.15	80.24	8.72	
		100	73.65	77.90	86.56	70.57	83.37	78.41	8.44	
		200	87.58	83.93	91.04	77.59	81.68	84.37	6.17	
	批间(n = 15)	40	76.60	82.47	83.77	88.19	70.15	80.24	8.72	7.66
			83.55	80.10	82.48	70.95	86.54	80.72	7.35	
			85.31	80.16	86.31	90.45	72.73	82.99	8.20	
		100	73.65	77.90	86.56	70.57	83.37	78.41	8.44	8.03
			73.48	71.88	66.67	78.61	82.84	74.70	8.35	
			81.13	86.14	75.71	74.45	69.43	77.37	8.31	
		200	87.58	83.93	91.04	77.59	81.68	84.37	6.17	5.53
			81.37	84.23	75.40	88.08	79.76	81.77	5.82	
			76.75	80.68	81.48	88.35	84.68	82.39	5.30	
肝脏	批内(n = 5)	40	77.38	79.17	77.19	82.31	69.69	77.15	6.02	
		100	78.37	79.57	88.34	78.20	83.72	81.64	5.34	
		200	77.00	75.97	81.27	80.79	69.97	77.00	5.92	
	批间(n = 15)	40	77.38	79.17	77.19	82.31	69.69	77.15	6.02	5.92
			94.37	97.57	91.61	91.98	92.82	93.67	2.59	
			82.31	90.78	83.99	79.12	84.39	84.12	5.07	
		100	78.37	79.57	88.34	78.20	83.72	81.64	5.34	6.10
			93.48	84.87	93.03	94.84	88.61	90.96	4.54	
			82.26	87.19	86.35	83.67	86.85	85.26	2.55	
		200	77.00	75.97	81.27	80.79	69.97	77.00	5.92	5.68
			87.69	83.38	75.73	79.07	82.02	81.58	5.53	
			72.62	75.27	77.27	81.63	78.84	77.12	4.44	
肾脏	批内(n = 5)	40	89.60	85.57	86.61	88.04	87.87	87.54	1.74	
		100	88.86	89.59	86.87	87.12	87.35	87.96	1.36	
		200	85.77	87.48	86.71	86.06	85.62	86.33	0.89	
	批间(n = 15)	40	89.60	85.57	86.61	88.04	87.87	87.54	1.74	2.55
			84.54	86.62	84.79	86.42	88.59	86.19	1.90	
			81.58	88.43	85.43	83.08	84.84	84.67	3.06	
		100	88.86	89.59	86.87	87.12	87.35	87.96	1.36	1.40
			89.37	87.47	87.64	86.60	89.39	88.10	1.41	
			85.57	86.84	88.02	86.80	89.12	87.27	1.55	
		200	85.77	87.48	86.71	86.06	85.62	86.33	0.89	1.21
			87.71	85.15	86.67	87.92	85.37	86.56	1.48	
			88.08	85.48	86.41	84.88	86.95	86.36	1.45	

续表

组织	变异系数	添加浓度/(μg · kg⁻¹)	平行 5 批样品实测回收率/%					平均回收率/%	批内 RSD/%	批间 RSD/%
			1	2	3	4	5			
皮脂	批内(n=5)	40	93.93	90.23	87.77	91.95	82.49	89.27	4.95	
		100	90.72	88.61	88.85	88.17	86.69	88.61	1.63	
		200	85.36	85.30	88.02	86.37	88.06	86.62	1.57	
	批间(n=15)	40	93.93	90.23	87.77	91.95	82.49	89.27	4.95	4.22
			87.85	85.27	89.14	90.09	87.37	87.94	2.09	
			85.68	87.51	86.01	81.76	80.83	84.36	3.43	
		100	90.72	88.61	88.85	88.17	86.69	88.61	1.63	3.61
			96.71	90.55	87.83	92.26	90.78	91.63	3.56	
			87.30	84.82	89.27	86.97	83.21	86.31	2.72	
		200	85.36	85.30	88.02	86.37	88.06	86.62	1.57	2.04
			87.37	85.88	87.86	85.32	85.13	86.31	1.43	
			83.09	85.31	83.03	83.49	83.62	83.71	1.11	

3　讨论与结论

3.1　方法学的验证　本试验采用 HPLC 法测定鸡可食性组织中磺胺氯吡嗪钠的药物浓度。测定磺胺氯吡嗪钠在鸡可食性组织中的检测限为 20 μg/kg，定量限为 40 μg/kg，与聂巧等建立的磺胺氯吡嗪残留钠的 HPLC 检测法研究结果一致[9]。在鸡肌肉、肝脏、肾脏、皮脂各组织中添加浓度分别为 40、100、200 μg/kg 时，各组织样品中磺胺氯吡嗪钠的平均回收率范围为 74.70% ~93.67%，高于聂巧等报道的 75.46% ~89.40%，批内和批间变异系数均小于 9%，方法具有较好的回收率和精密度，证明该方法能对鸡可食性组织中磺胺氯吡嗪残留量进行有效的监控。

3.2 色谱条件的选择　本试验通过对磺胺氯吡嗪溶液进行紫外全波长扫描得知，在 200 ~400 nm 波长条件下，272 nm 处有较大吸收，且在此条件下，组织样品无杂质干扰峰，故选择 272 nm 作为磺胺氯吡嗪的检测波长，柱温控制在 35 ℃，磺胺氯吡嗪的检测取得较满意的效果。

试验过程中比较了甲醇 -0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液、乙腈 -0.017 mol/L 磷酸水溶液、乙腈 -0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液作为流动相，其中乙腈 -0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液作为流动相时基线较其他两种流动相平稳。经过多次调整磷酸二氢钾的浓度和两者的比例，在比较了峰形、杂峰和药物峰分离等情况后，最终选择乙腈 -0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(35∶65)作为检测的流动相[12]，流速 1.0 mL/min，磺胺氯吡嗪保留时间在 7.5 min 左右，得到的峰形良好，空白组织提取液在药物峰保留时间处无干扰峰出现。

3.3　提取方法的优化　MCX 洗脱液有 5% 氨化乙腈、5% 氨化甲醇等[13]。通过对比试验发现 5% 氨化甲醇洗脱后杂峰在药物峰附近有干扰，肝、肾组织表现尤为明显；而 5% 氨化乙腈净化效果及回收率理想。乙腈提取液可以避免从动物组织中提取过多的脂肪，而且乙腈具有良好的蛋白沉淀效果。用乙腈提取后，再用丙酮提取，磺胺氯吡嗪回收率在原有基础上提高了 13%[14]。由于磺胺氯吡嗪不溶于正己烷，所以，在提取过程结束后再经正己烷进行脱脂处理，可以脱去脂肪，从而减少杂质的干扰[15]。样品提取过程中加入无水硫酸钠可以促进水相和有机相分离，同时硫酸钠的存在还可以促使蛋白质的变性分散，从而防止样品形成团块状而影响提取效率，以促进溶质的析出，提高了药物的提

取率[16-17]。

在提取过程中若依靠旋转蒸发仪浓缩提取液,易出现蒸干后吸附于瓶壁的现象,降低样品回收率,故采用氮吹仪吹至近干[18],再用复溶液溶解,可减少损失。提取过程结束后,利用乙腈-0.1 mol/L 盐酸溶液(50:50)复溶液溶解残渣。复溶液的 pH 值可以改变药物的离子化程度,药物必须完全离子化才能保证药物完全保留于阳/阴离子交换柱上[19]。

本方法采用5%氨化乙腈提取鸡组织中的磺胺氯吡嗪,正己烷除脂,40 ℃水浴氮气吹至近干后采用复溶液(乙腈:0.1 mol/L 盐酸水溶液 50:50,*V/V*)和0.1 mol/L 盐酸水溶液两次溶解,经 MCX 萃取柱净化,高效液相色谱仪检测,验证了鸡组织中磺胺氯吡嗪残留量的检测方法。磺胺氯吡嗪在鸡肌肉、肝脏、肾脏和皮脂中的定量限为 40 μg/kg,鸡空白组织磺胺氯吡嗪添加样品在 40 ~ 200 μg/kg 浓度范围内,回收率在 74.70% ~93.67%之间。整个实验过程简单、快速、回收率较高,适合鸡组织中磺胺氯吡嗪残留的定量检测。

参考文献:

[1] 王 静,王黎霞,李 畅,等. 柔嫩艾美耳球虫分离株对 4 种抗球虫药敏感性检测[J]. 中国兽医杂志,2018,54(5):32-35.

Wang J,Wang L X,Li C,*et al*. The study on the sensitivity of three Eimeria tenella strains to four anticoccidial drugs[J]. Chinese Journal of Veterinary Medicine,2018,54(5):32-35.

[2] 吕凤霞,陈 玲,刘道中,等. 高效抗球虫药磺胺氯吡嗪钠甲氧苄啶可溶性粉的制备工艺及抗球虫效果研究[J]. 黑龙江畜牧兽医,2018,(21):188-265.

Lv F X,Chen L,Liu D Z,*et al*. Study on preparation technology and anti-coccidial effect of high-effective anti-coccidial drug sulfachlorpyrazine sodium and trimethoprim soluble powder[J]. Heilongjiang Animal Science and Veterinary Medicine, 2018, (21):188-265.

[3] 郝增坤. 磺胺氯吡嗪钠二甲氧苄啶溶液在鸡的残留消除研究[D]. 扬州:扬州大学,2012.

Hao Z K. Study on residue elimination of sulfachloropyrazine sodium dimethoprimidine solution in chicken[D]. Yangzhou: Yangzhou university,2012.

[4] 谢体波,龚维瑶,钟新敏,等. 动物源性食品检测磺胺类残留 ELISA 试剂盒的研制[J/OL]. 食品与发酵工业. https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.016381.

Xie T B,Gong W Y,Zhong X M,*et al*. Development of ELISA Kit for detecting sulfonamide residues in animal-derived food[J/OL]. Food and Fermentation Industry. https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.016381.

[5] 张晓强,张 波,方 萍,等. Qu ECh ERS-超高效液相色谱-串联质谱法快速测定鱼肉中22 种磺胺类药物残留[J]. 理化检验,2015,51(3):369-374.

Zhang X B,Zhang B,Fang P,*et al*. Qu ECh ERS-Ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for rapid determination of 22 sulfonamides residues in fish meat [J]. Pysical Testing and Chemical Analysis,2015,51(3):369-374.

[6] 张 宁. 高效液相色谱法测定鸡肉中磺胺类药物研究[J]. 天津农业学报,2017,24(1):34-37.

Zhang N. Determination of sulfonamides in chicken by high performance liquid chromatography[J]. Tianjin Journal of Agriculture,2017,24(1):34-37.

[7] 崔璐璐,谢 星,谢恺舟,等. 高效液相色谱荧光检测法同时检测鸡组织中阿莫西林和氨苄西林残留[J]. 中国兽医杂志,2015,51(8):82-84.

Cui L L,Xie X,Xie K Z,*et al*. Simultaneous determination of amoxicillin and Ampicillin Residues in chicken tissues by high performance liquid chromatography with fluorescence detection [J]. Chinese Journal of Veterinary Medicine,2015,51(8):82-84.

[8] 廖洁丹,李智丽,张济培,等. 高效液相色谱荧光检测法测定牛奶中4 种氟喹诺酮类药物残留[J]. 中国兽医杂志,2018,54(3):104-108.

Liao J D,Li Z L,Zhang J P,*et al*. Determination of four fluoroquinolones residues in milk by high performance liquid chromatography with fluorescence detection[J]. Chinese Journal of Veterinary Medicine,2018,54(3):104-108.

[9] 聂 巧. 磺胺氯吡嗪钠-甲氧苄啶可溶性粉在鸡体内的残留消除研究[D]. 扬州:扬州大学,2017

Nie Q. Study on the residues elimination of sulfachloropyrazine sodium-trimethopriom soluble powder in broilers[D]. Yangzhou:Yangzhou university,2017.

[10] 汪 苹,罗杰鸿. 高效液相色谱串联质谱法同时测定猪肉中9 种磺胺类药物残留[J]. 应用化工,2018,47(10):2292-2295.

Wang P, Luo J H. Simultaneous determination of 9 sulfonamides in pork by LC – MS – MS. Applied [J]. Chemical Industry, 2018,47(10):2292 – 2295.

[11] 蒋永嘉,肖 霞,蓝玮璇,等. 鸡可食性组织中尼卡巴嗪残留的测定高效液相色谱法[J/OL]. 中国动物传染病学报. http://kns.cnki.net/kcms/detail/31.2031.S.20181011.1247.004.html

Jiang Y J, Xiao X, Lan W X, *et al*. Determination ofnicarbazin residue in chicken edibletissue using high performance liquid chromatography [J/OL]. Chinese Journal of Animal Infectious Diseases

[12] 尹伶灵,杨修镇,李有志,等. 基于 PRIME HLB 快速前处理技术的鸡蛋中 38 种药物残留快速检测方法研究及其在风险监测中的应用[J]. 中国兽药杂志,2019,53(5):17 – 26.

Yin L L, Yang X Z, Li Y Z, *et al*. Rapid detection of 38 drug residues in eggs based on PRIME HLB and its application in risk monitoring[J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2019, 53(5): 17 – 26.

[13] 孙 雷,王亦琳,叶 妮,等. 猪肉中 92 种兽药残留的 UPLC – Qtrap 高通量筛查和定量方法的研究[J]. 中国兽药杂志,2017,51(9): 36 – 42.

Sun L, Wang Y, Ye N, *et al*. The study on high – throughput screening and quantitative method for 92 veterinary drugs residues in pig muscle by UPLC – Qtrap[J]. Chinese Journal of Veterinary Drug, 2017, 51(9): 36 – 42.

[14] 卜仕金,刘兆文,王柄璋,等. 鸡组织中磺胺氯吡嗪和磺胺氯哒嗪残留的 HPLC 检测方法[J]. 中国兽医学报,2011,31(3):407 – 410.

Bu S J, Liu Z W, Wang B Z, *et al*. Determination of sulfachlor ryraizine and sulfachlorpyridiazine residues in chicken tissue by high performance liquid chormatcgraphy[J]. Chinese Journal of Veterinary Science, 2011, 31(3):407 – 410.

[15] 孔庆德. 高效液相色谱法检测牛乳中的磺胺类药物残留量[J]. 畜牧兽医杂志,2013,32(3):4 – 6.

Kong Q D. Determination of sulfonamides residues in milk by high performance liquid chromatography[J]. Journal of Animal Husbandry and Veterinary Medicine, 2013, 32(3):4 – 6.

[16] 吴银良,刘素英,单吉浩,等. 固相萃取 – 高效液相色谱法测定鸡肝中磺胺类药物残留量[J]. 分析化学,2005,33(12):1713 – 1716.

Wu Y L, Liu S Y, Shan J H, *et al*. Determination of sulfonamides residues in chicken liver by solid phase extraction – high performance liquid chromatography[J]. Analytical chemistry, 2005, 33(12):1713 – 1716.

[17] 朱晓华,翁棋兰,王 静,等. 高效液相色谱同时检测鱼肉组织中 4 中磺胺与甲氧苄啶的残留量[J]. 南京农业大学学报,2009,32(4):138 – 142.

Zhu X H, Wong Q L, Wang J, *et al*. Simultaneous determination of sulfonamide and trimethoprim residues in fish tissues by high performance liquid chromatography[J]. Journal of Nanjing Agricultural University, 2009, 32(4):138 – 142.

[18] 袁丽红,陈 玉,肖竹青. 动物肌肉组织中硝基呋喃原药 HPLC – MS/MS 的测定[J]. 食品安全导刊,2016,27:113.

Yuan L H, Chen Y, Xiao Z Q. Determination of nitrofuran in animal muscle by HPLC – MS/MS[J]. China Food Safety, 2016, 27:113.

[19] 何海彤,黄楚雯,伍志航. 高效液相色谱法检测大米中 11 种荧光增白剂[J]. 食品研究与开发,2018,39(23):153 – 158.

He H T, Huang C W, Wu Z H, *et al*. Determination of 11 kinds of fluorescent whitening agent in rice by high performance liquid chromatography[J]. Food Research And Development, 2018, 39(23):153 – 158.

(编 辑:侯向辉)