

QuEChERS-UPLC-MS/MS 法同时测定青虾中 27 种兽药残留

李文杰, 倪建秀, 丁春晖, 陈涛, 陈桂芳* (南京市农产品质量检测院, 江苏南京 210036)

摘要 [目的]建立超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)同位素内标法同时测定青虾中磺胺类、氟喹诺酮类、四环素类、酰胺醇类 4 大类 27 种兽药残留量的检测方法。[方法]青虾样品经 86% (V/V) 酸化乙腈(3% 甲酸)-水溶液(含 0.1 mol/L EDTA)提取后,提取液经分散固相萃取法净化,以 UPLC-MS/MS 测定,内标法定量。[结果]27 种兽药在各自线性范围内呈良好的线性关系($R^2 \geq 0.99$),磺胺类、氟喹诺酮类、酰胺醇类、四环素类的定量限分别为 2.0、2.0、1.0、50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率在 70.1%~110.0%,相对标准偏差(RSD)在 0.2%~9.8%。[结论]该方法前处理简单、准确、对环境友好,适用于青虾中兽药残留的高通量快速检测分析。

关键词 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法;同位素内标法;兽药残留;青虾

中图分类号 TS 254.7 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2021)24-0197-04

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2021.24.048



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

Simultaneous Determination of 27 Veterinary Drug Residues in Freshwater Shrimp by QuEChERS-UPLC-MS/MS

LI Wen-jie, NI Jian-xiu, DING Chun-hui et al (Quality Inspection Institute of Agricultural Products of Nanjing, Nanjing, Jiangsu 210036)

Abstract [Objective] To establish an ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) with isotope-labelled internal standard method, which was used to determine multiclass veterinary drugs residues simultaneously including sulfonamides, fluoroquinolones, tetracyclines and amphenicols in freshwater shrimp. [Method] The samples were extracted with 86% (V/V) acidified acetonitrile (3% formic acid)-water (containing 0.1 mol/L EDTA), then the extract was purified by dispersive solid phase extraction (DPSE). The samples were determined by UPLC-MS/MS and quantified by internal standard method. [Result] 27 kinds of veterinary drugs showed good linear relationship in their respective linear ranges ($R^2 \geq 0.99$). The limits of quantification of sulfonamides, fluoroquinolones, amide alcohols and tetracyclines were 2.0, 2.0, 1.0, 50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, respectively. The recovery rates were 70.1%~110.0%. The relative standard deviations were 0.2%~9.8%. [Conclusion] The method is simple, accurate and environment-friendly, which is suitable for high-throughput rapid detection and analysis of veterinary drug residues in freshwater shrimp.

Key words QuEChERS-UPLC-MS/MS; Isotope internal standard method; Veterinary drug residue; Freshwater shrimp

青虾,学名日本沼虾(*Macrobrachium nipponense*),是南京水产养殖的特色产业,养殖面积达 4 666.67 hm^2 ,产值超 10 亿元,规模仅次于螃蟹,尤其是 2019 年开始南京大面积推广养殖生长速度更快、抗病抗逆能力更强的新品种“太湖 2 号”,在科技创新、净化水环境、富民增收等方面发挥着重要作用^[1]。近年来养殖户反映青虾出现散发性死亡^[2],需要合理使用兽药,防治消化道细菌感染等疾病^[3]。因此,兽药残留成为青虾质量的一个关注热点。

目前,国内外动物性产品中兽药残留检测的前处理方法主要有固相萃取法、QuEChERS 法、基质固相分散萃取法等^[4-6],检测方法主要有液相色谱法、液相色谱-串联质谱法^[7-8],超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)因具有高灵敏度、高选择性的优势已被广泛用于兽药多残留分析^[9],因此在青虾样品中同时检测磺胺类 12 种、氟喹诺酮类 8 种、酰胺醇类 3 种、四环素类 4 种计 27 种兽药多残留测定具有重要意义。

1 材料与与方法

1.1 仪器与试剂 ACQUITY UPLC I-Class 超高效液相色谱仪(Waters 公司);QTRAP 5500 质谱仪(SCIEX 公司);BP211D 电子天平(赛多利斯公司);KS501 振荡器(IKA 公司);AllegraX-30R 台式高速冷冻离心机(贝克曼公司);MS3

涡旋混合器(IKA 公司);MV5 全自动平行浓缩仪(莱伯泰科公司)。27 种兽药标准品和 10 种同位素内标(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司,纯度>99.8%);乙腈为色谱纯(TEDIA 公司);乙酸铵为色谱纯(美国 Sigma-aldrich 公司);40~63 μm PSA、40~63 μm C_{18} 净化剂、甲酸,均为色谱纯,上海安谱实验科技有限公司;乙二胺四乙酸(EDTA)、无水硫酸钠,均为分析纯,南京化学试剂股份有限公司;实验室用水为 Milli-Q 超纯水。青虾样品为南京市地产例行监测样品。

1.2 标准溶液配制

1.2.1 兽药标准储备液。

1.2.1.1 标准储备液。分别精密称取各兽药标准品适量,用甲醇溶解并定容,配制成质量浓度均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液,于-20 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

1.2.1.2 内标储备液。分别精密称取各兽药内标适量,用甲醇溶解并定容,配制成质量浓度均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的内标储备液,于-20 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

1.2.2 兽药混合标准使用液。

1.2.2.1 混合标准使用液。分别吸取适量兽药标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$),用甲醇配制成中间液,再分别吸取 2.00 mL 磺胺类标准中间液(2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、2.00 mL 氟喹诺酮类标准中间液(2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、4.00 mL 酰胺醇类标准中间液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)、10.00 mL 四环素类标准中间液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀,置于-20 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。磺胺类、氟喹诺酮类、酰胺醇类和四环素类兽药的质量浓度分别为 80、80、40 和 2 000 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

1.2.2.2 混合内标使用液。分别吸取 5.00 mL 磺胺类、氟喹

基金项目 2018 年度江苏省第五期“333 工程”科研项目(BRA2018121)。
作者简介 李文杰(1980—),男,江苏宜兴人,高级工程师,硕士,从事农产品质量安全检测与风险评估研究。*通信作者,高级工程师,硕士,从事农产品质量安全检测工作。
收稿日期 2021-04-29

诺酮类、酰胺醇类内标中间液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)和5.00 mL四环素类内标储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)置于50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀,置于-20 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存,内标工作液的质量浓度磺胺类、氟喹诺酮类、酰胺醇类均为1.0 $\mu\text{g}/\text{L}$,四环素类为10.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

1.2.3 兽药混合标准工作曲线溶液。吸取适量27种兽药混合标准使用液和混合内标使用液,用初始流动相稀释,磺胺类和氟喹诺酮类质量浓度为20~400 $\mu\text{g}/\text{L}$,四环素类质量浓度为50~800 $\mu\text{g}/\text{L}$,酰胺醇类质量浓度为1~200 $\mu\text{g}/\text{L}$,于4 $^{\circ}\text{C}$ 条件保存。

1.3 样品前处理

1.3.1 采样和试样制备。抽取有代表性的青虾样品,至少取10尾清洗后^[10],去虾头、虾皮,得到整条虾肉绞碎混合均匀备用,试样量为400 g。

1.3.2 提取。称取2.00 g试样于50 mL聚丙烯离心管中,加入10 μL 混合内标工作液,加入1.0 mL水和0.4 mL 0.1 mol/L EDTA溶液,混匀1 min后再加入8.6 mL 3%酸化乙腈,于涡旋混合器上混合1 min后振荡20 min,以4 $^{\circ}\text{C}$ 、10 000 r/min离心5 min,取上清液。

1.3.3 净化。取5.0 mL上清液,加入DSPE混合净化剂(50 mg PSA+150 mg C_{18} +900 mg无水硫酸钠),涡旋30 s后,

4 000 r/min离心10 min,取上清液过0.22 μm 滤膜,供液相色谱-串联质谱测定。

1.4 液相色谱-串联质谱条件

1.4.1 液相色谱条件。色谱柱为ACQUITY UPLC CSH C_{18} (2.1 mm \times 100 mm,1.7 μm),前端连接ACQUITY UPLC CSH保护柱(2.1 mm \times 5 mm,1.7 μm)。流动相A为2 mmol/L乙酸铵+0.1%甲酸水溶液,流动相B为乙腈。梯度洗脱程序为0.1~2.0 min,3%B~15%B;2.0~5.0 min,15%B~22%B;5.0~11.0 min,22%B~25%B;11.0~12.0 min,25%B~30%B;12.0~13.0 min,30%B~35%B;13.0~13.5 min,35%B~80%B;13.5~16.0 min,80%B~90%B;16.0~16.1 min,90%B~3%B;16.1~18.0 min维持3%B。流速0.3 mL/min,进样量5 μL ,流路在1.0~16.0 min进入质谱,在1.0 min之前和16.0 min之后切向废液,柱温为40 $^{\circ}\text{C}$ 。

1.4.2 质谱条件。电喷雾离子源ESI;1.0~2.5、5~16 min进行正离子模式扫描,2.5~5.0 min进行负离子模式扫描(氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考、氟苯尼考-D3、氯霉素-D5);雾化气压力为413.7 kPa,气帘气压力为206.8 kPa,辅助加热气压力为344.7 kPa,碰撞气设置为Medium,以上4种气体均为氮气;离子源温度为600 $^{\circ}\text{C}$;正离子化电压为4 500 V;负离子化电压为-4 500 V;多反应监测(MRM)采集模式;其他参数见表1。

表1 27种兽药的质谱采集参数、线性范围、决定系数

Table 1 Mass spectrum acquisition parameters, linear range and determination coefficients of 27 veterinary drugs

序号 No.	目标化合物 Target compound	电离模式 Ionization mode	母离子 Precursor ion(m/z)	子离子 Product ion(m/z)	去簇电压 Declustering voltage//V	碰撞电压 Collision voltage//eV	线性范围 Linear range $\mu\text{g}/\text{L}$	决定系数 Determination coefficient (R^2)
1	磺胺嘧啶	+	251.1	156.0,92.0	40	22,38	20.0~400.0	0.997 3
2	磺胺噻唑	+	256.0	156.0,108.0	40	22,32	20.0~400.0	0.997 2
3	磺胺甲基嘧啶	+	265.2	156.0,172.1	82	25,25	20.0~400.0	0.997 5
4	磺胺甲噻二唑	+	270.9	107.9,91.9	80	20,25	20.0~400.0	0.996 1
5	磺胺二甲嘧啶	+	279.1	186.1,156.0	60	23,27	20.0~400.0	0.997 3
6	磺胺氯吡嗪	+	285.0	108.0,92.0	90	25,25	20.0~400.0	0.996 1
7	磺胺甲基异噻唑	+	254.1	156.0,92.0	100	10,26	20.0~400.0	0.995 8
8	磺胺间甲氧嘧啶	+	281.1	156.0,126.1	75	25,30	20.0~400.0	0.995 6
9	磺胺二甲异噻唑	+	268.1	156.0,113.0	100	10,10	20.0~400.0	0.995 4
10	磺胺多辛	+	311.1	156.1,108.2	70	30,37	20.0~400.0	0.997 5
11	磺胺二甲氧嘧啶	+	311.1	156.1,218.0	70	28,28	20.0~400.0	0.997 4
12	磺胺喹噁啉	+	301.1	156.0,108.0	80	24,36	20.0~400.0	0.997 4
13	氧氟沙星	+	362.0	318.0,261.0	80	26,38	20.0~400.0	0.998 4
14	培氟沙星	+	334.0	316.0,290.0	80	30,27	20.0~400.0	0.995 4
15	诺氟沙星	+	320.0	276.0,233.0	80	26,35	20.0~400.0	0.998 1
16	环丙沙星	+	332.0	288.0,245.0	80	26,32	20.0~400.0	0.997 8
17	恩诺沙星	+	360.0	316.0,245.0	80	26,38	20.0~400.0	0.997 2
18	达氟沙星	+	358.1	340.1,314.1	77	30,24	20.0~400.0	0.997 3
19	洛美沙星	+	352.0	308.0,265.0	80	28,33	20.0~400.0	0.997 7
20	沙拉沙星	+	386.0	342.0,299.0	80	26,36	20.0~400.0	0.996 7
21	四环素	+	445.1	410.2,427.1	70	25,15	50.0~800.0	0.997 1
22	土霉素	+	461.2	426.2,443.2	70	26,10	50.0~800.0	0.994 5
23	金霉素	+	479.1	462.0,444.0	70	22,27	50.0~800.0	0.995 9
24	强力霉素	+	445.0	428.1,154.1	70	18,34	50.0~800.0	0.999 2
25	氯霉素	-	321.1	152.1,256.9	-90	-24,-16	1.0~200.0	0.998 7

接下表

续表 1

序号 No.	目标化合物 Target compound	电离模式 Ionization mode	母离子 Precursor ion (<i>m/z</i>)	子离子 Product ion (<i>m/z</i>)	去簇电压 Declustering voltage // V	碰撞电压 Collision voltage // eV	线性范围 Linear range $\mu\text{g/L}$	决定系数 Determination coefficient (R^2)
26	甲磺霉素	-	353.9	289.9, 184.9	-130	-18, -26	1.0~200.0	0.998 8
27	氟苯尼考	-	356.0	336.0*, 185.1	-100, -100	-14, -25	1.0~200.0	0.998 3
28	磺胺邻二甲氧嘧啶-D3	+	314.0	156.0	80	24	—	—
29	磺胺间二甲氧嘧啶-D6	+	317.0	156.0	80	25	—	—
30	氟苯尼考-D3	-	359.0	188.0*	-130	-25	—	—
31	氯霉素-D5	-	326.0	157.0	-90	-26	—	—
32	强力霉素-D6	+	451.1	433.1, 416.0	100	17, 25	—	—
33	环丙沙星-D8	+	340.3	296.2, 249.2	100	27, 35	—	—
34	达氟沙星-D3	+	361.1	343.1	110	32	—	—
35	恩诺沙星-D5	+	365.0	321.2	110	28	—	—
36	诺氟沙星-D5	+	325.0	307.1	110	28	—	—
37	氧氟沙星-D3	+	365.2	321.1	110	28	—	—

注: * 为定量离子

Note: * is quantitative ion

2 结果与分析

2.1 试验条件的优化

2.1.1 提取剂的优化。兽药多残留分析所选用的溶剂包括乙腈-水-缓冲液、乙腈-水-酸、甲醇-水-酸等溶剂, 甲醇提取时会带入更多的极性基质干扰物, 且蛋白沉淀松散, 增加后续净化难度^[11]。因 EDTA 是一种良好的螯合剂, 不仅能够有效分散基质, 还能竞争性地去除基质中存在的金属离子, 使四环素和部分氟喹诺酮类化合物游离出来, 在 EDTA 与无机离子螯合释放出四环素后, 利用一些酸化剂来调节体系的 pH 可以更进一步地促进四环素的提取效率^[12], 另外, EDTA 的弱电离子性也能促进体系的电离平衡, 抑制溶液中的酸性离子对磺胺类化合物的冲击^[13]。因酸度过量时, 大部分磺胺类待测物都会发生一定程度的损失, 降低提取效率^[12-13]。故该试验选择先加入 1.0 mL 水和 0.4 mL 0.1 mol/L EDTA 溶液, 混匀 1 min 后再加入 8.6 mL 甲酸乙腈混匀 1 min, 250 r/min 振荡 20 min 提取, 4 种提取试剂组成见表 2, 比较不同提取溶剂对兽药回收率的影响。

表 2 提取试剂组成

Table 2 Composition of extraction reagent

提取试剂 Extraction reagent	水 Water mL	EDTA mL	酸化乙腈 Acidified acetonitrile mL	甲酸 Formic acid // %
1	0	0	10.0	1
2	1.0	0.4	8.6	1
3	1.0	0.4	8.6	3
4	1.0	0.4	8.6	5

通过单因素方差分析, 结果显示, 在 $\alpha=0.05$ 水平上, 四环素类差异显著, 不同提取溶剂回收率见图 1, 提取试剂 3 回收率在 70.1%~119.0%, 而磺胺类、氟喹诺酮类、酰胺醇类差异不显著, 回收率分别为 45.0%~120.0%、40.0%~162.5%、72.0%~109.5%, 因此, 该方法最终选择提取试剂 3, 即 86% (V/V) 酸化乙腈 (3% 甲酸)-水溶液 (含 0.1 mol/L EDTA)。

2.1.2 净化方法的选择及条件的优化。该研究比较了 MAS-

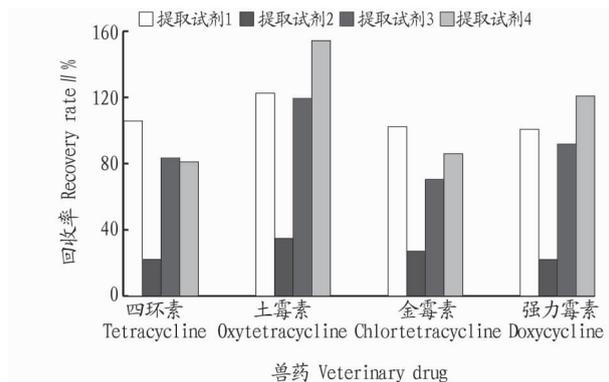


图 1 不同提取试剂四环素类兽药回收率

Fig.1 Recovery rates of tetracyclines with different extraction reagents

Q NANO、DSPE 混合净化剂 (PSA + C₁₈ + 无水硫酸钠) 和 Cleanert LipoNo 这 3 种净化试剂对去除色素和降低基质干扰的效果, 结果显示, 采用 LipoNo 净化后目标分析物干扰峰较多, 且上机液颜色较深, 而 DSPE 混合净化剂在色素和基质干扰方面效果良好, NANO 和 LipoNo 最佳提取净化的条件还有待进一步研究。

2.1.3 定性方法与定量方法的选择。在相同的质谱条件下, 将样品质谱图与基质加标质谱图进行对照, 样品保留时间与基质加标阳性样品保留时间相对偏差在 5% 以内, 且检测的离子相对丰度与浓度相当的校正标准品相对丰度一致。基峰与次强碎片离子丰度比符合相关要求, 最终确定样品中的兽药残留。因同位素内标法更适用于测定药物中微量组分或杂质的含量, 且能避免试验前处理操作中的目标成分丢失造成的定量不准确, 降低基质效应, 该研究选择了内标法定量, 各目标物定量对应的氘代化合物见表 3。

2.2 兽药基质加标质谱图 按“1.4”色谱质谱条件, 分别对 27 种兽药加标样品进行测定, 27 种兽药 50 ng/mL 基质加标质谱图如图 2 所示。

2.3 方法的线性范围和检出限 以标准系列峰面积与内标峰面积之比对其质量浓度进行线性回归分析, 以 10 倍信噪

比计算定量限(LOQ)。结果表明,27种兽药在各自线性范围内呈良好的线性关系,且决定系数(R^2)大于0.99(表1),磺胺类、氟喹诺酮类、酰胺醇类和四环素类的LOQ分别为2.0、2.0、1.0和50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (表4)。

表3 定量测定目标分析物与对应的同位素内标

Table 3 Quantitative determination of target analyte and corresponding isotope internal standard

目标物类别 Target category	同位素内标 Isotope internal standard	目标化合物 Target compound
磺胺类 Ulfonamides	磺胺邻二甲氧嘧啶-D3	磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲基嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲异噁唑、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺二甲异噁唑、磺胺多辛
	磺胺间二甲氧嘧啶-D6	磺胺二甲氧嘧啶、磺胺噻噁啉
酰胺醇类 Amide alcohols	氯霉素-D5	氯霉素
四环素类 Tetracyclines	氟苯尼考-D3	甲砒霉素、氟苯尼考
	强力霉素-D6	四环素、土霉素、金霉素、强力霉素
氟喹诺酮类 Fluoroquinolones	环丙沙星-D8	环丙沙星、洛美沙星
	达氟沙星-D3	达氟沙星
	恩诺沙星-D5	恩诺沙星
	诺氟沙星-D5	诺氟沙星
	氧氟沙星-D3	培氟沙星、氧氟沙星、沙拉沙星

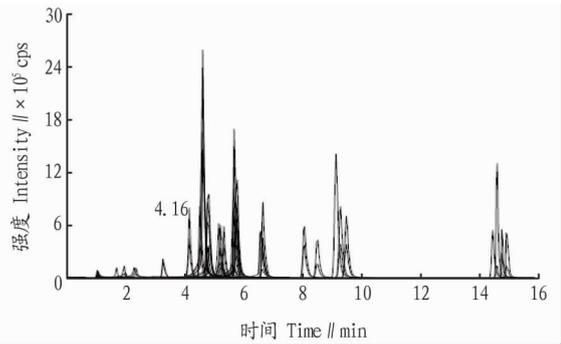


图2 50 ng/mL 基质加标质谱图

Fig.2 Mass spectrogram of 50 ng/mL spiked matrix

2.4 回收率和精密度 在青虾空白基质中分别添加3个浓度水平的兽药混合标准工作液,每个添加浓度重复6次,计算添加回收率和测定结果的相对标准偏差(RSD)。从表4可以看出,在LOQ、2LOQ、5LOQ 3个加标水平上,磺胺类平均回收率在71.4%~110.0%,RSD在0.2%~9.4%;氟喹诺酮类平均回收率在75.9%~109.8%,RSD在2.0%~9.6%;酰胺醇类平均回收率在84.3%~108.3%,RSD在3.2%~7.7%;四环素类平均回收率在70.1%~109.0%,RSD在0.2%~9.8%;符合化学分析方法验证确认和内部质量控制要求中关于正确度和精密度的要求^[14]。

表4 青虾中27种兽药的LOQ、平均回收率及RSD($n=6$)

Table 4 LOQ, average recovery rate and RSD of 27 veterinary drugs in freshwater shrimp

序号 No.	目标化合物 Target compound	LOQ $\mu\text{g}/\text{kg}$	LOQ		2LOQ		5LOQ	
			回收率 Recovery rate//%	RSD %	回收率 Recovery rate//%	RSD %	回收率 Recovery rate//%	RSD %
1	磺胺嘧啶	2.0	80.0	2.4	72.5	3.2	72.5	3.2
2	磺胺噻唑	2.0	82.5	1.9	75.4	3.0	73.8	9.4
3	磺胺甲基嘧啶	2.0	85.0	1.5	80.0	5.4	78.8	2.0
4	磺胺甲噻二唑	2.0	107.5	1.3	80.0	2.9	110.0	1.4
5	磺胺二甲基嘧啶	2.0	90.0	0.7	89.7	6.4	85.0	4.5
6	磺胺氯哒嗪	2.0	98.7	1.3	95.4	7.7	93.6	5.4
7	磺胺甲异噁唑	2.0	102.5	0.4	92.6	4.0	95.3	6.7
8	磺胺间甲氧嘧啶	2.0	74.0	0.4	75.8	3.5	77.6	8.0
9	磺胺二甲异噁唑	2.0	100.4	3.9	107.5	8.7	95.0	5.0
10	磺胺多辛	2.0	92.5	5.9	102.4	8.2	107.5	7.1
11	磺胺二甲氧嘧啶	2.0	71.4	6.1	75.6	0.2	72.6	3.2
12	磺胺噻噁啉	2.0	80.4	2.8	85.0	3.0	86.2	9.4
13	氧氟沙星	2.0	102.8	9.6	105.5	5.4	94.3	2.0
14	培氟沙星	2.0	75.9	6.8	108.5	2.9	91.9	3.8
15	诺氟沙星	2.0	100.7	6.9	99.3	6.4	104.8	5.4
16	环丙沙星	2.0	94.9	7.8	85.1	7.7	104.1	9.2
17	恩诺沙星	2.0	88.0	9.5	82.3	4.0	92.0	8.6
18	达氟沙星	2.0	103.4	6.7	109.8	3.5	104.0	6.5
19	洛美沙星	2.0	93.6	8.4	103.6	8.7	106.1	8.1
20	沙拉沙星	2.0	86.1	9.3	88.6	8.2	92.9	7.3
21	四环素	50.0	70.5	8.4	73.8	0.2	74.2	5.7
22	土霉素	50.0	104.5	2.2	103.1	3.0	109.0	6.8
23	金霉素	50.0	72.8	2.0	76.9	5.4	70.1	4.9
24	强力霉素	50.0	89.3	1.2	94.2	2.9	91.5	9.8
25	氯霉素	1.0	96.2	6.2	93.2	6.4	90.0	4.8
26	甲砒霉素	1.0	84.3	7.4	88.2	7.7	85.0	5.1
27	氟苯尼考	1.0	108.3	4.7	106.3	4.0	105.0	3.2

2.5 实际样品测定 将该方法应用于检测40批次青虾中27种兽药残留,结果检出恩诺沙星样品3份,残留量在24.7~

70.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$;用国家标准方法GB/T21312—2007^[15]测定,结果

(下转第212页)

营主体可以对自己放松要求,不可忘记“绿色发展”这一理念,疫情当前,更加突出“人类命运共同体”这一观点。

第二,关注扶贫消费。农业经营主体所经营的项目多数是失业农民工最熟悉的对口工作,因此,应加大对失业农民工的吸纳。同时农业经营主体还应利用“互联网+”拓宽销售渠道,联合一批本地带贫能力强、产品质量好、诚信记录优良且稳定供货能力的农业经营主体注册供应商并申报扶贫产品。广大群众可使用消费券购买这一类农副产品,从而带动农业经营主体扩大生产、吸纳就业,解决一部分失业农民工的燃眉之急^[15]。

第三,坚持维护消费者利益。消费券是在这个特殊时期提出的扶持经济的一项政策和措施,然而不可忽视存在一些以盈利为根本目的的黑心商家,以各种手段欺骗或套取消费者手中的消费券来进行盲目或恶性消费。

3.2.3 消费者方面。第一,根据不同人群的消费习惯,分等级分数量向不同人群发放消费券。低收入人群一般消费能力低,但消费欲望很强,这类人群的生活必需品中农产品消费占比较高;高收入人群消费能力高,但消费欲望一般,他们往往在娱乐、教育、旅游方面的消费占比较高。

第二,科学合理安排发放时间和使用期限。消费券发放的时间和使用期限对其起到的经济效果有着至关重要的影响。消费券的发放时间在假期是符合消费节点,一方面给广大群众提供适宜的环境和条件,及时掌握信息动态去领取券,另一方面假期有充足的时间与亲友共聚、旅行、享受地方特色美食,将会充分激发农产品市场需求,使得消费券对农

产品市场消费升级的推动作用最大化^[16]。

第三,在消费券发放或抢购平台可以根据个人身份认证得知经济情况进行人群划分设置,低收入人群可以获得或抢购到额度面值较大的消费券,而中高收入人群则获得或抢购得到的都是额度面额较小的消费券,因为低收入人群更有可能与农产品生产、农业经济有着直接关系。

参考文献

- [1] 李华.由“消费券”看消费需求的拉动[J].科技经济市场,2009(7):120-121.
 - [2] 鲍亮亮,彭园园.看消费券如何“四两拨千斤”[N].安徽日报,2020-05-18(011).
 - [3] 林德培.引导市民消费提振市场信心[N].梅州日报,2020-03-25(002).
 - [4] 潘铎印.政府发放消费券须审慎而行[N].中国质量报,2020-03-26(005).
 - [5] 李光斗.疫情后会出现报复性消费吗[J].中国商界,2020(5):40-41.
 - [6] 徐莹波.解冻桂林消费市场,需要市民“敢花钱”[N].桂林日报,2020-04-30(003).
 - [7] 无双.政府撒钱的虚实玄机[J].廉政瞭望,2020(7):36-37.
 - [8] 赵旭艳.用消费券助力市场复苏[J].小康,2020(12):74.
 - [9] 陈凯欣.供给侧改革背景下公共文化服务供给方式创新:以北京市政府补贴文化惠民消费券为例[J].人文天下,2019(6):28-33.
 - [10] 刘虹,甘新玲.我国家下乡补贴政策评析:兼与现金消费券方式比较[J].上海财经大学学报,2009,11(3):84-89,96.
 - [11] 石杏茹.电子消费券,妙![J].中国石油石化,2015(12):64-66.
 - [12] 李宏.发放消费券:量力而行,有的放矢,见好就收[N].现代物流报,2020-03-25(A01).
 - [13] 王君晖.扩大有效需求,发放消费券或可一试[N].证券时报,2020-02-26(A01).
 - [14] 沈建光.有针对性安排实施消费券政策[N].经济日报,2020-03-22(004).
 - [15] 李炜.因地制宜 让消费扶贫措施更精准[N].中国城乡金融报,2020-05-27(B02).
 - [16] 齐志明.消费向上回暖 市场向好企稳[N].人民日报,2020-05-14(005).
- (上接第200页)
- 一致。
- ### 3 结论
- 本研究建立了青虾中4类共27种兽药 QuEChERS 净化的样品前处理和 UPLC-MS/MS 同位素内标法,与国标方法相比,实现了多兽药残留同时检测。采用3个加标水平的兽药对该方法进行验证,结果表明,该方法操作简便、快速、结果稳定,能满足日常检测工作需要。
- ### 参考文献
- [1] 郭丽芸,王庆,周国勤.青虾良种生产体系建设的现状与建议[J].中国水产,2020(11):54-56.
 - [2] 顾雪林,田丹阳,魏宾,等.青虾红肢病的病原鉴定及治疗研究[J].科学养鱼,2021(2):51-53.
 - [3] 唐黎标.青虾常见病及其防治技术[J].渔业致富指南,2019(20):56-57.
 - [4] 倪建秀,陈涛,陈桂芳.QuEChERS 方法在食用农产品农兽药残留检测中的应用进展[J].现代农药,2016,15(5):5-8,11.
 - [5] 陈涛,倪建秀,丁春晖,等.应用 QuEChERS 方法检测动物源性食品中药物残留的研究进展[J].现代食品,2020(1):22-24.
 - [6] 梁飞燕,卢日刚.动物源性食品中多兽药残留检测方法的研究进展[J].安徽农业科学,2016,44(26):50-51,68.
 - [7] 方从容,高洁,王雨昕,等.QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中125种兽药残留[J].色谱,2018,36(11):1119-1131.
 - [8] 何建丽,彭涛,谢洁,等.高效液相色谱-串联质谱法测定动物肝脏中20种全氟烷基类化合物[J].分析化学,2015,43(1):40-48.
 - [9] LOMBARDO-AGÚI M, GARCÍA-CAMPAÑA A M, CRUCES-BLANCO C, et al. Determination of quinolones in fish by ultra-high performance liquid chromatography with fluorescence detection using QuEChERS as sample treatment[J]. Food control, 2015, 50: 864-868.
 - [10] 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.水产品抽样规范:GB/T 30891—2014[S].北京:中国标准出版社,2015.
 - [11] 张素霞,李俊锁,钱传范.牛奶中四环素类药物多残留分析方法研究——MSPD-HPLC-UV[J].畜牧兽医学报,2002,33(1):51-54.
 - [12] 张科明,梁飞燕,邓鸣,等.QuEChERS 结合液相色谱-串联质谱法快速测定猪肉中多类兽药残留[J].色谱,2016,34(9):860-867.
 - [13] 卞华,秦宇,虞成华,等.复合式提取净化体系结合超高效液相色谱-串联质谱法检测畜禽肉中120种抗生素药物残留[J].色谱,2019,37(2):162-176.
 - [14] 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.化学分析方法验证确认和内部质量控制要求:GB/T 32465—2015[S].北京:中国标准出版社,2016.
 - [15] 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.动物源性食品中14种喹诺酮类药物残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法:GB/T 21312—2007[S].北京:中国标准出版社,2008.