

四川省品牌建设促进会团体标准
《动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测
定 过滤式净化结合液相色谱—串联质谱法》
(征求意见稿) 编制说明

标准起草组

2025 年 12 月

目 录

一、 标准制定的目的和意义	3
二、 任务来源	6
三、 工作简况	7
(一) 成立标准起草组	7
(二) 组织调研和编制草案	7
(三) 拟定征求意见稿	7
四、 编制原则和依据	8
(一) 标准编制原则	8
(二) 标准编制依据	8
五、 标准框架和内容说明	9
(一) 标准的结构	9
(二) 标准的内容	11
六、 重大意见分歧的处理	13
七、 采用国际标准情况	13
八、 与现行法律法规和强制性标准的关系	13
九、 贯彻标准的措施建议	14
十、 涉及专利的有关说明	14
十一、 预期社会效益	14

四川省品牌建设促进会团体标准

《动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定 过滤式净化结合液相色谱—串联质谱法》

（征求意见稿）编制说明

一、标准制定的目的和意义

兽药是指用于预防、治疗、诊断动物疾病或者有目的地调节动物生理机能的物质，包括但不限于：抗菌素类、抗寄生虫类、抗真菌类和支气管扩张类，对于动物疾病的预防和治疗等方面有着非常重要的作用。由于它们具有无数的好处，因此，部分养殖者为提高经济效益或缺乏对药物危害的认知和科学用药的指导而频现不合理用药的现象，甚至有时还非法滥用违禁药物。这些兽药在动物体内残留，通过食物链进入人体，从而危害人类身体健康。因此，中国、欧盟、美国等均制定了动物源性食品中兽药最大残留限量（MRL），在超标的情况下，各国均会启动法律程序，为达到监测的目的和监管的要求，提供准确的检测结果，研究和开发可靠、有效的兽药残留量检测方法非常必要。

兽药主要以难挥发的极性或弱极性化合物为主，不适合应用气相或气质的方法检测，单纯的液相色谱法对兽药及其代谢物的检测极为有限，且灵敏度低、选择性差，只能分类检测部分兽药，对于不同种类兽药的同时检测存在很大局限性。因此，近年来，液相色谱法已逐渐被选择性更好、检测效率更高的色谱串联质谱

法取代。并且，兽药的检测，最具挑战性的步骤是提取、净化样品，在现有的前处理手段中，主要的净化方式有固相萃取法（Solid phase extraction, SPE）、液液萃取法（Liquid-liquid extraction, LLE）以及近年来被广泛应用的快速、简单、廉价、高效、安全的前处理方法（Quick easy cheap effective rugged and safe methodology, QuEChERS）。与前两种净化方式相比，QuEChERS方法具有使用溶剂少、高样品通量、操作简单、成本低廉等优势，已成为对兽药残留分析具有很强适用性的前处理方法，并且，由于检测设备的改进，也大大增加了同时检测兽药的数量，但是，其基于 QuEChERS 前处理分析同一基质，在分析多种类基质时还是显示了局限性，也存在虽能检测多种基质，却不能定量等难题。与此同时，兽药通常在食物中以微克甚至毫微克重量存在，对动物源性食品中的残留量检测提出了极大挑战。

由于畜禽产品含有大量脂肪和蛋白质及其他大分子量物质，基质极为复杂，也会导致检测结果出现假阳性或假阴性。因此，样品制备始终是检测动物源性食品中兽药残留的一个具有挑战性的过程。本次团体标准制定所涉及的检测方法，采用新型高分子材料制备而成的 Clean-up LPAS 柱，快速过滤净化多种动物源性食品，结合液相色谱-串联质谱法建立了一种可以同时快速、准确、高效检测 20 余种磺胺类、近 10 种喹诺酮类、近 10 种 β -受体激动剂、4 种四环素类、4 种酰胺醇类、3 种大环内酯类、2 种镇静类、2 种林可胺类抗生素以及硝基咪唑类、抗球虫类、皮质

类激素、青霉素类、抗病毒药物各 1 种等多种类兽药残留的高通量检测方法。

通过验证, 该方法得到了很好验证效果, 包括正确度、精密度、检测限、定量限、线性范围和基质效应在内的方法性能均得到了满意的验证, 对于鱼肉类试验, 54 种兽药在 $0.1 \mu\text{g/L} \sim 50 \mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好, 决定系数 (R^2) ≥ 0.992 , 总体检出限 (LOD) 为 $0.03 \mu\text{g/kg} \sim 2.5 \mu\text{g/kg}$ 之间, 总体定量限 (LOQ) 为 $0.1 \mu\text{g/kg} \sim 8.3 \mu\text{g/kg}$ 之间, 在低 (添加量 $5 \mu\text{g/kg} \sim 10 \mu\text{g/kg}$)、中 (添加量 $10 \mu\text{g/kg} \sim 20 \mu\text{g/kg}$)、高 (添加量 $50 \mu\text{g/kg}$) 三个水平下 54 种药物的平均回收率为 $70.45\% \sim 118.1\%$, 标准偏差 (RSD) 为 $0.01\% \sim 9.9\%$; 对于猪肉、猪肝、鸡肉、鸡蛋、牛肉 5 种动物源食品试验, 61 种兽药在 $0.5 \mu\text{g/L} \sim 50 \mu\text{g/L}$ 范围内线性良好, 决定系数 (R^2) ≥ 0.995 , 在高、中、低 ($5 \mu\text{g/kg}$ 、 $10 \mu\text{g/kg}$ 、 $50 \mu\text{g/kg}$) 三个加标水平下 61 种兽药在 5 种基质样本中均得到了满意的回收效率, 总体回收率为 $70.9\% \sim 119.0\%$, 标准偏差 (RSD) 为 $0.1\% \sim 10.9\%$, 总体检测限 (LOD) 为 $0.03 \mu\text{g/kg} \sim 1.5 \mu\text{g/kg}$, 定量限 (LOQ) 为 $0.1 \mu\text{g/kg} \sim 5.00 \mu\text{g/kg}$ 。该方法已成功应用于 700 余份实际样本的检测, 成为了调查养殖畜禽产品中兽药残留安全状况的重要依据。目前, 该检测方法已在雅安、内江、宜宾、甘孜等地实现了不同区域同类样本试验的覆盖和推广使用。同时, 该检测方法在前处理中减少了用盐反萃、液体转移、二次离心等步骤, 更为简单快捷, 且其中

的净化法所消耗试剂、耗材、仪器设备更少，却能同时检测不同动物食品中的多种类兽药，大大降低了检测的经济成本和时间成本，减少了废液的产生，对环境和检测人员健康更加友好，对人员专业要求更低。

综上，本次团体标准制定所涉及的检测方法经过了不同地区多轮若干次的重复性、再现性、准确性、灵敏度/检查限等方法性能的验证试验和数据统计，具备方法标准制定的必要性、可行性，对现实的兽药残留量测定工作具有很好的指导意义。

二、任务来源

为配合上级相关农产品部分农药残留量日常抽检中使用的常规测定方法较为复杂且时间长等现实困难的协调解决，通过专项研究分析得到了对应的快速方法，拟将该快速方法确立为常规方法的并行验证方法，成为辅助性的补充方法，2025年4-5月，雅安市农产品质量监测检验中心牵头相关单位向四川省品牌建设促进会提出团体标准《动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定 过滤式净化结合液相色谱—串联质谱法》制定项目立项计划申请。同期，按照《四川省品牌建设促进会团体标准管理办法（试行）》要求，经论证，四川省品牌建设促进会标准化工作委员会同意批准该团体标准立项。

三、工作简况

（一）成立标准起草组

2025年5月，由雅安市农产品质量监测检验中心、内江市动植物疫病防控和农产品质量检测中心、自贡市乡村振兴发展服务中心、四川省农产品质量安全中心、四川硕耘达农业科技有限公司分别派员共同组成了标准起草组（以下简称“起草组”）。

（二）组织调研和编制草案

2025年6-8月，起草组根据雅安市农产品质量监测检验中心前期专题研究课题项目中分析取得的相关测定方法的成果，在对应论文《过滤式净化结合 LC-MS/MS 同时测定动物源食品中 61 种兽药残留》对测定全过程进行总结的基础上，形成了标准草案。

（三）拟定征求意见稿

2025年9-11月，起草组广泛收集与动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定方法相关法律法规、政策文件、标准、研究报告等文献资料，结合动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定工作的实际情况，确定了标准基本框架和结构。随后，起草组内部组织讨论，进行了多次讨论和修改。同时，征求了兽药残留检验检测及标准化相关领域专家的意见，并根据一致的意见建议对标准进行修改完善，形成了征求意见稿。

四、编制原则和依据

（一）标准编制原则

标准编制遵循“落实法律政策要求、遵循检验方法原理、吸纳工作实践经验、确保内容科学先进”的原则，着力增强动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定方法的科学性、先进性、规范性和可操作性。

1.科学性。本标准内容结合实际、凸显动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定工作的特色，在保持与现行法律法规和相关标准协调一致的前提下，遵循以提高方法的选择性、定量限、准确度和分析效率为总原则。

2.先进性。在本标准制定过程中，广泛收集国家、省、市相关标准以及动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定工作的经验，借鉴、吸收并采纳先进方法和理念，提高标准的先进性。

3.规范性。标准的编写应按照国家、省市以及促进会对团体标准管理的相关规定，规范标准格式。

4.可操作性。充分考虑动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定的实际情况，突出创新发展、固化经验，细化标准要求，提高标准普适性，增强标准可操作性。

（二）标准编制依据

本标准的编制主要依据和参考了以下法律法规和文件：

GB/T 21317-2007 动物源性食品中四环素类兽药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法与高效液相色谱法

SN/T 2748-2010 进出口动物源性食品中多肽类兽药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

SN/T 2222-2008 进出口动物源性食品中糖皮质激素类兽药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

中国食品药品企业质量安全促进会团体标准 T/FDSA 007-2020 动物源性食品中多兽药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

广东省农业标准化协会 T/GDNB 254-2024 动物源性食品中多类兽药残留的测定及混检快筛法

河北省食品工业协会团体标准 T/HBFIA 0023-2021 动物源性食品及饲料中多种类兽药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

厦门市食品安全工作联合会团体标准 T/XMSSAL 0145-2025 供厦食品 动物源性食品中 129 种兽药药残留的测定 液相色谱-串联质谱法

五、标准框架和内容说明

(一) 标准的结构

GB 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 20001.4-2015《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》和《农药残留检测方法国家标准编制指南》(农业部公告 2386 号) 等相关文件的要求和规定，依据动物源性食品中多种类兽药

残留量的快速测定的实际情况及需求,从范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器、试样制备、分析步骤、结果计算、精密度和其他等 11 个方面,为保障动物源性食品中多种类兽药残留量的快速测定方法的实施提出了明确的要求,充分体现了本标准的前瞻性和引导性。

本标准框架结构和主要技术内容见下表。

序号	标题	主要技术内容
1	范围	本文件规定了动物源性食品中多种类兽药(磺胺类、喹诺酮类、 β -受体激动剂、四环素类、酰胺醇类、大环内酯类、镇静剂类、林可胺类抗生素、硝基咪唑类、抗球虫类、皮质类激素、青霉素类、抗病毒药物)残留检测的制样和过滤式净化结合液相色谱-串联质谱的快速测定方法,适用于动物肌肉、内脏、蛋等动物源性食品中多种类兽药残留量的测定,其他动物源性食品可参照执行。
2	规范性引用文件	明确本标准所引用的国家标准和文件。
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 8 mL 0.2% 甲酸乙腈水溶液提取, 经过滤和离心后, 上清液通过在分散萃取和固相萃取的基础上采用针筒式净化柱过滤净化处理, 净化液用液相色谱-质谱联用法检测, 内标法定量分析。
5	试剂和材料	列出检测方法所需的试剂、溶液配制、标准品、标准溶液配制及材料要求。
6	仪器	列出检测方法所需的仪器要求。
7	试样制备	列出检测方法中试样制备要求。
8	分析步骤	从前处理(提取、净化、配制基质匹配标准工作溶液)、测定(液相色谱参考条件、质谱参考条件)、绘制标准工作曲线、定性及定量、试样溶液的测定、平行试验、空白试验等

		方面提出具体检测方法及步骤要求。
9	结果计算	列出多种类兽药的残留量（以质量分数计）的计算公式。
10	精密度	提出重复性限（ r ）和再现性限（ R ）的资料性要求。
11	其他	列出检测方法对猪肉、猪肝、鸡肉、鸡蛋、牛肉中多种类兽药化合物的定量限。

（二）标准的内容

1.标准的范围

本文件动物肌肉、内脏、蛋等动物源性食品中多种类兽药残留量的测定，其他动物源性食品可参照执行。

2.规范性引用文件

明确本标准所引用的国家标准和文件。

3.术语和定义

本文件没有术语和定义。

4.原理

提出了方法原理为试样用 8 mL 0.2% 甲酸乙腈水溶液提取，经过滤和离心后，上清液通过在分散萃取和固相萃取的基础上采用针筒式净化柱过滤净化处理，净化液用液相色谱-质谱联用法检测，内标法定量分析。

5.试剂和材料

列出检测方法所需的试剂、溶液配制、标准品、标准溶液配制及材料要求。

(1) 试剂：提出了监测方法所需试剂甲醇、甲酸、乙腈、乙酸铵、甲酸铵及其具体要求。

(2) 溶液配制：提出了乙腈：水 (1:1)、0.03 mol/L 的氢氧化钠溶液、0.2% 甲酸的乙腈：水溶液 (90:10)、含 0.1% 甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵溶液及其具体要求。

(3) 标准品：提出了磺胺类、喹诺酮类、 β -受体激动剂、四环素类、酰胺醇类、大环内酯类、镇静剂类、林可胺类抗生素、硝基咪唑类、抗球虫类、皮质类激素、青霉素类、抗病毒药物等标准品的标准品及其具体要求，并要求纯度 $\geq 95\%$ 。

(4) 标准溶液配制：提出了标准储备溶液 (1 mg/mL)、中间溶液及其具体要求。

(5) 材料：提出了棕色容量瓶、棕色储液瓶、具塞离心管、Clean-up column 净化柱、有机滤头、进样瓶及其具体要求。

6. 仪器

列出检测方法所需的仪器要求，包括了液相色谱-质谱联用仪、分析天平、组织捣碎机、高速冷冻离心机、漩涡混合器、超声波清洗器、超纯水机及其具体参数。

7. 试样制备

给出检测方法中猪肉、猪肝、鸡肉、鸡蛋、牛肉样品抽取、制备和保存应按 NY/T 3304-2018 中畜禽产品类样品制备与保存方法进行的要求。

8. 分析步骤

从前处理（提取、净化、配制机制匹配标准工作溶液）、测定（液相色谱参考条件、质谱参考条件）、绘制标准工作曲线、定性及定量、试样溶液的测定、平行试验、空白试验等方面提出具体检测方法及步骤要求。

9.结果计算

列出试样中各化合物的残留量（以质量分数计）的计算公式。

10.精密度

提出重复性限（ r ）和再现性限（ R ）的资料性要求。

11.其他

列出检测方法对猪肉、猪肝、鸡肉、鸡蛋、牛肉中多种类兽药化合物的定量限。

六、重大意见分歧的处理

本标准的编写过程无重大分歧意见产生。

七、采用国际标准情况

未采用国际标准。

八、与现行法律法规和强制性标准的关系

目前虽有与本标准相关的国家标准、行业标准，但是，这些标准涉及的方法因各自的样品前处理、提取、净化以及检测方法等过程存在不同，检测结果也不尽相同。本次团体标准制定所涉及的检测方法，采用新型高分子材料制备而成的 Clean-up LPAS 柱，快速过滤净化多种动物源性食品，结合液相色谱-串联质谱法建立了一种可以同时快速、准确、高效检测 22 种磺胺类、9 种喹

诺酮类、9种 β -受体激动剂、4种四环素类、4种酰胺醇类、3种大环内酯类、2种镇静类、2种林可胺类抗生素以及硝基咪唑类、抗球虫类、皮质类激素、青霉素类、抗病毒药物各1种，共13种类61种兽药残留的高通量检测方法。该检测方法在前处理中减少了用盐反萃、液体转移、二次离心等步骤，更为简单快捷，且其中的净化法所消耗试剂、耗材、仪器设备更少，却能同时检测不同动物食品中的多种类兽药，大大降低了检测的经济成本和时间成本，减少了废液的产生，对环境和检测人员健康更加友好，对人员专业要求更低。

目前无相关强制性标准。

九、贯彻标准的措施建议

本系列标准一经发布，将及时组织从事农产品检测检验工作的机构和人员进行标准培训，并通过编制标准实施指南、制作宣传单页、召开现场交流会等多种形式交流和推广标准实施经验。

十、涉及专利的有关说明

本标准无涉及的专利。

十一、预期社会效益

本标准建立一种快速的多种类兽药残留量的检测方法标准，将提高动物源性食品中上述农药残留检测效率，服务于动物源性食品中上述农药监管，建立相关动物源性食品中多种类兽药的残留检测方法，应对监测要求，为我国农业绿色、高质量、可持续发展提供必要的检测方法技术支撑。