

动物源性食品中磺胺类药物残留前处理和检测方法研究进展

黄 华¹,陈君慧²,冯 楠¹,赵俊平¹,谢文东¹,江 英²,鲁 绯^{3,*}

(1.北京市食品安全监控中心,北京 100041;

2.石河子大学食品学院,新疆石河子 832000;

3.北京市食品及酿酒产品质量监督检验一站,北京 100075)

摘要:磺胺类药物是一种广谱性抗菌剂,由于其价格低廉、性质稳定,被广泛用于治疗畜禽的感染性疾病。但是由于使用不当造成在动物机体中的富集,直接或间接地对环境及人体造成一定的毒副作用,引起人体内对细菌耐药性的增加,同时也成为动物源性食品的安全隐患。为全面了解磺胺类药物在动物源性食品中残留的检测现状,本文就动物源性食品中磺胺类药物残留检测的样品前处理与检测方法进行了综述。

关键词:动物源性食品,磺胺类药物,检测

Research progress in the pre-processing and detection method of sulfonamides drugs residues in animal derived foods

HUANG Hua¹, CHEN Jun-hui², FENG Nan¹, ZHAO Jun-ping¹, XIE Wen-dong¹, JIANG Ying², LU Fei^{3,*}

(1.Beijing Municipal Center for Food Safety Monitoring, Beijing 100041, China;

2.College of Food Science, Shihezi University, Shihezi 832000, China;

3.Beijing Food and Wine Product Quality Supervision and Inspection Station, Beijing 100075, China)

Abstract: Sulfonamides drugs is one kind of broad spectrum antibacteria agent, because its low price and stable performance, it is widely used in the treatment of infectious diseases of livestock and poultry, and veterinary. Improper use of this medicine causes its enrichment in animal or ganism and result in side effects to environment and human body directly or in directly, and it further causes the raise of bacteria resistance of human body, in the meanwhile, it has become a security risk to the animal derived food. In order to fully learn the detection status of sulfonamides drugs residues in the animal derived food, the paper summerised the sample pre-processing and detection methods to the sulfonamides drugs residues in the animal derived food.

Key words: animal derived foods; sulfonamides drugs; detection

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2013)04-0378-04

磺胺类药物(sulfonamides, SAs),是指含有对氨基苯磺酰胺结构的一类药物的总称,是一种用于畜禽预防和治疗细菌感染性疾病的化学治疗药物,通常混在饲料中或直接口服,由于其抗菌谱广,价格低廉,性质稳定等特点,成为畜禽抗感染治疗中的重要药物之一。药物的使用不当造成其在动物组织中富集,可直接或间接地通过环境和食物链的作用对人体产生一定的毒副作用,引起细菌耐药性的增加。目前,临床上使用的磺胺类药物有20多种,欧盟、中国、美国、日本、国际食品法典委员会对动物源性食品中磺胺类药物残留规定了最大残留限量值,严格控制磺胺类药物在畜牧业中的应用。在我国,农业部第

235号公告中,规定磺胺类药物在所有动物源性食品中的最高限量为 $100\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[1]; 欧盟及美国一些国家明确规定食品中磺胺类药物总含量不得超过 $0.1\text{mg}/\text{kg}$ ^[2]; 2006年,日本实行的“肯定列表制度”规定,部分磺胺药物的残留量需执行“一律标准”是 $0.01\text{mg}/\text{kg}$ ^[3]。因此,建立先进、高效、快速的多残留磺胺类药物分析方法对兽药残留监控的具有重要意义。

1 动物源性食品中磺胺类药物残留前处理研究进展

1.1 提取溶剂的选择

食品基质较为复杂,提取溶剂的选择对检测精度等至关重要。磺胺类药物因含有伯氨基和磺酰胺基而呈酸碱两性,可溶解于酸、碱溶液中,大部分的磺胺类药物pKa在5~8范围内,等电点为3~5,具有较高的极性,一般采用有机溶剂进行提取^[4],常用的提取溶剂主要有乙腈^[5-10]、二氯甲烷^[11]及混合溶剂^[6, 12-13]

收稿日期:2012-09-04 * 通讯联系人

作者简介:黄华(1978-),男,硕士,研究方向:食品质量与安全。

基金项目:北京市科委(Z1111000774211019)。

等。通过以上文献可知,磺胺类药物难溶于水,易溶于乙腈、二氯甲烷等有机溶剂中,因用于磺胺类药物残留分析的流动相一般将乙腈或甲醇作为有机相,故常采用乙腈作为提取溶剂,除此之外,添加部分甲酸或氨水可提高其提取效果。

1.2 提取方法的选择

1.2.1 液液萃取法

液液萃取法(Liquid-liquid Extraction),是利用化合物在两种互不相溶(或微溶)的溶剂中溶解度或分配系数的不同,使化合物从一种溶剂内转移到另外一种溶剂中,经过反复多次萃取,将绝大部分的化合物提取出来,是一种较为传统的方法。例如,用正己烷去除提取液中的脂肪,用三氯乙酸沉淀提取液中的蛋白质等。Cai Zengxuan等^[14]采用液液萃取结合UPLC-MS技术对肉中24种磺胺类药物进行检测,样品采用乙腈提取,乙酸乙酯萃取,结果显示,24种磺胺类药物在15min被完全分离,质量浓度在0.2~50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的范围内,线性指数为0.991~0.999,回收率为67.8%~113.9%。但液液萃取法有机试剂用量较多,易产生乳化现象,应用范围越来越小。

1.2.2 固相萃取法

固相萃取法(Solid Phase Extraction, SPE),与液液萃取相比,所需样品体积小,溶剂用量少,回收率相对较高,不易发生乳化。根据样品性质的不同,常采用不同的萃取柱进行净化,一般常用的SPE柱有HLB柱、 C_{18} 柱、碱性氧化铝柱及各种阳离子柱等。李俊锁等^[9]采用碱性氧化铝SPE用于肝组织中7种磺胺药物的净化,净化效果显著,回收率为68.8%~100.0%,检出限低于0.05 mg/kg 。林海丹等^[11]采用固相萃取与高效液相色谱相结合的方式,建立了动物源性食品中四种磺胺类药物的分析方法,动物组织用二氯甲烷匀质提取,回收率达到70%以上。刘莉治等^[6]建立了超高效液相色谱测定鸡蛋中11种磺胺类药物残留的分析方法,样品采用氯化乙腈超声提取两次,Waters Oasis HLB固相萃取柱进行净化,回收率达到80.3%~96.2%。

1.2.3 固相微萃取

固相微萃取(Solid Phase Micro-Extraction, SPME),可以直接从样品中富集目标化合物,具有简单、快速、高效的特点,易与LC联用。Lu KuanHui等^[15]建立了SPME结合LC-MS技术对肉中的8种磺胺类药物痕量测定的方法,实验采用乙腈-水作为提取溶液,比较了不同型号的固相微萃取纤维(100 μm PDMS、60 μm PDMS/DVB与65 μm PDMS/DVB)对磺胺类药物回收率的影响效果。结果表明,65 μm PDMS/DVB的回收率最好,60 μm PDMS/DVB的次之,100 μm 的单一PDMS固相微萃取纤维最差。另外,实验进一步考查了萃取温度与pH对磺胺类药物回收率的影响,结果表明,温度在30 $^{\circ}\text{C}$,pH为5时其回收率最高。固相微萃取因其简单快速和简化的样品预处理步骤,缩短了预处理的时间,避免了乳化现象,减少了溶剂的用量,降低了成本。

1.2.4 免疫亲和色谱

免疫亲和色谱(Immunoaffinity chromatography, IAC),IAC是以抗原抗体的特异性、可逆性免疫结合反应为原理的色谱技术。Li等^[16]通过合成半抗原,在大兔体内取得免疫效果,纯化分离抗

体后制备成免疫亲和色谱柱,利用其对磺胺类药物的特异性,待测样品经提取后,通过免疫亲和色谱法进行样品的净化。免疫亲和色谱法可有效的富集和净化目标物质,但必须要有大量纯化的特异性抗体,并且要保持抗体的活性,因此其发展受到了一定的限制。

2 动物源性食品中磺胺类药物残留检测方法研究进展

磺胺类药物由来已久,检测技术也有多种方法,如微生物法、免疫法、液相色谱法、液质联用技术、毛细管电泳法^[17-18]及荧光分析法^[19-20]、分子排阻色谱^[21]等。

2.1 微生物法

微生物法(Microbiological method)检测的原理是通过药物抑制微生物的生长,根据对某种抗生素敏感的微生物,在适当条件下所产生的抑菌圈大小与抗生素浓度呈正相关而设计的^[22]。

微生物法曾被用于牛奶中磺胺类药物的筛选,Gaudin等^[23]建立了一种筛选牛奶中药物残留的微生物方法,并用筛选的菌种对磺胺类药物进行检测,可在低于MRL(最高残留限量)水平检测某些磺胺类药物残留。Hyun-Hee Chung等^[24]采用微生物法和高效液相色谱法对比的方式对韩国进口的牛奶和羊奶样品中的磺胺类药物和喹诺酮类药物残留进行了筛选检测,结果表明,采用微生物方法,269种样品中21种含有磺胺类药物残留,用HPLC检测发现这21种样品中三种样品中含有SMR。

2.2 免疫分析法

免疫分析方法(Immunoassay, IA)是目前微生物筛选过程中较为实用的一种方法,可以实现批量同时筛选,快速筛选的理想方法,逐渐成为一种成熟的兽药残留分析方法,其特点是:不需要昂贵复杂的仪器,费用低、速度快和效率高,可以适用于大量样本的快速分析,灵敏度高,成本低。主要有酶联免疫吸附法、胶体金免疫层析法、生物传感器法与放射性免疫法等。

王莉等^[25]建立了酶联免疫法检测动物源性食品中磺胺间二甲氧嘧啶的残留,实验结果表明,磺胺间二甲氧嘧啶在标准曲线在0~8.1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内,对牛奶、蜂蜜及鸡蛋样品进行检测,并计算其回收率均大于76%,该法制定的试剂盒可以满足我国市场和进出口食品检测的需要。刘百红^[26]完成了磺胺嘧啶残留ELISA快速检测试剂盒的研制,该试剂盒在猪肉、鸡肉与鸡肝中的定量限为20 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率在70%~110%之间,在鸡蛋与牛奶中定量限为5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率在60%~120%之间。目前,市场上对于磺胺类药物残留的商品化快速检测试剂盒也有应用。

另外,王喜亮等^[27]建立了胶体金免疫层析法测定动物源性食品中的磺胺嘧啶残留,该法制作的胶体金免疫层析试纸,可在15min内完成对磺胺嘧啶残留的半定量检测,与其他磺胺类药物无交叉反应。韩静等^[28]建立了磺胺异噁唑(SIz)、磺胺噻唑(STZ)、磺胺对甲氧嘧啶(SME)、磺胺甲二唑(SMT)、磺胺氯噻

嗪(SCPA)五种磺胺类药物的多残留免疫交题金试纸条检测方法,并将其应用于实际样本中的磺胺类药物的初步筛选。

2.3 毛细管电泳法

毛细管电泳(Capillary Electrophoresis, CE),是以弹性石英毛细管为分离通道,以高压直流电场为驱动力,依据样品中各组分之间淌度和分配行为上的差异而实现分离的电泳分离分析方法。S.Fuh MingRen等^[29]将肉样用固相萃取柱(SPE)净化后,采用毛细管电泳对肉制品中8种磺胺类药物做了定量分析测定,肉样的加标范围在50~500 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率在80%~97%,8种磺胺类药物的检测限为5~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。Cheng YiJie等^[30]建立了在线毛细管电色谱与质谱联用的方法测定肉样中磺胺类药物的残留,该法可以快速检测磺胺类药物,其检出限低于10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

2.4 液相色谱法

液相色谱法(High Performance Liquid Chromatography, HPLC),由于其分离效率高,速度快,操作自动化等特点,成为现代分析实验中较为广泛的检测方法,大多数的化合物均可用HPLC进行分离测定。最常用的检测方式为紫外检测器(UVD)、荧光检测器(FLD)、电化学检测器(ECD)以及光二极管阵列检测器(DAD)等。

典型的液相色谱法测定磺胺类药物残留的分析方法是欧美官方实验室^[31-32]测定猪肾中磺胺二甲基嘧啶总量的方法,运用该方法的检测限为0.01 mg/kg 。Rodrigo H.M.M Granja等^[33]采用HPLC-UVD检测器测定了蜂蜜中磺胺类药物残留的含量,蜂蜜样品用30%氯化钠溶液和二氯甲烷提取,用SPE(硅酸镁)净化后检测,磺胺噻唑、磺胺甲恶唑和磺胺二甲氧嘧啶的检测限分别为3、4、5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,在浓度为100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,其回收率分别为61.0%、94.5%和86.0%。Kao等^[12]建立了高效液相色谱光敏二极管检测器检测测定鸡肉与猪肉中八种磺胺类药物残留的方法,样品经乙腈抽提、饱和乙腈正己烷浓缩分离蒸干,经固相柱净化, C_{18} 液相色谱柱分离,回收率达到71%以上,检出限为20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。王建华等^[7]报道了液相色谱电化学检测器(ECD)测定禽肉中多种磺胺类药物残留分析方法,磺胺类药物的回收率为75%~82%。高文惠等^[34]报道采用液相色谱-荧光检测法可以同时测定肠衣中八种磺胺类药物残留,样品经1%乙酸-乙腈对肠衣进行提取,经荧光胺衍生后测定,该方法的最低检测限为5 ng/mL 。

W Hela等^[13]报道采用HPLC-DAD可以同时测定动物性可食性组织的12种磺胺类药物,样品经乙腈超声提取、正己烷除脂、OASIS MCX柱进行净化后测定,该方法的检出限为1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。Won SoYoung等^[8]利用HPLC-PDA和LC-MS/MS对韩国国内和进口的海洋类产品中的14种磺胺类药物进行了抽样检查,检查结果表明,所抽的样品中99%的样品不含有此类药物。

2.5 液质联用技术法

液质联用技术(Liquid Chromatography-Mass Spectrometry, LC-MS)是目前研究磺胺类药物应用范

围较为宽广的一种技术手段,与液相色谱相比具有分离效率高、分析时间短、速度快、准确率高等优点。近几年,液质联用技术广泛应用与磺胺类药物多残留的检测。

Yu Chunhe等^[35]采用高效液相色谱-电喷雾串联四级杆质谱法(HPLC-ES-MS/MS)对牛奶和奶粉中的磺胺类药物残留进行了分析检测,样品经 C_{18} 吸附剂提取,最终牛奶中6类磺胺的检测限范围是0.9~10.5 $\mu\text{g}/\text{L}$,奶粉中的检测限范围为2.7~31.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,线性相关系数达到0.9922以上。倪永付等^[36]利用LC-MS测定了羊肉中6种磺胺类药物残留,样品经乙腈匀浆提取,正己烷脱脂后旋转蒸发至近干,氮气吹干,流动相溶解并定容,再用正己烷净化后上机检测。结果表明,6种磺胺质量浓度在10~100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 内线性关系良好,相关系数为0.998~0.9998,回收率为78%~105%,定量限为10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。基于这个方法,倪永付等^[37]又测定了牛肉中10种磺胺类药物的残留,10种磺胺质量浓度在10~200 $\mu\text{g}/\text{L}$ 内线性关系良好,相关系数为0.9955~0.9997,回收率为70%~95%,定量限为10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

刘佳佳等^[9]利用高效液相色谱-串联四级杆质谱(HPLC-MS/MS)联用技术,建立了一种在28min内快速分离和测定动物源性食品中24种磺胺类药物残留的方法,方法的检出限(LOD)为0.27~7.45 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。余永新等^[9]利用超高压液相色谱-电喷雾串联四级杆质谱联用技术,建立了10min内快速分离与测定牛奶中24种磺胺类药物残留的分析方法,样品经匀浆、超声、乙腈重复提取,氮吹浓缩,流动相定容,饱和正己烷脱脂后,进入串联质谱进行测定,在ESI+和MRM(多反应监测)模式下进行样品分析,该方法检出限(LOD)为0.04~1.35 $\mu\text{g}/\text{kg}$;在1~200 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内线性关系良好,回收率为61%~117%。李锋格等^[10]建立了一种分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱测定鸡肝中12种磺胺类残留的分析方法,样品用酸化乙腈溶液提取后,采用 NH_2 吸附剂净化,正己烷脱脂测定,正离子电离模式,内标法定量,其检出限为5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,平均回收率为72%以上。

3 展望

随着现代科学技术的发展,检测类仪器不断更新。磺胺类药物残留检测研究重点逐渐发展为两个方面,一是通过建立快速处理样品前处理技术,节约样品分析时间和成本;二是提高样品痕量检测的灵敏度及建立多残留同步检测方法。因此,寻求一种简便、灵敏度高、快速定性磺胺类药物多残留检测技术,是食品检验工作的重中之重。

参考文献

- [1] 农业部兽医局. 动物性食品中兽药最高残留限量[EB/OL]. 2002, 12: 24.
- [2] 农业部畜牧兽医局. 农业部发布动物性食品中兽药最高残留限量[J]. 中国兽药杂志, 2003, 37(4): 15-20.
- [3] 刘佳佳, 余永新, 刘洪斌, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定动物源性食品中24种磺胺类药物残留[J]. 分析实验室, 2011, 30(2): 9-13.

- [4] 郭伟. 动物源性食品中兽药残留的UPLC-ESI-MS/MS分析方法研究[D]. 哈尔滨:东北农业大学, 2009.
- [5] 李俊锁, 李喜旺, 魏广智. 鸡肝组织中磺胺类药物多残留分析法[J]. 畜牧兽医学报, 2002, 33(4): 29-33.
- [6] 刘莉治, 林玉娜, 罗晓燕, 等. 超高效液相色谱测定鸡蛋中11种磺胺类化合物[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(12): 2509-2511.
- [7] 王建华. 鸡肉中多种磺胺兽药残留量测定的高效液相色谱-电化学检测法[J]. 分析测试学报, 2002, 21(4): 79-81.
- [8] Won So Young, Chang Hee Lee, Hye Sook Chang, et al. Monitoring of 14 sulfonamide antibiotic residues in marine products using HPLC-PDA and LC-MS/MS[J]. Food Control, 2011(22): 1101-1107.
- [9] 余永新, 刘佳佳, 王静, 等. 超高压液相色谱-串联四极杆质谱法对牛奶中24种磺胺类药物残留的检测[J]. 分析测试学报, 2008, 27(12): 1313-1317.
- [10] 李锋格, 苏敏, 李晓岩, 等. 分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡肝中磺胺类、喹诺酮类和苯并咪唑类药物及其代谢物的残留量[J]. 色谱, 2011, 29(2): 120-125.
- [11] 林海丹, 谢守新, 冯德雄, 等. 动物源性食品中磺胺类药物残留的固相萃取-高效液相色谱法测定[J]. 分析测试学报, 2003, 22(1): 94-95.
- [12] Kao Y M, Chang MH, Cheng C C, Chou S S. Multiresidue determination of veterinary drugs in chicken and swine muscles by high-performance liquid chromatography[J]. Journal of Food and Drug Analysis, 2001(9): 84-95.
- [13] W Hela, M Brandtner. Determination of sulfonamides in animal tissues using cation exchange reversed phase sorbent for sample cleanup and HPLC-DAD for detection[J]. Food Chemistry, 2003, 83: 601-608.
- [14] Cai Zengxuan, Zhang Yu, Hongfeng Pan, et al. Simultaneous determination of 24 sulfonamide residues in meat by ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2008, 1200: 144-155.
- [15] Lu KH, Chen CY, Lee MR. Trace determination of sulfonamides residues in meat with a combination of solid-phase microextraction and liquid chromatography-mass spectrometry[J]. Talanta, 2007, 72: 1082-1087.
- [16] Li J S, Li X W, Yuan J K, et al. Determination of Sulfonamides in Swine Meat by Immunoaffinity Chromatography[J]. Journal of Aoac International, 2000, 83(4): 830-836.
- [17] Yi-Jie Cheng, Sing-Hao Huang, Brenda Singco, et al. Analyses of sulfonamide antibiotics in meat samples by on-line concentration capillary electrochromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 12(18): 7640-7647.
- [18] Ming-Ren S Fuh, Su-Yi Chu. Quantitative determination of sulfonamide in meat by solid-phase extraction and capillary electrophoresis[J]. Analytica Chimica Acta, 2003, 499: 215-221.
- [19] R Díez, L Sarabia, MC Ortiz. Rapid determination of sulfonamides in milk samples using fluorescence spectroscopy and class modeling with n-way partial least squares[J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 585: 350-360.
- [20] N Rodríguez, MC Ortiz, LA Sarabia. A multivariate multianalyte screening method for sulfonamides in milk based on front-face fluorescence spectroscopy[J]. Analytica Chimica Acta, 2010, 657: 136-146.
- [21] José E Roybal, Allen P Pfenning. Application of size-exclusion chromatography to the analysis of shrimp for sulfonamide residues [J]. Analytica Chimica Acta, 2003, 483: 147-152.
- [22] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 79-82.
- [23] Gaudin V, Maris P, Fuselier R, et al. Validation of a microbiological method: The STAR protocol, a five-plate test, for the screening of antibiotic residues in milk[J]. Food Additives and Contaminants, 2004(21): 422-433.
- [24] Hyun-Hee Chunga, Jung-Bin Leeb, Yun-Hee Chunga, et al. Analysis of sulfonamide and quinolone antibiotic residues in Korean milk using microbial assays and high performance liquid chromatography[J]. Food Chemistry, 2009, 113: 297-301.
- [25] 王莉, 魏万贵, 蔡勤, 等. 酶联免疫法检测动物源性食品中磺胺间二甲氧嘧啶残留[J]. 中华预防医学杂志, 2006, 40(3): 196-199.
- [26] 刘百红. 磺胺类药物残留ELISA快速检测试剂盒的研制[D]. 武汉: 华中农业大学, 2006.
- [27] 王喜亮, 金秀娥, 李奎, 等. 免疫层析法测定动物源性食品中磺胺嘧啶残留[J]. 中国抗生素杂志, 2008, 33(6): 350-354.
- [28] 韩静, 刘恩梅, 王帅, 等. 胶体金免疫层析法检测食品中的磺胺类药物残留[J]. 现代食品科技, 2011, 27(5): 603-607.
- [29] S Fuh Ming-Ren, Chu Su-Yi. Quantitative determination of sulfonamide in meat by solid-phase extraction and capillary electrophoresis[J]. Analytica Chimica Acta, 2003, 499: 215-221.
- [30] YJ Cheng, SH Huang, B Singco, et al. Analyses of sulfonamide antibiotics in meat samples by on-line concentration capillary electrochromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218: 7640-7647.
- [31] 张志洁. 磺胺类药物残留分析方法[J]. 山东食品发酵, 2004(2): 43-45
- [32] STOLKER AAM, BRINKMAN UAT. Analytical strategies for residue analysis of veterinary drugs and growth-promoting agents in food-producing animals[J]. J Chromatog A, 2005, 1067: 15-53.
- [33] RHMM Granja, AMM Niño, F Rabone, et al. A reliable high-performance liquid chromatography with ultraviolet detection for the determination of sulfonamides in honey[J]. Analytica Chimica Acta, 2008, 613: 116-119.
- [34] 高文惠, 王凤池, 吕红英, 等. 液相色谱-荧光检测法同时测定肠衣中八种磺胺类兽药残留[J]. 食品科学, 2007, 28(10): 430-432.
- [35] Yu Chunhe, Bin Hu. C₁₈-coated stir bar sorptive extraction combined with high performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry for the analysis of sulfonamides in milk and milk powder[J]. Talanta, 2012, 90: 77-84.
- [36] 倪永付, 朱涛, 闫秋成, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定羊肉中6种磺胺类药物残留[J]. 农产品加工·学刊, 2011(8): 90-92.
- [37] 倪永付, 王勇, 朱莉萍, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定牛肉中的十种磺胺类药物残留[J]. 粮油食品科技, 2011, 19(6): 37-39.