《畜禽产品中兽药多残留高通量筛选检测 液相色谱-质谱/质谱法》团体标准编制说明

一、 任务来源、起草单位、起草人、起草过程

（一）任务来源

根据《深圳市实施食品安全战略建立供深食品标准体系，打造市民满意的食品安全城市工作方案（2018—2020 年）的通知》（深府〔2018〕41 号）的要求，为了更好地建立供深食品标准体系打造食品的“深圳标准”，深圳市深圳标准促进会于 2019 年组织深圳市各检测单位研制高通量筛查团体标准，利用目前食用农产品检测领域最为先进的仪器设备，建立一系列食用农产品化学物质，包括农药残留、兽药残留等的高通量快速筛查方法。

（二）起草单位和起草人

本标准起草的单位有：深圳市检验检疫科学研究院、中华人民共和国深圳海关食品检验检疫技术中心、深圳市标准技术研究院。

主要起草人为：

（三）简要起草过程

本项组负责其中《畜禽产品中兽药多残留高通量筛选检测 液相色谱-质谱/质谱法》团体标准的起草制定。本项目可通过一次简单的样品前处理，能够实现上百种兽药残留的同时筛查，而且拥有能够满足法规限量要求的灵敏度。本项目的完成，将为我市畜禽产品监管提供一种简便快捷、低成本的检测方法，极大地提升了农产品监管效率，有效降低监管成本。项目组收到正式通知后，通过资料查询及整理，参考 GB 31650-2019 《食品安全国家标准　食品中兽药最大残留限量》，初步确定筛查项目范围，随后采购标准品并进行试验方案设计及建立检验方法，最后整理形成标准文本和编制说明一稿，同时进行协同验证试验，并公开征求多方对该标准制定的意见，形成标准方法草案，按要求完成《畜禽产品中兽药多残留高通量筛选检测 液相色谱-质谱/质谱法》团体标准征求意见稿，按期提交送审稿。

二、国内外有关法律、法规和标准情况的说明

我国现已有的畜禽中高通量测定方法有《畜禽血液和尿液中 160 种兽药及其它化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》（农业农村部公告第 197 号-10-2019）和《畜禽血液和尿液中 150 种兽药及其它化合物鉴别和确认 液相色谱-高分辨串联质谱法》（农业农村部公告第 197 号-9-2019），但这两个方法的检测基质为畜禽血液和尿液，未涉及肌肉、奶产品、禽蛋等农产品。本标准在制定过程中验证了猪肉、鸡肉、牛奶、鸡蛋等食用畜禽产品，检测项目范围参考了 GB 31650-2019《食品安全国家标准　食品中兽药最大残留限量》。

三、标准的制（修）订与起草原则

标准的编制遵循规范性、适用性和可操作性原则，标准按 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》和 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》的要求进行编写。

《畜禽产品中兽药多残留高通量筛选检测 液相色谱-质谱/质谱法》团体标准内容制定遵循以下原则：以满足食品安全国家强制性标准为前提，结合深圳实际需求、比较分析国外先进标准、综合推荐性国家标准和行业标准，在保证技术指标科学性的前提下，遵循“更全面、更严谨”原则，确保在较短检测时间内满足高通量筛查检测要求，提升农产品监管效率，有效降低监管人力、物力资源成本。

四、主要技术指标依据

（一）样品基质的选择

食用农产品化学物质残留高通量筛查方法确认与检测质量控制指南附录 A.2，本方法选择猪肉、鸡肉、鸡蛋和牛奶四种基质作为畜禽产品研究对象。

（二）试样前处理条件的选择和优化

1、提取液的优化

兽药残留分析常用的提取剂为乙腈、甲醇、盐溶液等。由于乙腈的溶解度较大，粘度系数较低，能有效脱蛋白、脱脂和释放结合态药物，乙腈和水互溶，可以提高样品在提取溶剂中的浸润效果，增大提取效率，且对油脂、色素的溶解度小，共提物的干扰物质较少。甲醇也具有良好的沉淀蛋白质及提取目标化合物的能力，然而用甲醇提取时会带入更多的极性基质干扰物，增加后续净化难度。实验首先比较了乙腈、甲醇、 80%乙腈水溶液和 80%甲醇水溶液的提取效果，80%乙腈水溶液提取效果最佳，用单一有机试剂乙腈或甲醇提取时，除大部分磺胺类及β－受体激动剂兽药外，目标物平均回收率均比较低，加入 20％的水可能有助于样品的分散，利于目标物的释放。

有文献报道当提取溶剂中加入适量的酸时，金刚烷胺、性激素、磺胺及磺胺增效剂等化合物的提取效果会比较理想；而 EDTA 可螯合样品中金属离子，提高相关药物的回收率。实验又比较了含 80%乙腈水溶液、80%乙腈水溶液（含 0.2％甲酸）和 0.1 mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine 缓冲液-乙腈（1:9, v/v）的提取效果，发现 80%乙腈水溶液（含 0.2％甲酸）和 0.1 mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine 缓冲液-乙腈（1:9, v/v）对目标化合物均有较好的提取效果。

2、净化条件的优化

畜禽产品中肌肉、牛奶、鸡蛋中基质差异极大且复杂，且检测项目涵盖 12 类 132 项，采用 QuEChERS 盐包或新型固相萃取吸附剂净化较为适宜。实验比较了艾杰尔 Cleanert MAS-Q 和 Waters Oasis PRIME HLB 的样品净化处理效果。结果显示，艾杰尔 Cleanert MAS-Q 和 Waters Oasis PRiME HLB 对大多数目标化合

物都有较高的回收率。Oasis PRiME HLB 能够更有效地去除样品中的基质干扰，去除了 90%以上的磷脂， 避免了因磷脂产生的与某些化合物具有相同质谱碎片的结构异构体，但对抗病毒类和β－受体激动剂类的部分项目有影响，Cleanert MAS-Q 主要采用 C18 和 PSA 作为净化剂，在去除基质中部分水分的同时汇集了 C_{18} 的长链效应，对非极性、弱极性及中等极性化合物均具有广泛保留，所以对干扰杂质的整体保留容量要高于固相萃取柱。用 Cleanert MAS-Q 净化时，0.1 mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine 缓冲液-乙腈（1:9, v/v）比 80%乙腈水溶液（含 0.2%甲酸）更有利于净化的效果及回收率的提高。另外，Oasis PRiME HLB 固相萃取柱价格比较昂贵，一支 200 mg/6 cc 的 Oasis PRiME HLB 需要约 50 元左右，而一份 Cleanert MAS-Q 只需要 5 元左右。因此，综合各类因素，本实验最终选取 0.1 mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine 缓冲液-乙腈（1:9, v/v）作为提取液，艾杰尔 Cleanert MAS-Q 净化方式。

（三）仪器条件的选择

通过优化液相色谱分离条件，132 种兽药及相关化学品在正离子模式下 14.5 min 内流出，在负离子模式下 6 min 内流出，以 C_{18} 色谱柱进行液相色谱分离。三重四级杆质谱条件的优化主要包括母离子、子离子、去簇电压、碰撞能量等。手动找到目标化合物母离子后，优化去簇电压和碰撞电压。电喷雾模式扫描，多反应检测模式检测，确定最优效果。

1、质谱条件

首先进行 MS1 扫描，得到 132 种兽药的母离子峰；在分别对其进行子离子扫描，确定子离子；分别输入已找到的母离子参数、子离子参数，使用 MRM 模式进行扫描，优化去簇电压、碰撞能量，以获得稳定性好、响应强度高的离子碎片。定量离子对、定性离子对及优化后的碰撞电压和去簇电压见表 1。

表 1　132 种化合物基本信息、质谱参数及方法筛查限

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
磺胺类及抗菌增效剂	1	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	251.1	156.0*	3.69	40	22	ESI^+
					251.1	92		40	38	
	2	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0	256	156.0*	3.9	40	22	ESI^+
					256	108		40	32	
磺胺类及抗菌增效剂	3	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	250.1	156.1*	4.23	40	23	ESI^+
					250.1	108		40	32	
	4	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	265.2	156.1*	4.47	82	25	ESI^+
					265.2	172.1		82	25	
	5	磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	279.1	186.1*	3.76	60	23	ESI^+
					279.1	156		60	27	
	6	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxi	1220-83-3	281.1	156.0*	6.12	75	25	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
			ne		281.1	126.1		75	30	
	7	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1	271	156.1*	5.01	65	21	ESI^+
					271	108		65	36	
	8	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	281.1	156.1*	4.91	70	25	ESI^+
					281.1	108.1		70	35	
	9	磺胺氯哒嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	285.1	156.0*	5.78	65	22	ESI^+
					285.1	108.1		65	37	
	10	磺胺甲氧哒嗪	Sulfamethoxypyridazine	80-35-3	281	156.0*	5.4	75	25	ESI^+
					281	126.1		75	27	
	11	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6	311.1	156.1*	6.33	70	30	ESI^+
					311.1	108.2		70	37	
	12	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	122-11-2	311.1	156.1*	7.92	70	28	ESI^+
					311.1	218		70	28	
	13	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	254.1	156.0*	5.93	65	22	ESI^+
					254.1	108		65	36	
	14	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	127-69-5	268.1	156.1*	6.3	82	22	ESI^+
					268.1	113.2		82	25	
	15	苯甲酰磺胺	Sulfabenzamide	127-71-9	277.1	156.0*	6.78	60	19	ESI^+
					277.1	108		60	32	
	16	磺胺喹恶啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	301.1	156.0*	8.32	80	24	ESI^+
					301.1	108		80	36	
	17	磺胺醋酰	Sulfacetamide	144-80-9	215	156.0*	3.31	52	17	ESI^+
					215	108		52	29	
	18	甲氧苄氨嘧啶	Trimethoprim	738-70-5	291.1	230.1*	4.85	95	33	ESI^+
					291.1	123.1		95	34	
	19	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	315	156.0*	7.32	90	27	ESI^+
					315	108		90	40	
	20	磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	515-64-0	278.6	156.0*	5.29	110	27	ESI+
					278.6	186.2		110	23	
	21	磺胺噁唑	Sulfamoxole	729-99-7	268	156.0*	4.9	50	22	ESI+
					268	108		50	46	
	22	磺胺氯吡嗪	Sulfaclozina	102-65-8	285	156.0*	7.56	50	22	ESI+
					285	108		50	46	
氟喹诺酮类	23	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	360	316.1*	5.63	80	25	ESI^+
					360	245.1		80	35	
	24	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	320.1	276.1*	5.28	80	26	ESI^+
					320.1	233.1		80	35	
	25	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	334.1	316.1*	5.13	80	27	ESI^+
					334.1	290.2		80	25	
	26	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	332.1	288.1*	5.47	80	25	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
					332.1	245.1		80	33	
	27	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	362.2	318.1*	5.05	80	26	ESI^+
					362.2	261.1		80	38	
	28	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	386	342.3*	6.25	80	25	ESI^+
					386	299		80	38	
	29	依诺沙星	Enoxacin	74011-58-8	321.2	303.1*	5.08	65	28	ESI^+
					321.2	232.1		65	49	
	30	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	352	265.0*	5.81	80	33	ESI^+
					352	308.1		80	28	
	31	萘啶酸	Nalidixic acid	389-08-2	233	215.0*	9.94	68	18	ESI^+
					233	187		68	34	
	32	恶喹酸	Oxolinic acid	14698-29-4	262	216.1*	8.23	70	40	ESI^+
					262	244.1		70	26	
	33	氟甲喹	Flumequin	42835-25-6	262.1	202.1*	10.27	77	42	ESI^+
					262.1	244.1		77	23	
	34	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	358.1	340.1*	5.56	65	30	ESI^+
					358.1	255.1		65	55	
	35	双氟沙星	Difloxacin	98106-17-3	400.1	356.1*	6.13	80	28	ESI^+
					400.1	299.1		80	41	
	36	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3	396	352.0*	5.9	80	24	ESI^+
					396	378.2		80	32	
	37	司帕沙星	Sparfloxacin	110871-86-8	393	349.2*	7.01	80	30	ESI^+
					393	292		80	38	
	38	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	370	326.1*	4.82	80	27	ESI^+
					370	269.2		80	35	
	39	马波沙星	Marbofloxacin	115550-35-1	363.1	72.1*	4.63	120	24	ESI^+
					363.1	320.1		120	22	
	40	吡哌酸	Pipemidic acid	51940-44-4	304.3	217.0*	4.39	70	30	ESI^+
					304.3	189		70	41	
	41	西诺沙星	Cinoxacin	28657-80-9	263.1	217.1*	7.49	45	30	ESI^+
					263.1	245		45	24	
苯并咪唑类	42	奥芬达唑	Oxfendazole	53716-50-0	316.2	159.0*	9.61	70	43	ESI^+
					316.2	191.1		70	27	
苯并咪唑类	43	苯硫氨酯	Febantel	58306-30-2	447	126.0*	9.85	83	52	ESI+
					447	411		83	28	
	44	芬苯达唑	Fenbendazole	43210-67-9	300.2	268.2*	12.07	180	29	ESI+
					300.2	159.2		180	47	
	45	芬苯达唑砜	Fenbendazole sulfone	54029-20-8	332.2	300.2*	9.72	100	33	ESI+
					332.2	159.2		100	55	
	46	阿苯达唑	Albendazole	54965-21-8	266.3	234.0*	11.63	90	28	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
					266.3	190.9		90	44	
	47	阿苯达唑-2-氨基砜	Albendazole-2-aminosulfone	80983-34-2	240.2	198.1*	4.58	100	26	ESI^+
					240.2	133.1		100	40	
	48	阿苯哒唑亚砜	Albendazole-sulfoxide	54029-12-8	282.1	240.0*	8.18	70	19	ESI^+
					282.1	208		70	34	
	49	阿苯哒唑砜	Albendazole-sulfone	75184-71-3	298.2	224.1*	8.32	160	36	ESI^+
					298.2	159.1		160	50	
	50	甲苯咪唑	Mebendazole	31431-39-7	296.2	264.2*	10.86	170	30	ESI^+
					296.2	105.1		170	46	
	51	噻苯哒唑	Thiabendazole	148-79-8	202.2	175.0*	7.07	60	37	ESI^+
					202.2	130.9		60	48	
	52	5-羟基噻苯咪唑	5-Hydroxythiabendazole	948-71-0	218	147.0*	4.92	130	40	ESI^+
					218	191		130	30	
	53	氟苯哒唑	Flubendazole	31430-15-6	314.1	282.0*	11.12	90	32	ESI^+
					314.1	123		90	48	
	54	2-氨基氟苯咪唑	2-Aminoflubendazole	82050-13-3	256	95.0*	8.75	130	58	ESI^+
					256	123		130	39	
	55	氨基甲苯咪唑	Mebendazole amine	52329-60-9	238.2	105.1*	8.21	160	36	ESI^+
					238.2	133.2		160	50	
	56	丙氧苯咪唑	Oxibendazole	20559-55-1	250.2	218.2*	10.51	210	26	ESI^+
					250.2	176.1		210	39	
	57	5-羟基-甲苯咪唑	5-Hydroxymebendazole	60254-95-7	298.2	266.2*	8.32	90	31	ESI^+
					298.2	159.2		90	52	
	58	噻苯咪唑酯	Cambendazole	26097-80-3	303	217.0*	10.05	130	45	ESI^+
					303	261		130	30	
大环内酯类	59	红霉素	Erythromycin	114-07-8	734.5	576.4*	10.76	30	26	ESI^+
					734.5	158		30	36	
	60	林可霉素	Lincomycin	154-21-2	407.3	126.1*	4.96	30	32	ESI^+
					407.3	359.2		30	27	
	61	克林霉素	Clindamycin	18323-44-9	425.3	126.1*	9.86	50	32	ESI^+
					425.3	377.1		50	27	
	62	罗红霉素	Roxithromycin	80214-83-1	837.6	679.5*	11.39	50	30	ESI^+
					837.6	158.1		50	37	
大环内酯类	63	交沙霉素	Josamycin	16846-24-5	828.6	174.1*	11.21	70	38	ESI^+
					828.6	109		70	70	
	64	泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0	916.6	174.0*	10.62	150	47	ESI^+
					916.6	772.5		150	43	
	65	吉他霉素	Kitasamycin	1392-21-8	772.5	109.0*	10.72	140	84	ESI^+
					772.5	215.1		140	39	
	66	替米考星	Tilmicosin	108050-54-	869.5	696.5*	9.65	100	52	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
				0	869.5	174.2		100	52	
	67	竹桃霉素	Oleandomycin phosphate	7060-74-4	688.4	158.2*	10.1	100	34	ESI^+
					688.4	544.3		100	24	
β-受体激动剂类	68	莱克多巴胺	Ractopamine	97825-25-7	302.3	164*	5.51	45	21	ESI^+
					302.3	107		45	51	
	69	沙丁胺醇	Salbutamol	18559-94-9	240.2	148.1*	3.3	70	24	ESI^+
					240.2	222.1		70	15	
	70	特布他林	Terbutaline	23031-32-5	226.2	152*	3.21	70	21	ESI^+
					226.2	170.1		70	16	
	71	西马特罗	Cimaterol	54239-37-1	220	202*	3.11	65	13	ESI^+
					220	160		65	22	
	72	克伦特罗	Clenbuterol	37148-27-9	277	203*	6.52	65	21	ESI^+
					277	168.1		65	38	
	73	妥布特罗	Tulobuterol	41570-61-0	228	154*	7.4	65	21	ESI^+
					228	118		65	35	
	74	喷布特罗	Penbutolol	36507-48-9	292.2	236.2*	11.31	73	23	ESI^+
					292.2	201		73	28	
	75	氯丙那林	Clorprenaline	3811-25-4	214	154.1*	6.34	73	23	ESI^+
					214	118		73	34	
	76	福莫特罗	Formoterol	73573-87-2	345.2	121*	6.64	170	47	ESI^+
					345.2	149.1		170	47	
	77	非诺特罗	Fenoterol	13392-18-2	304.1	135.1*	3.84	30	23	ESI^+
					304.1	107.2		30	45	
	78	溴布特罗	Brombuterol	41937-02-4	367.1	292.9*	7.42	60	26	ESI^+
					367.1	212.1		60	42	
	79	苯氧丙酚胺	Isoxsuprine hydrochloride	579-56-6	302.2	150.1*	7.63	55	30	ESI^+
					302.2	135.1		55	30	
	80	马布特罗	Mabuterol	56341-08-3	311.1	237.1*	7.66	60	24	ESI^+
					311.1	217.1		60	36	
	81	马喷特罗	Mapenterol hydrochloride	54238-51-6	325.2	237.2*	8.8	60	23	ESI^+
					325.2	217.1		60	35	
	82	塞布特罗	Cimbuterol	54239-39-3	234.1	160.1*	3.73	65	21	ESI^+
					234.1	216.2		65	13	
精神控制类	83	阿扎哌隆	Azaperone	1649-18-9	328.1	165.1*	7.77	80	28	ESI^+
					328.1	121		80	28	
	84	阿扎哌醇	Azaperol	2804-05-9	330.2	121.1*	6.95	80	32	ESI^+
					330.2	149.1		80	37	
	85	甲苯塞嗪	Xylazine	7361-61-7	221.1	90.1*	6.42	90	30	ESI^+
					221.1	164.4		90	36	
	86	丙酰丙嗪	Propionylpromazi	3568-24-9	341.2	58.1*	11.04	90	67	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
			ne		341.2	86.1		90	26	
	87	氯丙嗪	Chlorpromazine	50-53-3	319.3	58.0*	11.27	90	58	ESI^+
					319.3	86.2		90	33	
	88	氟哌啶醇	Haloperidol	52-86-8	376.2	123.0*	10.06	90	58	ESI^+
					376.2	165.1		90	33	
	89	咔唑心安	Carazolol	57775-29-8	299.2	116.1*	7.68	120	26	ESI^+
					299.2	222.2		120	29	
	90	地西泮	Diazepam	439-14-5	285.1	193.0*	11.82	80	40	ESI^+
					285.1	154		80	36	
	91	安眠酮	Methaqualone	72-44-6	251	91.0*	10.91	110	55	ESI^+
					251	132.2		110	36	
	92	乙酰丙嗪	Acepromazine	61-00-7	327.2	58.0*	10.46	80	26	ESI^+
					327.2	85.9		80	80	
解热镇痛类	93	替诺昔康	Tenoxicam	59804-37-4	338.2	121.1*	7.79	80	26	ESI^+
					338.2	78		80	80	
	94	茚酮苯丙酸	Indoprofen	31842-01-0	282.2	236.0*	10.87	85	28	ESI^+
					282.2	218		85	43	
	95	双水杨酸酯	Sasapyrine	552-94-3	259.2	120.0*	11.25	50	22	ESI^+
					259.2	119		50	22	
	96	卡洛芬	Carprofen	53716-49-7	274.2	228.1*	12.32	88	19	ESI^+
					274.2	193.2		88	38	
	97	酮基布洛芬	Ketoprofen	22071-15-4	255.2	209.1*	11.35	66	20	ESI^+
					255.2	76.9		66	60	
	98	托灭酸	N-(3-Chloro-ortho-tolyl) anthranilic acid	13710-19-5	262.2	244.1*	13.15	50	24	ESI^+
					262.2	209		50	26	
	99	美洛昔康	Meloxicam	71125-38-7	352.1	115.0*	10.88	50	24	ESI^+
					352.1	141		50	26	
	100	氟尼辛	Flunixin	42461-84-7	297.1	279.1*	12.08	45	32	ESI^+
					297.1	264		45	45	
	101	甲芬那酸	Mefenamic acid	61-68-7	242.1	224.1*	12.95	40	21	ESI^+
					242.1	209		40	39	
	102	双氯芬酸	Diclofenac	15307-86-5	296.2	215.0*	12.39	32	26	ESI^+
					296.2	250.1		32	19	
解热镇痛类	103	吡罗昔康	Piroxicam	36322-90-4	332.2	95.1*	10.29	50	23	ESI^+
					332.2	164		50	24	
	104	萘丁美酮	Nabumetone	42924-53-8	229.1	171.1*	11.88	40	23	ESI^+
					229.1	128.2		40	53	
	105	舒林酸	Sulindac	38194-50-2	357.2	233.0*	11.22	80	65	ESI^+
					357.2	340		80	28	
	106	托麦汀	Tolmetin	26171-23-3	258.2	119.1*	11.25	60	24	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
					258.2	91		60	51	
	107	吲哚美辛	Indomethacin	53-86-1	358.2	139.0*	12.36	60	27	ESI^+
					358.2	111		60	70	
	108	对乙酰氨基酚	Paracetamol	103-90-2	152.2	110.0*	3.6	115	22	ESI^+
					152.2	65.1		115	40	
	109	萘普生	Naproxen	22204-53-1	230.9	184.7*	11.58	100	13	ESI^+
					230.9	169.8		100	25	
硝基咪唑类	110	甲硝唑	Metronidazole	443-48-1	172.1	82.1*	3.89	106	19	ESI^+
					172.1	128.2		106	31	
	111	地美硝唑	Dimetridazole	551-92-8	142.1	96.1*	4.57	130	20	ESI^+
					142.1	81.1		130	33	
	112	洛硝哒唑	Ronidazole	7681-76-7	201.2	55.1*	3.77	104	15	ESI^+
					201.2	140.2		104	26	
	113	异丙硝唑	Ipronidazole	14885-29-1	170.1	124.1*	7.59	155	24	ESI^+
					170.1	109.2		155	31	
	114	苯硝咪唑	5-Nitrobenzimidazole	94-52-0	164.2	118.1*	6.54	130	27	ESI^+
					164.2	91.1		130	47	
	115	2-甲硝咪唑	2-Methyl-5-nitroimidazole	88054-22-2	128	41.9*	3.22	76	25	ESI^+
					128	81.6		76	22	
禁用药物	116	氨苯砜	Dapsone	80-08-0	249.1	156*	4.79	160	21	ESI^+
					249.1	108		160	30	
抗球虫药	117	克球酚	Clopidol	2971-90-6	192.1	101.1*	4.8	140	37	ESI^+
					192.1	87		140	42	
	118	氨丙啉	Amprolium Hydrochloride	137-88-2	243.2	150.2*	2.66	70	17	ESI^+
					243.2	94.1		70	17	
	119	甲苄喹啉	Nequinate	13997-19-8	366.3	334.3*	12.67	185	29	ESI^+
					366.3	352.3		185	26	
	120	莫能菌素	Monensin	17090-79-8	693.6	461.4*	13.95	95	69	ESI^+
					693.6	479.4		95	70	
	121	常山酮	Halofuginone	55837-20-2	416	100*	9.7	110	26	ESI^+
					416	138		110	27	
	122	癸氧喹酯	Decoquinate	18507-89-6	418.4	204.1*	13.71	205	57	ESI^+
					418.4	372.4		205	35	
抗球虫药	123	乙氧酰胺苯甲酯	Ethopabate	21704	236.1	192.1*	4.34	-120	-33	ESI^-
					236.1	208.1		-120	-24	
	124	二硝托胺	Dinitolmide	148-01-6	224.1	181*	4.14	-95	-17	ESI^-
					224.1	151		-95	-25	
抗病毒药	125	金刚烷胺	Amantadine	768-94-5	152.1	135.1*	6.63	145	24	ESI^+
					152.1	93.1		145	37	
	126	金刚乙胺	Rimantadine	1501-84-4	180.1	121.2*	9.7	155	31	ESI^+

类别	序号	药物名称	英文名称	CAS 号	母离子	子离子	保留时间(min)	DP/V	CE/eV	扫描模式
			hydrochloride		180.1	163.2		155	20	
	127	美金刚	Memantine	19982-08-2	180	107.1*	10.01	155	32	ESI^+
					180	163.1		155	21	
	128	咪喹莫特	Imiquimod	99011-02-6	241.9	185.3*	8.12	170	34	ESI^+
					241.9	168.2		170	47	
	129	奥司他韦	Oseltamivir	196618-13-0	313.2	166*	9.99	140	25	ESI^+
					313.2	225.1		140	14	
酰胺醇类抗生素	130	氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7	321	152*	4.21	-50	-27	ESI^-
					321	257		-50	-17	
	131	氟苯尼考	Thiamphenicol	15318-45-3	356	336*	3.95	-50	-14	ESI^-
					356	185		-50	-26	
	132	甲砜霉素	Florfenicol	73231-34-2	354	185*	3.74	-50	-27	ESI^-
					354	290		-50	-18	
注：带*为定量离子对。										

2、液相条件

为提高目标分析物的分离效果和响应水平，实验比较了0.1％甲酸水-甲醇、0.1％甲酸水-乙腈、0.05％甲酸5 mmol/L乙酸铵溶液-乙腈、0.05％甲酸5 mmol/L乙酸铵溶液-甲醇4种流动相体系。结果显示，含5 mmol/L乙酸铵的流动相体系响应值更佳，流动相中的甲酸可以提供H+，能维持目标离子质子化状态，增强目标物在流动相中的离子化程度，有助于提高检测效率。由于乙腈的洗脱能力更强，大部分目标物的出峰时间比甲醇前，对导致部分异构体目标物分不开，分离度较甲醇差，如磺胺间甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶和磺胺甲氧哒嗪；金刚乙胺、美金刚等。磺胺间甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶和磺胺甲氧哒嗪分别在乙腈-水(含5 mmol/L乙酸铵，0.1%甲酸)和甲醇-水(含5 mmol/L乙酸铵，0.1%甲酸)流动相体系的谱图见图1、图2。

综合分析，其中氟喹诺酮类、β-受体激动剂类、精神控制类、解热镇痛类、硝基咪唑类、氨苯砜、抗球虫药和抗病毒药中大部分正离子扫描项目在0.05％甲酸5 mmol/L乙酸铵溶液-甲醇流动相体系里能达到很好的分离度和响应值，其他正离子项目也能满足筛查方法要求，但不能满足负离子项目的要求，因此负离子项目任选择水-甲醇流动相体系。

因此，实验选择 BEH C_{18} 1.7 μm 3.0×100 mm 作为分析柱。正离子扫描模式选择 0.05％甲酸 5 mmol/L乙酸铵溶液-甲醇进行梯度洗脱，负离子扫描模式选择水和甲醇进行梯度洗脱。仪器流动相梯度洗脱程序见表 2。

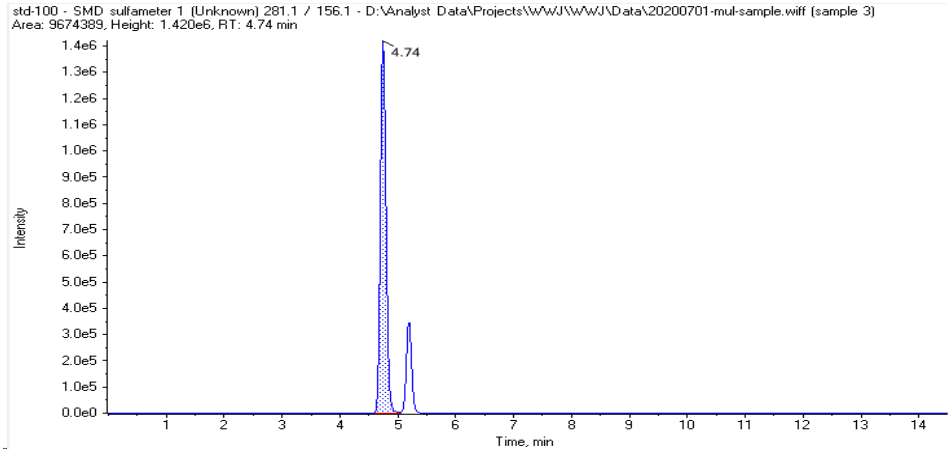

图 1 0.05%甲酸 5 mmol/L 乙酸铵溶液-乙腈

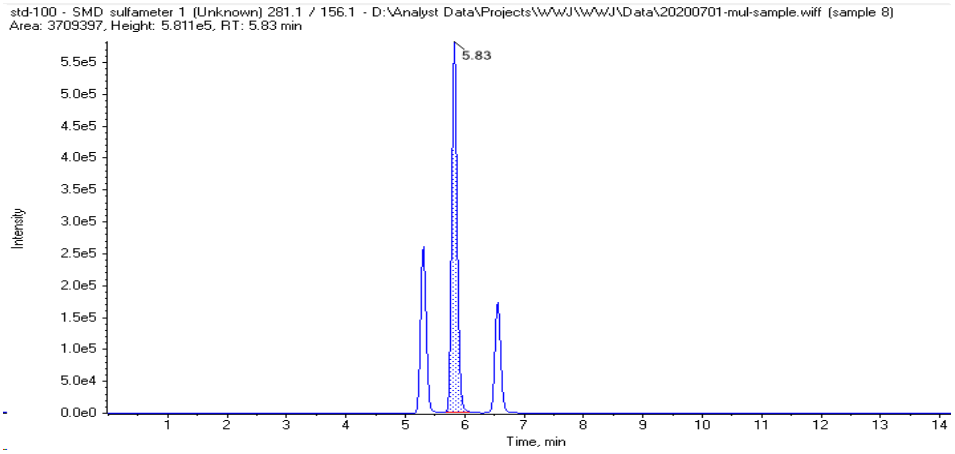

图2 0.05%甲酸5 mmol/L乙酸铵溶液-甲醇

表 2　流动相梯度洗脱程序

正离子模式				负离子模式			
时间 /min	A (%)	B (%)	流速 mL/min	时间 /min	A (%)	B (%)	流速 mL/min
0.00	97	3	0.3	0.00	95	5	0.3
0.50	80	20	0.3	0.50	95	5	0.3
7.00	50	50	0.3	2.50	5	95	0.3
11.00	5	95	0.3	4.50	5	95	0.3
12.50	5	95	0.3	4.60	95	5	0.3
12.60	97	3	0.3	6.00	95	5	0.3
14.50	97	3	0.3	-	-	-	-

（四）特异性

经大批量样品空白检测，结果显示，样品基质或结构类似物无明显响应信号。

（五）实验室内方法验证

选择猪肉、鸡肉、牛奶、鸡蛋四类样品，分别制备阴性样品（不含有待测目标化合物）10 份、阳性添加样品 20 份（按方法筛查限添加），按照方法要求进行分析，按照 SN/T 0001 进行定性判定，计算方法如

公式（1）和公式（2）：

假阳性率=（获得筛查阳性结果的阴性样品数/阴性样品总数）*100%　　……（1）

假阴性率=（获得筛查阴性结果的阳性样品数/阳性样品总数）*100%　　……（2）

方法筛查限、假阴性率、假阳性率如表 3 所示，假阳性率、假阴性率均符合残留检测的定性方法要求。

表 3　实验室内方法验证的 132 种兽药残留的方法筛查限、假阴性率、假阳性率

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
磺胺类及抗菌增效剂	1	磺胺嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	2	磺胺噻唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	3	磺胺吡啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	4	磺胺甲基嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	5	磺胺二甲基嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	6	磺胺间甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	7	磺胺甲噻二唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	8	磺胺对甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	9	磺胺氯哒嗪	猪肉	10	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	10	磺胺甲氧哒嗪	猪肉	10	0	0
磺胺类及抗菌增效剂			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	11	磺胺邻二甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	12	磺胺间二甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	13	磺胺甲噁唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	14	磺胺二甲异噁唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	15	苯甲酰磺胺	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	16	磺胺喹恶啉	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	17	磺胺醋酰	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	18	甲氧苄氨嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	19	磺胺苯吡唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	20	磺胺二甲异嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
磺胺类及抗菌增效剂			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	21	磺胺噁唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	22	磺胺氯吡嗪	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
氟喹诺酮类	23	恩诺沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	24	诺氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	25	培氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	26	环丙沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	27	氧氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	28	沙拉沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	29	依诺沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	30	洛美沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
氟喹诺酮类	31	萘啶酸	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	32	恶喹酸	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	33	氟甲喹	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	34	达氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	35	双氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	36	奥比沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	37	司帕沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	38	氟罗沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	39	马波沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	40	吡哌酸	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
氟喹诺酮类			鸡蛋		0	0
	41	西诺沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
苯并咪唑类	42	奥芬达唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	43	苯硫氨酯	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	44	芬苯达唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	45	芬苯达唑砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	46	阿苯达唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	47	阿苯达唑-2-氨基砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	48	阿苯哒唑亚砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	49	阿苯哒唑砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	50	甲苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
苯并咪唑类			鸡蛋		0	0
	51	噻苯哒唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	52	5-羟基噻苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	53	氟苯哒唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	54	2-氨基氟苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	55	氨基甲苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	56	丙氧苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	57	5-羟基-甲苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	58	噻苯咪唑酯	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
大环内酯类	59	红霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	60	林可霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
大环内酯类			鸡蛋		0	0
	61	克林霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	62	罗红霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	63	交沙霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	64	泰乐菌素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	65	吉他霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	66	替米考星	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	67	竹桃霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
β-受体激动剂类	68	莱克多巴胺	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	69	沙丁胺醇	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	70	特布他林	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	71	西马特罗	猪肉	0.5（畜产品	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			牛奶	及奶产品）	0	0
	72	克伦特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	73	妥布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
β-受体激动剂类			牛奶		0	0
	74	喷布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	75	氯丙那林	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	76	福莫特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	77	非诺特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	78	溴布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	79	苯氧丙酚胺	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	80	马布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	81	马喷特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	82	塞布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
精神控制类	83	阿扎哌隆	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	84	阿扎哌醇	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	85	甲苯塞嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	86	丙酰丙嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	87	氯丙嗪	猪肉	2	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	88	氟哌啶醇	猪肉	2	0	0
精神控制类			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	89	咔唑心安	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	90	地西泮	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	91	安眠酮	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	92	乙酰丙嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
解热镇痛类	93	替诺昔康	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	94	茚酮苯丙酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	95	双水杨酸酯	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	96	卡洛芬	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	97	酮基布洛芬	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	98	托灭酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
解热镇痛类			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	99	美洛昔康	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	100	氟尼辛	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	101	甲芬那酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	102	双氯芬酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	103	吡罗昔康	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	104	萘丁美酮	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	105	舒林酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	106	托麦汀	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	107	吲哚美辛	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	108	对乙酰氨基酚	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
解热镇痛类			鸡蛋		0	0
	109	萘普生	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
硝基咪唑类	110	甲硝唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	111	地美硝唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	112	洛硝哒唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	113	异丙硝唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	114	苯硝咪唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	115	2-甲硝咪唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
禁用药物	116	氨苯砜	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
抗球虫药	117	克球酚	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
	118	氨丙啉	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
抗球虫药	119	甲苄喹啉	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	120	莫能菌素	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	121	常山酮	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	122	癸氧喹酯	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	123	乙氧酰胺苯甲酯	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	124	二硝托胺	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
抗病毒药	125	金刚烷胺	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	126	金刚乙胺	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	127	美金刚	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	128	咪喹莫特	猪肉	2	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限（μg/kg）	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	129	奥司他韦	猪肉	2	0	0
抗病毒药			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
酰胺醇类抗生素	130	氯霉素	猪肉	0.1	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	131	氟苯尼考	猪肉	1	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	132	甲砜霉素	猪肉	1	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0

（六）实验室间方法验证

共邀请深圳海关食品检验检疫技术中心、华测检测认证集团股份有限公司、深圳市计量质量检测研究院三家单位进行方法验证。按照本标准的前处理方法，验证液相色谱-质谱法的方法筛查限、假阳性率、假阴性率。选择猪肉、鸡肉、牛奶、鸡蛋样品，共制备阴性样品（不含有待测目标化合物）10 份、阳性添加样品 20 份（按方法筛查限添加），平均分配给 3 家单位，按照方法要求进行分析，按照 SN/T0001 进行定性判定，结果如表 4 所示。假阴性率、假阳性率均符合残留检测的定性方法要求。

表 4　实验室间方法验证的 132 种兽药残留的方法筛查限、假阴性率、假阳性率

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
磺胺类及抗菌增效剂	1	磺胺嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	2	磺胺噻唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	3	磺胺吡啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	4	磺胺甲基嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
磺胺类及抗菌增效剂			鸡蛋		0	0
	5	磺胺二甲基嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	6	磺胺间甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	7	磺胺甲噻二唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	8	磺胺对甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	9	磺胺氯哒嗪	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	10	磺胺甲氧哒嗪	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	11	磺胺邻二甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	12	磺胺间二甲氧嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	13	磺胺甲噁唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
	14	磺胺二甲异噁唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
磺胺类及抗菌增效剂	15	苯甲酰磺胺	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	16	磺胺喹恶啉	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	17	磺胺醋酰	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	18	甲氧苄氨嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	19	磺胺苯吡唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	20	磺胺二甲异嘧啶	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	21	磺胺噁唑	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	22	磺胺氯吡嗪	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
氟喹诺酮类	23	恩诺沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	24	诺氟沙星	猪肉	5	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	25	培氟沙星	猪肉	5	0	0
氟喹诺酮类			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	26	环丙沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	27	氧氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	28	沙拉沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	29	依诺沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	30	洛美沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	31	萘啶酸	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	32	恶喹酸	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	33	氟甲喹	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	34	达氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	35	双氟沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
氟喹诺酮类			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	36	奥比沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	37	司帕沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	38	氟罗沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	39	马波沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	40	吡哌酸	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	41	西诺沙星	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
苯并咪唑类	42	奥芬达唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	43	苯硫氨酯	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	44	芬苯达唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	45	芬苯达唑砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
苯并咪唑类			鸡蛋		0	0
	46	阿苯达唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	47	阿苯达唑-2-氨基砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	48	阿苯哒唑亚砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	49	阿苯哒唑砜	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	50	甲苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	51	噻苯哒唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	52	5-羟基噻苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	53	氟苯哒唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	54	2-氨基氟苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
	55	氨基甲苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
苯并咪唑类	56	丙氧苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	57	5-羟基-甲苯咪唑	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	58	噻苯咪唑酯	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
大环内酯类	59	红霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	60	林可霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	61	克林霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	62	罗红霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	63	交沙霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	64	泰乐菌素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	65	吉他霉素	猪肉	10	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	66	替米考星	猪肉	10	0	0
大环内酯类			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	67	竹桃霉素	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
β-受体激动剂类	68	莱克多巴胺	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	69	沙丁胺醇	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	70	特布他林	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	71	西马特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	72	克伦特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	73	妥布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	74	喷布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	75	氯丙那林	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	76	福莫特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	77	非诺特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	78	溴布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	79	苯氧丙酚胺	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	80	马布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	81	马喷特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0
	82	塞布特罗	猪肉	0.5（畜产品及奶产品）	0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
精神控制类	83	阿扎哌隆	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
精神控制类			鸡蛋		0	0
	84	阿扎哌醇	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	85	甲苯塞嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	86	丙酰丙嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	87	氯丙嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	88	氟哌啶醇	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	89	咔唑心安	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	90	地西泮	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	91	安眠酮	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	92	乙酰丙嗪	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
解热镇痛类	93	替诺昔康	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
解热镇痛类	94	茚酮苯丙酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	95	双水杨酸酯	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	96	卡洛芬	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	97	酮基布洛芬	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	98	托灭酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	99	美洛昔康	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	100	氟尼辛	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	101	甲芬那酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	102	双氯芬酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	103	吡罗昔康	猪肉	10	0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	104	萘丁美酮	猪肉	10	0	0
解热镇痛类			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	105	舒林酸	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	106	托麦汀	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	107	吲哚美辛	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	108	对乙酰氨基酚	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	109	萘普生	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
硝基咪唑类	110	甲硝唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	111	地美硝唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	112	洛硝哒唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	113	异丙硝唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	114	苯硝咪唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
硝基咪唑类			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	115	2-甲硝咪唑	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
禁用药物	116	氨苯砜	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
抗球虫药	117	克球酚	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	118	氨丙啉	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	119	甲苄喹啉	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	120	莫能菌素	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	121	常山酮	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	122	癸氧喹酯	猪肉	5	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	123	乙氧酰胺苯甲酯	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0

类别	序号	药物名称	种类	方法筛查限 μg/kg	假阳性率（%）	假阴性率（%）
			鸡蛋		0	0
	124	二硝托胺	猪肉	10	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
抗球虫药			鸡蛋		0	0
抗病毒药	125	金刚烷胺	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	126	金刚乙胺	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	127	美金刚	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	128	咪喹莫特	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	129	奥司他韦	猪肉	2	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
酰胺醇类抗生素	130	氯霉素	猪肉	0.1	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	131	氟苯尼考	猪肉	1	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0
	132	甲砜霉素	猪肉	1	0	0
			鸡肉		0	0
			牛奶		0	0
			鸡蛋		0	0

五、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

六、贯彻标准的要求和措施建议

为保障供深食品标准的科学性与先进性，本标准借鉴国际食品法典委员会（CAC）、欧盟食品安全局（EFSA）以及众多国际、国家先进组织的做法，以电子版形式为主，未来形成数据库。

本标准于 2020 年 7 月 31 日起进行社会公开征求意见，为期 30 天。

七、其它应予说明的事项

本标准旨在提升供深食品安全水平，是深圳市在食品领域打造“深圳标准”的尝试。在此基础上将不断完善，在过程管理、检测方法、抽检细则和贮存运输等方面制定配套标准。