

团 体 标 准

T/GDNB XXXX—2025

动物性食品中 60 种药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of 60 drug residues in animal derived food by liquid
chromatography-tandem mass spectrometric method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

广东省农业标准化协会 发布

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：***

本文件主要起草人：***

动物性食品中 60 种药物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了动物性食品中多种药物残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于可食动物肌肉、肝脏、鱼、虾、贝、蛋和奶中大环内酯类（竹桃霉素、红霉素、克拉霉素、阿奇霉素、吉他霉素、交沙霉素、泰乐菌素）、磺胺类（磺胺脒、苯甲酰磺胺、磺胺吡啶、磺胺醋酰、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺异噁唑、磺胺噻唑、磺胺二甲异嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺甲噻二唑、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、甲氧苄啶、磺胺苯吡唑）和喹诺酮类（氧氟沙星、培氟沙星、诺氟沙星、依诺沙星、氟罗沙星、环丙沙星、洛美沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、氟甲喹、恶喹酸、萘啶酸、麻保沙星、达氟沙星、西诺沙星）、三苯甲烷类（孔雀石绿、隐色孔雀石绿）、硝基咪唑类（洛硝哒唑、甲硝唑、羟基甲硝唑）、苯二氮草类（地西洋、氯丙嗪、安眠酮、艾司唑仑、硝西洋、奥沙西洋、三唑仑、咪达唑仑）、酰胺醇类（氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考、氟苯尼考胺）药物残留量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用酸化乙腈提取，提取液经分散固相萃取净化，液相色谱-串联质谱测定，内标法或外标法定量。

5 试剂与材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（ CH_3CN ）：色谱纯。

5.1.2 甲酸（ HCOOH ）：色谱纯。

5.1.3 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

5.1.4 乙酸铵（ $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ）：色谱纯。

5.1.5 氯化钠（ NaCl ），140 °C 烘烤 4 h，置于干燥器中备用。

5.2 溶液配制

5.2.1 1%甲酸乙腈溶液：量取 10 mL 甲酸，用乙腈定容至 1000 mL。

5.2.2 5 mmol/L 乙酸铵溶液（含 0.1%甲酸）：准确称取 0.385 g 乙酸铵，用水溶解后加 1 mL 甲酸，再用水稀释至 1000 mL，混匀。

5.3 标准品

5.3.1 标准物质：竹桃霉素、红霉素、克拉霉素、阿奇霉素、吉他霉素、交沙霉素、泰乐菌素、磺胺脒、苯甲酰磺胺、磺胺吡啶、磺胺醋酐、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺异噁唑、磺胺噻唑、磺胺二甲异嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺甲噻二唑、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、甲氧苄啶、磺胺苯吡唑、氧氟沙星、培氟沙星、诺氟沙星、依诺沙星、氟罗沙星、环丙沙星、洛美沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、氟甲喹、恶喹酸、萘啶酸、麻保沙星、达氟沙星、西诺沙星、孔雀石绿、隐色孔雀石绿、洛硝哒唑、甲硝唑、地美硝唑、羟基甲硝唑、羟甲基甲硝咪唑、氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考、氟苯尼考胺，含量均 $\geq 90.0\%$ ；甲醇中地西洋标准品（1 mg/mL）、甲醇中氯丙嗪标准品（1 mg/mL）、甲醇中安眠酮标准品（1 mg/mL）、甲醇中艾司唑仑标准品（1 mg/mL）、乙腈中硝西洋标准品（1 mg/mL）、乙腈中奥沙西洋标准品（1 mg/mL）、甲醇中三唑仑标准品（1 mg/mL）、甲醇中咪达唑仑标准品（0.1 mg/mL），具体内容见附录 A。

5.3.2 内标：孔雀石绿-D₅、隐色孔雀石绿-D₆、磺胺邻二甲氧嘧啶-D₃、磺胺间二甲氧嘧啶-D₆、恩诺沙星-D₅、环丙沙星-D₈、诺氟沙星-D₅，含量均 $\geq 90.0\%$ ；甲醇中氟苯尼考-D₃标准品（0.1 mg/mL）、甲醇中甲砒霉素-D₃标准品（0.1 mg/mL）、甲醇中氟苯尼考胺-D₃标准品（0.1 mg/mL），甲醇中氯霉素-D₅标准品（0.1 mg/mL），具体内容见附录 A。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备溶液：分别准确称取适量的标准品（相当于各活性成分 10 mg），大环内酯类、磺胺类、硝基咪唑类、酰胺醇类药物用甲醇溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶；喹诺酮类药物加入 0.2 mL 甲酸后用甲醇溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶；三苯甲烷类药物用乙腈溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶，配制成 1 mg/mL 标准储备溶液。-18 °C 避光保存，有效期 6 个月。

5.4.2 混合标准中间液：分别准确吸取每种标准储备溶液适量，用乙腈稀释成硝基咪唑类、大环内酯类、苯二氮䓬类、三苯甲烷类、氟苯尼考胺、喹诺酮类和磺胺类分别为 10 $\mu\text{g/mL}$ ；氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的各类混合标准中间液，-18 °C 避光保存，有效期为 3 个月。

5.4.3 混合标准工作液：分别准确吸取适量混合标准中间液，用乙腈稀释成大环内酯类、硝基咪唑类、氟苯尼考胺、喹诺酮类和磺胺类分别为 1 $\mu\text{g/mL}$ ；三苯甲烷类和苯二氮䓬类分别为 0.5 $\mu\text{g/mL}$ ；氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的各类混合标准中间液，-18 °C 避光保存，有效期为 1 个月。

5.4.4 同位素内标标准储备液：分别准确称取适量的磺胺邻二甲氧嘧啶-D₃、磺胺间二甲氧嘧啶-D₆、恩诺沙星-D₅、环丙沙星-D₈、诺氟沙星-D₅标准品，用甲醇溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶，配制成 1 mg/mL 内标标准储备液，-18 °C 避光保存，有效期为 6 个月。

分别准确称取适量的孔雀石绿-D₅、隐色孔雀石绿-D₆标准品，用乙腈溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶，配制成 1 mg/mL 内标标准储备液。-18 °C 避光保存，有效期为 6 个月。

5.4.5 混合内标工作液：分别准确吸取适量混合内标储备液和氯霉素-D₅内标标准溶液，用甲醇逐级稀释成浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 混合内标工作液（孔雀石绿-D₅、隐色孔雀石绿-D₆和氯霉素-D₅内标浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ ），-18 °C 避光保存，有效期为 1 个月。

5.5 材料

5.5.1 dSPE分散固相萃取整合套装（含净化管及高密陶瓷振子各1包）。

5.5.2 微孔PTFE滤膜：0.22 μm 。

6 仪器设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配电喷雾离子源。

6.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.00001 g。

6.3 自动样品制备系统：具有混匀和离心功能，离心速率不小于 4000 rpm。

- 6.4 涡旋混匀器。
- 6.5 均质机。

7 试样的制备与保存

7.1 试样准备

取适量新鲜或解冻的空白或供试肌肉组织，绞碎，并均质。
取适量新鲜或冷藏的空白或供试鸡蛋，去壳后混合均匀。
取适量新鲜或冷藏的空白或供试牛奶，混合均匀。
a) 取均质后的供试样品，作为供试试样；
b) 取均质后的空白样品，作为空白试样。

7.2 试样的保存

鱼肉、虾、贝、猪肉、牛肉、羊肉、鸡肉、鸭肉、肝脏和鸡蛋试样于-18℃以下保存，牛奶试样于0℃~4℃保存。

8 测定步骤

8.1 提取

称取5 g (±0.01 g) 均质试样于样品整合管中，准确加入混合内标标准工作液 (5.4.5) 100 μL，涡旋混匀50 s，加入5 mL超纯水，高密陶瓷振子1袋，涡旋混匀后加入10 mL 1% 酸化乙腈、2 g氯化钠，迅速将整合管净化管盖上并拧紧 (净化管内含125 mg PSA+750 mg MgSO4)，将拧紧的整合管放入自动样品制备系统中进行前处理 (处理程序见表1)，处理完后吸取净化管中提取液过0.22 μm针孔滤膜，供液相色谱-串联质谱仪测定。

表 1 自动样品制备系统处理程序

第1步	振荡转速 (RPM)	时长 (秒)
	1000	300
第2步	离心转速 (RPM)	时长 (秒)
	4000	300
第3步	振荡转速 (RPM)	时长 (秒)
	1000	300
第4步	离心转速 (RPM)	时长 (秒)
	4000	300

8.2 基质匹配标准工作曲线的制备

准确量取适量各类混合标准工作液和混合内标标准工作液，添加到 5 g空白试样中，制得大环内酯类、磺胺类、喹诺酮类浓度分别为1 μg/L、2 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L；三苯甲烷类、苯二氮草类浓度分别为0.25 μg/L、0.5 μg/L、1.25 μg/L、2.5 μg/L、5 μg/L、12.5 μg/L、25 μg/L；氯霉素、氟苯尼考、甲砒霉素浓度分别为0.05 μg/L、0.1 μg/L、0.25 μg/L、0.5 μg/L、1 μg/L、2.5 μg/L、5 μg/L；硝基咪唑类和氟苯尼考胺浓度分别为0.5 μg/L、1 μg/L、2.5 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、25 μg/L、50 μg/L的基质匹配系列标准工作曲线，按照

8.1步骤操作，液相色谱-质谱仪测定。以测得标准物质特征离子色谱峰的峰面积与内标物特征离子的峰面积比值为纵坐标、相应的浓度为横坐标，绘制基质匹配标准工作曲线。求回归方程和相关系数。

8.3 测定

8.3.1 液相色谱参考条件

- 液相色谱参考条件如下：
- a) 色谱柱：C₁₈色谱柱（2.1 mm×100 mm，1.7 μm），或相当者；
 - b) 柱温：40 ℃；
 - c) 进样量：酰胺醇类 3 μL，其它类药物 2 μL；
 - d) 流速：0.3 mL/min；
 - e) 流动相：A1：5 mmol/L 乙酸铵溶液（含 0.1%甲酸）；A2：水；B：甲醇。梯度洗脱程序见表 2。

表 2 液相色谱梯度洗脱程序

酰胺醇类药物			其它类药物		
时间（min）	A2（%）	B（%）	时间（min）	A1（%）	B（%）
0	80	20	0	97	3
0.5	80	20	1.0	97	3
2.5	15	85	1.1	85	15
4.0	15	85	9.5	25	75
4.1	80	20	9.6	5	95
6.0	80	20	11.5	5	95
			11.6	97	3
			13.5	97	3

8.3.2 质谱参考条件

- 质谱参考条件如下：
- a) 离子源类型：电喷雾离子源；
 - b) 扫描方式：酰胺醇类正离子和负离子同时扫描，其它类正离子扫描；
 - c) 电喷雾电压：正离子 5 500 V，负离子-4 500 V；
 - d) 离子源温度：550 ℃；
 - e) 气帘气：241 kPa；
 - f) 雾化气：345 kPa；
 - g) 辅助加热气：345 kPa；
 - h) 多反应监测（MRM）：定量离子对、定性离子对、保留时间及离子对质谱参数，参见附录 B.1。

8.4 测定法

8.4.1 定性测定

在同样测试条件下，试样溶液中目标药物的保留时间与标准溶液中相应药物的保留时间之比偏差在±2.5% 以内；且检测到的离子的相对丰度，应当与浓度相当的标准溶液的离子相对丰度一致。其允许偏差应符合表3的要求。

表 3 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

单位为百分号

相对离子丰度	允许偏差
>50	±20
20~50	±25

相对离子丰度	允许偏差
10~20	±30
≤10	±50

8.4.2 定量测定

取试样溶液和基质匹配标准工作液，做多点校准，采用内标法定量。基质匹配标准工作液及试样溶液中目标物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。在上述液相色谱-串联质谱条件下，基质匹配标准溶液中各特征离子质量色谱图见附录C。

8.5 空白实验

取空白试样，除不加标准溶液外，采用相同的测定步骤进行平行操作。

9 结果计算与表述

样品中待测物的残留量按以下公式计算。

$$X_i = \frac{C_i \times V_1}{m} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中待测物残留量的数值，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；

C_i ——由基质匹配标准曲线得出的试样溶液中待测物浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V_1 ——提取液体积，单位为毫升（mL）；

m ——供试试样质量的数值，单位为克（g）。

计算结果需扣除空白值，保留两位有效数字，含量超过 $1\mu\text{g/kg}$ 时，保留三位有效数字。

10 方法灵敏度、准确度和精密度

10.1 灵敏度

本方法大环内酯类、磺胺类、喹诺酮类药物和氟苯尼考胺的检出限为 $1\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 $2\mu\text{g/kg}$ ；三苯甲烷类、硝基咪唑类和苯二氮草类药物的检出限为 $0.25\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 $0.5\mu\text{g/kg}$ ；氯霉素、氟苯尼考和甲砒霉素的检出限为 $0.05\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 $0.1\mu\text{g/kg}$ 。

10.2 准确度

本方法大环内酯类、磺胺类、喹诺酮类药物和氟苯尼考胺在 $2\mu\text{g/kg} \sim 100\mu\text{g/kg}$ 添加浓度水平，三苯甲烷类、硝基咪唑类和苯二氮草类药物在 $0.5\mu\text{g/kg} \sim 5\mu\text{g/kg}$ 添加浓度水平，氯霉素、氟苯尼考和甲砒霉素在 $0.1\mu\text{g/kg} \sim 2.5\mu\text{g/kg}$ 添加浓度水平上的回收率均为60%~120%。

10.3 精密度

本方法批内相对标准偏差≤15%，批间相对标准偏差≤20%。

附 录 A
(资料性)
药物中英文通用名称、CAS 号及内标物

60 种药物中英文通用名称、CAS 号及内标物见表 A. 1。

表 A. 1 60 种药物中英文通用名称、CAS 号及内标物

药物名称	英文通用名称	CAS号	内标物名称	英文通用名称
竹桃霉素	Oleandomycin	7060-74-4		
红霉素	Erythromycin	114-07-8		
克拉霉素	Clarithromycin	81103-11-9		
阿奇霉素	Azithromycin	83905-01-5		
吉他霉素	Leucomycin	1392-21-8		
交沙霉素	Josamycin	16846-24-5		
泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0		
磺胺脒	Sulfaguanidine	57-67-0	磺胺邻二甲氧嘧啶- D ₃ (CAS号: 1262770-70-6)	Sulfadoxine D ₃
苯甲酰磺胺	sulconazole nitrate	127-71-9	磺胺间二甲氧嘧啶-D ₆ (CAS号: 73068-02-7)	Sulfadimethoxine D ₆
磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	磺胺邻二甲氧嘧啶- D ₃ (CAS号: 1262770-70-6)	Sulfadoxine D ₃
磺胺醋酰	Sulfacetamide	144-80-9	磺胺间二甲氧嘧啶-D ₆ (CAS号: 73068-02-7)	Sulfadimethoxine D ₆
磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9		
磺胺恶唑				
磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	磺胺邻二甲氧嘧啶- D ₃ (CAS号: 1262770-70-6)	Sulfadoxine D ₃
磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	515-64-0		
磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6		
磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7		
磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1		
磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxypyrimidine	155-91-9	磺胺间二甲氧嘧啶-D ₆ (CAS号: 73068-02-7)	Sulfadimethoxine D ₆
磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3		
磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5		
磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6	磺胺邻二甲氧嘧啶- D ₃	Sulfadoxine D ₃
磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	(CAS号: 1262770-70-6)	

磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9		
磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0		
磺胺异噁唑	Sulfisoxazole	127-69-5		
甲氧苄啶	Trimethoprim	738-70-5	磺胺间二甲氧嘧啶-D ₆ (CAS号: 73068-02-7)	Sulfadimethoxine D ₆
磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	磺胺邻二甲氧嘧啶-D ₃ (CAS号: 1262770-70-6)	Sulfadoxine D ₃
磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxypyridazine	80-35-3		
诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	诺氟沙星-D ₅ (CAS号: 1015856-57-1)	Norfloxacin D ₅
恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	恩诺沙星-D ₅ (CAS号: 1173021-92-5)	Enrofloxacin D ₅
沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8		
氟甲喹	Flumequine	42835-25-6		
麻保沙星	Marbofloxacin	115550-35-1		
培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3		
氟罗沙星	Fleroxacin (Flerofloxacin)	79660-72-3		
氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1		

表 A.1 60 种药物中英文通用名称、CAS 号及内标物（续）

药物名称	英文通用名称	CAS号	内标物名称	英文通用名称
依诺沙星	Enoxacin	74011-58-8	诺氟沙星-D ₅ (CAS号: 1015856-57-1)	Norfloxacin D ₅
环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	环丙沙星-D ₈ (CAS号: 1216659-54-9)	Ciprofloxacin D ₈
洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7		
达氟沙星	danofloxacin	119478-55-6	恩诺沙星-D ₅ (CAS号: 1173021-92-5)	Enrofloxacin D ₅
恶喹酸	Oxolinic acid	14698-29-4		
西诺沙星	cinoxacin	28657-80-9		
萘啶酸	Nalidixic acid	389-08-2		
孔雀石绿	Malachite green	510-13-4	孔雀石绿-D ₅ (CAS号: 1258668-21-1)	Malachite green D ₅ picrate
隐色孔雀石绿	Leucomalachite green	129-73-7	隐色孔雀石绿-D ₆ (CAS号: 1173021-13-0)	Leucomalachite green D ₆
洛硝哒唑	Ronidazole	7681-76-7		
甲硝唑	Metronidazole	443-48-1		
羟基甲硝唑	Hydroxymetronidazole	4812-40-2		
地西泮	Diazepam	439-14-5		
氯丙嗪	Chlorpromazine	50-53-3		
安眠酮	Methaqualone	72-44-6		
艾司唑仑	Estazolam	29975-16-4		
硝西泮	Nitrazepam	146-22-5		
奥沙西泮	Oxazepam	604-75-1		
三唑仑	Triazolam	28911-01-5		
咪达唑仑	Midazolam	59467-70-8		
氟苯尼考胺	Florfenicol Amine	108656-33-3	氟苯尼考胺-D ₃ (CAS号: 1217625-88-1)	Florfenicol Amine-D ₃
氟苯尼考	Florfenicol	73231-34-2	氟苯尼考-D ₃ (CAS号: 2213400-85-0)	Florfenicol-D ₃
氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7	氯霉素-D ₅ (CAS号: 202480-68-0)	Threo- Chloramphenicol-D ₅
甲砒霉素	Thiamphenicol	15318-45-3	甲砒霉素-D ₃ (CAS号: 1217723-41-5)	Thiamphenicol-D ₃

附 录 B
(资料性)

药物保留时间、定量定性离子对及去簇电压、碰撞能量、离子化方式

60 种药物保留时间、定量定性离子对及去簇电压、碰撞能量、离子化方式见表 B. 1。

表B. 1 60种药物保留时间、定量定性离子对及去簇电压、碰撞能量、离子化方式

药物名称	保留时间	定量离子对	定性离子对	去簇电压	碰撞能量 (eV)	离子化方式
	(min)	(m/z)	(m/z)	(V)		
竹桃霉素	8.37	688.40>158.20	688.40>544.30	30	70/42	正离子模式
红霉素	9.18	734.50>576.40	734.50>158.00	30	26/36	
克拉霉素	10.03	748.50>594.00	748.50>158.00	40	29/40	
阿奇霉素	10.03	749.60>591.50	749.50>116.10	110	31/70	
吉他霉素	9.20	772.50>109.00	772.50>215.10	140	84/39	
交沙霉素	9.93	828.60>174.10	828.60>109.00	70	38/70	
泰乐菌素	9.11	916.60>174.00	916.60>772.50	150	47/43	
磺胺脒	3.19	215.00>156.00	215.00>108.00	45	21/33	
苯甲酰磺胺	6.06	277.10>156.00	277.10>108.00	60	19/32	
磺胺吡啶	4.08	250.10>156.10	250.10>108.00	40	23/32	
磺胺醋酰	3.19	215.00>156.00	215.00>108.00	52	17/29	
磺胺对甲氧嘧啶	4.70	281.10>156.10	281.10>156.10	70	25/35	
磺胺二甲基嘧啶	4.97	279.10>186.10	279.10>156.00	60	23/27	
磺胺二甲异嘧啶	3.72	279.10>124.10	279.10>186.10	80	30/23	
磺胺甲噁唑	5.40	254.10>156.00	254.06>108.00	65	22/36	
磺胺甲基嘧啶	4.32	265.20>156.10	265.20>172.10	82	25/25	
磺胺甲噻二唑	4.76	271.00>156.10	271.00>108.00	65	36/28	
磺胺间二甲氧嘧啶	6.78	311.10>156.10	311.10>218.00	70	28/28	
磺胺间甲氧嘧啶	5.53	281.10>156.00	281.10>126.10	75	25/30	
磺胺喹噁啉	7.03	301.10>156.10	301.10>108.00	80	24/36	
磺胺邻二甲氧嘧啶	5.72	311.10>156.10	311.08>108.20	70	30/37	
磺胺氯哒嗪	5.32	285.10>156.00	285.10>108.00	65	21/37	
磺胺嘧啶	3.62	251.10>156.00	251.10>92.00	40	22/40	
磺胺噻唑	3.83	256.00>156.00	256.00>108.00	40	22/32	
磺胺异噁唑	4.68	268.10>156.10	268.10>113.20	82	22/25	

甲氧苄啶	4.65	291.10>230.10	291.10>123.10	95	33/34	
磺胺苯吡唑	6.43	315.00>156.00	315.00>108.00	90	27/40	
磺胺甲氧哒嗪	5.05	281.00>156.00	281.070>126.10	75	25/27	
磺胺邻二甲氧嘧啶-D3	5.69	314.00>156.00	314.00>108.00	120	25/35	
磺胺间二甲氧嘧啶-D3	6.73	317.00>156.10	317.00>108.00	140	28/38	
诺氟沙星	5.19	320.10>302.00	320.10>233.10	80	27/35	
恩诺沙星	5.44	360.10>316.10	360.10>245.10	80	28/36	
沙拉沙星	5.89	386.10>342.10	386.10>299.10	90	28/37	
氟甲喹	8.53	262.10>202.10	262.10>244.10	77	42/23	
麻保沙星	4.68	363.10>320.10	363.10>72.00	80	23/46	
培氟沙星	5.04	334.10>316.10	334.10> 290.20	80	27/25	
氟罗沙星	4.81	370.00>326.10	370.00>269.20	80	27/35	
氧氟沙星	5.01	362.20>318.10	362.20>261.10	80	26/38	
依诺沙星	5.06	321.00>303.00	321.00> 234.00	80	24/30	
环丙沙星	5.34	332.10>288.10	332.10> 245.10	80	25/33	
洛美沙星	5.59	352.00>265.00	352.15>308.10	80	33/28	
达氟沙星	5.44	358.10>340.10	358.10> 314.10	77	30/24	
恶喹酸	7.22	262.00>244.10	262.00>216.10	70	26/40	
西诺沙星	6.81	263.10>217.10	263.10>245.00	60	30/22	

表 B.1 60 种药物保留时间、定量定性离子对及去簇电压、碰撞能量、离子化方式（续）

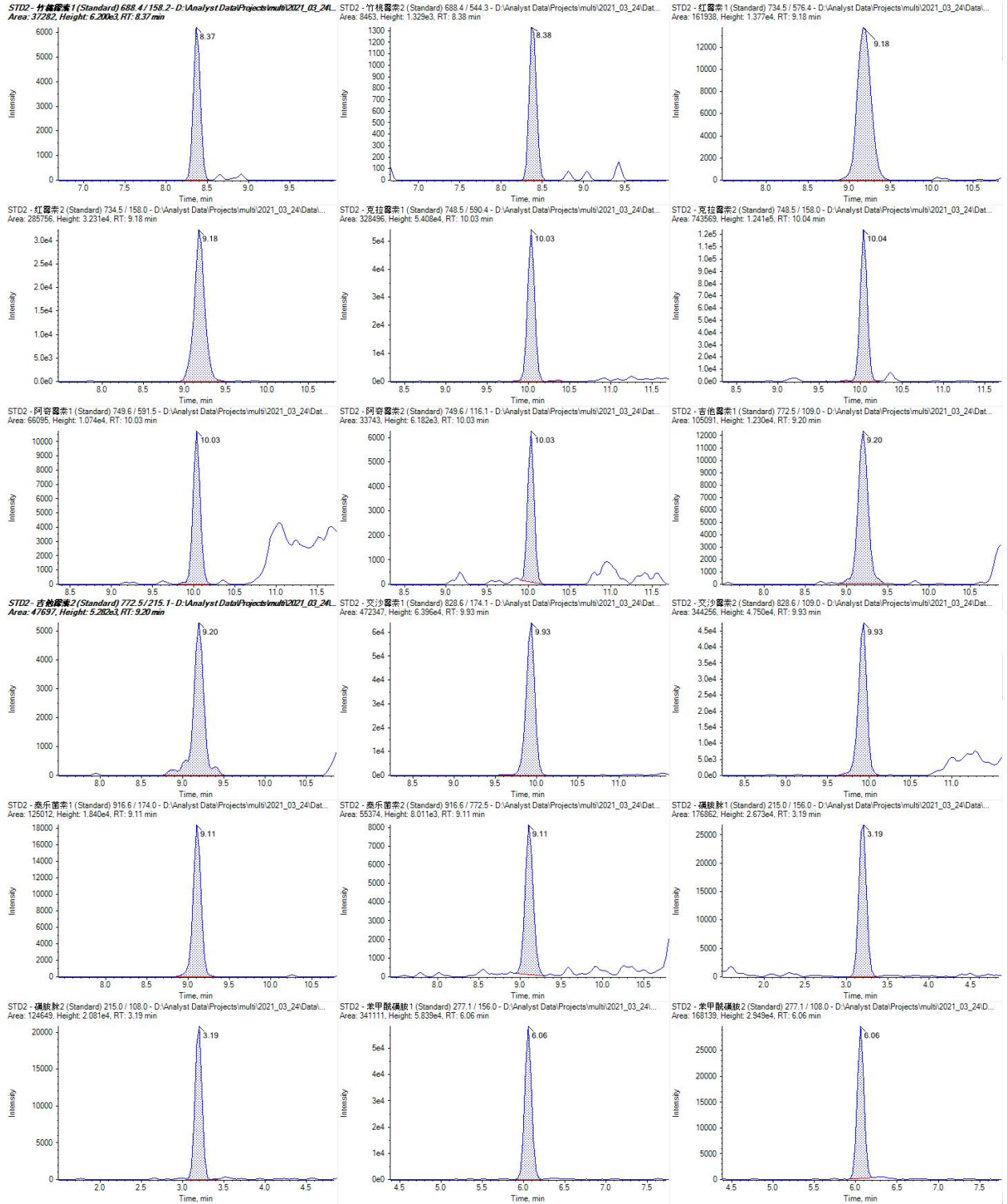
药物名称	保留时间 (min)	定量离子对 (m/z)	定性离子对 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)	离子化方式
萘啶酸	8.31	233.00>215.00	233.00>187.00	68	18/34	正离子模式
孔雀石绿	9.50	329.30>313.20	329.20>208.00	101	53/46	
隐色孔雀石绿	11.54	331.30>239.10	331.30>315.30	76	45/32	
洛硝哒唑	3.59	201.20>140.00	201.20>55.00	50	15/27	
甲硝唑	3.67	172.20>127.90	172.20>82.00	50	20/37	
羟基甲硝唑	2.98	188.20>123.00	188.20>126.10	50	19/23	
地西泮	10.31	285.10>193.20	285.10>154.10	80	40/36	
氯丙嗪	9.68	319.00>86.10	319.00>58.10	66	23/67	
安眠酮	9.25	251.10>91.00	251.10>132.00	80	58/36	
艾司唑仑	9.12	295.10>267.10	295.10>205.20	70	34/55	
硝西泮	8.82	282.10>236.10	282.10>180.10	80	34/50	
奥沙西泮	9.37	287.00>241.00	287.00>269.00	90	21/36	
三唑仑	9.35	343.10>308.10	343.10>239.00	100	36/55	
咪达唑仑	8.30	326.10>291.10	326.10>249.00	110	37/49	
诺氟沙星-D5	5.16	325.00>307.00	/	96	30	
环丙沙星-D8	5.31	340.00>322.00	/	27	32	
恩诺沙星-D5	5.41	365.00>321.00	/	60	31	
隐色孔雀石绿-D6	11.49	337.00>322.00	/	160	30	
孔雀石绿-D5	9.47	334.00>318.00	/	70	53	
氟苯尼考胺	0.85	248.20>230.10	248.20>130.10	50	16/30	
氟苯尼考胺-D3	0.84	251.20>233.10		44	19	
氯霉素	3.18	321.00>152.10	321.00>256.90	-75	-24/-17	负离子模式
甲砒霉素	2.53	353.90>289.90	353.90>184.90	-75	-18/-28	
氟苯尼考	2.86	356.00>336.00	356.00>185.00	-70	-14/-27	
氯霉素-D5	3.17	326.00>157.10	/	-88	-21	
甲砒霉素-D3	2.52	357.20>293.00		-48	-10	
氟苯尼考-D3	2.85	359.20>339.00		-22	-6	

附 录 C

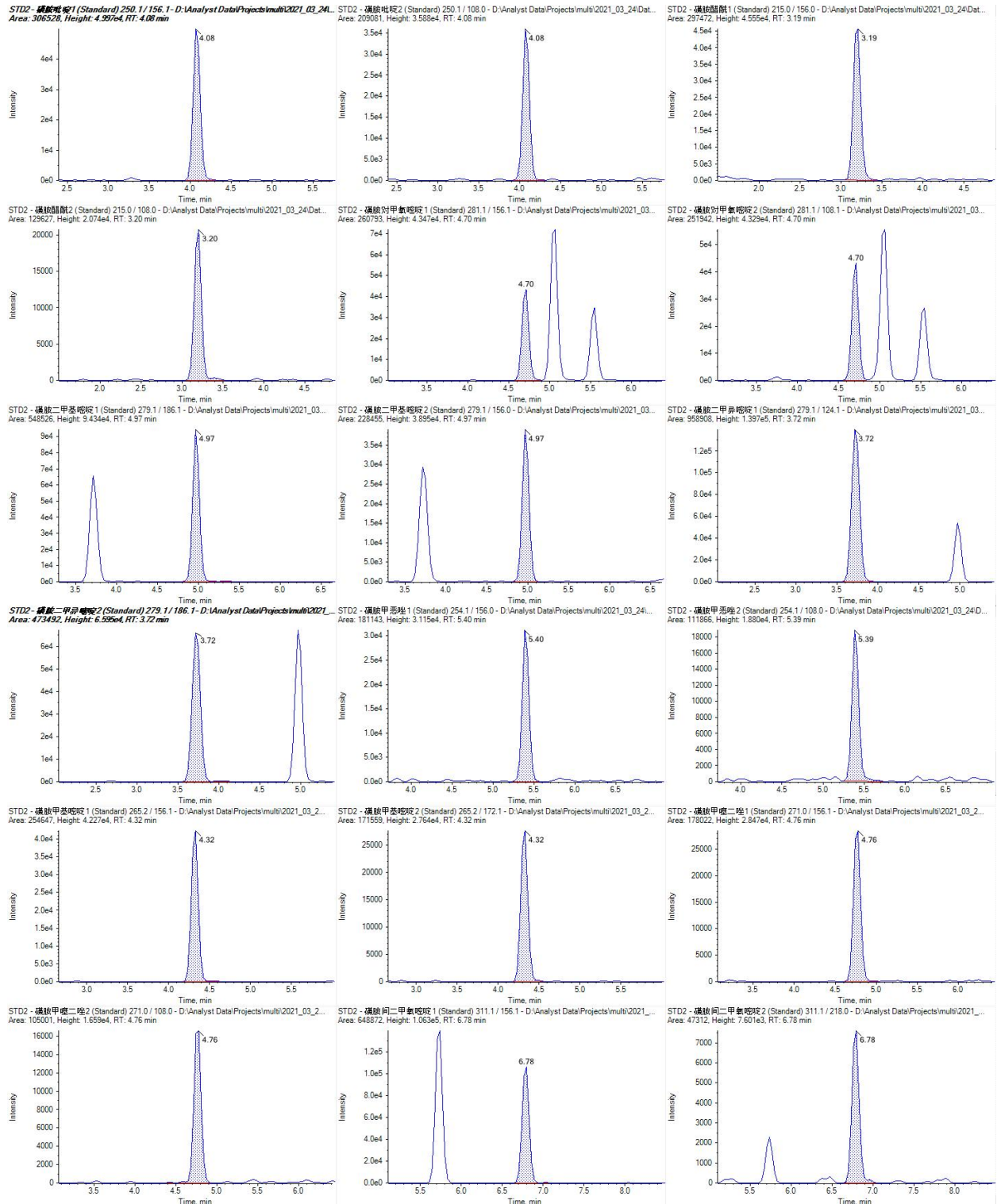
(资料性)

药物及内标物特征离子质量色谱

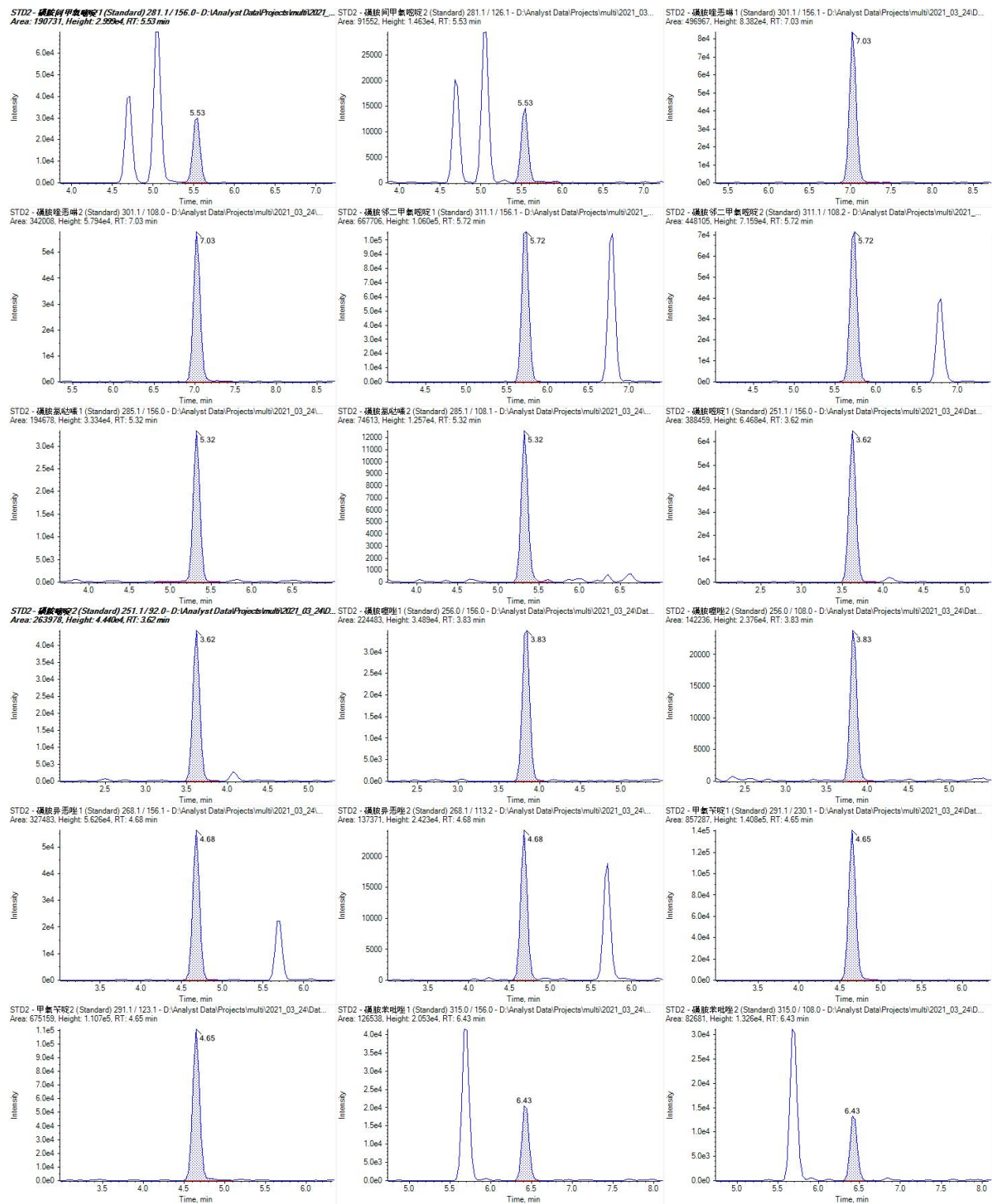
60种药物及内标物特征离子质量色谱图见图C.1。



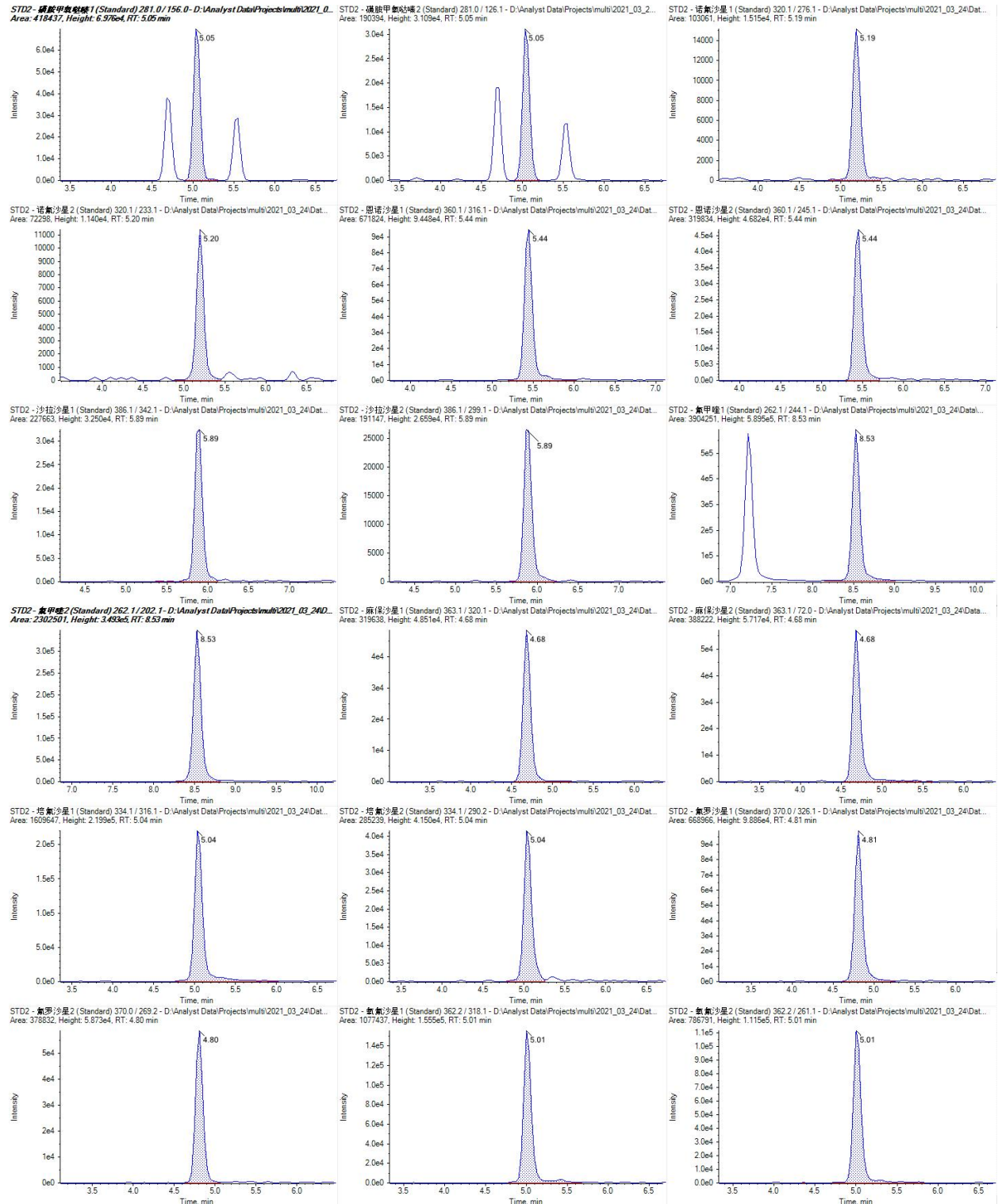
图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图



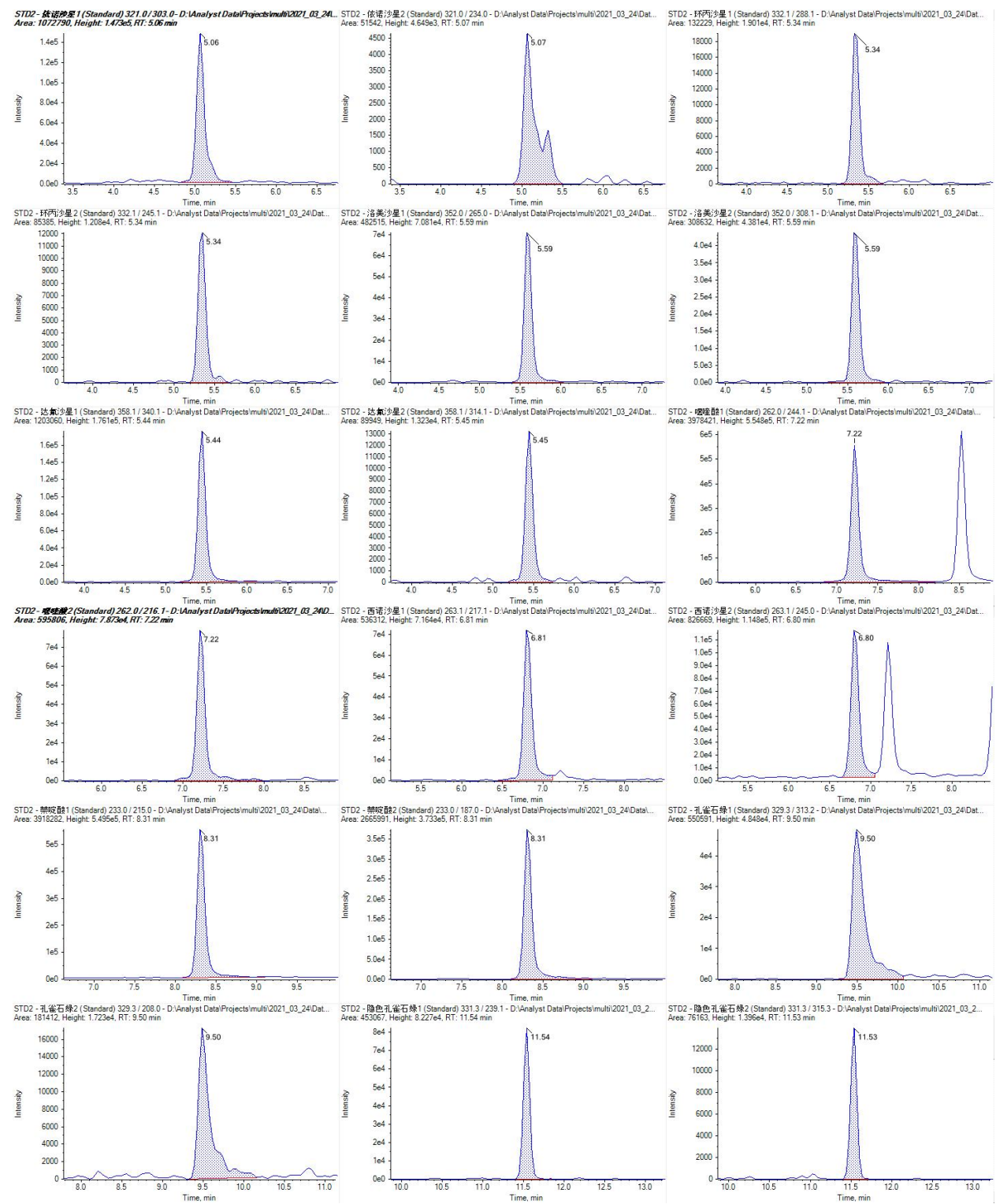
图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图(续)



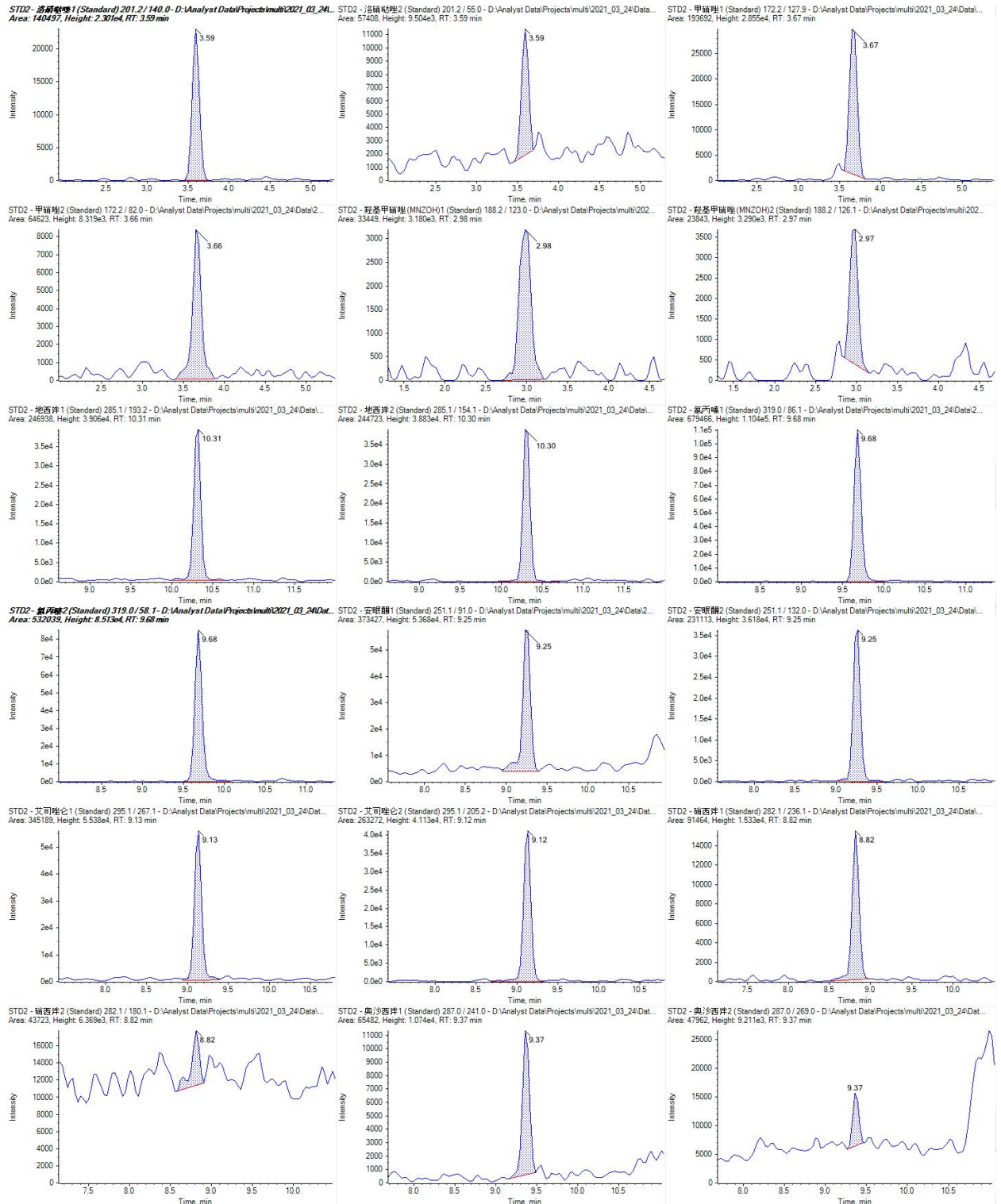
图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图（续）



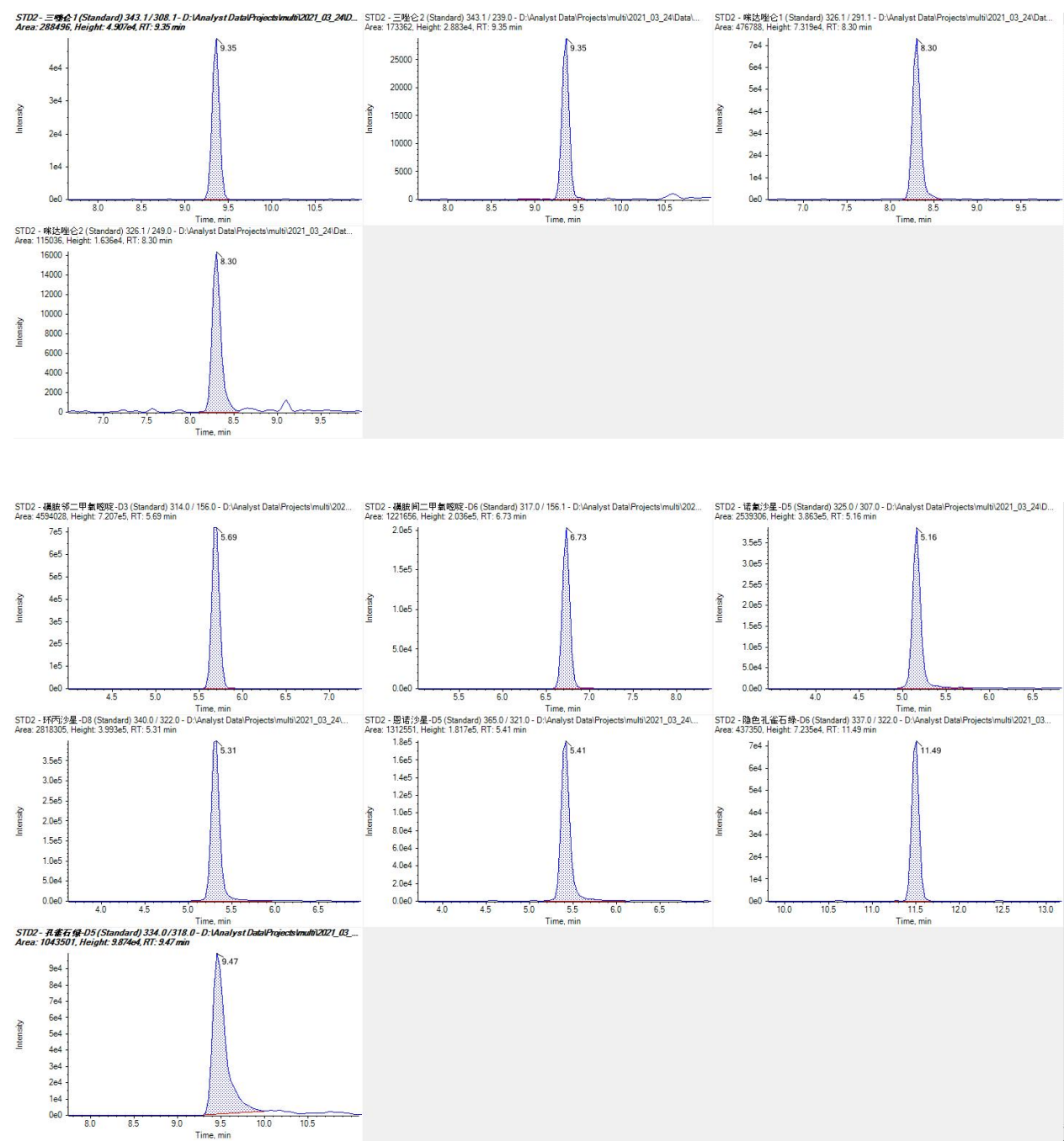
图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图(续)



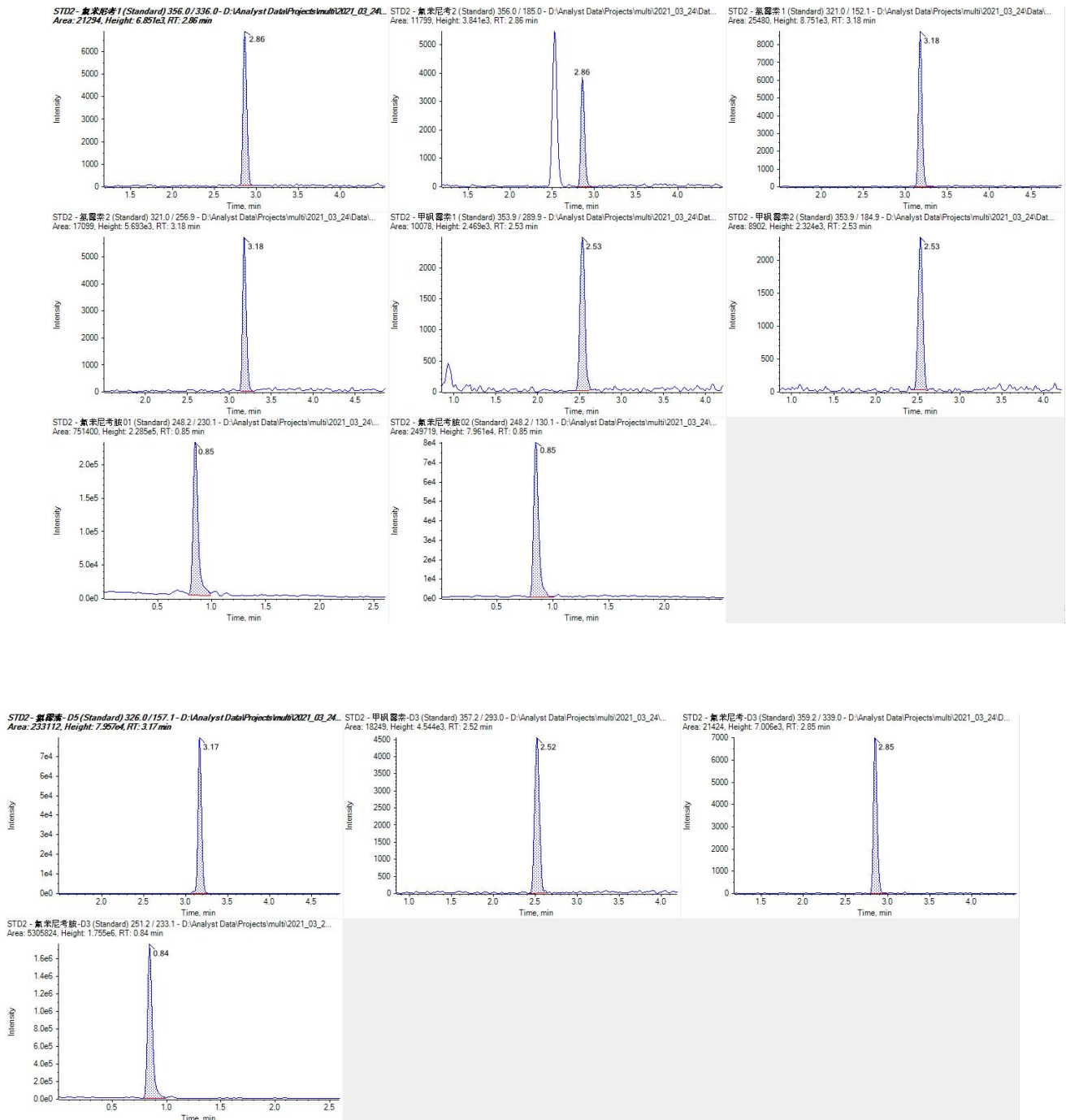
图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图 (续)



图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图 (续)



图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图（续）



图C.1 60种药物及内标物特征离子质量色谱图 (续)

(大环内酯、磺胺、喹诺酮、氟苯尼考胺 2 $\mu\text{g/L}$; 三苯甲烷类、硝基咪唑类、苯二氮卓类 0.5 $\mu\text{g/L}$; 氯霉素、氟苯尼考、甲磺霉素 0.1 $\mu\text{g/L}$)