

# 鸡肉中多种喹诺酮类兽药残留量的高效液相色谱测定研究

占春瑞, 温志海, 卜延刚, 祝建新  
(江西出入境检验检疫局, 江南 南昌 330002)

**摘要:** 建立了一种测定鸡肉中氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星兽药残留的高效液相色谱法。样品经乙腈提取, 正己烷液-液分配去除蛋白和脂类物质, 旋转蒸发除去乙腈, 乙腈与水溶解残渣, 过微孔滤膜, 采用高效液相色谱荧光检测, 外标法定量。氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星在  $0.05 \sim 1.2 \mu\text{g/ml}$  浓度范围内线性良好, 相关系数为  $0.9997 \sim 0.9999$ 。在  $0.05 \sim 1.0 \text{mg/kg}$  浓度范围内, 平均加标回收率在  $78.3\% \sim 101.8\%$  之间, 相对标准偏差为  $3.89\% \sim 12.43\%$ 。方法的最低检出限氧氟沙星为  $0.0037 \text{mg/kg}$ 、诺氟沙星为  $0.0037 \text{mg/kg}$ 、环丙沙星为  $0.0035 \text{mg/kg}$ 、恩诺沙星为  $0.0022 \text{mg/kg}$ 。该方法简便、快速, 可满足鸡肉中多种喹诺酮类兽药残留量的检测。

**关键词:** 多残留分析; 喹诺酮类; 鸡肉; 高效液相色谱法

## Study on Determination of Four Quinolones in Chicken by HPLC

ZHAN Chun-rui, WEN Zhi-hai, BO Yan-gang, ZHU Jian-xin

收稿日期: 2004-10-22

作者简介: 占春瑞(1966-), 男, 高级工程师, 主要从事食品中残留物质检测研究。

鉴定了 16 种化合物, 占总组成的 76.42%, 各峰的鉴定同样是通过 WILEY 质谱数据系统检索、与标准质谱图比较分析而得。结果表明(表 2), 柚内白皮精油提取物的组成与外黄皮精油提取物的组成完全不同, 柚外黄皮中精油含量中以碳氢化合物类成分组成为主, 以含氧化合物类成分组成为辅, 碳氢化合物类成分组成占了精油总量的 90% 以上; 相反, 柚内白皮精油组成则以含氧化合物类成分组成为主, 碳氢化合物类成分组成为辅, 含氧化合物类成分组成占了精油总量的 90% 以上。在柚内白皮精油组成中, 主要成分为 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-(十八碳二烯酸, 35.28%) 和 Hexadecanoic acid (棕榈酸, 25.05%), 两者占了总含量的 60%, 其次为 Ethylene oxide heptamer(七聚氧化乙烯, 13.955%), 而组成外黄皮精油含量最大的柠烯(Limonene)则没有检出。

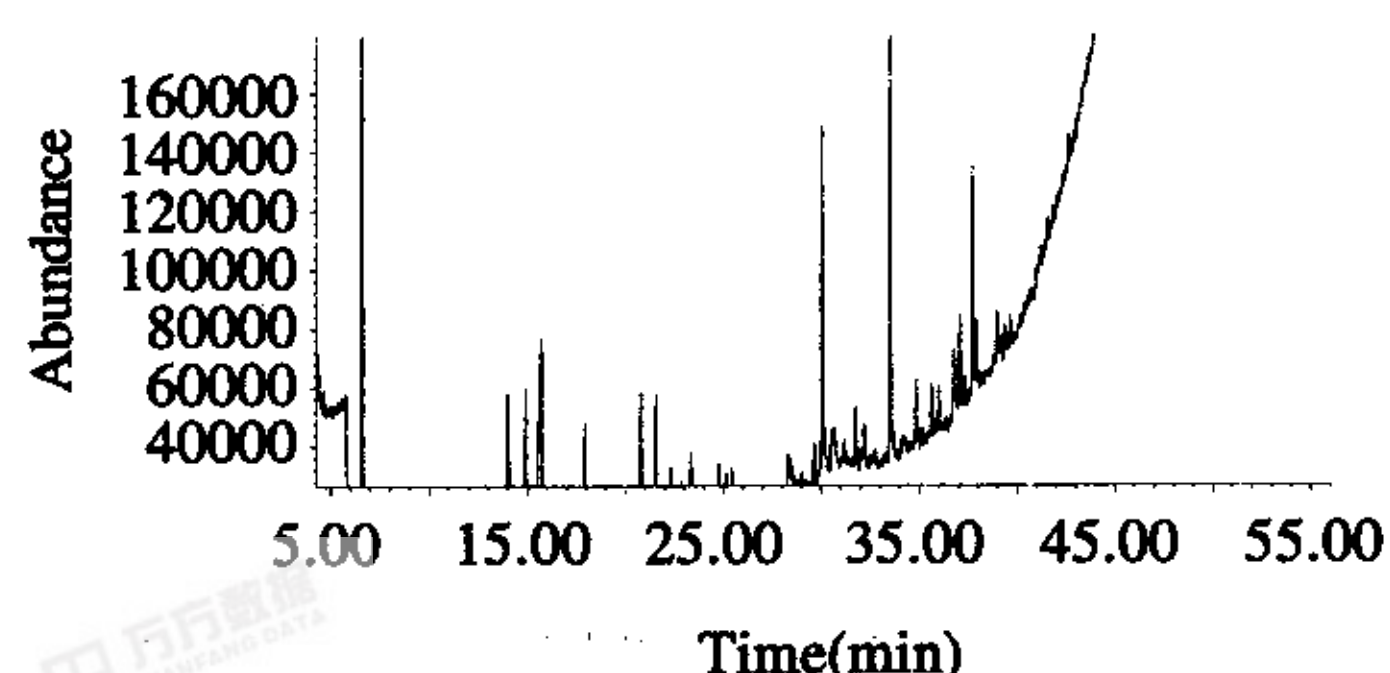


图2 柚内白皮挥发性成分的总离子图

Fig.2 The total ion-current chromatograms of inner white peel

表2 柚内白皮的挥发性成分

Table 2 The Volatile Component in Inner White Peel of Citrus Grandis

序号 No.	保留时间 Ret time(min)	化合物名称 Compounds	含量(%) Content
1	6.592	Ethylene oxide heptamer	13.95
2	13.994	2-Propenoic acid, methyl ester	2.11
3	14.915	Linalool oxide	1.11
4	15.550	Acetic acid	1.34
5	15.665	2-Furancarboxaldehyde	1.41
6	15.715	Hydrazine, 1,1-dimethyl-	2.14
7	20.802	2-Furanmethano	0.97
8	21.567	$\alpha$ -Terpineol	0.83
9	30.049	Phosphine, triethyl-	5.18
10	33.535	Hydrazine, 1,2-dibutyl-	3.99
11	37.079	2,4,5-Trimethoxy-1-propenylbenzene	1.06
12	37.736	2-Furancarboxaldehyde, 5-(hydroxymethyl)-	2.65
13	37.916	3,6,9,12,15-Pentaoxanonadecan-1-ol	0.95
14	44.231	Hexadecanoic acid	25.05
15	45.492	1,4,7,10,13,16-Hexaoxacyclooctadecane	1.97
16	49.309	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-	35.28

### 参考文献:

- [1] 王华, 吴厚玖, 焦必林, 等. 柚香精油的提取与成分研究[J]. 中国南方果树, 1999, 28(6): 13-15.



(Jiangxi Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Nanchang 330002, China)

**Abstract :** A reversed-phase high performance liquid chromatographic method has been developed for the simultaneous determination of four quinolone antimicrobial residues in chicken. Quinolone antimicrobial were extracted with acetonitrile, followed by hexane partitioning. After the solvent was vaporized with a rotary evaporator, Quinolone antimicrobials were analyzed by HPLC-FLD and quantified by external standard method. The liner range was 0.05~1.2 $\mu$ g/ml, and the correlation coefficients were 0.9997~0.9999. The average recoveries of four quinolone antimicrobials in spiked chicken ranged from 78.3% to 101.8%, and the relative standard deviations were between 3.89% and 12.43%. The limit of detection was 0.0037mg/kg for ofloxacin, 0.0037mg/kg for norfloxacin, 0.0035mg/kg for ciprofloxacin and 0.0022mg/kg for enrofloxacin. The results have indicated that this multiresidues developed were easier, faster. It has also demonstrated that this multiresidue analysis method could meet the requirements for simultaneous determination of many quinolone antimicrobials in chicken.

**Key words:** multiresidue analysis; quinolone; chicken; HPLC

中图分类号: S859.796

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)10-0172-05

喹诺酮是一类合成抗生素类药物,在化学上与萘啶酮酸相关,其作用机理是直接作用于细菌的核、抑制细菌的DNA旋转酶,使酶不能在DNA双链上引入切口,破坏细菌的代谢和繁殖,迅速杀灭细菌。最初这类药物用于治疗尿道感染,现在已发展到治疗系统感染疾病,并且在动物饲养中作为预防和治疗药物普遍使用。近年来,这些药物在动物组织中的残留已引起广泛的注意<sup>[1]</sup>,我国规定牛、鸡、猪、羊、兔等动物的肌肉、脂肪、肝、肾食品中达氟沙星、二氟沙星、恩诺沙星(环丙沙星与恩诺沙星量之和)、沙拉沙星等喹诺酮类兽药最高残留限量0.01~1.9mg/kg,欧盟规定在动物肌肉、肝脏和肾脏中达氟沙星、二氟沙星、恩诺沙星(环丙沙星与恩诺沙星量之和)、麻保沙星、沙拉沙星等喹诺酮类兽药最高残留限量0.01~1.9mg/kg,日本在2002年7月1日对我国产蒲烧鳗鱼实施磺胺类抗生素检测后,又于2003年7月1日起对进口生鳗鱼及其制品进行氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星残留检测,并且将限量控制在方法检测限的0.05mg/kg。

有关喹诺酮类兽药高效液相色谱法已有较多文献报道<sup>[2~9]</sup>,主要对生物体液或动物组织中喹诺酮类兽药残留进行检测,也有报道用毛细管电泳法<sup>[10]</sup>,这些方法有的是单一组分的残留测定,有的操作繁琐,未见鸡肉中氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星四种兽药残留同时测定的报道。本文建立了一种测定鸡肉中氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星兽药残留的高效液相色谱法。样品经乙腈提取,正己烷液-液分配去除蛋白和脂类物质,旋转蒸发除去乙腈,乙腈与水溶解残渣,过微孔滤膜,采用高效液相色谱荧光检测,外标法定量。氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星在0.05~1.2 $\mu$ g/ml浓度范围内线性良好,相关系数为0.9997~0.9999。在0.05~1.0mg/kg浓度范围内,

平均加标回收率在78.3%~101.8%之间,相对标准偏差为3.89%~12.43%。方法的最低检出限氧氟沙星为0.0037mg/kg、诺氟沙星为0.0037mg/kg、环丙沙星为0.0035mg/kg、恩诺沙星为0.0022mg/kg。该方法简便、快速,可满足鸡肉中多种喹诺酮类兽药残留量的检测。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

HP1100 高效液相色谱仪 美国 Agilent 公司; HP1100 四元泵; 在线真空脱气机; 二极管阵列检测器; 自动进样器及 Chemstation 色谱工作站 Rev.A 09.03; J'sphere-ODS H80 色谱柱 150mm  $\times$  4.6mm I.D., 4 $\mu$ m; FJ-200 高速分散匀质机上海标本模型厂; TDL-5-A 离心机上海医用离心机厂; RE-52A 旋转蒸发器上海亚荣生化仪器厂; DHS- II 氮吹仪北京精华苑技术研究所。

标准品: 氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星 北京陆桥技术有限责任公司提供(含量均>99%); 乙腈、甲醇(色谱纯); 正己烷(农残级); 其他试剂均为国产分析纯。实验用水为 Milli-Q 高纯水。

标准溶液: 用 10% 0.1mol/L HCl 乙腈配制氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星标准储备液(100 $\mu$ g/ml), 冰箱中避光保存。根据检测要求用乙腈-水(6+4)稀释成相应的标准工作溶液。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 鸡肉样品处理

取约 500g 鸡肉,用绞碎机绞碎混匀。称取 10.0g 绞碎的鸡肉样品,置于 50ml 离心管中,加入 20ml 乙腈,15000r/min 高速分散匀质机均质提取 0.5min,3600r/min 离心 15min,上清液倒入 150ml 分液漏斗中,残渣再用 20ml 乙腈重复提取一次,离心上清液于 150ml 分液漏斗



中。向分液漏斗中加入 40ml 正己烷, 振荡混合均匀。下层乙腈层移入浓缩瓶, 真空旋转蒸发至近干, 用 2ml 乙腈溶解残渣并转移入 10ml 具刻度离心管中, 加 2ml 正己烷并在漩涡混匀器上振荡 1min, 离心后用尖嘴吸管吸弃正己烷, 下层乙腈再用 2ml 正己烷重复分配两次。乙腈层用氮气流吹干后加 2ml 乙腈-水(6+4)溶解, 过 0.22 $\mu$ m 滤膜, 供 HPLC 分析。

### 1.2.2 色谱分离条件

色谱柱: Jsphere-ODS H80(150mm $\times$ 4.6mmID., 4 $\mu$ m) 或同等效率的其他色谱柱。流动相: 乙腈-0.01mol/L 四丁基溴化胺溶液(用磷酸调节 pH3.0)(4:96), 流速 1.0ml/min; 柱温 25 $^{\circ}$ C; 荧光检测器检测波长: 激发波长 280nm, 发射波长 460nm; 进样量 5 $\mu$ l。

### 1.2.3 标准曲线

用乙腈-水(6+4)将标准品储备液逐级稀释, 依次得 0.05、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 $\mu$ g/ml 的标准品工作溶液, 供 HPLC 分析, 以色谱峰面积对质量浓度作图, 得到氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星四种喹诺酮类兽药的标准曲线。

### 1.2.4 回收率和精密度

称取 10.0g 鸡肉样品, 分别向其中加入一定量的不同浓度的喹诺酮类兽药标准溶液, 漩涡混匀放置 15min, 然后再进行提取、净化以及高效液相色谱分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱分离条件的选择

#### 2.1.1 检测波长的确定

文献报道有用紫外和荧光来进行检测。紫外检测波长对不同沙星用不同波长, 一般紫外最大吸收峰在 254nm、260nm、280nm 和 295nm, 采用荧光检测同样视沙星不同而略有改变, 激发波长一般选在 280nm 处, 发射波长在 440~480nm 范围。对氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星四种喹诺酮类兽药进行实验, 结果表明在激发波长 280nm, 发射波长 460nm 的波长条件下所得的响应值较好。经比较紫外吸收检测与荧光检测所得的响应发现荧光的响应是紫外的近 10 倍。因此选取荧光激发波长 280nm, 发射波长 460nm 为检测波长。

#### 2.1.2 流动相的选择

多组分液相色谱分析中所有谱峰最佳的  $k'$  值应在 10~20 范围, 对氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星喹诺酮类兽药四组分进行流动相实验, 研究了不同配比的甲醇-水、甲醇-缓冲盐、乙腈-水、乙腈-缓冲盐的流动相体系, 结果表明: 采用乙腈-0.01mol/L 四丁基溴化胺溶液(用磷酸调节 pH3.0)(4:96)较好。图 1 为四种喹诺酮类兽药标准的色谱图。

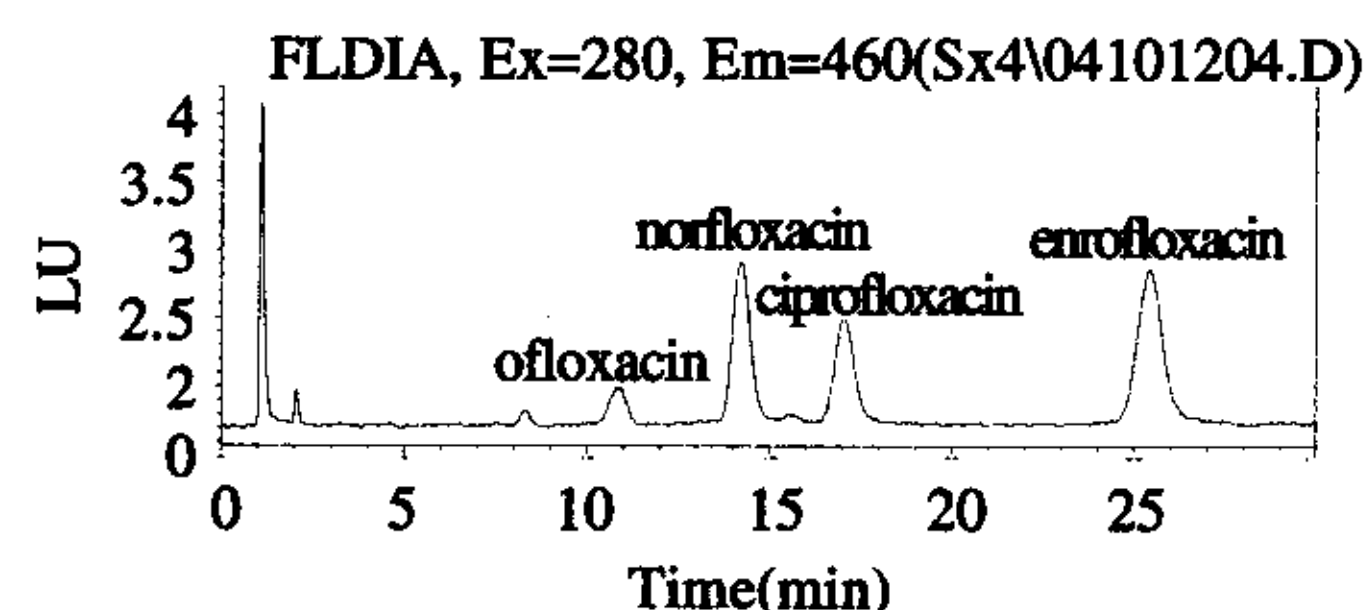


图 1 四种喹诺酮类兽药标准色谱图

Fig. 1 Chromatogram of four quinolone antimicrobials standards

### 2.1.3 固定相的选择

待测组分的化学结构、理化性质和  $pK_a$  都对保留有重要影响。RP-HPLC 是喹诺酮类兽药最常用的测定方法, 试验中选取  $C_{18}$  柱进行分离, 调整适当分析时间。

### 2.1.4 系统稳定性的实验

由于流动相的溶剂强度洗脱能力低, 存在于样品中的小蛋白质分子在系统中具有较强的保留, 连续运行样品会出现鬼峰, 因此在运行完成一次分析需要用高溶剂强度的流动相清洗系统, 如可以使用乙腈-水(9+1)的流动相进行平衡。标准工作溶液采用乙腈-水(6+4)进行稀释也是为避免鬼峰的出现。

## 2.2 鸡肉样品前处理方法的选择

### 2.2.1 提取溶剂的选择

文献报道, 喹诺酮类兽药在多数溶剂(包括水)中溶解性差, 因此一般根据 QNs 在不同 pH 介质中溶解性变化来设计具有一定选择性的提取或净化方法, 即控制  $pH \leq 4$  或  $pH \geq 9$ , QNs 易溶于含水相(质子化或酸解离); pH6~8 水溶性最低(很可能不带任何电荷), 易为有机溶剂反萃取。样品提取和净化方法依喹诺酮类兽药和样本介质不同有较大差异。脱蛋白、脱脂和酸碱 LLE 是组织中喹诺酮类兽药提取和净化的基本方法, 少数需要 SPE 进一步净化才能测定。

对鸡肉样品使用乙腈作为提取溶剂比使用如乙腈-氢氧化氨溶液、乙腈-偏磷酸溶液、甲醇-磷酸溶液、甲醇-乙酸溶液、乙醇-乙酸溶液、丙酮或丙酮-氢氧化钠溶液、丙酮-乙酸溶液等有好的提取率好较简单的净化过程, 因而选用乙腈作为提取剂。

### 2.2.2 液-液分配的研究

液-液分配去除杂质是经典方法, 常用的有调节 pH 值使之在两相进行分配, 也有用互不混溶的溶剂对杂质和待测组分溶解性的差别进行分配。鸡肉样品提取液存在的杂质组分影响喹诺酮类兽药的测定。比较喹诺酮类兽药和杂质在有机溶剂中的溶解性, 采用极性较小的正己烷进行液-液分配可以去除杂质, 对分配次数和体积进行优化实验, 结果表明: 采用 40ml 正己烷在分液漏斗分配一次, 蒸发乙腈后再在离心管中进行小体积的液-液分配效果较理想。

## 2.3 线性关系



在确定的最佳色谱分离条件下, 配制一系列不同浓度的标准溶液进行色谱测定, 以峰面积(Y)对浓度(X,  $\mu\text{g/ml}$ )绘制标准曲线, 线性关系和相关系数见表1, 结果表明, 四种喹诺酮类兽药在  $0.05\sim 1.2\mu\text{g/ml}$  范围内线性良好, 可以满足定量分析的需要。

2.4 回收率、精密度和检出限

在鸡肉空白样品中添加不同含量的3个水平喹诺酮类兽药的混合标准溶液, 按照方法操作步骤进行回收率实验, 同时每个添加浓度平行重复7次操作, 测定精密度, 结果见表2。由表2可以看出, 四种喹诺酮类兽药在  $0.05\sim 1.0\text{mg/kg}$  浓度范围之内, 加标回收率均在  $78.3\%\sim 101.8\%$ , 其多次测定的RSD在  $3.89\%\sim 12.43\%$  之间。方法的准确度和精密度均符合残留分析的要求。鸡肉空白样品和添加浓度为  $0.25\text{mg/kg}$  的鸡肉样品色谱图见图2和图3。

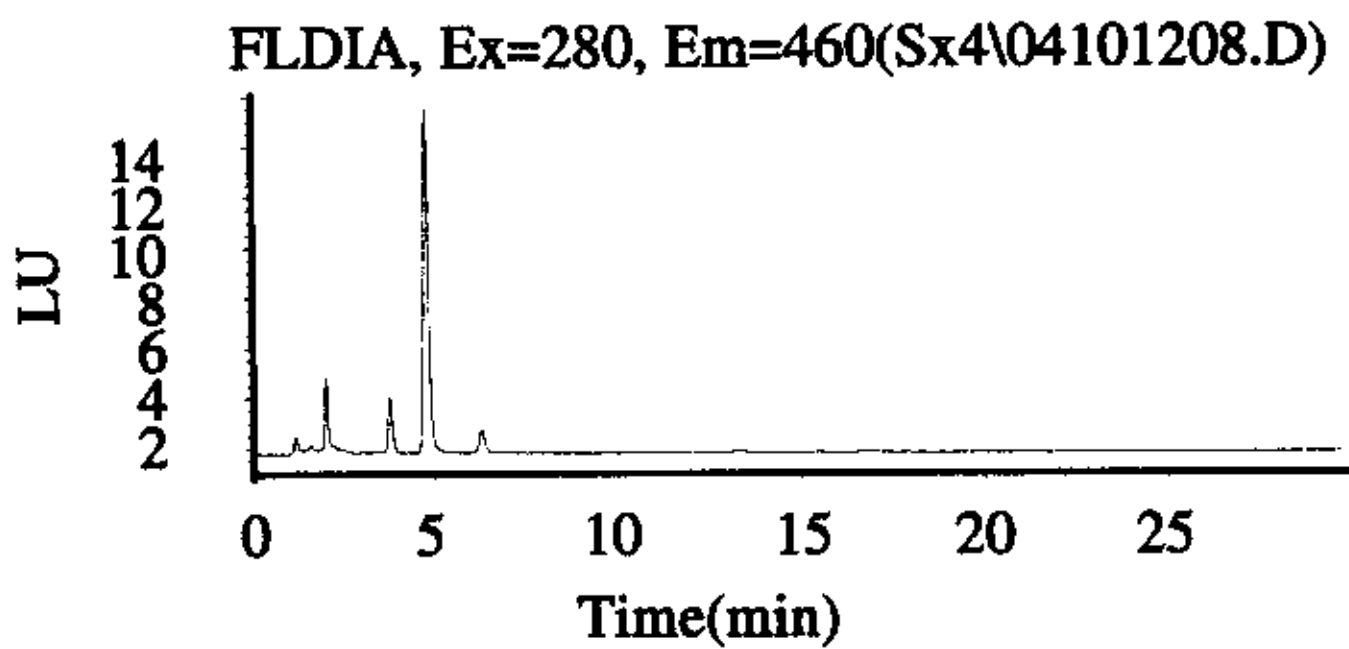


图2 鸡肉空白样品色谱图  
Fig. 2 Chromatograms of blank chicken sample

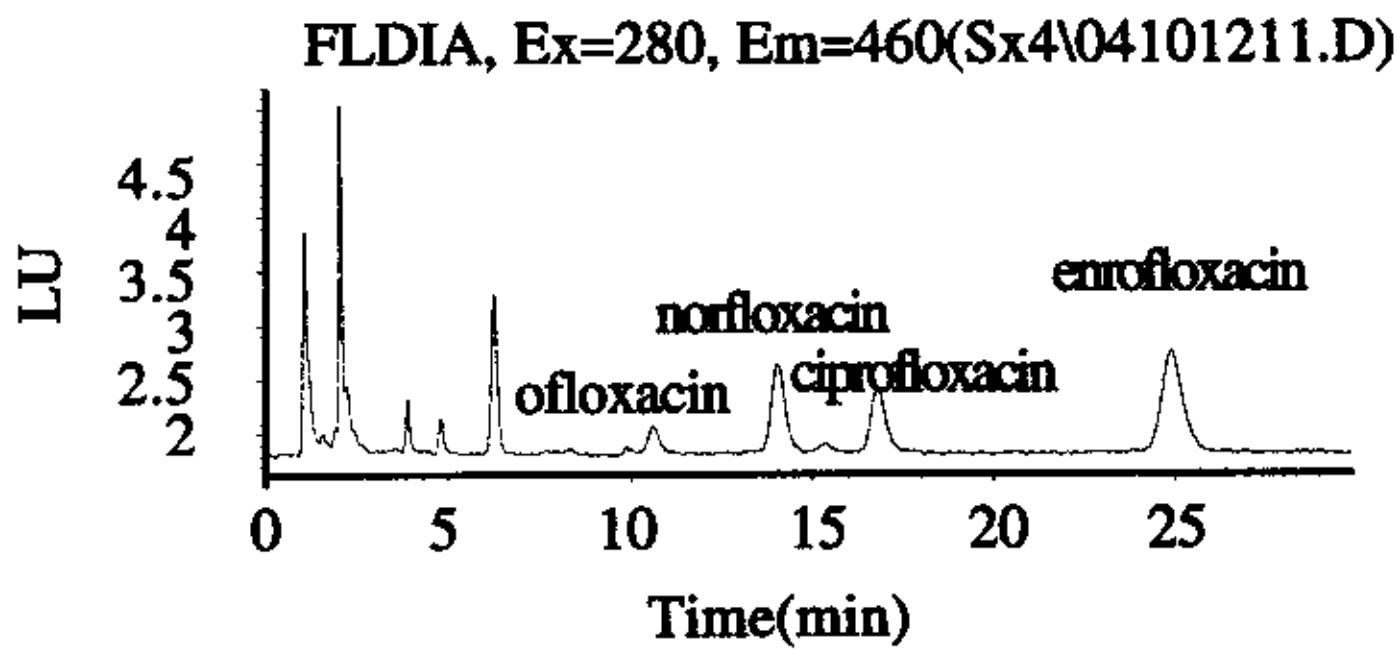


图3 空白样品添加浓度为  $0.05\text{mg/kg}$  的色谱图  
Fig. 3 The chicken sample spiked with Quinolone standards

表2 鸡肉中四种喹诺酮类兽药的加标回收率 (n=7)  
Table 2 The recoveries of four quinolone antimicrobials in chicken(n=7)

喹诺酮类兽药 Quinolones	加入量 Added ( $\rho$ /mg/kg)	平均回收率 Average recovery(%)	相对标准偏差 RSD(%)
氧氟沙星	0.05	92.9	4.57
	0.25	93.8	6.20
	1.0	89.6	5.90
	0.05	87.2	7.85
诺氟沙星	0.25	82.8	12.43
	1.0	78.3	10.43
	0.05	80.7	5.08
	0.25	101.8	3.89
环丙沙星	1.0	79.8	8.46
	0.05	85.1	6.92
	0.25	91.7	9.13
恩诺沙星	1.0	89.0	5.57

表1 线性关系与相关系数 Table 1 Linear equations and correlation coefficients			
喹诺酮类兽药 Quinolones	线性范围 Linear range ( $\mu\text{g/ml}$ )	线性方程 Linear equation	相关系数 Correlation coefficient
氧氟沙星	0.05~1.2	$Y=128.31X+1.333$	0.9997
诺氟沙星	0.05~1.2	$Y=296.17X-7.503$	0.9997
环丙沙星	0.05~1.2	$Y=228.93X-3.428$	0.9997
恩诺沙星	0.05~1.2	$Y=365.35X-6.73$	0.9999

2.5 鸡肉样品检测结果

从不同地区采集鸡肉样品, 用本法检测氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星等药物残留, 结果见表3。检测结果表明农贸市场、超市和养鸡场的样品中4种沙星药物残留均符合现行国家标准规定, 可以认为市场上销售的鸡肉对消费者应是安全的。但同时应该注意的是, 如果按照我国规定的更低的最大残留限量(如沙拉沙星的  $0.01\text{mg/kg}$ )进行判定, 则养鸡场有90%的样品不合格, 农贸市场有55%的样品不合格, 显然对部分消费者就有存在食用不安全的风险。

表3 样品检测结果 Table 3 Analytical results of samples					
样品来源 Sample	样品编号 a Sample No.	检测结果( $\rho$ /mg/kg) Result			
		氧氟沙星 Ofloxacin	诺氟沙星 Norfloxacin	环丙沙星 Ciprofloxacin	恩诺沙星 Enrofloxacin
一些农贸市场及部分超市	2004001	未检出	未检出	0.005	未检出
	2004002	未检出	未检出	0.004	未检出
	2004003	未检出	未检出	0.004	未检出
	2004004	未检出	未检出	0.004	0.004
	2004005	未检出	未检出	未检出	0.0036
	2004006	未检出	未检出	0.006	未检出
	2004007	未检出	未检出	未检出	未检出
	2004008	未检出	未检出	0.0037	未检出
	2004009	未检出	未检出	0.0039	未检出
	2004010	未检出	未检出	0.0037	未检出
	2004xm061	未检出	未检出	0.011	未检出
	2004xm063	未检出	未检出	0.022	0.01
	2004xm062	未检出	未检出	0.034	未检出
	2004xm064	未检出	未检出	0.01	0.007
	2004xm065	未检出	未检出	0.002	未检出
	2004xm066	未检出	未检出	0.0004	未检出
	2004xm067	未检出	未检出	0.0004	未检出
	2004xm068	未检出	未检出	0.019	未检出
	2004xm069	未检出	未检出	0.013	未检出
	2004xm070	未检出	未检出	0.011	未检出
某养鸡场	c/m040811-1	未检出	未检出	0.008	未检出
	c/m040811-2	未检出	未检出	0.003	未检出
	c/m040811-3	未检出	未检出	0.007	未检出
	c/m040811-4	未检出	未检出	0.008	未检出
	c/m040811-5	未检出	未检出	0.008	未检出
	c/m040811-6	未检出	未检出	0.01	未检出
	c/m040811-7	未检出	未检出	0.007	未检出
	c/m040811-8	未检出	未检出	0.01	未检出
	c/m040811-9	未检出	未检出	0.007	未检出
	c/m040811-10	未检出	未检出	0.01	未检出



# 萃取-分光光度法快速测定酱油中硼酸含量

黄华军, 余裕娟, 奚星林, 谢均宪  
(广州出入境检验检疫局食品实验室, 广东 广州 510623)

**摘要:** 建立了一个快速检测酱油中硼酸含量的分光光度法, 酱油中的硼酸直接用乙基己二醇-氯仿溶液萃取后, 在浓硫酸酸性条件下, 与姜黄反应生成玫瑰蓝染料。在  $5\sim 500\mu\text{g/ml}$  范围内吸光度与硼酸浓度呈线性关系, 相关系数为 0.9997。重现性良好。

**关键词:** 萃取; 分光光度法; 硼酸; 酱油; 姜黄

## Extract-Spectrophotometry Rapid Determination of Boric Acid in Sauce

HUANG Hua-jun, YU Yu-juan, XI Xing-lin, XIE Jun-xian  
(Food Inspection Laboratory of Guangzhou Entry-Exit Inspection and  
Quarantine Bureau, Guangzhou 510623, China)

**Abstract:** A spectrophotometry method is established to rapidly determine boric acid in sauce. boric acid in sauce is extracted with 2-ethyl-1,3-hexanediol-chloroform. Boric react with curcuma forming rose-bule dye. Beel' law is obeyed in the range of  $5\sim 500\mu\text{g/ml}$  with  $r=0.9997$ . The repeatability is satisfying.

**Key words:** extract; spectrophotometry; boric acid; sauce; curcuma

中图分类号: O613.81

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630(2005)10-0176-03

收稿日期: 2004-03-26

作者简介: 黄华军(1967-), 男, 工程师, 主要从事食品、化妆品分析检验工作。

### 参考文献:

- [1] 林维宣. 各国食品中农药兽药残留限量规定[M]. 大连: 大连海事大学出版社, 2002. 1314-1376.
- [2] I. Pecorelli, R. Galarini, R. Bibi, et al. Simultaneous determination of 13 quinolones from feeds using accelerated solvent extraction and liquid chromatography[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2003, 483: 81-89.
- [3] Chandra Immanuel, A. K. Hemanth Kumar. Simple and rapid high-performance liquid chromatography method for the determination of ofloxacin concentrations in plasma and urine [J]. *Journal of Chromatography B*, 2001, 760: 91-95.
- [4] Ulrike Neckel, Christian Joukhadar, Martin Frossard, et al. Simultaneous determination of levofloxacin and ciprofloxacin in microdialysates and plasma by high-performance liquid chromatography[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2002, 463: 199-206.
- [5] J. Manceau, M. Gicquel, M. Laurentie, et al. Simultaneous determination of enrofloxacin and ciprofloxacin in animal biological fluids by high-performance liquid chromatography Application in pharmacokinetic studies in pig and rabbit[J]. *Journal of Chromatography B*, 1999, 726: 175-184.
- [6] Marilyn J. Schneider, Dan J. Donoghue. Multiresidue determination of fluoroquinolone antibiotics in eggs using liquid chromatography-fluorescence-mass spectrometry[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2003, 483: 39-49.
- [7] P. G. Gigoso, P. R. Revesado, O. Cadahia, et al. Determination of quinolones in animal tissues and eggs by high-performance liquid chromatography with photodiode-array detection[J]. *Journal of Chromatography A*, 2000, 871: 31-36.
- [8] 杜黎明, 卫洪清, 张俊燕, 等. 反相高效液相色谱同时测定 6 种氟喹诺酮类药物[J]. *色谱*, 2003, 21(5): 503-506.
- [9] 刘媛, 谢孟峡, 丁岚, 等. 高效液相色谱同时测定鸡蛋中 4 种氟喹诺酮类药物残留[J]. *分析化学*, 2004, 32(3): 352-355.
- [10] 赵燕燕, 杨更亮, 闫宏远, 等. 胶束毛细管电泳在线推扫富集技术测定血液中环丙沙星含量[J]. *分析化学*, 2004, 32(4): 485-488.