高效毛细管电泳法检测淡水鱼肉中阿莫西林和 氨苄西林残留方法的建立

孙雪峰, 王方雨*

(河南省农业科学院 动物免疫学重点实验室,河南 郑州 450000)

摘 要:为建立一种基于高效毛细管电泳技术、可同时高效检测淡水鱼肉中阿莫西林和氨苄西林残留的高通量检测方法,选用鲢鱼作为淡水鱼的代表,以空白鱼肉为试材,使用二极管阵列检测器进行检测。结果表明:样品经乙腈提取、旋转蒸发仪浓缩、固相萃取柱萃取后,在pH 7.85的30 mmol/L硼砂溶液缓冲体系中,检测波长210 nm、检测电压20 kV、检测温度25 $^{\circ}$ C的电泳条件下,阿莫西林和氨苄西林在20 min内能够实现基线分离;在0.02 $^{\circ}$ 10.00 $^{\circ}$ 10.00

关键词: 高效毛细管电泳; 阿莫西林; 氨苄西林; 残留

Establishment of a High Performance Capillary Electrophoresis Method for the Determination of Amoxicillin and Ampicillin Residues in Freshwater Fish

SUN Xuefeng, WANG Fangyu*

(Key Laboratory of Animal Immunology, Henan Academy of Agricultural Sciences, Zhengzhou 450000, China)

Abstract: This study established a high-throughput method for the simultaneous and efficient detection of amoxicillin and ampicillin residues in silver carp as a representative of freshwater fish using high performance capillary electrophoresis (HPCE) with a diode array detector. Samples were extracted with acetonitrile, concentrated by rotary evaporation and cleaned up using a solid phase extraction (SPE) column. The capillary column was washed with 30 mmol/L borax buffer solution at pH 7.85. The detection wavelength, voltage and temperature were set at 210 nm, 20 kV and 25 °C, respectively. Baseline separation of amoxicillin and ampicillin was accomplished within 20 min. The peak area of amoxicillin and ampicillin showed a linear correlation with their concentrations in the range of 0.02–10.00 μg/mL, with correlation coefficients (*R*²) greater than 0.990. The recoveries of amoxicillin and ampicillin spiked in freshwater fish were 78.90%–85.72% and 75.36%–86.34%, respectively, with within-day coefficient of variation (CV) less than 8.01% and 8.06%, respectively.

Keywords: high performance capillary electrophoresis; amoxicillin; ampicillin; residue

DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20221109-149

中图分类号: TS251.7

文献标志码: A

文章编号: 1001-8123 (2023) 06-0029-05

引文格式:

孙雪峰, 王方雨. 高效毛细管电泳法检测淡水鱼肉中阿莫西林和氨苄西林残留方法的建立[J]. 肉类研究, 2023, 37(6): 25-33. DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20221109-149. http://www.rlyj.net.cn

SUN Xuefeng, WANG Fangyu. Establishment of a high performance capillary electrophoresis method for the determination of amoxicillin and ampicillin residues in freshwater fish[J]. Meat Research, 2023, 37(6): 25-33. (in Chinese with English abstract) DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20221109-149. http://www.rlyj.net.cn

收稿日期: 2022-11-09

基金项目: "十三五"国家重点研发计划重点专项(2019YFC1605701)

第一作者简介: 孙雪峰(1981—)(ORCID: 0000-0002-7943-6442),女,高级兽医师,硕士,研究方向为生物技术与食品安全。 E-mail: sunxuefeng2021@126.com

*通信作者简介: 王方雨(1978—)(ORCID: 0000-0002-4791-5916),男,研究员,博士,研究方向为生物技术与食品安全。 E-mail: 13938559288@126.com 随着经济的发展、收入的增加及饮食健康意识的逐步增强,消费者对蛋白质的需求也越来越大,水产品作为谷类和牛乳以外的主要蛋白质来源,其占人类需求总蛋白质和动物蛋白质的比例分别达到6.5%和16.4%。2018年据联合国粮食及农业组织统计,水产养殖已成为全球食品方面增长最快的蛋白质提供源,平均以每年8%的速率持续增长。据统计,2021年,我国水产品总产量达到6 463 万t,其中人工养殖水产品产量高达5 388 万t,人工养殖水产品总产量远超天然生产水产品产量,也是全球唯一的人工养殖水产品产量超过天然生产水产品产量的国家^[1]。随着人工养殖水产品产量的增加,水产品的安全问题逐渐凸显。我国作为水产养殖大国有多种养殖模式,但人工养殖的整体特点是生产密度高,该模式导致兽药残留成为影响动物源性水产品质量安全的关键。

阿莫西林和氨苄西林作为2 种常见易得的β-内酰胺类抗生素在水产养殖过程中疾病预防与临床治疗上使用非常广泛。截至到2019年,除了美国、加拿大和澳大利亚对动物源水产品肉中阿莫西林、氨苄西林的最大残留限量(maxium residue limit,MRL)未作规定外,中国、国际食品法典委员会、欧盟、海湾阿拉伯国家合作委员会、韩国、智利和新西兰等国家、地区和国际组织对动物源性水产品中的阿莫西林、氨苄西林等β-内酰胺类药物的MRL均进行了限定,虽然各个国家、地区和国际组织对动物源性水产品的具体种类或组织部位要求不尽相同,但是阿莫西林的MRL和氨苄西林的MRL一致,均为50 μg/kg^[2]。

目前,兽药残留的检测方法主要有高效液相色谱法(high performance liquid chromatography,HPLC)^[3-4]、气相色谱-质谱联用法(gas chromatography-mass spectrometry,GC-MS)^[5-6]、LC-MS法^[7-10]、毛细管法^[11-14]等。农业部和出入境检验检疫部门针对阿莫西林和氨苄西林的残留现行的检测方法主要有GC-MS、HPLC、放射受体分析法、免疫胶体金法和酶联免疫法等。本研究建立了一种高效毛细管电泳分离法,使用二极管阵列检测器同时对淡水鱼肉中阿莫西林和氨苄西林的残留进行检测,为淡水鱼肉中阿莫西林和氨苄西林的兽药残留检测提供一种新的检测方法。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

淡水鲢鱼肌肉组织(10 份) 浙江海洋水产养殖研究所。

阿莫西林标准品(纯度87.0%)、氨苄西林标准品 (纯度85.6%) 中国兽医药品监察所;氢氧化钠、四 硼酸钠、磷酸二氢钠(均为分析纯)、乙腈(色谱纯) 国药集团化学试剂有限公司;实验用水均为超纯水。

1.2 仪器与设备

7100毛细管电泳仪(配备二极管阵列检测器) 美国安捷伦科技公司;Heraeus Multifuge×1R高速冷冻离心机热电实验设备有限公司;RE-52AA旋转蒸发仪 上海亚荣生化有限公司;Scientz-48 L组织研磨器、冷冻型高通量组织研磨器 宁波新芝生物科技股份有限公司。

1.3 方法

1.3.1 溶液配制

1.3.1.1 标准储备液

分别称取阿莫西林标准品114.94 mg、氨苄西林标准品116.82 mg,用水溶解并定容于100 mL棕色容量瓶中,置于4℃冰箱保存,备用。

1.3.1.2 缓冲溶液

30 mmol/L四硼酸钠缓冲溶液: 称取适量的十水四硼酸钠,按照30 mmol/L的浓度,加水溶解,并用20 mmol/L稀盐酸溶液调节pH值为7.85,用0.22 μm水系滤膜过滤,备用。用前超声波脱气5~10 min。

1.3.2 毛细管预处理

开机用1 mol/L NaOH冲洗5 min,等待5 min,超纯水冲洗5 min,30 mmol/L四硼酸钠缓冲溶液冲洗5 min,20 kV预电泳20 min;2 次运行之间采用0.1 mol/L NaOH、超纯水和30 mmol/L四硼酸钠缓冲溶液分别冲洗毛细管各5 min,以保证良好的重现性。

1.3.3 样品的采集和处理

选用鲢鱼作为淡水鱼的代表,进行实验。称取空白匀浆鱼肉组织1.000 g于5 mL洁净离心管中,加入混合标准溶液1.00 mL,漩涡振荡后4 ℃冰箱放置30 min,加入pH 7.85的0.01 mmol/L磷酸二氢钠溶液1.00 mL,涡旋振荡提取后,放入冷冻离心机中,5 500 r/min离心20 min。移取上清液至另一个5 mL洁净离心管中,加入乙腈1 mL,涡旋振荡,放入冷冻离心机中5 500 r/min离心20 min。取上清液50 ℃旋转蒸发干燥后,再用2.0 mL超纯水溶解,得样品提取液。

取MCX固相萃取柱, 先用3 mL超纯水淋洗活化,取样品提取液,以1 滴/s的流速过柱,用3 mL超纯水淋洗,收集洗液,再用3 mL体积分数80%乙腈水溶液进行洗脱,收集洗脱液;将收集的洗液和洗脱液50 ℃水浴蒸干,用1 mL超纯水溶解,过0.22 μm微孔滤膜,4 ℃保存备用。

1.3.4 高效毛细管电泳法检测波长和电泳条件的选择

检测波长的选择:分别取配制好的质量浓度 10.00 μg/mL阿莫西林标准溶液、10.00 μg/mL氨苄西林标准溶液、10.00 μg/mL阿莫西林和氨苄西林混合标准溶液,于波长190~220 nm下进行紫外扫描,依照毛细管电泳波长选择的原则,在基质不干扰的情况下取最大灵敏度时的波长。

电泳条件的选择:在确定的检测波长下,根据文献^[15-18]报道,以及阿莫西林和氨苄西林毛细管电泳图谱基线的平稳度、药物分离度、峰形的好坏等对电泳条件进行筛选,包括缓冲体系、缓冲体系的pH值、电压和分离温度的选择。

1.3.5 标准曲线的绘制

按实验方法对0.02、0.10、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00 μ g/mL的2 种药物混合标准溶液进行测定。每个质量浓度重复测定3 次取平均值,以峰面积(y) 对质量浓度(x, μ g/mL) 作线性回归曲线。

1.3.6 灵敏度测定

取空白鱼肉样品,设7个平行,按照1.3.4节选定检测波长和设定电泳条件进行检测,以连续测定空白样品溶液响应值的3倍标准偏差所对应的峰面积代入药物标准曲线回归方程计算出的药物含量作为检测限;以连续测定空白溶液响应值的10倍标准偏差所对应的峰面积代入相应标准曲线回归方程计算出的药物含量作为定量限。

1.3.7 准确度与精密度测定

将不同质量浓度的标准工作液按样品处理方法添加到空白匀浆鱼肉组织,使组织中各个药物的加标量分别为20、40、100、200 μg/kg,进行添加回收实验,每个加标量做5个平行,根据峰面积计算药物含量,从而求得加标回收率和日内变异系数。

1.4 数据处理

利用Microsoft Office Excel(2010版)软件对实验数据进行分析。

2 结果与分析

2.1 高效毛细管电泳法检测波长和电泳条件的选择

2.1.1 高效毛细管电泳法检测波长的选择

依照毛细管电泳波长选择的原则,在基质不干扰的情况下取最大灵敏度时的波长,故选择210 nm为检测波长,所得毛细管电泳图如图1~3所示。

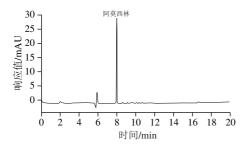


图 1 阿莫西林标准溶液毛细管电泳图

Fig. 1 Capillary electrochromatogram of amoxicillin standard solution

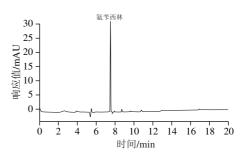


图 2 氨苄西林标准溶液毛细管电泳图

Fig. 2 Capillary electrochromatogram of ampicillin standard solution

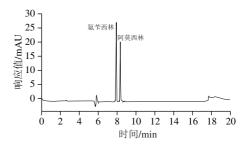


图 3 阿莫西林与氨苄西林混合标准溶液毛细管电泳图

Fig. 3 Capillary electrochromatogram of mixed standard solution of amoxicillin and ampicillin

2.1.2 高效毛细管电泳法电泳条件的选择

缓冲体系的选择:考察15、20、25、30、35 mmol/L的四硼酸钠缓冲液,硼酸盐浓度较低时,各药物出现前沿峰,且基线不能分离;随着硼酸盐浓度的增加,药物的迁移时间延长,峰形较好,且基线分离,最终选用30 mmol/L四硼酸钠缓冲液作为检测的缓冲体系。

缓冲体系pH值的选择:用稀盐酸溶液将30 mmol/L四硼酸钠缓冲溶液的pH值分别调至6.6、7.0、7.4、7.85、8.2、8.4,pH值较低时,分离效果好,但出锋时间较长,最长达40 min; pH值较高时,出锋时间缩短,最终选择缓冲溶液的pH值为7.85,阿莫西林和氨苄西林的峰形较好,基线分离,且出峰时间在10 min以内。

电压的选择:考察16、18、20、22、24 kV等电压对阿莫西林和氨苄西林分离度的影响,峰高随着电压的增大而增高,但电压过高会导致基线不稳,且峰形变差。因此,选择电压为20 kV,阿莫西林和氨苄西林的响应值达25 mAU,基线稳定,峰形较好。

分离温度的选择:考察不同分离温度(15、20、25、30°C)对阿莫西林和氨苄西林分离的影响,结果显示,药物的迁移时间随着分离温度的升高而缩短,分离温度过高会影响药物分离度,降低分离温度会导致分离时间延长,而增大分离温度会导致峰形和分离度变差。故选择分离温度为25°C,迁移时间较短,且峰形和分离度较好。

最终确定高效毛细管电泳法检测波长和电泳条件为: 在pH 7.85的30 mmol/L四硼酸钠溶液缓冲体系中,检

测波长210 nm, 运行电压20 kV, 温度25 ℃, 压力进样 5 kPa、5 s。

2.2 标准曲线

阿莫西林和氨苄西林2 种抗生素7 个质量浓度的混合标准样品,在选定的电泳条件下测定,得到阿莫西林回归方程为y=1.446 1x+0.346 1 (R^2 =0.997 5),氨苄西林回归方程为y=1.569 5x+1.045 9 (R^2 =0.993 9)。结果表明,在0.02~10.00 μ g/mL时各药物的峰面积与质量浓度之间呈线性相关, R^2 均大于0.990。

2.3 灵敏度

根据7个空白鱼肉样品的基线噪音平均值,按信噪比 $(R_{S/N})$ =3为检测限, $R_{S/N}$ =10为定量限,得到阿莫西林检测限为20 μ g/kg,氨苄西林检测限为30 μ g/kg,阿莫西林定量限为30 μ g/kg,氨苄西林定量限为40 μ g/kg。空白鱼肉和添加药物的空白鱼肉毛细管电泳图谱见图4~5。在空白鱼肉样品中添加药物后,因鱼肉样品中成分比较复杂,导致2种药物的迁移时间与标准样品相比也略微后移,但是迁移时间小于1 min,整体不影响检测结果。

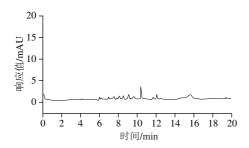


图 4 空白鱼肉毛细管电泳图

Fig. 4 Capillary electrochromatogram of blank fish

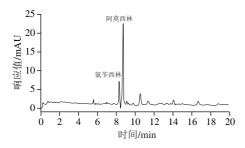


图 5 空白鱼肉添加40 µg/kg药物毛细管电泳图

Fig. 5 Capillary electrochromatogram of ampicillin and amoxicillin at $40~\mu g/kg$ spiked in blank fish

2.4 准确度与精密度

由表1可知:阿莫西林在淡水鱼肉中的加标回收率为78.90%~85.72%,日内变异系数小于8.01%;氨苄西林在淡水鱼肉中的加标回收率为75.36%~86.34%,日内变异系数小于8.06%。

表 1 空白鱼肉中阿莫西林和氨苄西林的加标回收率及 日内变异系数 (n=5)

Table 1 Recoveries and within-day coefficient of variation of a moxicillin and ampicillin spiked in blank fish (n=5)

药物	加标量/ (μg/kg)	加标回收率/%	日内变异系数/%
阿莫西林	20	78.90	7.05
	40	80.62	7.32
	100	84.35	7.67
	200	85.72	8.01
氨苄西林	20	75.36	6.89
	40	78.35	7.08
	100	83.37	7.93
	200	86.34	8.06

3 结论

高效毛细管电泳结合了电泳技术与现代微柱分离技术,已成为化学分析方面新兴的一个分支学科,是20世纪90年代以来发展最快的分析方法之一[19-20]。相比HPLC法,它具有以下优点: 1)分析时间短,分离效率高; 2)检测样品用量少,检测过程中样品用量仅为HPLC仪的几百分之一; 3)样品选择性很大,可以根据样品的分子性质,如大小、电荷数、手性、疏水性等对样品进行有效分离。毛细管电泳法已经广泛应用于药物含量检测[21-22]、肉中的非法添加药物检测[23-25]、食品质量控制[26-28]、口服液中甜味剂和防腐剂检测[29]、食品和水中药物残留[30]、化妆品[31]、真菌毒素[32]和动物疫病[33]等领域的检测。

本研究建立一种基于高效毛细管电泳技术、可同时高效检测淡水鱼肉中阿莫西林和氨苄西林残留的高通量检测方法,选用鲢鱼作为淡水鱼的代表,以空白鱼肉为试材,使用二极管阵列检测器进行检测,在给定的条件下阿莫西林和氨苄西林在20 min内可实现基线分离。此外,该方法的检测限和定量限也满足样品检测的需求,为淡水鱼肉中阿莫西林和氨苄西林残留的检测提供了一种新的借鉴模式。

参考文献:

- [1] 陈祥贵, 王玮, 马志强, 等. 鱼肉中兽药残留的UPLC-MS/MS同时检测方法[J]. 西华大学学报(自然科学版), 2020, 39(6): 53-60. DOI:10.12198/j.issn.1673-159X.3662.
- [2] 刘永涛, 何雅静, 房金岑, 等. 动物源性水产品中兽药残留限量标准现状及对比分析[J]. 中国渔业质量与标准, 2019, 9(6): 1-17. DOI:10.3969/j.issn.2095-1833.2019.06.001.
- [3] 王丽博, 苏立强, 韩超男, 等. 分子印迹固相萃取-高效液相色谱法 检测水产品中的孔雀石绿[J]. 分析科学学报, 2018, 34(2): 229-233. DOI:10.13526/j.issn.1006-6144.2018.02.017.
- [4] 胡江涛, 俞凌云, 于刚, 等. 柱前电化学衍生-高效液相色谱法测定水产品中孔雀石绿及隐性孔雀石绿[J]. 中国测试, 2016, 42(4): 49-53; 64. DOI:10.11857/j.issn.1674-5124.2016.04.011.

- [5] CHANG Gengruei, CHEN Huishan, LIN Fengyi. Analysis of banned veterinary drugs and herbicide residues in shellfish by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC/MS/MS) and gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC/MS/MS)[J]. Marine Pollution Bulletine, 2016, 113(1/2): 579-584. DOI:10.1016/ j.marpolbul.2016.08.080.
- [6] SHEN Haoyu, JIANG Hailiang. Screening determination and confirmation of chloramphenicol in seafood, meat and honey using ELISA, HPLC-UVD, GC-ECD, GC-MS-EI-SIM and GCMS-NCI-SIM methods[J]. Analytica Chimica Acta, 2005, 535(1/2): 33-41. DOI:10.1016/j.aca.2004.12.027.
- [7] DOUNY C, WIDART J, DE PAUW E. Determination of chloramphenicol in honey, shrimp, and poultry meat with liquid chromatography-mass spectrometry: validation of the method according to commission decision 2002/657/EC[J]. Food Analytical Methods, 2013, 6(5): 1458-1465. DOI:10.1007/s12161-013-9596-6.
- [8] WU Siyang, YANG Binghu, YU Huiqing, et al. A rapid derivatization method for analyzing nitrofuran metabolites in fish using ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food Chemistry, 2020, 310: 125814. DOI:10.1016/j.foodchem.2019.125814.
- [9] 肖曼, 张玲, 张杨, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测中华圆田 螺硝基呋喃代谢物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1814-1820. DOI:10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.2020.06.022.
- [10] SNIEGOCKI T, GBYLIK-SIKORSKA M, POSYNIAK A. Transfer of chloramphenicol from milk to commercial dairy productsexperimental proof[J]. Food Control, 2015, 57: 411-418. DOI:10.1016/ j.foodcont.2015.04.028.
- [11] 孙保国, 邵俊杰, 黄洋, 等. 毛细管电泳法测定鸡肉中的乙胺嘧啶残留量[J]. 食品科学, 1998, 19(5): 42-44.
- [12] JUAN G, FONT G, PICÓ Y. Simultaneous determination of different classes of antibiotics in fish and livestock by CE-MS[J]. Electrophoresis, 2007, 28(22): 4180-4191. DOI:10.1002/ elps.200700383.
- [13] 张琳婧, 卢日刚. 固相萃取-高效毛细管电泳法检测牛乳中磺胺 类药物残留[J]. 中国药师, 2011, 14(9): 1246-1249. DOI:10.3969/ j.issn.1008-049X.2011.09.002.
- [14] KOWALSKI P, PLENIS A, OLEDZKA I, et al. Optimization and validation of the micellar electrokinetic capillary chromatographic method for simultaneous determination of sulfonamide and amphenicol-type drugs in poultry tissue[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2011, 54(1): 160-167. DOI:10.1016/ j.jpba.2010.08.005.
- [15] 卢小玲, 倪坤仪, 屠洁, 等. 胶束电动毛细管电泳法测定 β -内酰胺类抗生素[J]. 分析化学, 2006, 34(2): 259-262. DOI:10.3321/j.issn:0253-3820.2006.02.028.
- [16] 姚晔, 邓宁, 余沐洋, 等. 胶束电动毛细管电泳法分离检测5 种β-内 酰胺类抗生素[J]. 食品科学, 2011, 32(16): 253-256.

- [17] 李月秋, 韩媛媛, 杜光玲, 等. 胶束毛细管电泳Sweeping法检测 畜肉中残留氟嗪酸[J]. 食品研究与开发, 2008, 29(7): 118-121. DOI:10.3969/j.issn.1005-6521.2008.07.037.
- [18] 李日锋, 吴虹, 宗敏华. 区带毛细管电泳法同时分离检测6 种喹诺酮类抗生素[J]. 现代食品科技, 2009, 25(12): 1468-1471; 1457. DOI:10.3969/j.issn.1673-9078.2009.12.027.
- [19] 刘长付, 陈媛梅. 高效毛细管电泳的进展[J]. 广州化工, 2011, 39(17): 15-17; 72. DOI:10.3969/j.issn.1001-9677.2011.17.007.
- [20] 李新亚,武新英,李霞.非水毛细管电泳技术在药物分析中的应用[J].中国药业,2005,14(7):93-94.DOI:10.3969/j.issn.1006-4931.2005.07.070.
- [21] 陈建, 杨灵芝, 张金金, 等. 毛细管电泳法分离9 种磺胺类药物[J]. 分析仪器, 2018(3): 51-56. DOI:10.3969/j.issn.1001-232x.2018.03.009.
- [22] 侯卓, 闫超, 王彦, 等. 头孢类抗生素的高效毛细管电泳方法 建立与研究[J]. 临床医药文献电子杂志, 2018, 5(84): 176-177. DOI:10.16281/j.cnki.jocml.2018.84.148.
- [23] 郑妍鹏, 曾红惠, 廖华勇, 等. 猪内脏中盐酸克伦特罗的毛细管电泳电导检测[J]. 中山大学学报(自然科学版), 2002, 41(5): 57-59. DOI:10.3321/j.issn:0529-6579.2002.05.017.
- [24] 杨冰仪, 莫金垣, 赖瑢. 肉类中己烯雌酚的高速毛细管电泳安培法测定[J]. 分析测试学报, 2003, 22(3): 15-18. DOI:10.3969/j.issn.1004-4957.2003.03.005.
- [25] 管月清, 楚清脆, 叶建农. 肉制品中β-兴奋剂的毛细管电泳-电化学 检测方法[J]. 华东师范大学学报(自然科学版), 2005(2): 85-90; 97. DOI:10.3969/j.issn.1000-5641.2005.02.014.
- [26] 赵红岩, 蔡诚, 王园朝. 毛细管电泳电化学发光法测定蜂蜜中土霉素残留量[J]. 分析测试学报, 2015, 34(5): 576-581. DOI:10.3969/j.issn.1004-4957.2015.05.013.
- [27] 周贤婧, 师彦平. 毛细管电泳-间接紫外检测法测定蜂蜜中的氨基酸[J]. 色谱, 2013, 31(7): 661-666. DOI:10.3724/SP.J.1123.2013.05027.
- [28] 石美, 冯加民, 陆永超, 等. 毛细管电泳-间接紫外法检测蜂蜜中的多种金属离子[J]. 分析测试学报, 2010, 29(11): 1159-1164. DOI:10.3969/j.issn.1004-4957.2010.11.010.
- [29] 王益超, 薛琦, 姜廷福, 等. 盐析辅助分散液液微萃取毛细管电泳法测定口服液中甜味剂和防腐剂[J]. 中国海洋药物, 2022, 41(4): 67-72. DOI:10.13400/j.cnki.cjmd.2022.04.012.
- [30] 郑知晗. 在线富集毛细管电泳测定食品和水中药物残留的方法研究[D]. 烟台: 烟台大学, 2022: 11-73. DOI:10.27437/d.cnki. gytdu.2022.000108.
- [31] 李晓斌. 高效毛细管电泳用于化妆品及食品分析的方法研究[D]. 烟台: 烟台大学, 2021: 9-70.
- [32] 李铭慧,张丽君,李莎.毛细管电泳法检测薏苡仁和红曲米中真菌毒素[J].食品科技,2021,46(2):335-340. DOI:10.13684/j.cnki.spkj.2021.02.051.
- [33] 涂藤, 尹清清, 张鹏飞, 等. 基于毛细管电泳的7 种猪源性疫病的 多重PCR检测方法的建立[J]. 浙江农业学报, 2021, 33(4): 618-631. DOI:10.3969/j.issn.1004-1524.2021.04.07.