

裘丞军, 罗成江, 陈勇, 等. HPLC-DAD 法检测抗球虫中兽药颗粒剂中非法添加非泼罗尼 [J]. 畜牧与兽医, 2025, 57 (12): 68-75.

QIU C J, LUO C J, CHEN Y, et al. Determination of fipronil illegally added in anti-coccidiosis veterinary drug granules by HPLC-DAD [J]. Animal Husbandry & Veterinary Medicine, 2025, 57 (12): 68-75.

HPLC-DAD 法检测抗球虫中兽药颗粒剂中非法添加非泼罗尼

裘丞军¹, 罗成江¹, 陈勇¹, 周炜¹, 王彬¹, 屈健¹,
顾天天², 曾涛², 卢立志^{2*}

(1. 浙江省动物疫病预防控制中心, 浙江 杭州 311199;

2. 浙江省农业科学院畜牧兽医研究所/农产品质量安全全国重点实验室, 浙江 杭州 310021)

摘要: 为确定青蒿常山颗粒、三味抗球颗粒、五味常青颗粒等 3 种常用抗球虫兽药中是否非法添加非泼罗尼, 建立了高效液相色谱-二极管阵列 (HPLC-DAD) 检测方法。采用甲醇和水混合提取样品并稀释, C₁₈ 色谱柱 (150 mm×4.6 mm, 5 μm), 乙腈-水为流动相, 梯度洗脱, 流速 1.0 mL/min, 柱温 30 °C, 进样量 10 μL; 二极管阵列检测器检测, 扫描波长 190~400 nm, 检测波长 220 nm。通过色谱峰保留时间、峰纯度检查和光谱匹配相似度检查对非泼罗尼进行定性, 通过外标法进行定量。结果: 在该色谱条件下, 非泼罗尼与其他物质分离良好, 检测限和定量限均为 0.25 g/kg, 在 0.5~200 μg/mL 浓度范围内线性良好 ($R^2=0.9999$), 在 0.25、1.0、10.0 g/kg 这 3 个添加浓度下回收率为 93.0%~101.3%, RSD 为 0.3%~2.4%。综上, 本方法简便快捷、结果可靠、灵敏度高, 可适用于以上 3 种兽药中非法添加非泼罗尼的检测。

关键词: 非泼罗尼; 非法添加; 抗球虫兽药颗粒剂; 高效液相色谱

中图分类号: S852

文献标志码: A

文章编号: 0529-5130(2025)12-0068-08

Determination of fipronil illegally added in anti-coccidiosis veterinary drug granules by HPLC-DAD

QIU Chengjun¹, LUO Chengjiang¹, CHEN Yong¹, ZHOU Wei¹, WANG Bin¹, QU Jian¹,
GU Tiantian², ZENG Tao², LU Lizhi^{2*}

(1. Zhejiang Province Animal Disease Control Center, Hangzhou 311199, China;

2. Institute of Animal Husbandry and Veterinary Medicine, Zhejiang Academy of Agricultural Sciences/
State Key Laboratory for Quality and Safety of Agro-Products, Hangzhou 310021, China)

Abstract: A HPLC-DAD method was established to confirm the illegal addition of non-prednisolone in three veterinary medicine granules, including Qinghao changshan granules, Sanwei kangqiu granules and Wuwei changqing granules. The C₁₈ column (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used with acetonitrile water as the mobile phase, with a flow rate of 1.0 ml/min, column temperature of 30 °C, and injection volume of 10 μL; and a diode array detector was used for the detection, with a scanning wavelength of 190~400 nm, and detection wavelength of 220 nm. Fipronil was qualitatively determined by the retention time of chromatographic peak, peak purity and spectral similarity test, and quantitatively determined by peak area. The results showed that fipronil was well separated from the other substances, with a detection limit and quantification limit of 0.25 g/kg and good linearity ($R^2=0.9999$) in the concentration range of 0.5~200 μg/mL. The recovery rate was 93.0%~101.3% and RSD was 0.3%~2.4% at three added concentrations of 0.25, 1.0 and 5.0 g/kg. The detection method was proved to be easy, fast, reliable, and highly sensitive in detecting the illegal addition of fipronil in the above three veterinary drugs.

Keywords: fipronil; illegal addition; anti-coccidiosis veterinary drug granules; HPLC

收稿日期: 2025-02-14; 修回日期: 2025-10-12

基金项目: 浙江省“三农九方”农业科技协作计划项目 (2024SNJF042)

第一作者: 裘丞军, 男, 畜牧师

* 通信作者: 卢立志, 研究员, 博士生导师, 主要从事水禽育种生理生化研究, E-mail: lulizhibox@163.com。

非泼罗尼 (fiproni), 又名氟虫腈, 1994 年登记进入中国, 是一种含氟吡啶类广谱性杀虫剂。其作用机制是作为 γ -氨基丁酸 (GABA) 受体拮抗剂, 同时作用于谷氨酸门控氯离子通道 (GluCl) 受体, 有效地抑制氯离子流, 干扰神经系统的正常功能, 引起昆虫兴奋、痉挛从而导致死亡^[1-3]。非泼罗尼对昆虫的毒性比对哺乳动物的毒性大得多, 对半翅目、缨翅目、鞘翅目、鳞翅目等昆虫的灭杀具有高活性高敏感性, 在上世纪 90 年代后作为新型替代农药, 被广泛推广使用。但是随着研究的深入, 非泼罗尼的危害逐渐进入人们的视野, 被世界卫生组织列为“对人类有中度毒性”的化学品。非泼罗尼在环境土壤中半衰期在 33~130 d, 其代谢产物毒性更强, 对水生甲壳类生物有剧毒作用, 对水生鱼类也具有高风险高毒性^[4], 对蜜蜂等经济类昆虫有强毒副作用^[5]。非泼罗尼能够刺激啮齿类动物甲状腺激素的分泌而可能引起甲状腺良性和恶性的肿瘤产生^[6]。接触非泼罗尼会对各种身体系统造成轻微、暂时的影响, 如对人体的神经、消化和循环系统都有一定的影响^[7], 可能还有一定的生殖毒性^[8]。世界卫生组织的资料显示, 如果人食用了非泼罗尼则可能会导致肝损伤, 严重的还可能会导致肾衰竭以及甲状腺受损。有证据表明, 非泼罗尼可以通过饲料、饮水甚至环境污染畜禽水产等产品^[9-11], 从而影响人类健康。鉴于非泼罗尼生态风险、残留风险较大, 其作为农药已经相继被欧盟、日本、世卫组织和联合国粮农组织等限制使用。我国也发布了第 1157 号公告, 规定自 2009 年 10 月 1 日起, 除卫生用、玉米等部分旱田种子包衣剂外, 在我国境内停止销售和使用用于其他方面的含氟虫腈 (即非泼罗尼) 成分的农药制剂。于 2017 年发布农业部 2583 号公告, 禁止非泼罗尼及相关制剂用于食品动物。目前非泼罗尼主要用于犬、猫等宠物体表跳蚤、犬蜱及其他体表害虫的防治。

2017 年震惊全球波及欧洲多个国家的“毒鸡蛋”事件将食品安全再次推向公众的视野, 非泼罗尼的使用再一次得到了广泛的关注。相关研究表明在非泼罗尼禁用和禁用后, 依然可以在农产品中检出其残留^[12]。在中国 13 大类 240 份膳食样品中非泼罗尼检出率为 10.4%, 其中动物源性食品非泼罗尼检出占 63.3%^[13]。这可能是个别兽药生产企业, 为追求使用效果, 在驱虫兽药制剂中非法添加非泼罗尼, 对畜禽安全生产和畜产品安全构成较大威胁。目前, 兽用驱虫化药粉剂和中药散剂中非法添加非泼罗尼的方法有农业部公告第 2571 号和相关文献报道^[14-17], 而驱虫中药颗粒剂中添加非泼罗尼更加隐蔽, 且检测方法未见文献和国家标准方法。因此建立用于检测抗球虫

中兽药颗粒剂中非法添加非泼罗尼的方法十分必要。

目前非泼罗尼含量的测定主要有传统的方法如气相色谱法^[18-20]、液相色谱法^[14-15, 21]、气相色谱法串联质谱法^[22-24]和液相色谱串联质谱法^[17, 25], 还有新型酶联免疫法^[26-28]、传感器法^[29-31]等。本试验在参考相关标准和文献的基础上, 针对青蒿常山颗粒、三味抗球颗粒、五味常青颗粒等 3 种常用抗球虫兽药中非法添加非泼罗尼的高效液相色谱-二极管阵列 (HPLC-DAD) 测定方法进行研究和验证, 为保障兽药产品的质量安全、评估兽药使用风险提供可靠的技术支持, 具有重要的现实意义。

1 材料与方 法

1.1 仪器、试剂和试药

Agilent 1260 高效液相色谱仪 (配备二极管阵列检测器), 色谱柱 ZORBAX SB-C₁₈ (5 μ m, 4.6 mm \times 150 mm) 和 Eclipse Plus C₁₈ (5 μ m, 4.6 mm \times 150 mm) 均购自 Agilent 公司, 色谱柱 Symmetry C₁₈ (5 μ m, 4.6 mm \times 150 mm) 购自 Waters 公司, XSE205 精密电子天平购自 Mettler 公司, YP2002N 电子天平购自上海精密科学仪器有限公司, KQ-500E 超声波清洗仪购自昆山超声仪器有限公司。

甲醇、乙腈均是色谱纯, 购自 Fisher 公司; 非泼罗尼对照品, 含量 98.9%, 来源于中国兽医药品监察所, 批号 H0881709; 五味常青颗粒来自金华施比龙生物科技有限公司, 批号为 240701; 青蒿常山颗粒来自四川美嘉龙生物科技有限公司, 批号为 20240601; 三味抗球颗粒来自浙江金大康动物保健品有限公司, 批号为 2024060501。

阳性样品基于 3 种兽药样品自制, 在每种兽药基质中分别添加非泼罗尼对照品适量, 混匀, 制备成含非泼罗尼 0.25、1.0、10 g/kg 的试样各 3 批, 共 9 批次阳性样品。

1.2 非泼罗尼标准储备溶液和标准溶液

精密称取非泼罗尼标准品 25 mg, 置 50 mL 容量瓶中, 加适量甲醇超声溶解, 加甲醇稀释至刻度, 混匀, 制取标准储备溶液, 浓度为 500 μ g/mL。

精密移取非泼罗尼标准储备溶液 1.00 mL, 置 25 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释定容至刻度, 混匀, 制取标准溶液, 浓度为 20 μ g/mL。

1.3 试样溶液的处理

称取试样 1.0 g, 置 50 mL 容量瓶中, 加 2.5 mL 水浸润使试样颗粒分散崩解, 加适量甲醇超声溶解 5 min, 取出放置冷却至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀; 精密移取 5.00 mL, 置 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

1.4 色谱条件

采用 ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱 (5 μm, 4.6 mm×150 mm), 柱温为 30 ℃; 进样体积为 10 μL; 采用二极管阵列检测器, 扫描波长 190~400 nm, 检测波长 220 nm; 流动相组成和流速见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/(mL·min ⁻¹)	水/%	乙腈/%
0.0	1.0	35	65
6.0	1.0	35	65
6.1	1.0	5	95
8.0	1.0	5	95
8.1	1.0	35	65
13.0	1.0	35	65

1.5 专属性与系统适用性试验

按照上述 1.3 试样溶液的处理方法分别制备 3 种兽药颗粒制剂的阴性试样溶液和含非泼罗尼 10 g/kg 的阳性试样溶液, 并连同非泼罗尼标准品溶液按照上述色谱条件进样分析, 记录各自色谱图。

1.6 峰纯度和光谱相似度检查

将非泼罗尼标准品溶液 (20 μg/mL) 上机分析, 记录光谱图, 以此光谱图为标准建立数据库; 同时将 1.5 中制备的 3 种阳性试样溶液 (含非泼罗尼 10 g/kg) 上机测定, 并对其色谱峰进行纯度检查, 对光谱图进行光谱数据库匹配分析。

1.7 线性及范围

分别精密移取非泼罗尼标准储备溶液适量, 用甲醇稀释配制成浓度为 0.5、1、5、10、20、50、100、200 μg/mL 的系列标准溶液, 按上述液相色谱方法分

析, 记录色谱图。

1.8 检测限和定量限

取 1.5 中制备的 3 种兽药颗粒制剂的阴性试样溶液, 添加适量非泼罗尼标准品溶液, 制成一定浓度的非泼罗尼上机溶液, 按上述液相方法分析, 记录色谱图和光谱图。

1.9 回收率和精密度试验

按照上述 1.3 试样溶液的处理方法分别制备非泼罗尼含量为 0.25、1.0、10 g/kg 的各抗球虫兽药颗粒制剂阳性试样溶液, 每种制剂和浓度水平做 6 次平行试验, 上机检测, 并且连续考察 3 d, 记录色谱图。

1.10 耐用性考察

取 1.9 中非泼罗尼含量为 0.25 g/kg 的阳性试样溶液作为耐用性考察溶液, 分别微调流动相比例、流速、柱温以及更换色谱柱等条件, 通过测定色谱峰的变化以及回收率的差异来判定方法的耐用性。

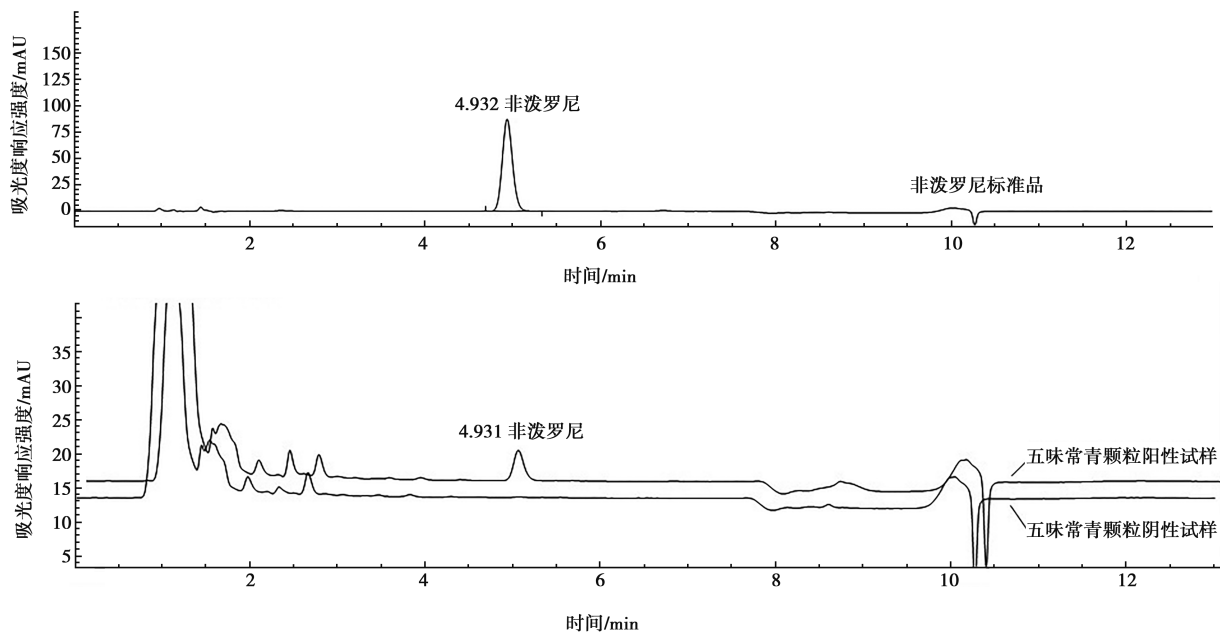
1.11 样品检测

对实验室抽取的分别来自福建圣维生物科技有限公司、四川美嘉龙生物科技有限公司、浙江金大康动物保健品有限公司、金华施比龙生物科技有限公司等相应抗球虫颗粒兽药 10 批次按照本研究建立的方法进行检测, 记录结果。

2 结果与分析

2.1 专属性与系统适用性试验

如图 1 所示, 非泼罗尼的出峰时间为 4.932 min, 对称因子为 0.90, 峰型良好, 3 种兽药颗粒制剂阴性试样溶液非目标物质出峰时间大部分位于 1~4 min, 对非泼罗尼的测定无基质干扰。



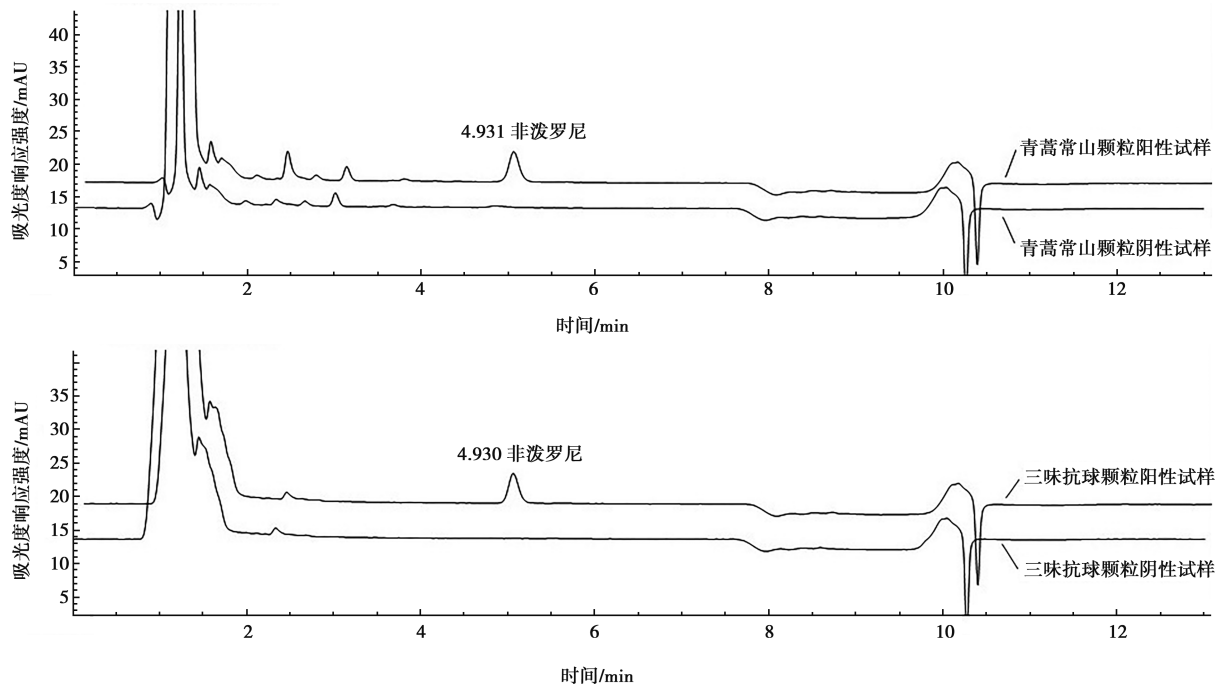


图1 非泼罗尼标准品和3种抗球虫兽药颗粒制剂溶液色谱

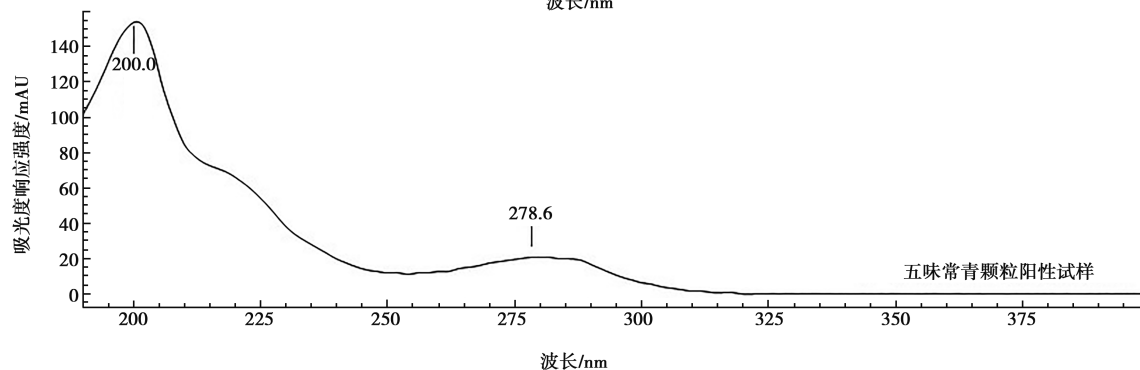
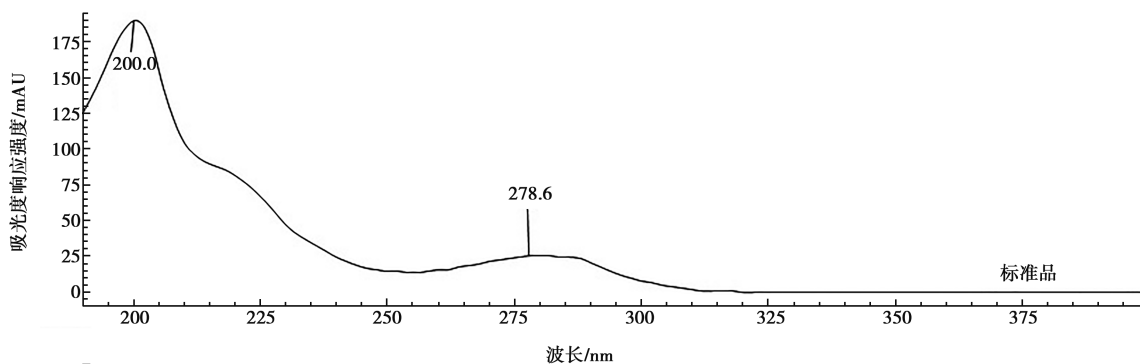
2.2 峰纯度和光谱相似度检查

由表2和图2可知,3种制剂中非泼罗尼色谱峰纯度因子与标准品溶液色谱峰纯度因子相当,均在阈

值限值内,为单一物质峰;3种制剂溶液色谱峰与数据库中标准品溶液色谱峰匹配度均大于999,可以判定为同一物质。

表2 3种抗球虫兽药颗粒制剂阳性试样溶液中非泼罗尼的峰纯度检查

阳性试样	纯度阈值	纯度因子	纯度结果	匹配度	匹配结果
五味常青颗粒	999.820	999.872	单一物质峰	999.998	相似
青蒿常山颗粒	999.944	999.971	单一物质峰	999.998	相似
三味抗球颗粒	999.957	999.975	单一物质峰	999.998	相似



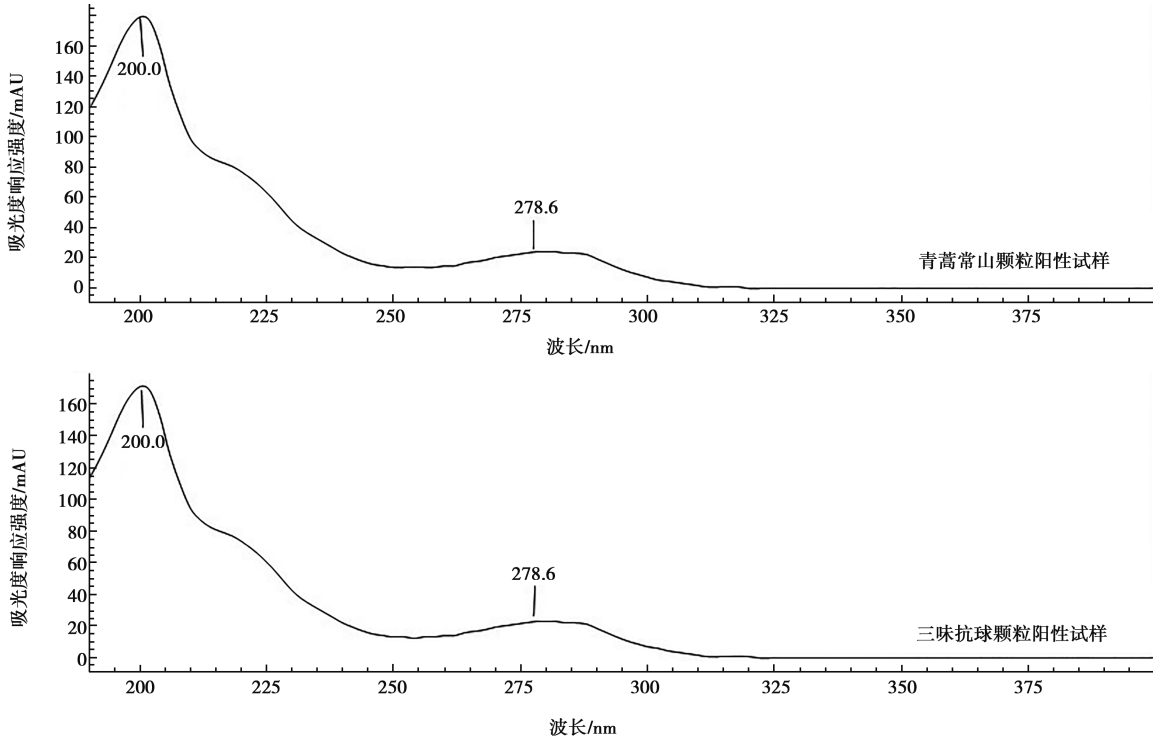


图 2 非泼罗尼标准溶液以及 3 种抗球虫兽药颗粒制剂阳性试样溶液光谱

2.3 线性及范围

由图 3 可知，回归方程为 $y=34.68x+13.844$ ，相关系数 $R^2=0.9999$ ，表明非泼罗尼在 $0.5 \sim 200 \mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 检测限和定量限

综合分析上机溶液的色谱图和光谱图，进行双重定性，以非泼罗尼光谱未失真的最小浓度作为本方法的检测限，以色谱峰信噪比大于 10 的浓度作为本方法的定量限。结果如图 4，在 3 种抗球虫兽药颗粒制剂中非泼罗尼达到 $0.25 \text{ g}/\text{kg}$ 时，光谱均未失真，小于该浓度，光谱均失真；而在该浓度下，非泼罗尼色

谱峰的信噪比也大于 10，各信噪比见图 5，因此非泼罗尼的检测限和定量限均为 $0.25 \text{ g}/\text{kg}$ 。

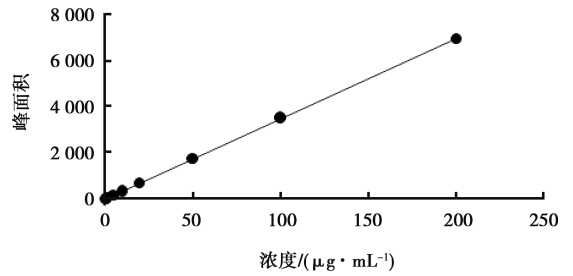


图 3 非泼罗尼标准曲线

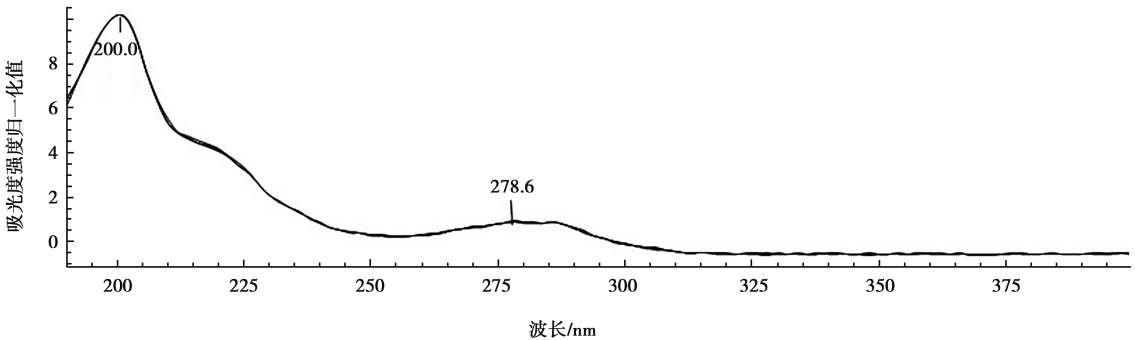


图 4 3 种抗球虫兽药颗粒制剂中非泼罗尼检测限光谱

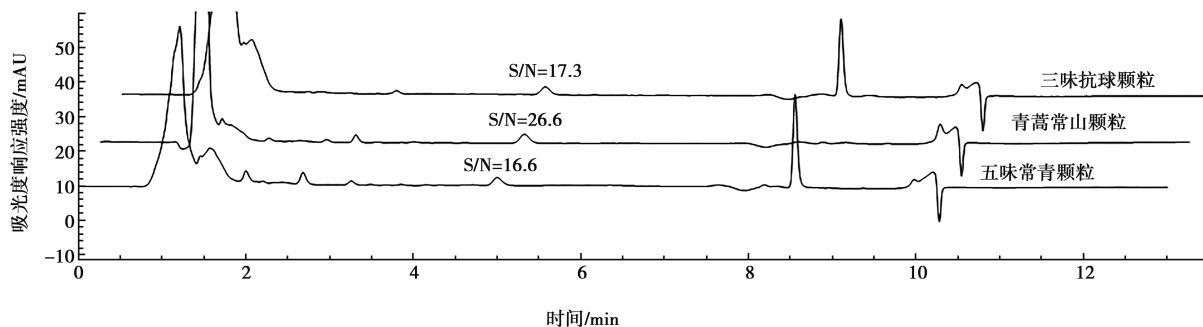


图5 3种抗球虫兽药颗粒制剂中非泼罗尼定量限色谱

2.5 回收率和精密度试验

在五味常青颗粒、青蒿常山颗粒和三味抗球颗粒中添加非泼罗尼的回收率在 93.0% ~ 101.3% 之间，日内变异系数在 0.3% ~ 1.7%，日间变异系数在 0.3% ~ 2.4%，表明方法的回收率、重复性精密度和再现性精密度均较好（表3）。

2.6 耐用性

由表4可知，色谱参数的变化主要导致了非泼罗尼保留时间的变化，色谱柱的性能差异导致色谱峰的理论塔板数、对称因子稍微有变化，但是回收率均未发生明显变化，纯度因子和匹配度均符合要求。因此表明本方法耐用性较好，可以满足非泼罗尼的检测要求。

表3 3种抗球虫兽药颗粒制剂中非泼罗尼在不同添加浓度下的回收率及精密度 (n=6)

样品	添加浓度/ (g · kg ⁻¹)	平均回 收率/%	日内变异 系数/%	日间变异 系数/%
五味常青颗粒	0.25	98.4	1.5	2.4
	1	96.8	1.7	0.3
	10	93.0	0.9	0.6
青蒿常山颗粒	0.25	101.3	0.8	1.4
	1	99.9	0.9	0.5
	10	93.7	0.4	0.7
三味抗球颗粒	0.25	97.7	0.9	1.3
	1	96.5	0.4	0.3
	10	93.6	0.3	0.4

表4 耐用性检测

项目	参数条件	保留时间/min	对称因子	理论塔板数	纯度因子	匹配度	回收率/%
原始参数	乙腈：水 = 65：35，流速 1.0 mL/min，柱温 30 °C， 色谱柱 ZORBAX SB-C ₁₈	4.931	0.90	8 070	999.935	999.774	99.6
	乙腈：水	63：37	5.586	0.92	8 614	999.979	999.557
流速/ (mL · min ⁻¹)	67：33	4.394	0.92	8 324	999.915	999.615	99.4
	0.9	5.457	0.85	8 342	999.935	999.810	98.9
柱温/°C	1.1	4.480	0.88	8 249	999.937	999.787	99.6
	27	5.032	0.85	8 564	999.942	999.800	99.3
色谱柱	33	4.824	0.85	8 196	999.915	999.710	98.7
	Eclipse Plus C ₁₈	3.633	0.74	5 437	999.933	999.764	98.3
	Symmetry C ₁₈	5.756	0.92	9 033	999.906	999.408	98.8

2.7 样品检测

按照本试验方法对实验室的 10 批次抗球虫颗粒

兽药样品进行检测，结果见图 6，均未检出非泼罗尼。

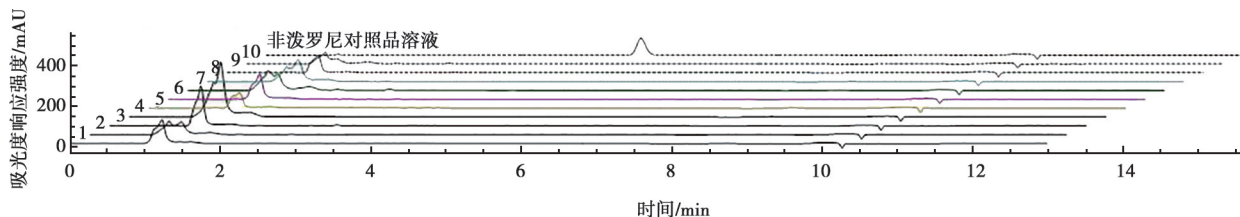


图 6 10 批次抗球虫兽药颗粒样品检测色谱

3 讨论

非泼罗尼在甲醇、丙酮、二氯甲烷和二甲基亚砷中均易溶解^[32-33]，在水中几乎不溶。本试验中的 3 种兽药颗粒制剂均有较强的水溶性，而在甲醇中却不易分散，如果直接采用甲醇提取，非泼罗尼会被兽药颗粒包裹，由于物理隔挡，难以完全被萃取溶解，因此本方法先用少量水浸润颗粒，使其分散崩解，后采用大量甲醇提取，试验证明少量水对提取效果无影响。这与目前兽药中非泼罗尼的检测均采用甲醇作为提取溶剂有了较大区别和针对性^[14-16]。

农业部第 2138 号公告中非泼罗尼的测定液相法采用甲醇-乙腈-水体系作为流动相；GB 23200.115—2018《食品安全国家标准 鸡蛋中氟虫腈及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》采用甲醇-甲酸乙酸铵水溶液体系作为流动相；也有农业部公告第 2571 号和其他兽药中非泼罗尼的测定采用乙腈-水体系作为流动相^[14-17]。针对不同的基质和不同的检测器上述几种流动相均能有效分离定量，但是本试验中发现，在乙腈中非泼罗尼的响应更高，理论塔板数更大，洗脱能力更好，分离效果也更好，因此本试验采用乙腈和水作为流动相。同时采用梯度洗脱，相较于农业部公告第 2571 号等初始流动相乙腈比例为 70%，本试验优化了初始流动相乙腈比例为 65%，使非泼罗尼保留时间适当延后，便于将制剂中其他溶解成分洗脱出来，避免干扰。

非泼罗尼在提取稀释后，进样超过 10 μL 时，在色谱行为中目标峰易导致变宽或开叉，这是由于进样溶液和初始流动相溶液不一致导致，进样溶液甲醇比例达到了约 99.5%，可以通过减少进样体积以减少溶剂效应，从而改善色谱峰型。

试验中发现，分析纯级甲醇作为提取剂和稀释剂在进入色谱后，在非泼罗尼色谱峰的保留时间附近有相应的干扰峰，对非泼罗尼的分离和定量产生一定的影响，而色谱纯甲醇不存在这一现象，这可能和分析纯甲醇生产的批次或者生产厂家有关系，因此建议使用色谱纯甲醇。

本方法通过对保留时间一致性比较、色谱峰纯度检查、光谱相似度检查等 3 个维度的判断，排除了大部分干扰，提高了检测的准确性，并通过外标法进行定量，灵敏度、准确度均较高，专属性强，检测限为 0.25 g/kg，完全能够满足并且非常适用于五味常青颗粒、青蒿常山颗粒、三味抗球颗粒这 3 种抗球虫兽药颗粒中非法添加非泼罗尼的定性筛查和定量检测，为相关部门开展风险筛查提供了借鉴和支持。

参考文献：

- [1] 马志卿, 陈安良, 冯俊涛, 等. 阿维菌素和氟虫腈对粘虫的毒杀作用比较 [J]. 农药学报, 2003, 5 (4): 37-41.
- [2] 任青云, 贺红武, 冯新民. 氟虫腈及其中间体的合成研究进展 [J]. 农药, 2004, 43 (12): 529-531, 574.
- [3] 张宝燕. 氟虫腈和顺式硝基新烟碱化合物的细胞毒性及作用机理研究 [D]. 上海: 华东理工大学, 2015.
- [4] 徐汉卿. 氟虫腈诱导斑马鱼幼鱼及 SH-SY5Y 和 HaCaT 细胞的毒性效应与机理 [D]. 北京: 中国农业科学院, 2018.
- [5] 杨艳霞, 金绍强, 李少南, 等. 五种杀虫剂对蜜蜂的经口毒性及风险评价 [J]. 农药学报, 2008, 10 (2): 226-231.
- [6] VIDAU C, BRUNET J L, BADIOU A, et al. Phenylpyrazole insecticides induce cytotoxicity by altering mechanisms involved in cellular energy supply in the human epithelial cell model Caco-2 [J]. Toxicol in Vitro, 2009, 23 (4): 589-597.
- [7] 侯莉莉, 李艳, 张冷思, 等. 氟虫腈的毒作用机理及其残留的检测方法 [J]. 安徽农业科学, 2020, 48 (3): 8-10.
- [8] 张芳芳, 洪雅青, 张幸. 氟虫腈的毒理学研究进展 [J]. 职业与健康, 2008, 24 (20): 2211-2213.
- [9] 高蓉, 陈景衡, 赵人峥. 河虾体中氟虫腈残留量气相色谱法测定 [J]. 中国公共卫生, 2005, 21 (5): 624.
- [10] 刘善普, 刘雨昕, 陆桂萍, 等. 液相色谱-四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱测定鸡蛋及鸡肉中氟虫腈及其代谢物残留的研究 [J]. 中国兽药杂志, 2017, 51 (10): 29-38.
- [11] 郭德华, 时逸吟, 李优, 等. 固相萃取-液相色谱-四极杆飞行时间质谱法快速筛查禽蛋及蛋制品中氟虫腈及其代谢物 [J]. 色谱, 2017, 35 (12): 1216-1223.
- [12] 李敏, 曲蕊蕊, 叶纪明, 等. 氟虫腈登记使用现状及管理建议 [J]. 农药科学与管理, 2014, 35 (6): 4-6.
- [13] 陈达炜, 李少华, 吕冰, 等. 中国 20 个省份膳食氟虫腈污染状况及健康风险评估 [J]. 中华预防医学杂志, 2019, 53 (12): 1242-1246.
- [14] 吴燕, 李辉, 穆阿丽, 等. HPLC-DAD 法测定 2 种中兽药散剂

- 中非法添加非泼罗尼 [J]. 中兽医医药杂志, 2019, 38 (3): 42-46.
- [15] 杨星, 丁双阳, 赵富华, 等. HPLC-PDA 法测定 3 种兽药中非法添加非泼罗尼 [J]. 中国兽药杂志, 2018, 52 (8): 19-24.
- [16] 李辉, 吴燕, 刘鑫, 等. HPLC-DAD 法测定 2 种阿苯达唑伊维菌素制剂中非法添加非泼罗尼 [J]. 畜牧与兽医, 2019, 51 (8): 67-72.
- [17] 杨修镇, 陈玲, 尹伶灵, 等. 液相色谱-串联质谱法测定阿维菌素粉中非法添加非泼罗尼的研究 [J]. 中国兽药杂志, 2018, 52 (4): 32-37.
- [18] 陈志涛, 丁立平, 吴文凡, 等. 分散固相萃取-气相色谱法测定水产品中氟虫腈和丁烯氟虫腈的残留 [J]. 农药, 2014, 53 (12): 904-905.
- [19] 赵丽, 洪雪花, 荣国琼, 等. 气相色谱法测定水果中氟虫腈农药残留 [J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8 (10): 3921-3924.
- [20] 杨进劫, 乐诗文, 赵琴. 一次性滴管辅助的分散液液微萃取-气相色谱法快速测定环境水样中的氟虫腈及其代谢产物 [J]. 分析科学学报, 2023, 39 (4): 383-390.
- [21] 刘媛, 刘佳, 唐道邦, 等. 香豆素类荧光衍生试剂的合成及其柱前衍生氟虫腈 HPLC-FLD 检测方法的建立 [J]. 食品科学, 2022, 43 (20): 343-351.
- [22] 沈伟健, 柳菡, 张睿, 等. 气相色谱-负化学源质谱法测定禽蛋及蛋制品中 氟虫腈及其代谢物 [J]. 色谱, 2017, 35 (12): 1224-1228.
- [23] 韩超, 胡贝贞, 金娜, 等. 气相色谱-负化学源-串联质谱法测定动物源食品中氟虫腈及其 4 种代谢产物残留量 [J]. 食品科学, 2020, 41 (16): 327-331.
- [24] 张仙, 胡西洲, 张隽娴. QuEChERS-气相色谱/质谱法测定牛奶中氟虫腈及其代谢物的残留量 [J]. 分析科学学报, 2022, 38 (4): 508-512.
- [25] 尹伶灵, 陈燕, 杨修镇, 等. 超高效液相色谱串联质谱法快速检测鸡蛋和鸡肉中的非泼罗尼及其代谢物的残留量 [J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8 (12): 4776-4781.
- [26] 余向阳, 颜春荣, 刘贤进. 单克隆抗体间接竞争 ELISA 测定水体中氟虫腈 [J]. 环境科学学报, 2004, 24 (5): 910-914.
- [27] 郑尊涛. 杀虫剂吡虫啉和氟虫腈的酶联免疫吸附测定 (ELISA) 技术研究 [D]. 杭州: 浙江大学, 2004.
- [28] 张二敬, 李玉静, 李紫然, 等. 氟虫腈单克隆抗体的制备及其在牛乳检测中的应用 [J]. 乳业科学与技术, 2021, 44 (6): 20-24.
- [29] 程慧, 冯灏, 李诗瑶, 等. 基于核酸适配体传感器快速检测鸡蛋中氟虫腈 [J]. 食品科学, 2021, 42 (4): 326-332.
- [30] 高慧霖. 基于环糊精/石墨烯电化学传感器的构建及其氟虫腈快速检测性能研究 [D]. 广州: 仲恺农业工程学院, 2023.
- [31] 冯婷婷, 闫姝竹, 黄瑜. 基于氧化石墨烯的荧光传感器检测氟虫腈 [J]. 分析试验室, 2024, 43 (12): 1703-1707.
- [32] 周漪涟. 氟虫腈及其代谢产物检测新方法研究 [D]. 武汉: 武汉科技大学, 2021.
- [33] 卞华, 刘振宇, 周泽琳. 氟虫腈检测技术及国内外标准制定研究进展 [J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13 (16): 5227-5234.