

团 体 标 准

T/SATA 039—2023

水产品中多类禁、限用药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of multiple prohibited and restricted drug residues in aquatic products
by liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

2023 - 03 - 21 发布

2023 - 04 - 21 实施

深圳市分析测试协会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂与材料	1
5.1 试剂	1
5.2 溶液配制	1
5.3 标准品	2
5.4 标准溶液配制	2
5.5 材料	2
6 仪器设备	2
7 试样的制备与保存	3
7.1 试样准备	3
7.2 试样的保存	3
8 测定步骤	3
8.1 提取	3
8.2 基质匹配标准工作曲线的制备	3
8.3 测定	3
8.3.1 液相色谱参考条件	3
8.3.2 质谱参考条件	4
8.4 测定法	4
8.4.1 定性测定	4
8.4.2 定量测定	4
8.5 空白实验	4
9 结果计算与表述	4
10 方法灵敏度、准确度和精密度	4
10.1 灵敏度	5
10.2 准确度	5
10.3 精密度	5
附 录 A （资料性） 多类禁、限用药物标准品信息及内标物	6
附 录 B （资料性） 多类禁、限用药物保留时间、定量定性离子对及锥孔电压、碰撞能量、离子化方式	7
附 录 C （资料性） 草鱼基质匹配多类禁、限用药物特征离子质量色谱图	9

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。

本文件由深圳市分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市质量安全检验检测研究院、深圳凯吉星农产品检测认证有限公司、深圳市分析测试协会。

本文件主要起草人：刘成文、曾懿、孙丽萍、张微、苑婷婷、王嘉权、王力弘、张杨、梁景文、朱国柱、王桂兰、杨杰、陈思羽、汪璇、王一晨。

水产品中多类禁、限用药物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了水产品中多类禁、限用药物残留量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于鱼、虾、贝等水产品的可食组织中硝基呋喃类代谢物(呋喃西林代谢物、呋喃妥因代谢物、呋喃它酮代谢物、呋喃唑酮代谢物)、三苯甲烷类(孔雀石绿、隐色孔雀石绿)、磺胺类(磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺二甲异噁唑、磺胺噻唑、磺胺二甲噻唑、磺胺二甲异嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲氧吡嗪、磺胺甲噻二唑、磺胺邻二甲氧嘧啶)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、丹诺沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、氟甲喹、恶喹酸、萘啶酸)、酰胺醇类(氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考)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

GB/T 30891 水产品抽样规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品在酸性条件下水解,用2-硝基苯甲醛衍生化,经乙腈提取后,高速离心净化,液相色谱-串联质谱测定,基质匹配标线内标法定量。

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 二甲亚砜[(CH_3)₂ SO]:色谱纯。

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

5.1.7 浓盐酸(HCl): $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

5.1.8 2-硝基苯甲醛($\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3$):色谱纯。

5.2 溶液配制

5.2.1 0.5 mol/L 盐酸溶液:取浓盐酸 42 mL,用水稀释至 1000 mL,混匀。

5.2.2 0.05 mol/L 2-硝基苯甲醛溶液:取 2-硝基苯甲醛 0.076 g,用二甲亚砜溶解并稀释至 10 mL,混匀,现用现配。

5.2.3 30% 乙腈溶液:准确量取 30 mL 乙腈,用水稀释至 100 mL,混匀。

5.2.4 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:孔雀石绿、隐色孔雀石绿、氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考、呋喃西林代谢物、呋喃妥因代谢物、呋喃它酮代谢物、呋喃唑酮代谢物、磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺二甲异噁唑、磺胺噻唑、磺胺二甲噁唑、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、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、丹诺沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、氟甲喹、恶喹酸、萘啶酸),含量均 $\geq 90.0\%$,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、AOZ-D₄、AMOZ-D₅、AHD-¹³C₃和 SEM.HCl-¹³C₁₅N₂,含量均 $\geq 90.0\%$;氯霉素-D₅(0.1mg/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),硝基呋喃类代谢物、磺胺类和酰胺醇类药物用甲醇溶解并定容至 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至 10 mL 棕色容量瓶;三苯甲烷类药物用乙腈溶解并定容至 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,有效期为 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,用乙腈稀释成硝基呋喃类代谢物、三苯甲烷类、喹诺酮类和磺胺类分别为 10 μg/mL;酰胺醇类为 1 μg/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工作液,用乙腈稀释成硝基呋喃类代谢物、三苯甲烷类、喹诺酮类和磺胺类分别为 1 μg/mL;酰胺醇类为 0.1 μg/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、AOZ-D₄、AMOZ-D₅、AHD-¹³C₃和 SEM.HCl-¹³C₁₅N₂标准品,用甲醇溶解并定容至 10 mL 棕色容量瓶,配制成 1mg/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,用乙腈溶解并定容至 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 μg/mL 混合内标工作液(氯霉素-D₅内标浓度为 0.1 μg/mL),-18 °C 避光保存,有效期为 1 个月。

5.5 材料

5.5.1 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 涡旋振荡器。

6.4 高速离心机:转速不低于 10000 r/min。

6.5 氮吹仪。

6.6 超声波清洗器:可控制温度 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7 试样的制备与保存

7.1 试样准备

按GB/T 30891附录B的要求制样。

7.2 试样的保存

$-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

8 测定步骤

8.1 提取

称取 2 g ($\pm 0.01\text{ g}$) 均质试样于 50 mL 离心管内, 准确加入混合内标标准工作液 (5.4.5) $50\text{ }\mu\text{L}$, 涡旋混匀 50 s , 加入 5 mL 盐酸溶液 (5.2.1) 和 0.15 mL 2-硝基苯甲醛 (5.2.2), 漩涡振荡 50 s 后, 置于超声波清洗器中 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 超声 2 h 。取出离心管冷却至室温, 加入 2 g 氯化钠, 10 mL 乙腈 (V_1), 振荡 10 min , 4500 r/min 离心 5 min , 取上清液 2.5 mL (V_2) 于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴下氮气吹至近干, 加 1 mL (V_3) 30% 乙腈溶液 (5.2.3) 旋涡混合 1 min 溶解残留物, 10000 r/min 高速离心 5 min , 过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜, 供液相色谱-串联质谱仪测定。

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 2 g 空白试样中, 制得硝基咪唑类代谢物、三苯甲烷类、氯霉素类药物浓度为 $0.05\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $0.1\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $0.5\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $1\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $5\text{ }\mu\text{g/L}$ 和 $10\text{ }\mu\text{g/L}$; 磺胺类、喹诺酮类、酰胺醇类 (氯霉素除外) 类药物浓度为 $0.5\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $1\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $5\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $10\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $50\text{ }\mu\text{g/L}$ 和 $100\text{ }\mu\text{g/L}$ 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

- 色谱柱: C_{18} 色谱柱 ($2.1\text{ mm}\times 100\text{ mm}$, $1.7\text{ }\mu\text{m}$), 或相当者。
- 柱温: $40\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 进样量: 正离子 $2\text{ }\mu\text{L}$, 负离子 $10\text{ }\mu\text{L}$;
- 流速: 0.3 mL/min ;
- 流动相: A1 : 5 mmol/L 乙酸铵溶液 (含 0.1% 甲酸); A2: 水; B : 乙腈。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

正离子模式药物			负离子模式药物		
时间 (min)	A1 (%)	B (%)	时间 (min)	A2 (%)	B (%)
0	90	10	0	80	20
0.5	90	10	0.5	80	20
1.5	80	20	4.0	15	85
4.5	50	50	5.0	15	85
6.5	5	95	5.1	80	20
8.5	5	95	6.0	80	20
8.6	90	10			
10	90	10			

8.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源:电喷雾离子源;
- b) 毛细管电压:0.5 kV;
- c) 离子源温度:150 ℃;
- d) 脱溶剂气温度:600 ℃;
- e) 脱溶剂气、锥孔气为氮气,碰撞气为氩气;脱溶剂气流速:1000 L/h;锥孔反吹气流速:150 L/h;
- f) 检测方式:多反应离子监测(MRM),多种药物及内标物多反应监测定量离子对、定性离子对、保留时间、锥孔电压、碰撞能量和扫描方式见表B.1。

8.4 测定法

8.4.1 定性测定

在同样测试条件下,试样溶液中多种药物的保留时间与基质匹配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,应当与浓度相当的基质匹配标准溶液的离子相对丰度一致。其允许偏差应符合表2的要求。

表2 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
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。

$$X_i = \frac{C_i \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \times \frac{1000}{1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

- X_i ——试样中待测物残留量的数值,单位为微克每千克(μg/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(μg/L);
 V_1 ——提取液体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——分取液体积,单位为毫升(mL);
 V_3 ——试样最终定容体积的数值,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 μg/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

本方法硝基呋喃类代谢物、三苯甲烷类药物的检出限为 $0.25 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；磺胺类和喹诺酮类药物的检出限为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 $2 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；酰胺醇类药物的检出限为 $0.05 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 准确度

本方法硝基呋喃类代谢物、三苯甲烷类药物在 $0.5 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平，磺胺类、喹诺酮类药物在 $2 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平，氯霉素在 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 2.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平，甲砒霉素在 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 50 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平，氟苯尼考在 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 1000 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平上的回收率均为 $70\% \sim 120\%$ 。

10.3 精密度

本方法批内相对标准偏差 $\leq 15\%$ ，批间相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

附录 A

(资料性)

多类禁、限用药物标准品信息及内标物

多类禁、限用药物标准品信息及内标物见表A.1。

表 A.1 类禁、限用药物标准品信息及内标物

药物名称	英文通用名称	CAS号	内标物名称	英文通用名称
磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	磺胺间二甲氧嘧啶-D ₆ (CAS号:73068-02-7)	Sulfadimethoxine D ₆
磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxyprymidine	155-91-9		
磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	127-69-5		
磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	磺胺邻二甲氧嘧啶- D ₃ (CAS号:1262770-70-6)	Sulfadoxine D ₃
磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1		
磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7		
磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6		
磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0		
磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxypridazine	80-35-3		
磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	515-64-0		
磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3		
磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6		
磺胺二甲噁唑	Sulfamoxole	729-99-7		
磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1		
恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6		
沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8		
氟甲喹	Flumequine	42835-25-6		
恶喹酸	Oxolinic acid	14698-29-4		
萘啶酸	Nalidixic acid	389-08-2		
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
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
呋喃西林代谢物	semicarbazide	563-41-7	SEM. HCl- ¹³ C ₁₅ N ₂ (CAS号:1173020-16-0)	Semicarbazide ¹³ C ₁₅ N ₂ hydrochloride
呋喃它酮代谢物	3-Amino-5-morpholinomethyl -2-oxazolidinone	43056-63-9	AMOZ-D ₅ (CAS号:1017793-94-0)	3-amino-5-morpholin omethyl-2-oxazolidi none D ₅
呋喃唑酮代谢物	3-amino-2-oxazolidinone	80-65-9	AOZ-D ₄ (CAS号:1188331-23-8)	3-Amino-2-oxazolidi none D ₄
呋喃妥因代谢物	1-aminohydantoinz	2827-56-7	AHD- ¹³ C ₃ (CAS号:957509-31-8)	1-Aminohydantoin-2, 4-dione- ¹³ C ₃
氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	诺氟沙星-D ₅ (CAS号:1015856-57-1)	Norfloxacin D ₅
培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3		
诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7		
依诺沙星	Enoxacin	74011-58-8		
氟罗沙星	Fleroxacin(Flerofloxacin)	79660-72-3		
环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	环丙沙星-D ₈ (CAS号:1216659-54-9)	Ciprofloxacin D ₈ hydrochloride
洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7		
丹诺沙星	Danofloxacin	112398-08-0		
氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7	氯霉素- D ₅	Threo- Chloramphenicol-D ₅
甲砜霉素	Thiamphenicol	15318-45-3		
氟苯尼考	Florfenicol	73231-34-2		

附 录 B
(资料性)

多类禁、限用药物保留时间、定量定性离子对及锥孔电压、碰撞能量、离子化方式

多类禁、限用药物保留时间、定量定性离子对及锥孔电压、碰撞能量、离子化方式见表B.1。

表 B.1 多类禁、限用药物保留时间、定量定性离子对及锥孔电压、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	锥孔电压	碰撞能量(eV)	离子化方式
	(min)	(m/z)	(m/z)	(V)		
孔雀石绿	5.73	329.20> 313.10	329.20>208.10	20	30/35	正离子模式
隐色孔雀石绿	7.52	331.22 > 239.10	331.22>316.10	38	30/20	
孔雀石绿-D5	5.72	334.233> 318.10	/	20	38	
隐色孔雀石绿-D6	7.49	337.26 > 322.00	/	38	20	
呋喃西林代谢物	3.53	209.07 > 166.00	209.07 > 134.00	20	11/13	
呋喃唑酮代谢物	3.97	236.07 > 104.00	236.07 > 134.00	20	19/22	
呋喃妥因代谢物	3.61	249.06 > 134.00	249.06 > 104.00	20	14/22	
呋喃它酮代谢物	2.78	335.14 > 262.00	335.14 > 291.10	35	13/12	
SEM. HCl-13C15N2	3.53	212 .00> 168.00	/	30	10	
AMAZ-D5	2.76	340.17 > 296.10	/	35	12	
AZ-D4	3.95	240.09 > 134.00	/	20	14	
AHD-13C3	3.61	252.07 > 134.00	/	20	14	
磺胺嘧啶	2.11	251.06 > 156.00	251.06 > 108.00	30	15/23	
磺胺甲噁唑	3.56	254.06 > 156.00	254.06 > 108.00	20	16/24	
磺胺噻唑	2.28	256.02 > 156.00	256.02 > 108.00	30	15/22	
磺胺甲基嘧啶	2.57	265.08 > 156.00	265.08 > 108.00	30	15/15	
磺胺二甲异噁唑	3.73	268.08> 156.00	268.08> 108.00	30	16/20	
磺胺二甲噁唑	3.73	268.08> 156.00	268.08> 113.00	30	16/20	
磺胺甲噻二唑	2.86	271.03 > 156.00	271.03 > 108.00	30	12/20	
磺胺二甲嘧啶	1.87	279.09> 186.00	279.09> 156.00	20	17/19	
磺胺二甲异嘧啶	2.91	279.09> 156.00	279.09> 186.00	20	15/15	
磺胺间甲氧嘧啶	2.92	281.07 > 156.00	281.07 > 108.00	30	22/20	
磺胺喹噁啉	4.13	301.08 > 156.00	301.08 > 108.00	30	16/20	
磺胺邻二甲氧嘧啶	3.54	311.08 > 156.00	311.08 > 108.00	30	15/22	
磺胺间二甲氧嘧啶	4.12	311.08 > 156.00	311.08 > 108.00	20	19/29	
磺胺甲氧哒嗪	3.21	281.07 > 156.00	281.07 > 108.00	30	22/25	
磺胺邻二甲氧嘧啶-D3	3.52	314.1 0> 156.00	/	20	17	
诺氟沙星	2.51	320.14> 302.10	320.14> 233.00	30	19/24	
依诺沙星	2.42	321.14 > 233.90	321.14 > 257.12	30	22/18	
环丙沙星	2.60	332.14 > 231.00	332.14 > 245.00	30	30/22	
培氟沙星	2.57	334.16 > 316.10	334.16 > 290.10	26	20/17	
洛美沙星	2.72	352.15> 308.20	352.15> 265.10	10	17/23	
丹诺沙星	2.70	358.16 > 96.00	358.16 > 265.10	30	25/23	
恩诺沙星	2.81	360.17 > 316.20	360.17 >245.10	38	19/24	
氧氟沙星	2.54	362.15> 318.10	362.15> 261.10	25	18/27	
沙拉沙星	3.11	386.13> 342.10	386.13>299.10	40	18/28	
氟罗沙星	2.56	370.14> 326.10	370.14> 269.10	24	20/25	
萘啶酸	4.65	233.09 > 187.00	233.09 > 215.10	30	28/15	
恶喹酸	3.82	262.07 > 215.90	262.07 >160.00	30	28/34	
氟甲喹	4.79	262.09 > 202.00	262.09 >244.10	30	35/17	
恩诺沙星-D5	2.81	365.20 > 321.00	/	20	19	
环丙沙星-D8	2.59	340.19 > 322.00	/	20	21	
诺氟沙星-D5	2.51	325.17> 281.10	/	35	18	
氯霉素	2.56	321.00> 257.00	321.01> 151.90	-20	-10/-15	负离子模式

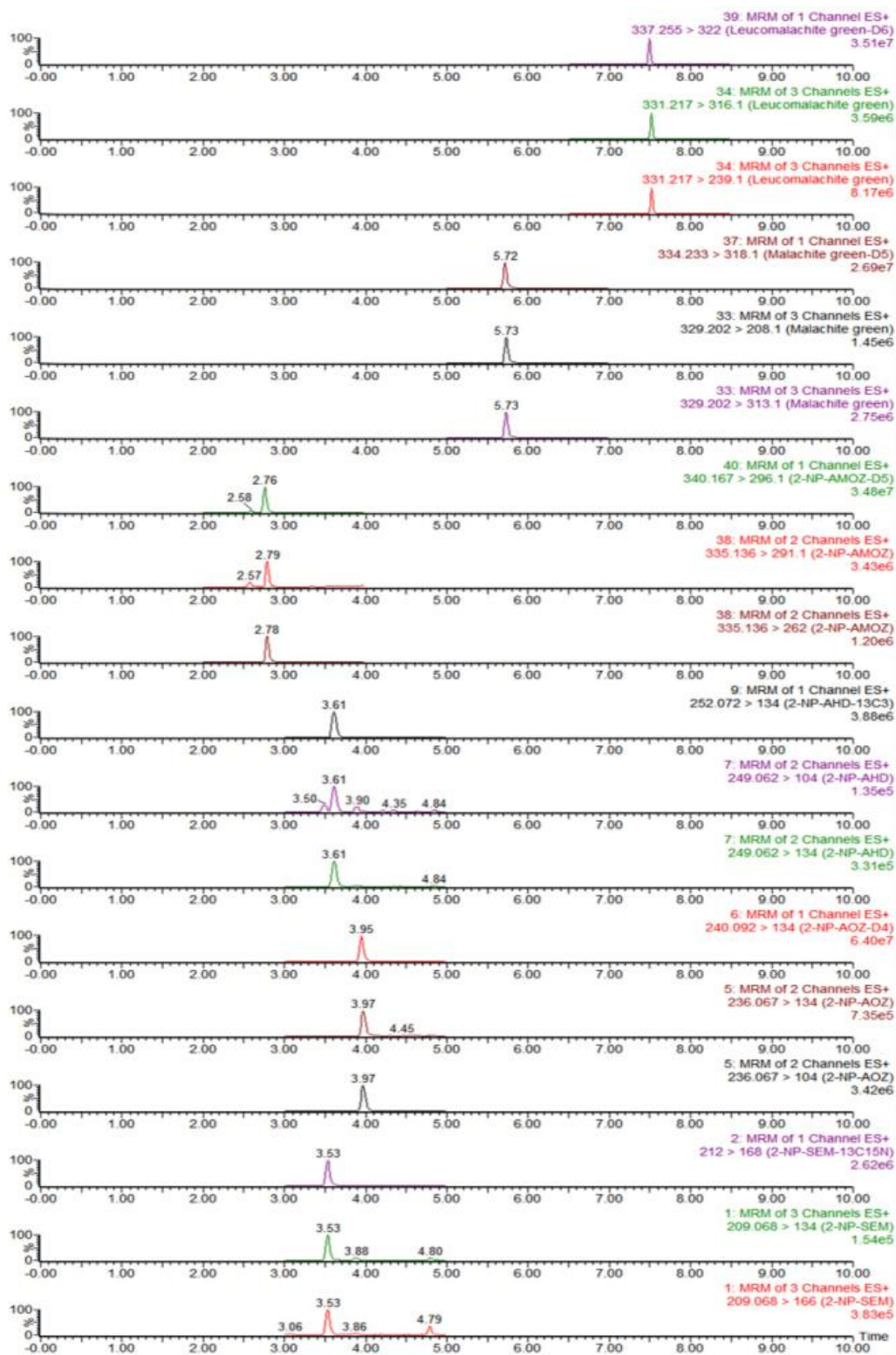
表B.1 多类禁、限用药物保留时间、定量定性离子对及锥孔电压、碰撞能量、离子化方式（续）

药物名称	保留时间	定量离子对	定性离子对	锥孔电压	碰撞能量(eV)	离子化方式
	(min)	(m/z)	(m/z)	(V)		
甲砒霉素	1.72	354.00 > 290.00	354.00 > 184.90	-10	-12/-20	负离子模式
氟苯尼考	2.38	356.00 > 335.90	356.00 > 185.00	-10	-8/-18	
氯霉素-D5	2.55	326.04 > 157.00	/	-20	-16	

附录 C

(资料性)

草鱼基质匹配多类禁、限用药物特征离子质量色谱图

图 C.1 草鱼基质匹配硝基呋喃类代谢物、三苯甲烷类标准物质特征离子质量色谱图 (1 μ g/L)

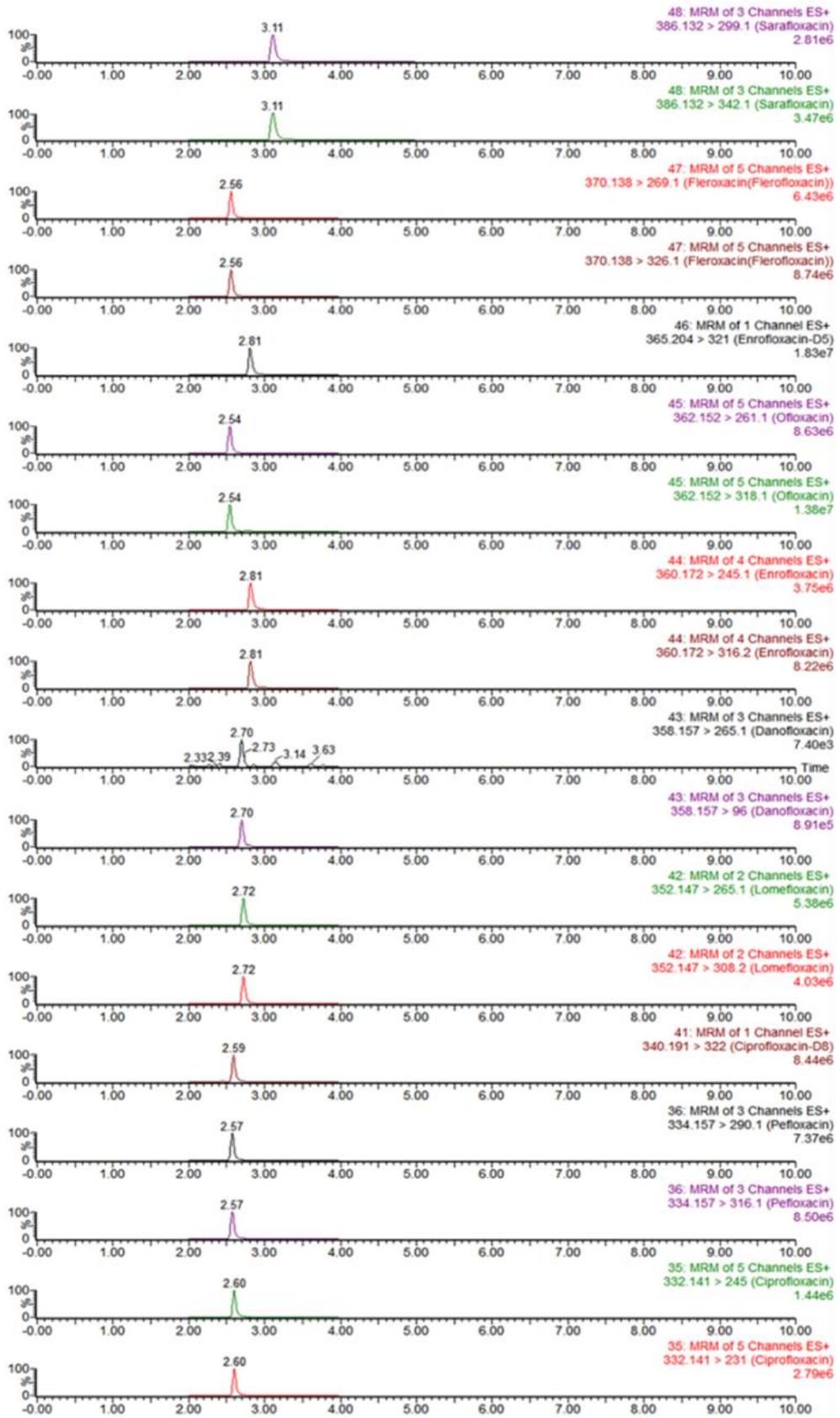
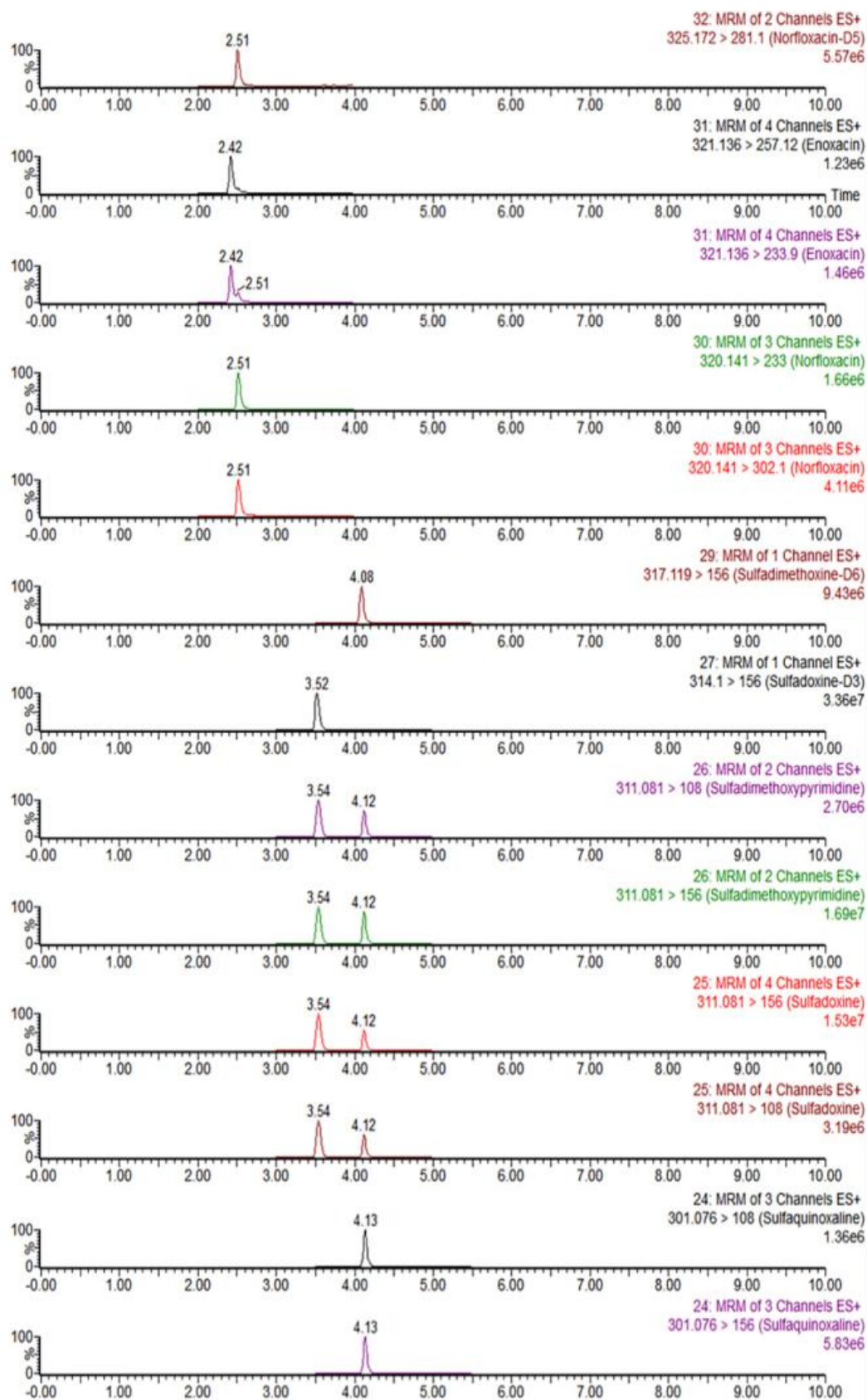


图 C.2 草鱼基质匹配磺胺类、喹诺酮类标准物质特征离子质量色谱图 (10 μg/L)

图 C.2 草鱼基质匹配磺胺类、喹诺酮类标准物质特征离子质量色谱图 (10 μ g/L) (续 1)

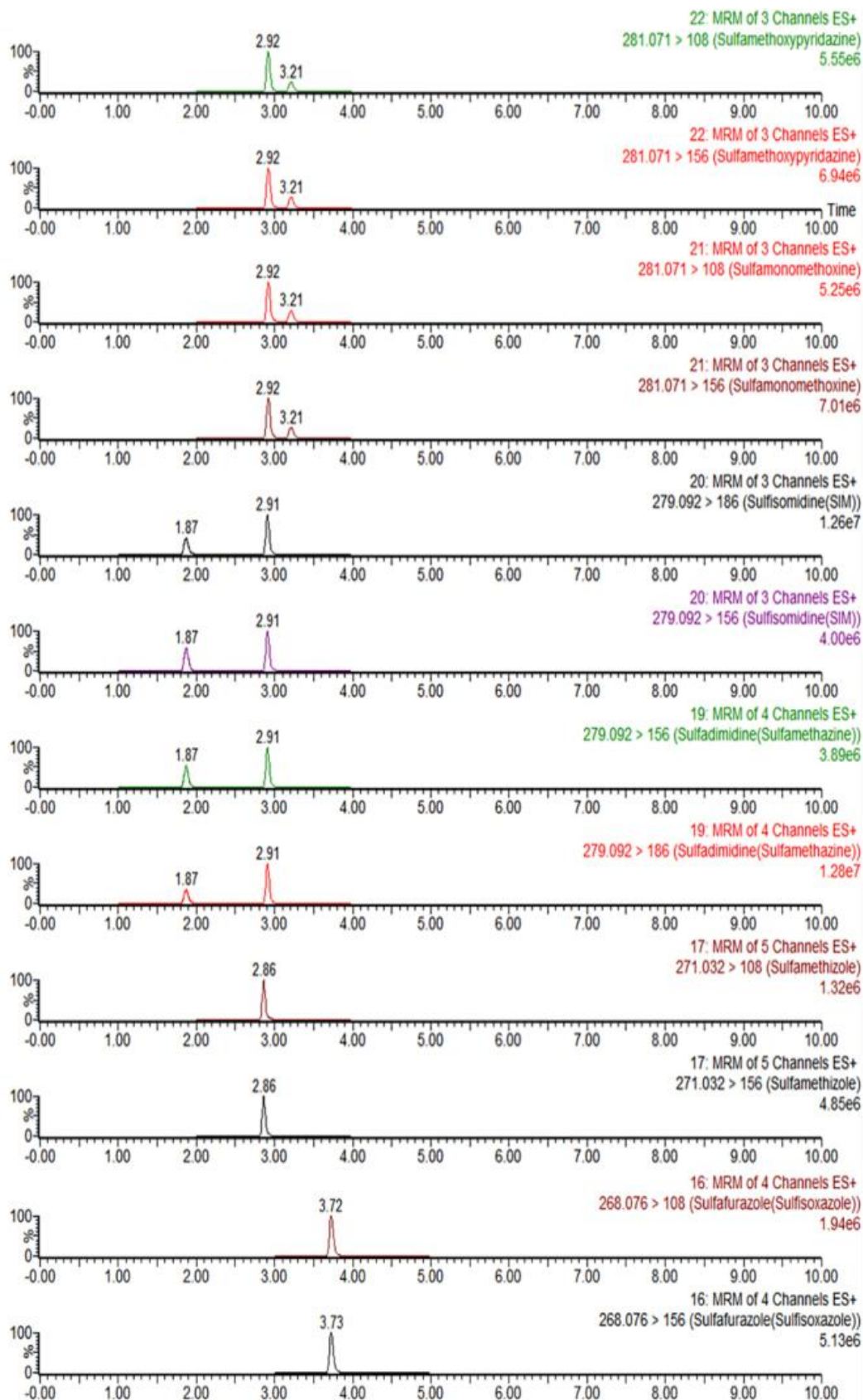
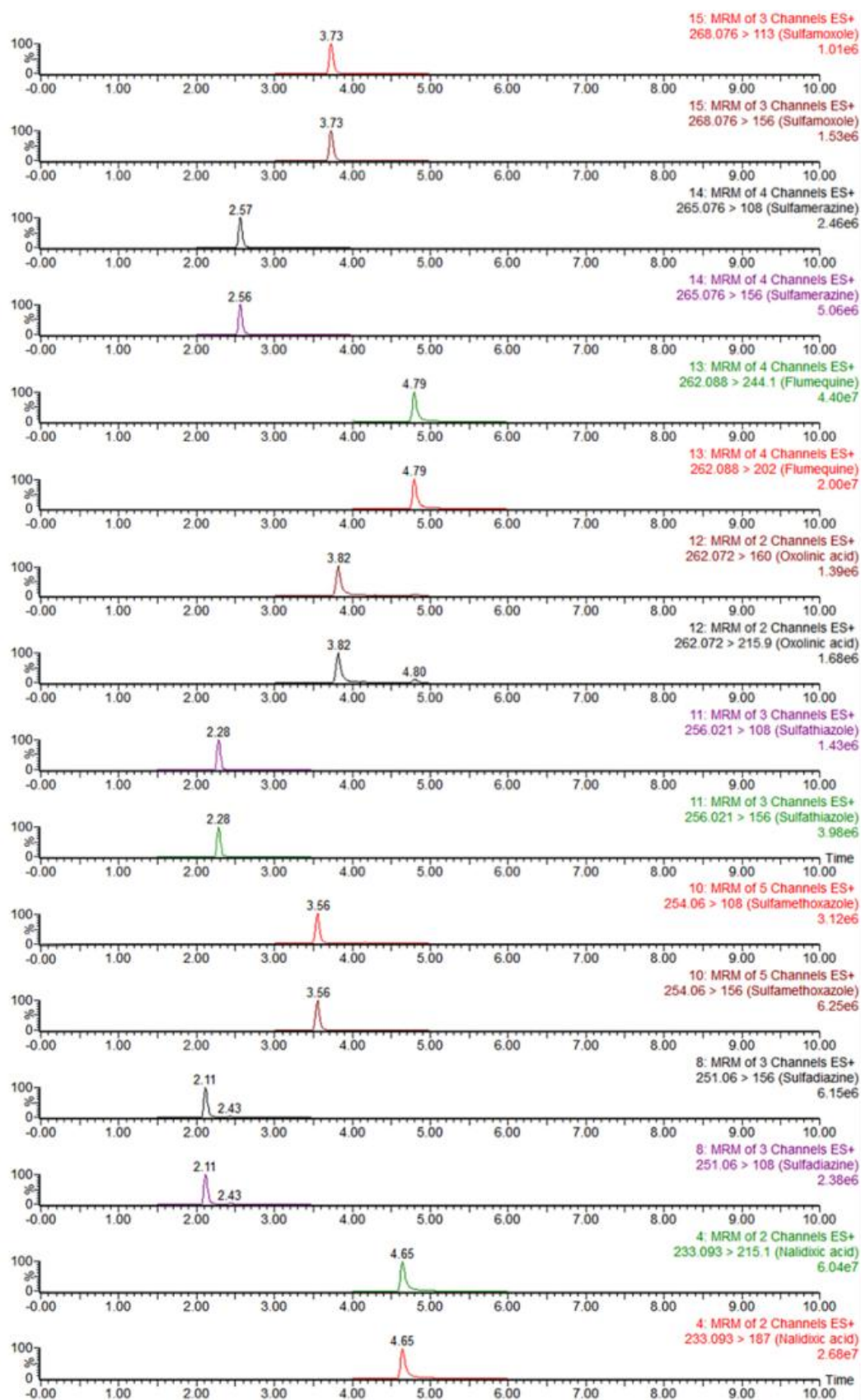


图 C. 2 草鱼基质匹配磺胺类、喹诺酮类标准物质特征离子质量色谱图 (10 μg/L) (续 2)

图 C.2 草鱼基质匹配磺胺类、喹诺酮类标准物质特征离子质量色谱图 (10 μ g/L) (续 3)

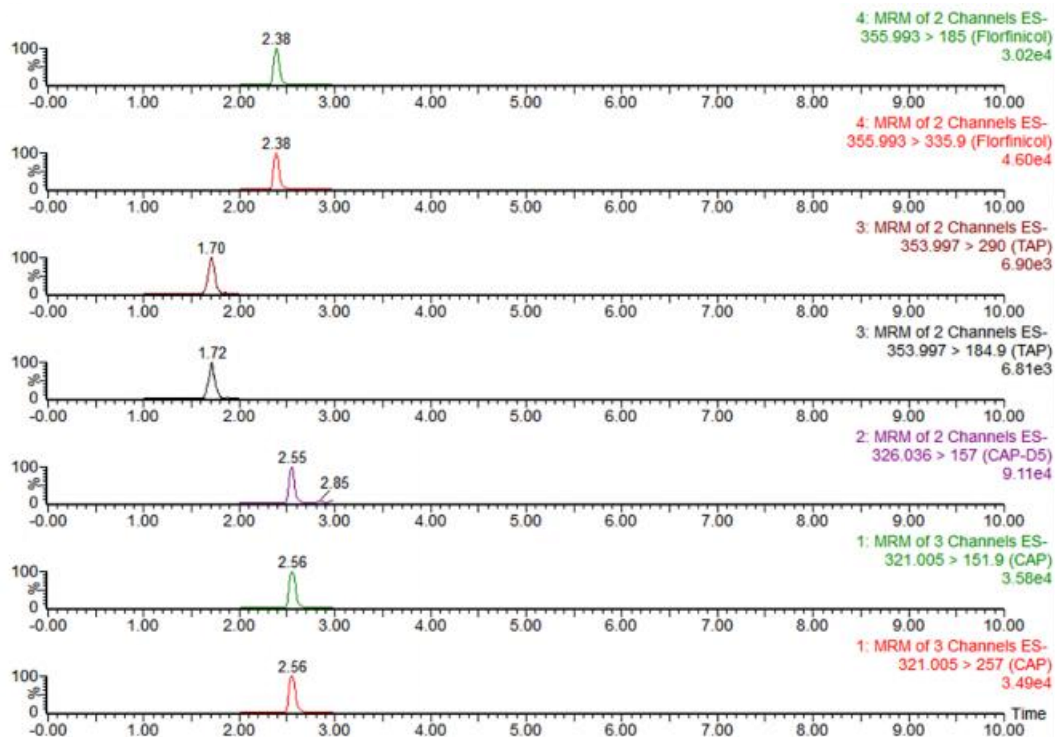


图 C.3 草鱼基质酰胺醇类标准物质特征离子质量色谱图 (1 $\mu\text{g/L}$)