

doi: 10.3969/j.issn.2095-0780.2014.01.011

## 高效液相色谱法测定池塘底泥中呋喃西林的研究

魏涯, 岑剑伟, 郝淑贤, 黄卉, 赵永强, 辛少平, 李来好

(中国水产科学研究院南海水产研究所, 农业部水产品加工重点实验室,  
国家水产品加工技术研发中心, 广东广州 510300)

**摘要:** 文章研究了池塘底泥中呋喃西林残留量的提取和检测方法, 以  $V(\text{甲醇}) : V(\text{二氯甲烷}) = 3 : 7$  混合溶剂提取, 提取效果较好; 比较了振荡提取和超声波辅助加热提取法, 后者提取能力较强; 优化了高效液相色谱测定的色谱条件, 在 C18 反相色谱柱上分离, 梯度洗脱比等度洗脱能获得更好峰形, 分离效果更好。以  $V(\text{甲醇}) : V(\text{二氯甲烷}) = 3 : 7$  作为提取溶剂、超声波辅助加热法(35 kHz, 强度 100%, 40 °C)提取, 回收率为 80% ~ 95%, 相对标准偏差小于 10%, 检测限达到  $0.250 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。该方法回收率高、稳定性好、灵敏度高、操作简便。

**关键词:** 底泥; 呋喃西林; 超声波提取; 高效液相色谱;

中图分类号: X 832

文献标志码: A

文章编号: 2095-0780-(2014)01-0071-07

## HPLC determination of nitrofurazone in sediment of aquaculture pond

WEI Ya, CEN Jianwei, HAO Shuxian, HUANG Hui, ZHAO Yongqiang, XIN Shaoping, LI Laihao

(Key Lab. of Aquatic Product Processing, Ministry of Agriculture; National R&D Center for Aquatic Product Processing;  
South China Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Guangzhou 510300, China)

**Abstract:** This paper studies the extraction and detection methods for nitrofurazone residues in sediment of aquaculture pond. The extraction by methanol-methylene chloride (3 : 7) mixed solvent achieved good effects. We compared oscillation extraction with ultrasonic-assisted heating extraction, finding that the latter extracted more. The HPLC chromatographic conditions had been optimized. Isolated on a C18 reversed-phase column, gradient elution obtained better peaks and better separation than isocratic elution. With methanol-methylene chloride (3 : 7) as extraction solvent, the ultrasonic-assisted heating method (35 kHz, intensity of 100%, 40 °C) for extraction obtained 80% ~ 95% recovery, and the relative standard of deviation was less than 10% and the detection limit reached  $0.250 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ . The user-friendly method has high recovery, good stability and high sensitivity.

**Key words:** sediment; nitrofurazone; ultrasonic extraction; HPLC

呋喃西林(nitrofurazone, NFZ)是一种较高效、廉价的广谱抗菌药, 呋喃西林摄入体内后迅速降解, 由于其代谢物氨基脒(SEM)具有潜在的致畸、致突变和致癌等的危害作用<sup>[1-3]</sup>, 且SEM能与蛋白质稳定结合而难以消除, 一旦使用呋喃西

林, 其代谢产物长久残留<sup>[4-10]</sup>, 严重危害人体健康, 世界各国已严令禁止在食用动物中使用。呋喃西林为硝基呋喃类药物之一, 在水产养殖中主要用于水生动物赤皮、烂鳃、肠炎等疾病的治疗和预防, 虽然在中国批准使用的药物中已有较多

收稿日期: 2013-01-07; 修回日期: 2013-09-06

资助项目: 现代农业产业技术体系建设专项资金(CARS-49); 国家科技支撑计划项目(2012BAD28B00); 茂名市科技计划项目(2011A01002)

作者简介: 魏涯(1983-), 女, 硕士, 助理研究员, 从事水产品加工及质量安全研究。E-mail: weiyaya1009@gmail.com

通信作者: 李来好(1963-), 男, 博士, 研究员, 博士生导师, 从事水产品加工与质量安全研究。E-mail: laihaoli@163.com

相应的替代药物,但是由于此类药物价格低廉、治疗效果好、市场上容易买到,尤其是用户使用习惯、有效替代药物难寻等原因,导致了屡禁不止、产品药残时有检出的问题<sup>[11-12]</sup>。要解决这一问题,在加强开发效果良好、价格低廉的新渔药的同时,也需要加强养殖过程的监管。光照对呋喃西林的降解影响较大<sup>[13-14]</sup>,通常呋喃西林以拌入饲料投喂或者通过药浴的方式用药,达到治疗或预防疾病的目的,过程中会造成池塘环境污染,尤其在池塘底部光照较弱,呋喃西林降解缓慢,原药底泥中会有一定程度的残留。目前呋喃西林原药的检测主要以水体和饲料为研究对象<sup>[14-18]</sup>,研究底泥中呋喃西林检测的方法还未见报道。笔者以底泥为对象,研究呋喃西林的提取方法,优化高效液相色谱检测条件,以建立快速、简便、准确、灵敏度高的方法,检测水产养殖环境底泥中呋喃西林的残留量。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器设备和试剂

仪器设备有高效液相色谱,配有DAD检测器(AgiLent1100,美国安捷伦公司出品);旋转蒸发器(N-1000,日本产);自动平衡离心机(TDZ5-WS,湖南湘仪仪器公司出品);超声波清洗仪(Transonic TI-H10,德国产);振荡仪(Eyela MMV-1000W,日本产)。药品与试剂有呋喃西林标准品(Dr. Ehrenstorfer公司出品);甲醇(分析纯),二氯甲烷(分析纯),丙酮(分析纯),乙酸乙酯(分析纯),乙腈(色谱纯),无水硫酸镁(分析纯);试验用水应符合GB/T 6682一级水的标准。试验材料为池塘底泥。

### 1.2 试验方法

1.2.1 试剂配制 样品提取液为取甲醇与二氯甲烷按体积比(3:7)混合;标准品储备溶液:100  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,称取呋喃西林标准品10.0 mg,加入50%乙腈水溶液溶解,定容到100 mL,  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存;标准工作液为取一定量标准品储备液,加50%乙腈水溶液稀释配置成质量浓度为0.005  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、0.020  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、0.050  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、0.200  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、0.500  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 和2.000  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的梯度系列。

1.2.2 样品前处理 称取样品10.00 g于100

mL离心管中,加提取液20 mL,再加入5 g无水硫酸镁,充分摇匀,按规定方式提取后,于4 500  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ 离心5 min,取上清液,沉淀再加入20 mL提取液重复提取1次。合并上清液于蒸馏瓶中,在旋转蒸发器上45  $^{\circ}\text{C}$ 水浴减压蒸馏至近干,加入2 mL 50%乙腈水溶液洗瓶,取洗液过0.22  $\mu\text{m}$ 滤膜,于液相分析。以上所有操作均须避光。若底泥水分含量较高(呈流状),应先于4 500  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ 离心5 min,沉淀按上述方法测定,上清液按照岑剑伟等<sup>[18]</sup>的方法进行检测,结果为上清和沉淀两部分含量之和。

1.2.3 样品提取方式 振荡法的振摇速度为230  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ ,时间15 min;超声波加热法的频率为35 kHz,强度100%,温度40  $^{\circ}\text{C}$ ,时间15 min。

1.2.4 色谱条件 在确定其他色谱条件下,选择比较不同流动相,优化洗脱程序。色谱柱为Agilent Zorbax SB-C18,250 mm  $\times$  4.6 mm(5  $\mu\text{m}$ );进样量20  $\mu\text{L}$ ;流速1.0  $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ;柱温30  $^{\circ}\text{C}$ ;检测信号365 nm。

1.2.5 计算公式 样品中呋喃西林质量分数计算公式为:

$$X = \frac{C_1 \cdot V_1 + C_2 \cdot V_2}{M} \times 1000$$

式中 $X$ 为样品中呋喃西林的质量分数( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ); $C_1$ 为沉淀提取液中呋喃西林的质量浓度( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ); $V_1$ 为沉淀提取液最终定容体积(mL); $C_2$ 为上清液提取液中呋喃西林的质量浓度( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ); $V_2$ 为上清液提取液最终定容体积(mL); $M$ 为样品的称取质量(g)。

## 2 结果与分析

### 2.1 提取液的选择

2.1.1 单溶剂提取 使用超声波加热法提取2次,不同溶剂提取过程的现象和结果列于表1。单溶剂提取回收率均较低,乙腈回收率最高,其次是丙酮、甲醇,二氯甲烷回收率最低(10%),这可能与底泥在溶剂中的分散度有关。提取过程中,底泥在乙腈等溶剂中分散均匀,可以充分接触,而底泥在二氯甲烷或乙酸乙酯中则难以分散,凝聚成团。另外,浓缩时乙酸乙酯、甲醇的提取液55  $^{\circ}\text{C}$ 较难蒸馏干,试验中发现蒸馏温度太高会造成目标物质的损失。

表 1 不同溶剂提取效果的对比

Tab. 1 Comparison of extraction effects of different solvents

提取溶剂 extraction solvent	空白值/ $\mu\text{g}$ blank	加标量/ $\mu\text{g}$ added amount	测定值/ $\mu\text{g}$ measured value	平均回收率/% average recovery	评价 evaluation
丙酮 acetone(A)	0	0.823 8	0.477 0 $\pm$ 0.055 7	57.9	泥与溶剂很容易混匀, 提取液离心后仍浑浊, 55 $^{\circ}\text{C}$ 以下较快蒸干
甲醇 methanol(M)			0.451 8 $\pm$ 0.003 3	54.8	同上
乙腈 acetonitrile			0.542 1 $\pm$ 0.009 3	65.8	同上
乙酸乙酯 ethyl acetate			0.361 7 $\pm$ 0.029 1	43.9	泥变性成团, 剧烈震荡后可分散, 55 $^{\circ}\text{C}$ 以下较难蒸干
二氯甲烷 (DM) dichloromethane			0.083 6 $\pm$ 0.005 8	10.1	泥变性, 凝成一团, 不易捣碎, 40 $^{\circ}\text{C}$ 较快蒸干

2.1.2 混合溶剂提取 试验中发现, 二氯甲烷中加入一定比例甲醇、乙腈或丙酮后, 能与底泥充分混合均匀。比较了甲醇与二氯甲烷、丙酮与二氯甲烷不同比例的混合液的提取效果, 前者提取回收率明显较后者好(表 2)。甲醇与二氯甲烷的混合液提取, 回收率显著提高, 达到 80% 以上, 其中甲醇比例占 10% ~ 30% 时回收率稳定, 达 85% 以上,  $V(\text{甲醇})$  与  $V(\text{二氯甲烷})$  比为 1 : 1 时回收率略有下降, 原因可能在于提取液在蒸馏浓缩时用时太长而导致部分呋喃西林的热不稳定降解。试验中发现甲醇比例越高, 样品与提取液

混合程度越好, 更利于提取。比例为 3 : 7 时回收率高, 提取液杂质少, 因而选取  $V(\text{甲醇}) : V(\text{二氯甲烷}) = 3 : 7$  混合液作为底泥样品的提取液最为合适。

## 2.2 提取方法

试验比较了振荡法和超声波加热法提取底泥中呋喃西林的效果。使用  $V(\text{甲醇}) : V(\text{二氯甲烷}) = 3 : 7$  提取液提取 2 次, 相同处理时间, 超声波加热提取法回收率和稳定性均高于振荡法(表 3)。另外, 振荡法处理时提取液容易洒出, 造成损失。因而笔者认为使用超声波提取法更合适。

表 2 不同比例混合提取液提取效果比较

Tab. 2 Comparison of extraction effects of 2 mixed solvents with different proportions

溶剂比例 solvent proportion	加标量/ $\mu\text{g}$ added amount	提取溶剂 extraction solvent			
		$V(\text{甲醇}) : V(\text{二氯甲烷})$ M : DM		$V(\text{丙酮}) : V(\text{二氯甲烷})$ A : DM	
		测定值/ $\mu\text{g}$ measured value	平均回收率/% average recovery	测定值/ $\mu\text{g}$ measured value	平均回收率/% average recovery
1 : 9	0.63	0.552 3 $\pm$ 0.003 3	87.7	0.292 0 $\pm$ 0.000 9	46.3
2 : 8		0.542 9 $\pm$ 0.028 7	86.2	0.346 4 $\pm$ 0.035 8	55.0
3 : 7		0.559 6 $\pm$ 0.006 0	88.8	0.267 6 $\pm$ 0.016 4	42.5
5 : 5		0.511 4 $\pm$ 0.000 3	81.2	0.420 1 $\pm$ 0.034 2	66.7

表 3 2 种方法提取能力的比较

Tab. 3 Comparison of 2 different extraction methods

加标量/ $\mu\text{g}$ added amount	超声波加热法 ultrasonic heating extraction		振荡法 oscillation extraction	
	测定值/ $\mu\text{g}$ measured value	平均回收率/% average recovery	测定值/ $\mu\text{g}$ measured value	平均回收率/% average recovery
0.501	0.453 7	89.5 $\pm$ 1.4	0.407 2	75.5 $\pm$ 5.5
	0.448 9		0.352 9	
	0.439 4		0.372 5	

## 2.3 色谱条件的优化

2.3.1 检测波长的选择 取呋喃西林标准溶液, 扫描 190 ~ 800 nm 范围内光学吸收, 谱图上出现 2 个明显的吸收峰, 分别在 265 nm 和 365 nm 附近, 最大吸收波长在 365 nm 处(图 1)。为获得更高灵敏度, 方法选择 365 nm 作为检测波长。以样品提取液上样分析, 365 nm 检测, 色谱图杂峰少, 目标峰周围无杂峰干扰。

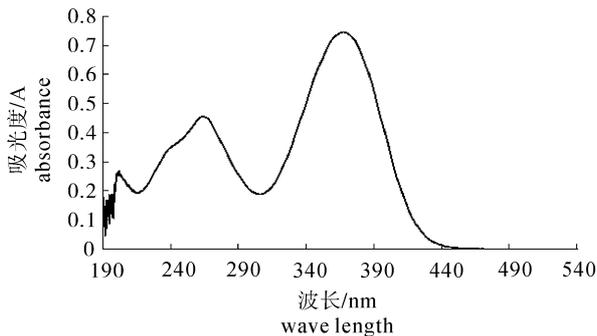


图 1 呋喃西林吸收光谱

Fig. 1 Absorption spectrum of NFZ standard

2.3.2 流动相的确定 在 C18 柱上(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)、柱温 30℃、流速 1 mL·min<sup>-1</sup>、检测波长 365 nm 条件下, 试验比较了乙腈-磷酸二氢铵、乙腈-磷酸二氢钠、乙腈-乙酸铵、乙腈-0.1% 磷酸等几种流动相, 以体积比为 10 : 90、20 :

80、30 : 70、40 : 60、50 : 50 比例等梯度洗脱分离呋喃西林的效果, 发现采用等度洗脱很难得到好的峰形, 色谱峰较宽, 但梯度洗脱可以获得较好峰形。以乙腈-0.050 mol·L<sup>-1</sup> 磷酸二氢铵溶液(pH = 4.46)进行梯度洗脱, 变换不同洗脱梯度均可得到较好的峰形, T1 至 T6 梯度(表 4), 随着乙腈比例陡度的增加, 呋喃西林出峰变早, 峰形尖锐(图 2)。以样品提取液进样测试, T2 梯度最佳, 目标峰与杂质峰离得较开; T3 ~ T6 靠得太近, 甚至分不开; T1 则出峰晚, 目标峰稍展宽。另外, 以 0.1% 磷酸、磷酸二氢钠(pH = 4.0)、乙酸铵(pH = 7.0)、水等代替梯度洗脱中磷酸二氢铵溶液进行梯度洗脱均可得到相同的结果。因此, 可以省去配制缓冲盐的工作, 方法选择采用乙腈-水作为流动相。

## 2.4 方法评价

2.4.1 方法线性范围和检测限 配制呋喃西林标准工作液, 用液相色谱分析, 测定不同浓度工作液的峰面积, 并做峰面积-浓度校正曲线, 曲线方程为  $Area = 96.976Amount - 0.00499$ , 相关系数为 0.99999(图 3)。呋喃西林在 0 ~ 2.000 g·mL<sup>-1</sup> 范围内具有很好的线性。0.005 μg·mL<sup>-1</sup> 质量浓度对应信噪比 S/N = 12, 以 6 倍信噪比计算得检测限的质量浓度为 0.0025 μg·mL<sup>-1</sup>, 换算为底泥样品检测限为 0.25 μg·kg<sup>-1</sup>。

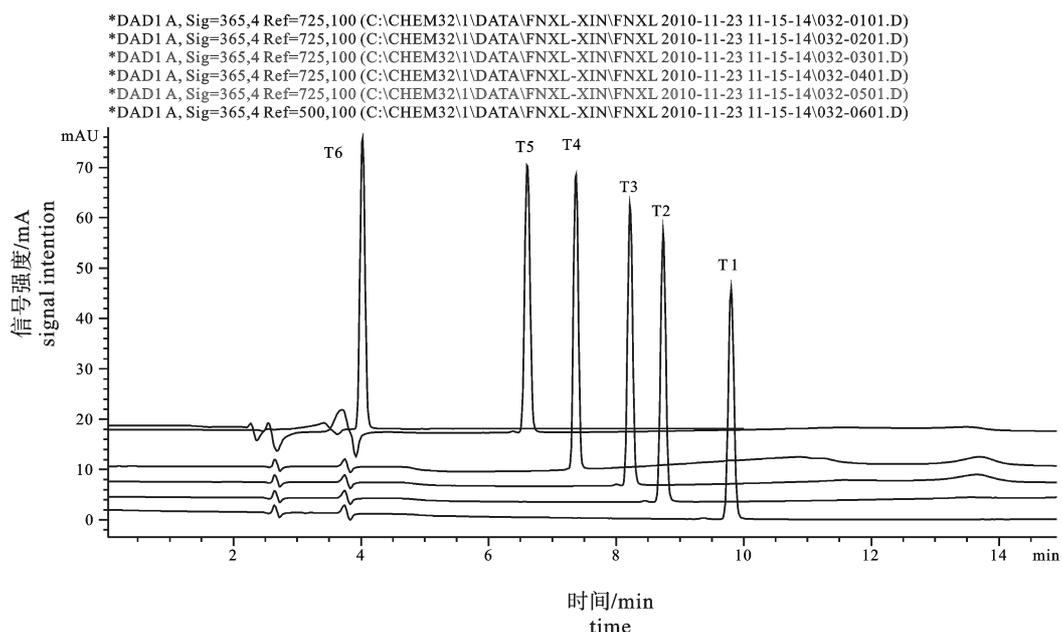


图 2 呋喃西林梯度洗脱色谱图

Fig. 2 Chromatogram of NFZ with gradient elution

表4 梯度洗脱中乙腈比例的变化(1→4)

Tab. 4 Change of acetonitrile in gradient elution

梯度名称 gradient elution	梯度步骤 gradient step							
	1		2		3		4	
	时间/min	百分比/%	时间/min	百分比/%	时间/min	百分比/%	时间/min	百分比/%
T1	0 : 00	5	15 : 00	50	16 : 00	5	20 : 00	5
T2	0 : 00	10	15 : 00	50	16 : 00	10	20 : 00	10
T3	0 : 00	10	10 : 00	50	11 : 00	10	15 : 00	10
T4	0 : 00	10	8 : 00	50	9 : 00	10	15 : 00	10
T5	0 : 00	10	8 : 00	70	9 : 00	10	15 : 00	10
T6	0 : 00	20	8 : 00	50	9 : 00	20	15 : 00	20

表5 方法回收率

Tab. 5 Recovery of NFZ standard

样品 sample	空白/ $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ blank	添加量/ $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ added amount	测定值/ $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ measured value	平均回收率/% average recovery	相对标准偏差/% relative standard deviation
池塘底泥 pond sediment	0	0.5	$0.427 \pm 0.041$	85.4	9.4
		2	$1.732 \pm 0.061$	86.6	3.5
		10	$9.220 \pm 0.277$	92.2	3.0
		20	$18.180 \pm 1.510$	90.9	8.3
		100	$84.600 \pm 6.430$	84.6	7.6

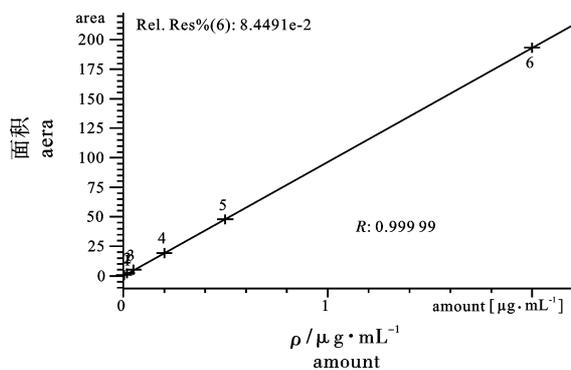


图3 呋喃西林校正曲线图

Fig. 3 Calibration curve of NFZ standard

2.4.2 准确度和精密度 称取 10 g 样品, 分别加标不同浓度, 混匀, 每个浓度 3 个平行, 以  $V$  (甲醇) :  $V$  (二氯甲烷) = 3 : 7 为提取液, 超声波加热法提取测定。另外做一份空白对照。试验结果列于表 5。回收率为 80% ~ 95%, 相对标准偏差小于 10%, 该方法回收率高、稳定性好。空白样品、加标样品见图 4。

### 3 讨论

#### 3.1 水分存在对提取的影响

呋喃西林原药检测的方法, 绝大部分以饲料为研究对象, 底泥的检测尚未见报道。底泥样品和饲料最大的区别在于底泥含水量较大, 水分的存在使得提取液浓缩的温度升高、时间延长, 也一定程度上会影响溶剂的提取效率, 从而影响了回收率, 所以必须除去水分。文章方法中要加入吸水剂, 对于含水量比较高的样品(呈流状的底泥), 采用先离心再分别测定上清和沉淀的做法, 这样可以确保不同样品提取的稳定性。分别试验了无水硫酸钠和无水硫酸镁的吸水效果。无水硫酸钠一般是在室温下以过无水硫酸钠柱的方式使用<sup>[19-21]</sup>, 在高于 32 °C 使用吸水效果差, 不适用于超声波加热法; 无水硫酸镁的吸水能力则不受常规温度制约, 40 °C 下吸水较强, 一般 10 g 底泥加入 5 g 就可以将水完全吸除, 比无水硫酸钠好用, 因此被选用。

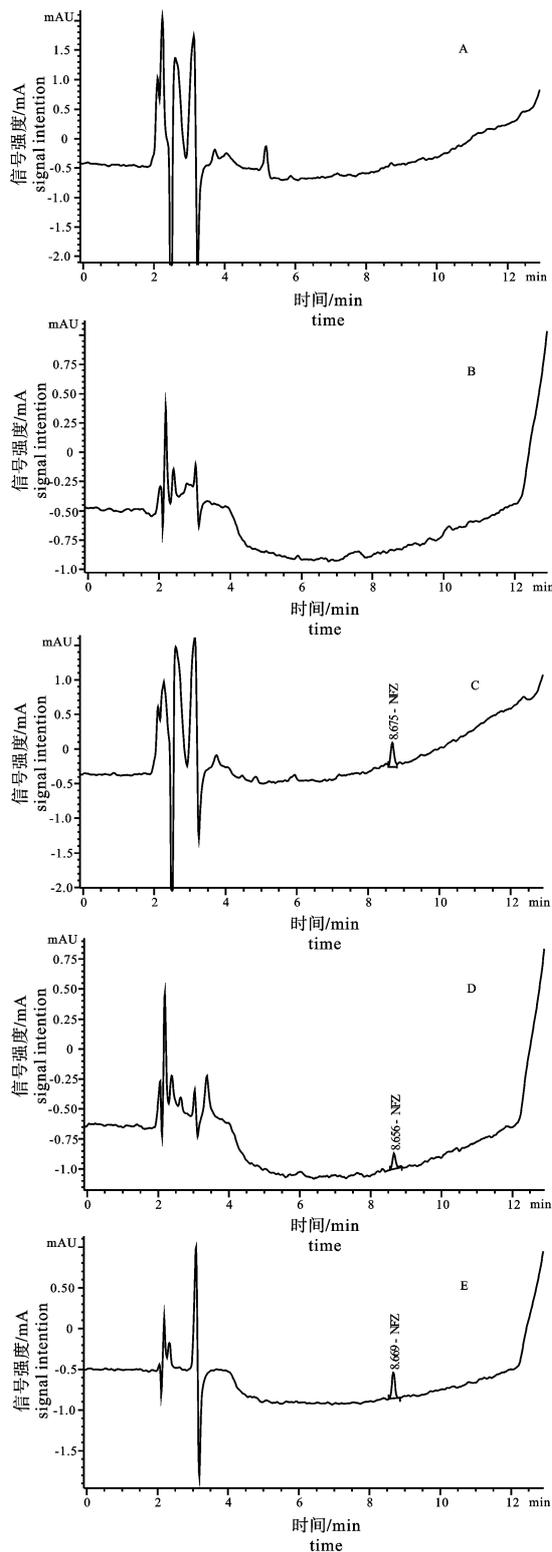


图4 色谱图

A. 空白(沉淀); B. 空白(上清); C. 底泥加标 ( $2.0 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ , 沉淀);  
D. 底泥加标 ( $2.0 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ , 上清); E. 标准( $0.020 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )

Fig. 4 Chromatogram of sample

A. blank sample(precipitate); B. blank sample (supernate);  
C. spiked sample(precipitate); D. spiked sample (supernate); E. standard of NFZ

### 3.2 提取液对提取的影响

因水分的存在,使用与水不互溶的溶剂提取时都会存在泥块变性成团、不分散而导致提取不充分的问题<sup>[21-22]</sup>。单溶剂提取时,乙酸乙酯和二氯甲烷使底泥变性成块,因而提取回收率明显低于丙酮、甲醇等水溶性溶剂,二氯甲烷提取使泥团最难打散,其提取率最低。然而,水溶性溶剂提取也达不到理想结果,提取回收率低于70%。且底泥样品基质背景复杂,以丙酮、甲醇或乙腈提取,提取液颜色深杂质多,须经过净化才能测定。试验发现,二氯甲烷中加入部分甲醇或丙酮组成的混合溶剂能够明显改善回收率,30% 甲醇-二氯甲烷溶液回收率达85%以上,且提取液含杂质少,可直接测定而不需做进一步纯化。混合溶剂提取效果优于单溶剂,推测其原理可能在于:1)部分水溶性溶剂(甲醇等)的存在改善了提取液与底泥的接触;2)二氯甲烷的存在可以有效阻止水溶性杂质进入提取液中。

### 4 结论

综上所述,文章研究了水产养殖环境底泥中呋喃西林残留量的测定方法,确定了最佳提取溶剂和提取方法,优化了色谱条件,样品处理过程比较简单,回收率较高,稳定性好,灵敏度较高,检测限达到  $0.25 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

### 参考文献:

- [1] BATTACHARYR K. Chromosome damage by semicarbazide in spermatocytes a grasshopper[J]. Mutat Res, 1976, 40(3): 237 - 242.
- [2] DE LA FUENTE DEL R M. Teratogenic effect of semicarbazide in Wistar rats[J]. Biol Neonate, 1986, 49(3): 150 - 157.
- [3] HIRAKAWA K, MIDORIKAWA K, OIKAWA S, et al. Carcinogenic semicarbazide induces sequence-specific DNA damage through the generation of reactive oxygen species and the derived organic radicals[J]. Mutat Res, 2003, 536(1/2): 91 - 101.
- [4] 徐英江, 田秀慧, 任传博, 等. 氨基脲在栉孔扇贝体内的生物富集与消除规律[J]. 水产学报, 2013, 37(3): 443 - 449.
- [5] 刘书贵, 吴仕辉, 郑光明, 等. 呋喃西林代谢物在杂交鳢(斑鳢♀ × 乌鳢♂)体内的残留消除规律研究[J]. 华南农业大学学报, 2013, 34(2): 248 - 253.
- [6] 倪永付, 朱莉萍, 王勇, 等. 微山湖小青虾各部分呋喃西林代谢物含量测定[J]. 食品与发酵科技, 2012, 48(1): 86 - 88.
- [7] 邢丽红, 李兆新, 王英姿. 呋喃西林在海参体内的代谢消除规律研究[J]. 中国渔业质量与标准, 2012(4): 44 - 49.
- [8] 樊新华, 郑浩, 钱伟, 等. 呋喃西林代谢物氨基脲在中华绒螯

- 蟹体内的衰减研究[J]. 江苏农业科学, 2010(6): 368-370.
- [9] 谭志军, 翟毓秀, 冷凯良, 等. 呋喃西林和呋喃唑酮代谢物在大菱鲆组织中的消除规律[J]. 中山大学学报: 自然科学版, 2008, 47(Z1): 63-69.
- [10] 蒋原, 丁涛, 徐锦忠, 等. 硝基呋喃类药物在克氏螯虾组织中消除规律的研究[J]. 畜牧与兽医, 2008, 40(2): 34-37.
- [11] 禁用药物中孔雀石绿、氯霉素和硝基呋喃类使用频率高[J]. 海洋与渔业, 2011(11): 15.
- [12] 陈昌福, 王玉堂. 替代硝基呋喃类和孔雀石绿禁用药物的药物筛查报告(连载一)[J]. 中国水产, 2012(6): 58-61.
- [13] MICHAEL A, QUILLIAM, BRIAN E, et al. Identification of the photolysis products of nitrofurazone irradiated with laboratory illumination[J]. Can J Chem, 1987, 65(5): 1128-1132.
- [14] 张会彩, 李军, 闫晓东, 等. 高效液相色谱法检测饲料中7种硝基呋喃类药物[J]. 中国兽医杂志, 2011, 47(5): 72-74.
- [15] 王蕾, 鲍恩东. 饲料中硝基呋喃类药物高效液相色谱检测方法的建立[J]. 中国农业大学学报, 2011, 16(2): 125-132.
- [16] 彭莺, 吴治将, 殷少有. 超高效液相色谱法检测饲料中四种硝基呋喃类药物[J]. 顺德职业技术学院学报, 2010, 8(1): 13-15.
- [17] JORGE B, SARA M, RITA B, et al. Determination of nitrofurans in animal feeds by liquid chromatography-UV photodiode array detection and liquid chromatography-ionspray tandem mass spectrometry[J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 586(1/2): 359-365.
- [18] 岑剑伟, 李来好, 杨贤庆, 等. 高效液相色谱法测定养殖水体中呋喃西林[J]. 食品科学, 2013, 33(2): 175-178.
- [19] 魏新军, 颜振敏, 陈万霞, 等. 高效液相色谱法测定鸡肉中6种磺胺类药物残留[J]. 食品与机械, 2009, 25(5): 114-116.
- [20] 陈猛, 陆婉清, 韩燕, 等. 固相萃取-气相色谱法对河水与海水中36种农药残留的同时测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(12): 1378-1383.
- [21] 刁石强, 吴燕燕, 李来好, 等. 高效液相色谱法测定水产养殖底泥中呋喃唑酮残留量的研究[J]. 南方水产, 2010, 6(2): 53-58.
- [22] 岑剑伟, 杨贤庆, 李来好, 等. 用高效液相色谱法检测底泥环境中孔雀石绿的方法[J]. 大连水产学院学报, 2009, 24(6): 568-573.