

动物源性食品及饲料中多种类兽药残留的测定

液相色谱-串联质谱法编制说明

一、任务来源、起草单位和主要起草人

（一）河北省食品工业协会文件冀食协[2021]号：

各会员及行业相关单位：

，根据《河北省食品工业协会团体标准管理办法》，经河北省食品工业协会研究批准，同意《动物组织、鸡蛋、辅料及饲料中多种类兽药残留的测定 液相色谱-串联质谱法》团体标准编制立项计划(计划编号：T/HBFIA-JH202101)。

（二）正大集团给中心实验室的任务：

作为正大集团中心实验室，要承担每季度各企业原料及产品的兽药残留监测任务，监测项目要覆盖集团肉鸡所有抗生素、年度国家抽检项目、集团大客户百胜、铭基、麦当劳、嘉吉及德克士等国内客户需求以及出口国主要是日本客户的要求项目；检测时限要快速，便于风险识别；要考虑各家公司检测成本，要建立多残留同步检测方法，既能够多项目检测，又最大限度降低检测费用。

（三）标准起草单位：

秦皇岛正大有限公司、河北省食品检验研究院、河北智德检验检测股份有限公司、河北冠卓检测科技有限公司、北京六角体检测技术有限公司、秦皇岛市食品药品检验中心、秦皇岛市农产品质量安全检验监测中心

（四）主要起草人：

鹿翠珍、王建娜、贾昭斌、张红园、马晓斐、张广敬、夏卫东、张会军、刘浩、李润岩、郭峰、杨赵伟等

二、编制背景和意义

（一）背景

错综复杂的全球食品供应链既丰富了中国消费者的餐桌文化，也为食品安全的保障工作带来了新的挑战。如今，食品安全不再是传统的单个国家、企业或者行业组织就能解决的问题，而是需要全食品产业链乃至更广泛的社会力量的通力合作与共同治理。

随着国内外对兽药残留的重视，我国 2019 年 10 月 12 日，农业农村部与国家卫生健康委员会、国家市场监督管理总局联合发布《GB 31650-2019 食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》，该标准将在 2020 年 4 月正式实施。其共涉及 267 种兽药，包括已批准动物性食

品中最大残留限量规定的 104 种兽药 2191 个限量，允许用于食品动物但不需要制定残留限量的 154 种兽药和允许治疗用但不得在动物性食品中检出的 9 种兽药。这也是目前我国兽药残留领域的最高标准要求。

伴随着各方监管及国家抽检的力度，食品企业也不断加强食品安全工作，需要不断提升自我防控能力。随着项目和法律法规对兽药残留限量的要求加严，企业面临一个巨大的瓶颈：按照现有国标或行业等检测方法，需要不断投入人力、高精端设备以满足企业自身产品质量的需求，很多中小型企业已经不能负荷如此高昂的检测成本的投入，转而后续采用快速初筛方法，比如 试剂盒、胶体金测试片等，但对于一些比较正规和国际性的供货商，这些快速检测方法不予认可；虽然有些企业事业单位可以满足人力和物力方面的投入，但是由于结果出具时限随着项目增加逐步延长，严重制约了企业原料使用、生产计划日常调配以及产品发货，造成企业产品和原料周转期长，企业损失增加。因此寻求和开发一种准确快速易于操作推广的 LC-MS-MS 方法已经迫在眉睫。

（二）编制意义：

2.1 兽药项目选择的依据及本次团体标准的优势：

我们的选择，就是行业内所顾虑和担心的。所以本次团体标准所涉及的 68 种兽药项目，在选择上本着涵盖国抽中高风险项目以及消费者及客户关注项目，争取一个方法就能够满足日常企业检测需求。

2.2 方法适用范围选择的的优势：

方法建立的不仅仅要考虑原料肉，还要实现从农场到餐桌全产业链的“一站式”快速检测，考虑到国家抽检从原料、辅料、各类产品的监管。因此在方法建立和研究的整个过程中，我们将方法的适用范围拓展到前端养殖用水、饲料、产品加工过程用辅料等，真正实现采用同一方法多种兽药项目同步检测。

上述 68 种兽药在动物组织、饲料、辅料、鸡蛋中采用同一方法，查国内外检测方法及文献资料也是查找不到或有两种等不同基质同时检测的。

2.3 多残留检测方法后期发展潜力大的优势：

多残留方法在基质和兽药类别上占有绝对优势，方法延展性强，能够在食品安全事故、国家法律法规变化、客户变化过程中快速应对，及时准确开展新的兽药项目，立即展开自检自控，甚至快于国家反应速度。企业采用后，就是奠定了一个兽药检测的基石，极大提高了企业应对食品安全风险的能力。

三、编制依据和起草原则

(一) 本标准编制遵循规范性、适用性和可操作性原则,按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则》(2020年3月31日发布,2020年10月1日实施)第一部分:标准化文件结构和起草规则的要求制订的

(二) SN/T0001-2016《出口食品、化妆品理化测定方法标准编写基本规定》要求编写制订的

(三) 遵循 GB/T27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》的要求进行编写和日常技术验证。

(四) 《动物源性食品及饲料中多种类兽药残留的测定液相色谱-串联质谱法》团体标准制定遵循以下原则:以满足食品安全国家强制标准为基础,比较国外先进的标准、国家推荐性国家标准、行业标准,在确保技术指标科学性的基础上,遵循项目类别多,适用范围广、操作简便、投入少的原则,确保在短时间内快速准确的出具检测结果,满足法律法规要求

四、与我国法律法规和标准的关系

(一) 该标准符合国家现行的法律、法规、规章和国家强制性食品安全标准要求,有助于国家相关法律法规及规章的实施

(二) 食品安全技术指标满足 GB31650-2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》及日本列表制度规定,禁用兽药方法定量限与监管部门定量限一致或更高。

五、团体标准主要技术指标研究

(一) 样品基质的选择

考虑从养殖、加工、运输、销售到餐桌全产业链的兽药残留检测的需要,研究基质选择饲料、含动物源性成分的辅料、动物源性食品来建立团体标准,意在实现全产业链“一站式”检测,快速识别风险,降低检测费用,提高检测效率。

(二) 样品制备的依据

动物源性食品的样品制备遵循 GB/T27404-2008《》附录 E 食品样品的抽取、制备和保存方式,饲料样品的制备遵循 GB/T20195-2006《动物饲料 试样的制备》

(三) 色谱条件的选择

3.1. 色谱柱:

采用 Kinetex® 2.6 μ m 50x3.0mm 或相当者,粒径 5 μ m。

分析:12类多兽残药物在液质分析中绝大多数采用了反相色谱柱。而普通色谱柱对于 $pH > 3$ 的流动相时,填料中残余的 50%左右的硅醇基可能通过氢键或离子交换作用对兽药类药物强烈吸附,造成色谱峰拖尾、保留值不稳定、峰形异常和分离度下降等现象。本实验室在选择色谱柱的时候,对四种色谱柱进行了比较,此四种色谱柱分别是:①Kinetex® 2.6 μ m 50x3.0mm 柱;②ACQUITY UPLC BEH C18 1.7 μ m 2.1*50mm;③Agilent 色谱 C18 4.6*250mm, 5 μ m 柱;④ Agilent 色谱 C18 4.6*150mm, 5 μ m 柱。实验得知,最好的是 Kinetex® 2.6 μ m 50x3.0mm 柱,峰形好,且不容易发生疏水塌陷。此色谱柱的 PH 范围为 1-14,范围广,能满足我们平时的样品检测。

3.2. 流动相:

试验包括正离子和负离子,流动相的 pH 值影响正负离子的离子化,采用 0.005%甲酸-乙腈水溶液,0.01%甲酸-乙腈水溶液,0.1%甲酸-乙腈水溶液,0.2%甲酸-乙腈水溶液,0.5%甲酸-乙腈水溶液 逐个梯度摸索流动相条件,结果表明,0.1%甲酸-乙腈流动相体系在一定梯度下可以很好地将 68 种兽残分离开来,其灵敏度和分辨率都满足实验要求。

表 1: 流动相条件

时间 (min)	流动相 A 0.1%甲酸水溶液 (%)	流动相 B 乙腈 (%)
0.00	90	10
1.50	90	10
2.80	60	40
2.81	60	40
3.00	20	80
3.01	20	80
5.00	90	10

3.3. 流速:

在实验过程中选择了等度几个不同的流速。结果表明,流速太大,各组分保留时间均减少,导致标样峰与样品中的杂质峰重叠,不利于结果的判断。而且,流速加大会使柱压升高,对色谱柱产生损害作用;流速太小,出峰时间长且拖尾严重,色谱峰变宽。流速加大又不使色谱柱受到损害,有选择梯度洗脱。根据不同物质出峰情况,进行多组实验,最终确定流速 400 μ l/min:

3.4. 柱温:

我们曾设定 25 $^{\circ}$ C、30 $^{\circ}$ C、35 $^{\circ}$ C、40 $^{\circ}$ C 四种柱温条件下分别多次试验,但当 25 $^{\circ}$ C 柱温时,如果室内的温度超过此温度,柱温很难降到这一温度,使得柱温不恒定,基线出现漂移现象,且保留时间不一致。当设置 30 $^{\circ}$ C 和 35 $^{\circ}$ C 柱温时,虽然出现上面的情况的几率不大,但分离时间较长,柱温设定 40 $^{\circ}$ C 时,柱效高,故本实验柱温设定为 40 $^{\circ}$ C。

3.5. 进样体积:

液相色谱串联质谱仪 AB4500 灵敏度高, 一般进样体积在 2-10 μ L, 正离子进样量 4 μ L 完全满足实验需求。负离子进样量 5 μ L 满足实验需求若加大进样量无形就加大了杂质进入色谱柱的几率。故样品的进样量正离子进样量 4 μ L; 负离子进样量 5 μ L

通过对色谱条件的优化, 我们最终确立方法的色谱条件如下:

色谱柱: Kinetex[®] 2.6 μ m 50x3.0mm 或相当者。

流动相: 0.1%甲酸水 (A)、乙腈 (B)。

流速: 0.4mL/min。

柱温: 40 $^{\circ}$ C。

进样量: 离子进样量 4 μ L; 负离子进样量 5 μ L。

(四) 质谱条件的选择

依据68种兽残其他检测方法, 确定离子源为电喷雾离子源 (ESI源)。

辅助加热器温度: 500 $^{\circ}$ C。正离子方式扫描/负离子扫描。检测方式: 多反应监测 (MRM); 电喷雾电压: 5.5kV。

再确定每种物质的子离子、母离子及质谱参数, 通过每种物质优化, 具体参数确定如下:

表2: 质谱条件参数表

序号	项目	英文缩写	母离子	子离子	去簇电压 DP	碰撞能量 CE	扫描模
1	磺胺二甲基嘧啶	SM2-1	279.0	156.0	84	28	+
		SM2-2	279.0	203.9	84	23	+
2	磺胺间甲氧嘧啶	SMM-1	281.1	156.0	85	30	+
		SMM-2	281.1	215.0	85	25	+
3	磺胺甲恶唑	SMZ-1	254.1	156.0	40	24	+
		SMZ-2	254.1	147.2	40	37	+
/	磺胺甲恶唑内标	SMZ-13C6	260.1	162.1	50	21	+
4	磺胺二甲氧嘧啶	SDM-1	311.1	156.1	70	28	+
		SDM-2	311.1	107.8	70	42	+
5	磺胺喹恶啉	SQX-1	301.1	156.0	80	22	+
		SQX-2	301.1	107.8	80	38	+
6	磺胺甲氧嘧啶	SMP-1	281.2	156.1	80	23	+
		SMP-2	281.2	215.3	80	23	+
7	磺胺嘧啶	SD-1	251.1	156.1	50	22	+
		SD-2	251.1	185.2	50	24	+
8	磺胺吡啶	SP-1	250.2	156.1	42	22	+
		SP-2	250.2	184.2	42	24	+
9	磺胺噻唑	ST-1	256.1	156.1	50	19	+
		ST-2	256.1	107.8	50	31	+
10	磺胺氯达嗪	SPD-1	285.0	156.0	42	20	+
		SPD-1	285.0	107.9	42	35	+
11	磺胺甲基嘧啶	SM-1	265.3	155.7	80	22	+
		SM-2	265.3	171.9	80	22	+
12	氧氟沙星	OFL-1	362.1	318.2	60	25	+

序号	项目	英文缩写	母离子	子离子	去簇电压 DP	碰撞能量 CE	扫描模
		OFL-2	362.1	261.2	60	35	+
13	诺氟沙星	NOR-1	320.1	233.2	70	31	+
		NOR-2	320.1	302.1	70	26	+
/	诺氟沙星内标	NOR-D5	325.2	281.3	50	22	+
14	环丙沙星	CIF-1	332.4	231.1	40	48	+
		CIF-2	332.4	313.6	40	27	+
15	恩诺沙星	ENR-1	360.2	245.3	45	40	+
		ENR-2	360.2	316.1	45	30	+
16	沙拉沙星	SAR-1	385.9	298.9	80	35	+
		SAR-2	385.9	368.5	80	27	+
17	达氟沙星	DAN-1	357.9	340.2	50	27	+
		DAN-2	357.9	255.1	50	50	+
18	恶喹酸	OXO-1	262.4	244.0	40	22	+
		OXO-2	262.4	216.3	40	37	+
19	培氟沙星	PEF-1	334.3	316.2	80	27	+
		PEF-2	334.3	290.1	80	23	+
20	氟甲喹	FLU-1	262.3	201.9	40	40	+
		FLU-2	262.3	244.0	40	25	+
21	洛美沙星	LOM-1	352.1	265.4	50	30	+
		LOM-2	352.1	333.9	50	25	+
22	双氟沙星	DIF-1	400.1	356.1	40	28	+
		DIF-1	400.1	299.1	40	41	+
23	金刚烷胺	ATD-1	152.0	135.3	80	24	+
		ATD-2	152.0	79.1	80	45	+
/	金刚烷胺内标	ATD-D15	167.2	150.0	70	26	+
24	林可霉素	LIN-1	407.2	126.0	80	37	+
		LIN-2	407.2	358.9	80	24	+
25	红霉素	ERM-1	734.5	158.0	90	40	+
		ERM-2	734.5	575.3	90	25	+
26	替米考星	TIL-1	869.5	174.0	140	55	+
		TIL-2	869.5	132.4	140	72	+
/	罗红霉素内标	ROX-IS1	837.7	158.0	81	48	+
27	吉他霉素	KIT-1	772.0	109.0	90	65	+
		KIT-2	772.0	173.7	90	40	+
28	泰乐菌素	TYL-1	916.6	174.0	100	45	+
		TYL-2	916.6	145.4	100	45	+
29	克林霉素	CMY-1	425.3	125.8	53	44	+
		CMY-2	425.3	377.2	53	22	+
30	土霉素	OTC-1	461.0	425.9	56	23	+
		OTC-2	461.0	443.1	56	20	+
31	四环素	TC-1	445.1	410.0	50	25	+
		TC-2	445.1	154.0	50	33	+
32	金霉素	CTC-1	479.1	444.0	40	23	+
		CTC-2	479.1	462.3	40	23	+
33	强力霉素	DC-1	445.1	428.1	40	30	+
		DC-2	445.1	410.1	40	35	+
/	去甲基金霉素	DMCTC	464.7	448.3	52	25	+
34	克球酚	CLO-1	192.1	101.0	75	38	+
		CLO-2	192.1	87.2	75	41	+

序号	项目	英文缩写	母离子	子离子	去簇电压 DP	碰撞能量 CE	扫描模
35	卡巴氧	KBY-1	263.2	230.9	55	20	+
		KBY-2	263.2	90.1	55	45	+
36	喹乙醇	KYC-1	264.3	143.1	80	40	+
		KYC-2	264.3	212.1	80	25	+
37	阿奇霉素	AQ-1	749.6	591.7	40	47	+
		AQ-2	749.6	157.9	40	47	+
38	甲硝唑	MNZ-1	172.1	127.9	40	19	+
		MNZ-2	172.1	82.1	40	38	+
39	羟基甲硝唑	MNZOH-1	188.1	126.0	35	22	+
		MNZOH-2	188.1	123.0	35	19	+
40	二甲硝唑	DMZ-1	141.9	96.1	41	22	+
		DMZ-2	141.9	81.1	41	31	+
41	羟甲基甲硝唑	HMMNI-1	158.1	140.1	30	17	+
		HMMNI-2	158.1	112.2	30	26	+
42	阿莫西林	Amoxil-1	366.0	114.2	24	27	+
		Amoxil-2	366.0	208.3	24	15	+
43	氨苄西林	Ampicilli	350.0	160.2	47	21	+
		Ampicilli	350.0	191.9	47	20	+
44	泰妙菌素	TM-1	494.1	192.1	80	30	+
		TM-2	494.1	119.0	80	60	+
45	金刚乙胺	RIM-1	180.2	163.1	50	25	+
		RIM-1	180.0	121.2	50	34	+
/	氯霉素内标	CAP-D5	326.0	157.0	75	22	-
46	氯霉素	CAP-1	320.9	152.0	70	25	-
		CAP-2	320.9	257.0	70	17	-
47	地塞米松	DEX-1	436.9	361.3	30	20	-
		DEX-2	436.9	307.4	25	36	-
48	甲矾霉素	TAP-1	354.1	184.9	75	19	-
		TAP-2	354.1	289.8	75	27	-
49	氟苯尼考	FFC-1	356.1	335.7	70	14	-
		FFC-2	356.1	185.2	70	27	-
50	磺胺甲噁二唑	SMT-1	271.0	156.0	80	20	
		SMT-2	271.0	108.0	80	30	+
51	磺胺噁唑	SMD-1	268.0	156.0	80	20	+
		SMD-2	268.0	113.0	80	20	+
52	磺胺醋酰	SAA-1	215.0	156.0	60	15	+
		SAA-2	215.0	108.1	60	28	+
53	苯甲酰磺胺	SBA-1	277.0	156.0	75	25	+
		SBA-2	277.0	108.0	75	35	+
54	磺胺苯吡唑	SPA-1	315.0	156.0	99	28	+
		SPA-2	315.0	160.0	99	30	+
55	磺胺邻二甲氧噻啉	SDX-1	311.0	156.0	80	25	+
		SDX-1	311.0	108.0	80	35	+
56	磺胺异噁唑	SFZ-1	268.1	156	80	35	+
		SFZ-2	268.1	113	80	35	+
57	甲氧苄啉	TMP-1	291.1	230.1	95	33	+
		TMP-2	291.1	261.0	95	34	+
58	泰万菌素	TVA-1	1042.6	109.0	115	110	+

序号	项目	英文缩写	母离子	子离子	去簇电压 DP	碰撞能量 CE	扫描模
		TVA-2	1042.6	814.5	115	50	+
59	氟苯尼考胺	FFA-1	248.0	230.0	50.0	18.0	+
		FFA-1	248.0	130.0	50.0	33.0	+
60	磺胺氯吡嗪	SLQ-1	285.2	156.2	50	25	+
		SLQ-2	285.2	108.3	50	30	+
61	螺旋霉素	Spriamyci	843.3	174.2	80	45	+
		Spriamyci	843.3	142.2	80	45	+
62	喹乙醇代谢物	MQCA-1	189.2	145.1	25	25	+
		MQCA-2	189.2	143.1	25	22	+
63	氨丙啉	AMP-1	243.0	150	40	18	+
		AMP--2	243.0	94	40	18	+
64	阿苯达唑	Alben-1	266	233.9	60	30	+
		Alben-2	266	190.9	60	30	+
65	苯硫脲	Febantel-	447.1	383	85	27	+
		Febantel-	447.1	415	85	20	+
66	芬苯达唑	Fenben-1	300	267.9	60	30	+
		Fenben-2	300	158.7	60	30	+
67	奥芬达唑、	Oxfen-1	316	158.9	108	47	+
		Oxfen-2	316	190.9	108	31	+
68	阿维拉霉素残留 标示物	DIA-1	249	190.3	30	16	-
		DIA-2	249	205.0	30	16	-

(五) 前处理条件的优化

5.1 样品前处理条件的选择和优化

肉类样品的主要成分是水(高达70%)、蛋白质(15-25%)、脂肪(5-25%)和磷脂(1-3%)。蛋白含量高,选用沉淀蛋白效果佳的物质作为提取剂,本研究分别用乙腈、三氯乙酸、乙酸铅、McIlvaine-Na₂EDTA缓冲液,结果发现,在提取过程中,McIlvaine-Na₂EDTA缓冲液净化处理效果最佳,试验过程中用McIlvaine-Na₂EDTA缓冲液变性形成沉淀,通过离心后除去。

5.2 提取方式的旋转

分别采用涡旋、超声波提取、均质提取和振荡4种提取方式。结果表明,振荡提取效果最好,而且回收率比较稳定,因此本方法采用振荡的提取方式。

5.3 净化方法

动物源性食品中基质复杂,净化样品,降低杂质对测定的影响十分重要。净化过程我们选用兽残常用前处理柱MCX小柱、HLB小柱。MCX小柱68项满足回收率要求项目有33项,成功率为73.3%,其中四环素族和大抗球虫类无法保留,不采取,HLB小柱68项全部满足回收率要求,因此本方法采用HLB净化柱。

5.4 淋洗方式

动物源性食品制品杂质含量大，经过1次淋洗效果差，无法满足实验要求，杂质峰干扰大，通过多组实验改变淋洗液浓度和淋洗方式，最终确立，在5%甲醇淋洗前加3mL水淋洗，实验效果好，杂质峰少，对设备污染小

5.5 样品基质效应的消除

在应用超高效液相色谱-串联质谱法测定复杂样品时，基质对于药物的响应有很大不同，对不同的药物具有增强或抑制效应，从而影响定量的准确性。本试验为了消除基质效应对检测结果的影响，采用阴性样添加方式做校准曲线

5.6 最终确定前处理方法：

试样的提取和净化

准确称取2.00g(精确至0.01g)试样至 50mL 离心管中，加入20mL Na₂EDTA-Mellvaine缓冲液溶液，振荡15 min，8000r/min离心10 min。

移取上清液于上述已活化的HLB固相萃取柱中，控制流速为1 mL/min，先用5mL水淋洗、再用3mL 5% 甲醇溶液淋洗，流干后真空泵抽干，然后用5 mL 甲醇分两次洗脱。洗脱液在60℃水浴中氮气吹至近干，加1.0mL定溶液（饲料10mL），涡旋30s溶解，用0.2 μm滤膜过滤后供液相色谱- 质谱/ 质谱测定。

5.7 混合基质校准曲线的制备

称取5个阴性2.00g（精确至0.01g）试样至 50 mL离心管中，从附录B中F组（内标工作液配制）混合内标中间工作液中均移取20 μL加入上述5个阴性样品中；68种标准曲线移取方式和浓度依照以下说明进行：

定量限10 μg/kg曲线浓度10.0、30.0、100.0、200.0、500.0 μg/kg

定量限1 μg/kg曲线浓度1.0、3.0、10.0、20.0、100.0 μg/kg

定量限0.1 μg/kg曲线浓度0.3、0.3、1.0、2.0、10.0 μg/kg

定量限20 μg/kg曲线浓度20.0、60.0、200.0、400.0、500.0 μg/kg

具体配置过程依照方法附录说明，定容溶剂均为甲醇定容。另，曲线配制现配现用。

（六）方法定量限、线性范围的确立及定量限与国内外法律法规的满足程度

6.1 方法定量限

首先要满足国内外相应法律法规的规定，限用药物的定量限值最好低于国内外法律法规的规定，禁用药物的定量限值要同官方、客户方检测方法的最低定量限一致，才能更好的识别风险，降低或杜绝技术壁垒。方法定量限依据标准有 GB31650《食品安全国家标准 食品中最大残留限量》、日本列表制度、农业部【250】号公告、农业部【2292】号公告、农业部【2638】

号公告、农业部【246】号公告

6.2 定量限的确立

应用本实验建立的方法，以出现药物峰（响应的 10 倍峰高）的最低组织药物浓度作为药物在组织中的定量检测限。当空白鸡肉、鸡肝、肉制品、鸡蛋、辅料、饲料样品中添加 68 种药物，色谱图信噪比大于 10（n=10），定为此方法的定量检出限。本方法的定量限均满足法律法规要求。具体定量限与法规限值对应表见表 4。表格中所对应法律法规限值是 6.1 中的法律法规中选择最严格的留限量列表的。

表 4：定量限与法规限值对应表

序号	类别	项目	英文名称	团标方法 定量限	法律法规最低残留限量 (μg/kg)							
					鸡肉	鸡肝	猪肉	牛肉	羊肉	水产	鸡蛋	
1	磺胺类	磺胺二甲嘧啶	Sulfadimidine	10	100	100	100	100	100	100	不得检出	
2		磺胺间甲氧嘧啶	sulfamonomethoxine	10								
3		磺胺甲恶唑	Sulfamethoxazole	10								
4		磺胺二甲氧嘧啶	sulfadimoxine	10								
5		磺胺喹恶啉	Sulfaquinoxaline	10								
6		磺胺甲氧嘧啶	Sulfamethoxypyridazine	10								
7		磺胺嘧啶	Sulfadiazine	10								
8		磺胺吡啶	Sulfapyridine	10								
9		磺胺噻唑	Sulfathiazole	10								
10		磺胺氯达嗪	Sulfachlorpyridazine	10								
11		磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	10								
12		磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	10								
13		磺胺噁唑	Sulfamethazole	10								
14		磺胺醋酰	Sulfacetamide	10								
15		苯甲酰磺胺	sulconazole nitrate	10								
16		磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	10								
17		磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	10								
18		磺胺异噁唑	Sulfisoxazole	10								
19		磺胺氯吡嗪	sulfaclozine	10								
20		甲氧苄啶	Trimethoprim	10								50
21	抗球虫类	克球酚	Clopidol	10	5000	2000	200	200	200	200	200	不得检出
22		苯硫脲	Febantel	10	30	500	100	100	100	100	1300	