

团 体 标 准

T/SATA 087—2025

畜禽产品皮脂组织中多兽药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of multi veterinary drug residues in sebum tissue of livestock and poultry products—Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

2025 - 06 - 20 发布

2025 - 07 - 20 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 试剂和材料	1
6 仪器设备	3
7 试样制备与贮存	3
8 测定步骤	3
9 结果计算和表述	5
10 方法灵敏度、准确度和精密度	5
附录 A（资料性） 71 种兽药及 3 种内标物质中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号	7
附录 B（资料性） 71 种兽药及 3 种内标物质的主要参考质谱参数	9
附录 C（资料性） 71 种兽药及 3 种内标物质特征离子质量色谱图	13

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。

本文件由深圳市分析测试协会归口。

本文件起草单位：深圳市农产品质量安全检验检测中心、深圳市莱博生物科技有限公司、深圳中联检测有限公司。

本文件主要起草人：陈丽云、钟名琴、何玉榆、吴雯娟、丁燕玲、罗燕、陈文俊、梁广男、梅婷、邱永为、李湘媛、徐艳清、刘国华、何雪玉。

畜禽产品皮脂组织中多兽药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了畜禽产品皮脂组织中 71 种兽药（磺胺及抗菌增效剂类 23 种、氟喹诺酮类 18 种、抗球虫药类 8 种、苯并咪唑类 6 种、大环内酯类 4 种、精神控制类 3 种、抗病毒类 5 种、酰胺醇类抗生素 4 种）残留的液相色谱-串联质谱检测方法。

本文件适用于鸡、鸭、猪、牛、羊等皮脂组织中 71 种兽药残留量的测定，其他畜禽产品皮脂组织可参照执行。

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 分析实验室用水规则和试验方法

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Na₂EDTA-McIlvaine缓冲液和酸化乙腈水溶液提取，提取液经分散固相萃取净化后用乙腈饱和正己烷溶液除脂，液相色谱-串联质谱仪测定，抗病毒类药物（金刚烷胺、奥司他韦、金刚乙胺、美金刚、咪喹莫特）和氯霉素采用内标法定量，其余药物采用外标法定量。

5 试剂和材料

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

5.1 试剂

- 5.1.1 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。
- 5.1.2 甲醇（CH₃OH），色谱纯。
- 5.1.3 正己烷（C₆H₁₄）：色谱纯。
- 5.1.4 甲酸（HCOOH）：色谱纯。
- 5.1.5 乙酸铵（CH₃COONH₄）：色谱纯。
- 5.1.6 无水磷酸氢二钠（Na₂HPO₄）。
- 5.1.7 乙二胺四乙酸二钠·二水（C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈·2H₂O）。
- 5.1.8 柠檬酸·一水（C₆H₈O₇·H₂O）。
- 5.1.9 氢氧化钠（NaOH）。

5.2 溶液配制

- 5.2.1 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液：称取无水磷酸氢二钠（5.1.6）10.9 g、乙二胺四乙酸二钠·二水（5.1.7）3 g 和柠檬酸·一水（5.1.8）12.9 g，用水溶解并定容至 1000 mL。
- 5.2.2 80% 乙腈水溶液（含 0.2% 甲酸）：准确量取乙腈（5.1.1）800 mL，加入甲酸（5.1.4）2 mL，

用水定容至 1000 mL，混匀存放。

5.2.3 甲醇+水+甲酸(10+90+0.09)溶液：准确量取甲醇(5.1.2) 10 mL、水 90 mL 和甲酸(5.1.4) 0.09 mL 溶液，混匀存放。

5.2.4 乙腈饱和正己烷溶液：量取正己烷(5.1.3) 100 mL 于 250 mL 分液漏斗，加于少量乙腈(5.1.1)，剧烈振摇数分钟，静止分层后，弃去下层乙腈层即得。

5.2.5 1 mol/L 氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠(5.1.9) 4 g，用水溶解并定容至 100 mL。

5.2.6 0.03 mol/L 氢氧化钠溶液：量取 1 mol/L 氢氧化钠溶液 3 mL，用水稀释并定容至 100 mL。

5.2.7 5 mmol/L 乙酸铵溶液(含 0.05%甲酸)：称取乙酸铵(5.1.5) 0.385 g，用水溶解，加入甲酸(5.1.4) 0.5 mL 后用水稀释并定容至 1000 mL。

5.3 标准品

5.3.1 71 种兽药及 3 种内标物质标准品：均为有证标准物质，纯度均 $\geq 95\%$ 。

5.3.2 按照化学品的性质，将 71 种兽药标准品分为 A 磺胺及抗菌增效剂类、B 氟喹诺酮类、C 抗球虫药类、D 苯并咪唑类、E 大环内酯类、F 精神控制类、G 抗病毒类、H 酰胺醇类抗生素共 8 组，71 种兽药及 3 种内标物质中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号详见附录 A。

5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液(1 mg/mL)：精密称取适量单个标准品(相当于各活性成分约 10 mg)，磺胺及抗菌增效剂类、抗球虫药类、苯并咪唑类、大环内酯类、抗病毒类、精神控制类、酰胺醇类抗生素用甲醇溶解并稀释定容至 10 mL 容量瓶中，氟喹诺酮类药物用 0.03 mol/L 氢氧化钠溶液(5.2.6)溶解并稀释定容至 10 mL 容量瓶中，分别配制成浓度均为 1 mg/mL 的标准储备液。 -18°C 以下保存，有效期为 6 个月。

5.4.2 内标储备液(100 $\mu\text{g/mL}$)：精密称取适量金刚烷胺-D₁₅、美金刚-D₆、氯霉素-D₅ 内标物质(相当于各活性成分约 1 mg)，分别用甲醇溶解并稀释定容至 10 mL 容量瓶中，配制成浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的内标储备液。 -18°C 以下保存，有效期为 6 个月。

5.4.3 混合标准中间液(10 $\mu\text{g/mL}$)：分别精密量取 1 mg/mL 的标准储备液各 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，按组分别配制成浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准中间液。 -18°C 以下保存，有效期为 3 个月。

5.4.4 混合标准工作液(1 $\mu\text{g/mL}$)：精密量取 10 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，按组分别配制成浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液。 -18°C 以下保存，有效期为 1 个月。

5.4.5 混合标准工作液(0.1 $\mu\text{g/mL}$)：精密量取 1 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，按组分别配制成浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液。 -18°C 以下保存，有效期为 3 周。

5.4.6 混合内标中间液(10 $\mu\text{g/mL}$)：分别精密量取 100 $\mu\text{g/mL}$ 的内标储备液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，配制成浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的混合内标中间液。 -18°C 以下保存，有效期为 3 个月。

5.4.7 混合内标工作液(0.1 $\mu\text{g/mL}$)：精密量取 10 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，配制成浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的混合内标工作液。 -18°C 以下保存，有效期为 3 周。

5.5 材料

5.5.1 萃取盐包：每份含 4 g 硫酸钠及 1 g 氯化钠。

5.5.2 净化盐包：Cleanert MAS-Q (MS-9PA0228)¹⁾，含有 PSA 和 C₁₈。

5.5.3 50 mL 管陶瓷均质子，长度为 2.3 cm，外径为 0.9 cm，或规格相当者。

1) Cleanert MAS-Q 是 Agela 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

5.5.4 微孔滤膜：0.22 μm ，水溶性 PTFE。

6 仪器设备

- 6.1 液相色谱-串联质谱仪：带电喷雾离子源 (ESI)。
- 6.2 分析天平：感量 0.00001 g、0.001 g 和 0.01 g。
- 6.3 涡旋振荡器。
- 6.4 高速冷冻离心机：最高速度不低于 14 000 r/min。
- 6.5 氮吹仪。
- 6.6 超声波清洗仪。
- 6.7 均质机。

7 试样制备与贮存

7.1 试样制备

取适量新鲜或解冻的空白或供试组织，绞碎，并使均质。

- 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；
- c) 取均质后的空白样品，添加适宜浓度的标准工作液，作为空白添加试样。

7.2 试样贮存

将试样置于 -18°C 及以下条件冷冻避光保存。

8 测定步骤

8.1 提取

准确称取均质后的试样 2.00 g（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入混合内标工作液 50 μL （5.4.7）。再加入 2.0 mL $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ 缓冲液（5.2.1）及 1 粒陶瓷均质子（5.5.3），涡旋 2 min；加入 80% 乙腈水溶液（含 0.2% 甲酸）（5.2.2）10.0 mL，涡旋 5 min，超声 10 min；再加入萃取盐包（5.5.1），涡旋 2 min 后，静置 10 min 盐析分层， 4°C 12000 r/min 离心 6 min，转移上清液，待净化。

8.2 净化

移取上述上清液 3.0 mL 转移至 15 mL 离心管，加入净化盐包（5.5.2）净化，涡旋 5 min， 4°C 12000 r/min 离心 6 min，将上层清液转移至另一洁净 15 mL 离心管， 45°C 水浴浓缩至少于 0.5 mL。残留液用甲醇+水+甲酸（10+90+0.09）溶液（5.2.3）定容至 1.00 mL，混匀。加入 2.0 mL 乙腈饱和正己烷溶液（5.2.4），涡旋 2 min，静置分层， 4°C 12000 r/min 离心 6 min，取下层液过微孔滤膜（5.5.4）后，供液相色谱-串联质谱仪测定。

8.3 基质匹配标准曲线的制备

精密量取混合标准工作液适量，分别加入 5 份空白样品中，按照 8.1 和 8.2 的步骤提取和净化，配制成磺胺类及抗菌增效剂、氟喹诺酮类和抗病毒类药物质量浓度均为 1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；抗球虫药类和苯并咪唑类药物质量浓度均为 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；大环内酯类药物、氟苯尼考、氟苯尼考胺和甲砒霉素浓度为 1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、300 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；精神控制类药物和氯霉素浓度为 0.100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的基质匹配系列混合标准溶液，供液相色谱-串联质谱仪测定。抗病毒类药物和氯霉素以被测组分峰面积与对应内标峰面积的比值为纵坐标，以被测组分浓度与对应内标浓度的比值为横坐标，其他药物以测得特征离子峰面积为纵坐标，对应的标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线，求回归方程和相关系数。

8.4 测定

8.4.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱: C₁₈, 1.7 μm, 100 mm×2.1 mm (内径), 或性能相当者;
- b) 柱温: 40°C;
- c) 进样量: 5.0 μL;
- d) 流速: 0.3 mL/min;
- e) 流动相: 正离子模式: A 相: 5 mmol/L 乙酸铵溶液 (含 0.05% 甲酸); B 相: 甲醇; 负离子模式: A 相: 水; B 相: 甲醇。

梯度洗脱条件见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱条件

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

8.4.2 质谱参考条件

- a) 离子源: 电喷雾离子源;
- b) 检测方式: 多反应监测 (MRM);
- c) 质谱仪器参数见表 2;
- d) 保留时间、定性离子对、定量离子对及锥孔电压、碰撞能量见附录 B。

表 2 质谱仪器参数

仪器参数	扫描方式	
	正离子模式	负离子模式
电喷雾电压 (IS)	5500 V	-4500 V
气帘气压力 (CUR)	30 psi	30 psi
雾化器温度 (TEM)	600°C	600°C
雾化器压力 (GS1)	50 psi	50 psi
辅助器压力 (GS2)	60 psi	60 psi

8.4.3 定性测定

根据液相色谱-质谱条件测定样品和基质匹配标准溶液, 如果检测的质量色谱峰保留时间与基质匹配标准溶液一致, 允许偏差小于±2.5%; 定性离子对的相对离子丰度与浓度相当基质匹配标准溶液的相对丰度一致, 相对丰度允许偏差不超过表 4 规定的范围, 则可判断样品中存在对应的被测物。

表 3 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

相对丰度	允许偏差 (%)
>50	±20
20~50	±25
10~20	±30
≤10	±50

8.4.4 定量测定

按8.4.1和8.4.2设定仪器条件,抗病毒类药物和氯霉素以被测组分峰面积与对应内标峰面积的比值为纵坐标,以基质匹配标准溶液浓度与对应内标浓度的比值为横坐标,其他药物以测得特征离子峰面积为纵坐标,以基质匹配标准溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线,作单点或多点校准,以色谱峰面积定量。其中,抗病毒类药物(金刚烷胺、奥司他韦、金刚乙胺、美金刚、咪喹莫特)和氯霉素采用内标法定量,内标物质见附录B;其余药物采用外标法定量,基质匹配标准溶液及试样溶液中的目标物响应值均应在仪器检测的线性范围内。标准溶液特征离子质量色谱图见附录C。

8.5 空白试验

取空白试样,除不加标准溶液外,采取完全相同的测定条件和步骤进行。

9 结果计算和表述

试样中抗病毒类药物(金刚烷胺、奥司他韦、金刚乙胺、美金刚、咪喹莫特)和氯霉素的残留量按标准曲线或公式(1)计算,其他药物的残留量按标准曲线或公式(2)计算。计算结果需扣除空白值,保留三位有效数字。

$$X = \frac{A \times C_s \times A_{si} \times C_i \times V_1 \times V_3 \times 1000}{(A_s - A_b) \times A_i \times C_{si} \times m \times V_2 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$X = \frac{A \times C_s \times V_1 \times V_3 \times 1000}{(A_s - A_b) \times m \times V_2 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X ——试样中各种药物残留量的数值,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- A ——试样溶液中各种药物的色谱峰面积;
- A_b ——空白溶液中各种药物的色谱峰面积;
- A_s ——基质匹配标准溶液中各种药物的色谱峰面积;
- A_i ——试样溶液中内标物的色谱峰面积;
- A_{si} ——基质匹配标准溶液中内标物的色谱峰面积;
- C_s ——基质匹配标准溶液中各种药物浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);
- C_i ——试样溶液中内标物浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);
- C_{si} ——基质匹配标准溶液中内标物浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);
- V₁ ——试样提取体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₂ ——试样移取体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₃ ——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)。

10 方法灵敏度、准确度和精密度

10.1 灵敏度

本方法精神控制类和氯霉素药物的方法检出限为0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$,方法定量限为0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$;磺胺及抗菌增效剂类、氟喹诺酮类、大环内酯类、抗病毒类、氟苯尼考、氟苯尼考胺和甲砒霉素药物的方法检出限为1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,方法定量限为3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$;抗球虫药类、苯并咪唑类药物的方法检出限为10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,方法定量限为30.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 准确度

本方法磺胺及抗菌增效剂类、氟喹诺酮类和抗病毒类在 1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平, 抗球虫药类和苯并咪唑类在 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平, 大环内酯类、氟苯尼考、氟苯尼考胺和甲砒霉素在 1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~300 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平, 精神控制类和氯霉素在 0.100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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 $\leq 15\%$, 批间相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

附录 A
(资料性)

71 种兽药及 3 种内标物质中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号

71 种兽药中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号见表 A.1。

表 A.1 71 种兽药中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号

药物分类	化合物名称	英文通用名称	化学分子式	CAS号
A磺胺及抗菌增效剂类	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	68-35-9
	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	57-68-1
	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxypyridazine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	80-35-3
	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	1220-83-3
	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₂ S ₂	144-82-1
	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	80-32-0
	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	127-79-7
	磺胺吡啶	Sulfapyridine	C ₁₁ H ₁₁ N ₃ O ₂ S	144-83-2
	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	526-08-9
	磺胺甲恶唑	Sulfamethoxazole	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	723-46-6
	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	2447-57-6
	磺胺喹恶琳	Sulfaquinoxaline	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	59-40-5
	磺胺醋酰	Sulfacetamide	C ₈ H ₁₀ N ₂ O ₃ S	144-80-9
	磺胺二甲异恶唑	Sulfisoxazole	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	127-69-5
	磺胺噻唑	Sulfathiazole	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂ S ₂	72-14-0
	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	651-06-9
	磺胺二甲唑	Sulfamoxol	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	729-99-7
	磺胺苯酰	Sulfabenzamide	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₃ S	127-71-9
	磺胺二甲异嘧啶	Sulfisomidine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	515-64-0
	磺胺二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	122-11-2
	磺胺硝苯	Sulfanitran	C ₁₄ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	122-16-7
磺胺氯吡嗪	Sulfaclozine	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	102-65-8	
甲氧苄啶	Trimethoprim	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	738-70-5	
B氟喹诺酮类	恩诺沙星	Enrofloxacin	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₃	93106-60-6
	环丙沙星	Ciprofloxacin	C ₁₇ H ₁₈ FN ₃ O ₃	85721-33-1
	沙拉沙星	Sarafloxacin	C ₂₀ H ₁₇ F ₂ N ₃ O ₃	98105-99-8
	达氟沙星	Danofloxacin	C ₁₉ H ₂₀ FN ₃ O ₃	112398-08-0
	氧氟沙星	Ofloxacin	C ₁₈ H ₂₀ FN ₃ O ₄	82419-36-1
	洛美沙星	Lomefloxacin	C ₁₇ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃	98079-51-7
	培氟沙星	Pefloxacin	C ₁₇ H ₂₀ FN ₃ O ₃	70458-92-3
	诺氟沙星	Norfloxacin	C ₁₆ H ₁₈ FN ₃ O ₃	70458-96-7
	吡哌酸	Pipemidic acid	C ₁₄ H ₁₇ N ₅ O ₃	51940-44-4
	双氟沙星	Difloxacin	C ₂₁ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃	98106-17-3
	奥比沙星	Orbifloxacin	C ₁₉ H ₂₀ F ₃ N ₃ O ₃	113617-63-3
	司帕沙星	Sparfloxacin	C ₁₉ H ₂₂ F ₂ N ₄ O ₃	110871-86-8
	氟罗沙星	Fleroxacin	C ₁₇ H ₁₈ F ₃ N ₃ O ₃	79660-72-3
	依诺沙星	Enoxacin	C ₁₅ H ₁₇ FN ₄ O ₃	74011-58-8
	萘啶酸	Nalidixic acid	C ₁₂ H ₁₂ N ₂ O ₃	389-08-2
	恶喹酸	Oxolinic acid	C ₁₃ H ₁₁ NO ₅	14698-29-4
	西诺沙星	Cinoxacin	C ₁₂ H ₁₀ N ₂ O ₅	28657-80-9
	麻保沙星	Marbofloxacin	C ₁₇ H ₁₉ FN ₄ O ₄	115550-35-1

表 A.1 71 种兽药中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号 (续)

药物分类	化合物名称	英文通用名称	化学分子式	CAS号
C抗球虫药类	氯羟吡啶	Clopidol	C ₇ H ₇ Cl ₂ NO	2971-90-6
	乙氧酰胺苯甲酯	Ethopabate	C ₁₂ H ₁₅ NO ₄	59-06-3
	常山酮	Halofuginone	C ₁₆ H ₁₇ BrClN ₃ O ₃	55837-20-2
	妥曲珠利亚砒	Toltrazuril sulfoxide	C ₁₈ H ₁₄ F ₃ N ₃ O ₅ S	69004-15-5
	妥曲珠利	Toltrazuril	C ₁₈ H ₁₄ F ₃ N ₃ O ₄ S	69004-03-1
	硝米特	3,5-Dinitrobenzamide	C ₇ H ₅ N ₃ O ₅	121-81-3
	二硝托胺	Dinitolmide	C ₈ H ₇ N ₃ O ₅	148-01-6
	尼卡巴嗪代谢物	4,4'-Dinitrocarbanilide	C ₁₃ H ₁₀ N ₄ O ₅	587-90-6
D苯并咪唑类	噻苯达唑	Thiabendazole	C ₁₀ H ₇ N ₃ S	148-79-8
	奥芬达唑	Oxfendazole	C ₁₅ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	53716-50-0
	阿苯达唑	Albendazole	C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₂ S	54965-21-8
	阿苯达唑-2-氨基砒	2-Amino-5-propylsulphonylbenzimidazole	C ₁₀ H ₁₃ N ₃ O ₂ S	80983-34-2
	阿苯达唑亚砒	Albendazole S-oxide	C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₃ S	54029-12-8
	阿苯达唑砒	Albendazole Sulfone	C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₄ S	75184-71-3
E大环内酯类	替米考星	Tilmicosin	C ₄₆ H ₈₀ N ₂ O ₁₃	108050-54-0
	竹桃霉素	Oleandomycin Phosphate	C ₃₅ H ₆₄ NO ₁₆ P	7060-74-4
	克林霉素	Clindamycin	C ₁₈ H ₃₃ ClN ₂ O ₅ S	18323-44-9
	交沙霉素	Josamycin	C ₄₂ H ₆₉ NO ₁₅	16846-24-5
F精神控制类	咔唑心安	Carazolol	C ₁₈ H ₂₂ N ₂ O ₂	57775-29-8
	氟哌啶醇	Haloperidol	C ₂₁ H ₂₃ ClFNO ₂	52-86-8
	乙酰丙嗪	Acepromazine	C ₁₉ H ₂₂ N ₂ OS	61-00-7
G抗病毒类	金刚烷胺	Amantadine	C ₁₀ H ₁₇ N	768-94-5
	奥司他韦	Oseltamivir	C ₁₆ H ₂₈ N ₂ O ₄	196618-13-0
	金刚乙胺	Rimantadine hydrochloride	C ₁₂ H ₂₂ ClN	1501-84-4
	美金刚	Memantine	C ₁₂ H ₂₁ N	19982-08-2
	咪喹莫特	Imiquimod	C ₁₄ H ₁₆ N ₄	99011-02-6
H酰胺醇类抗生素	氯霉素	Chloramphenicol	C ₁₁ H ₁₂ Cl ₂ N ₂ O ₅	56-75-7
	氟苯尼考	Florfenicol	C ₁₂ H ₁₄ Cl ₂ FNO ₄ S	73231-34-2
	氟苯尼考胺	Florfenicol amine	C ₁₀ H ₁₅ ClFNO ₃ S	108656-33-3
	甲砒霉素	Thiamphenicol	C ₁₂ H ₁₅ C ₁₂ NO ₅ S	15318-45-3

A.1 3种内标物质中英文通用名称、化学分子式和CAS号见表A.2。

表 A.2 3种内标物质中英文通用名称、化学分子式和CAS号

化合物名称	英文通用名称	化学分子式	CAS号
金刚烷胺-D ₁₅	Amantadine-D ₁₅	C ₁₀ H ₂ D ₁₅ N	33830-10-3
美金刚-D ₆	Memantine-D ₆ hydrochloride	C ₁₂ H ₁₆ D ₆ NCl	1189713-18-5
氯霉素-D ₅	Chloramphenicol-D ₅	C ₁₁ H ₇ Cl ₂ D ₅ N ₂ O ₅	202480-68-0

附录 B

(资料性)

71 种兽药及 3 种内标物质的主要参考质谱参数

71 种兽药及 3 种内标物质的保留时间、定性离子对、定量离子对及锥孔电压、碰撞能量见表 B.1。

表 B.1 保留时间、定性离子对、定量离子对及锥孔电压、碰撞能量

化合物名称	保留时间 min	离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV	内标物质
磺胺嘧啶	2.37	251.1>156.2*	40	23	/
		251.1>108.2		34	
磺胺二甲嘧啶	3.59	279.2>186.2*	60	24	/
		279.2>156.2		27	
磺胺甲氧哒嗪	3.72	281.2>156.2*	75	25	/
		281.2>126.0		27	
磺胺间甲氧嘧啶	4.26	281.1>156.0*	75	25	/
		281.1>108.1		36	
磺胺甲噻二唑	3.41	271.1>156.1*	65	21	/
		271.1>108.1		36	
磺胺氯哒嗪	3.97	285.0>156.0*	65	21	/
		285.0>108.0		37	
磺胺甲基嘧啶	2.94	265.2>156.1*	50	23	/
		265.2>172.1		23	
磺胺吡啶	2.78	250.2>156.1*	40	22	/
		250.2>184.1		24	
磺胺苯吡唑	5.41	315.1>158.1*	60	36	/
		315.1>108.0		40	
磺胺甲恶唑	4.12	254.2>156.0*	40	21	/
		254.2>108.2		33	
磺胺邻二甲氧嘧啶	4.48	311.2>156.2*	60	30	/
		311.2>108.0		36	
磺胺噻恶啉	6.34	301.2>156.2*	50	23	/
		301.2>108.0		37	
磺胺醋酰	2.08	215.0>92.0*	20	27	/
		215.0>108.0		26	
磺胺二甲异恶唑	4.47	268.1>156.1*	50	22	/
		268.1>113.1		25	
磺胺噻唑	2.56	256.1>156.1*	50	21	/
		256.1>108.1		34	
磺胺对甲氧嘧啶	3.30	281.1>156.1*	60	23	/
		281.1>215.1		24	
磺胺二甲唑	3.36	268.0>156.0*	50	22	/
		268.0>108.0		46	
磺胺苯酰	4.81	277.1>156.0*	60	19	/
		277.1>108.0		32	
磺胺二甲异嘧啶	2.46	279.1>124.0*	60	47	/
		279.1>186.0		24	
磺胺二甲氧嘧啶	5.96	311.2>156.2*	60	25	/
		311.2>108.0		36	
磺胺硝苯	8.21	335.9>156.1*	90	19	/
		335.9>198.2		24	

表B.1 保留时间、定性离子对、定量离子对及锥孔电压、碰撞能量（续）

化合物名称	保留时间 min	离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV	内标物质
磺胺氯吡嗪	5.48	285.0>92.0*	95	40	/
		285.0>156.0		17	
甲氧苄啶	3.46	291.1>230.1*	95	33	/
		291.1>123.1		34	
恩诺沙星	4.21	360.3>342.3*	70	30	/
		360.3>316.3		27	
环丙沙星	4.02	332.2>314.2*	65	32	/
		332.2>231.2		51	
沙拉沙星	4.73	386.3>368.2*	70	34	/
		386.3>342.2		26	
达氟沙星	4.17	358.3>340.3*	65	33	/
		358.3>255.1		55	
氧氟沙星	3.66	362.3>318.2*	70	28	/
		362.3>261.2		38	
洛美沙星	4.32	352.3>265.2*	70	33	/
		352.3>308.2		25	
培氟沙星	3.73	334.3>316.3*	70	31	/
		334.3>290.3		26	
诺氟沙星	3.84	320.2>302.1*	130	30	/
		320.2>276.1		24	
吡哌酸	3.09	304.3>217.0*	70	30	/
		304.3>189.0		41	
双氟沙星	4.61	400.0>299.0*	80	30	/
		400.0>356.0		32	
奥比沙星	4.44	396.0>352.0*	80	24	/
		396.0>295.2		32	
司帕沙星	5.49	393.0>349.2*	80	30	/
		393.0>292.0		38	
氟罗沙星	3.44	370.0>326.1*	80	27	/
		370.0>269.2		35	
依诺沙星	3.68	321.3>303.3*	65	28	/
		321.3>232.2		49	
萘啶酸	7.89	233.2>215.0*	75	34	/
		233.2>187.1		22	
恶喹酸	6.20	262.2>244.2*	70	26	/
		262.2>216.1		40	
西诺沙星	5.49	263.1>217.1*	55	30	/
		263.1>245.0		24	
麻保沙星	3.30	363.4>320.3*	80	28	/
		363.4>72.0		22	
氯羟吡啶	3.11	192.2>100.9*	80	35	/
		192.2>86.9		42	
乙氧酰胺苯甲酯	7.38	238.1>206.0*	60	20	/
		238.1>136.0		30	
常山酮	7.86	416.0>100.0*	110	26	/
		416.0>138.0		27	
妥曲珠利亚砒	9.88	442.0>233.2*	136	39	/
		442.0>133.1		49	
妥曲珠利	3.98	424.0>424.0*	-40	-5	/

表B.1 保留时间、定性离子对、定量离子对及锥孔电压、碰撞能量（续）

化合物名称	保留时间 min	离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV	内标物质
硝米特	3.17	210.0>167.0*	-30	-17	/
		210.0>62.9		-19	
二硝托胺	3.15	224.1>181.0*	-95	-17	/
		224.1>151.0		-25	
尼卡巴嗪代谢物	3.93	301.0>137.0*	-28	-14	/
		301.0>107.0		-35	
噻苯达唑	4.81	202.0>131.1*	87	36	/
		202.0>175.1		27	
奥芬达唑	7.74	316.0>158.7*	85	38	/
		316.0>190.8		28	
阿苯达唑	10.1	266.0>233.9*	77	24	/
		266.0>190.9		45	
阿苯达唑-2-氨基砒	3.15	240.2>198.2*	130	27	/
		240.2>132.9		42	
阿苯达唑亚砒	6.20	282.2>240.2*	130	17	/
阿苯达唑砒	6.37	298.2>266.1*	140	29	/
		298.2>159.3		49	
替米考星 替米考星	8.51	869.6>696.6*	120	55	/
		869.6>174.1		55	
竹桃霉素	8.77	688.4>158.2*	100	34	/
		688.4>544.3		24	
克林霉素	8.25	425.2>126.1*	110	34	/
		425.2>377.3		27	
交沙霉素	10.15	828.5>174.0*	140	41	/
		828.5>109.0		66	
咪唑心安	6.05	299.2>222.2*	120	29	/
		299.2>116.1		26	
氟哌啶醇	8.59	376.2>123.0*	90	58	/
		376.2>165.1		33	
乙酰丙嗪	9.20	327.2>58.0*	100	63	/
		327.2>85.9		25	
金刚烷胺	4.75	152.1>135.1*	145	24	金刚烷胺 -D ₁₅
		152.1>93.1		24	
奥司他韦	8.39	313.2>166.0*	100	30	金刚烷胺 -D ₁₅
		313.2>225.1		20	
金刚乙胺	7.76	180.2>81.1*	135	30	美金刚-D ₆
		180.2>163.1		39	
美金刚	8.24	180.2>163.1*	95	20	美金刚-D ₆
		180.2>107.2		33	
咪唑莫特	6.41	241.9>185.3*	100	36	美金刚-D ₆
		241.9>168.2		50	
氯霉素	3.29	321.0>152.0*	-50	-27	氯霉素-D ₅
		321.0>257.0		-17	
氟苯尼考	3.03	356.0>336.0*	-50	-14	/
		356.0>185.0		-26	
氟苯尼考胺	1.49	248.2>130.1*	-50	-30	/
		248.2>230.1		-16	
甲砒霉素	2.81	354.0>185.0*	-50	-27	/
		354.0>290.0		-18	

表B.1 保留时间、定性离子对、定量离子对及锥孔电压、碰撞能量（续）

化合物名称	保留时间 min	离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV	内标物质
金刚烷胺-D ₁₅	4.60	167.1>150.1	145	37	/
美金刚-D ₆	8.23	186.3>169.3	135	20	/
氯霉素-D ₅	3.35	326.0>157.0	-50	-26	/

注：带*为定量离子对。

附录 C

(资料性)

71 种兽药及 3 种内标物质特征离子质量色谱图

71 种兽药及 3 种内标物质特征离子质量色谱图见图 C.1。

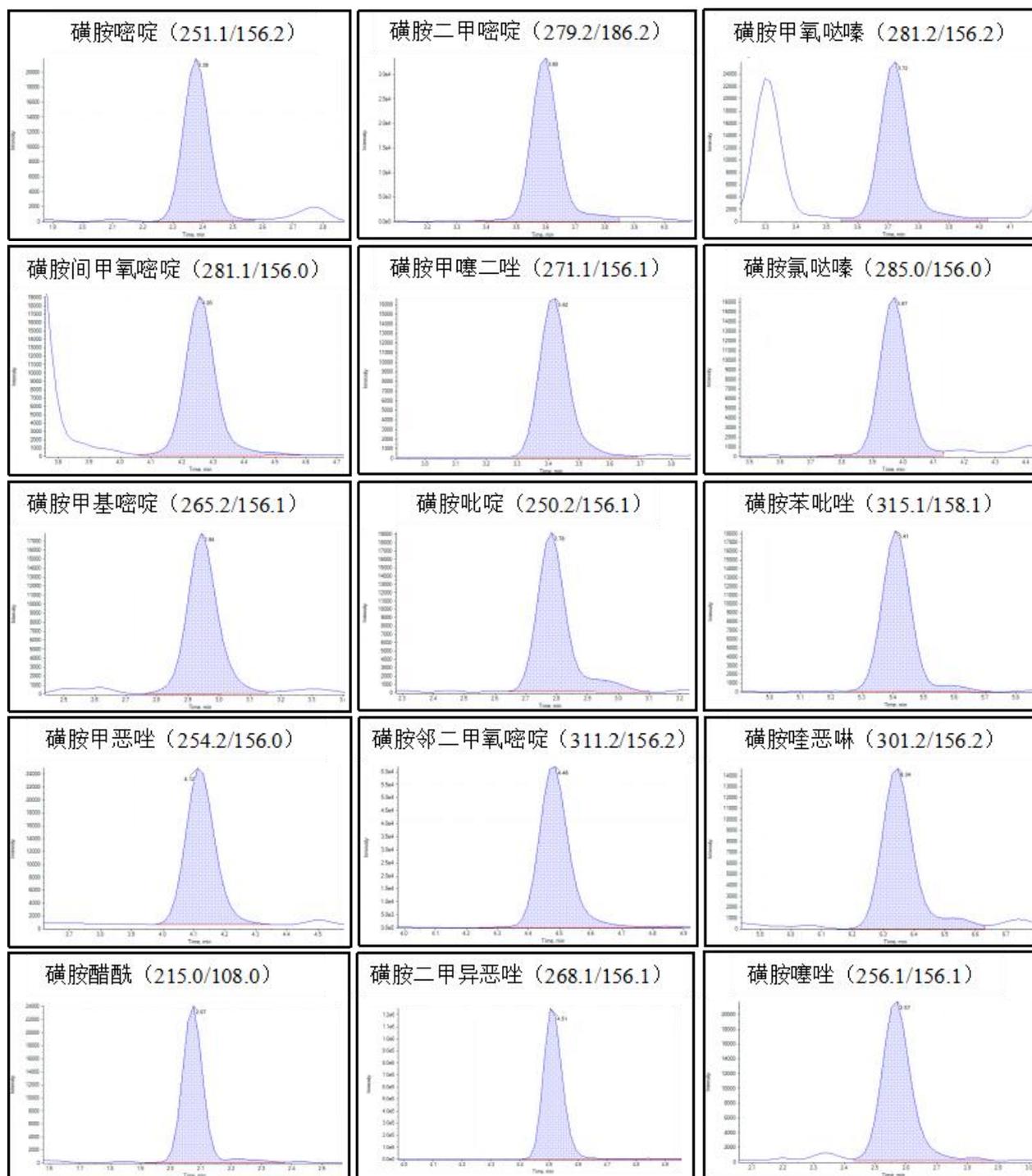
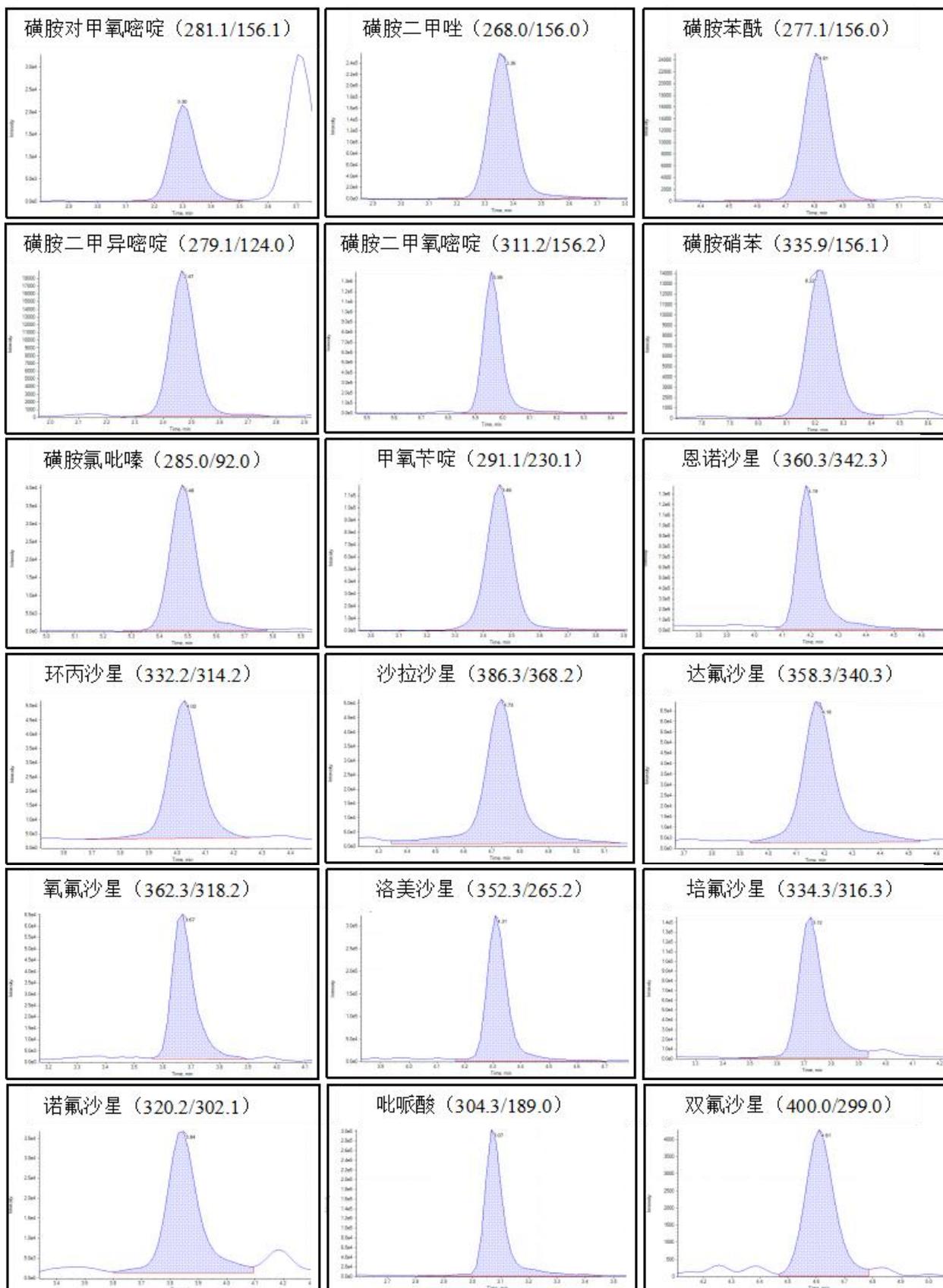
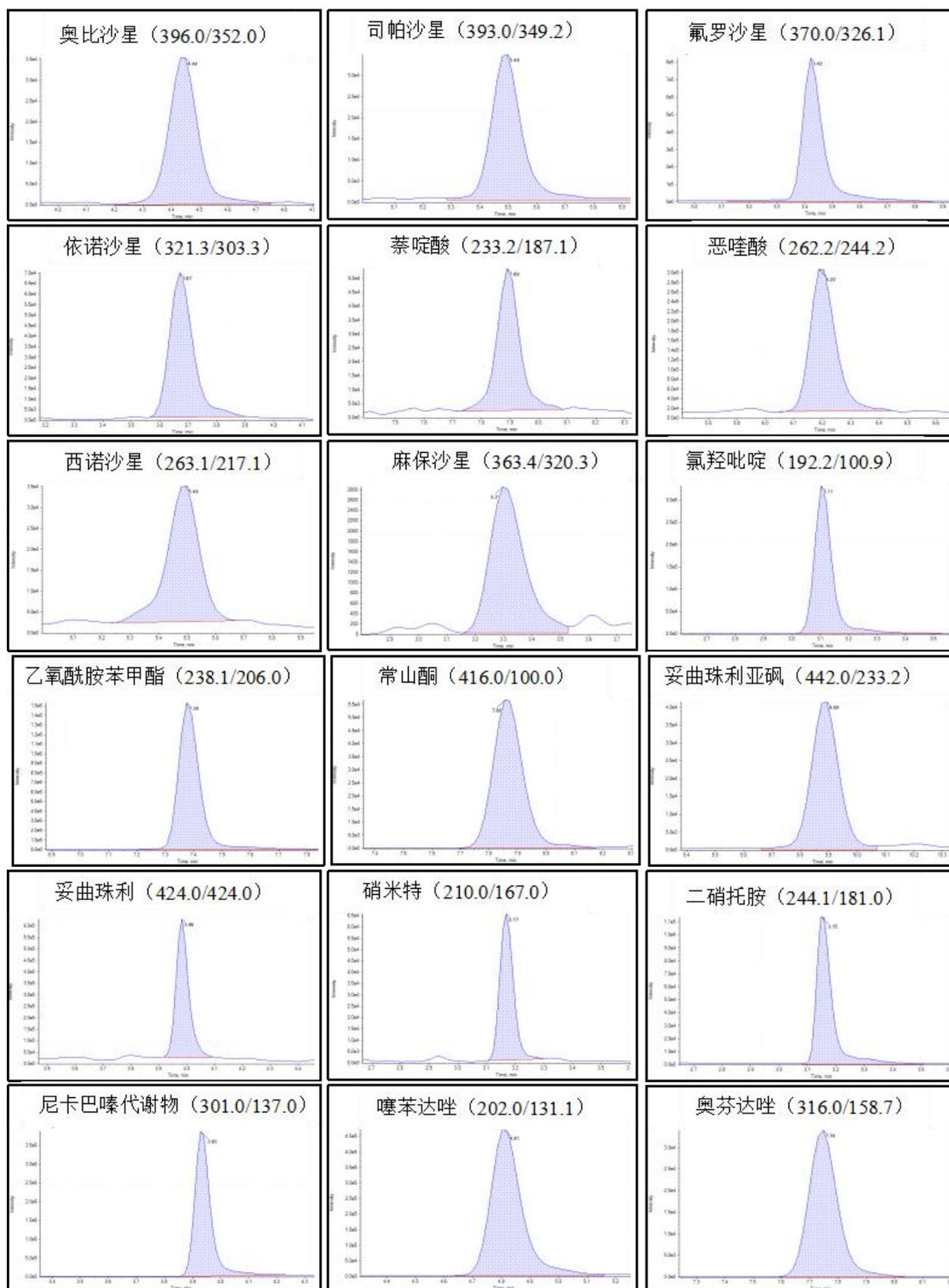


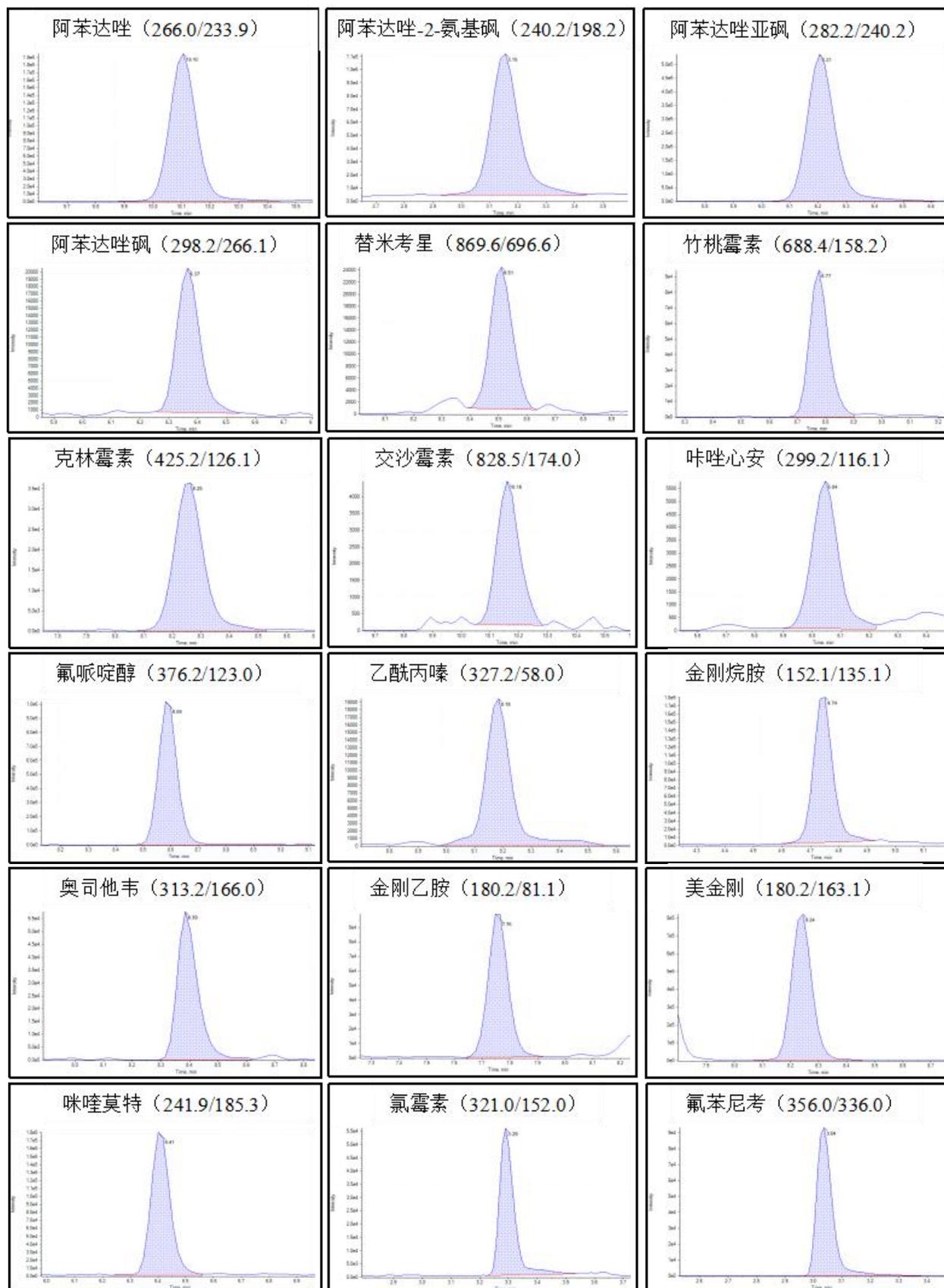
图 C.1 种兽药及其代谢物和 3 种内标物质特征离子质量色谱图



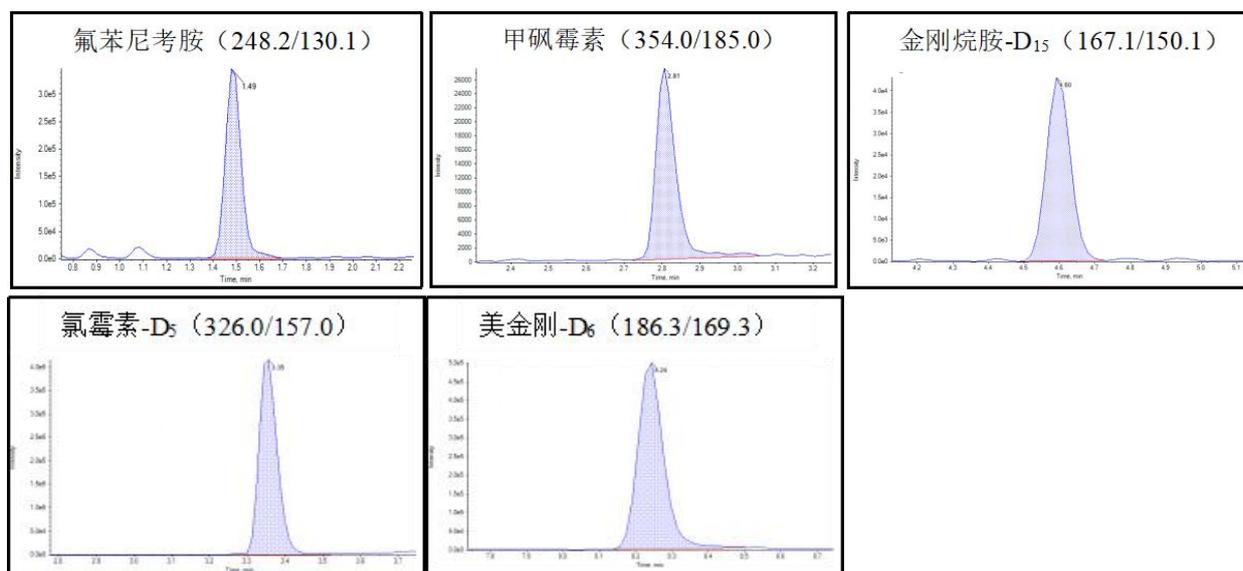
图C.1 71种兽药及其代谢物和3种内标物质特征离子质量色谱图（续）



图C.1 71种兽药及其代谢物和3种内标物质特征离子质量色谱图（续）



图C.1 71种兽药及其代谢物和3种内标物质特征离子质量色谱图 (续)



注：色谱图中各药物浓度为：（1）精神控制类和氯霉素药物浓度为 0.2 ng/mL；（2）磺胺及抗菌增效剂类、氟喹诺酮类、大环内酯类、抗病毒类、氟苯尼考、氟苯尼考胺和甲砒霉素药物浓度为 2.0 ng/mL；（3）抗球虫药类、苯并咪唑类药物 20.0 ng/mL。

图C.1 71种兽药及其代谢物和3种内标物质特征离子质量色谱图（续）