

文章编号: 1674-5566(2009)04-0472-07

# 微生物显色法快速检测水产品 中恩诺沙星残留

胡 鲲<sup>1</sup>, 李 怡<sup>1</sup>, 朱泽闻<sup>2</sup>, 黄宣运<sup>1</sup>, 王民权<sup>1</sup>, 方淑蓓<sup>1</sup>, 杨先乐<sup>1</sup>

(1. 上海海洋大学农业部渔业动植物病原库, 上海海洋大学水产品药物残留监控检测中心,  
上海海洋大学省部共建水产种质资源发掘与利用教育部重点实验室, 上海 201306

2. 全国水产技术推广总站, 北京 100026)

摘 要: 针对水产品中恩诺沙星残留, 通过筛选药物敏感菌株和显色剂, 建立了一种基于显色反应来判断结果的微生物检测方法。以腾黄八叠球菌 (*Sarcina ureae*) 为指示菌株, 以氯化三苯四氮唑显色为显色剂, 阳性样品呈肉眼可辨的红色, 阴性样品呈无色, 最低检测限可达  $50 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。经酶联免疫法 (最低检测限可达  $12 \mu\text{g}/\text{kg}$  回收率在 74.25% ~ 93.38% 之间) 和高效液相色谱法 (最低检测限可达  $5.0 \mu\text{g}/\text{kg}$  回收率在 78.20% ~ 91.27% 之间) 验证, 该方法准确、可靠。不同于传统的方法, 该方法更为快速、便捷、易于结果判定, 是对现有检测方法的一种有益的补充和完善, 极其适合在生产、销售、流通等非实验室条件下作为初筛方法使用。

关键词: 微生物显色法; 恩诺沙星; 残留; 检测

中图分类号: S948 文献标识码: A

## A rapid method to determine the residues of enrofloxacin in fishery products by microbiological chromotest

HU Kun<sup>1</sup>, LI Yi<sup>1</sup>, ZHU Zewen<sup>2</sup>, HUAN Xuan-yun<sup>1</sup>,  
WANG Ming-quan<sup>1</sup>, FANG Shu-bei<sup>1</sup>, YANG Xian-le<sup>1</sup>

(1. Aquatic Pathogen Collection Center of Ministry of Agriculture, Research Centre for Aquatic Drug  
Analysis and Measurements in Shanghai Ocean University, SOU Key Laboratory of Aquatic

Genetic Resource Excavation and Utilization Certified by Ministry of Education, Shanghai 201306, China

2. The National Fishery Technical Extension Center, Beijing 100026, China)

Abstract: BY screening the sensitive strain and the color developing reagent, we established a microbiological chromotest method to determine the residues of enrofloxacin in the fishery products. *Sarcina ureae* treated as the indication strain and triphenyl tetrazolium chloride as the color development reagent, the positive samples show red while the negative ones colorless. The detection limits of the method can reach  $50 \mu\text{g}/\text{kg}$ . This method is precise and reliable, which is verified by Enzyme Linked Immunosorbent Assay (ELISA) and HPLC Performance Liquid Chromatography (HPLC) methods. The detection limits of ELISA method can reach  $12 \mu\text{g}/\text{kg}$  while the recovery rates covered 74.25% - 93.38%. The detection limits of HPLC method can reach

收稿日期: 2009-01-03

基金项目: 国家科技基础条件平台项目 (2007DKA30470-13); 上海市重点学科建设项目 (Y1101)

作者简介: 胡 鲲 (1976-), 男, 湖北沙市人, 副教授, 主要从事微生物、水产品安全等方面的研究。E-mail: kh@shou.edu.cn

通讯作者: 杨先乐, E-mail: xyfan@shou.edu.cn

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

05.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  while the recovery rates covered 78.20%—91.27%. Compared to the traditional method, this method is more rapid, convenient and easier. It is beneficial to the current procedure and can be applied in these fields such as cultivation, safe transportation, consumption and quality inspection.

Key words: microbiological chromoest; enrofloxacin residues; detection

恩诺沙星<sup>[1]</sup> (enrofloxacin, 简称 ENR) 是一种喹诺酮类药物。我国政府规定: 恩诺沙星在水产品中的残留限量为 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>[2]</sup> (鳎鲷除外<sup>[3]</sup>)。近年来屡屡发生由药物残留引发的水产品安全事件均涉及到 ENR, 使其成为公众关注的热点之一。ENR 在动物可食用组织中残留的检测方法主要包括微生物法<sup>[4]</sup>; 高效液相色谱法 (HPLC)<sup>[5-6]</sup>; 酶联免疫法 (ELISA)<sup>[4, 7]</sup> 和毛细管电泳法<sup>[8]</sup> 等。微生物法作为一种简便、快捷的初筛方法具有广阔的应用前景。传统的微生物法以抑菌圈直径作为定量的标准。但是, 影响其结果判定的因素极多 (如接种物浓度、培养基、培养条件等<sup>[4]</sup>), 且阳性反应判定的阈值规定不一<sup>[4, 9-10]</sup>, 导致假阳性几率极高, 重现性也不理想。活细胞分泌的某些代谢产物在显色剂作用下可发生肉眼可辨的颜色变化, 药物敏感微生物菌株同样具有类似的性质。相比测量抑菌圈直径, 显色法的优势显而易见: 结果易于判读、更灵敏、更准确和易于推广。目前, 国内尚无该方面研究报道和检测试剂盒问世。本文通过筛选药物敏感菌株和显色剂, 建立了基于微生物显色反应的测定水产品中 ENR 残留的快速方法, 并结合酶联免疫法和液相色谱法对快速检测的结果进行了复检确认。期望本方法为药物残留快速检测程序提供一种新的参考思路, 为实现“从农田到餐桌”的全程药物残留监控提供技术支持。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器和试剂

使用的仪器有: Agilent 1100 高效液相色谱仪, Biotek EL311 型酶标仪, MICROSON 超声波破碎仪, SANYO 烘箱, Hitachi CR21G 型高速离心机, Thermo Form 3111 型培养箱, Sanyo MLS3780 型高压蒸汽灭菌锅, Foma Scientific 725 型超低温冰箱。

ENR 原料药纯度高于 99%, 购自浙江新昌国邦兽药厂。95% 乙醇、乙腈、氯化钠、氯化钾、磷酸氢二钠、磷酸氢二钾、四丁基溴化铵、氯化三苯四氮唑 (Triphenyl tetrazolium chloride, 简称 TTC)、苯酚红、牛肉膏蛋白胨培养基均为国产化学纯试剂, 甲醇、柠檬酸、醋酸铵为国产色谱纯试剂。异育银鲫 (*Carassius auratus gibelio*) 购自上海易初莲花超市。

荷兰 EURO-DIAGNOSTICA 公司恩诺沙星检测试剂盒, 包括包被恩诺沙星抗体的 96 孔板、恩诺沙星标准液、过氧化物酶恩诺沙星结合物、恩诺沙星抗体、反应停止液等。

藤黄八叠球菌 (*Sarcina ureae*) BYK001024、大肠杆菌 (*Escherichia coli*) BYK00105-01-01、枯草芽孢杆菌 (*Bacillus subtilis*) BYK000318-01-01、嗜热脂肪芽孢杆菌 (*Bacillus stearotherophilus*) BYK00039-01-01 和荧光假单胞菌 (*Pseudomonas fluorescens*) BYK00017-01-01 由上海海洋大学农业部渔业动植物病原库保藏。

### 1.2 标准溶液的配制

磷酸缓冲液: 精确称取 8.0  $\text{g}$  氯化钠、0.2  $\text{g}$  氯化钾、1.44  $\text{g}$  磷酸氢二钠和 0.24  $\text{g}$  磷酸氢二钾, 用蒸馏水定容至 1 L。

ENR 标准品母液: 准确称取 0.001  $\text{g}$  干燥恒重的 ENR 标准品, 用 2 mL 2% 醋酸溶液溶解后, 用磷酸缓冲液定容至 100 mL, 配制成 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 ENR 标准品母液,  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  保存备用。

### 1.3 微生物显色法测定 ENR 在水产品中残留

#### 1.3.1 显色培养基的配制

称取 0.1  $\text{g}$  TTC 和苯酚红, 分别加入 5 mL 95% 乙醇酒精溶解, 再用蒸馏水定容至 100 mL, 分别配制成 1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 TTC 苯酚红显色液。

往 1 L牛肉膏蛋白胨培养基中分别加入 10 mL TTC和苯酚红显色液,配制成 TTC和苯酚红显色培养基。

### 1.3.2 水产品中 ENR残留的测定

称取 5.0 g切碎的异育银鲫肌肉、肝脏,置于均质器中匀浆,加入 10 mL 10 g/L无菌磷酸缓冲液,置于旋涡混和器上振荡 3 min, 4 500 r/min离心 10 min。取上清液 0.1 mL分别与 0.1 mL指示菌(八叠藤黄球菌 BYK0001024,大肠杆菌 BYK00105-01-01,枯草芽孢杆菌 BYK000318-01-01,嗜热脂肪芽孢杆菌 BYK00039-01-01和荧光假单孢菌 BYK00017-01-01)菌悬液混合,涂布于显色培养基平板上,37 °C倒置培养 24 h(嗜热脂肪芽孢杆菌 55 °C培养)。

### 1.3.3 最低检测限的确定

将 ENR标准母液梯度稀释,添加至鲫鱼空白组织中,测定显色反应的最低检测限。

## 1.4 微生物显色法测定结果的验证

### 1.4.1 酶联免疫法

参照 EURO-DIAGNOSTICA恩诺沙星试剂盒说明书,测定水产品不同组织中 ENR残留。

### 1.4.2 高效液相色谱法

参照准确称取样品 5 g精确到 0.01 g,依次加入 30 g无水硫酸钠和 30 mL酸化乙腈,用高速组织捣碎机匀浆。将匀浆样品置于带玻璃珠的三角瓶中(2~3粒/瓶),经摇床振荡 15 min(120 r/min),再转入离心管中,4 500 r/min离心 15 min。取上清液。往残渣中加入 30 mL酸化乙腈,重复上述操作一次,合并上清液,置于分液漏斗中,加入 25 mL正己烷,振荡 5 min,充分静置,取下层乙腈层移入烧瓶,55 °C旋转蒸发至干。用 1.0 mL流动相充分溶解残渣,移入 1.5 mL离心管,4 500 r/min离心 5 min。取上清液,经 0.45 μm微孔滤膜过滤,滤液供高效液相色谱仪测定。色谱条件参照胡赜<sup>[5]</sup>提供的方法。

## 2 结果

### 2.1 微生物显色法检测 ENR在水产品中残留

#### 2.1.1 微生物显色剂的筛选

分别以滕黄八叠球菌、产碱假单孢菌、枯草芽孢杆菌、溶藻弧菌和荧光假单孢菌作为指示菌,在苯酚红和 TTC显色剂培养基上与对照组颜色均有差异(如图 1)。在苯酚红显色培养基中,对照组呈粉红色,试验组呈鲜红色;在 TTC显色培养基中,对照组呈无色,试验组呈粉红色。TTC显色培养基色差较为明显,因此选取 TTC显色培养基作为测定 ENR残留的显色培养基。

#### 2.1.2 微生物对 ENR药物敏感性的筛选

TTC显色培养基上,分别以滕黄八叠球菌、大肠杆菌、枯草芽孢杆菌、嗜热脂肪芽孢杆菌和荧光假单孢菌作为指示菌,检测异育银鲫肌肉中 ENR残留的最低检测分别可达 50 μg/kg、120 μg/kg、100 μg/kg、75 μg/kg和 100 μg/kg。试验结果如图 2(n=3)。

### 2.2 ELISA法测定 ENR在水产品中残留

#### 2.2.1 ELISA方法标准曲线的确定

在 450 nm下,测定系列稀释浓度的 ENR标准溶液的吸光度,将各质量浓度(包括 0 μg/mL)的  $A_{450}$  值转化成  $B/B_0$ , 0 μg/mL的 ENR溶液吸光度为  $B_0$ ,各相应质量浓度的 ENR溶液吸光度为  $B$ 。以  $B/B_0$  值为纵坐标、 $\ln C_{ENR}$ 为横坐标。 $B/B_0$  值与  $\ln C_{ENR}$ 成线性回归关系,线性回归方程为  $Y=14.773-5.5868X$ ,相关系数  $R=0.992$ 。拟合的曲线见图 3。以  $B_0/B=1.2$  确定方法的最低检测限,对应的  $A_{450}$  接近 0.833,即 ENR为 12.12 μg/kg。取 12 μg/kg作为最低检测限,且方法在 10~200 μg/kg间线性关系较好。



图 1 显色剂培养基筛选试验

Fig 1 Test of screening the color developing reagent

a: CK; b: 滕黄八叠球菌; c: 大肠杆菌; d: 枯草芽孢杆菌; e: 嗜热脂肪芽孢杆菌; f: 荧光假单胞菌; I 为 苯酚红显色培养基, II 为 TTC 显色培养基

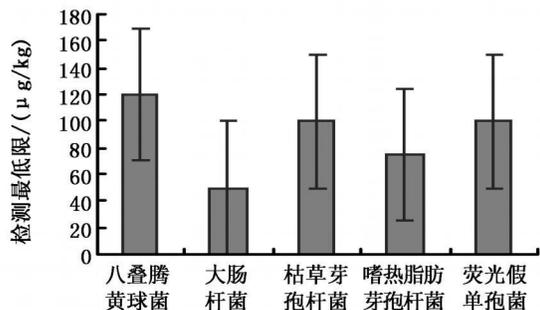


图 2 菌株对 ENR 的检测最低限检测结果

Fig 2 The result of sensitivity to ENR

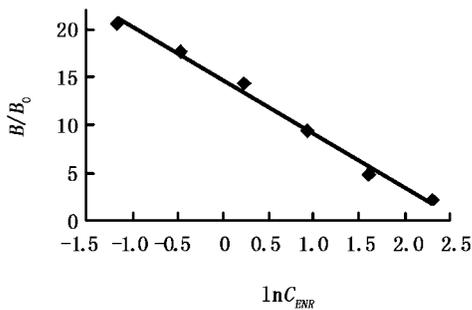


图 3 ELISA 方法下的恩诺沙星标准曲线

Fig 3 The standard curve of ENR by ELISA method

## 2.2.2 ELISA方法测定 ENR在异育银鲫组织中的残留

采用 ELISA方法测定 ENR在水产品中的残留,测试结果见表 1,肌肉组织中回收率为 80.94% ~ 93.38%,肝脏组织中回收率为 74.25% ~ 87.80%,相对标准偏差分别为 3.25% ~ 9.75%和 5.71% ~ 10.22%。

表 1 ELISA测定异育银鲫中 ENR残留方法学数据 (n=3)

Tab 1 Precisions of ENR determinations by ELISA method (n=3)

检查部位	理论值 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定值 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	回收率 (%)	相对标准偏差 RSD (%)
肌肉	12	9.71 $\pm$ 0.95	80.94	9.75
肝脏		8.91 $\pm$ 0.91	74.25	10.22
肌肉	24	20.78 $\pm$ 1.41	86.58	6.76
肝脏		18.98 $\pm$ 1.42	79.08	7.46
肌肉	48	44.82 $\pm$ 1.46	93.38	3.25
肝脏		42.14 $\pm$ 2.41	87.80	5.71

## 2.3 HPLC法测定 ENR在水产品中残留

### 2.3.1 ENR色谱图

ENR标准品色谱图如图 4,标准品浓度为  $10\mu\text{g}/\text{mL}$ , ENR的保留时间为 9.4 min。加入 ENR标准品的异育银鲫肌肉组织样品色谱图如图 5,加标样品浓度为  $5\mu\text{g}/\text{kg}$ 。色谱图基线平稳,药物峰分离效果良好。



图 4 ENR标准色谱图

Fig 4 Chromatogram of ENR standard samples

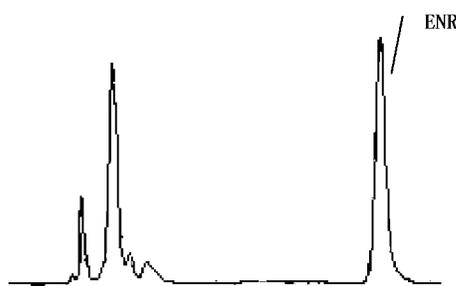


图 5 ENR加标样品色谱图

Fig 5 Chromatogram of the samples added with ENR

### 2.3.2 HPLC法测定 ENR的标准曲线

ENR的标准曲线如图 6, ENR在  $0.02\sim 5.00\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内线性关系良好;标准曲线为  $y=78.343x-1.024$ ,相关系数为 0.9999。

### 2.3.3 HPLC法测定 ENR的最低检测限

向空白样品中添加不同浓度梯度的 ENR标准品,根据 2倍噪音确定最低检测限, ENR的最低检测限分别为  $5.0\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 2.3.4 HPLC方法测定 ENR在异育银鲫组织中的残留

采用 HPLC方法测定 ENR在水产品中的残留,测试结果见表 2,肌肉组织中回收率为 81.60% ~ 91.27%,肝脏组织中回收率为 78.2% ~ 87.80%,相对标准偏差分别为 2.37% ~ 4.95%和 3.62% ~ 4.46%。

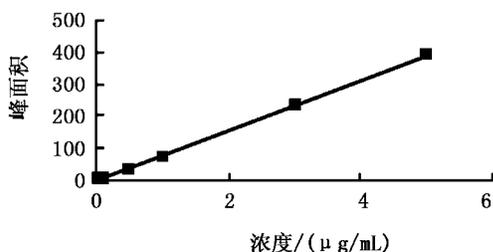


图 6 HPLC法测定的恩诺沙星标准曲线

Fig 6 The standard curve of ENR by HPLC method

表 2 HPLC法测定异育银鲫中 ENR残留方法学数据 (n=3)  
 Tab 2 Precisions of ENR Determinations by HPLC method (n=3)

检测部位	理论值 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定值 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	回收率 (%)	相对标准偏差 RSD (%)
肌肉	5.0	4.08 $\pm$ 0.20	81.60	4.95
肝脏		3.91 $\pm$ 0.17	78.2	4.46
肌肉	10.0	8.73 $\pm$ 0.21	87.30	2.37
肝脏		8.32 $\pm$ 0.31	83.07	3.71
肌肉	15.0	13.69 $\pm$ 0.38	91.27	2.81
肝脏		13.54 $\pm$ 0.49	87.80	3.62

## 2.4 异育银鲫组织中 ENR残留的初筛判定及其结果的复检

向异育银鲫的空白组织样品中添加不同浓度 ENR标准溶液。利用微生物显色法(以八叠腾黄球菌为指示菌株, TTC显色培养基)对其 ENR残留进行初筛判定, 再利用 ELISA和 HPLC法对其检测结果进行复检确认。初筛及复检结果如表 3。空白样品在显色培养基中呈粉红色, 初筛结果为阴性, ELISA法和 HPLC法复检中均未检出 ENR残留。对于在显色培养基中呈无色的样品, 初筛结果为阳性, ELISA法和 HPLC法的复检结果均检测出高于  $50\mu\text{g}/\text{kg}$  的 ENR残留量。

表 3 异育银鲫组织中 ENR残留的初筛及复检鉴别

Tab 3 The results of screening & verification methods to the residues of ENR in *Carassius auratus gibelio* tissues

检测部位	样品名	微生物方法		ELISA方法初筛结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	HPLC方法复检结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
		显色状态	鉴别结果		
肌肉	空白样品	粉红色	阴性	ND	ND
肝脏		粉红色	阴性	ND	ND
肌肉	J-1	粉红色	阴性	22.53	21.51
肝脏		粉红色	阴性	23.46	24.35
肌肉	J-2	无色	可疑	89.62	85.54
肝脏		无色	可疑	75.65	71.56

注: ND为未检出

## 3 讨论

### 3.1 显色剂的选择及其作用机理

利用微生物对于药物的敏感性检测药物残留具有很强的实用性。微生物代谢过程中产生的氢能将无色的氧化型 TTC还原成红色的还原型 TTC。TTC染色法曾被应用于测定奶制品中  $\beta$ -内酰胺类抗生素残留<sup>[11]</sup>。苯酚红是一种偏酸性环境 (PH为 6.8~8.4) 的 PH指示剂, 微生物的生长代谢使培养基酸化, 从而改变苯酚红显色培养基的颜色。相比苯酚红显色培养基的红黄色系, TTC显色培养基呈现无色/红色差异更容易凭肉眼鉴别。

### 3.2 药物敏感菌株的选择及其检测限

利用微生物法检测不同种类的药物残留, 指示菌株往往亦不相同, 如: 表皮葡萄球菌 (*Staphylococcus epidermidis*) 用来测定新霉素<sup>[12]</sup>和庆大霉素<sup>[13]</sup>残留; 藤黄微球菌 (*Micrococcus luteus*) 被当作指示菌株测定氨基青霉素<sup>[14]</sup>和苯唑青霉素<sup>[15]</sup>等。

对于喹诺酮类药物的残留检测, 挪威公布了以大肠杆菌 (ATCC1303) 作为指示菌测定鱼肝等组织中沙拉沙星、氟甲喹的测定方法<sup>[10]</sup>。邢应寿<sup>[9, 16]</sup>利用滕黄八叠球菌抑菌圈测定诺氟沙星、环丙沙星在组织中的最低检测限分别达到  $120\mu\text{g}/\text{kg}$ ~ $300\mu\text{g}/\text{kg}$ 和  $25\mu\text{g}/\text{kg}$ ~ $75\mu\text{g}/\text{kg}$ 。郑晶<sup>[4]</sup>采用喹诺酮类试剂盒测定药物敏感菌的抑菌圈, 测定 ENR残留的灵敏度达到  $40\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本文建立的以滕黄八叠球菌为指示菌株测定 ENR残留的方法, 检测限可达  $50\mu\text{g}/\text{kg}$  符合我国政

府规定的水产品中 ENR残留限量要求。

### 3.3 微生物显色法是对 ELISA、HPLC等方法的补充和完善。

表 2 中 ELISA方法最低检测限可达  $12 \mu\text{g}/\text{kg}$ 且回收率良好。肝脏组织的回收率和重现性均差于肌肉组织,其原因可能是由于肝脏组织成分更为复杂<sup>[17]</sup>,前处理操作对测定结果影响较大所致。HPLC法检测灵敏度高、重现性好,其最低检测限依据浓缩富集步骤<sup>[5-6, 18]</sup>、检测器种类<sup>[6]</sup>及水产品组织样品种类<sup>[6, 18-21]</sup>不同而略有差异。本文采用的 HPLC法对 ENR的最低检测限可达  $5.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 准确性和可靠性良好,一般可作为实验室条件下的最终确认方法。

微生物显色法快速、便捷、易于判定且对环境条件依赖度低,是一种简便、可靠的初筛鉴别方法,适合于在生产、销售、流通等非实验室条件下应用,是 ELISA、HPLC等方法的一种有益的补充。在现有研究结果的基础上,还可将培养基固定化或者制备成商品化的检测试纸条,该方法具有极强的推广和应用前景。

### 参考文献:

- [1] 杨先乐. 新编渔药手册[M]. 北京: 中国农业出版社, 2005: 208—209.
- [2] 中华人民共和国农业行业标准. 无公害食品水产品中渔药限量[S]. NY5070—2002 2002, 北京: 中国农业出版社.
- [3] 中华人民共和国商务部. 出口商品技术指南—食品(鳊鱼)[EB/OL]. 2004. <http://sm.smo.com.gov.cn/obj/a05.Pdf>
- [4] 郑晶, 黄晓蓉, 郑俊超, 等. 微生物抑制法与酶联免疫法检测鳊鱼中喹诺酮类药物残留的比较研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(1): 79—81.
- [5] 胡鲲, 杨先乐, 唐俊, 等. 绒螯蟹中 3 种氟喹诺酮类药物残留检测的前处理方法研究[J]. 华中农业大学学报, 2007, 26(5): 670—675.
- [6] 郑宗林, 唐俊, 喻文娟, 等. RP-HPLC法测定中华绒螯蟹主要组织中的恩诺沙星及其代谢产物[J]. 上海水产大学学报, 2006, 15(2): 156—162.
- [7] 刘红, 曾振灵, 杨桂香, 等. 恩诺沙星 ELISA快速检测方法的建立[J]. 中国兽药杂志, 2006, 40(11): 13—15.
- [8] D Baroň, E Jirnez, Lozano J Cano and J Barboša. Determination of residues of enrofloxacin and its metabolite ciprofloxacin in biological materials by capillary electrophoresis[J]. J Chromatography B: Biomedical Sciences and Applications, 2001, 759(1): 73—79.
- [9] 邢应寿, 祁克宗, 汪雪雁, 等. 肉鸡组织中环丙沙星残留的微生物学检测方法的建立[J]. 动物医学进展, 2006, 27(9): 70—74.
- [10] 王晶, 王林, 黄晓蓉. 食品安全快速检测技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003.
- [11] 中华人民共和国国家标准. GB/T4789 27—2003 食品卫生微生物检验鲜乳中抗生素残留量检验[S]. 2003 北京: 中国标准出版社.
- [12] 沈川, 肖希龙. 鸡组织中新霉素药物残留的微生物学检测方法的研究[J]. 畜牧兽医学报, 2000, 31(6): 536—524.
- [13] 范盛先, 袁宗辉, 孔科, 等. 庆大霉素在猪肉和鸡肉组织中残留的微生物学检测方法研究[J]. 华中农业大学学报, 2001, 20(6): 557—560.
- [14] 张可煜, 王大菊, 袁宗辉, 等. 猪和鸡可食性组织中氨苄青霉素残留的微生物学检测法[J]. 中国兽医学报, 2004, 24(5): 470—472.
- [15] 吴萍, 李雪兰. 鸡组织中苯唑青霉素残留的检测方法—微生物法的研究[J]. 辽宁畜牧兽医, 2003, 1: 31—33.
- [16] 邢应寿. 鸡肉中诺氟沙星残留的微生物学检测方法研究[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(14): 4210—4212.
- [17] 胡鲲, 杨先乐, 张菊. 酶联免疫法检测中华鳖肌肉中已烯雌酚[J]. 上海水产大学学报, 2002, 11(3): 199—202.
- [18] 郭根和, 潘葳, 苏德森, 等. 离子对高效液相色谱法同时测定鱼类中四种喹诺酮类药物的残留[J]. 色谱, 2005, 23(4): 401—403.
- [19] 高华鹏, 李佐卿. 高效液相色谱法检测冷冻烤鳊中恩诺沙星等药物残留[J]. 理化检验: 化学分册, 2005, 41(5): 331—333.
- [20] 张德云, 匡维华, 郑映钦. 恩诺沙星在日本鳊体内残留消除规律研究[J]. 水产科学, 2007, 26(4): 210—213.
- [21] 徐维海, 林黎明, 朱校斌, 等. HPLC/MS法对呋喃唑酮及其代谢物 AOZ在罗非鱼体内残留研究[J]. 上海水产大学学报, 2005, 14(1): 35—39.