DOI:10.12441/spyswjs.20240528001 [文章编号] 1673-1689(2025)03-0153-13

同时快速检测猪肉中7种兽药残留的前处理方法研究

泮秋立[1,2] 刘建华[3] 张鸿雁[3] 万宇平[4] 吴小胜[4] 王 骏[1,3*]

(1. 山东省食品药品检验研究院国家市场监管重点实验室(肉及肉制品监管技术),山东 济南 250101;2. 济南幼儿师范高等专科学校,山东 济南 250101;3. 山东师范大学生命科学学院,山东 济南 250101;4. 北京勤邦科技股份有限公司,北京 102206)

摘要:【目的】建立只需对样本进行一次前处理就可同时快速检测猪肉中7种兽药残留的前处理方法。**【方法】**以猪肉中地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素等兽药为研究对象,基于国内规模较大的快速检测品牌的相关兽药胶体金免疫层析快速检测产品,优化、整合、测试后建立统一的前处理方法,考察该方法的检出限、灵敏度、假阳性率、假阴性率等性能指标,并用市场上其他厂家的胶体金快速检测产品验证其通用性。**【结果】**最优提取体系为饱和氯化钠溶液-乙酸乙酯,最优的净化方式为用正己烷除脂,复溶液为含体积分数3%甲醇的0.02 mol/L磷酸盐缓冲液(phosphate buffered saline,PBS)(pH 7.2)。经验证,猪肉中7种兽药的检出限为:地塞米松1.0 μg/kg、氯霉素0.10 μg/kg、甲砜霉素50 μg/kg、氟苯尼考300 μg/kg、磺胺二甲嘧啶100 μg/kg、甲硝唑0.50 μg/kg、泰乐菌素100 μg/kg;该方法的灵敏度为96%、假阳性率为6%、假阴性率为4%。**【结论】**该方法与相应兽药检测参比方法的结果符合率较高,且能用于其他厂家的胶体金免疫层析快速检测产品。该方法具有准确、快速、简便、效率高和成本低等特点,能够满足猪肉中多种兽药残留现场同时大批量筛查的需求。

关键词:猪肉;兽药残留;前处理方法;同时快速检测

Pre-treatment Methods for Simultaneous and Rapid Detection of Seven Veterinary Drug Residues in Pork

PAN Qiuli[1,2] *LIU Jianhua*[3] *ZHANG Hongyan*[3] *WAN Yuping*[4] *WU Xiaosheng*[4] *WANG Jun*[1,3*]

(1. Key Laboratory of Supervising Technology for Meat and Meat Products for State Market Regulation, Shandong Institute for Food and Drug Control, Jinan 250101, China; 2. Jinan Preschool Education College, Jinan 250101, China; 3. College of Life Sciences, Shandong Normal University, Jinan 250101, China; 4. Beijing Kwinbon Technology Co., Ltd., Beijing 102206, China)

Abstract: [**Objective**] This study aims to establish a pre-treatment method with only one time of operation for simultaneous and rapid detection of seven veterinary drug residues in pork. [**Method**] Seven veterinary drugs (dexamethasone, chloramphenicol, thiamphenicol, florfenicol, sulfamethazine, metronidazole, and tylosin) in pork were studied. A unified pre-treatment method was established after integration, optimization, and testing based on colloidal gold immunochromatographic assay products from major rapid detection brands for veterinary drugs in China. The performance indicators including limit of detection, sensitivity, false positive rate, and false negative rate of the established method were investigated. The colloidal gold immunochromatographic assay products from other manufacturers in the market were used to verify the universality of the established method. [**Result**] The optimal extraction system was saturated sodium chloride solution-ethyl acetate. The preferred

基金项目:北京市科技计划项目(Z221100007122001);山东省市场监管科技计划项目(SDSJKJ202309)。

通信作者:王骏(1972—),男,学士,研究员,主要从事食品安全分析与风险预警研究。E-mail:sdzjywj@163.com

收稿日期:2024-05-28 **修回日期:**2024-09-19

purification method was n-hexane degreasing. Phosphate buffered saline (pH 7.2, 0.02 mol/L) containing 3% (volume fraction) methanol was selected as the solution for drug reconstitution. The limits of detection of the seven veterinary drugs in pork were determined as follows: 1.0 μg/kg for dexamethasone, 0.10 μg/kg for chloramphenicol, 50 μg/kg for thiamphenicol, 300 μg/kg for flurfenicol, 100 μg/kg for sulfamethazine, 0.50 μg/kg for metronidazole, and 100 μg/kg for tylosin. The sensitivity, false positive rate, and false negative rate of the established method was 96%, 6%, and 4%, respectively. [**Conclusion**] The detection results of this method were highly consistent with the reference methods. And this method can be used for colloidal gold immunochromatographic assay products for rapid detection from other manufacturers. This method, with high accuracy, rapid detection, simple operation, high efficiency, and a low cost, can meet the needs of on-site and large-scale screening of multiple veterinary drug residues in pork.

Keywords: pork; veterinary drug residues; pre-treatment method; simultaneous and rapid detection

猪肉作为人们日常生活中最主要的肉食来源，其食品安全问题备受社会关注。猪肉的食品安全问题主要是由于在生猪养殖环节用药不当引起的，如激素类、氯霉素类、磺胺类等兽药因价格低廉、效果好等优点而被广泛应用于生猪养殖，导致近几年不断出现猪肉中兽药残留超标的情况[1-3]。人体长期摄入含有兽药的食物，轻者可能导致免疫力下降、肠胃不适等，重者可能出现中毒等反应，甚至增加患癌风险[4-5]。为加强兽药的监管，国家市场监督管理总局、国家卫生健康委员会和农业农村部联合发布了 GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》[6]，明确规定了大部分兽药的使用范围和最大残留限量。为保障人们的食品安全，除了加强兽药的监管外，还需采用高效、准确、便捷的检测手段对猪肉中的残留兽药进行监测[7]。

目前，猪肉中兽药残留的检测方法主要为仪器分析法和免疫分析法[8]。仪器分析法灵敏度和准确度高[9-11]，但存在前处理烦琐、耗时长、需要专业人员操作等缺点，不适用于现场检测。免疫分析法[12]因其简便、快速的优势，现已普遍应用于样品的初筛和现场检测，其中以胶体金免疫层析快速检测产品的应用最为广泛。然而，市面上常见的兽药残留快速检测产品大多按兽药种类分别建立分析方法，前处理方式存在差异，同种基质中检测多个风险指标时，需要分别进行提取检测，导致分析时间长、分析成本高、监管不及时等[13-14]。

作者针对猪肉中多种兽药需进行分类提取检测的难点[15]，调研了国内规模较大的快速检测品牌的兽药残留胶体金免疫层析快速检测产品的前处理方法，以猪肉中风险较高的 7 种兽药（地塞米松[16]、氯霉素[17-18]、甲砜霉素[19]、氟苯尼考[20]、磺胺二甲嘧啶[21]、甲硝唑[22]、泰乐菌素[23]）为研究对象，优化前处理步骤，建立只需对猪肉进行一次前处理，就能同时检测多种兽药残留的快速检测方法，并考察所建方法的检出限、灵敏度、假阴性率和假阳性率等性能指标，用市场上其他厂家的快速检测产品进行验证测试，保证其实际应用性和通用性。该研究不仅可以为食品安全监管提供技术支持，同时也可为兽药残留快速检测产品的质量改进提供参考，为猪肉安全问题的快速发现和响应奠定基础，有利于提升猪肉中兽药残留的安全管控和风险评估能力[24-25]。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

猪肉样品：购自济南某大型超市，经液相色谱串联质谱法检测，均不含地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素；乙腈、乙酸乙酯、甲醇、正己烷、十二水合磷酸氢二钠、二水合磷酸二氢钠、氯化钠：国药集团化学试剂有限公司；盐酸：烟台远东精细化工有限公司；地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素的兽药标准品（纯度均≥99%）：曼哈格（上海）生物科技有限公司。

1.2 仪器与设备

电子天平：MS204TS/02 型，梅特勒-托利多仪

器（上海）有限公司；漩涡混合器：MS3型，德国IKA公司；电热恒温水浴锅：XMTD-7000型，北京市永光明医疗仪器有限公司；多管旋涡混合器：UMV-2型，常州杰博森仪器有限公司；离心机：Velocity18R Pro型，澳大利亚Dynamica公司；氮吹仪：N-EVAP型，美国Organomation公司；液相色谱-质谱联用仪：6470型，美国Agilent公司。

1.3 方法

本研究方法采用竞争抑制免疫层析原理，样品中残留的地塞米松等7种兽药经提取后与胶体金标记的特异性抗体结合，抑制抗体和试纸条中检测线（T线）上的抗原结合，从而导致T线颜色产生深浅不同的变化。通过比较T线与控制线（C线）颜色的深浅，对样品中残留的地塞米松等7种兽药进行定性。

1.3.1 样品前处理及测定

称取5.00 g猪肉样品于50 mL离心管中，加入3 mL饱和氯化钠溶液，再加入7 mL乙酸乙酯，涡旋混匀2 min，4 000 r/min离心5 min，取5 mL上清液于50~60 ℃氮气吹干，加入1 mL正己烷，涡旋混匀10 s，再加入600 μL复溶液（含体积分数3%甲醇的0.02 mol/L PBS，pH 7.2），涡旋混匀20 s，静置2 min，待溶液分层后，下层液体即为样品液。

根据不同兽药试纸条抗体的灵敏度将前处理得到的样品液进行稀释（因不同厂家的试纸条有差异，此处稀释倍数不作限定），得到待检样液。按照试纸条说明书对待检样液进行测定。

1.3.2 结果判定

T线颜色比C线颜色深或颜色相当，表明样品中待测物残留量低于检出限，判定为阴性；T线不显色或T线颜色比C线颜色浅，表明样品中待测物残留量高于检出限，判定为阳性；C线不显色，表明操作不当或试纸条无效。

1.3.3 检出限的确定

由于本研究方法为定性检测，依据《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1号）[26]，对于禁用或不得检出的兽药，其检出限设置为与参比方法的检出限（无定量限要求的前提下）一致；对于存在国家标准限值规定的兽药，其检出限设置为与国家标准的限值一致。中华人民共和国农业农村部公告第250号[27]的附件《食品动物中禁止使用的药品及其他化合物清单》中规定，氯霉素为禁用兽药，其参比方法为GB/T 20756—2006《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》[28]，方法里规定猪肉中氯霉素的检出限为0.1 μg/kg（无定量限要求）；GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》[6]中规定，甲硝唑属于允许作治疗用但不得在动物性食品中检出的兽药，其参比方法为GB/T 21318—2007《动物源食品中硝基咪唑残留量检验方法》[29]，方法里规定猪肉中甲硝唑的检出限为0.5 μg/kg（无定量限要求）；GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》[6]中规定，猪肉中地塞米松、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、泰乐菌素最大残留限量分别为1、50、300、100、100 μg/kg。

因此，以猪肉为研究基质，确定本研究方法的检出限为：地塞米松1.0 μg/kg、氯霉素0.10 μg/kg、甲砜霉素50 μg/kg、氟苯尼考300 μg/kg、磺胺二甲嘧啶100 μg/kg、甲硝唑0.50 μg/kg、泰乐菌素100 μg/kg。

1.3.4 前处理条件的优化

1）提取溶剂的选择：考察甲醇、乙酸乙酯、乙腈分别与饱和氯化钠溶液组成的提取体系对猪肉中地塞米松等兽药的提取效果。鉴于氯霉素、甲砜霉素和氟苯尼考均属于氯霉素类兽药，选取甲砜霉素作为这3种兽药的代表进行提取溶剂的优化[30]。将空白猪肉样品（不含待测兽药的猪肉样品）分别制成含质量分数为10倍检出限的地塞米松、甲砜霉素、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素等不同兽药的样品，按照1.3.1小节的样品前处理方法对样品进行提取（提取溶剂分别为甲醇、乙酸乙酯、乙腈）、氮吹以及正己烷复溶，再加入600 μL甲醇-水溶液（体积比2∶8）萃取待测组分，混匀后静置，过0.22 μm的滤膜后得到待测液，用LC-MS/MS进行测定，以加标回收率为评价依据，选择最佳提取溶剂。

2）提取溶剂体积的优化：以地塞米松为代表，考察提取溶剂体积分别为5、7、9、11 mL时待测兽药的提取效果。将空白猪肉样品配制成含质量分数为10倍检出限的地塞米松的样品，按

照 1.3.1 小节的样品前处理方法对样品进行提取、氮吹以及正己烷复溶，再加入 600 μL 甲醇-水溶液（体积比 2∶8）萃取待测组分，混匀后静置，过 0.22 μm 的滤膜后得到待测液，用 LC-MS/MS 进行测定，以加标回收率为评价依据，选择最佳提取溶剂体积。

3）饱和氯化钠溶液对兽药提取效果的影响：以地塞米松为代表，考察有无饱和氯化钠溶液对待测兽药提取效果的影响，将空白猪肉样品配制成含质量分数为 10 倍检出限的地塞米松的样品，按照 1.3.1 中的前处理方法对样品进行提取（提取时选择加饱和氯化钠或不加饱和氯化钠）、氮吹以及正己烷复溶，再加入 600 μL 甲醇-水溶液（体积比 2∶8）萃取待测组分，混匀后静置，过 0.22 μm 的滤膜后得到待测液，用 LC-MS/MS 进行测定，以加标回收率为评价依据，选择是否添加饱和氯化钠溶液。

4）离心时间的优化：按照 1.3.1 中的前处理方法对样品进行提取后，考察在 4 000 r/min 条件下分别离心 3、5、7 min 后上清液的体积和澄清度，选择最佳离心时间。

5）净化方式的确定：采用空白猪肉样品加标的方式，考察在复溶过程中是否添加正己烷进行净化处理对检测结果的影响。按照 1.3.1 中的步骤，试样经提取、氮吹后，对比加正己烷和不加正己烷对复溶液状态和试纸条显色结果的影响。

6）复溶液中 PBS 浓度的优化：采用空白猪肉样品加标的方式，考察复溶液中 PBS 浓度对检测结果的影响。按照 1.3.1 中的前处理方法对样品进行提取、氮吹以及正己烷净化，分别用浓度为 0.01、0.02 、0.04 mol/L 的 PBS（pH 为 7.2，含体积分数 3% 甲醇）进行复溶，观察试纸条显色结果，选择 PBS 的最佳浓度。

7）复溶液 pH 的优化：采用空白猪肉样品加标的方式，考察复溶液 pH 对复溶效果的影响。按照 1.3.1 中的前处理方法对样品进行提取、氮吹以及正己烷净化，分别用 pH 为 7.2、8.0、9.0 的 0.02 mol/L PBS（含体积分数 3% 甲醇）进行复溶，观察试纸条显色结果，选择最佳 pH。

8）复溶液中甲醇体积分数的优化：由于本方法中所用复溶液为 PBS，但兽药基本都微溶或难溶于水，适量的有机溶剂能提高兽药的溶解度，因此选择在复溶液中添加有机溶剂的方式来增大兽药的溶解度。鉴于乙酸乙酯微溶于水，甲醇能与水互溶，因此，为保证兽药的提取效果，选取甲醇添加到复溶液中。采用空白猪肉样品加标的方式，考察复溶液中甲醇体积分数对复溶效果的影响。按照 1.3.1 中的前处理方法对样品进行提取、氮吹以及正己烷净化，用含体积分数分别为 1%、3%、6%、9% 甲醇的 0.02 mol/L PBS（pH 7.2）进行复溶，观察试纸条显色结果，选择最佳甲醇体积分数。

1.3.5 *方法学评价*

1）检出限测试：采用空白猪肉样品加标的方式，制成含质量分数分别为检出限 0.5 倍或 1.0 倍的地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素的模拟样品进行测试，观察试纸条的显色效果。

2）灵敏度、假阳性率和假阴性率测定：依据《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1 号）[26]，采用空白猪肉样品加标的方式，制成分别含地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素的不同模拟样本，每种兽药各制成 50 个阳性模拟样本和 100 个阴性模拟样本，参照本研究中所建立的前处理方法，进行灵敏度、假阳性率和假阴性率测试。灵敏度、假阳性率和假阴性率分别按照式（1）~（3）进行计算。

$$p=\frac{N_0}{N_2}\times 100\% \quad (1)$$

p——灵敏度，%；

N_0——检出阳性结果的阳性样品数，个；

N_2——阳性样品总数，个。

$$f=\frac{N_1}{N_2}\times 100\% \quad (2)$$

f——假阴性率，%；

N_1——检出阴性结果的阳性样品数，个；

N_2——阳性样品总数，个。

$$m=\frac{N_3}{N_4}\times 100\% \quad (3)$$

m——假阳性率，%；

N_3——检出阳性结果的阴性样品数，个；

N_4——阴性样品总数，个。

3）与参比方法检测结果的比较：分别取含地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素的猪肉样本各20个，分别用本研究中建立的前处理方法和相应兽药的参比方法（见表1）进行检测，对2种方法的检测结果进行比较。

表1　检测不同兽药残留的参比方法

Table 1　Reference methods for detecting different veterinary drug residues

兽药	参比方法
地塞米松	农业部1031号公告—2—2008《动物源性食品中糖皮质激素类药物多残留检测 液相色谱-串联质谱法》[31]
氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考	GB/T 20756—2006《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》[28]
磺胺二甲嘧啶	GB 31658.17—2021《食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》[32]
甲硝唑	GB/T 21318—2007《动物源食品中硝基咪唑残留量检验方法》[29]
泰乐菌素	GB/T 20762—2006《畜禽肉中林可霉素、竹桃霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、克林霉素、螺旋霉素、吉它霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》[33]

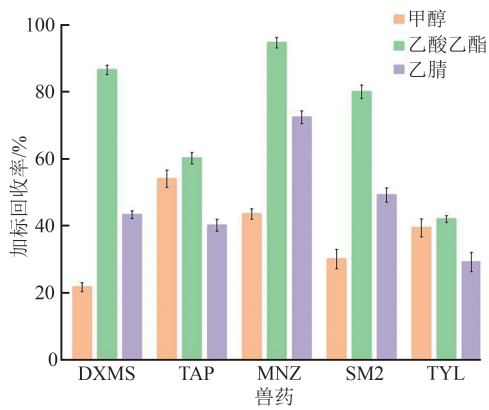
4）方法通用性验证：以地塞米松为代表，随机选取市面上其他2个厂家（厂家A、厂家B）的胶体金免疫层析产品验证该样品前处理方法的通用性，采用空白猪肉样品加标的方式，制成含质量分数为检出限0.5倍和1.0倍的地塞米松的模拟样品进行测试，观察试纸条的显色结果。

2　结果与讨论

2.1　前处理条件优化结果

2.1.1　提取溶剂的选择

因为同时提取的兽药种类和极性各不相同，所以如何提取样品中微量的兽药是前处理过程中首要解决的问题。采用空白猪肉加标的方式，考察常用的提取溶剂（甲醇、乙酸乙酯、乙腈）分别与饱和氯化钠溶液组成的提取体系对猪肉中地塞米松、甲砜霉素、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素的提取效果，加标回收率结果见图1。试验过程中发现，猪肉样品经甲醇提取后，样液浑浊，杂质较多，且其为水溶性溶剂，无法与水相分离，不利于后期氮吹净化，对后续检测有影响；相比于甲醇，用乙腈与乙酸乙酯提取后的溶液更为清澈，且在饱和氯化钠溶液的作用下更易与水分离。综合5种兽药的加标回收率结果分析，乙酸乙酯作为提取溶剂所得到的加标回收率整体比乙腈的效果好。因此，选择乙酸乙酯为最优提取溶剂。



DXMS—地塞米松；TAP—甲砜霉素；MNZ—甲硝唑；SM2—磺胺二甲嘧啶；TYL—泰乐菌素。

图1　不同提取溶剂对兽药提取效果的影响

Fig. 1　Effects of different solvents on the extraction of veterinary drugs

2.1.2　提取溶剂体积的优化

以地塞米松为代表，以加标回收率为评价依据，考察提取溶剂体积的影响。由图2可知，随着提取溶剂体积的增大，加标回收率先增大后趋于平稳，当提取溶剂体积为7、9、11 mL时加标回收率相差不大，提取效率较为稳定，由于提取溶剂的体积越小，移取相同体积上清液进行氮吹后，目标物的含量越大，越能满足试纸条对微量物质的检测要求。因此为保证提取效率，满足不同兽药试纸条检出限的检测要求，以及考虑成本和环保方面，选择乙酸乙酯的最佳提取体积为7 mL。

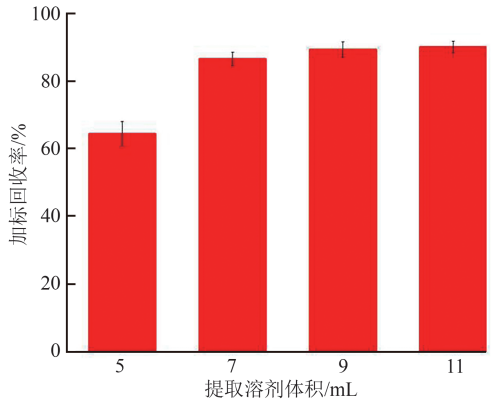


图 2　不同提取溶剂的体积对兽药提取效果的影响

Fig. 2　Effects of different solvent volumes on the extraction of veterinary drugs

2.1.3　饱和氯化钠溶液对兽药提取效果的影响

饱和氯化钠溶液会加大水相和有机相的极性差别，主要是通过改变水相的密度，使水相和有机相更易分层，以便待测组分的萃取和脱水。以地塞米松为代表，以加标回收率为评价依据，考察有无饱和氯化钠溶液对提取效果的影响，结果如图 3 所示。在样品提取过程中加入饱和氯化钠溶液，有利于待测组分的萃取，样品加标回收率较高，因此选择在样品前处理过程中加入一定量的饱和氯化钠溶液。

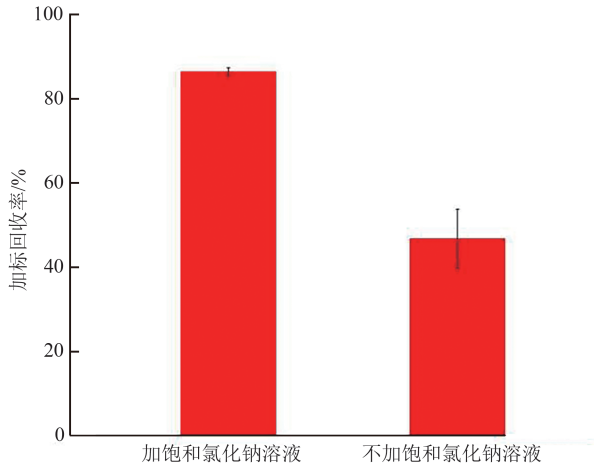


图 3　饱和氯化钠溶液对兽药提取效果的影响

Fig. 3　Effect of saturated sodium chloride solution on the extraction of veterinary drugs

2.1.4　离心时间的优化

在离心过程中，离心时间在一定程度上决定了上清液的体积和澄清度。4 000 r/min 条件下，离心时间对样液澄清度的影响见图 4。结果表明，离心时间为 3 min 时，吸取 5 mL 上清液氮吹，容易吸取到下层残渣，会影响后续测定；离心时间为 5 min 和 7 min 时，较易吸取出 5 mL 澄清的上清液用于后续操作。为了提高样本前处理的效率，最终选择离心时间为 5 min。

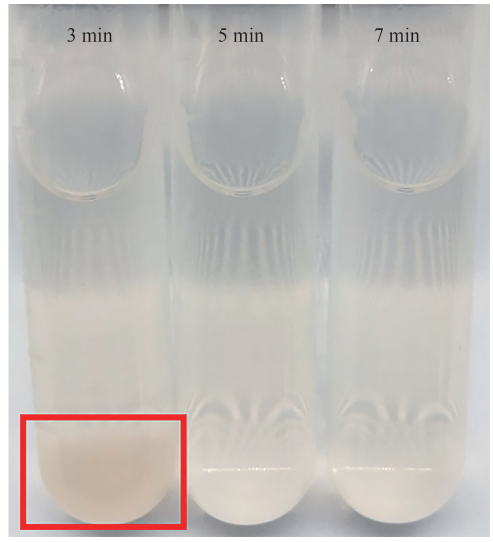


图 4　不同离心时间的上清液状态

Fig. 4　Supernatant state after centrifugation for different time periods

2.1.5　净化方式的确定

猪肉基质复杂，尤其是脂肪等共提物会对免疫层析过程中抗原抗体的结合和胶体金显色产生干扰，影响试纸条检测结果的准确性，因此对比是否加入正己烷对样液澄清度和检测结果的影响。如图 5 所示，当对氮吹后的残留物进行复溶时，加正己烷的复溶液分层明显，易移取；不加正己烷的复溶液浑浊，不易移取。正己烷对试纸条检测结果的影响见图 6：当兽药质量分数为检出限 0.5 倍时，检测结果均为阴性，当兽药质量分数为检出限 1.0 倍时，检测结果均为阳性，表明加

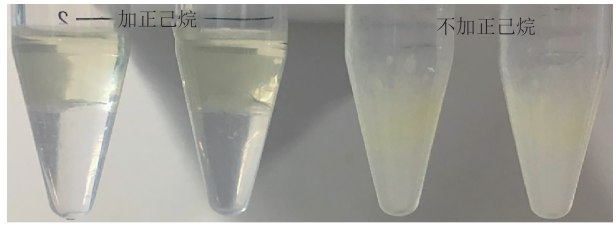
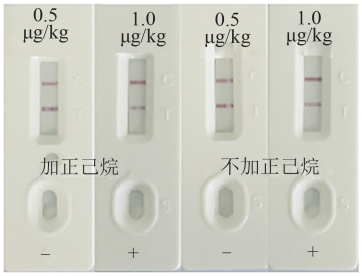
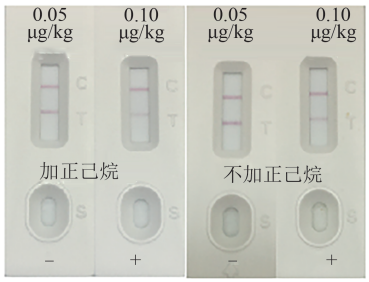


图 5　正己烷对样品液澄清度的影响

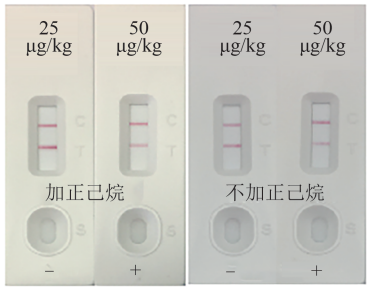
Fig. 5　Effect of n-hexane on the clarity of the sample solution



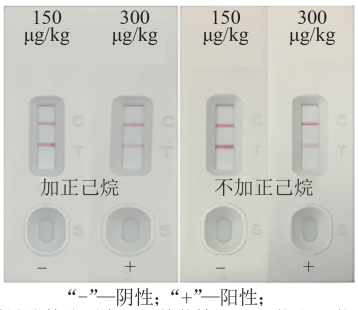
“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(a) 地塞米松



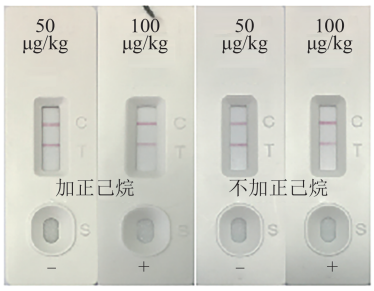
“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(b) 氯霉素



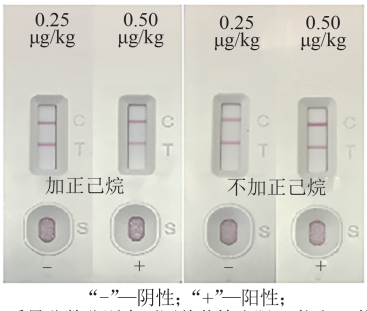
“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(c) 甲砜霉素



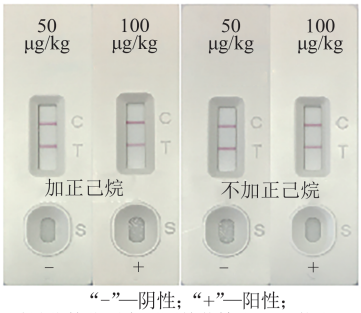
“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(d) 氟苯尼考



“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(e) 磺胺二甲嘧啶



“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(f) 甲硝唑



“－”—阴性；“＋”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(g) 泰乐菌素

图6　正己烷对试纸条检测结果的影响

Fig. 6　Effects of n-hexane on the detection results of test strips

入正己烷对试纸条检测没有影响，且经净化后的样液测定时试纸条显色更清晰，有利于观察检测结果。因此，为方便移取复溶液，保证检测结果的重复性，选择在复溶过程中添加正己烷进行净化。

2.1.6　复溶液中PBS浓度的优化

采用空白猪肉样品加标的方式，选取含质量分数为检出限0.5倍和1.0倍的7种兽药的模拟样本进行测试，观察试纸条显色结果，选择最佳PBS浓度，结果见表2。当PBS浓度为0.01 mol/L时，含质量分数为检出限0.5倍的地塞米松、磺胺二甲嘧啶的模拟样本的检测结果为阴性，含质量分数为检出限0.5倍的氯霉素、甲硝唑、泰乐菌素的模拟样本的检测结果平行性不一致，含质量分数为检出限0.5倍的甲砜霉素、氟苯尼考的模拟样本的检测结果为极弱阳性，含质量分数为检出限1.0倍的7种兽药的模拟样本的检测结果均为阳性；当PBS浓度为0.02 mol/L时，含质量分数为检出限0.5倍的7种兽药的检测结果均为阴性，当质量分数为检出限1.0倍时，检测结果均为阳性；当PBS浓度为0.04 mol/L时，含质量分数为检出限0.5倍的7种兽药的模拟样本的检测结果为阴性，含质量分数为检出限1.0倍的地塞米松、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶的模拟样本的

表 2 PBS 浓度对试纸条检测结果的影响

Table 2 Effects of PBS concentration on the detection results of test strips

PBS 浓度/（mol/L）	兽药质量分数与检出限之间的倍数关系	地塞米松	氯霉素	甲砜霉素	氟苯尼考	磺胺二甲嘧啶	甲硝唑	泰乐菌素
0.01	0.5 倍	−	(−)+	+(−−)	+(−−)	−	(−)+	(−)+
	1.0 倍	+	+	+	+	+	+	+
0.02	0.5 倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0 倍	+	+	+	+	+	+	+
0.04	0.5 倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0 倍	+(−)	+(−−)	+(−)	+(−)	+(−)	−	−

注：“+”代表阳性；“−”代表阴性；“+(−)”代表弱阳性；“+(−−)”代表极弱阳性；“(−)+”代表结果平行性不一致。

检测结果为弱阳性，含质量分数为检出限 1.0 倍的氯霉素的模拟样本的检测结果为极弱阳性，含质量分数为检出限 1.0 倍的甲硝唑、泰乐菌素的模拟样本的检测结果均为阴性。按照《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1 号）[26]的要求，当质量分数为检出限 0.5 倍时的检测结果应为阴性，当质量分数为检出限 1.0 倍的检测结果应为阳性。当 PBS 浓度为 0.02 mol/L 时，含 7 种兽药的模拟样本的试纸条显色结果均符合要求，因此选择 PBS 浓度为 0.02 mol/L。

2.1.7 复溶液 pH 的优化

采用空白猪肉样品加标的方式，选取含质量分数为检出限 0.5 倍和 1.0 倍的 7 种兽药的模拟样本进行测试，观察试纸条显色结果，选择最佳 pH。由表 3 可知，经 pH 7.2 的 PBS 复溶后，含质量分数为检出限 0.5 倍的 7 种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，而质量分数为检出限 1.0 倍的样本检测结果均为阳性；经 pH 8.0 的 PBS 复溶后，含质量分数为检出限 0.5 倍的 7 种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，而当兽药质量分数为检出限 1.0 倍时，含氯霉素的模拟样本的检测结果为极弱阳性，含甲硝唑、泰乐菌素的模拟样本的检测结果为弱阳性，含其余兽药的模拟样本的检测结果为阳性；经 pH 9.0 的 PBS 复溶后，含质量分数为检出限 0.5 倍的 7 种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，当兽药质量分数为检出限 1.0 倍时，含氯霉素的模拟样本的检测结果为阴性，而含其余兽药的模拟样本的检测结果为极弱阳性。按照《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1 号）[26]的要求，当质量分数为检出限 0.5 倍时，检测结果应为阴性，当质量分数为检出限 1.0 倍时，检测结果应为阳性。当 PBS 的 pH 为 7.2 时，含 7 种兽药的模拟样本的试纸条显色结果均符合要求，因此选择 PBS 的 pH 为 7.2。

表 3 pH 对试纸条检测结果的影响

Table 3 Effects of pH on the detection results of test strips

pH	兽药质量分数与检出限之间的倍数关系	地塞米松	氯霉素	甲砜霉素	氟苯尼考	磺胺二甲嘧啶	甲硝唑	泰乐菌素
7.2	0.5 倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0 倍	+	+	+	+	+	+	+
8.0	0.5 倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0 倍	+	+(−−)	+	+	+	+(−)	+(−)
9.0	0.5 倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0 倍	+(−−)	−	+(−−)	+(−−)	+(−−)	+(−−)	+(−−)

注：“+”代表阳性；“−”代表阴性；“+(−)”代表弱阳性；“+(−−)”代表极弱阳性。

2.1.8　复溶液中甲醇体积分数的优化

PBS中加入一定量的甲醇有助于提高待测组分的溶解度，考察复溶液中甲醇体积分数对检测结果的影响。由表4可知，经含体积分数1%甲醇的PBS复溶后，含质量分数为检出限0.5倍的7种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，当兽药质量分数为检出限1.0倍时，含氯霉素、甲硝唑、泰乐菌素的模拟样本的检测结果平行性不一致，含地塞米松的模拟样本的检测结果为弱阳性，含其余兽药的模拟样本的检测结果为阳性；经含体积分数3%甲醇的PBS复溶后，含质量分数为检出限0.5倍的7种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，而质量分数为检出限1.0倍时，检测结果均为阳性；经含体积分数6%甲醇的PBS复溶后，含质量分数为检出限0.5倍的7种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，当兽药质量分数为检出限1.0倍时，含地塞米松、甲硝唑的模拟样本的检测结果为极弱阳性，含氯霉素、泰乐菌素的模拟样本的检测结果为阴性，含甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶的模拟样本的检测结果为弱阳性；经含体积分数9%甲醇的PBS复溶后，含体积分数为检出限0.5倍的7种兽药的模拟样本的检测结果均为阴性，当兽药质量分数为检出限1.0倍时，含地塞米松、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶的模拟样本的检测结果为极弱阳性，含其余兽药的模拟样本的检测结果为阴性。按照《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1号）[26]的要求，当质量分数为检出限0.5倍时，检测结果应为阴性，当质量分数为检出限1.0倍时，检测结果应为阳性。当甲醇体积分数为3%时，含7种兽药模拟样本的试纸条显色结果均符合要求，因此选择复溶液中甲醇体积分数为3%。

表4　甲醇体积分数对试纸条检测结果的影响

Table 4　Effects of methanol volume fraction on the detection results of test strips

甲醇体积分数/%	兽药质量分数与检出限之间的倍数关系	地塞米松	氯霉素	甲砜霉素	氟苯尼考	磺胺二甲嘧啶	甲硝唑	泰乐菌素
1	0.5倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0倍	+(−)	(−)+	+	+	+	(−)+	(−)+
3	0.5倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0倍	+	+	+	+	+	+	+
6	0.5倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0倍	+(−−)	−	+(−)	+(−)	+(−)	+(−−)	−
9	0.5倍	−	−	−	−	−	−	−
	1.0倍	+(−−)	−	+(−−)	+(−−)	+(−−)	−	−

注："+"代表阳性；"−"代表阴性；"+(−)"代表弱阳性；"+(−−)"代表极弱阳性；"(−)+"代表结果平行性不一致。

2.2　方法学评价

2.2.1　检出限测试

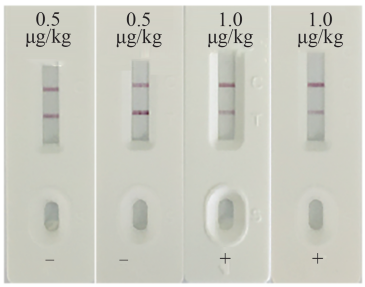
试纸条检出限的测定结果见图7。当地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素质量分数分别为0.5、0.05、25、150、50、0.25、50 μg/kg（即各兽药质量分数为检出限0.5倍）时，试纸条测定结果为阴性；当质量分数分别为1.0、0.10、50、300、100、0.50、100 μg/kg（即各兽药质量分数为检出限1.0倍）时，试纸条测定结果为阳性，满足《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1号）[26]的要求。

2.2.2　灵敏度、假阳性率和假阴性率测定

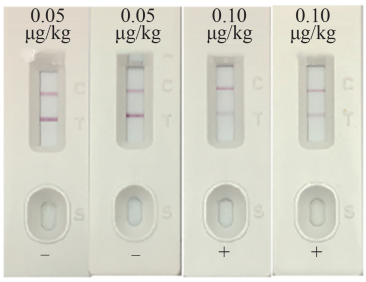
统计每种兽药的50个阳性样本和100个阴性样本的灵敏度、假阳性率和假阴性率测定结果。由表5可知，总计350份阳性样本中检出14个阴性结果，700份阴性样本中检出42个阳性结果，因此依据公式（1）~（3）计算得出方法的灵敏度为96%，假阴性率为4%，假阳性率为6%，本研究中建立的快速检测方法能满足基层监管的要求，适于推广使用。

2.2.3　与参比方法检测结果的比较

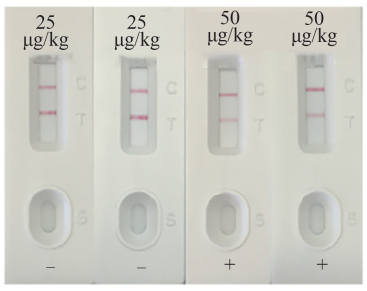
对含不同兽药的20个猪肉样本分别采用本研究中建立的快速检测前处理方法和相应兽药的参



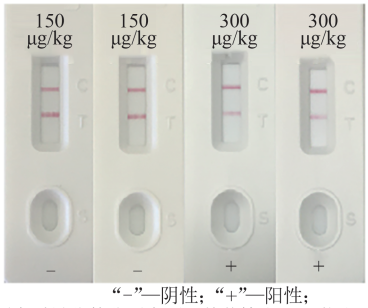
“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(a) 地塞米松



“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(b) 氯霉素



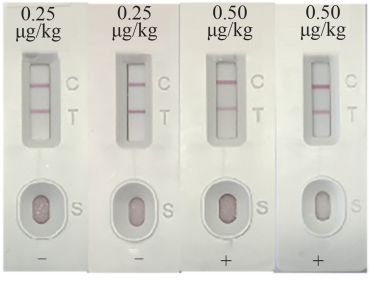
“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(c) 甲砜霉素



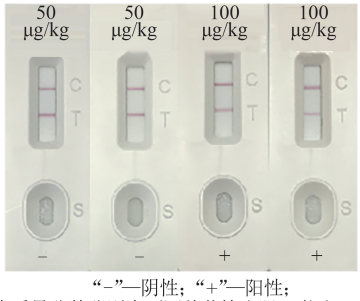
“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(d) 氟苯尼考



“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(d) 磺胺二甲嘧啶



“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(f) 甲硝唑



“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(g) 泰乐菌素

图 7　不同兽药试纸条的检出限检测结果

Fig. 7　Limits of detection of test strips for different veterinary drugs

表 5　方法性能指标的测试结果

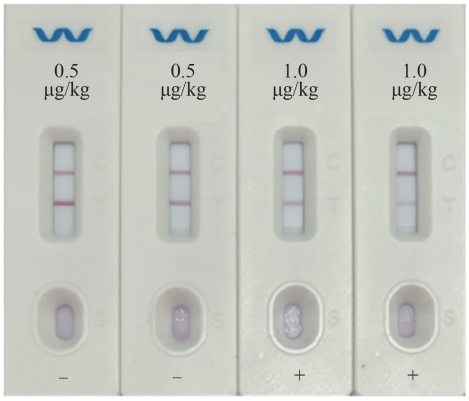
Table 5　Performance indexes of the established method

兽药	50 个阳性样本中检出的阴性结果数量/个	100 个阴性样本中检出的阳性结果数量/个
地塞米松	0	7
氯霉素	0	19
甲砜霉素	0	4
氟苯尼考	0	3
磺胺二甲嘧啶	0	6
甲硝唑	10	1
泰乐菌素	4	2

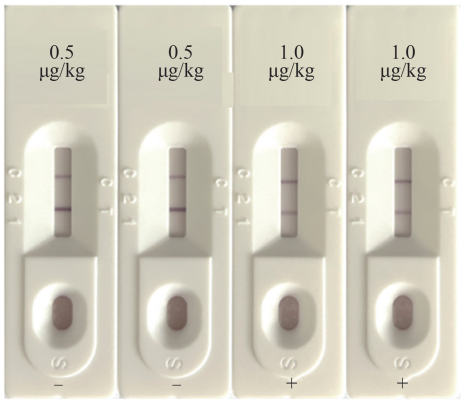
比方法进行检测，对其检测结果进行统计分析得出：地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素的 2 种方法检测结果间的符合率分别为 95%、85%、100%、100%、95%、90%、95%，说明本研究的方法与相应兽药参比方法的检测结果符合率较高。

2.2.4　方法通用性验证

由图 8 可知，当猪肉中地塞米松质量分数为检出限 0.5 倍时，2 个厂家的试纸条检测结果均为阴性，当猪肉中地塞米松质量分数为检出限 1.0 倍时，2 个厂家的试纸条检测结果均为阳性，符合《市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见》（国市监食检规〔2023〕1 号）[26]的要求，表明该前处理方法适用于厂家 A 和厂家 B 的地塞米松胶体金免疫层析快速检测产品，具有通用性，可推广用于其他厂家相应兽药的胶体金免疫层析快速检测产品。



“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(a) 厂家A



“–”—阴性；“+”—阳性；
图中质量分数分别为不同兽药检出限0.5倍和1.0倍。
(b) 厂家B

图8　其他厂家地塞米松的胶体金免疫层析快速检测产品的验证结果

Fig. 8　Verification results of dexamethasone test strips from other manufacturers

3　结论

作者基于市场占有率较高的相关兽药胶体金免疫层析快速检测产品，以猪肉中地塞米松、氯霉素、甲砜霉素、氟苯尼考、磺胺二甲嘧啶、甲硝唑、泰乐菌素共7种兽药为研究对象，进行了前处理方法优化和性能指标考察，建立了一种只需对猪肉进行一次前处理，就能同时检测多种兽药残留的快速检测前处理方法，得到的最优前处理条件为：提取体系为饱和氯化钠溶液-乙酸乙酯，能大幅度提高兽药的提取效率；净化方式为正己烷除脂，提高了样品液的澄清度，降低了脂肪等杂质对检测结果的影响，提高了方法的稳定性；复溶液为含体积分数3%甲醇的0.02 mol/L的PBS（pH 7.2），增大了复溶液对待测兽药的溶解度，提高了检测结果的准确性和重复性。经验证，该方法的检出限为：地塞米松1.0 μg/kg、氯霉素为0.10 μg/kg、甲砜霉素为50 μg/kg、氟苯尼考为300 μg/kg、磺胺二甲嘧啶为100 μg/kg、甲硝唑为0.50 μg/kg、泰乐菌素为100 μg/kg；该方法的灵敏度为96%、假阳性率为6%、假阴性率为4%。该方法与相应兽药参比方法的检测结果符合率较高，且能应用于其他厂家的胶体金免疫层析快速检测产品。结果表明，作者建立的样品前处理方法操作简单，降低了检测时间，可同时提取猪肉样品中的7种兽药，提高了检测效率，且成本较低，适于推广使用。

参考文献

[1] 吴彦蕾，苏敏，周纯洁，等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时检测猪肉中76种兽药及其代谢物[J]. 食品工业科技，2023，44（20）：311-321.
WU Y L，SU M，ZHOU C J，et al. Simultaneous determination of 76 veterinary drugs and their metabolites in pork by QuEChERS-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry，2023，44（20）：311-321.（in Chinese）

[2] 王俊菊，阎芳. 猪肉中兽药残留检测技术与防控措施[J]. 今日畜牧兽医，2023，39（10）：11-13.
WANG J J，YAN F. Detection technology and prevention measures for veterinary drug residues in pork[J]. Today Animal Husbandry and Veterinary Medicine，2023，39（10）：11-13.（in Chinese）

[3] 孙姣姣. 我国猪肉质量安全的现状、问题及对策研究[D]. 淄博：山东理工大学，2022.

[4] OUYANG Y Z，WU H L，FANG H，et al. Rapid and simultaneous determination of three fluoroquinolones in animal-derived foods using excitation-emission matrix fluorescence coupled with second-order calibration method[J]. Spectrochimica Acta Part A：Molecular and Biomolecular Spectroscopy，2020，224：117458.

[5] 陈一资，胡滨. 动物性食品中兽药残留的危害及其原因分析[J]. 食品与生物技术学报，2009，28（2）：162-166.
CHEN Y Z，HU B. Reasons & harm of animal medicine remainderr to animal material food[J]. Journal of Food Science and Biotechnology，2009，28（2）：162-166.（in Chinese）

[6] 陈岩，刘雯雯，耿安静，等. 基于兽药残留限量的GB

31650与CAC标准异同分析[J]. 现代食品科技,2022,38(5):270-277,164.
CHEN Y, LIU W W, GENG A J, et al. Analysis of similarities and differences between GB 31650 and CAC standards based on veterinary drug residue limits[J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(5): 270-277, 164.(in Chinese)

[7] YANG Y F, ZHANG H, ZHOU G Y, et al. Risk assessment of veterinary drug residues in pork on the market in the people's republic of China[J]. Journal of Food Protection, 2022, 85(5): 815-827.

[8] 王超众,刘信奎,张连成,等. 动物源性食品中65种兽药残留的快速检测方法[J]. 食品与生物技术学报,2020,39(4):102-111.
WANG C Z, LIU X K, ZHANG L C, et al. Rapid detection of 65 veterinary drug residues in animal origin foods[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2020, 39(4): 102-111.(in Chinese)

[9] 杨兆甜,吴亚婕,王莹,等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测猪肉中多兽药残留[J]. 食品与生物技术学报,2020,39(7):44-50.
YANG Z T, WU Y J, WANG Y, et al. Determination of veterinary drugs in porcine muscle by UPLC-MS/MS method[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2020, 39(7): 44-50.(in Chinese)

[10] 马俊美,孙磊,曹梅荣,等. 超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱法测定猪肉中9种大环内酯类抗生素[J]. 食品科学,2020,41(4):273-279.
MA J M, SUN L, CAO M R, et al. Determination of nine macrolide antibiotics in pork samples by ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole/orbitrap high resolution mass spectrometry[J]. Food Science, 2020, 41(4): 273-279.(in Chinese)

[11] STOJAN G, KVIT A, CURRIERO F C, et al. A spatiotemporal analysis of organ-specific lupus flares in relation to atmospheric variables and fine particulate matter pollution[J]. Arthritis & Rheumatology, 2020, 72(7): 1134-1142.

[12] 顾晔,张爽,王成军,等. 基于免疫原理的7种磺胺类兽药残留快速检测试剂结果准确性评估[J]. 食品安全质量检测学报,2022,13(3):992-1000.
GU Y, ZHANG S, WANG C J, et al. Accuracy evaluation of rapid detection kits for 7 kinds of sulfonamides veterinary drug residues based on immune principle[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2022, 13(3): 992-1000.(in Chinese)

[13] 郭添荣,柯欢,吴文林,等. 动物源食品中兽药残留检测方法的影响因素分析[J]. 农产品加工,2020(8):63-68.
GUO T R, KE H, WU W L, et al. Analysis of influencing factors of veterinary drug residue detection technology in foods of animal origin[J]. Farm Products Processing, 2020(8): 63-68.(in Chinese)

[14] 张威,郭丹,陈博豪,等. 食品快速检测相关标准法规研究进展[J]. 食品安全质量检测学报,2021,12(10):4236-4243.
ZHANG W, GUO D, CHEN B H, et al. Research progress on relevant standards and regulations of food rapid test[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2021, 12(10): 4236-4243.(in Chinese)

[15] 郭海涵. 冷鲜肉中兽药多残留分析的研究[D]. 泰安:山东农业大学,2019.

[16] 左晓磊,韩爱云,王冰. 猪肉中地塞米松兽药残留及摄入量风险评估[J]. 农产品质量与安全,2019(4):60-64.
ZUO X L, HAN A Y, WANG B. Residue of dexamethasone in pork and risk assessment of its intake[J]. Quality and Safety of Agro-Products, 2019(4): 60-64.(in Chinese)

[17] WANG X, LU Z S, SUN W, et al. High-performance colorimetric immunoassay for determination of chloramphenicol using metal-organic framework-based hybrid composites with increased peroxidase activity[J]. Microchimica Acta, 2022, 189(12): 484.

[18] WEI L Y, JIAO F, WANG Z L, et al. Enzyme-modulated photothermal immunoassay of chloramphenicol residues in milk and egg using a self-calibrated thermal imager[J]. Food Chemistry, 2022, 392: 133232.

[19] GUO H, LI Z, XIANG L R, et al. Efficient removal of antibiotic thiamphenicol by pulsed discharge plasma coupled with complex catalysis using graphene-WO_3-Fe_3O_4 nanocomposites [J]. Journal of Hazardous Materials, 2021, 403: 123673.

[20] ZENG X, LIU H L, WU K, et al. Ultra-sensitive detection of florfenicol by flow injection chemiluminescence immunoassay based on nickel/cobalt bimetallic metal-organic framework nanozymes[J]. Analyst, 2022, 147(7): 1321-1328.

[21] WANG S H, WANG Z L, ZHANG L, et al. Adsorption and convenient ELISA detection of sulfamethazine in milk based on MOFs pretreatment[J]. Food Chemistry, 2022, 374: 131712.

[22] WEI H, CAI R F, YUE H, et al. Screening and application of a truncated aptamer for high-sensitive fluorescent detection of metronidazole [J]. Analytica Chimica Acta, 2020, 1128: 203-210.

[23] WANG Y, YANG J Y, HE Y, et al. Development of time-

resolved fluorescence immunochromatographic assays for simultaneously detecting tylosin and tilmicosin in milk in group-screening manner[J]. Foods，2021，10(8)：1838.

[24] 宋敏，严娅，韩璠烜，等. 食品安全快速检测现状分析与建议[J]. 现代食品，2022，28(1)：128-130.
SONG M，YAN Y，HAN J X，et al. Current situation analysis and suggestion of food safety rapid detection[J]. Modern Food，2022，28(1)：128-130.(in Chinese)

[25] 王忠兴，郭玲玲，匡华. 食品安全免疫层析检测技术研发及应用进展[J]. 生物产业技术，2019(4)：75-81.
WANG Z X，GUO L L，KUANG H. Development and application of immunochromatographic biotechnology in food safety detection[J]. Biotechnology & Business，2019(4)：75-81.(in Chinese)

[26] 国家市场监督管理总局. 市场监管总局关于规范食品快速检测使用的意见：国市监食检规〔2023〕1号[EB/OL].(2023-01-30)[2024-3-31]. https://zycpzs.mofcom.gov.cn/html/gjscjdglzj/2023/1/1675064247895.html.

[27] 农业农村部. 中华人民共和国农业农村部公告 第250号[EB/OL].(2019-12-27)[2024-3-31]. http://www.aqsc.agri.cn/trpgl/zcgd/202004/t20200413_350007.html.

[28] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局，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，2007.

[29] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局，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，2008.

[30] 王东鹏，叶诚，李小莎. Captiva EMR-Lipid固相萃取结合高效液相色谱-串联质谱法同时测定猪肉中氯霉素类药物残留量[J]. 食品安全质量检测学报，2021，12(19)：7660-7666.
WANG D P，YE C，LI X S. Simultaneous determination of chloramphenicol drugs residues in pork by Captiva EMR-Lipid solid phase extraction combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety and Quality，2021，12(19)：7660-7666.(in Chinese)

[31] 中华人民共和国农业部. 动物源性食品中糖皮质激素类药物多残留检测 液相色谱-串联质谱法：农业部1031号公告—2—2008[S]. 北京：中国标准出版社，2008.

[32] 中华人民共和国农业农村部，中华人民共和国国家卫生健康委员会，国家市场监督管理总局. 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法：GB 31658.17—2021[S]. 北京：中国标准出版社，2022.

[33] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局，中国国家标准化管理委员会. 畜禽肉中林可霉素、竹桃霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、克林霉素、螺旋霉素、吉它霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法：GB/T 20762—2006[S]. 北京：中国标准出版社，2007.

（责任编辑：闫林红）