

# 团 体 标 准

T/GDNB XXXX—2024

## 动物源性食品中多类兽药残留的测定 及混检快筛法

Determination of multiple types of veterinary drug residues in animal  
derived foods and mixed rapid screening method

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省农业标准化协会 发布



## 目 录

前言 .....	II
第 1 部分：动物源性食品中多类兽药残留的测定 .....	1
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 材料与仪器设备 .....	1
5 试样制备与储存 .....	2
6 检测步骤 .....	2
7 结果计算 .....	4
8 回收率与精密度 .....	4
9 方法定量限 .....	4
第 2 部分：动物源性食品中多类兽药残留混检快筛法测定 .....	5
1 适用范围 .....	5
2 规范性引用文件 .....	5
3 术语和定义 .....	5
4 原理 .....	6
5 材料与仪器设备 .....	6
6 试样制备与储存 .....	6
7 检测步骤 .....	6
8 结果计算 .....	7
9 回收率与精密度 .....	7
10 方法定量限 .....	7
附录 A（资料性）多种兽药中英文名称、CAS 号、化学分子式、方法定量限 .....	9
附录 B（资料性）多种兽药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数 .....	11
附录 C（资料性）多种兽药多反应监测（MRM）质量色谱图 .....	13
附录 D（规范性）方法精密度（变异系数）和回收率的要求 .....	16

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省农业标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市质量安全检验检测研究院、深圳中检联检测有限公司、深圳市绿诗源生物技术有限公司、深圳市通量检测科技有限公司、广州市华测检测认证技术有限公司、深圳三方圆检测监管服务有限公司、深圳市高星城市运营有限公司、深圳市绿环源农副产品配送有限公司、广州市粤豪水产品检测有限公司。

本文件主要起草人：唐淑军、梁 幸、宋晓仪、王有成、蒋永青、陈海槟、谢冬霞、李凯华、钟名琴、张 玲、王耀宇、庞 恩、赖碧清、陈 怡、朱 颖、周春梅、刘 磊、黄佰夫、邹冠平。

# 动物源性食品中多类兽药残留的测定及混检快筛法

## 第1部分：动物源性食品中多类兽药残留的测定

### 1 范围

本部分规定了畜禽产品、水产品等动物源性食品中多类兽药残留量高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本部分适用于畜禽产品、水产品等动物源性食品中多类兽药残留量高效液相色谱-串联质谱测定。本部分方法的兽药中英文名称、定量限见附录A。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1.1 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27404 实验室质量控制规范 食品理化检测

中华人民共和国农业部农牧发〔2003〕1号 兽药残留试验技术规范（试行）

### 3 原理

试样用乙腈水溶液提取，再用 Oasis HLB 固相萃取柱净化，用高效液相色谱-串联质谱仪测定，保留时间和离子丰度比定性，外标法定量。

### 4 材料与仪器设备

#### 4.1 试剂和材料

所用的试剂除另有说明，均为分析纯试剂。

4.1.1 水：符合 GB/T 6682 规定的一级水指标。

4.1.2 乙腈（ $\text{CH}_3\text{CN}$ ）：色谱纯；CAS 号：75-05-8。

4.1.3 甲醇（ $\text{CH}_3\text{OH}$ ）：色谱纯；CAS 号：67-56-1。

4.1.4 甲酸（ $\text{HCOOH}$ ）：色谱纯；CAS 号：64-18-6。

4.1.5 甲酸铵（ $\text{HCOONH}_4$ ）：色谱纯；CAS：540-69-2。

4.1.6 80%乙腈溶液：80%乙腈+20%水+0.2%甲酸。

4.1.7 10%甲醇溶液：90%水+10%甲醇+0.1%甲酸

4.1.8 甲酸铵-甲酸水溶液（5 mmol/L）：称取 0.3152 g 甲酸铵，用 0.1%甲酸水溶液溶解并稀释至 1000 mL，摇匀。

4.1.9 微孔滤膜：13 mm×0.22 μm，或相当者。

4.1.10 95%氧化锆珠：2.2 mm~2.5 mm。

#### 4.2 标准品

#### 4.2.1 兽药标准品

兽药标准品名称和 CAS 编号参见附录 A；每种兽药标准品均为 1000 mg/L，纯度 $\geq$ 95%，-18 °C 及以下冰箱保存，有效期 1 年。

#### 4.2.2 混合标准储备液

取 4.2.1 标准品（1000 mg/L）用甲醇定容配制成 10 mg/L 混合标准储备液，-18 °C 及以下冰箱中保存，有效期为六个月。

#### 4.2.3 混合标准工作液

准确吸取 4.2.2 混合标准储备液用甲醇配制成 0.01 mg/L、0.1 mg/L、1 mg/L 混合标准工作液，-18 °C 冰箱中保存，有效期为一个月。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 组织捣碎机。

4.3.2 分析天平：感量 0.01 g。

4.3.3 涡旋振荡器。

4.3.4 高速冷冻离心机。

4.3.5 Oasis HLB（6cc 200mg）固相萃取柱。

4.3.6 固相萃取装置。

4.3.7 氮吹仪。

4.3.8 高效液相色谱-串联三重四级杆质谱仪，配备电喷雾离子源（ESI）。

### 5 试样制备与储存

#### 5.1 试样制备

取样品约 500 g 用组织捣碎机充分绞碎均匀，装入聚乙烯瓶中。

#### 5.2 试样储存

将试样按照测试和备用分别存放。于-18 °C 及以下冷冻保存。

### 6 检测步骤

#### 6.1 提取

称取 2.00 g 试样和约 5.00 g 氧化锆珠于 50 mL 塑料离心管中，准确加入 80% 乙腈溶液（4.1.6）10 mL，充分混匀后，剧烈振荡 5 min，高速冷冻离心机 10000 r/min 离心 6 min。

#### 6.2 净化

于上述离心后在提取液中移取 5 mL 上清液，过 Oasis HLB 固相萃取柱（4.3.5），保持 1 秒/滴的速度，用玻璃小管收集全部流出液，在 40 °C 水浴中氮吹，残留液用 10% 甲醇溶液（4.1.7）定容至 1.00 mL，过 0.22  $\mu$ m 滤膜，待测定。

#### 6.3 测定

##### 6.3.1 色谱参考条件

6.3.1.1 色谱柱：C18（2.1 mm（内径） $\times$  100 mm，1.8  $\mu$ m），或相当者；

6.3.1.2 流动相：A 相为甲酸铵-甲酸水溶液（4.1.8），B 相为甲醇（4.1.3）。流动相梯度条件见表 1；

6.3.1.3 流速：0.3 mL/min；

- 6.3.1.4 柱温：40 ℃；  
6.3.1.5 进样量：5 μL。

表1 流动相及其梯度条件 ( $V_A+V_B$ )

时间 min	$V_A$ %	$V_B$ %
0	97	3
1.0	97	3
1.1	85	15
9.5	25	75
9.6	5	95
11.5	5	95
11.6	97	3
13.5	97	3

#### 6.4.2 质谱参考条件

- 6.4.2.1 离子源类型：电喷雾离子源；  
6.4.2.2 扫描方式：正离子和负离子同时扫描；  
6.4.2.3 电喷雾电压：正离子 5500 V，负离子 -4500 V；  
6.4.2.4 离子源温度：350 ℃；  
6.4.2.5 雾化气：60 psi；  
6.4.2.6 辅助加热气：55 psi；  
6.4.2.7 气帘气：40 psi；  
6.4.2.8 多反应监测：每种兽药分别选择至少两个子离子。每种兽药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数，参见附录 B；附录 B 中离子对 I 为定量离子对；离子对 II 为定性离子对。

#### 6.4.3 基质匹配标准工作曲线

精确量取混合标准工作液（4.2.3），添加到 2.00g 空白试样中，配成系列标准曲线 0.20 μg/kg、0.50 μg/kg、1.0 μg/kg、2.0 μg/kg、5.0 μg/kg、10.0 μg/kg、20.0 μg/kg、50.0 μg/kg、100 μg/kg、200 μg/kg，按 6.1-6.2 检测步骤，根据仪器性能和检测需要选择不少于 5 个浓度点，供液相色谱串联质谱仪测定。

### 6.5 定性及定量

#### 6.5.1 保留时间

被测试样中目标兽药色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在 ±2.5% 之内。

#### 6.5.2 离子丰度比

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，目标化合物选择的子离子均出现，而且同一检测批次，对同一化合物，样品中目标化合物的离子丰度比与质量浓度相当的基质标准溶液相比，其允许偏差不超过表 2 规定的范围，则可判断样品中存在目标兽药。

表2 定性时离子丰度比的最大允许偏差

离子丰度比	单位为百分号			
	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许相对偏差	±20	±25	±30	±50

注：本方法的标准物质 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图参见附录 C。

### 6.5.3 定量方法

外标法定量。

### 6.6 试样溶液的测定

将基质匹配标准工作溶液和试样溶液依次注入液相色谱串联质谱仪中，根据保留时间和定性离子定性，并测得定量离子峰面积，待测样液中兽药响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内，超过线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。

### 6.7 平行试验

按 5.1~6.6 的规定对同一试样进行平行试验测定。

### 6.8 空白试验

取空白试样，按照 5.1~6.7 的规定进行测定。

## 7 结果计算

试样中各兽药残留量按以下公式计算，单位为毫克每千克 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) 表示。

$$\omega = \frac{(A - A_b) \times C_i \times V_1 \times V_3 \times 1000}{A_s \times m \times V_2 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\omega$ —试样中被测物残留量的数值，单位为微克每千克 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )；
- $A$ —试样溶液中被测物的质量色谱图峰面积；
- $A_b$ —空白样溶液中被测物的质量色谱图峰面积；
- $A_s$ —基质匹配标准工作溶液中被测物的质量色谱图峰面积；
- $C_i$ —基质标准工作溶液的质量浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
- $V_1$ —试样提取液体积，单位为毫升 (mL)；
- $V_2$ —试样移取体积，单位为毫升 (mL)；
- $V_3$ —试样定容体积，单位为毫升 (mL)；
- $m$ —试样质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果应扣除空白值，保留 2 位有效数字。含量超过 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时，保留 3 位有效数字。

## 8 回收率与精密度

### 8.1 回收率

本方法被测组分含量在 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围 50%~120%；被测组分含量 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围 60%~120%；被测组分含量 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围 70%~120%；被测组分含量  $\geq 100$   $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围 80%~110%。

### 8.2 精密度

本方法批内相对标准偏差  $\leq 20\%$ ，批间相对标准偏差  $\leq 20\%$ 。

## 9 方法定量限

本部分对各种化合物的方法定量限为 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  (见附录 A)。

# 动物源性食品中多类兽药残留的测定及混检快筛法

## 第 2 部分：动物源性食品中多类兽药残留混检快筛法测定

### 1 范围

同第 1 部分。

### 2 规范性引用文件

同第 1 部分。

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**单样品** single sample

来源于同一批次有代表性的单一品种的样品，定义为单样品。

#### 3.2

**混合样品** mixed sample

将  $N$  个单样品等量混合组成一个样品，定义为混合样品。

#### 3.3

**混合数  $N$**  the mixed number  $N$

定义为混合样品中混入的单样品个数 ( $2 \leq N \leq 10$ )，简称混合数。 $N$  的值由所检测的产品残留物预期合格率及检测效率决定，混检检测效率设定为单样品检测的 2 倍以上，预期合格率小于 3%， $N$  最大可以可以为 10。

#### 3.4

**混检** mixed rapid screening test

将  $N$  个单样品混合均匀成一个混合样品进行检测，称为混检。

#### 3.5

**混合样品兽药残留检测值  $X_i$**  tested value of pesticides residues in a mixed sample  $X_i$

混合样品中各兽药组分残留检测值，用  $X_i$  表示， $i$  为某一农药组分，单位  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

#### 3.6

**单样品兽药残留检测最大值  $Y_i$**  tested maximum value of pesticides residues in a single sample  $Y_i$

由混合样品中各兽药组分残留检测值  $X_i$  换算为单样品农药残留量检测最大值，用  $Y_i$  表示， $i$  为某一农药组分， $Y_i = N \times X_i$ ，单位  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

#### 3.7

**符合样品** qualified sample

单样品兽药残留检测最大值  $Y_i$  小于相关判定标准规定的最大限量值 (MRL)，该单样品定义为所检项目符合相关要求，简称符合样品。

#### 3.8

**疑似超标样品** sample suspected exceeding limits

单样品兽药残留检测最大值  $Y_i$  等于或大于相关判定标准规定的最大限量值 (MRL)，该单样品定义为疑似超标样品。

#### 3.9

### 单检 single sample test

对问题样品用判定标准要求的检测标准方法再次进行单样品检测，检测结果依据判定标准判定单样品是否超标，称为单检。

## 4 原理

检测原理：混合样品试样用乙腈水溶液提取，再用 Oasis HLB 固相萃取柱净化，用高效液相色谱-串联质谱仪测定，保留时间和离子丰度比定性，外标法定量。

筛选原理：混合样品经检测和判定，得到混合样品中各兽药残留检测值  $X_i$ ， $X_i$  通过转换，得到单样品中各兽药残留最大值  $Y_i$ ， $Y_i = N \times X_i$ ； $Y_i$  大于或等于相应判定标准要求的最大残留限量值的单样品，判定为疑似超标样品，疑似超标样品依据判定标准规定的检测标准方法再次进行单检，再依据判定标准判定是否超标； $Y_i$  小于相关判断标准规定的最大残留限量值的单样品，判定为符合样品，符合样品不须单检。

## 5 材料与仪器设备

### 5.1 试剂和材料

同第 1 部分。

### 5.2 标准品

同第 1 部分。

### 5.3 仪器设备

同第 1 部分。

## 6 试样制备与储存

### 6.1 试样制备

单样品准备：取有代表性样品 500 g，组织捣碎机充分绞碎均匀，装入聚乙烯瓶中，冷冻备用。

混合样品准备：将 10 个制备好的备用单样品，畜禽类混合一类，水产品类混合一类，蛋类混合一类。每个单样取 50 g，组成一个混合样品，再用组织捣碎机，充分混匀，冷冻备用。

### 6.2 试样储存

将试样按照测试和备用分别存放。于-18℃及以下冷冻保存。

## 7 检测步骤

### 7.1 提取

称取 5.00 g 试样和约 5.00 g 氧化铝珠置于 50 mL 塑料离心管中，准确加入 80%乙腈溶液（4.1.6）10 mL，充分混匀后，剧烈振荡 5 min，高速冷冻离心机 10000 r/min 离心 6 min。

### 7.2 净化

于上述离心后在提取液中移取 5 mL 上清液，过 Oasis HLB 固相萃取柱（4.3.5），保持 1 秒/滴的速度，用玻璃小管收集全部流出液，在 40℃ 水浴中氮吹，残留液用 10%甲醇溶液（4.1.7）定容至 0.50 mL，过 0.22 μm 滤膜，待测定。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 色谱参考条件

- 7.4.1.1 色谱柱：同第1部分；
- 7.4.1.2 流动相：同第1部分；
- 7.4.1.3 流速：同第1部分；
- 7.4.1.4 柱温：同第1部分；
- 7.4.1.5 进样量：10  $\mu\text{L}$ 。

#### 7.4.2 质谱参考条件

同第1部分。

#### 7.4.3 基质匹配标准工作曲线

精确量取混合标准工作液（4.2.3），添加到5.00 g空白试样中，配成系列标准曲线 0.02  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，按7.1-7.2检测步骤，根据仪器性能和检测需要选择不少于5个浓度点，供液相色谱串联质谱仪测定。

#### 7.5 定性及定量

##### 7.5.1 保留时间

同第1部分。

##### 7.5.2 离子丰度比

同第1部分。

##### 7.5.3 定量方法

同第1部分。

#### 7.6 试样溶液的测定

同第1部分。

#### 7.7 平行试验

按6.1~7.6的规定对同一试样进行平行试验测定。

#### 7.8 空白试验

取空白试样，按照6.1~7.7的规定进行测定。。

### 8 结果计算

同第1部分。

### 9 回收率与精密度

#### 9.1 回收率

本方法被测组分含量在0.02  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围50%~120%；被测组分含量2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围60%~120%；被测组分含量10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率范围70%~110%。

#### 9.2 精密度

同第1部分。

### 10 方法定量限

本部分对各种化合物的方法定量限为 0.02  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ （见附录 A）。

## 附录 A

(资料性)

## 多种兽药中英文名称、CAS 号、化学分子式、方法定量限

多种兽药中英文名称、CAS 号、化学分子式、方法定量限，见表 A.1。

表 A.1 多种兽药中英文名称、CAS 号、化学分子式、方法定量限

编号	中文名	英文名	CAS 号	分子式	第 1 部分 定量限 (μg/kg)	第 2 部分 定量限 (μg/kg)
1	羟甲基硝咪唑	1-(2-hydroxymethyl)-2-hydroxy-methyl-5-nitroimidazole	4812-40-2	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0.5	0.05
2	羟甲基硝咪唑	2-hydroxymethyl-1-methyl-5-nitroimidazole	936-05-0	C <sub>5</sub> H <sub>7</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	0.5	0.05
3	金刚烷胺	Amantadine	768-94-5	C <sub>10</sub> H <sub>17</sub> N	1	0.1
4	倍他米松	Betamethasone	378-44-9	C <sub>22</sub> H <sub>29</sub> FO <sub>5</sub>	0.5	0.05
5	溴布特罗	Brombutero	41937-02-4	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> Br <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O	0.5	0.05
6	氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> C <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.2	0.02
7	金霉素	Chlortetracycline	57-62-5	C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	1	0.1
8	西马特罗	Cimaterol	54239-37-1	C <sub>12</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O	0.5	0.05
9	西布特罗	Cimbuterol	54239-39-3	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O	0.5	0.05
10	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> FN <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	1	0.1
11	克伦特罗	Clenbuterol	37148-27-9	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O	0.5	0.05
12	克伦塞罗	Clencyclohexerol	157877-79-7	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0.5	0.05
13	克伦潘特	Clenpenterol	38339-21-8	C <sub>13</sub> H <sub>21</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>2</sub> O	0.5	0.05
14	克伦丙罗	Clenproperol	38339-11-6	C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O	0.5	0.05
15	氯丙那林	Clorprenaline	3811-25-4	C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> ClNO	0.5	0.05
16	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> FN <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	1	0.1
17	地塞米松	Dexamethasone	1950/2/2	C <sub>22</sub> H <sub>29</sub> FO <sub>5</sub>	0.5	0.05
18	地西洋	Diazepam	439-14-5	C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> ClN <sub>2</sub> O	0.5	0.05
19	地美硝唑	Dimetridazole	551-92-8	C <sub>5</sub> H <sub>7</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	0.5	0.05
20	强力霉素	Doxycycline	564-25-0	C <sub>22</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	1	0.1
21	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	C <sub>19</sub> H <sub>22</sub> FN <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	1	0.1
22	非诺特罗	Fenoterol	13392-18-2	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>4</sub>	0.5	0.05
23	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	1	0.1
24	氟苯尼考	Florfenicol	73231-34-2	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> Cl <sub>2</sub> FNO <sub>4</sub> S	1	0.1
25	氟苯尼考胺	Florfenicol Amine	76639-93-5	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> FNO <sub>3</sub> S	1	0.1
26	氟甲喹	Flumequine	42835-25-6	C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> FNO <sub>3</sub>	1	0.1
27	隐形孔雀石绿	leucomalachite Green	129-73-7	C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> N <sub>2</sub>	0.5	0.05
28	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	C <sub>17</sub> H <sub>19</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	1	0.1
29	马布特罗	Mabuterol	56341-08-3	C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> ClF <sub>3</sub> N <sub>2</sub> O	0.5	0.05
30	孔雀石绿	Malachite Green	510-13-4	C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> N <sub>2</sub> O	0.5	0.05

表 A.1 (续)

编号	中文名	英文名	CAS 号	分子式	第 1 部分 定量限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	第 2 部分 定量限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
31	马喷特罗	Mapenterol Hydrochloride	54238-51-6	$\text{C}_{14}\text{H}_{21}\text{C}_{12}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}$	0.5	0.05
32	甲硝唑	Metronidazole	443-48-1	$\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_3$	0.5	0.05
33	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	$\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{FN}_3\text{O}_3$	1	0.1
34	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	$\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_4$	1	0.1
35	噁唑酸	Oxolinic Acid	14698-29-4	$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}_5$	1	0.1
36	土霉素	Oxytetracycline	79-57-2	$\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_9$	1	0.1
37	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	$\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_3$	1	0.1
38	喷布特罗	Penbutolol	36507-48-9	$\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NO}_2$	0.5	0.05
39	莱克多巴胺	Ractopamine	97825-25-7	$\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3$	0.5	0.05
40	盐酸利托君	Ritodrine Hydrochloride	23239-51-2	$\text{C}_{17}\text{H}_{22}\text{ClNO}_3$	0.5	0.05
41	洛硝哒唑	Ronidazole	7681-76-7	$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_4$	0.5	0.05
42	沙丁胺醇	Salbutamol	18559-94-9	$\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{NO}_3$	0.5	0.05
43	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	$\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3$	1	0.1
44	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazin	80-32-0	$\text{C}_{10}\text{H}_9\text{ClN}_4\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
45	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
46	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	122-11-2	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$	1	0.1
47	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$	1	0.1
48	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
49	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	1	0.1
50	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
51	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2$	1	0.1
52	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$	1	0.1
53	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxy pyridazine	80-35-3	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	1	0.1
54	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxin	1220-83-3	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	1	0.1
55	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	$\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
56	磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
57	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0	$\text{C}_9\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$	1	0.1
58	磺胺二甲异嘧啶	sulfisomidine	515-64-0	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	1	0.1
59	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	127-69-5	$\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$	1	0.1
60	特布他林	Terbutaline	23031-25-6	$\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_3$	0.5	0.05
61	四环素	Tetracycline	60-54-8	$\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_8$	1	0.1
62	甲矾霉素	Thiamphenicol	15318-45-3	$\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{Cl}_2\text{NO}_5\text{S}$	1	0.1
63	甲氧苄啶	Trimethoprim	738-70-5	$\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_3$	1	0.1
64	妥布特罗	Tulobuterol	41570-61-0	$\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{ClNO}$	0.5	0.05

## 附录 B

(资料性)

## 多种兽药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数

多种兽药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数，见表 B.1。

表 B.1 多种兽药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	去簇电压 V	离子对 I	碰撞能 V	离子对 II	碰撞能 V
1	羟基甲硝唑	2-(2-hydroxymethyl)-2-hydroxy-methyl-5-nitroimidazole	+	2.97	15	188.2/123.2	15	188.2/126.2	15
2	羟甲基甲硝唑	2-hydroxymethyl-1-methyl-5-nitroimidazole	+	3.36	45	158.1/55.2	17	158.1/140.1	16
3	金刚烷胺	Amantadine	+	5.62	70	152.0/135.0	25	152.0/93.0	39
4	倍他米松	Betamethasone	+	9.73	60	393.2/373.3	19	393.2/355.2	13
5	溴布特罗	Brombutero	+	6.28	90	367.0/293.0	24	367.0/349.2	17
6	氯霉素	Chloramphenicol	-	6.77	-50	321.0/152.0	-27	321.0/257.0	-17
7	金霉素	Chlortetracycline	+	6.70	60	479.2/444.2	31	479.2/153.9	36
8	西马特罗	Cimaterol	+	2.99	63	220.0/202.0	14	220.0/160.1	23
9	西布特罗	Cimbuterol	+	3.67	70	234.0/160.1	21	234.0/143.0	34
10	环丙沙星	Ciprofloxacin	+	5.49	65	332.2/314.2	32	332.2/231.2	51
11	克伦特罗	Clenbuterol	+	5.67	45	277.2/203.0	21	277.2/168.1	38
12	克伦塞罗	Clencyclohexerol	+	4.52	50	319.0/301.0	17	319.0/203.0	26
13	克伦潘特	Clenpenterol	+	6.48	50	291.0/203.0	22	291.0/132.0	40
14	克伦丙罗	Clenproperol	+	4.95	40	263.1/203.0	24	263.1/245.1	15
15	氯丙那林	Clorprenaline	+	5.53	72	214.1/153.8	23	214.1/195.9	15
16	达氟沙星	Danofloxacin	+	5.58	65	358.3/340.3	33	358.3/255.1	55
17	地塞米松	Dexamethasone	+	9.73	21	393.2/373.2	14	393.2/355.2	17
18	地西洋	Diazepam	+	10.25	80	285.1/193.0	40	285.1/154.0	36
19	地美硝唑	Dimetridazole	+	4.15	10	142.0/96.0	15	142.0/81.2	20
20	强力霉素	Doxycycline	+	7.56	60	445.2/428.3	25	445.2/154.0	40
21	恩诺沙星	Enrofloxacin	+	5.51	70	360.3/342.3	30	360.3/316.3	27
22	非诺特罗	Fenoterol	+	4.15	30	304.1/107.2	45	304.1/135.1	23
23	氟罗沙星	Fleroxacin	+	4.89	80	370.0/326.1	27	370.0/269.2	35
24	氟苯尼考	Florfenicol	-	5.58	-50	356.0/336.0	-14	356.0/185.0	-26
25	氟苯尼考胺	Florfenicol amine	+	2.44	30	248.1/230.0	20	248.1/130.1	30
26	氟甲喹	Flumequine	+	8.67	50	262.2/244.2	27	262.2/202.1	45
27	隐形孔雀石绿	Leucomalachite Green	+	11.29	80	331.1/239.1	42	331.1/316.1	28.7
28	洛美沙星	Lomefloxacin	+	5.67	70	352.3/265.2	33	352.3/308.2	25
29	马布特罗	Mabuterol	+	6.32	40	311.1/237.2	24	311.1/202.1	40
30	孔雀石绿	Malachite Green	+	9.47	80	329.3/313.0	40	329.3/208.2	61
31	马喷特罗	Mapenterol Hydrochloride	+	7.08	50	325.0/237.0	24	325.0/217.0	34

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	去簇电压 V	离子对 I	碰撞能 V	离子对 II	碰撞能 V
32	甲硝唑	Metronidazole	+	3.66	15	172.1/128.2	15	172.1/82.1	20
33	诺氟沙星	Norfloxacin	+	5.36	120	320.2/302.2	26	320.2/276.1	25
34	氧氟沙星	Ofloxacin	+	5.13	70	362.3/318.2	28	362.3/261.2	38
35	噁唑酸	Oxolinic Acid	+	7.4	50	262.2/244.2	27	262.2/216.1	39
36	土霉素	Oxytetracycline	+	5.43	60	461.2/426.2	27	461.2/350.0	53
37	培氟沙星	Pefloxacin	+	5.15	70	334.3/316.3	31	334.3/290.3	26
38	喷布特罗	Penbutolol	+	9.71	80	292.4/236.2	22	292.4/201.0	33
39	莱克多巴胺	Ractopamine	+	5.36	45	302.3/164.0	21	302.3/107.0	51
40	盐酸利托君	Ritodrine Hydrochloride	+	4.33	45	288.1/121.1	29	288.1/150.1	25
41	洛硝哒唑	Ronidazole	+	3.60	15	201.0/139.5	20	201.0/54.5	20
42	沙丁胺醇	Salbutamol	+	3.25	45	240.2/148.1	24	240.2/166.0	15
43	沙拉沙星	Sarafloxacin	+	5.98	70	386.3/368.2	34	386.3/342.2	26
44	磺胺氯吡啶	Sulfachloropyridazin	+	5.37	65	285.1/156.0	22	285.1/108.1	37
45	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	+	3.61	40	251.4/156.2	23	251.4/108.2	34
46	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	+	6.88	70	311.1/156.1	28	311.1/218.0	28
47	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	+	5.67	60	311.2/156.1	24	311.2/108.2	37
48	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	+	4.27	50	265.2/156.1	23	265.2/172.1	23
49	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	+	4.70	60	281.4/156.1	23	281.4/215.1	24
50	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	+	4.83	50	279.2/186.2	24	279.2/156.2	24
51	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	+	4.82	35	271.6/156.1	20	271.6/108.1	31
52	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	+	5.44	40	254.2/156.0	21	254.2/108.2	33
53	磺胺甲氧吡啶	Sulfamethoxyypyridazine	+	5.05	50	281.2/156.2	23	281.2/126.0	25
54	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxin	+	5.65	50	281.1/156.0	23	281.1/126.2	25
55	磺胺吡啶	Sulfapyridine	+	4.03	40	250.2/156.1	22	250.2/184.1	24
56	磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	+	7.11	50	301.2/156.2	23	301.2/108.0	37
57	磺胺噻唑	Sulfathiazole	+	3.87	50	256.3/156.1	21	256.3/108.1	34
58	磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	+	3.67	95	279.1/124.0	47	279.1/186.0	47
59	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	+	5.74	50	268.3/156.1	20	268.3/113.1	20
60	特布他林	Terbutaline	+	3.23	70	226.0/125.0	31.4	226.0/152.0	21.4
61	四环素	Tetracycline	+	5.25	60	445.2/410.2	27	445.2/153.9	35
62	甲砒霉素	Thiamphenicol	-	4.52	-50	354.0/185.0	-27	354.0/290.0	-18
63	甲氧苄啶	Trimethoprim	+	4.58	95	291.1/230.1	33	291.1/123.1	34
64	妥布特罗	Tulobuterol	+	6.27	40	228.0/154.0	21	228.0/118.1	36

## 附录 C

(资料性)

## 多种兽药多反应监测 (MRM) 质量色谱图

多种兽药多反应监测 (MRM) 质量色谱图, 见图 C.1。

图 C.1 多种兽药多反应监测 (MRM) 质量色谱图

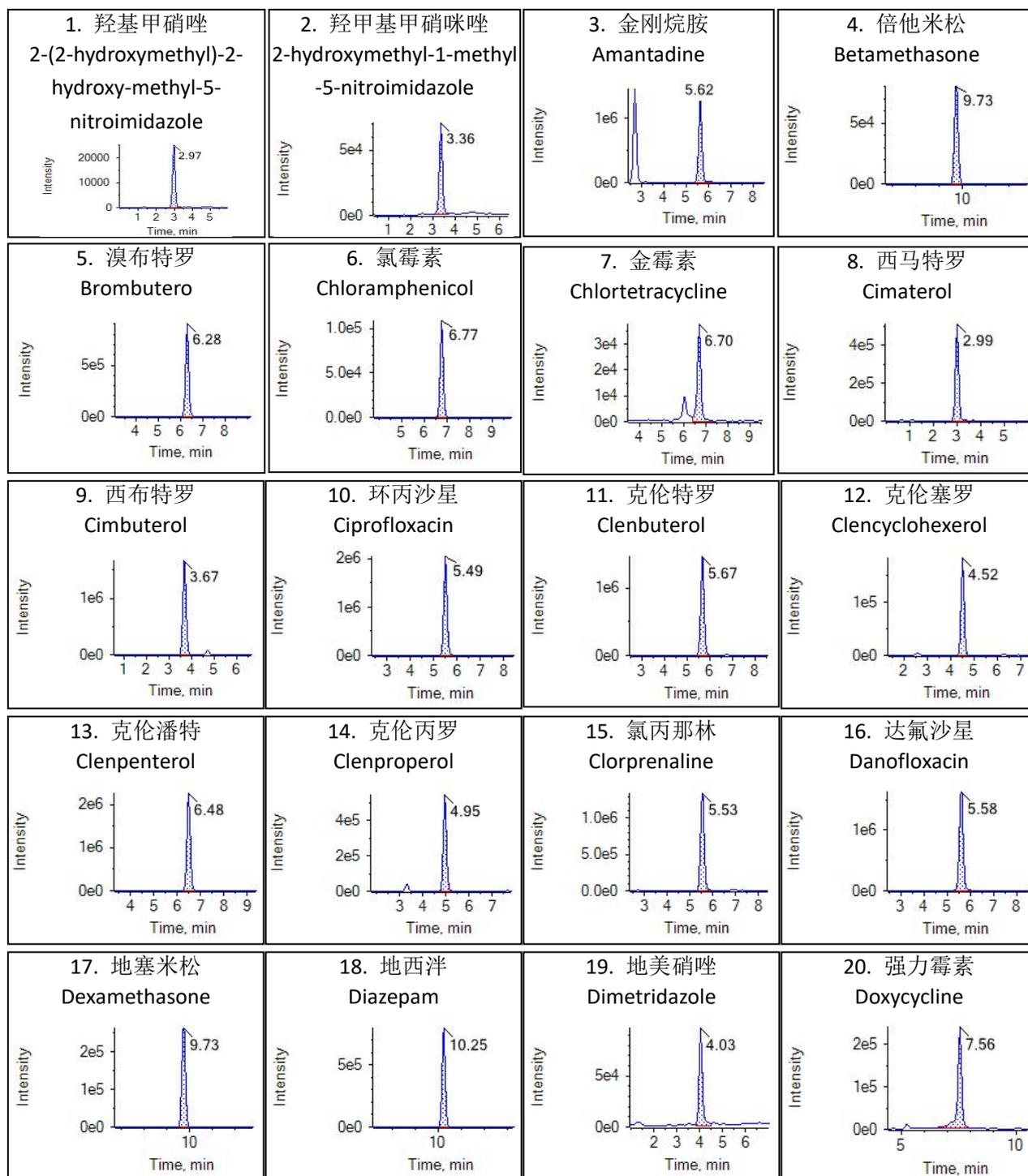


图 C.1 (续)

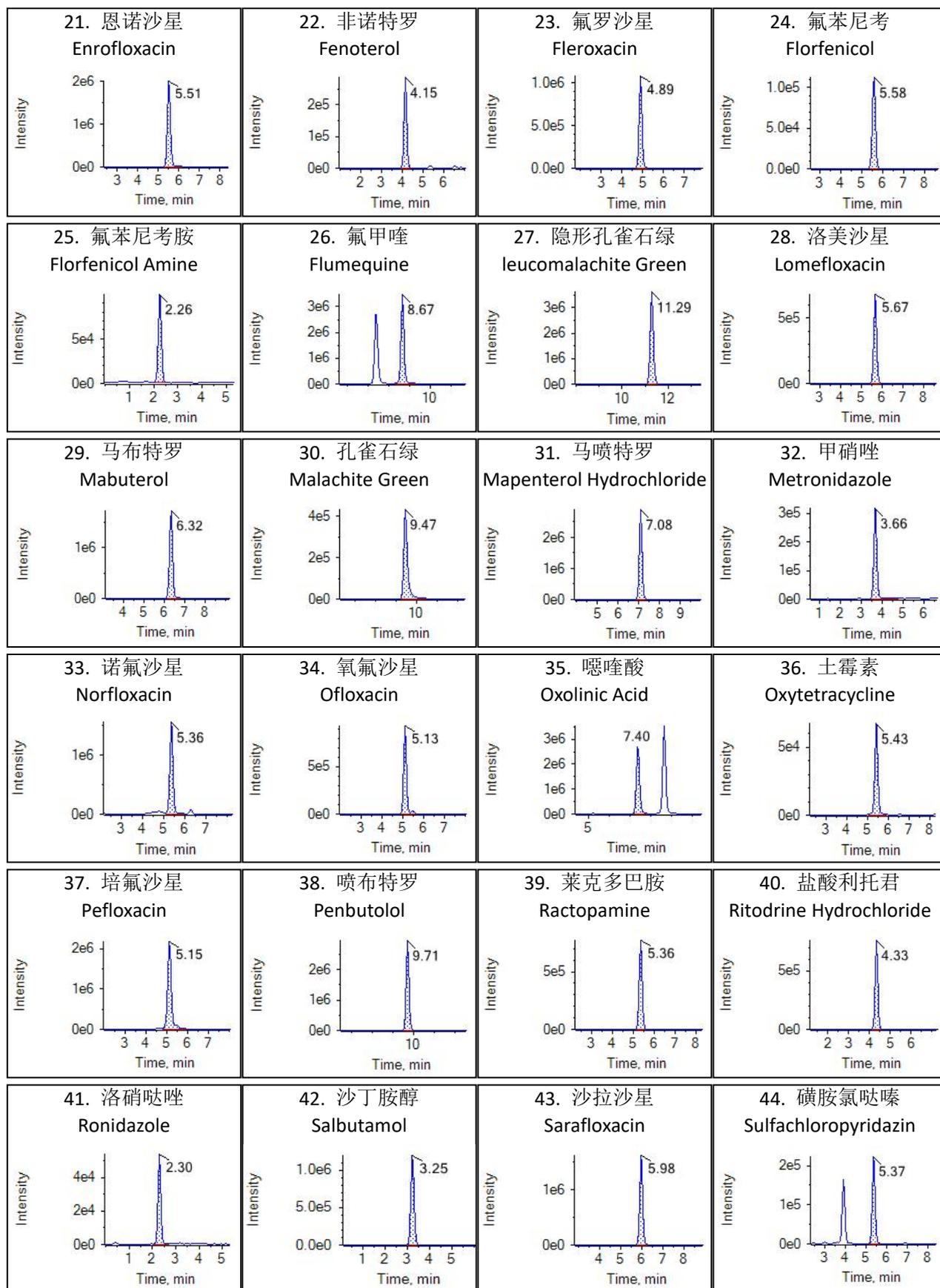
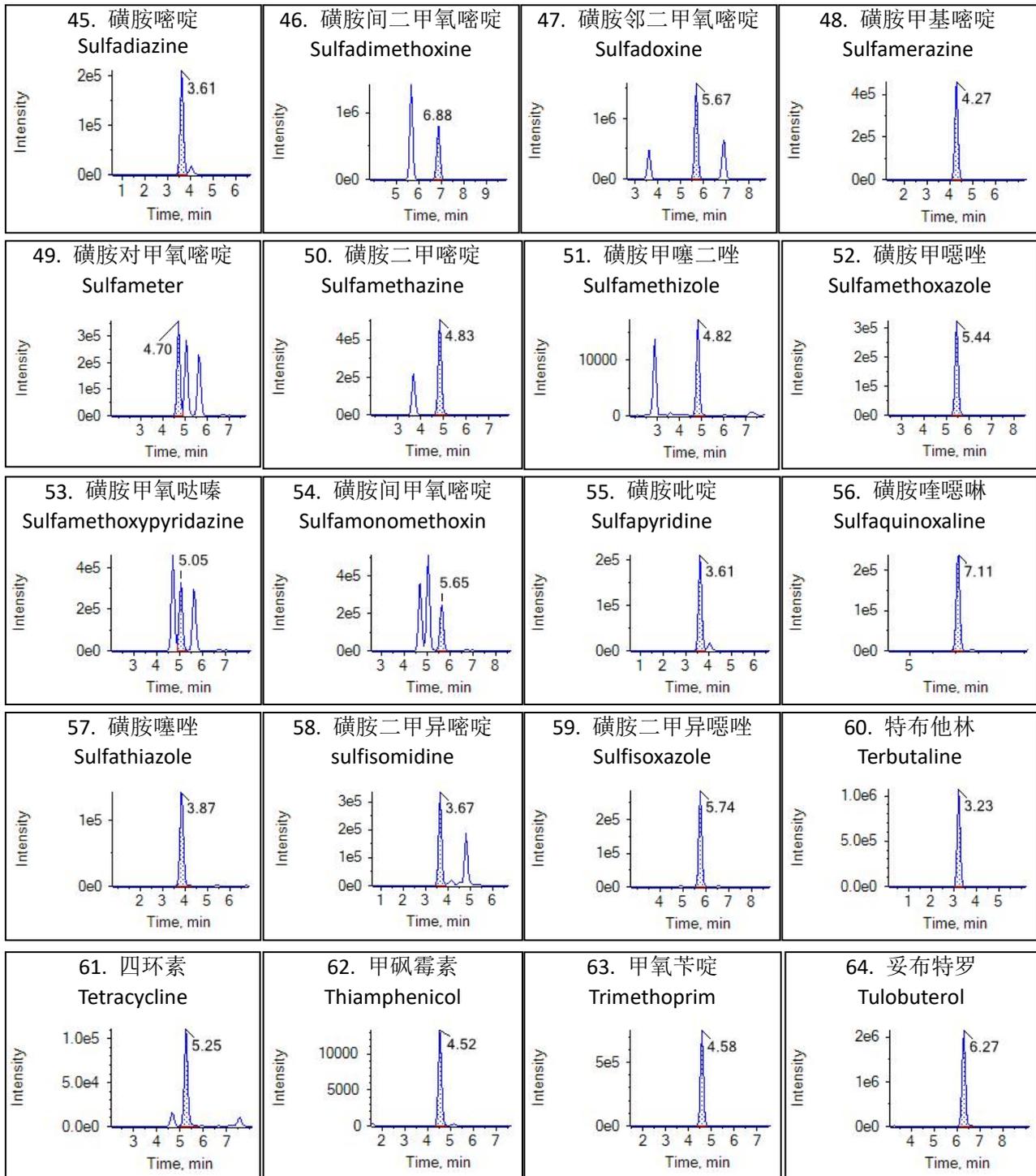


图 C.1 (续)



附录 D  
(规范性)

方法精密度(变异系数)和回收率的要求

方法精密度(变异系数)和回收率的要求,见表 D.1 和表 D.2。

表 D.1 方法精密度(变异系数)的要求

待测物浓度 (mg/kg)	变异系数 (CV%)	
	批内	批间
100	1.5	2.3
10	7	11
1	11	16
0.1	17	26
0.01	21	32
0.001	30	45
0.0001	43	64

注: 来源于农业部农牧发[2003] 1号 《兽药残留试验技术规范(试行)》(表 1)

表 D.2 方法回收率的要求

添加浓度 p (mg/kg)	回收率 %
$p \geq 0.1$	80 ~ 110
$0.1 > p \geq 0.01$	70 ~ 110
$0.01 > p \geq 0.001$	60 ~ 120
$p \leq 0.001$	50 ~ 120

注: 来源于农业部农牧发[2003] 1号 《兽药残留试验技术规范(试行)》