

液相色谱—串联质谱同时检测肉类中 11 种鼠药残留

Simultaneous determination of rodenticide residues in meat by
liquid chromatography-tandem mass spectrometry

钟菲菲¹ 徐文泱² 杨 韵¹

ZHONG Fei-fei¹ XU Wen-yang² YANG Yun¹

谢芳云¹ 宋 阳² 黄 燕²

XIE Fang-yun¹ SONG Yang² HUANG Yan²

(1. 长沙市食品药品检验所国家酒类产品质量监督检验中心, 湖南 长沙 410000;

2. 湖南省食品质量监督检验研究院食品安全监测与预警湖南省重点实验室, 湖南 长沙 410017)

(1. Changsha Institute for Food and Drug Control & National Alcohol Products Quality Supervision and Inspection Center, Changsha, Hunan 410000, China; 2. Hunan Institute of Food Quality Supervision Inspection and Research, Hunan Provincial Key Laboratory of Food Safety Monitoring and Early Warning, Changsha, Hunan 410017, China)

摘要:目的:建立同时测定肉类中 11 种鼠药残留的液相色谱—串联质谱法。方法:样品经乙腈提取, QuEChERS 萃取盐包净化, 采用液相色谱—串联质谱仪对肉类中 11 种鼠药残留进行定性定量分析。流动相为甲醇—0.05 mol/L 乙酸铵水溶液, 采用电喷雾电离, 正离子扫描及多反应监测(MRM)模式, 采用外标法进行定量分析。结果:标准溶液在 0.2~100.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内呈线性关系, 相关系数 >0.99 , 方法定量限为 0.1 $\mu\text{g/kg}$, 回收率为 60.2%~119.3%, 相对标准偏差 $<20\%$ 。结论:该方法适用于肉及肉制品中鼠药残留的检测。

关键词:肉; 肉制品; 鼠药残留; 液相色谱—串联质谱

Abstract: Objective: To establish a LC/MS-MS method for simultaneous determination of 11 rodenticides in meat. Methods: The sample was extracted with acetonitrile, QuEChERS extraction salt packet was used for purification, and liquid chromatography-mass spectrometry for qualitative and quantitative analysis of 11 rodenticide residues in meat. In this method, 0.05 mol/L ammonium acetate aqueous solution and methanol was adopted as

mobile phase elution, with positive ion mode scanning for electrospray ionization. The external standard method was adopted for quantitative analysis. Results: The standard solution showed a linear relationship in the range of 0.2~100.0 $\mu\text{g/L}$, and the correlation coefficient was greater than 0.99 with the method quantification limit 0.1 $\mu\text{g/kg}$ and the recovery rate 60.2%~119.3%. The relative standard deviation was less than 20%. Conclusion: This method is suitable for the detection of rodenticides in meat and meat products, and can provide technical support for timely response to food safety risk events.

Keywords: meat; meat products; rodenticide; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

鼠药是减轻鼠害、保证粮食产量的有效手段之一^[1]。随着科技的发展, 杀鼠药逐渐由剧毒向低毒性转变^[2], 抗凝血型杀鼠剂则是近年来被广泛使用的杀鼠药类型^[3]。这些化合物衍生自无水香豆素核(如杀鼠灵、杀鼠醚、溴敌鼠)和茚满二酮核(如敌鼠、杀鼠酮、异杀鼠酮)^[4]。当抗凝血灭鼠药进入人体时, 维生素 K 环氧化物还原酶负责在合成凝血因子 II、VII、IX、X 中作为辅因子被消耗后从维生素 K 环氧化物中还原被还原的维生素 K。此外, 抗凝血灭鼠剂可直接破坏毛细血管壁, 引起广泛的内脏出血, 导致内出血甚至死亡^[5-6]。

抗凝血类鼠药种类繁多, 而目前尚未制定有关食品

基金项目:湖南创新型省份建设专项社会发展领域重点研发项目(编号:2019SK2121); 湖南省科技创新平台与人才计划项目(编号:2019TP1058)

作者简介:钟菲菲(1983—), 女, 长沙市食品药品检验所工程师, 硕士。E-mail: zhongfeifei83@163.com

收稿日期:2021-05-01

中鼠药测定的标准方法,且其检测存在盲区和死角。因家禽可能误食含有鼠药的饵料使鼠药进入食物链而导致中毒事件,因此有必要建立针对此类物质的高精度、高通量、多残留检测技术。

目前,鼠药残留的检测方法主要有化学显色法^[7]、分光光度法^[8-9]、薄层色谱法^[10]、高效液相色谱法^[11-14]和气/液相色谱—串联质谱法^[15-19]。其中前 3 种方法的检测准确度低,假阳(阴)率高,而高效液相色谱法的适用性强,但遇到干扰较大需进行定性鉴别时,液相色谱—串联质谱则更具优势。鼠药检测的报道多以体液为研究基质^[20-22],涉及食品中鼠药的检测较少,且食品基质多为植物源性食品^[23-24]。朱峰等^[25]发现采用 QuEChERS 方法可得到良好的净化效果,并通过超高效液相色谱—串联质谱法建立了辣椒酱、面粉、醋和酱油中的杀鼠醚、杀鼠灵、敌鼠、氯敌鼠、溴敌隆、大隆、杀它仗、鼠得克、克灭鼠、氯杀鼠灵的检测方法,平均回收率为 72.6%~112.0%。

试验拟选取氯杀鼠灵、鼠得克、鼠敌、双香豆素、溴敌隆、氟鼠酮、溴鼠灵、杀鼠酮、杀鼠醚、华法林和氟鼠酮 11 种常见抗凝血性鼠药(见表 1),以肉类为研究基质,选择合适的萃取净化方式建立液相色谱—串联质谱分析方法,以利于食品安全监管工作的全面展开,为食品应急突发事件的妥善处理提供依据。

1 材料与方

1.1 材料与试剂

生鲜猪尾:市售;

水:GB/T 6682 规定的一级水;

乙腈:色谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司;

氯杀鼠灵、鼠得克、鼠敌、双香豆素、溴敌隆、氟鼠酮、溴鼠灵、杀鼠酮、杀鼠醚、华法林、氟鼠酮:100 mg/L,美国 A Chemtek 公司;

表 1 11 种鼠药的基本信息表

Table 1 Information about 11 rodenticides

化合物	CAS 号	分子式	分子量
鼠得克	56073-07-5	C ₃₁ H ₂₄ O ₃	444.52
鼠敌	82-66-6	C ₂₃ H ₁₆ O ₃	340.37
双香豆素	66-76-2	C ₁₉ H ₁₂ O ₆	336.29
溴敌隆	28772-56-7	C ₃₀ H ₂₃ BrO ₄	527.41
溴鼠灵	56073-10-0	C ₃₁ H ₂₃ BrO ₃	523.42
杀鼠醚	5836-29-3	C ₁₉ H ₁₆ O ₃	292.33
氟鼠酮	90035-08-8	C ₃₃ H ₂₅ F ₃ O ₄	542.55
氯鼠酮	3691-35-8	C ₂₃ H ₁₅ ClO ₃	374.82
杀鼠酮	83-26-1	C ₁₄ H ₁₄ O ₃	230.26
华法林	81-81-2	C ₁₉ H ₁₆ O ₄	308.33
氯杀鼠灵	81-82-3	C ₁₉ H ₁₅ ClO ₄	342.77

QuEChERS 萃取盐包(6 g MgSO₄, 1.5 g NaOAc);日本岛津公司;

其他试剂均为国产分析纯。

1.2 仪器与设备

液相色谱—质谱仪:TSQ Quantum ultra 型,美国赛默飞世尔科技公司;

分析天平:ME204E 型,瑞士梅特勒仪器有限公司;

多管旋涡混合器:945066 数显型,美国 Talboys 公司;

多通道平行浓缩仪:MV5 型,北京莱伯泰科仪器股份有限公司。

1.3 方法

1.3.1 标准溶液的配制 分别准确移取 1 mL 鼠药残留标准溶液于容量瓶中,定容至 10 mL。标准系列溶液现配现用,溶剂为甲醇。

1.3.2 样品前处理

(1) 提取剂:分别选择丙酮、乙酸乙酯、乙腈、丙酮+二氯甲烷(V_{丙酮}:V_{二氯甲烷}=3:7)进行优化,选择最佳提取剂。

(2) 净化剂:萃取盐包(6 g MgSO₄, 1.5 g NaOAc)。

(3) 净化方法:选择 QuEChERS 萃取盐包、QuEChERS 净化盐包、中性氧化铝 SPE 小柱、硅藻土 SPE 小柱 4 种净化方式,测定平均回收率,并以直接提取不净化的样品作参照。同时,选取不同品牌不同规格的以 PSA 为核心成分的 QuEChERS 净化盐包如 SINQuEChERS(2 g Na₂SO₄+0.6 g MgSO₄+90 mg PSA+15 MWCNTs)、Wonderpak QuEChERS SPE(900 mg MgSO₄+150 mg PSA)和 Cleanert MAS-Q(50 mg PSA+50 mg PC+50 mg C₁₈+150 mg MgSO₄)进行净化。

(4) 最终优化方法:精确称取 2.000 0 g 样品,加入乙腈 20 mL,无水硫酸钠 1 g,涡混振荡 30 min,离心取上清液,重复振荡,合并上清液,50 ℃氮吹浓缩至 10 mL,加入 QuEChERS 萃取盐包振荡 1 min,以 2 mL 甲醇复溶,有机滤膜过滤,上机检测,计算平均回收率。

1.3.3 仪器条件

(1) 液相色谱条件:色谱柱为 Hypersil Gold C₁₈(100 mm×2.1 mm,3.0 μm);流速 0.2 mL/min;流动相 A 为 0.05 mol/L 乙酸铵水溶液,流动相 B 为甲醇,梯度洗脱条件见表 2。

表 2 梯度洗脱程序

Table 2 Gradient eluted program

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	80	20
3.0	10	90
7.1	80	20

(2) 质谱条件:电喷雾电离;正离子扫描;多反应监测(MRM);喷雾电压 2 500 V;传输毛细管温度 500 ℃;驻留时间 34.712 s,质谱参数设置见表 3。

表 3 多反应监测模式下 11 种鼠药的质谱参数

Table 3 MS parameters of 11 rodenticides for MRM mode

化合物	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	去簇电 压/V	碰撞气 能量/eV
鼠得克	443.2	135.1/293.0	229	34.7/34.6
鼠敌	339.2	144.6/167.1	155	23.3/24.0
双香豆素	335.0	117.0/161.0	80	41.5/14.8
溴敌隆	525.2	250.0/272.8	274	36.6/36.8
溴鼠灵	521.0	135.1/187.0	205	38.0/37.4
杀鼠醚	291.1	247.1/141.1	79	27.2/21.8
氟鼠酮	541.3	161.0/382.1	225	36.4/24.5
氯鼠酮	373.1	145.2/201.2	153	25.2/22.1
杀鼠酮	229.1	116.0/172.2	124	35.5/20.2
华法林	307.1	161.0/250.1	136	19.4/22.5
氯杀鼠灵	341.1	160.9/283.9	142	20.9/23.8

1.3.4 基质效应评价 选取鸡肉、牛肉以及猪尾配制空白基质标准曲线,分别以空白基质和甲醇配制系列标准曲线,以空白基质中标准物质的峰面积和试剂中标准物质的峰面积的比值考察基质效应。

1.3.5 线性范围和检出限 配制 11 种鼠药残留质量浓度分别为 0.2,0.4,0.8,2.0,4.0,8.0,16.0,32.0,100.0 μg/L 的系列标准溶液,以所述仪器条件进样。

1.3.6 回收率和精密度 选取 3 种畜禽肉类进行加标回收率试验。加标量为 0.1,0.2,1.0 μg/kg,样品均质后,加入不同体积的标准溶液,并静置 24 h,按前处理方法提取净化后上机测试。

1.3.7 数据处理 采用 SPSS 23 软件进行数据统计分析,结果以 3 次平行试验的平均值表示。

2 结果与分析

2.1 提取剂优化

试验表明,当以乙腈为提取剂时,样品回收率最高。这可能是由于丙酮和二氯甲烷易萃取大量脂类,用其对猪尾中残留的鼠药进行提取时,离心管中会出现明显的呈凝胶固态的高蛋白,无法进行进一步的净化。而乙酸乙酯对于中等脂类的食品基质如牛奶、甲壳类和肉类的萃取更具选择性,但对于高脂肪食品则需要可溶解、渗透脂肪的非极性溶剂来萃取聚集在基质中的高亲脂性鼠药,此时可能要选用凝胶色谱进行净化,而这种仪器价格昂贵,较难满足基层实验室对安全风险监管的要求。乙腈不溶于水,且盐类的加入有利于更多的鼠药进入有机

溶剂层。因此选择乙腈为最终的提取剂,且提取次数固定为 2 次。

2.2 净化条件的优化

试验发现,使用含有 PSA 的 QuEChERS 净化后,鼠药回收率最低,可能是由于 PSA 填料对鼠药有极好的吸附作用,上清液中的鼠药均附着在 PSA 上而溶液中几乎无残留。采用中性氧化铝及硅藻土 SPE 小柱净化后,鼠药回收率基本<50%,而未净化的回收率普遍>110%,说明未净化可能会带来干扰,影响结果的准确性。因此选择萃取盐包为净化试剂。

2.3 仪器条件优化

由图 1 可知,采用 1.3.3 的液相色谱条件可在 10 min 内分离所有分析物,分离度佳且峰形良好,说明 4.0 μg/L 甲醇标准溶液的分离效果及响应值最高。

2.4 基质效应

由表 4 可知,11 种鼠药的基质效应为 0.92~1.09,说明基质对测定结果的影响较小,因此在配制标准曲线时

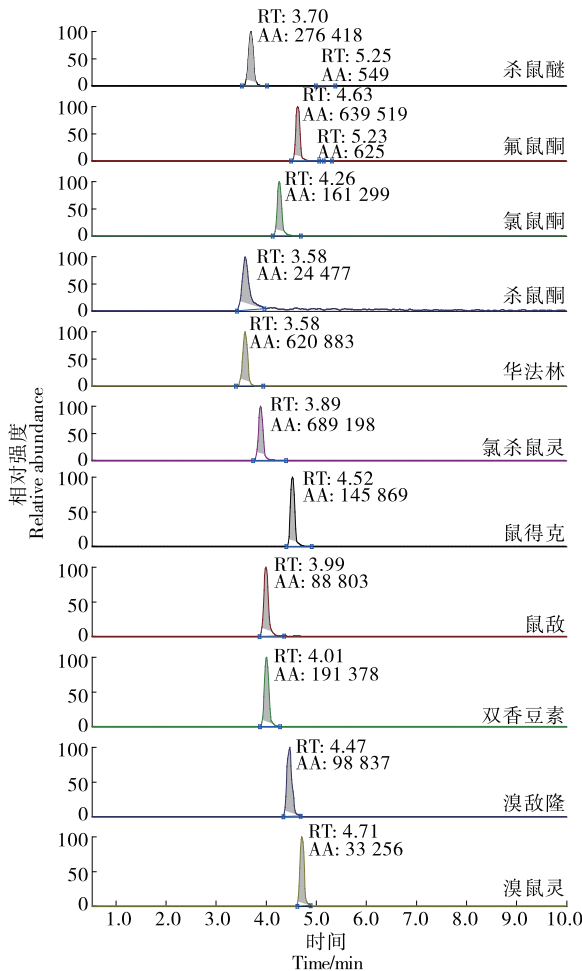


图 1 11 种鼠药的 MRM 色谱图

Figure 1 MRM chromatograph of 11 rodenticides

用甲醇试剂即可。

2.5 线性范围和检出限

由表 5 可知,11 种鼠药残留在 0.2~100.0 μg/L 范围内线性方程相关性良好,根据 GB/T 27404—2018《实验室质量控制规范食品理化检测》获得定量限为 0.1 μg/kg。

2.6 回收率和精密度

由表 6 可知,鼠得克、双香豆素、溴敌隆、杀鼠醚、氟鼠酮、华法林、杀鼠酮、氯杀鼠灵、鼠敌、溴鼠灵和氟鼠酮 11 种鼠药的回收率为 60.2%~119.3%,符合 GB/T 27404—2008 的技术参数要求。而且所有鼠药检测结果

表 4 11 种鼠药在不同基质中的基质效应

Table 4 Matrix effects of 11 rodenticides in different matrix

基质	鼠得克	鼠敌	双香豆素	溴敌隆	溴鼠灵	杀鼠醚	氟鼠酮	氯鼠酮	杀鼠酮	华法林	氯杀鼠灵
鸡肉	0.99	1.09	0.93	1.03	0.96	1.03	0.95	1.03	0.95	0.94	0.95
牛肉	1.02	1.07	0.92	1.04	0.98	0.92	1.08	0.95	0.92	0.92	1.03
猪尾	0.92	1.07	0.97	1.06	1.06	0.94	0.93	1.09	1.04	1.03	1.08

表 5 11 种鼠药残留的线性方程和相关系数

Table 5 Calibration equations and correlation coefficients of 11 rodenticides

化合物	线性方程	相关系数	化合物	线性方程	相关系数
鼠得克	$y=10\ 696.5x-10\ 799.8$	0.994 8	氟鼠酮	$y=42\ 336.9x-34\ 415.4$	0.998 1
鼠敌	$y=12\ 035.7x-6\ 549.2$	0.994 3	氯鼠酮	$y=7\ 093.0x-11.2$	0.998 2
双香豆素	$y=10\ 059.4x+1\ 010.2$	0.990 1	杀鼠酮	$y=4\ 008.2x-759.4$	0.998 1
溴敌隆	$y=6\ 293.5x-8\ 229.8$	0.998 3	华法林	$y=37\ 492.2x-24\ 108.1$	0.997 8
溴鼠灵	$y=3\ 260.8x-5\ 251.2$	0.994 5	氯杀鼠灵	$y=70\ 111.9x-43\ 193.0$	0.998 5
杀鼠醚	$y=21\ 604.4x-10\ 897.2$	0.998 2			

表 6 肉中 11 种鼠药残留的回收率和精密度

Table 6 Recoveries and RSDs of rodenticides in meat (n=3)

化合物	加标量/ (μg·kg ⁻¹)	鸡肉		猪尾		牛肉	
		回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%
鼠得克	0.1	85.5	12.1	70.8	9.5	79.8	14.3
	0.2	81.0	9.8	77.3	6.9	83.1	12.1
	1.0	84.5	14.1	81.0	11.7	80.3	10.9
鼠敌	0.1	60.4	9.4	107.4	9.6	70.3	15.3
	0.2	72.4	14.3	98.5	12.5	90.5	9.2
	1.0	81.4	11.3	90.4	10.1	87.4	10.4
双香豆素	0.1	67.2	14.3	82.9	9.9	84.8	12.1
	0.2	75.3	12.0	78.4	16.1	90.7	15.5
	1.0	77.6	16.1	88.2	13.2	85.4	12.1
溴敌隆	0.1	90.2	13.2	72.0	11.2	81.4	10.2
	0.2	87.6	14.1	89.3	14.3	80.3	11.3
	1.0	90.8	11.5	79.4	12.3	81.2	9.8
溴鼠灵	0.1	60.2	12.3	60.5	13.4	76.7	8.3
	0.2	77.1	11.3	68.3	7.3	79.1	10.1
	1.0	70.4	12.5	66.9	3.4	89.2	12.3
杀鼠醚	0.1	104.8	10.1	93.2	7.9	94.2	9.3
	0.2	93.2	8.5	110.2	10.3	98.5	6.9
	1.0	95.5	9.9	76.9	12.0	90.2	10.0

续表 6

化合物	加标量/ ($\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)	鸡肉		猪尾		牛肉	
		回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%
氟鼠酮	0.1	65.2	10.2	68.4	9.8	71.5	10.2
	0.2	76.6	11.4	89.2	10.3	81.4	11.3
	1.0	79.3	8.2	77.3	11.2	80.9	12.5
氯鼠酮	0.1	95.8	12.1	114.4	10.3	90.4	9.3
	0.2	91.3	7.7	93.2	11.2	89.3	7.4
	1.0	93.3	4.3	90.1	12.1	90.6	10.1
杀鼠酮	0.1	67.5	10.3	69.9	9.6	75.5	8.4
	0.2	78.2	9.3	79.3	8.3	78.4	12.2
	1.0	89.4	11.0	83.2	10.4	77.2	11.8
华法林	0.1	116.3	8.9	118.2	13.6	105.6	11.2
	0.2	104.1	9.2	102.3	17.2	98.4	13.4
	1.0	113.0	11.3	88.1	10.2	99.3	9.3
氯杀鼠灵	0.1	111.7	10.9	119.3	9.8	110.4	5.5
	0.2	109.1	11.1	88.0	9.9	119.2	8.0
	1.0	113.2	12.1	109.2	10.1	87.8	15.8

的精密度的精度均 $\leq 20\%$ 。

3 结论

建立了同时测定动物源性食品中氯杀鼠灵、鼠得克、鼠敌、双香豆素、溴敌隆、氯鼠酮、溴鼠灵、杀鼠酮、杀鼠醚、华法林和氟鼠酮 11 种鼠药的液相色谱串联质谱法。结果表明,试验方法在 0.2~100.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内标准物质线性方程相关系数可达到 0.99,当加标量为 0.1,0.2,1.0 $\mu\text{g/kg}$ 时的回收率为 60.2%~119.3%,该残留方法的开发有利于填补监测死角,为处理食品应急突发事件提供技术支持。后续可进一步扩大食品基质种类,建立高通量的检测方法,完善方法的适用性、科学性和可行性。

参考文献

[1] MOSTERD J J, THIJSSEN H. The long-term effects of the rodenticide, brodifacoum, on blood coagulation and vitamin K metabolism in rats[J]. British Journal of Pharmacology, 1991, 104(2): 531-535.

[2] 张继红, 徐文泱, 周兴旺, 等. 鼠药残留分析方法研究进展[J]. 分析试验室, 2017, 36(9): 1 111-1 116.

ZHANG Ji-hong, XU Wen-yang, ZHOU Xing-wang, et al. Advance on the method for determination of rodenticide residue[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2017, 36(9): 1 111-1 116.

[3] SHEAFOR S E, COUTO C G. Anticoagulant rodenticide toxicity in 21 dogs[J]. Journal of the American Animal Hospital Association, 1999, 35(1): 38.

[4] 刘波. 常见鼠药分类及其检测方法研究进展[J]. 职业与健康, 2015, 31(2): 276-279.

LIU Bo. Progress of classification and detection methods of rodent-

icide[J]. Occupation and Health, 2015, 31(2): 276-279.

[5] YARAGHI A, MOOD N E, GHESHLAGHI F, et al. Evaluation of rodenticide poisoning distribution based on demographic characteristic, poisons, causes of intoxication, duration of hospitalization and mortality rate[J]. Physica Status Solidi, 2007, 54(2): 469-477.

[6] PADGETT S, STOKES J, UCKER R, et al. Hematometra secondary to anticoagulant rodenticide toxicity[J]. Journal of the American Animal Hospital Association, 1998, 34(5): 437.

[7] 张洪歌. 果蔬食材中剧毒鼠药和氰化物快速检测方法的优化应用[D]. 北京: 中国人民公安大学, 2019: 24-29.

ZHANG Hong-ge. Study on optimizing application of rapid detection methods of highly toxic rodenticides and cyanide in fruits and vegetables[D]. Beijing: People's Public Security University of China, 2019: 24-29.

[8] TANG Jiang-hong, QI Sheng-da, CHEN Xing-guo. Spectroscopic studies of the interaction of anti-coagulant rodenticide diphacinone with human serum albumin[J]. Journal of Molecular Structure, 2005, 779(1/2/3): 87-95.

[9] MESMER M Z, FLURER R A. Determination of bromethalin in commercial rodenticides found in consumer product samples by HPLC-UV-vis spectrophotometry and HPLC-negative-ion APCI-MS[J]. Journal of Chromatographic Science, 2001, 39(2): 49-53.

[10] 肖雪花, 陈湛. 薄层色谱法快速鉴定中毒样品中的敌鼠钠、溴敌隆、溴鼠隆、杀鼠迷、杀鼠灵[J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20(12): 3 203-3 204.

XIAO Xue-hua, CHEN Zhan. Rapid evaluation method of sodium diphacinone, bromadiolone, brodifacoum, coumatetralyl, warfarin in poisoning samples by thin-layer chromatography [J]. Chinese

- Journal of Health Laboratory Technology, 2010, 20(12): 3 203-3 204.
- [11] MUNDY D E, MACHIN A F. Determination of the rodenticide difenacoum in biological materials by high-pressure liquid chromatography with confirmation of identity by mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 1977, 139(2): 321-329.
- [12] HUNTER K. Determination of coumarin anticoagulant rodenticide residues in animal tissue by high-performance liquid chromatography II Fluorescence detection using ion-pair chromatography[J]. Journal of Chromatography A, 1983, 270(11): 277-283.
- [13] HUNTER K. High-performance liquid chromatographic strategies for the determination and confirmation of anticoagulant rodenticide residues in animal tissues[J]. Journal of Chromatography A, 1985, 321(2): 255-272.
- [14] 欧阳燕玲, 谢维平, 苏碧玲. 固相萃取—超高效液相色谱法同时测定血浆中 8 种抗凝血类杀鼠剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(3): 323-325.
- OUYANG Yan-ling, XIE Wei-ping, SU Bi-ling. Simultaneous determination of eight anticoagulant rodenticides in plasma by solid phase extraction-UPLC[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2015, 25(3): 323-325.
- [15] 陈华, 徐文洪, 王云昊, 等. 液—质联用法同时检测植物源性食品中 4 种鼠药残留[J]. 食品与机械, 2017, 33(11): 72-75.
- CHEN Hua, XU Wen-yang, WANG Yun-hao, et al. LC/MS-MS for simultaneous determination of 4 kinds of rodenticide residues in plant-origin food[J]. Food & Machinery, 2017, 33(11): 72-75.
- [16] SAITO-SHIDA S, NEMOTO S, TESHIMA R, et al. Determination of rodenticide tetramethylenedisulfotetramine (tetramine) in processed foods by gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Shokuhinseigaku Zasshi Journal of the Food Hygienic Society of Japan, 2016, 57(3): 72-75.
- [17] NOSAL D G, FEINSTEIN D L, CHEN L, et al. Separation and quantification of superwarfarin rodenticide diastereomers—bromadiolone, difenacoum, flocoumafen, brodifacoum, and difethialone—in human plasma [J]. Journal of AOAC International, 2020, 103(3): 770-778.
- [18] NOSAL D G, FEINSTEIN D L, BREEMEN R. Chiral liquid chromatography-tandem mass spectrometry analysis of superwarfarin rodenticide stereoisomers - bromadiolone, difenacoum and brodifacoum - in human plasma[J]. Journal of Chromatography B, 2021, 1 165(2 019): 1-14.
- [19] FOUREL I, DAMIN-PERNIK M, BENOIT E, et al. Core-shell LC-MS/MS method for quantification of second generation anticoagulant rodenticides diastereoisomers in rat liver in relationship with exposure of wild rats [J]. Journal of Chromatography B, 2017, 1 041/1 042: 120-132.
- [20] 黄克建, 卢敏萍, 周哲, 等. 在线固相萃取/液相色谱—线性离子阱质谱法同时定性定量检测全血和尿液中 7 种抗凝血杀鼠药[J]. 色谱, 2015, 33(7): 691-698.
- HUANG Ke-jian, LU Min-ping, ZHOU Zhe, et al. Simultaneous qualitative and quantitative determination of seven anticoagulant rodenticides in whole blood and urine samples using on-line solid phase extraction with liquid chromatography-linear ion trap mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2015, 33(7): 691-698.
- [21] FILIGENZI M S, BAUTISTA A C, ASTON L S, et al. Method for the detection of desmethylbromethalin in animal tissue samples for the determination of bromethalin exposure[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2015, 63(21): 5 146-5 151.
- [22] SELJETUN K O, ELIASSEN E, KARINEN R, et al. Quantitative method for analysis of six anticoagulant rodenticides in faeces, applied in a case with repeated samples from a dog[J]. Acta Veterinaria Scandinavica, 2018, 60(1): 3.
- [23] 陈海燕, 陈晓红, 金米聪, 等. 高效液相色谱法对谷类食物中 4 种茚满二酮类鼠药的同时测定[J]. 分析测试学报, 2008, 27(9): 1 008-1 010, 1 013.
- CHEN Hai-yan, CHEN Xiao-hong, JIN Mi-cong, et al. Simultaneous determination of four indandione rodenticides in cereal by high-performance liquid chromatography[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2008, 27(9): 1 008-1 010, 1 013.
- [24] 宓捷波, 陈其勇, 赵孔祥, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定食品中 9 种抗凝血灭鼠剂的残留量[J]. 理化检验(化学分册), 2012, 48(3): 275-279.
- MI Jie-bo, CHEN Qi-yong, ZHAO Kong-xiang, et al. UHPLC-MS/MS determination of residual amounts of 9 anticoagulant rodenticides in foodstuffs[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2012, 48(3): 275-279.
- [25] 朱峰, 刘华良, 陈蓓, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法同时快速筛查检测食品中的 10 种抗凝血类鼠药[J]. 色谱, 2013, 31(5): 473-476.
- ZHU Feng, LIU Hua-liang, CHEN Bei, et al. Rapid simultaneous screening and detection of ten anticoagulant rodenticides in foods by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2013, 31(5): 473-476.