

《水产品中兽药多残留的高通量筛查检测 液相色谱-质谱/质谱法》

团体标准编制说明

一、标准制定的必要性和意义

深圳市的食用农产品消费市场基数大，与国内其他主要城市相比，具有对外依赖程度高、货源地复杂、来源渠道广的特点，其中外地供深的农产品约占 95%，使得深圳市食用农产品质量安全的输入性风险相对较高，菜篮子的安全关乎我市人民群众的身体健康与社会稳定。因此，市政府十分重视水产品的安全，每年投入数亿元用于开展全市食用农产品的监督抽检，风险监测以及现场快速筛查检测等工作，保障我市水产品安全取得显著成效。

然而，现有的多残留检测技术存在相对滞后的问题，不利于提升监管效率，降低监管成本。以兽药残留检测液质质方法为例，多采用大体积液相萃取或者固相萃取等前处理方式，检测过程十分繁琐，耗时较长，实验试剂和材料成本较高。此外，由于检测通量较低，一个样品的多残留检测，通常需要根据不同的标准方法同时进行检测，效率较低。现场快检方法虽然具有检测效率高，成本低的特点，但由于这类方法的灵敏度有一定的局限性，每次检测的兽药种类较少，无法满足多残留筛查的需求。本项目通过简便、快捷的样品前处理，采用目前检测领域先进的仪器设备，能够同时筛查水产品中 12 大类共计 116 种兽药残留。本高通量快速筛查方法有利于提高检测效率，有效降低监管成本。

二、任务来源、起草单位、起草人

（一）任务来源

2018 年 5 月 21 日，深圳市政府制定并印发了《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）（以下简称《战略方案》），其中实施供深食品标准体系建设工程是《战略方案》的第一大工程。

建立供深食品标准是市政府的重大决策，深圳市政府领导亲自指导督办，市市场监管局领导多次召开会议讨论部署工作。供深食品标准体系建设工程，摸索出以产品为导向，建立供深食品标准体系打造食品的“深圳标准”。根据《战略方案》要求，经市市场监管局多次讨论部署，筹建了社会团体深圳市深圳标准促进会（以下简称“促进会”）作为发布供深食品标准的社会组织。

供深食品认证工作以及全市的农产品检测工作需要高通量检测标准的支撑，各检测单位通过研制团体标准，在确保检测方法标准的准确性和科学性前提下，做到成熟一个标准，审定发布一个标准。经产品预研、指标对比、标准草拟、标准编制组内部讨论、指标验证及标准促进会内部成员单位征求意见后修改完善，现形成征求意见稿。

（二）起草单位和起草人

本标准起草的单位：

主要起草人为：

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。

《水产品中兽药多残留的高通量筛查检测 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、与我国有关法律法规和标准的关系

（一）与我国法律法规的关系

本标准符合国家现行法律、法规、规章和强制性国家标准的要求，有助于国内相关法律、法规、规章的实施。

（二）与食品安全国家标准的关系

食品安全技术指标满足食品安全国家标准GB 31650-2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》。

五、主要技术指标依据

（一）样品基质的选择

根据《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.1，本方法选择鱼、虾、贝三种基质作为水产品研究对象。

（二）样品制备的要求

鱼肉、虾肉、贝肉的取样量按照 GB/T 30891—2014《水产品抽样规范》规定执行；鱼类去头、骨、内脏，取肌肉、鱼皮等可食部分绞碎混合均匀后备用，试样量为 400 g；虾类去虾头、虾皮、肠腺，得到整条虾肉绞碎混合均匀后备用，试样量为 400 g；贝类将样品清洗后开壳剥离，收集全部的软组织和体液匀浆，试样量为 700 g。将试样按照检验与留样均分为两份，装入洁净容器，密封，并做标记，分别存放，于-18℃冷冻保存。

（三）试样前处理条件的选择和优化

1、前处理方法的优化

多兽药残留分析常用的提取剂为乙腈。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。EDTA 可与有机化合物中金属离子作用，形成螯合物，提高药物的回收率。加入适当的酸可以增加提取效率，但考虑到负离子模式峰形受甲酸含量影响较大，甲酸含量不宜过高。本实验首先比较了乙腈、含 1%甲酸的乙腈溶液、含 0.1 mol/LNaEDTA-McIlvaine 缓冲液的乙腈溶液的提取效果。结果显示，1%酸化乙腈提取效果最佳，用单一有机试剂乙腈提取时，除大部分磺胺类兽药外，目标物平均回收率均偏低。而含 0.1 mol/LNaEDTA-McIlvaine 缓冲液的乙腈溶液由于溶液中含有一定量的水分，而水产品类基质油脂含量较高，容易乳化，不利于目标化合物的提取。因此，初步选择 1%酸化乙腈作为提取溶剂。

为了提高兽药的回收率，进一步优化方案，明确酸化乙腈中甲酸含量，实验比较了甲酸含量为 0%、1%、2%、4%时兽药的平均回收率。结果显示，酸化乙腈中甲酸含量为 1%时，相较于单一有机试剂乙腈提取时的兽药回收率明显增加，特别是氟喹诺酮类及精神控制类药物，如图 1、图 2 所示；甲酸含量为 2%、4%时，回收率虽有提高，但不明显。综上所述，选择 1%酸化乙腈作为提取剂。

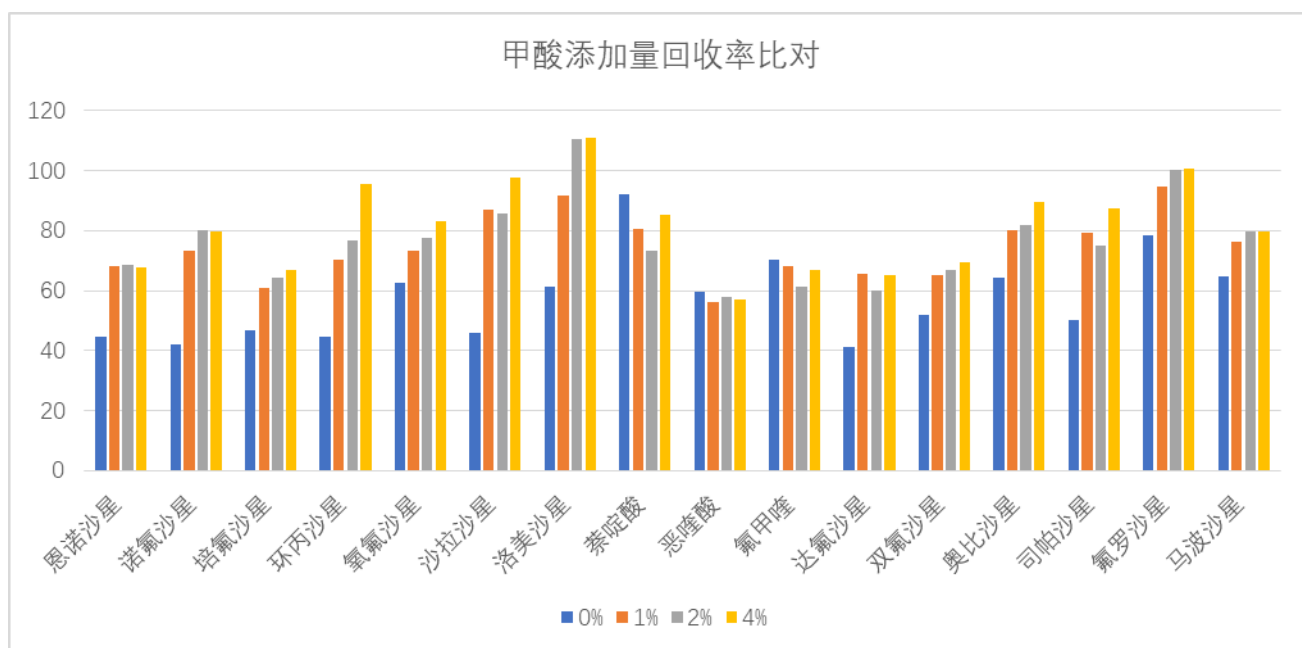


图 1 酸化乙腈中甲酸添加量的回收率变化趋势图-氟喹诺酮类药物

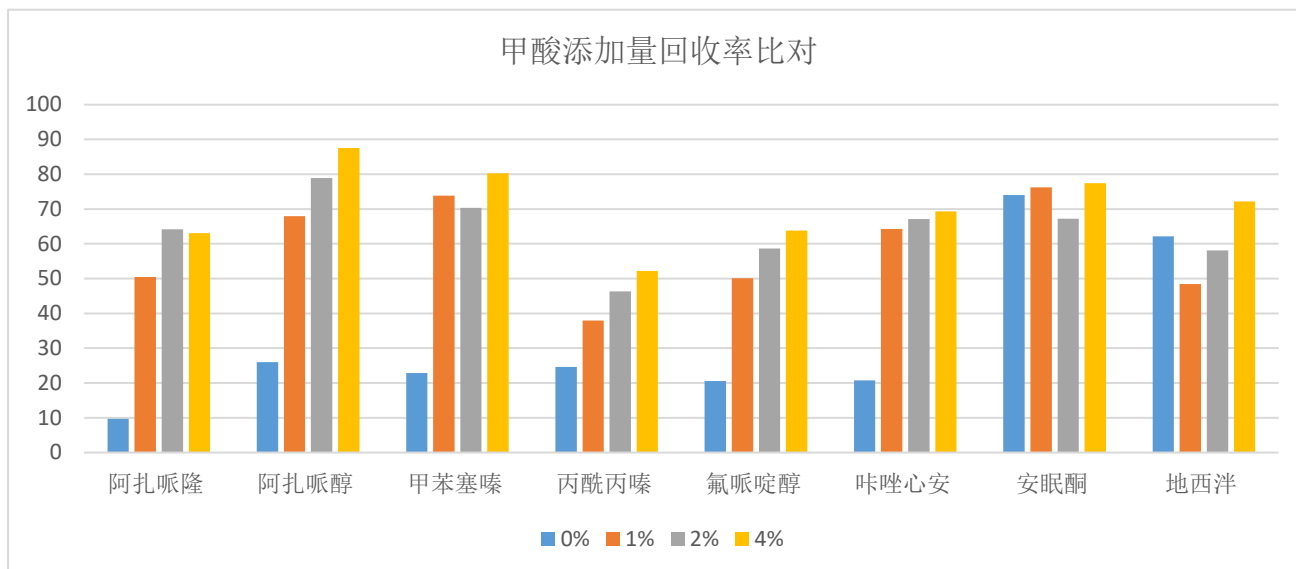


图 2 酸化乙腈中甲酸添加量的回收率变化趋势图-精神控制类药物

2、净化方式的优化

目前净化方式主要采用 QuEChERS 盐包，盐包中常见的分散固相吸附剂有 PSA、C₁₈、无水硫酸镁等。PSA 的化学结构中含有强极性的氨基基团，较容易与基质中的脂肪酸、糖类、醇等分子中的羟基形成共价键而将其除去，对含有羟基基团兽药分子也有一定的吸附；C₁₈ 对于小极性和非极性干扰物具有很好的吸附作用；无水硫酸镁有较强的吸水性，可用于去除提取液中的水分。本方法比较了使用 QuEChERS 盐包与不使用 QuEChERS 盐包时的提取效果，其中部分兽药及相关化学品在使用 QuEChERS 盐包（600 mg 无水硫酸镁+100 mgPSA+40 mgC₁₈）后，相较于不使用 QuEChERS 盐包时的回收率无明显提高，如图 3 所示。因此，出于降低实验成本、简化实验步骤的原则，无需采用 QuEChERS 盐包用以净化。

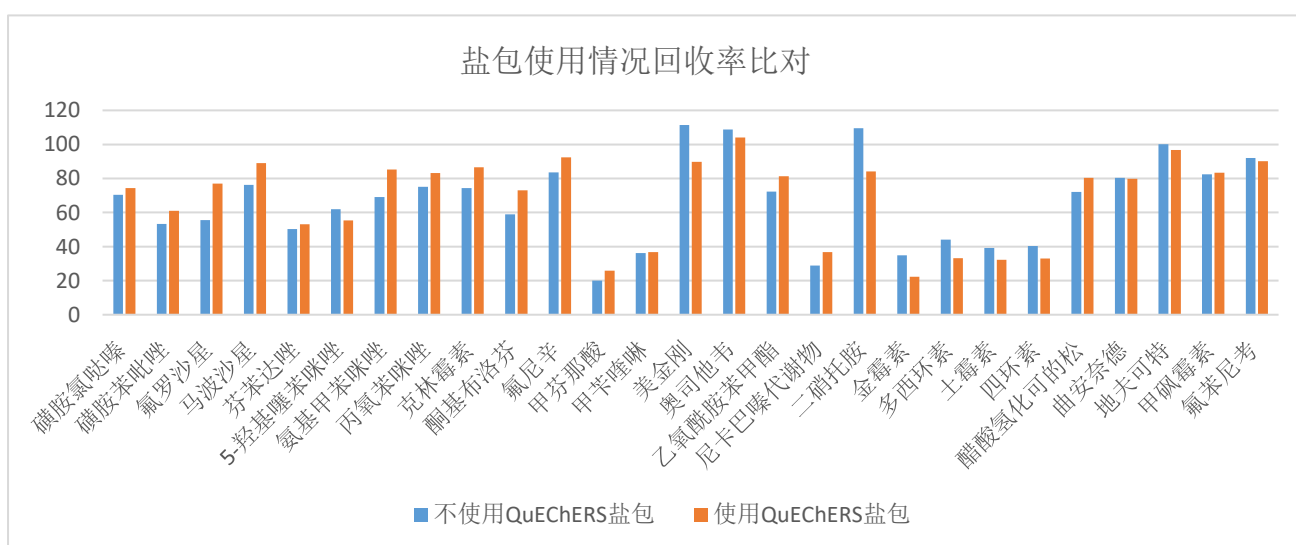


图 3 使用 QuEChERS 盐包情况的回收率变化趋势图

（四）仪器条件的选择

通过优化液相色谱分离条件，116 种兽药及相关化学品在正离子模式下 13.5 min 内流出，在负离子模式下 7 min 内流出，以 C₁₈ 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。运用仪器自带功能优化其离子对与最佳碰撞能量。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 116 种兽药及代谢物的母离子峰；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 1 116 种兽药及其代谢物的保留时间、离子对、碰撞电压及去簇电压

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
1	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	251.1	156.0*	3.64	40	22	ESI ⁺
				251.1	92.0		40	38	
2	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0	256.0	156.0*	3.89	40	22	ESI ⁺
				256.0	108.0		40	32	
3	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	250.1	156.1*	4.14	40	23	ESI ⁺
				250.1	108.0		40	32	
4	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	265.2	156.1*	4.35	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*	3.68	60	23	ESI ⁺
				279.1	156.0		60	27	
6	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	281.1	156.0*	5.63	75	25	ESI ⁺
				281.1	126.1		75	30	
7	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1	271.0	156.1*	4.84	65	21	ESI ⁺
				271.0	108.0		65	36	
8	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	281.1	156.1*	4.76	70	25	ESI ⁺
				281.1	108.1		70	35	
9	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	285.1	156.0*	5.42	65	22	ESI ⁺
				285.1	108.1		65	37	
10	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxyridazine	80-35-3	281.0	156.0*	5.13	75	25	ESI ⁺
				281.0	126.1		75	27	
11	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6	311.1	156.1*	5.86	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*	6.91	70	28	ESI ⁺
				311.1	218.0		70	28	

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
13	磺胺甲基异噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	254.1	156.0*	5.55	65	22	ESI ⁺
				254.1	108.0		65	36	
14	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	127-69-5	268.1	156.1*	5.84	82	22	ESI ⁺
				268.1	113.2		82	25	
15	苯甲酰磺胺	Sulfabenzamide	127-71-9	277.1	156.0*	6.23	60	19	ESI ⁺
				277.1	108.0		60	32	
16	磺胺喹恶啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	301.1	156.0*	7.20	80	24	ESI ⁺
				301.1	108.0		80	36	
17	甲氧苄氨嘧啶	Trimethoprim	738-70-5	291.1	230.1*	4.81	95	33	ESI ⁺
				291.1	123.1		95	34	
18	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	315.0	156.0*	6.53	90	27	ESI ⁺
				315.0	108.0		90	40	
19	磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	515-64-0	278.6	156.0*	5.01	110	27	ESI ⁺
				278.6	186.2		110	23	
20	磺胺噁唑	Sulfamoxole	729-99-7	268.0	156.0*	4.76	50	22	ESI ⁺
				268.0	108.0		50	46	
21	磺胺氯吡嗪	Sulfaclozina	102-65-8	285.0	156.0*	6.69	50	22	ESI ⁺
				285.0	108.0		50	46	
22	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	360.0	316.1*	5.32	80	25	ESI ⁺
				360.0	245.1		80	35	
23	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	320.1	276.1*	5.09	80	26	ESI ⁺
				320.1	233.1		80	35	
24	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	334.1	316.1*	4.93	80	27	ESI ⁺
				334.1	290.2		80	25	
25	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	332.1	288.1*	5.26	80	25	ESI ⁺
				332.1	245.1		80	33	
26	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	362.2	318.1*	4.93	80	26	ESI ⁺
				362.2	261.1		80	38	
27	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	386.0	342.3*	5.84	80	25	ESI ⁺
				386.0	299.0		80	38	
28	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	352.0	265.0*	5.51	80	33	ESI ⁺
				352.0	308.1		80	28	
29	萘啶酸	Nalidixic acid	389-08-2	233.0	215.0*	8.40	68	18	ESI ⁺
				233.0	187.0		68	34	
30	恶喹酸	Oxolinic acid	14698-29-4	262.0	244.1*	7.16	70	26	ESI ⁺
				262.0	216.1		70	40	
31	氟甲喹	Flumequin	42835-25-6	262.1	244.1*	8.69	77	23	ESI ⁺
				262.1	202.1		77	42	

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
32	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	358.1	340.1*	5.34	65	30	ESI ⁺
				358.1	255.1		65	55	
33	双氟沙星	Difloxacin	98106-17-3	400.1	356.1*	5.63	80	28	ESI ⁺
				400.1	299.1		80	41	
34	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3	396.0	352.0*	5.59	80	24	ESI ⁺
				396.0	378.2		80	32	
35	司帕沙星	Sparfloxacin	110871-86-8	393.0	349.2*	6.38	80	30	ESI ⁺
				393.0	292.0		80	38	
36	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	370.0	326.1*	4.72	80	27	ESI ⁺
				370.0	269.2		80	35	
37	马波沙星	Marbofloxacin	115550-35-1	363.1	72.1*	4.60	120	24	ESI ⁺
				363.1	320.1		120	22	
38	奥芬达唑	Oxfendazole	53716-50-0	316.2	159.0*	7.85	70	43	ESI ⁺
				316.2	191.1		70	27	
39	芬苯达唑	Fenbendazole	43210-67-9	300.2	268.2*	10.64	180	29	ESI ⁺
				300.2	159.2		180	47	
40	芬苯达唑砒	Fenbendazole sulfone	54029-20-8	332.2	300.2*	8.11	100	33	ESI ⁺
				332.2	159.2		100	55	
41	阿苯达唑	Albendazole	54965-21-8	266.3	234.0*	9.63	90	28	ESI ⁺
				266.3	190.9		90	44	
42	阿苯达唑-2-氨基砒	Albendazole-2-aminosulfone	80983-34-2	240.2	198.1*	4.47	100	26	ESI ⁺
				240.2	133.1		100	40	
43	阿苯达唑亚砒	Albendazole-sulfoxide	54029-12-8	282.1	240.0*	6.71	70	19	ESI ⁺
				282.1	208.0		70	34	
44	阿苯达唑砒	Albendazole-sulfone	75184-71-3	298.2	224.1*	7.06	160	36	ESI ⁺
				298.2	159.1		160	50	
45	甲苯咪唑	Mebendazole	31431-39-7	296.2	264.2*	9.11	170	30	ESI ⁺
				296.2	105.1		170	46	
46	噻苯达唑	Thiabendazole	148-79-8	202.2	175.0*	5.13	60	37	ESI ⁺
				202.2	130.9		60	48	
47	5-羟基噻苯咪唑	5-Hydroxythiaben	948-71-0	218.0	147.0*	4.47	130	40	ESI ⁺
				218.0	191.0		130	30	
48	氟苯达唑	Flubendazole	31430-15-6	314.1	282.0*	9.48	90	32	ESI ⁺
				314.1	123.0		90	48	
49	2-氨基氟苯咪唑	2-Amino flubendaz	82050-13-3	256.0	95.0*	7.53	130	58	ESI ⁺
				256.0	123.0		130	39	
50	氨基甲苯咪唑	Mebendazole amine	52329-60-9	238.2	105.1*	7.16	160	36	ESI ⁺
				238.2	133.2		160	50	

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
51	丙氧苯咪唑	Oxibendazole	20559-55-1	250.2	218.2*	8.07	210	26	ESI ⁺
				250.2	176.1		210	39	
52	5-羟基-甲 苯咪唑	5- Hydroxymebeda	60254-95-7	298.2	266.2*	7.04	90	31	ESI ⁺
				298.2	159.2		90	52	
53	噻苯咪唑酯	Cambendazole	26097-80-3	303.0	217.0*	7.87	130	45	ESI ⁺
				303.0	261.0		130	30	
54	红霉素	Erythromycin	114-07-8	734.5	576.4*	9.67	30	26	ESI ⁺
				734.5	158.0		30	36	
55	林可霉素	Lincomycin	154-21-2	407.3	126.1*	4.89	30	32	ESI ⁺
				407.3	359.2		30	27	
56	克林霉素	Clindamycin	18323-44-9	425.3	126.1*	8.40	50	32	ESI ⁺
				425.3	377.1		50	27	
57	罗红霉素	Roxithromycin	80214-83-1	837.6	679.5*	10.72	50	30	ESI ⁺
				837.6	158.1		50	37	
58	交沙霉素	Josamycin	16846-24-5	828.6	174.1*	10.36	70	38	ESI ⁺
				828.6	109.0		70	70	
59	泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0	916.6	174.0*	9.48	150	47	ESI ⁺
				916.6	772.5		150	43	
60	吉他霉素	Kitasamycin	1392-21-8	772.5	109.0*	9.56	140	84	ESI ⁺
				772.5	215.1		140	39	
61	替米考星	Tilmicosin	108050-54- 0	869.5	696.5*	8.30	100	52	ESI ⁺
				869.5	174.2		100	52	
62	竹桃霉素	Oleandomycin phosphate	7060-74-4	688.4	158.2*	8.78	100	34	ESI ⁺
				688.4	544.3		100	24	
63	阿扎哌隆	Azaperone	1649-18-9	328.1	165.1*	5.93	80	28	ESI ⁺
				328.1	121.0		80	28	
64	阿扎哌醇	Azaperol	2804-05-9	330.2	121.1*	5.26	80	32	ESI ⁺
				330.2	149.1		80	37	
65	甲苯塞嗪	Xylazine Hydrochloride	23076-35-9	221.1	90.1*	6.00	90	30	ESI ⁺
				221.1	164.4		90	36	
66	丙酰丙嗪	Propionylproma zine	3568-24-9	341.2	58.1*	10.07	90	67	ESI ⁺
				341.2	86.1		90	26	
67	氟哌啶醇	Haloperidol	52-86-8	376.2	123.0*	8.70	90	58	ESI ⁺
				376.2	165.1		90	33	
68	卡唑心安	Carazolol	57775-29-8	299.2	116.1*	6.87	120	26	ESI ⁺
				299.2	222.2		120	29	
69	安眠酮	Methaqualone	72-44-6	251.0	91.0*	9.41	110	55	ESI ⁺
				251.0	132.2		110	36	

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
70	地西洋	Diazepam	439-14-5	285.1	193.0*	10.64	80	40	ESI ⁺
				285.1	154.0		80	36	
71	替诺昔康	Tenoxicam	59804-37-4	338.2	121.1*	6.87	80	26	ESI ⁺
				338.2	78.0		80	80	
72	茚酮苯丙酸	Indoprofen	31842-01-0	282.2	236.0*	9.48	85	28	ESI ⁺
				282.2	218.0		85	43	
73	双水杨酸酯	Sasapyrine	552-94-3	259.2	120.0*	10.10	50	22	ESI ⁺
				259.2	119.0		50	22	
74	卡洛芬	Carprofen	53716-49-7	274.2	228.1*	11.22	88	19	ESI ⁺
				274.2	193.2		88	38	
75	酮基布洛芬	Ketoprofen	22071-15-4	255.2	209.1*	10.14	66	20	ESI ⁺
				255.2	76.9		66	60	
76	美洛昔康	Meloxicam	71125-38-7	352.1	115.0*	9.94	50	24	ESI ⁺
				352.1	141.0		50	26	
77	氟尼辛	Flunixin	42461-84-7	297.1	279.1*	11.10	45	32	ESI ⁺
				297.1	264.0		45	45	
78	甲芬那酸	Mefenamic acid	61-68-7	242.1	224.1*	11.59	40	21	ESI ⁺
				242.1	209.0		40	39	
79	双氯芬酸	Diclofenac	15307-86-5	296.2	215.0*	11.26	32	26	ESI ⁺
				296.2	250.1		32	19	
80	吡罗昔康	Piroxicam	36322-90-4	332.2	95.1*	8.78	50	23	ESI ⁺
				332.2	164.0		50	24	
81	萘丁美酮	Nabumetone	42924-53-8	229.1	171.1*	10.76	40	23	ESI ⁺
				229.1	128.2		40	53	
82	舒林酸	Sulindac	38194-50-2	357.2	233.0*	10.02	80	65	ESI ⁺
				357.2	340.0		80	28	
83	托麦汀	Tolmetin	26171-23-3	258.2	119.1*	10.10	60	24	ESI ⁺
				258.2	91.0		60	51	
84	吲哚美辛	Indomethacin	53-86-1	358.2	139.0*	11.26	60	27	ESI ⁺
				358.2	111.0		60	70	
85	对乙酰氨基酚	Paracetamol	103-90-2	152.2	110.0*	3.52	115	22	ESI ⁺
				152.2	65.1		115	40	
86	萘普生	Naproxen	22204-53-1	230.9	184.7*	10.39	100	13	ESI ⁺
				230.9	169.8		100	25	
87	氟米龙	Fluoromethalone	426-13-1	377.2	279.3*	10.10	80	22	ESI ⁺
				377.2	321.3		80	18	
88	醋酸可的松	Cortisone 21-acetate	50-04-4	403.2	163.2*	9.89	80	34	ESI ⁺
				403.2	343.2		80	25	

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
89	醋酸氢化可的松	Hydrocortisone 21-acetate	50-03-3	405.3	309.2*	9.94	80	25	ESI ⁺
				405.3	327.2		80	24	
90	氟米松	Flumethasone	2135-17-3	411.3	253.2*	9.56	80	22	ESI ⁺
				411.3	121.0		80	50	
91	醋酸氟米龙	Fluorometholone 17-acetate	3801-06-7	419.3	279.2*	10.60	80	20	ESI ⁺
				419.3	321.2		80	19	
92	曲安奈德	Triamcinolone acetone	76-25-5	435.2	415.2*	9.89	80	15	ESI ⁺
				435.2	397.2		80	15	
93	地夫可特	Deflazacort	14484-47-0	442.3	124.1*	10.43	80	65	ESI ⁺
				442.3	142.1		80	45	
94	氢化可的松 戊酸酯	Hydrocortisone 17-valerate	57524-89-7	447.3	345.3*	11.18	80	19	ESI ⁺
				447.3	121.1		80	39	
95	醋酸曲安奈德	Triamcinolone acetone 21-	3870-07-3	477.2	339.2*	10.97	80	22	ESI ⁺
				477.2	321.2		80	23	
96	泼尼卡酯	Prednicarbate	73771-04-7	489.2	381.3*	11.22	80	16	ESI ⁺
				489.2	115.1		80	25	
97	醋酸倍他米松	Betamethasone 21-acetate	987-24-6	435.3	397.2*	9.89	80	15	ESI ⁺
				435.3	415.2		80	15	
98	金霉素	Chlortetracycline	57-62-5	479.2	444.1*	6.86	95	29	ESI ⁺
				479.2	462.2		95	25	
99	多西环素	Doxycycline	564-25-0	445.0	428.1*	7.95	83	25	ESI ⁺
				445.0	154.1		83	36	
100	土霉素	Oxytetracycline	79-57-2	461.3	443.2*	5.44	93	17	ESI ⁺
				461.3	426.1		93	26	
101	四环素	Tetracycline	60-54-8	445.2	410.0*	5.33	90	27	ESI ⁺
				445.2	427.0		90	25	
102	孔雀石绿	Malachite green	2437-29-8	329.3	313.0*	9.85	80	40	ESI ⁺
				329.3	208.2		80	61	
103	美金刚	Memantine	19982-08-2	180.0	107.1*	8.69	155	32	ESI ⁺
				180.0	163.1		155	21	
104	奥司他韦	Oseltamivir	196618-13-0	313.2	166.0*	8.66	140	25	ESI ⁺
				313.2	225.1		140	14	
105	克球酚	Clopidol	2971-90-6	192.1	101.1*	4.64	140	37	ESI ⁺
				192.1	87.0		140	42	
106	甲苄喹啉	Nequinat	13997-19-8	366.3	334.3*	11.43	185	29	ESI ⁺
				366.3	352.3		185	26	
107	莫能菌素	Monensin	17090-79-8	693.6	461.4*	12.25	95	69	ESI ⁺
				693.6	479.4		95	70	

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
108	常山酮	Halofuginone	55837-20-2	416.0	100.0*	8.32	110	26	ESI ⁺
				416.0	138.0		110	27	
109	癸氧喹酯	Decoquinatate	18507-89-6	418.4	204.1*	12.13	205	57	ESI ⁺
				418.4	372.4		205	35	
110	乙氧酰胺苯甲酯	Ethopabate	59-06-3	236.1	192.1*	4.96	-120	-33	ESI ⁻
				236.1	208.1		-120	-24	
111	尼卡巴嗪代谢物	N,N'-bis-(4-nitrophenyl)	587-90-6	301.0	137.1*	5.90	-110	-25	ESI ⁻
				301.0	107.0		-110	-51	
112	克拉珠利	Clazuril	101831-36-1	371.0	300.0*	5.85	-90	-26	ESI ⁻
				371.0	265.0		-90	-38	
113	二硝托胺	Dinitolmide	148-01-6	224.1	181.0*	4.45	-95	-17	ESI ⁻
				224.1	151.0		-95	-25	
114	氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7	321.0	152.0*	4.68	-110	-23	ESI ⁻
				321.0	257.1		-110	-16	
115	甲砒霉素	Thiamphenicol	15318-45-3	354.0	185.1*	3.74	-120	-28	ESI ⁻
				354.0	290.0		-120	-18	
116	氟苯尼考	Florfenicol	73231-34-2	356.0	185.0*	4.16	-120	-28	ESI ⁻
				356.0	336.0		-120	-39	
注：带*为定量离子对。									

2、液相条件

本文件选择 BEH C₁₈ 1.7 μm 3.0×100 mm 作为分析柱。经过优化正离子模式选择了甲醇（B 相）和 0.1% 甲酸水溶液（A 相）进行梯度洗脱，流动相中的甲酸可以提供 H⁺，能维持目标离子质子化状态，增强目标分析物在流动相中的离子化程度，有助于提高检测效率。负离子模式选择了甲醇（B 相）和水（A 相）。仪器流动相梯度洗脱程序见表 2。

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	95	5	0.4	0.00	90	10	0.3
1.00	95	5	0.4	4.00	5	95	0.3
1.10	85	15	0.4	5.00	5	95	0.3
9.50	25	75	0.4	5.10	90	10	0.3
9.60	5	95	0.4	7.00	90	10	0.3
11.50	5	95	0.4	——	——	——	——
11.60	95	5	0.4	——	——	——	——
13.50	95	5	0.4	——	——	——	——

（五）方法筛查限

依照高通量筛查方法确认指南，查 GB 31650-2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》中的动物性食品中兽药残留最低限量值（即容许限 PL），或者《中华人民共和国农业农村部公告 第 250 号》食品动物中禁止使用的药品，动物性食品中兽药残留最低限量值大于 10 μ g/kg 的物质一律取小于或等于 0.5 PL 为本方法的筛查限；没有限量值(表 3 中没有限量值的用“-”表示)的，若同一类别的其他物质有 PL，则参照其同一类别物质的筛查限设定，若同一类别均无 PL，则取小于或等于 10 μ g/kg 为筛查限；禁用类药物取小于或等于确证方法的执行限为筛查限。由此确定了 116 种兽药化合物的筛查限，符合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中筛查限的要求。

表 3 116 种兽药及其代谢物中英文名称、方法筛查限

类别	序号	药物名称	英文名称	筛查限 (μ g/kg)	动物性食品中兽药残留最低限量值(μ g/kg)
磺胺类	1	磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	10	100
	2	磺胺噻唑	Sulfathiazole	10	总量 100
	3	磺胺吡啶	Sulfapyridine	10	
	4	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	10	
	5	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	10	
	6	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	10	
	7	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	10	
	8	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	10	
	9	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	10	
	10	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxypyridazine	10	
	11	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	10	
	12	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	10	
	13	磺胺甲基异噻唑	Sulfamethoxazole	10	
	14	磺胺二甲异噻唑	Sulfisoxazole	10	
	15	苯甲酰磺胺	Sulfabenzamide	10	
	16	磺胺喹恶啉	Sulfaquinoxaline	10	
	17	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	10	
	18	磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	10	
	19	磺胺噻唑	Sulfamoxole	10	

类别	序号	药物名称	英文名称	筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	动物性食品中兽药残留最低限量值($\mu\text{g/kg}$)
	20	磺胺氯吡嗪	Sulfaclozina	10	
	21	甲氧苄氨嘧啶	Trimethoprim	10	50
氟喹诺酮类	22	恩诺沙星	Enrofloxacin	5	总量 100
	23	环丙沙星	Ciprofloxacin	5	
	24	培氟沙星	Pefloxacin	5	-
	25	诺氟沙星	Norfloxacin	5	-
	26	氧氟沙星	Ofloxacin	5	-
	27	沙拉沙星	Sarafloxacin	5	30
	28	洛美沙星	Lomefloxacin	5	-
	29	萘啶酸	Nalidixic acid	5	-
	30	恶喹酸	Oxolinic acid	5	100
	31	氟甲喹	Flumequin	5	500
	32	达氟沙星	Danofloxacin	5	100
	33	双氟沙星	Difloxacin	5	300
	34	奥比沙星	Orbifloxacin	5	-
	35	司帕沙星	Sparfloxacin	5	-
	36	氟罗沙星	Fleroxacin	5	-
	37	马波沙星	Marbofloxacin	5	-
苯并咪唑类	38	奥芬达唑	Oxfendazole	1	-
	39	芬苯达唑	Fenbendazole	1	-
	40	芬苯达唑砒	Fenbendazole sulfone	1	-
	41	阿苯达唑	Albendazole	1	总量 100
	42	阿苯达唑-2-氨基砒	Albendazole-2-aminosulfone	1	
	43	阿苯达唑亚砒	Albendazole-sulfoxide	1	
	44	阿苯达唑砒	Albendazole-sulfone	1	
	45	甲苯咪唑	Mebendazole	1	-
	46	噻苯达唑	Thiabendazole	1	-
	47	5-羟基噻苯咪唑	5-Hydroxythiabendazole	1	-

类别	序号	药物名称	英文名称	筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	动物性食品中兽药残留最低限量值($\mu\text{g/kg}$)
	48	氟苯哒唑	Flubendazole	1	—
	49	2-氨基氟苯咪唑	2-Aminoflubendazole	1	—
	50	氨基甲苯咪唑	Mebendazole amine	1	—
	51	丙氧苯咪唑	Oxibendazole	1	—
	52	5-羟基-甲苯咪唑	5-Hydroxymebendazole	1	—
	53	噻苯咪唑酯	Cambendazole	1	—
大环内酯类	54	红霉素	Erythromycin	20	200
	55	林可霉素	Lincomycin	20	100
	56	克林霉素	Clindamycin	20	—
	57	罗红霉素	Roxithromycin	20	—
	58	交沙霉素	Josamycin	20	—
	59	泰乐菌素	Tylosin	20	—
	60	吉他霉素	Kitasamycin	20	—
	61	替米考星	Tilmicosin	20	—
	62	竹桃霉素	Oleandomycin phosphate	20	—
精神控制类	63	阿扎哌隆	Azaperone	1	—
	64	阿扎哌醇	Azaperol	1	—
	65	甲苯塞嗪	Xylazine Hydrochloride	1	—
	66	丙酰丙嗪	Propionylpromazine	1	—
	67	氟哌啶醇	Haloperidol	1	—
	68	唑啉心安	Carazolol	1	—
	69	安眠酮	Methaqualone	1	—
	70	地西洋	Diazepam	1	—
解热镇痛类	71	替诺昔康	Tenoxicam	10	—
	72	茚酮苯丙酸	Indoprofen	10	—
	73	双水杨酸酯	Sasapyrine	10	—
	74	卡洛芬	Carprofen	10	—
	75	酮基布洛芬	Ketoprofen	10	—

类别	序号	药物名称	英文名称	筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	动物性食品中兽药残留最低限量值($\mu\text{g/kg}$)
	76	美洛昔康	Meloxicam	10	—
	77	氟尼辛	Flunixin	10	—
	78	甲芬那酸	Mefenamic acid	10	—
	79	双氯芬酸	Diclofenac	10	—
	80	吡罗昔康	Piroxicam	10	—
	81	萘丁美酮	Nabumetone	10	—
	82	舒林酸	Sulindac	10	—
	83	托麦汀	Tolmetin	10	—
	84	吲哚美辛	Indomethacin	10	—
	85	对乙酰氨基酚	Paracetamol	10	—
	86	萘普生	Naproxen	10	—
糖皮质激素类	87	氟米龙	Fluoromethalone	5	—
	88	醋酸可的松	Cortisone 21-acetate	5	—
	89	醋酸氢化可的松	Hydrocortisone 21-acetate	5	—
	90	氟米松	Flumethasone	5	—
	91	醋酸氟米龙	Fluorometholone 17-acetate	5	—
	92	曲安奈德	Triamcinolone acetonide	5	—
	93	地夫可特	Deflazacort	5	—
	94	氢化可的松戊酸酯	Hydrocortisone 17-valerate	5	—
	95	醋酸曲安奈德	Triamcinolone acetonide 21-acetate	5	—
	96	泼尼卡酯	Prednicarbate	5	—
环素类	97	醋酸倍他米松	Betamethasone 21-acetate	5	—
	98	多西环素	Doxycycline	20	100
	99	金霉素	Chlortetracycline	20	总量 200
	100	土霉素	Oxytetracycline	20	
	101	四环素	Tetracycline	20	

类别	序号	药物名称	英文名称	筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	动物性食品中兽药残留最低限量值($\mu\text{g/kg}$)
禁用药物	102	孔雀石绿	Malachite green	1	禁用
抗病毒	103	美金刚	Memantine	1	—
	104	奥司他韦	Oseltamivir	1	—
抗球虫	105	克球酚	Clopidol	5	—
	106	甲苯喹啉	Nequinate	10	—
	107	莫能菌素	Monensin	5	—
	108	常山酮	Halofuginone	5	—
	109	癸氧喹酯	Decoquinate	5	—
	110	乙氧酰胺苯甲酯	Ethopabate	10	—
	111	尼卡巴嗪代谢物	N,N'-bis-(4-nitrophenyl) urea	10	—
	112	克拉珠利	Clazuril	10	—
	113	二硝托胺	Dinitolmide	10	—
酰胺醇类	114	氯霉素	Chloramphenicol	0.3	禁用
	115	甲砒霉素	Thiamphenicol	1	50
	116	氟苯尼考	Florfenicol	1	1000

(六) 方法特异性

按本方法前处理,空白样品响应信号不高于目标化合物方法筛查限浓度水平响应信号的 5%,本方法选择鱼、虾、贝 3 种基质作为验证对象,116 种兽药化合物空白样品响应信号均在目标化合物方法筛查限浓度水平响应信号的 5%之内。符合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中特异性的要求。

(七) 实验室内方法验证

选择鱼、虾、贝三类样品,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,计算公式如公式(1)和公式(2)所示。

$$\text{假阳性率} = (\text{获得筛查阳性结果的阴性样品数} / \text{阴性样品总数}) \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{假阴性率} = (\text{获得筛查阴性结果的阳性样品数} / \text{阳性样品总数}) \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

方法筛查限、假阴性率、假阳性率如表 4 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 4 实验室内方法验证的兽药多残留的方法筛查限、假阴性率、假阳性率

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
磺胺类及抗菌增效剂	1	磺胺嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	2	磺胺噻唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	3	磺胺吡啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	4	磺胺甲基嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	5	磺胺二甲基嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	6	磺胺间甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	7	磺胺甲噻二唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	8	磺胺对甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
磺胺类及抗菌增效剂	9	磺胺氯哒嗪	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	10	磺胺甲氧哒嗪	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	11	磺胺邻二甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	12	磺胺间二甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	13	磺胺甲基异噻唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	14	磺胺二甲异噁唑	贝	10	0	0
			鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	15	磺胺苯酰	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	16	磺胺喹恶啉	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	17	甲氧苄啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	18	磺胺苯吡唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	19	磺胺二甲异噻啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	20	磺胺噁唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	21	磺胺氯吡嗪	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
氟喹诺酮类	22	恩诺沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
氟喹诺酮类	23	诺氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	24	培氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	25	环丙沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	26	氧氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	27	沙拉沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	28	洛美沙星	贝	5	0	0
			鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	29	萘啶酸	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	30	恶喹酸	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	31	氟甲喹	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	32	达氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	33	双氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	34	奥比沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	35	司帕沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	36	氟罗沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
氟喹诺酮类	37	马波沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
苯并咪唑类	38	奥芬达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	39	芬苯达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	40	芬苯达唑砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	41	阿苯达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	42	阿苯达唑-2-氨基砒	贝	1	0	0
			鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	43	阿苯达唑亚砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	44	阿苯达唑砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	45	甲苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	46	噻苯达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	47	5-羟基噻苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	48	氟苯达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	49	2-氨基氟苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	50	氨基甲苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
苯并咪唑类	51	丙氧苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	52	5-羟基-甲苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	53	噻苯咪唑酯	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
大环内酯类	54	红霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	55	林可霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	56	克林霉素	贝	20	0	0
			鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	57	罗红霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	58	交沙霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	59	泰乐菌素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	60	吉他霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	61	替米考星	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	62	竹桃霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
精神控制类	63	阿扎哌隆	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	64	阿扎哌醇	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
精神控制类	65	甲苯塞嗪	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	66	丙酰丙嗪	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	67	氟哌啶醇	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	68	咪唑心安	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	69	安眠酮	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	70	地西洋	贝	1	0	0
			鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
解热镇痛类	71	替诺昔康	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	72	茚酮苯丙酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	73	双水杨酸酯	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	74	卡洛芬	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	75	酮基布洛芬	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	76	美洛昔康	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	77	氟尼辛	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	78	甲芬那酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
解热镇痛类	79	双氯芬酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	80	吡罗昔康	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	81	萘丁美酮	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	82	舒林酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	83	托麦汀	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	84	吲哚美辛	贝	10	0	0
			鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	85	对乙酰氨基酚	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	86	蔡普生	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
抗球虫	87	克球酚	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	88	甲苄喹啉	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	89	莫能菌素	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	90	常山酮	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	91	癸氧喹酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	92	乙氧酰胺苯甲酯	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
抗球虫	93	尼卡巴嗪代谢物	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	94	克拉珠利	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	95	二硝托胺	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
抗病毒类	96	美金刚	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	97	奥司他韦	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
			贝	1	0	0
四环素	98	金霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
			贝	20	0	0
	99	多西环素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
			贝	20	0	0
	100	土霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
			贝	20	0	0
禁用物质	102	孔雀石绿	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
酰胺醇类抗生素	103	氯霉素	鱼	0.3	0	0
			虾	0.3	0	0
			贝	0.3	0	0
	104	甲砒霉素	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	105	氟苯尼考	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
糖皮质激素类	106	氟米龙	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	107	醋酸可的松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	108	醋酸氢化可的松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	109	氟米松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	110	氟米龙醋酸酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	111	曲安奈德	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	112	地夫可特	贝	5	0	0
			鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
糖皮质激素 类	113	氢化可的松 7-戊酸酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	114	醋酸曲安西德	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	115	泼尼卡酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	116	醋酸倍他米松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0

(八) 实验室间方法验证

共邀请中检溯源华南技术服务（深圳）有限公司、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。选择鱼、虾、贝三类样品，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），每种基质不少于 3 个样品，平均分配给以上 3 个实验室，按照方法要求进行分析，按照 SN/T 0001 进行定性判定，结果如表 5 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 5 实验室间方法验证的兽药多残留的方法筛查限、假阴性率、假阳性率

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
磺胺类及抗 菌增效剂	1	磺胺嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	2	磺胺噻唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	3	磺胺吡啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	4	磺胺甲基嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	5	磺胺二甲基嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	6	磺胺间甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
磺胺类及抗菌增效剂	7	磺胺甲噻二唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	8	磺胺对甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	9	磺胺氯哒嗪	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	10	磺胺甲氧哒嗪	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	11	磺胺邻二甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	12	磺胺间二甲氧嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	13	磺胺甲基异噁唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	14	磺胺二甲异噁唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	15	磺胺苯酰	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	16	磺胺喹恶啉	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	17	甲氧苄啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	18	磺胺苯吡唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	19	磺胺二甲异嘧啶	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	20	磺胺噻唑	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
磺胺类及抗菌增效剂	21	磺胺氯吡嗪	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
氟喹诺酮类	22	恩诺沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	23	诺氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	24	培氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	25	环丙沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	26	氧氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	27	沙拉沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	28	洛美沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	29	萘啶酸	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	30	恶喹酸	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	31	氟甲喹	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	32	达氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	33	双氟沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	34	奥比沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
氟喹诺酮类	35	司帕沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	36	氟罗沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	37	马波沙星	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
苯并咪唑类	38	奥芬达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	39	芬苯达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	40	芬苯达唑砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	41	阿苯达唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	42	阿苯达唑-2-氨基砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	43	阿苯哒唑亚砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	44	阿苯哒唑砒	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	45	甲苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	46	噻苯哒唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	47	5-羟基噻苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	48	氟苯哒唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
苯并咪唑类	49	2-氨基氟苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	50	氨基甲苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	51	丙氧苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	52	5-羟基-甲苯咪唑	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	53	噻苯咪唑酯	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
大环内酯类	54	红霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	55	林可霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	56	克林霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	57	罗红霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	58	交沙霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	59	泰乐菌素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	60	吉他霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	61	替米考星	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	62	竹桃霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
精神控制类	63	阿扎哌隆	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	64	阿扎哌醇	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	65	甲苯塞嗪	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	66	丙酰丙嗪	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	67	氟哌啶醇	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	68	咪唑心安	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	69	安眠酮	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	70	地西洋	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
解热镇痛类	71	替诺昔康	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	72	茚酮苯丙酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	73	双水杨酸酯	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	74	卡洛芬	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	75	酮基布洛芬	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	76	美洛昔康	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
解热镇痛类	77	氟尼辛	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	78	甲芬那酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	79	双氯芬酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	80	吡罗昔康	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	81	萘丁美酮	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	82	舒林酸	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	83	托麦汀	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	84	吲哚美辛	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	85	对乙酰氨基酚	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	86	萘普生	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
抗球虫	87	克球酚	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	88	甲苯喹啉	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
	89	莫能菌素	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	90	常山酮	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
抗球虫	91	癸氧喹酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	92	乙氧酰胺苯甲酯	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	93	尼卡巴嗪代谢物	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	94	克拉珠利	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
	95	二硝托胺	鱼	10	0	0
			虾	10	0	0
			贝	10	0	0
抗病毒类	96	美金刚	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	97	奥司他韦	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
四环素	98	金霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	99	多西环素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	100	土霉素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
	101	四环素	鱼	20	0	0
			虾	20	0	0
			贝	20	0	0
禁用物质	102	孔雀石绿	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0

类别	序号	化合物名称	种类	方法筛查限 ($\mu\text{g/kg}$)	假阳性率 (%)	假阴性率 (%)
酰胺醇类抗生素	103	氯霉素	鱼	0.3	0	0
			虾	0.3	0	0
			贝	0.3	0	0
酰胺醇类抗生素	104	甲砒霉素	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
	105	氟苯尼考	鱼	1	0	0
			虾	1	0	0
			贝	1	0	0
糖皮质激素类	106	氟米龙	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	107	醋酸可的松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	108	醋酸氢化可的松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	109	氟米松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	110	氟米龙醋酸酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
糖皮质激素类	111	曲安奈德	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	112	地夫可特	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	113	氢化可的松 7-戊酸酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	114	醋酸曲安西德	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	115	泼尼卡酯	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0
	116	醋酸倍他米松	鱼	5	0	0
			虾	5	0	0
			贝	5	0	0

六、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。

七、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。

八、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。