



中华人民共和国国家标准

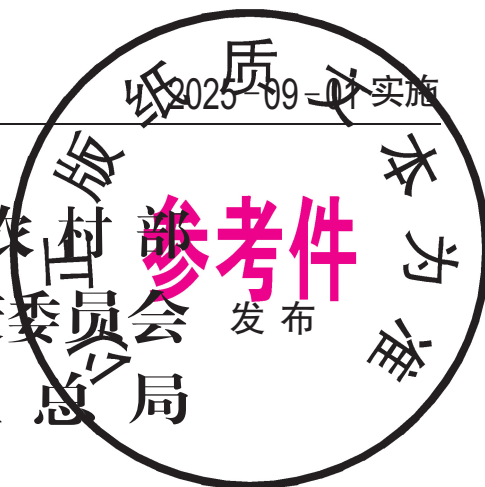
GB 31658.26—2025

食品安全国家标准 动物性食品中 127种药物残留量的筛查 液相 色谱-高分辨质谱法

National food safety standard—
Screening of 127 kinds of drug residues in animal derived food
by liquid chromatography-high resolution mass spectrometry method

2025-06-03 发布

中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局



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。



食品安全国家标准

动物性食品中 127 种药物残留量的筛查

液相色谱-高分辨质谱法

1 范围

本文件规定了动物性食品中 127 种药物残留筛查的制样和液相色谱-高分辨质谱检测方法。

本文件适用于畜禽等可食组织、禽蛋、羊奶和牛奶中 127 种药物残留的筛查。

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

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中目标物用 0.1 mol/L McIlvaine- Na_2EDTA 缓冲溶液和乙腈提取,氯化钠和无水硫酸钠盐析,固相萃取柱净化后,液相色谱-高分辨质谱检测分析。

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 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

5.1.2 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

5.1.3 甲酸(CHOOH):色谱纯。

5.1.4 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$):色谱纯。

5.1.5 二甲基亚砷($\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$)。

5.1.6 丙酮($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)。

5.1.7 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)。

5.1.8 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

5.1.9 枸橼酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。

5.1.10 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

5.1.11 氯化钠(NaCl)。

5.2 溶液配制

5.2.1 5%氨化甲醇:取氨水 5 mL,用甲醇稀释至 100 mL,混匀,即得。

5.2.2 20%甲醇溶液:取甲醇 20 mL,用水稀释至 100 mL,混匀,即得。

5.2.3 0.1 mol/L McIlvaine- Na_2EDTA 缓冲溶液:取磷酸氢二钠 44.08 g、乙二胺四乙酸二钠 37.2 g、枸橼酸 8.08 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。

5.2.4 0.1%甲酸溶液:取甲酸 0.5 mL,用水稀释至 500 mL,混匀,即得。

5.2.5 0.1%甲酸乙腈溶液:取甲酸 0.5 mL,用乙腈稀释至 500 mL,混匀,即得。

5.2.6 0.03%氨水溶液:取氨水 0.15 mL,用水稀释至 500 mL,混匀,即得。

5.2.7 0.03%氨化乙腈溶液:取氨水 0.15 mL,用乙腈稀释至 500 mL,混匀,即得。

5.3 标准品

16 类 127 种药物,信息详见附录 A。

5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液:取 127 种药物标准品各适量(相当于各有效成分 10 mg),精密称定,分别于 10 mL 棕色容量瓶中,加入附录 A 中表 A.1 每种药物对应的溶剂适量使溶解并用甲醇稀释定容至刻度,分别配成浓度均为 1 mg/mL 各药物的标准储备液,−18 °C 以下避光冷冻保存,保存期为 6 个月。其中,大环内酯类药物保存期为 3 个月,解热镇痛类药物、β-内酰胺类药物现用现配。

5.4.2 混合标准中间液:参照表 A.1 中药物的类别,移取每个类别中全部药物的标准储备液各 100 μL 于 10 mL 棕色容量瓶中,并用甲醇稀释至刻度,分别配成浓度为 10 μg/mL 的磺胺类、氟喹诺酮类、硝基咪唑类、抗病毒类、林可胺类、酰胺醇类、β-内酰胺类、喹噁啉类、解热镇痛类、精神类、大环内酯类、抗组胺类、截短侧耳类、驱虫类、农药类和其他类共 16 类混合标准中间液。现用现配。

5.4.3 混合标准工作液:分别准确移取适量的混合标准中间液,用 20% 甲醇溶液稀释成系列标准工作溶液,现用现配。

5.5 材料

5.5.1 HyperSep Retain PEP 固相萃取柱¹⁾:500 mg/6 mL,填料为改性多孔聚苯乙烯 DVB,或相当者。

5.5.2 有机微孔尼龙滤膜:0.22 μm。

5.5.3 离心管:50 mL。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-高分辨质谱:配 ESI 源。

6.2 分析天平:感量 0.000 01 g。

6.3 分析天平:感量 0.01 g。

6.4 组织匀浆器。

6.5 涡旋混合器:200 次/min~3 000 次/min。

6.6 涡旋振荡器:500 r/min~3 000 r/min。

6.7 离心机:转速可达 7 000 r/min。

6.8 固相萃取装置。

6.9 氮吹仪。

7 试样的制备与保存

7.1 试样的制备

取适量新鲜或解冻的空白或供试组织,绞碎,并使均质。

取适量新鲜或解冻的空白或供试奶样品,混合均匀。

取适量新鲜或冷藏的空白或供试鸡蛋,去壳后混合均匀。

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;

1) 此处列出 HyperSep Retain PEP 固相萃取柱仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的固相萃取柱。

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 试样的保存

—18℃以下保存。

8 测定步骤

8.1 提取

8.1.1 肌肉、禽蛋

称取试料(5±0.05) g 于 50 mL 离心管中,加入 3.0 mL 0.1 mol/L McIlvaine-Na₂EDTA 缓冲溶液,涡旋 10 s,加入 10.0 mL 乙腈,涡旋混匀后,振荡 10 min,4 000 r/min 离心 5 min,转移上清液于另一 50 mL 离心管中,残渣用 3.0 mL 0.1 mol/L McIlvaine-Na₂EDTA 缓冲溶液和 10.0 mL 乙腈重复提取,合并 2 次上清液。上清液加入 6 g 无水硫酸钠和 1.5 g 氯化钠,涡旋 30 s,静置 10 min 后 7 000 r/min 离心 5 min,吸出上层液(乙腈层)备用。

8.1.2 牛奶、羊奶

称取试料(5±0.05) g 于 50 mL 离心管中,加入 20.0 mL 乙腈,涡旋混匀后,振荡 10 min,7 000 r/min 离心 5 min,转移上清液于另一 50 mL 离心管中。上清液加入 4 g 无水硫酸钠和 1 g 氯化钠,涡旋 30 s,静置 10 min 后 7 000 r/min 离心 5 min,吸出上层液(乙腈层)备用。

8.2 净化

HyperSep Retain PEP 固相萃取柱依次用 4 mL 甲醇和 4 mL 水活化平衡后,取 2 mL 备用液润洗小柱,弃去流出液。再移取适量备用液通过小柱,收集流出液并准确移取 4 mL 于 40℃下氮吹干,加入 200 μL 甲醇后涡旋混匀 10 s,再加入 800 μL 纯水涡旋混匀 30 s,超声 2 min 后,过 0.22 μm 尼龙微孔滤膜,上机测定。

8.3 测定

8.3.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:C₁₈柱,柱长 150 mm,内径 3.0 mm,粒径 1.8 μm,或性能相当者;
- b) 柱温:30℃;
- c) 进样量:10 μL;
- d) 流速:0.3 mL/min;
- e) 流动相:A 为正离子模式 0.1%甲酸水,负离子模式 0.03%氨水;B 为正离子模式 0.1%甲酸乙腈,负离子模式 0.03%氨水乙腈;正离子模式梯度洗脱程序见表 1,负离子模式梯度洗脱程序见表 2。

表 1 正离子模式流动相梯度洗脱程序

时间,min	A,%	B,%
0	95	5
1.0	95	5
15	5	95
17	5	95
17.1	95	5
22.0	95	5

表 2 负离子模式流动相梯度洗脱程序

时间,min	A,%	B,%
0	95	5
8	5	95
10	5	95
10.1	95	5
13	95	5

8.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源:电喷雾离子源(ESI^+ 和 ESI^-);
- b) 扫描方式:全扫描加自动触发二级扫描模式;
- c) 毛细管电压:3.2 kV(ESI^+)、2.8 kV(ESI^-);
- d) 离子传输管温度:325 °C ;
- e) 雾化气温度:350 °C ;
- f) 鞘气压:13.3 L/min;
- g) 辅助气压:3.3 L/min;
- h) 一级分辨率:70 000;
- i) 二级分辨率:17 500;
- j) 一级质谱驻留时间:100 ms;
- k) 二级质谱驻留时间:60 ms;
- l) 扫描质量范围:80 m/z ~1 000 m/z ;
- m) 碰撞能量:20 eV、40 eV、60 eV。

8.4 高分辨质谱数据库的构建

质谱库中包含各药物的保留时间、精确分子量、二级碎片离子、同位素丰度比和二级质谱图,127种药物物质谱库分析参数见附录A。

8.5 筛查

在5 ppm质量窗口范围内进行提取:

- a) 目标物信号响应 $S/N > 3$;当 S/N 不存在时,那么至少5个连续的扫描点才能确定为一个信号;
- b) 目标物保留时间与质谱库中的保留时间参数偏差 ≤ 0.2 min或者 $\pm 2.5\%$ 以内(不超过0.5 min);
- c) 目标物与高分辨质谱数据库相比,可以匹配上一级母离子和一个二级碎片离子,且一级母离子质量精度偏差 < 5 ppm,二级碎片离子质量精度偏差 < 10 ppm。

同时满足以上3项条件,则判定样品为疑似阳性样品。

注:质谱库保留时间需使用标准品不定期进行校正。

8.6 空白试验

取空白试样,除不加药物外,采用完全相同的操作步骤进行平行操作。

9 检测方法的灵敏度

本文件中127种药物的检出限见附录A。

127种药物标准溶液(10 $\mu\text{g/L}$)一级离子提取色谱图和二级质谱图见附录B。

附录 A
(资料性)

127 种药物质谱库分析参数

液相色谱-高分辨质谱法 127 种药物的中英文名称、溶剂、化学分子式、CAS 号、理论精确质量数、碎片离子、保留时间、检出限等信息见表 A.1。

表 A.1 127 种药物质谱库分析参数

类别	英文名称	中文名称	溶剂	化学分子式	CAS 号	纯度 %	离子化 模式	理论精确 质量数	碎片 1	碎片 2	碎片 3	碎片 4	保留时间 min	检出限 μg/kg
磺胺类	Sulfadimidine	磺胺二甲嘧啶	甲醇	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	57-68-1	99	M+H	279.091	156.011 4	124.086 9	108.044 4	204.043 5	8.47	5
	Sulfadoxine	磺胺邻二甲氧嘧啶	甲醇	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	2447-57-6	99	M+H	311.080 9	156.011 4	140.045 5	108.044 4	92.049 5	9.55	5
	Sulfafurazole	磺胺异噁唑	甲醇	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	127-69-5	98	M+H	268.075	156.011 1	108.044 6	92.049 9	—	9.84	5
	Sulfaguanidine	磺胺胍	甲醇	C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	57-67-0	98	M+H	215.059 7	156.011 4	108.044 4	92.049 5	60.055 6	3.47	5
	Sulfamerazine	磺胺甲嘧啶	5%氨化甲醇	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	127-79-7	98	M+H	265.075 4	190.028 1	156.011 4	108.044 4	110.071 3	7.92	5
	Sulfamethizole	磺胺甲噻二唑	甲醇	C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₂ S ₂	144-82-1	99	M+H	271.031 8	156.011 4	108.044 4	92.049 5	—	8.30	5
	Sulfamethoxazole	磺胺甲噁唑	甲醇	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	723-46-6	99	M+H	254.059 4	156.011 4	108.044 4	—	—	9.58	5
	Sulfametoxypyridazine	磺胺对甲氧嘧啶	5%氨化甲醇	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	651-06-9	98	M+H	281.070 3	108.044 7	156.011 2	126.066 2	92.049 9	8.96	5
	Sulfamethoxypyridazine	磺胺甲氧吡嗪	5%氨化甲醇	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	80-35-3	97.8	M+H	281.070 3	215.092 7	156.011 4	126.066 2	—	8.77	5
	Sulfamonomethoxine	磺胺间甲氧嘧啶	甲醇	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	1220-83-3	99.5	M+H	281.070 3	215.092 7	156.011 4	126.066 2	—	9.30	5
	Sulfamoxole	磺胺二甲唑	甲醇	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	729-99-7	99	M+H	268.075	156.011 1	108.044 6	92.049 9	113.071 2	8.04	5
	Sulfapyridine	磺胺吡啶	5%氨化甲醇	C ₁₁ H ₁₁ N ₃ O ₂ S	144-83-2	98	M+H	250.064 5	184.086 9	156.011 4	108.044 4	95.060 4	7.57	5
	Sulfaquinoxaline	磺胺喹恶啉	5%氨化甲醇	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	59-40-5	96	M+H	301.075 4	156.011 4	108.044 4	92.049 5	—	10.38	5
	Sulfathiazole	磺胺噻唑	甲醇	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂ S ₂	72-14-0	99.9	M+H	256.020 9	156.011 4	108.044 4	92.049 5	—	7.30	5
	Sulfisomidine	磺胺二甲异嘧啶	甲醇	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	515-64-0	98	M+H	279.091	124.086 9	108.044 4	156.011 4	204.043 1	6.57	5
	Trimethoprim	甲氧苄啶	甲醇	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	738-70-5	99.8	M+H	291.145 2	275.113 9	261.098 2	245.103 3	123.066 5	7.31	5
	Diaveridine	二甲氧苄啶	甲酸	C ₁₃ H ₁₆ N ₄ O ₂	5355-16-8	98	M+H	261.134 6	245.103 3	123.066 5	81.044 7	—	7.02	5
	Phthalylsulfathiazole	酞磺胺噻唑	甲醇	C ₁₇ H ₁₃ N ₃ O ₅ S ₂	85-73-4	98	M+H	404.036 9	149.023 1	256.020 3	108.044 6	156.011 1	9.06	5
	Sulfabenzamide	苯酰磺胺	甲醇	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₃ S	127-71-9	99.7	M+H	277.064 1	156.011 4	108.044 4	92.049 5	—	10.33	5
磺胺类	Sulfacetamide	磺胺醋酸酐	甲醇	C ₈ H ₁₀ N ₂ O ₃ S	144-80-9	98	M+H	215.048 5	173.037 9	156.011 4	108.044 4	92.049 5	6.84	5
	Sulfachloropyridazine	磺胺氯吡嗪	甲醇	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	80-32-0	99.4	M+H	285.020 8	156.011 4	108.044 4	92.049 5	—	9.25	5
	Sulfaclozine	磺胺氯吡嗪	甲醇	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	102-65-8	99	M+H	285.020 8	130.016 6	156.011 1	108.044 6	94.065 5	10.36	10
	Sulfadiazine	磺胺噻唑	5%氨化甲醇	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	68-35-9	99	M+H	251.059 7	156.011 4	108.044 4	92.049 5	—	7.15	5
	Sulfamimethoxyypyrimidine	磺胺间二甲氧嘧啶	甲醇	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	155-91-9	99.9	M+H	311.080 9	156.076 8	108.044 4	245.103 3	—	10.44	10

表 A.1 (续)

类别	英文名称	中文名称	溶剂	化学分子式	CAS 号	纯度 %	离子化 模式	理论精确 质量数	碎片 1	碎片 2	碎片 3	碎片 4	保留时间 min	检出限 μg/kg
喹 唑 酮 类	Marbifloxacin	马波沙星	5%氨化甲醇	$C_{17}H_{10}FN_4O_4$	11550-35-1	99.8	M+H	363.146 3	320.104 1	72.080 8	—	—	7.19	5
	Nadifloxacin	那氟沙星	5%氨化甲醇	$C_{19}H_{21}FN_2O_4$	124858-35-1	99.9	M+H	361.155 8	343.143 9	283.087 3	257.071 4	—	10.78	5
	Nalidixic acid	萘啶酸	5%氨化甲醇	$C_{12}H_{12}N_2O_3$	389-08-2	99.8	M+H	233.092 1	205.060 8	187.050 2	—	—	11.45	5
	Orbifloxacin	奥比沙星	5%氨化甲醇	$C_{19}H_{20}F_3N_3O_3$	113617-63-3	97	M+H	396.153	352.163 1	295.105 3	—	—	7.92	1
	Oxolinic acid	噁唑酸	5%氨化甲醇	$C_{13}H_{11}NO_5$	14698-29-4	98	M+H	262.071	244.060 4	234.039 7	—	—	9.96	5
	Pipemidic Acid	吡哌酸	甲醇	$C_{14}H_{17}N_3O_3$	51940-44-4	99.1	M+H	304.140 4	290.166 3	233.108 5	—	—	6.76	5
	Cinoxacin	西诺沙星	5%氨化甲醇	$C_{12}H_{10}N_2O_5$	28657-80-9	98	M+H	263.066 3	235.071 3	217.060 8	207.040 0	189.029 5	9.47	1
	Sarafloxacin	沙拉沙星	5%氨化甲醇	$C_{20}H_{17}F_2N_4O_3$	98105-99-8	97.7	M+H	386.131 1	342.141 3	299.099 ₁	—	—	8.18	5
	Sparfloxacin	司帕沙星	5%氨化甲醇	$C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$	110871-86-8	99.2	M+H	393.173 3	349.183 4	292.125 6	251.086 5	230.072 4	8.24	5
	Ciprofloxacin	环丙沙星	5%氨化甲醇	$C_{17}H_{18}FN_3O_3$	85721-33-1	99.4	M+H	332.140 5	288.150 7	245.108 5	231.056 4	—	7.41	5
	Danofloxacin	达氟沙星	甲醇	$C_{19}H_{30}FN_3O_3$	112398-08-0	99.8	M+H	358.156 2	314.166 3	283.124 1	257.108 5	96.080 8	7.55	5
	Difloxacin	二氟沙星	甲醇	$C_{21}H_{10}F_2N_4O_3$	98106-17-3	99.1	M+H	400.146 7	356.156 9	299.099 1	—	—	8.28	5
	Enoxacin	依诺沙星	5%氨化甲醇	$C_{19}H_{17}FN_3O_3$	74011-58-8	94.7	M+H	321.135 8	277.145 9	257.139 7	234.103 7	206.072 4	7.16	10
	Enrofloxacin	恩诺沙星	甲醇	$C_{19}H_{22}FN_3O_3$	93106-60-6	99.6	M+H	360.171 8	316.182	245.108 5	—	—	7.74	5
	Fleroxacin	氟罗沙星	5%氨化甲醇	$C_{17}H_{18}F_3N_4O_3$	79660-72-3	99.6	M+H	370.137 3	326.147 5	269.089 6	—	—	7.38	5
	Flumequine	氟甲喹	5%氨化甲醇	$C_{14}H_{12}FNO_3$	42835-25-6	99.7	M+H	262.087 4	244.076 8	220.040 5	—	—	11.61	5
硝基 咪唑 类	Gatifloxacin	加替沙星	5%氨化甲醇	$C_{19}H_{22}FN_3O_4$	112811-59-3	99	M+H	376.166 7	332.176 9	289.134 7	261.103 4	219.056 4	7.99	1
	Iprondazole	异丙硝唑	甲醇	$C_7H_{11}N_3O_2$	14885-29-1	99	M+H	170.092 4	140.094 4	123.091 7	96.068 2	84.080 8	10.30	5
	Ornidazole	奥硝唑	甲醇	$C_7H_{10}ClN_3O_3$	16773-42-5	99.9	M+H	220.048 4	128.045 5	203.143	—	—	8.75	5
	Hydroxydiminidazole	羟基地美硝唑	甲醇	$C_5H_7N_3O_3$	936-05-0	99.6	M+H	158.056	140.045 5	110.047 5	—	—	6.40	5
	Secnidazole	塞克硝唑	甲醇	$C_7H_{11}N_3O_3$	3366-95-8	99.9	M+H	186.087 3	128.045 5	111.042 7	82.052 5	—	7.53	5
	Amantadine	金刚烷胺	甲醇	$C_{10}H_{17}N$	768-94-5	98.8	M+H	152.143 4	135.116 8	107.085 5	93.069 9	—	7.52	1
抗病毒 毒类	Rimantadine	金刚乙胺	甲醇	$C_{12}H_{21}N$	1501-84-4	99.8	M+H	180.174 7	163.147 8	81.070 4	107.085 7	—	9.02	1
林可 胺类	Clindamycin	克林霉素	甲醇	$C_{18}H_{33}ClN_2O_6S$	18323-44-9	98	M+H	425.187 2	126.127 7	377.183 8	—	—	8.71	10
酰胺 醇类	Lincomycin	林可霉素	甲醇	$C_{18}H_{34}N_2O_6S$	154-21-2	98.7	M+H	407.221	126.127 7	359.217 7	—	—	6.80	10
β-内 酰胺 类	Thiamphenicol	甲砷霉素	甲醇	$C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$	15318-45-3	99	M-H	353.997 5	290.025 9	185.027 8	119.050 2	78.985 9	8.27	1
	Flucloxacillin	氟氯西林	甲醇	$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$	5250-39-5	92.6	M+H	454.063 4	160.042 4	114.037 4	295.027 5	—	12.49	50
	Cloxacillin	氯唑西林	甲醇	$C_{19}H_{18}ClN_3O_5S$	61-72-3	91	M+H	436.072 9	277.037 4	206.036 7	178.005 4	160.042 7	12.25	50
	Nafcillin	萘夫西林	甲醇	$C_{21}H_{22}N_2O_5S$	985-16-0	97	M+H	415.132 2	199.075 4	171.044 1	256.096 8	143.049 1	12.52	50
	Piperacillin	哌拉西林	甲醇	$C_{23}H_{27}N_4O_7S$	61477-96-1	94.4	M+H	518.170 4	143.081 5	115.050 2	160.042 7	—	10.14	10
	Penicillin G	青霉素 G	甲醇	$C_{16}H_{18}N_2O_4S$	61-33-6	99	M+H	335.106	217.064 1	176.070 6	160.042 7	114.037 2	10.77	10
唑啉 咪类	Quinocetone	喹烯酮	甲醇	$C_{18}H_{14}N_2O_3$	81810-66-4	99	M+H	307.107 7	143.060 2	273.101 8	131.049 1	245.106 9	11.99	5

表 A.1 (续)

类别	英文名称	中文名称	溶剂	化学分子式	CAS 号	纯度 %	离子化 模式	理论精确 质量数	碎片 1	碎片 2	碎片 3	碎片 4	保留时间 min	检出限 μg/kg
解热 镇痛 类	Phenacetin	非那西丁	甲醇	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂	62-44-2	99.9	M+H	180.101 9	110.060 2	138.091 1	152.070 4	—	10.09	5
	Aminophenazone	氨基比林	甲醇	C ₁₃ H ₁₇ N ₃ O	58-15-1	99.4	M+H	232.144 4	113.107 4	98.084 2	111.091 8	—	6.44	10
	Antipyrine	安替比林	甲醇	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ O	60-80-0	99.9	M+H	189.102 2	147.091 4	161.107	56.050 2	—	8.38	1
	Paracetamol	对乙酰氨基酚	甲醇	C ₈ H ₉ NO ₂	103-90-2	98	M+H	152.070 6	110.06	65.038 6	—	—	6.26	10
	Haloperidol	氟哌啶醇	甲醇	C ₂₁ H ₂₃ ClFNO ₂	52-86-8	99.7	M+H	376.147 4	358.136 9	165.071	123.024 1	—	11.47	5
	Imipramine	丙咪嗪	甲醇	C ₁₉ H ₂₄ N ₂	113-52-0	100	M+H	281.201 2	86.096 3	236.143 4	58.065 4	—	10.73	1
	Nitrazepam	硝西泮	甲醇	C ₁₅ H ₁₁ N ₃ O ₃	146-22-5	99.5	M+H	282.087 3	268.083 8	207.091 3	180.080 4	—	11.55	5
	Oxazepam	奥沙西泮	甲醇	C ₁₅ H ₁₁ ClN ₂ O ₂	604-75-1	100	M+H	287.058 2	241.052	269.047	104.049 7	231.067 9	11.49	1
	Pemoline	匹莫林	甲醇	C ₉ H ₈ N ₂ O ₂	2152-34-3	98	M+H	177.065 9	106.065 1	79.054 2	160.039 2	—	7.76	1
	Perphenazine	奋乃静	甲醇	C ₂₁ H ₂₆ ClN ₃ OS	58-39-9	99.9	M+H	404.155 8	143.117 6	171.148 8	100.076 0	70.065 8	10.87	5
	Promethazine	异丙嗪	甲醇	C ₁₇ H ₂₀ N ₂ S	60-87-7	99.5	M+H	285.142	198.037 2	86.096 4	240.083 6	—	10.36	1
	Proionylpromazine	丙酰丙嗪	甲醇	C ₂₀ H ₂₄ N ₂ OS	7681-67-6	97	M+H	341.168 2	86.096 4	58.065 1	—	—	10.96	5
	Sulpiride	舒必利	甲醇	C ₁₃ H ₂₃ N ₃ O ₄ S	15676-16-1	100	M+H	342.148 2	214.016 9	112.112 1	98.096 4	84.080 8	6.25	5
	Xylazine	甲苯噻嗪	甲醇	C ₁₂ H ₁₆ N ₂ S	7361-61-7	99.8	M+H	221.110 7	90.037 2	164.052 8	58.065 3	—	8.30	1
精 神 类	Acetopromazine	乙酰丙嗪	甲醇	C ₁₉ H ₂₂ N ₂ OS	61-00-7	98.5	M+H	327.152 6	254.063 4	86.096 4	—	—	10.22	1
	Aaperol	阿扎哌醇	甲醇	C ₁₉ H ₂₄ FN ₃ O	2804-05-9	98	M+H	330.197 6	312.186 5	121.076	149.076 1	109.044 8	7.49	1
	Azaperone	阿扎哌隆	甲醇	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O	1649-18-9	98	M+H	328.182	165.070 7	121.076	123.024 0	—	7.49	1
	Carbamazepine	卡马西平	甲醇	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O	298-46-4	98	M+H	237.102 2	194.096 4	220.075 7	179.073 0	192.080 8	11.14	1
	Droperidol	氟哌利多	甲醇	C ₂₂ H ₂₂ FN ₃ O ₂	548-73-2	99.3	M+H	380.176 9	165.070 7	194.097 3	123.024 0	—	9.37	1
	Estazolam	艾司唑仑	甲醇	C ₁₆ H ₁₁ ClN ₃	29975-16-4	97	M+H	295.074 5	267.055 2	205.075 5	241.052 1	138.010 ₃	11.47	1
	Diphenhydramine	苯海拉明	甲醇	C ₁₇ H ₂₁ NO	58-73-1	99	M+H	256.169 6	167.085 5	152.062 1	—	—	9.95	1
	Clarithromycin	克拉霉素	甲醇	C ₃₈ H ₄₉ NO ₁₃	81103-11-9	96	M+H	748.484 2	158.117 6	116.070 6	98.096 4	83.049 1	11.07	5
	Erythromycin	红霉素	甲醇	C ₃₇ H ₄₇ NO ₁₃	114-07-8	98	M+H	734.468 5	158.117 6	116.070 6	98.096 4	83.049 1	9.94	10
	Kitasamycin	吉他霉素 A5	甲醇	C ₃₅ H ₅₉ NO ₁₃	1392-21-8	91.7	M+H	702.405 9	558.327 3	174.112 5	109.064 8	229.143 4	11.29	50
	Tilmicosin	替米考星	甲醇	C ₄₆ H ₈₀ N ₂ O ₁₃	108050-54-0	95.3	M+H	869.573 3	174.112 5	88.075 7	—	—	8.93	50
	Tylosin A	泰乐菌素 A	甲醇	C ₄₆ H ₇₇ NO ₁₇	8026-48-0	98	M+H	916.5264	772.447 8	174.112 5	88.075 7	83.049 1	10.18	10
	Mebendazole	甲苯达唑	二甲基亚砜	C ₁₆ H ₁₃ N ₃ O ₃	31431-39-7	99.9	M+H	296.103	264.076 8	105.033 5	—	—	10.82	10
	Mebendazole-amine	氨基甲苯哒唑	甲醇	C ₁₄ H ₁₁ N ₃ O	52329-60-9	99	M+H	238.097 5	105.033 7	95.049 1	—	—	8.47	5
	2-Aminoflubendazole	2-氨基氟苯咪唑	二甲基亚砜	C ₁₄ H ₁₀ FN ₃ O	82050-13-3	99	M+H	256.088 1	123.024 1	113.039 7	—	—	8.76	5
驱 虫 类	Oxibendazole	奥苯达唑	二甲基亚砜	C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₃	20559-55-1	99.8	M+H	250.118 6	218.092 4	176.045 5	—	—	9.32	5
	Parbendazole	帕苯咪唑	二甲基亚砜	C ₁₃ H ₁₇ N ₃ O ₂	14255-87-9	98	M+H	248.139 4	216.113 1	160.050 5	173.058 4	—	10.63	10
	Thiabendazole-5-Hydroxy	5-羟基噻苯达唑	二甲基亚砜	C ₁₀ H ₇ N ₃ OS	948-71-0	99.1	M+H	218.038 3	191.027 4	147.055 3	—	—	6.45	1
	Thiabendazole	噻苯达唑	甲醇	C ₁₀ H ₇ N ₃ S	148-79-8	99	M+H	202.0433	175.032 5	131.060 4	92.049 5	—	7.10	1

表 A.1 (续)

类别	英文名称	中文名称	溶剂	化学分子式	CAS 号	纯度 %	离子化 模式	理论精确 质量数	碎片 1	碎片 2	碎片 3	碎片 4	保留时间 min	检出限 μg/kg
驱 虫 类	Albendazole	阿苯达唑	甲酸	$C_{12}H_{15}N_3O_2S$	54965-21-8	97.3	M+H	266.095 8	234.069 6	191.014 8	159.042 7	—	10.92	10
	Albendazole sulfone	阿苯达唑砒	甲酸	$C_{12}H_{15}N_3O_4S$	75184-71-3	99.4	M+H	298.085 6	266.059 4	224.012 4	191.032 5	159.042 7	9.40	5
	Albendazole sulfoxide	阿苯达唑亚砒	甲醇	$C_{12}H_{15}N_3O_3S$	54029-12-8	98	M+H	282.090 7	240.043 5	208.017 5	191.014 8	159.042 7	8.07	5
	Albendazole-2-aminosulfone	阿苯达唑-2-氨基砒	甲醇	$C_{10}H_{13}N_3O_2S$	80983-34-2	99.8	M+H	240.080 1	198.033 2	165.053 3	133.063 5	—	6.97	5
	Benzimidazole	苯并咪唑	甲醇	$C_7H_6N_2$	51-17-2	98	M+H	119.060 4	92.049 5	65.038 6	—	—	4.80	5
	Lobendazole	洛苯达唑	二甲基亚砒	$C_{10}H_{11}N_3O_2$	6306-71-4	98	M+H	206.092 4	160.050 5	178.060 9	206.092 4	—	7.58	1
	Clopidol	氯羟吡啶	甲醇	$C_7H_7Cl_2NO$	2971-90-6	97	M+H	191.997 8	86.999 6	101.015 3	128.026 2	—	6.88	1
	Dinitolmide	二硝托胺	甲醇	$C_8H_7N_3O_5$	148-01-6	98.6	M-H	224.031 3	181.024 4	77.038 6	166.013 5	—	9.90	10
	3-amino-5-nitro-o-toluidine	二硝托胺代谢物	甲醇	$C_8H_9N_3O_3$	3572-44-9	96	M+H	196.071 6	107.072 9	153.065 8	—	—	7.37	50
	Halofuginone	常山酮	甲醇	$C_{16}H_{17}BrClN_3O_3$	55837-20-2	99	M+H	414.021 5	100.076	120.080 8	138.091 1	—	8.92	10
农 药 类	Levamisole	左旋咪唑	甲醇	$C_{11}H_{12}N_2S$	14769-73-4	99.9	M+H	205.079 4	178.068 5	91.054 2	—	—	7.02	5
	Buprofezin	噻嗪酮	丙酮	$C_{16}H_{23}N_3OS$	69327-76-0	98.8	M+H	306.163 5	201.105 6	116.052 9	106.065 1	145.043 0	9.36	5
	Carboxin	萎锈灵	丙酮	$C_{12}H_{13}NO_2S$	5234-68-4	98.8	M+H	236.074	143.016 1	93.057 3	—	—	12.59	10
	3-Hydroxycarbofuran	3-羟基呋喃丹	丙酮	$C_{12}H_{15}NO_4$	16655-82-6	99	M+H	238.107 4	163.075 4	135.080 4	107.049 1	145.064 8	9.07	10
	Clothianidin	噻虫胺	丙酮	$C_{12}H_8ClN_5O_2S$	210880-92-5	99.3	M+H	250.016	131.966 9	113.016 8	169.054 4	110.071 3	8.96	10
	Cyromazine	环丙氨嗪	丙酮	$C_6H_{10}N_6$	66215-27-8	99.4	M+H	167.104	85.050 9	125.082 2	108.055 6	83.060 4	3.76	10
	Diuron	敌草隆	丙酮	$C_9H_{10}Cl_2N_2O$	330-54-1	98.7	M+H	233.024 3	72.044 4	159.971 5	—	—	12.59	10
	Ethopabate	乙氧毗啶苯甲酯	丙酮	$C_{12}H_{15}NO_4$	59-06-3	98.8	M+H	238.107 4	206.081 2	164.070 6	136.039 3	—	10.33	5
	Fipronil	氟虫腴	丙酮	$C_{12}H_6Cl_2F_6N_4OS$	120068-37-3	98.2	M-H	434.931 4	329.958 5	249.958 5	183.016 5	—	15.60	10
	Fluridone	氟啶草酮	丙酮	$C_{19}H_{14}F_3NO$	59756-60-4	98.8	M+H	330.11	310.103 8	290.097 6	242.096 4	115.054 2	13.59	10
农 药 类	Acephate	乙氧甲胺磷	丙酮	$C_4H_{10}NO_3PS$	30560-19-1	99.8	M+H	184.019 2	142.992 6	112.999 7	—	—	5.67	10
	Hexazinone	环嗪酮	丙酮	$C_{12}H_{20}N_4O_2$	51235-04-2	98.7	M+H	253.165 9	171.087 7	71.060 4	85.076 0	—	10.58	10
	Imazalil	抑霉唑	丙酮	$C_{14}H_{16}Cl_2N_2O$	35554-44-0	99	M+H	297.055 6	158.976 3	255.008 6	200.986 9	172.991 9	10.71	10
	Imidacloprid	吡虫啉	丙酮	$C_9H_{10}ClN_5O_2$	138261-41-3	98.7	M+H	256.059 6	209.058 9	175.097 9	84.055 6	210.066 7	9.27	10
	Linuron	利谷隆	丙酮	$C_9H_{10}Cl_2N_2O_2$	330-55-2	98.8	M+H	249.019 2	159.971 5	182.024 1	160.979 4	132.960 6	14.05	10
	Metribuzin	噻草酮	丙酮	$C_8H_{14}N_4OS$	21087-64-9	99.6	M+H	215.0961	187.101 2	131.038 6	84.080 8	89.016 8	11.69	5
	Myclobutanil	腈菌唑	丙酮	$C_{15}H_{17}ClN_4$	88671-89-0	99.6	M+H	289.121 5	70.04	125.015 3	151.030 9	220.088 8	14.18	5
	Acetamiprid	啉虫脒	丙酮	$C_{10}H_{11}ClN_4$	135410-20-7	98.3	M+H	223.074 5	126.010 5	98.999 7	90.033 8	72.984 1	9.58	10
	Norflurazon	氟草敏	丙酮	$C_{12}H_9ClF_3N_3O$	27314-13-2	97.9	M+H	304.045 9	284.039 7	160.036 9	87.994 8	264.033 4	12.76	10
	Propyzamide	炔草酰草胺	丙酮	$C_{12}H_{11}Cl_2NO$	23950-58-5	99.2	M+H	256.0291	189.982 1	172.955 6	146.976 3	—	14.65	50
农 药 类	Atrazine	阿拉特津	丙酮	$C_8H_{14}ClN_5$	1912-24-9	97	M+H	216.101 1	174.054 1	96.055 6	104.001 0	132.032 3	12.61	5
	Simazine	西玛津	丙酮	$C_7H_{12}ClN_5$	122-34-9	97.3	M+H	202.085 4	132.032 3	104.001	96.055 ₆	71.060 ₄	11.31	5
	Atrazine-desethyl	去乙基锈去津	丙酮	$C_6H_{10}ClN_5$	6190-65-4	98	M+H	188.069 8	146.022 8	104.001	110.046 1	—	14.41	10
	Azoxystrobin	啉菌酯	丙酮	$C_{22}H_{17}N_3O_3$	131860-33-8	98.7	M+H	404.124 1	344.104	329.079 5	372.097 9	328.071 7	14.29	5
	Benoxacor	解草酮	丙酮	$C_{11}H_{11}Cl_3NO_2$	98730-04-2	98.9	M+H	260.024	149.083 5	120.044 4	134.060 0	150.091 3	17.66	50

表 A.1 (续)

类别	英文名称	中文名称	溶剂	化学分子式	CAS 号	纯度 %	离子化 模式	理论精确 质量数	碎片 1	碎片 2	碎片 3	碎片 4	保留时间 min	检出限 μg/kg
截短 侧耳 类	Valnemulin	沃尼妙林	甲醇	C ₃₁ H ₃₂ N ₂ O ₅ S	133868-46-9	98.6	M+H	565.367	263.141 7	72.080 8	147.047 3	—	11.18	5
	Scopolamine	东莨菪碱	甲醇	C ₁₇ H ₂₁ NO ₄	51-34-3	100	M+H	304.154 3	156.101 9	138.091 3	121.064 8	103.054 2	7.03	5
其他 类	Atropine	阿托品	甲醇	C ₁₇ H ₂₃ NO ₃	51-55-8	99.7	M+H	290.175 1	124.112 1	93.069 9	—	—	7.62	1

附录 B

(资料性)

127 种药物一级离子提取色谱图和二级质谱图

127 种药物(10 $\mu\text{g/L}$)一级离子提取色谱图和二级质谱图见图 B.1。

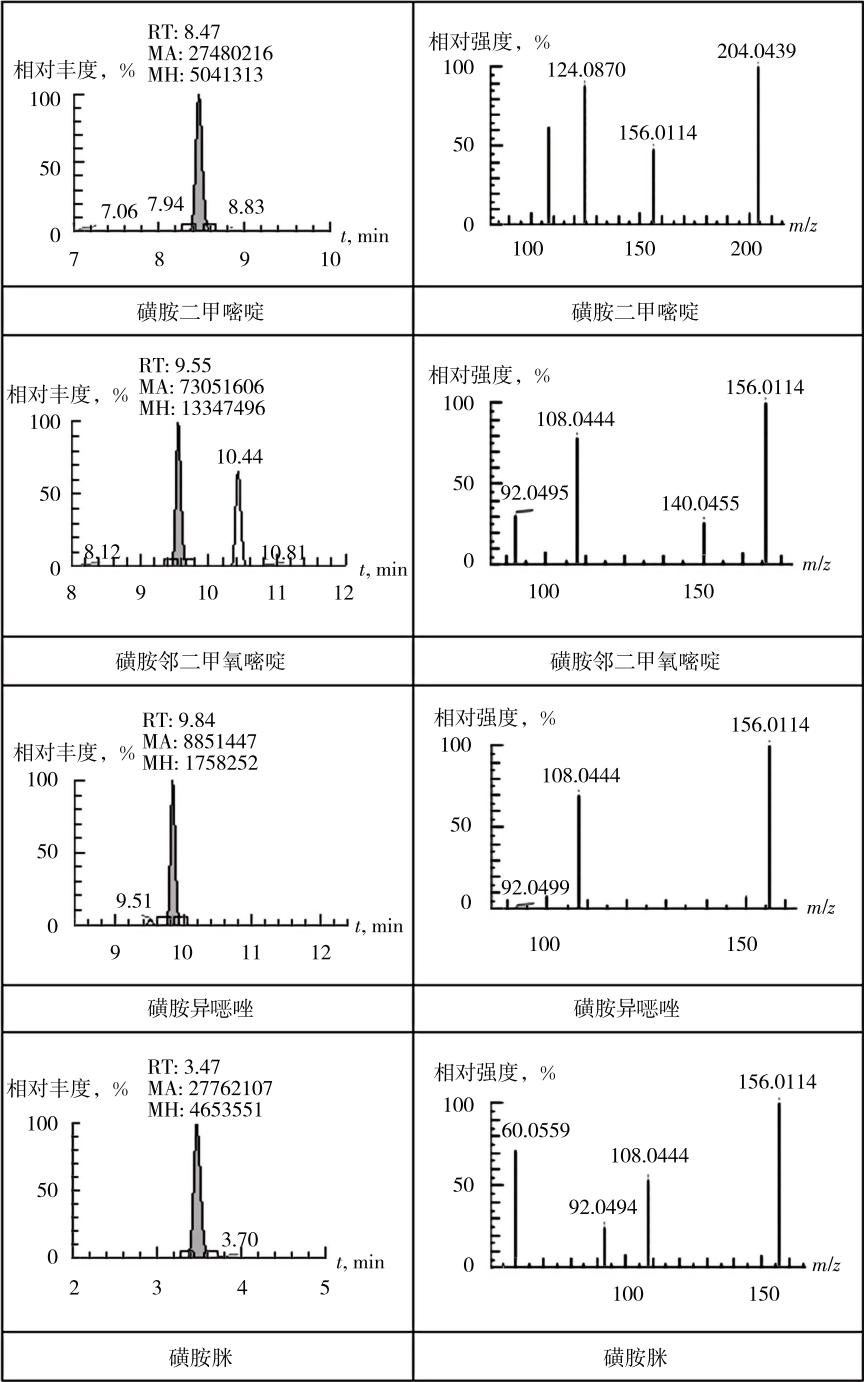


图 B.1 127 种药物一级离子提取色谱图和二级质谱图

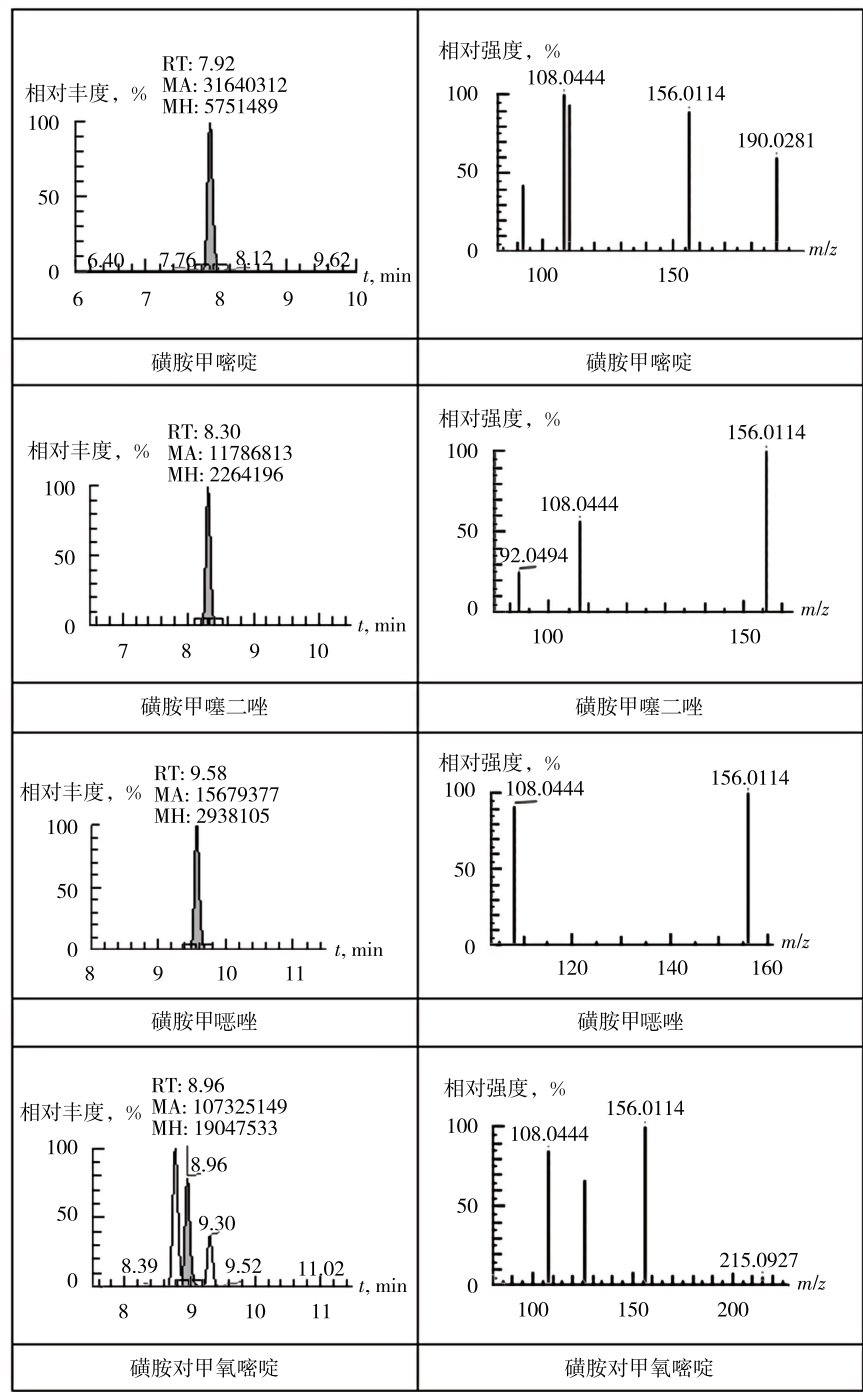


图 B.1 (续)

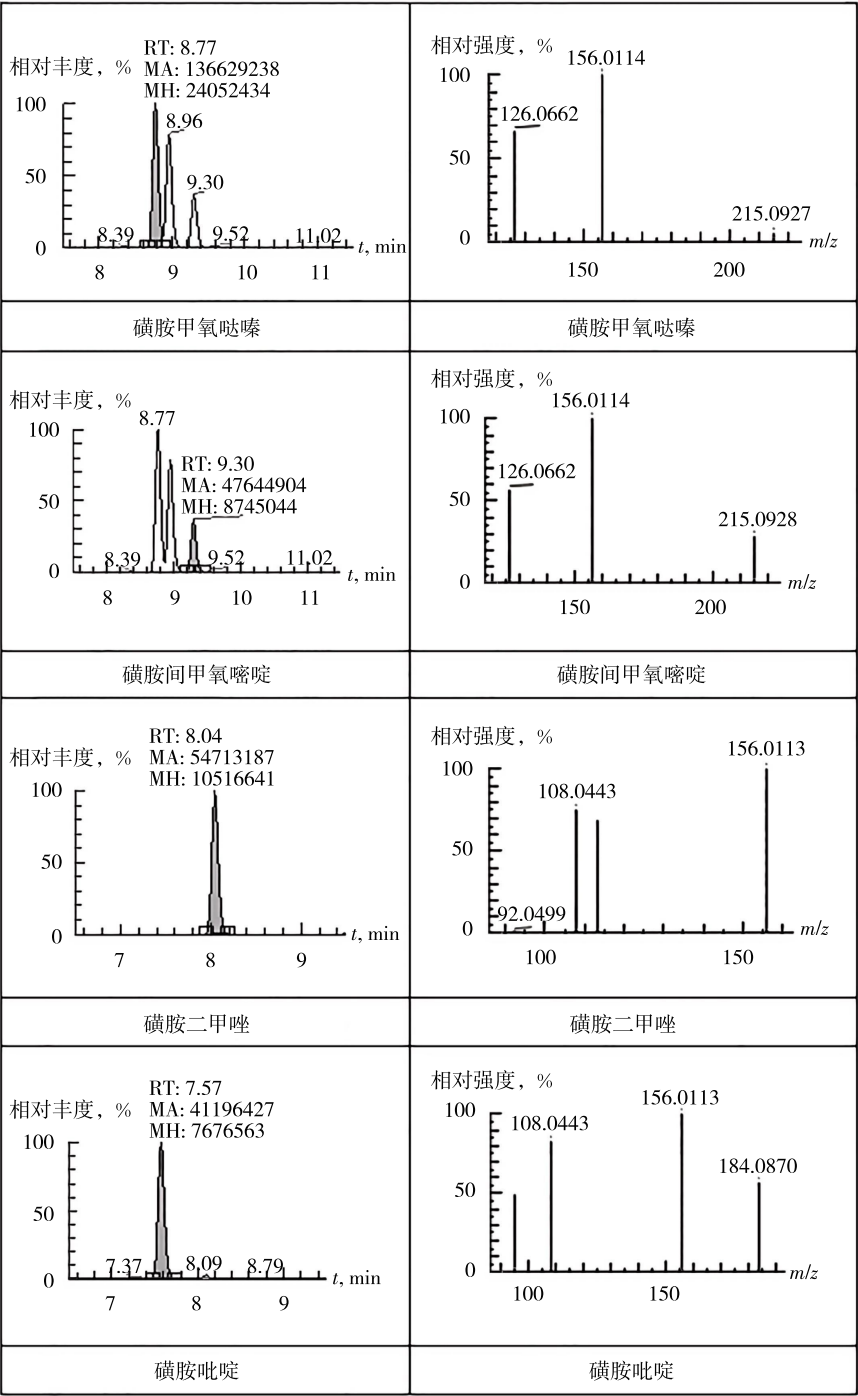


图 B.1 (续)

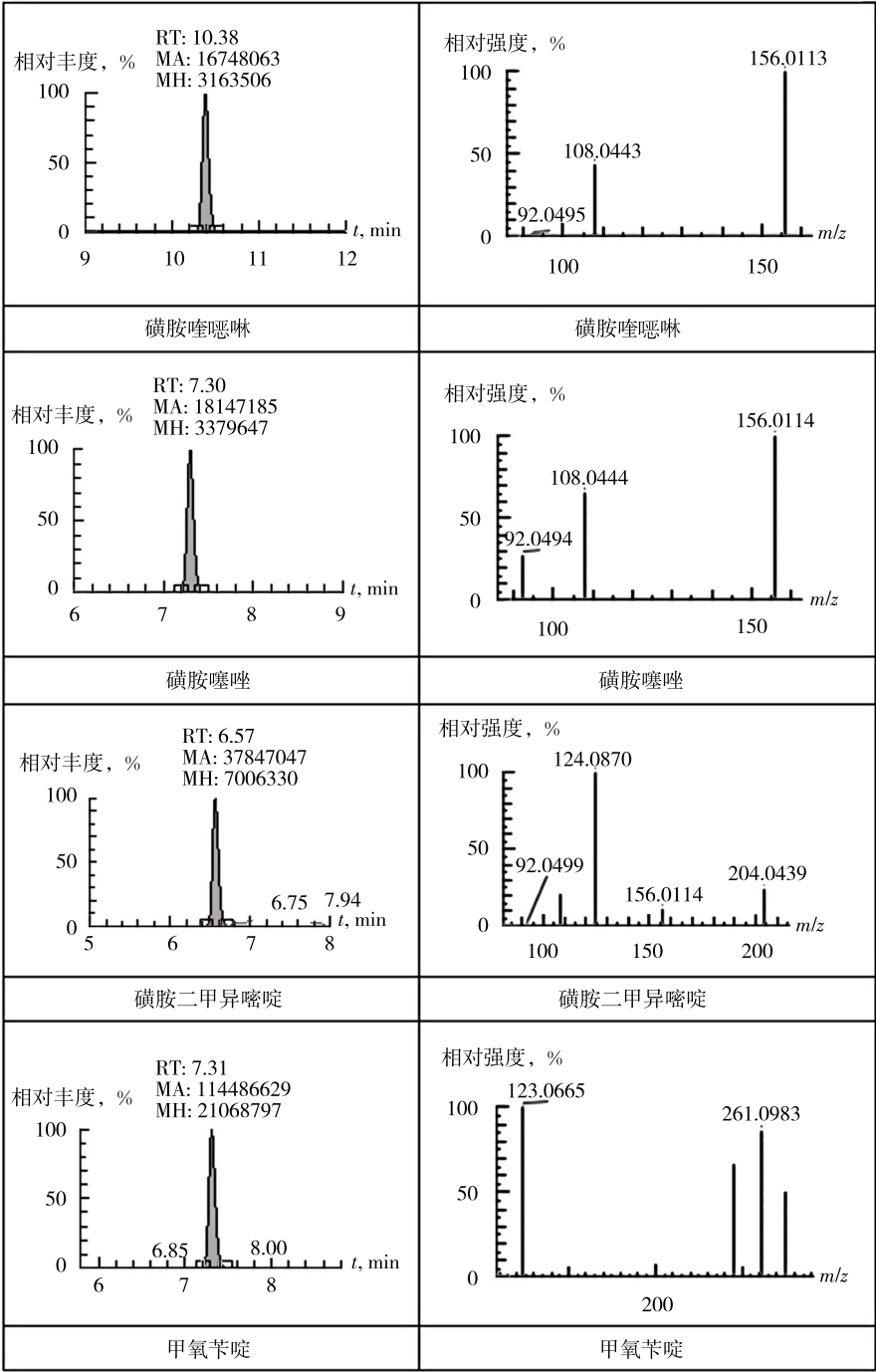


图 B.1（续）

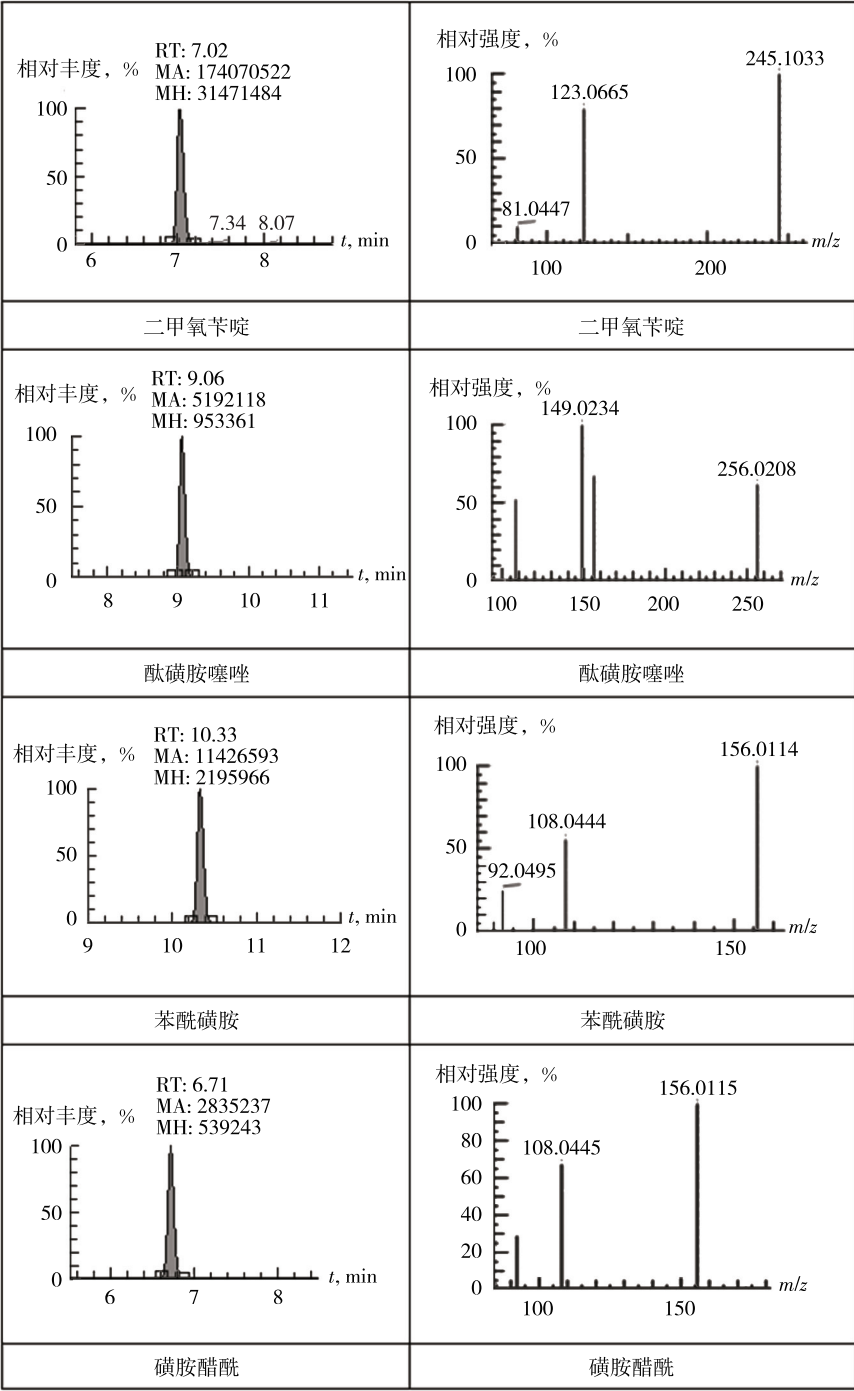


图 B.1 (续)

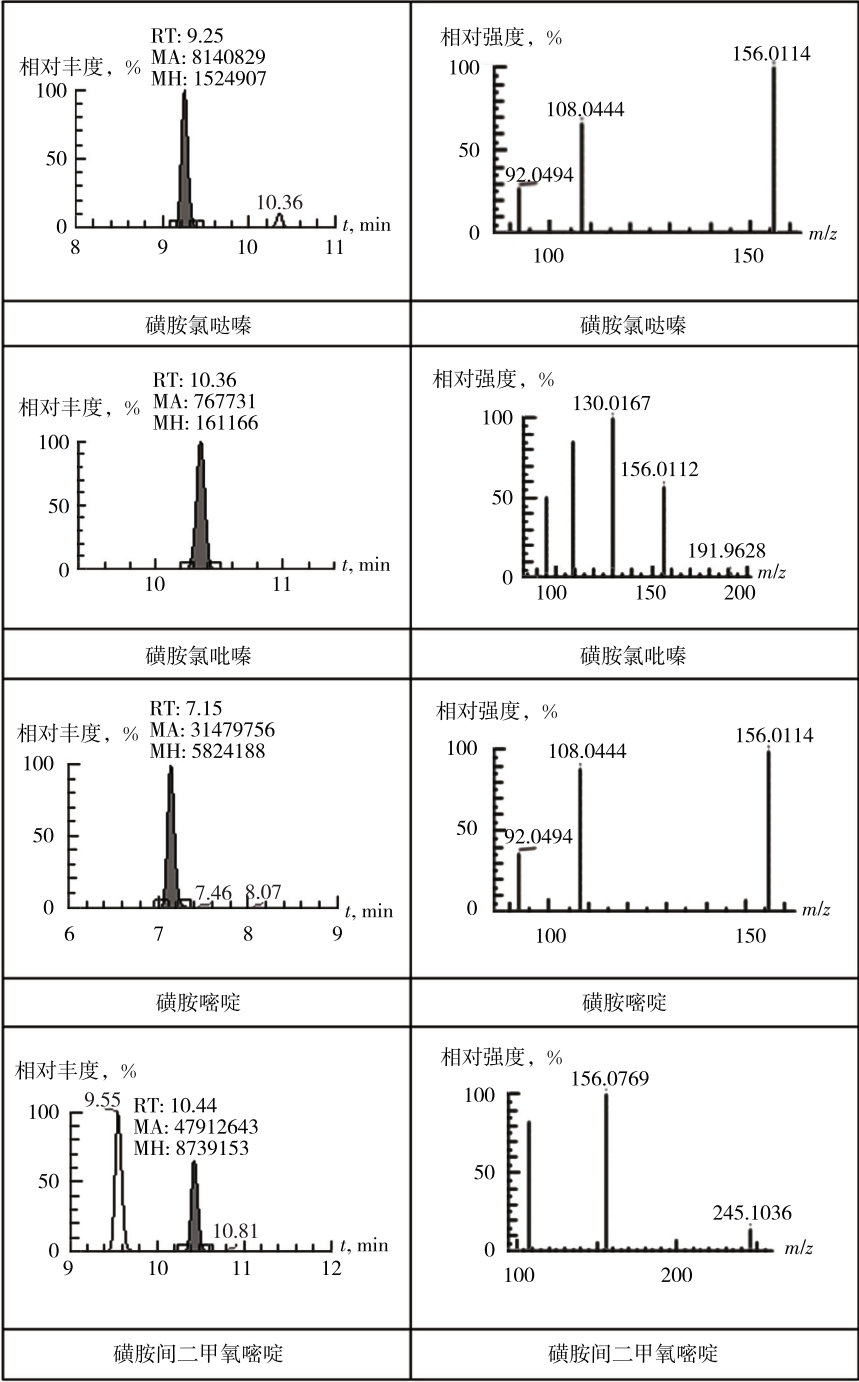


图 B.1（续）

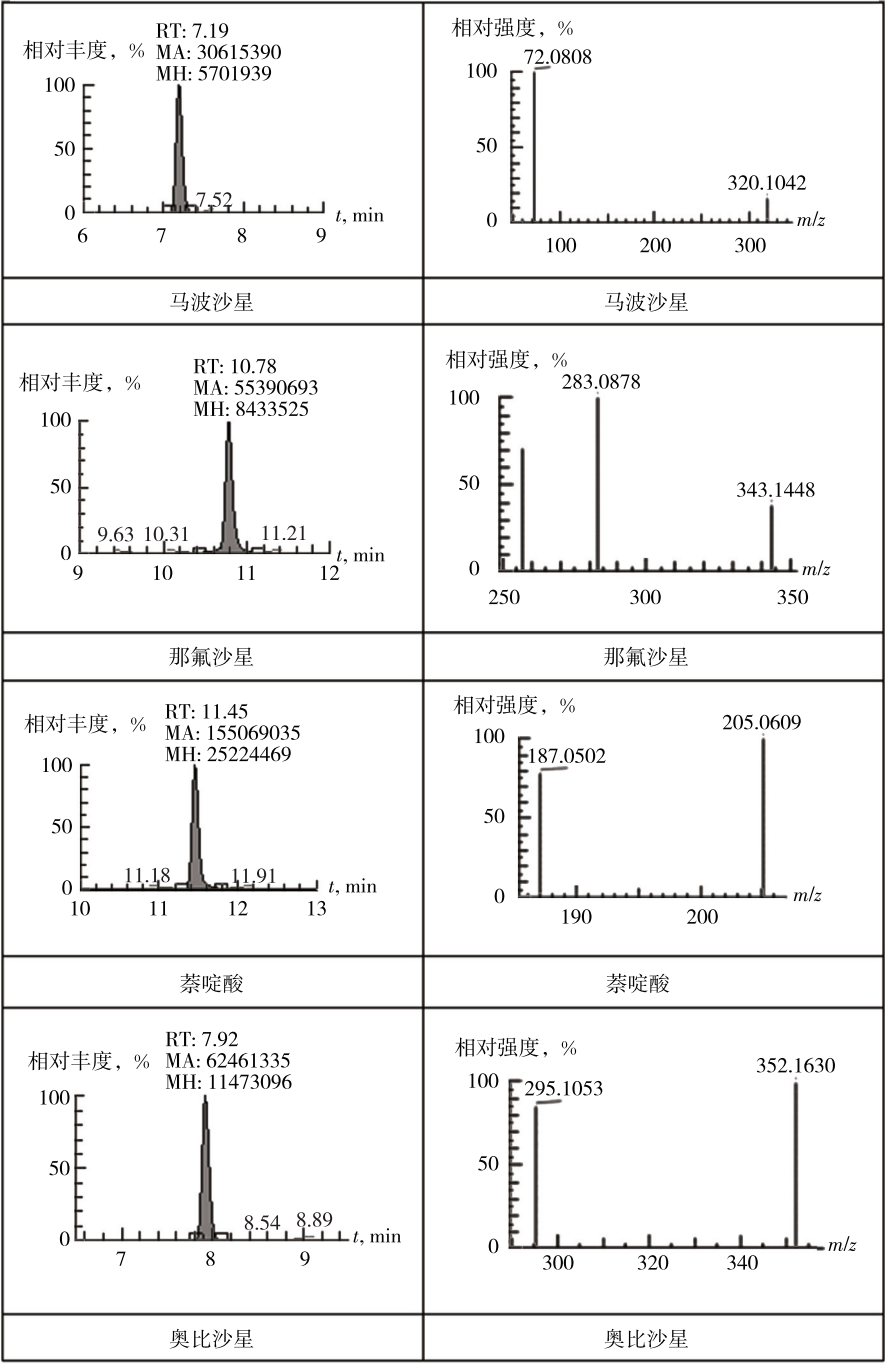


图 B. 1 (续)

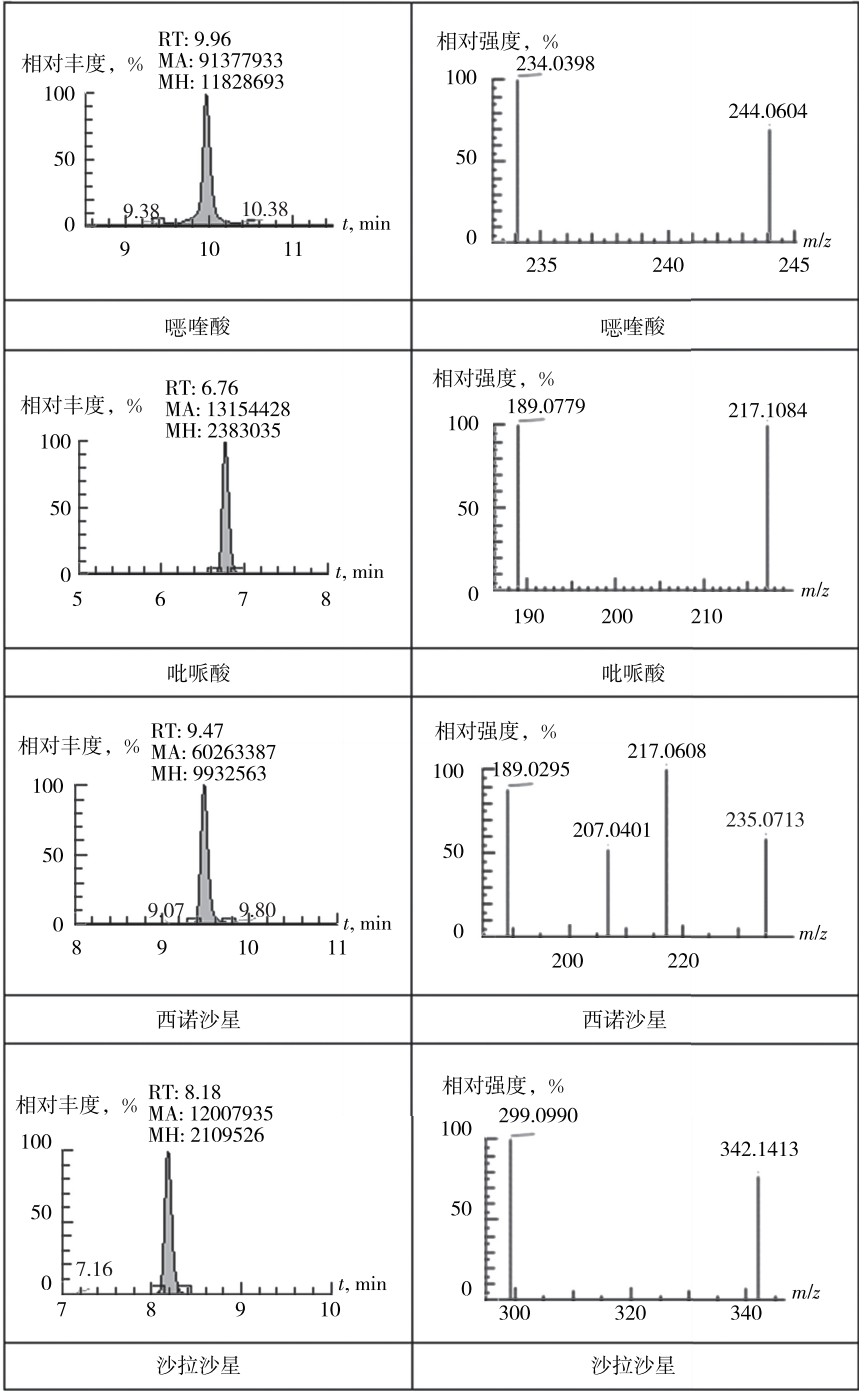


图 B.1 (续)

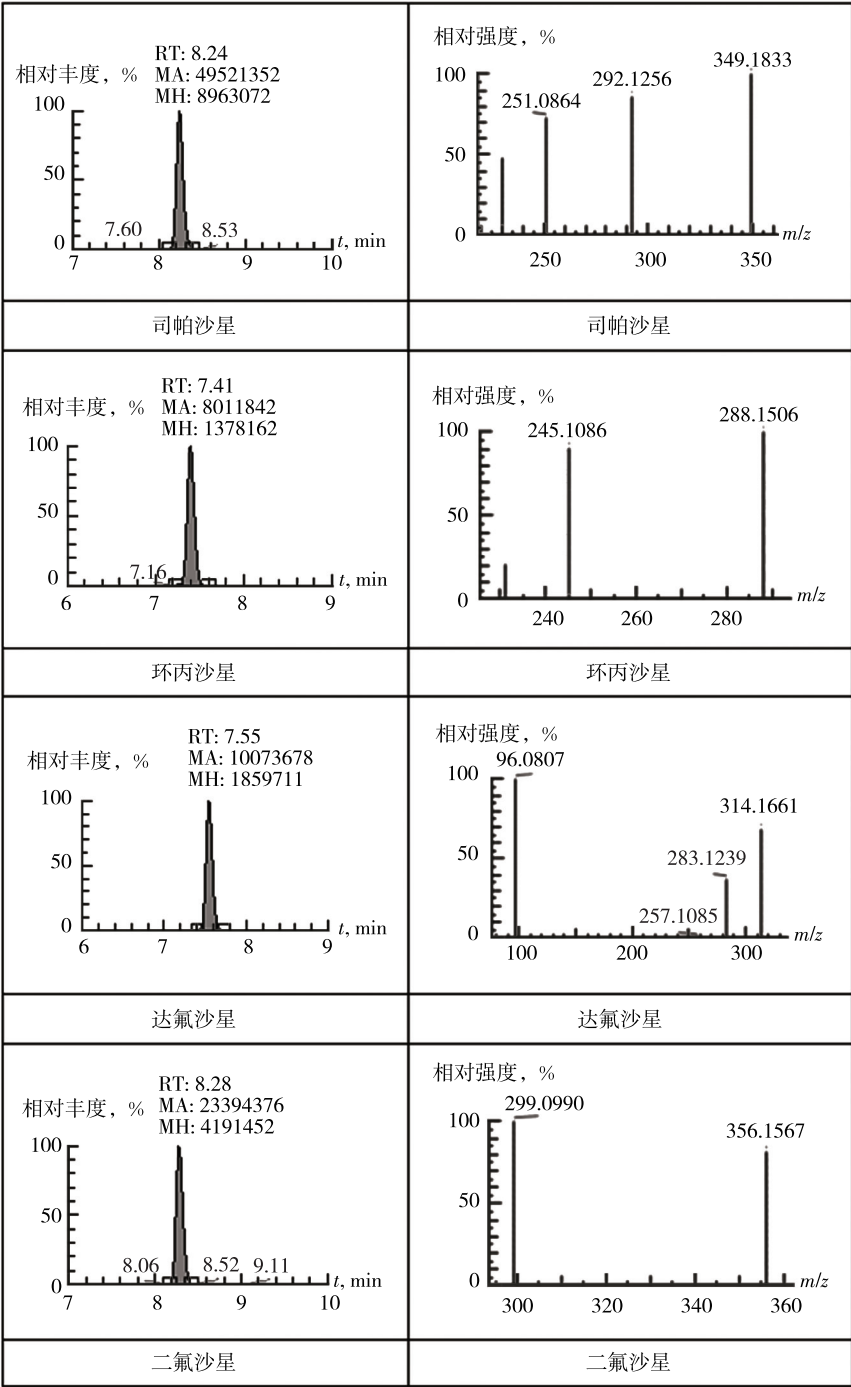


图 B. 1 (续)

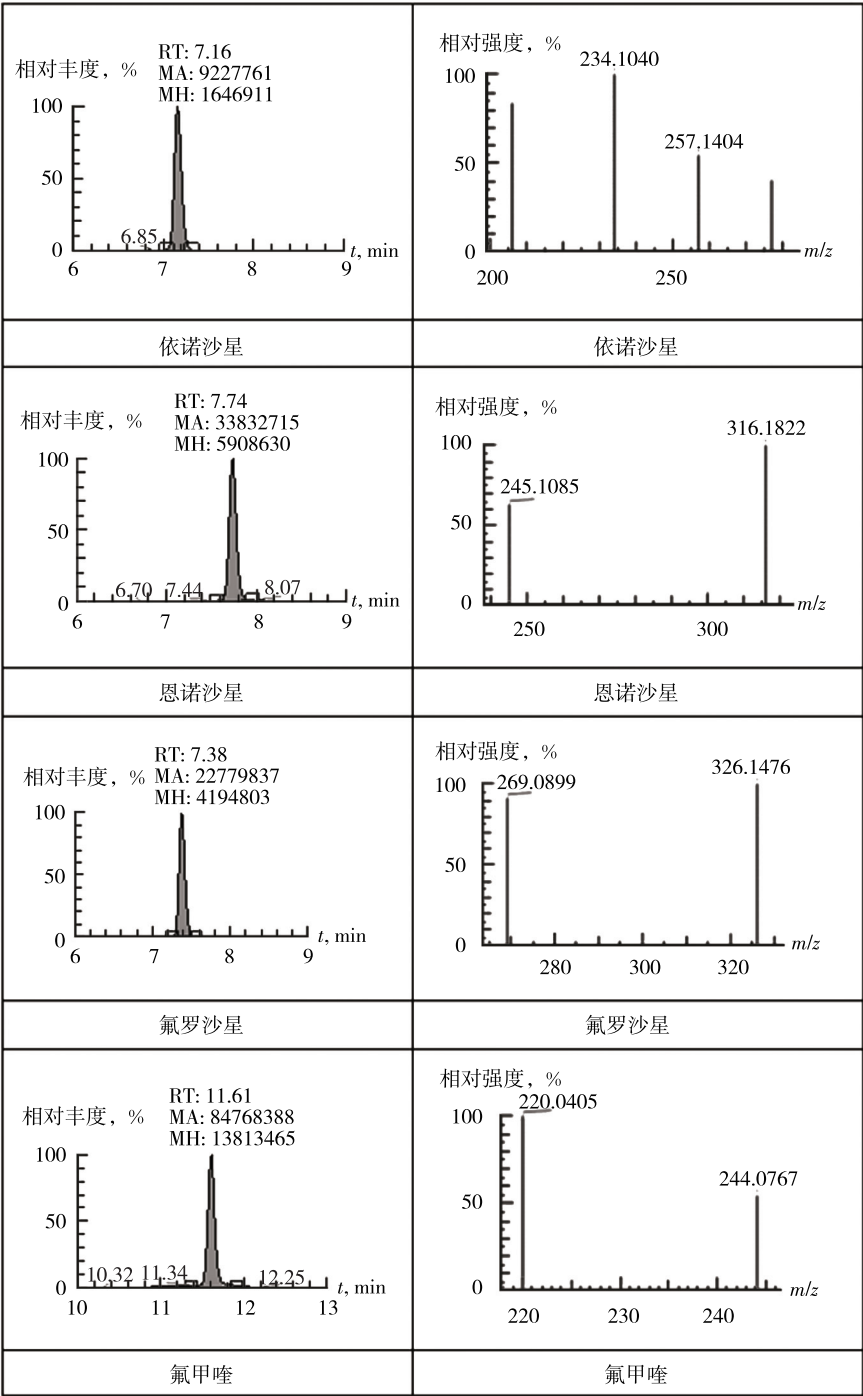


图 B.1 (续)

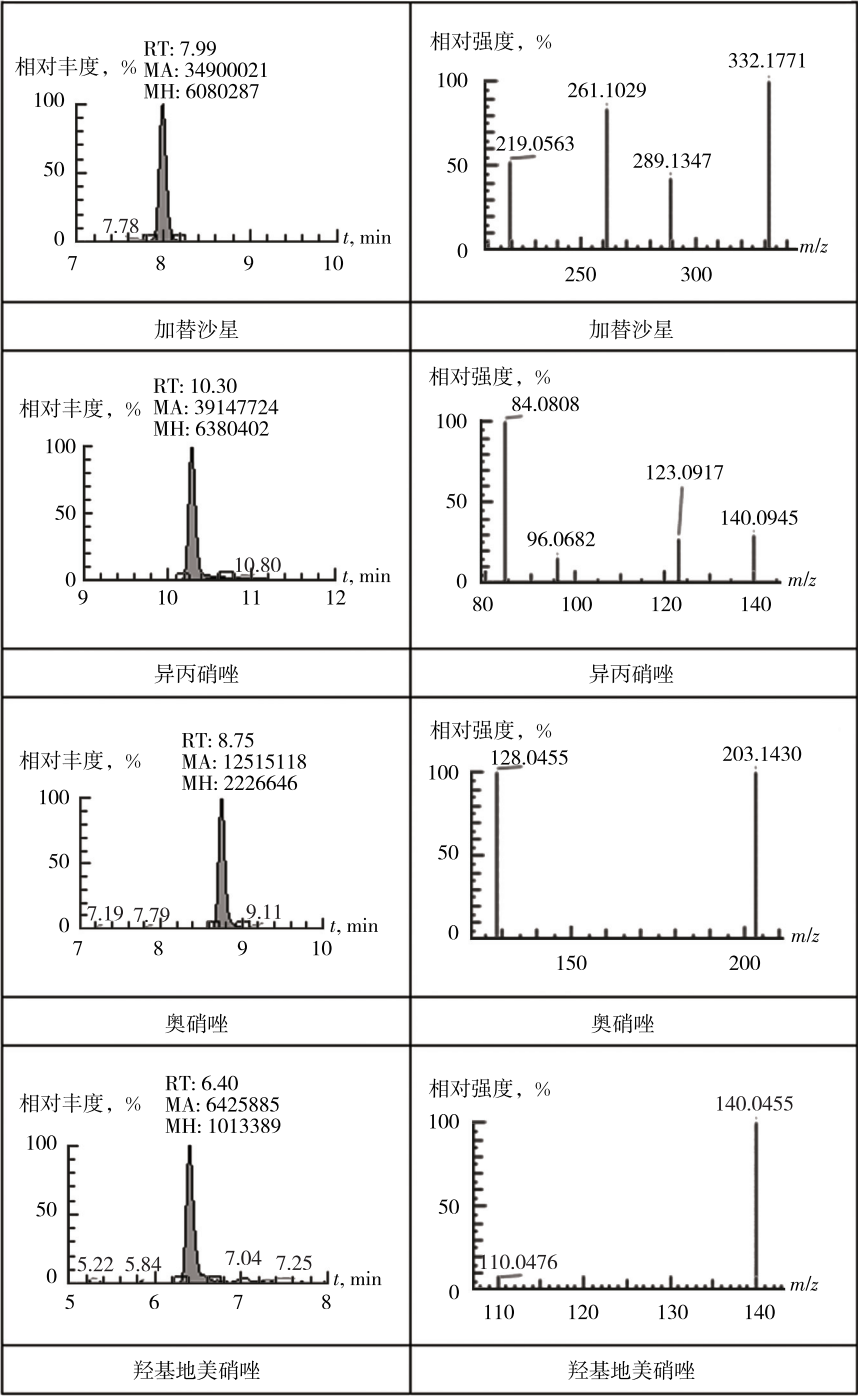


图 B. 1 (续)

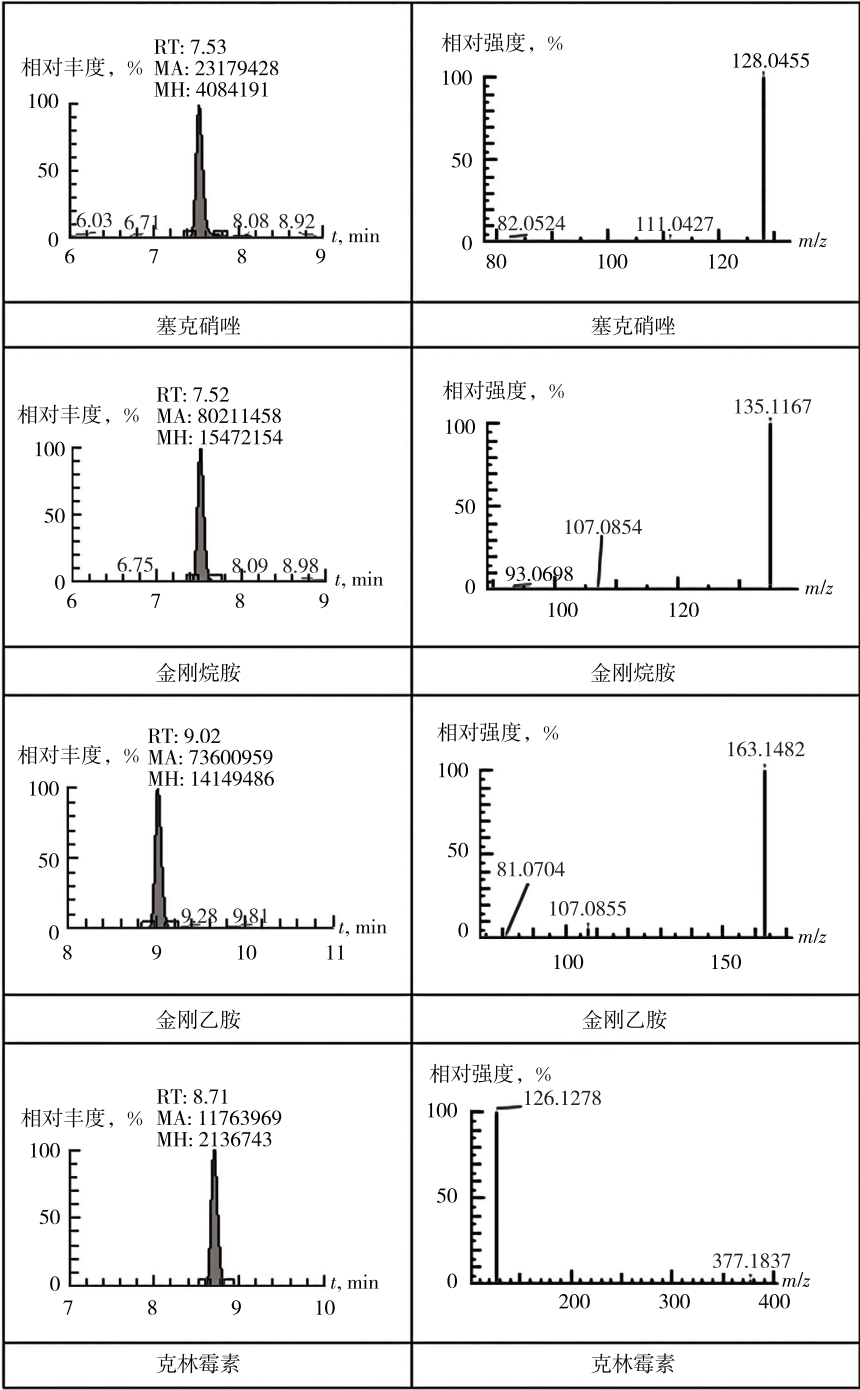


图 B.1（续）

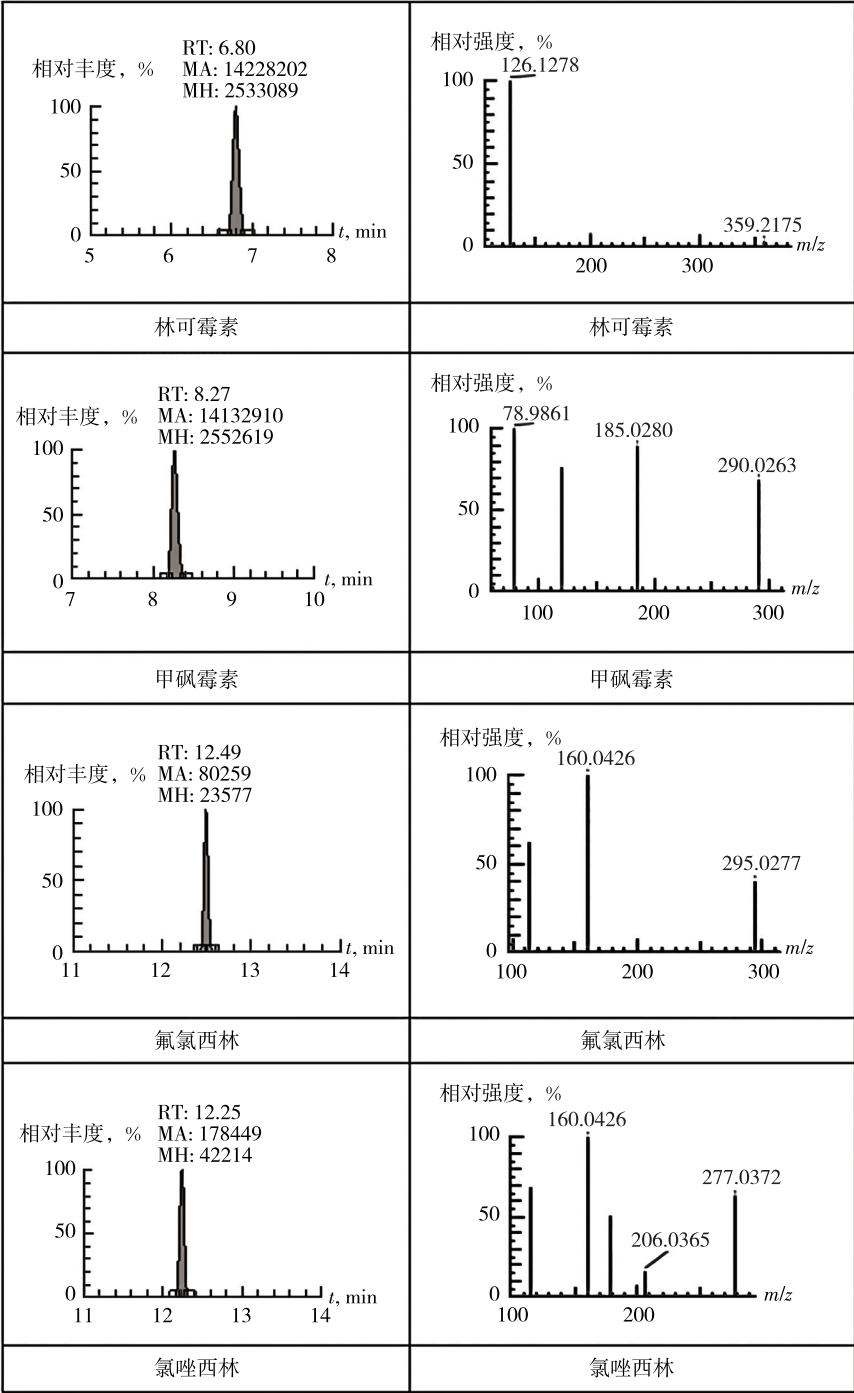


图 B. 1 (续)

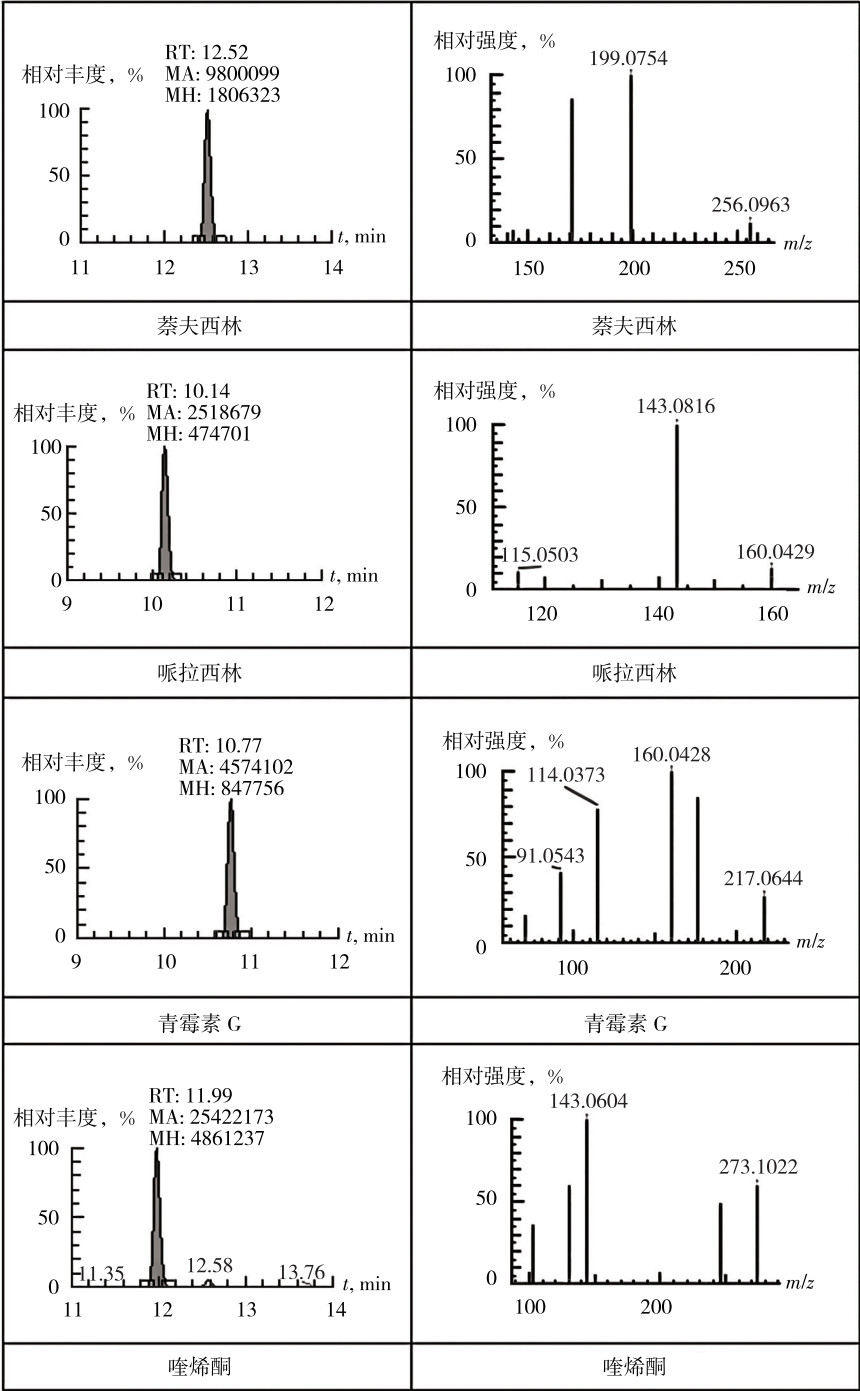


图 B. 1 (续)

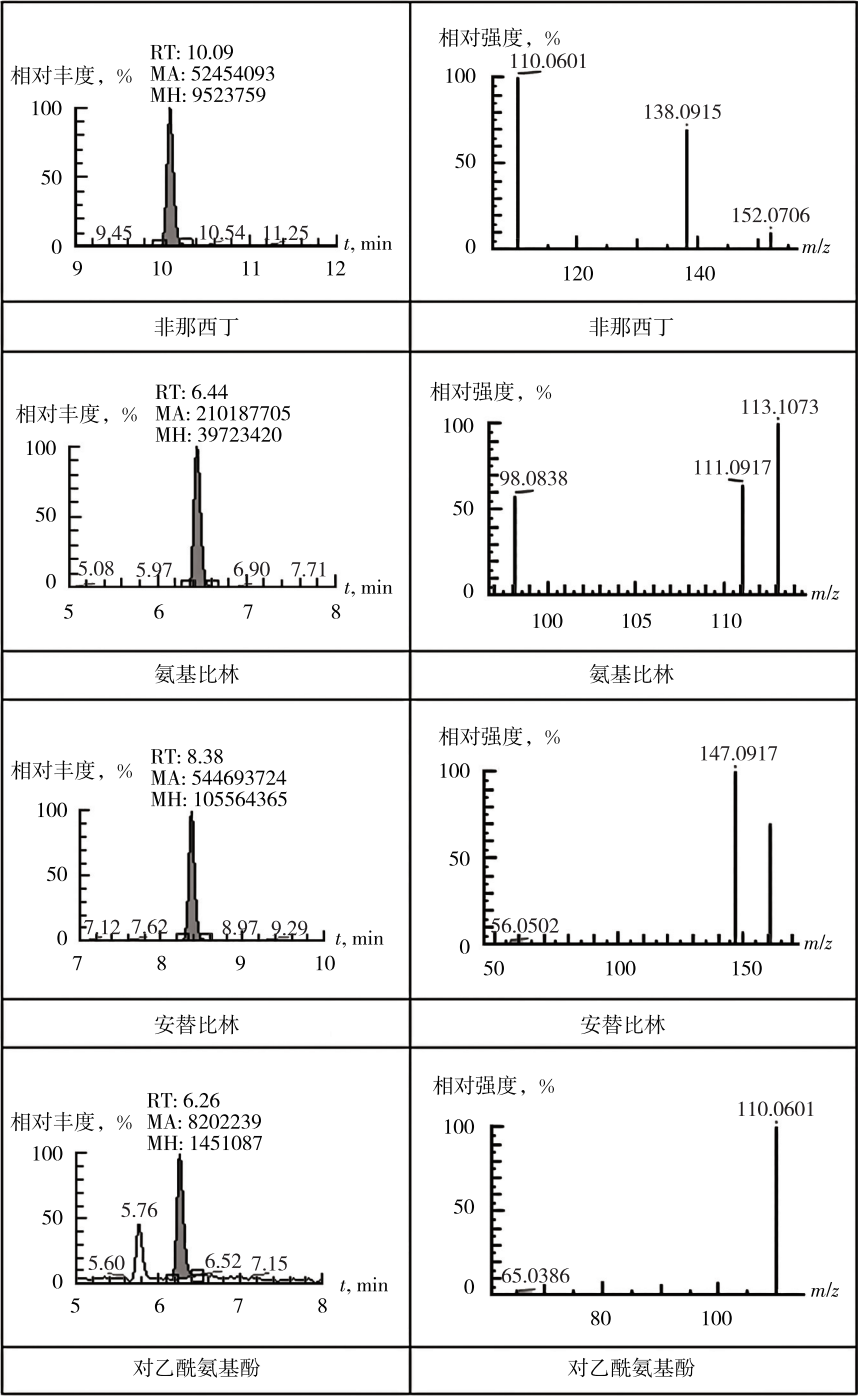


图 B. 1 (续)

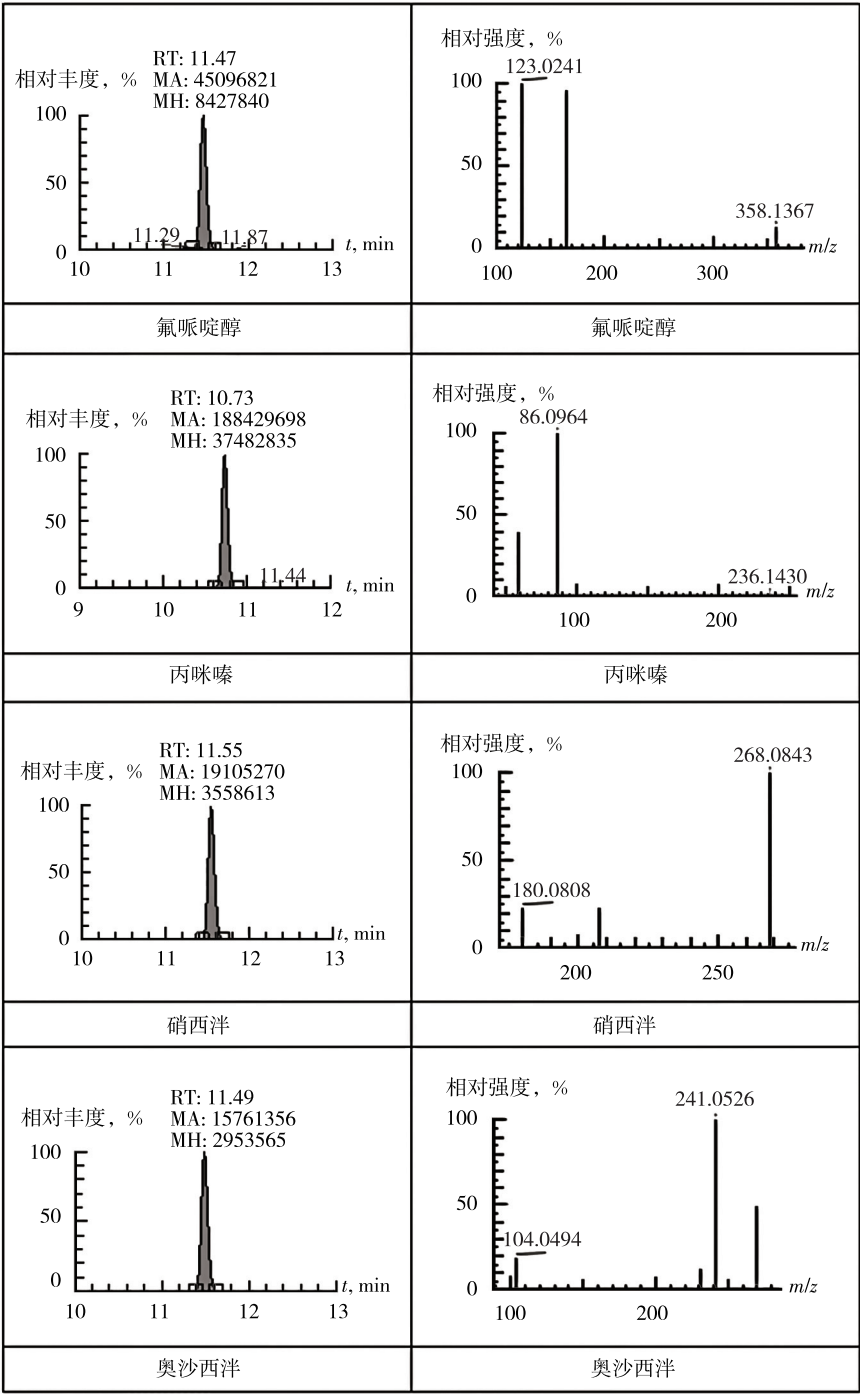


图 B.1 (续)

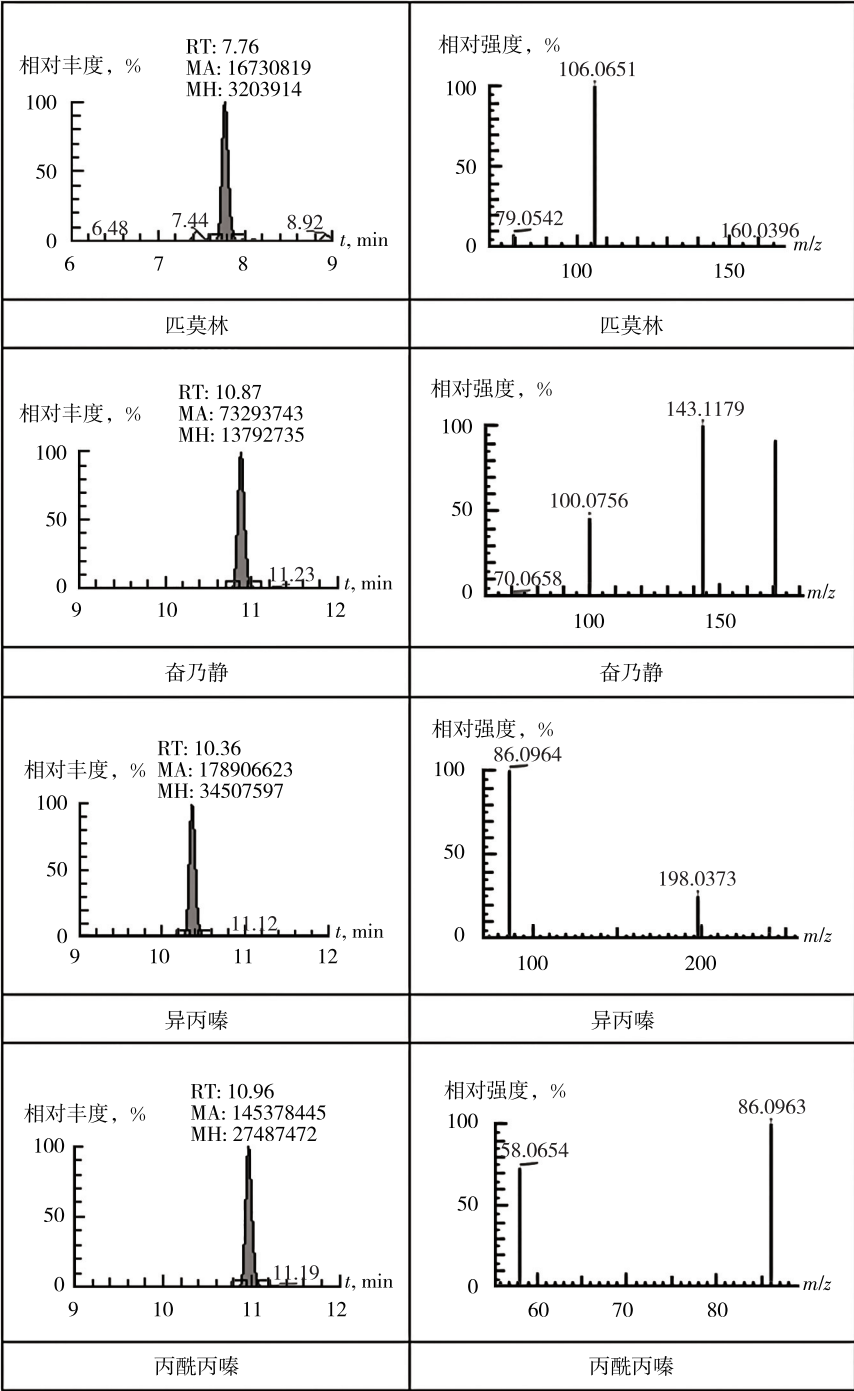


图 B.1 (续)

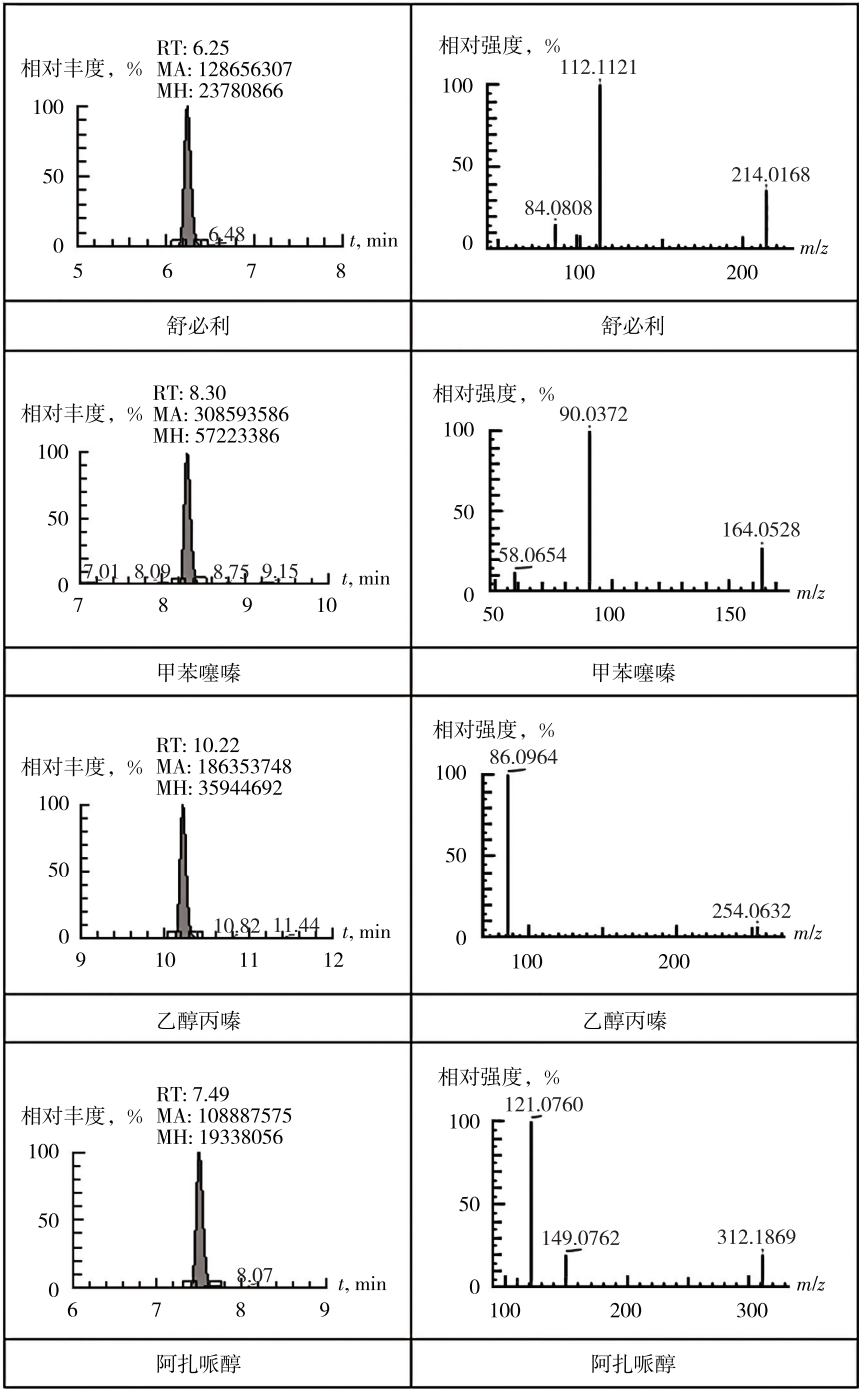


图 B.1 (续)

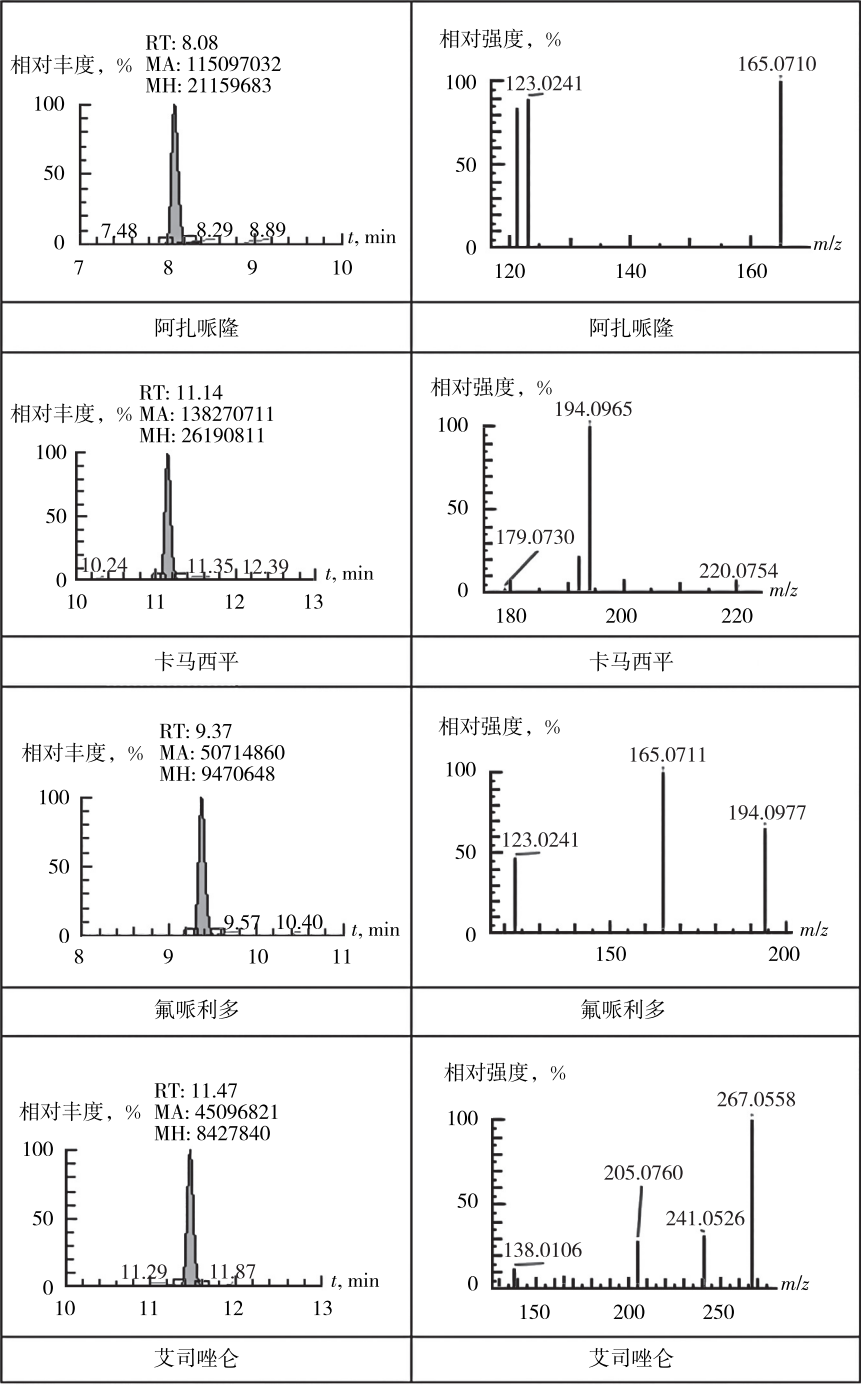


图 B.1 (续)

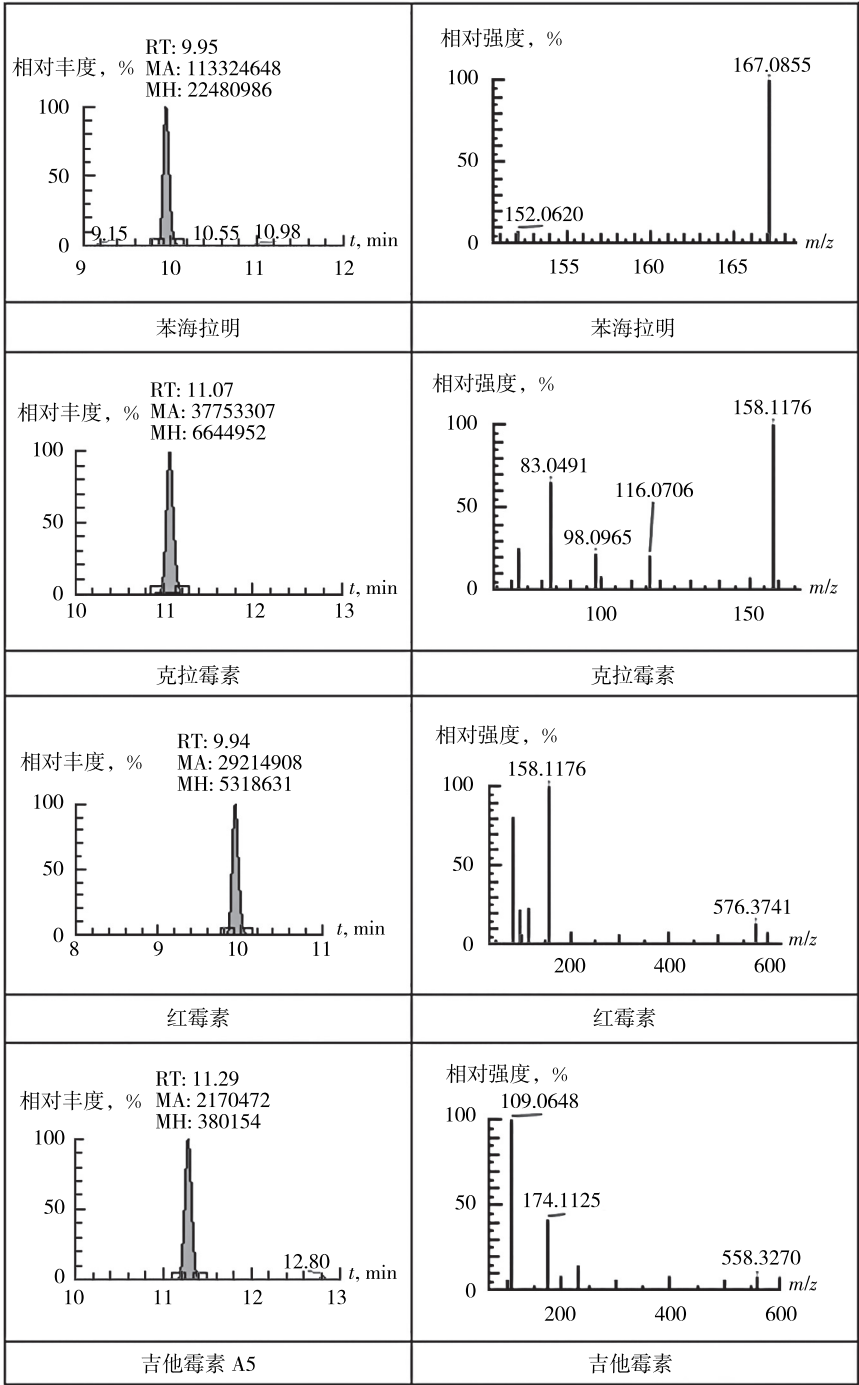


图 B.1 (续)

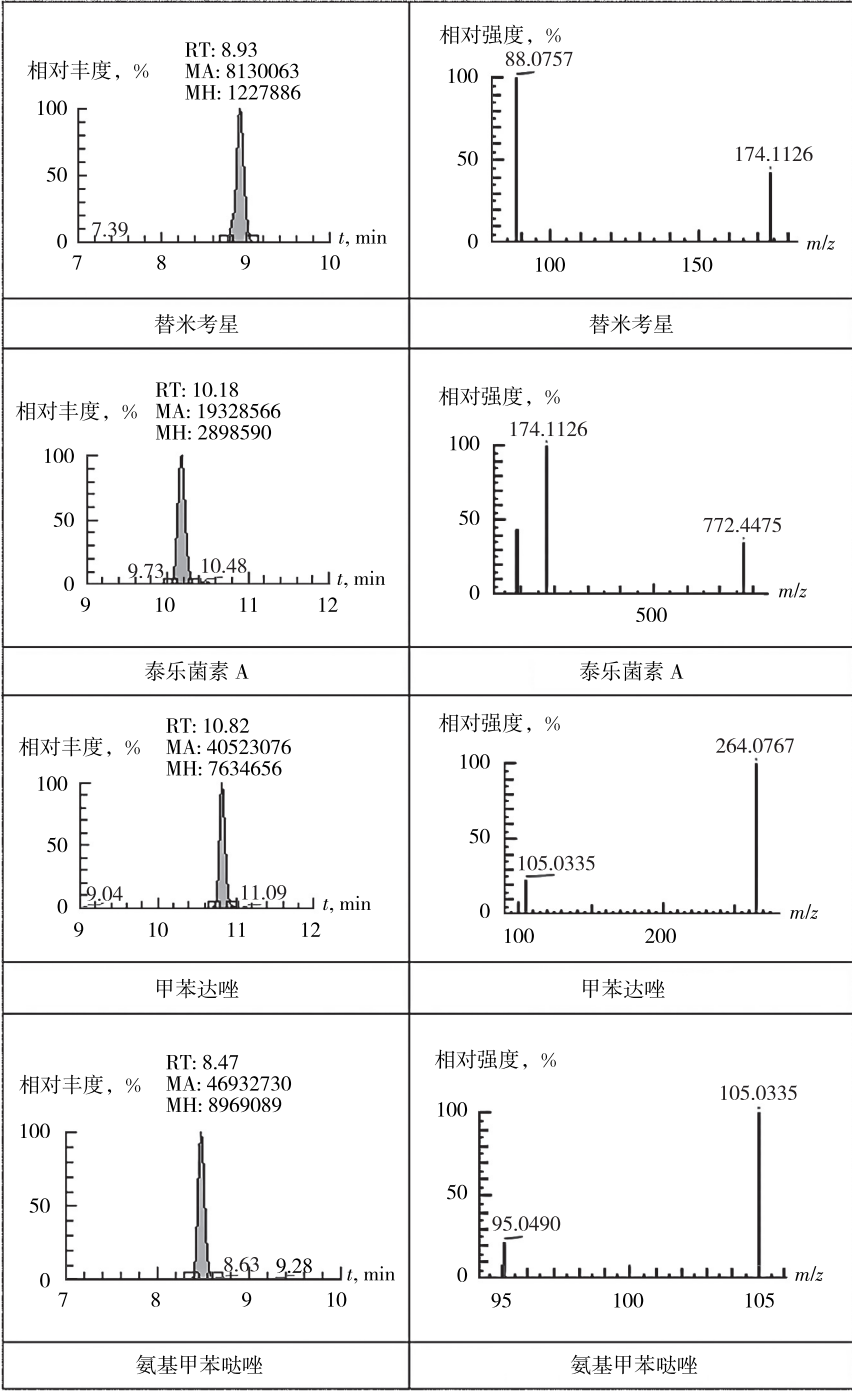


图 B. 1 (续)

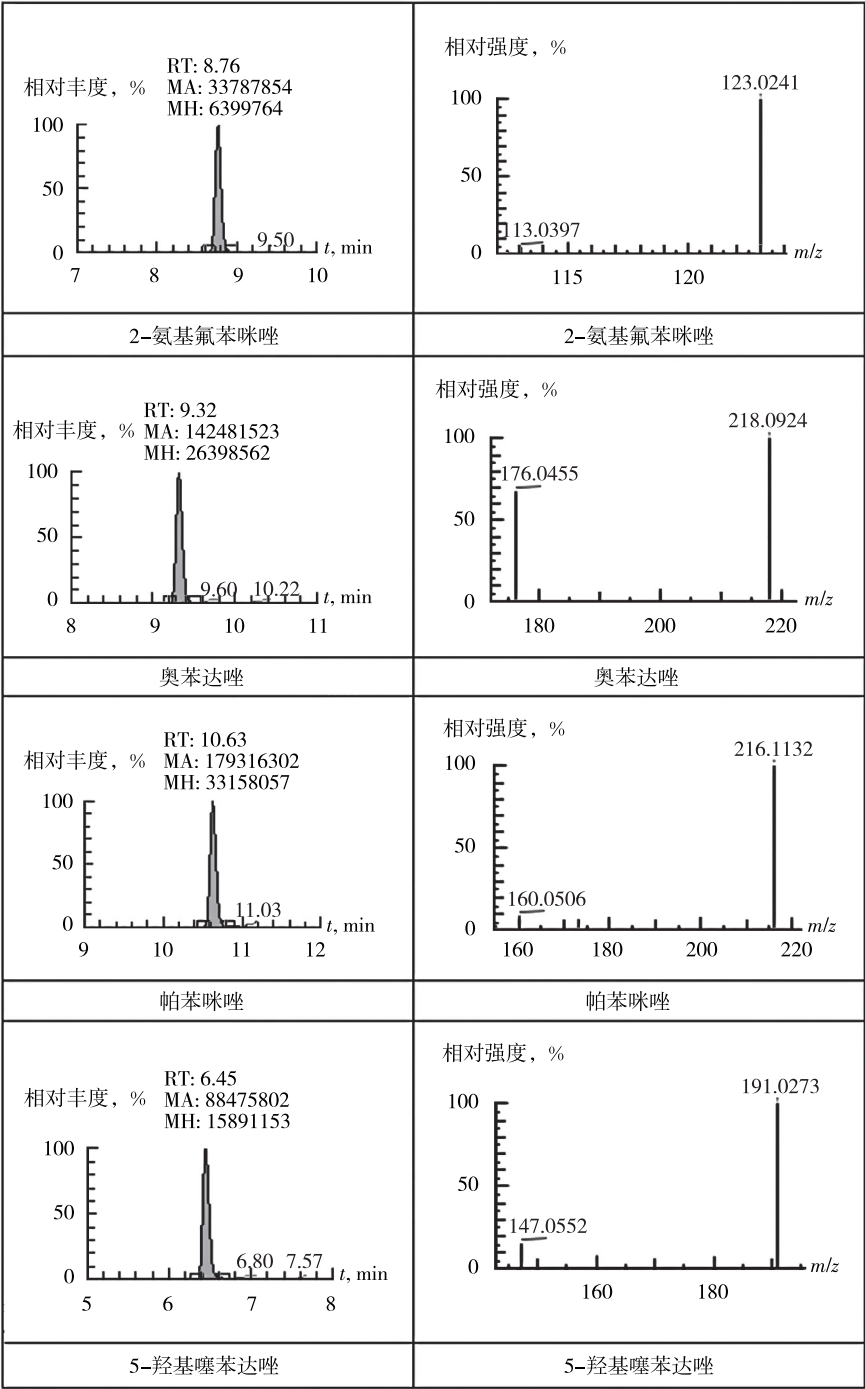


图 B.1（续）

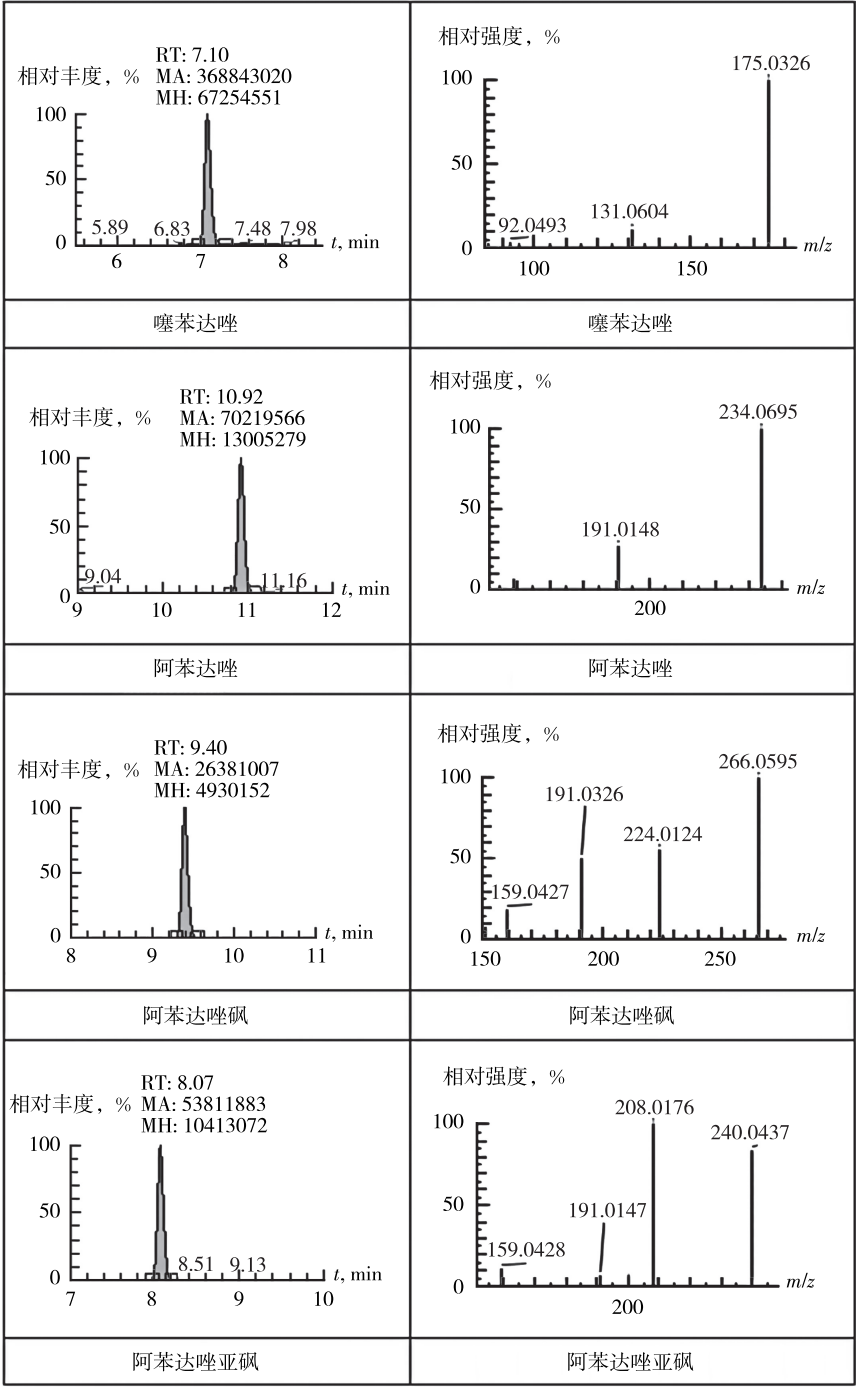


图 B. 1 (续)

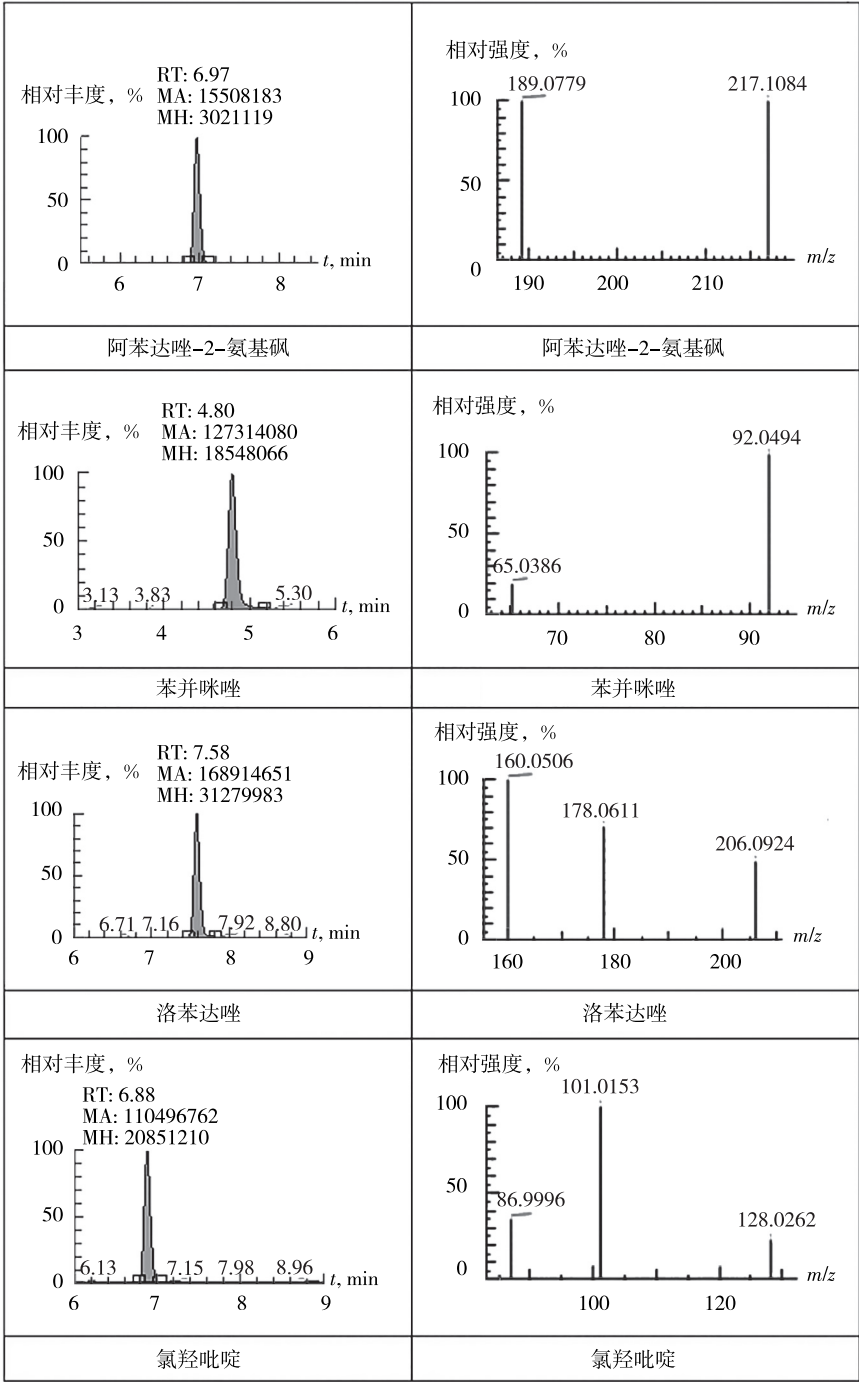


图 B. 1（续）

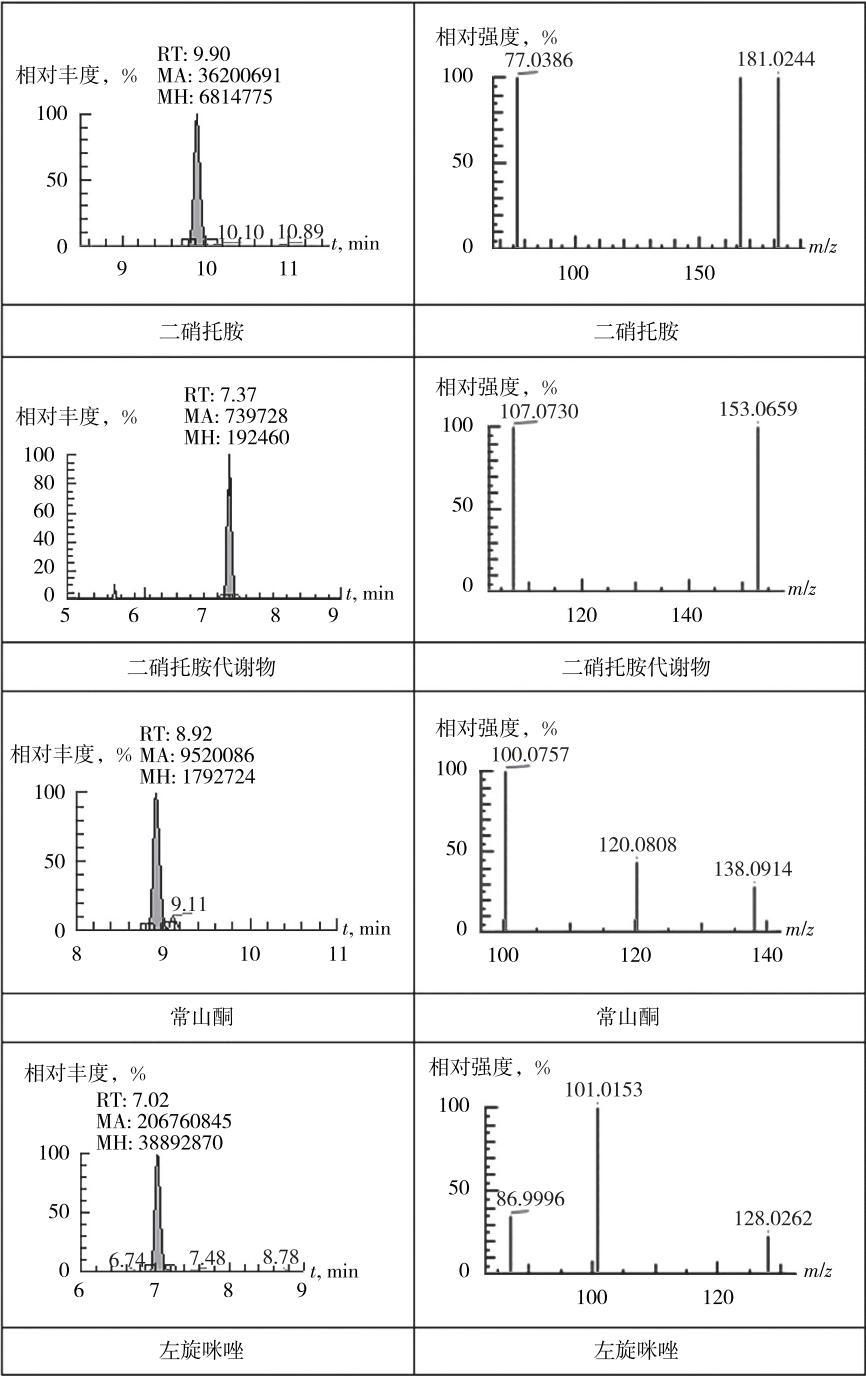


图 B.1 (续)

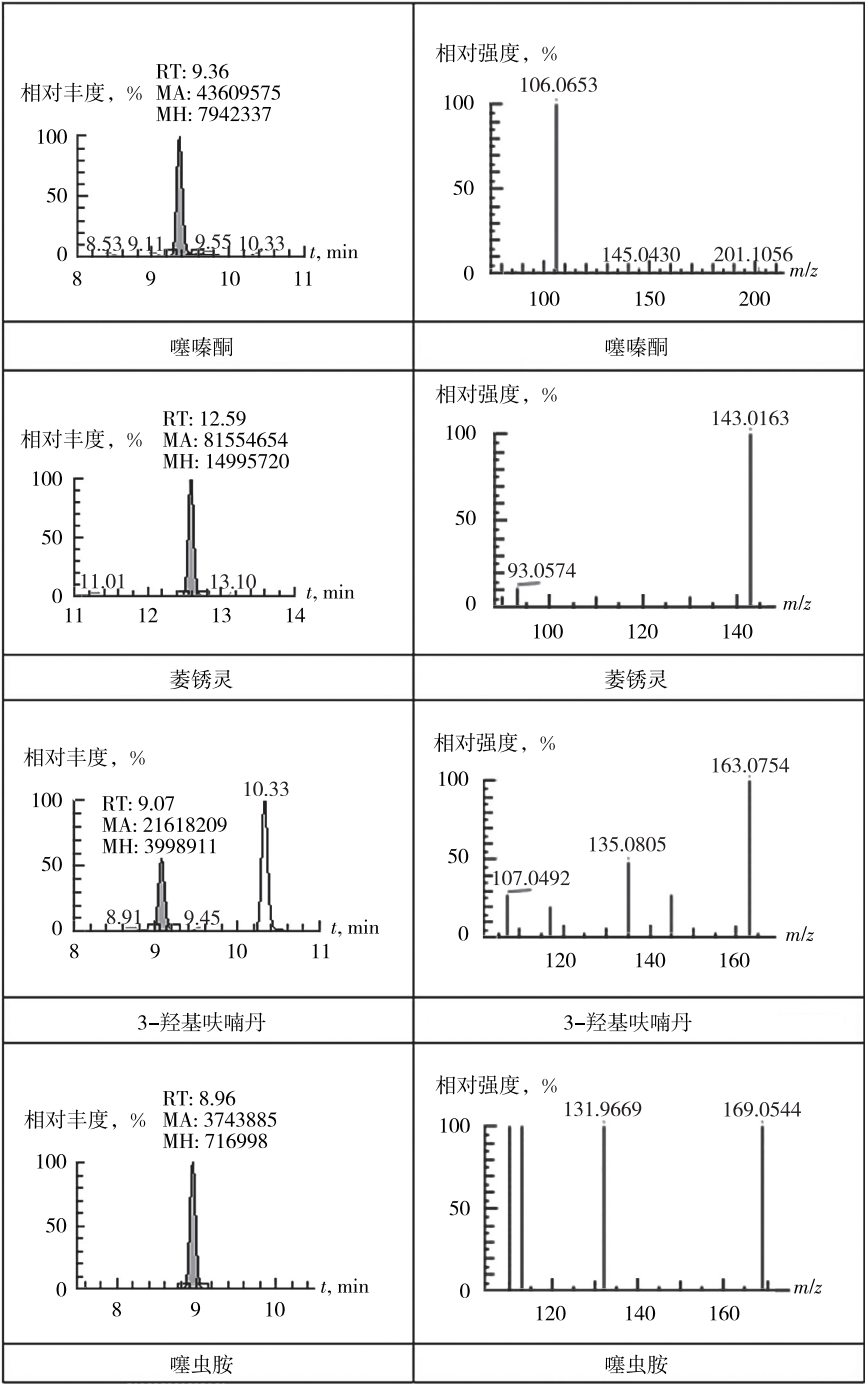


图 B.1（续）

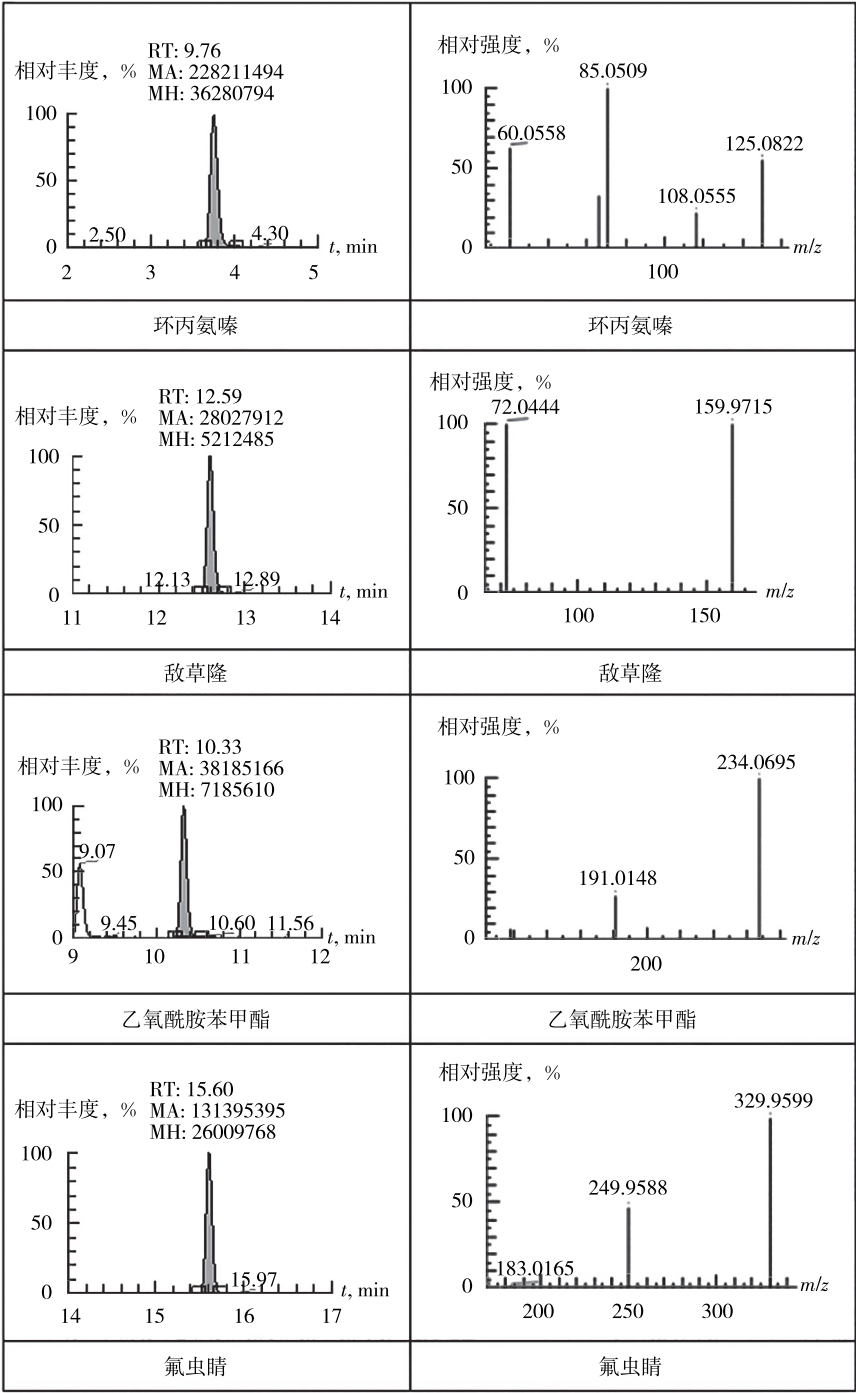


图 B. 1 (续)

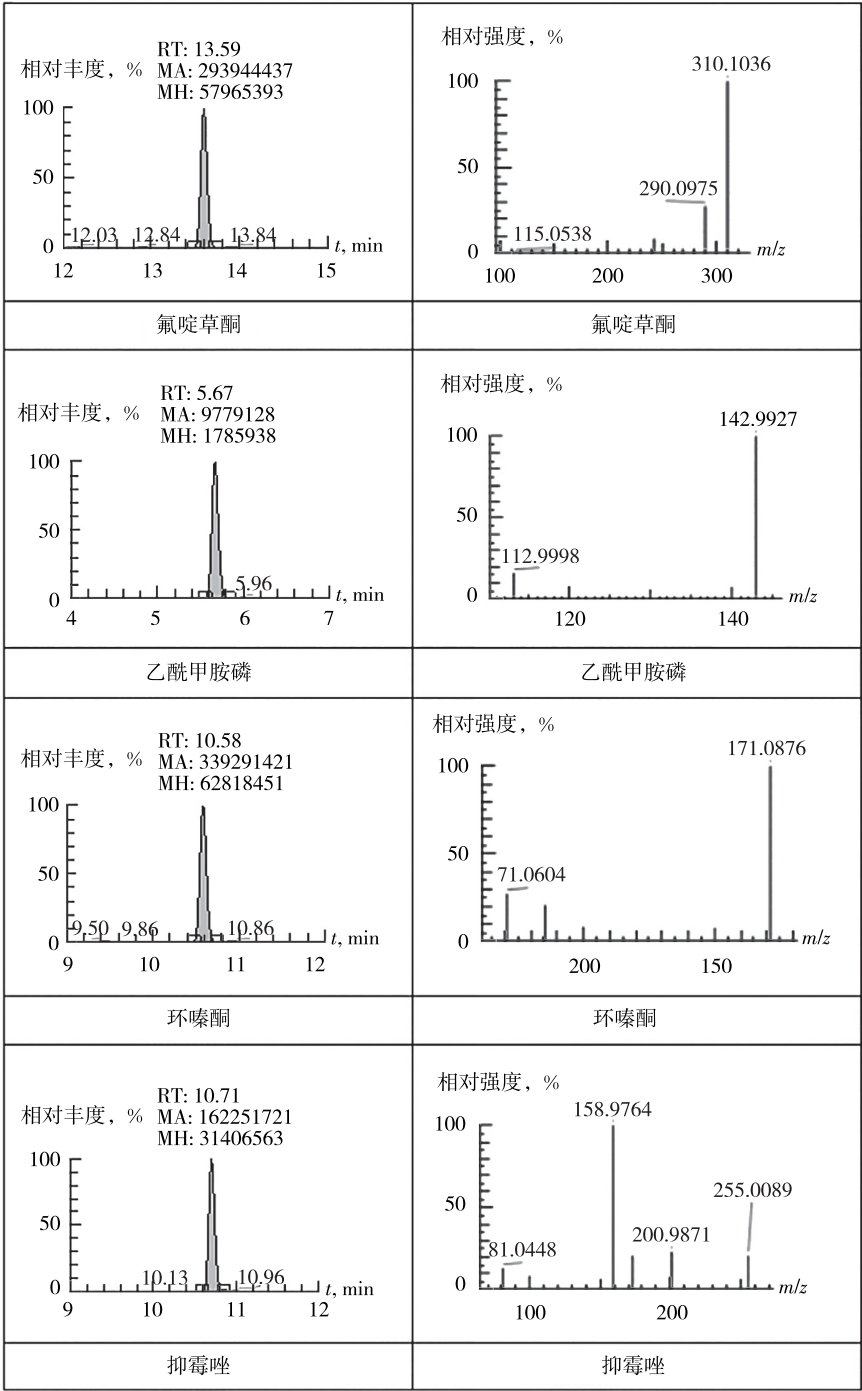


图 B.1 (续)

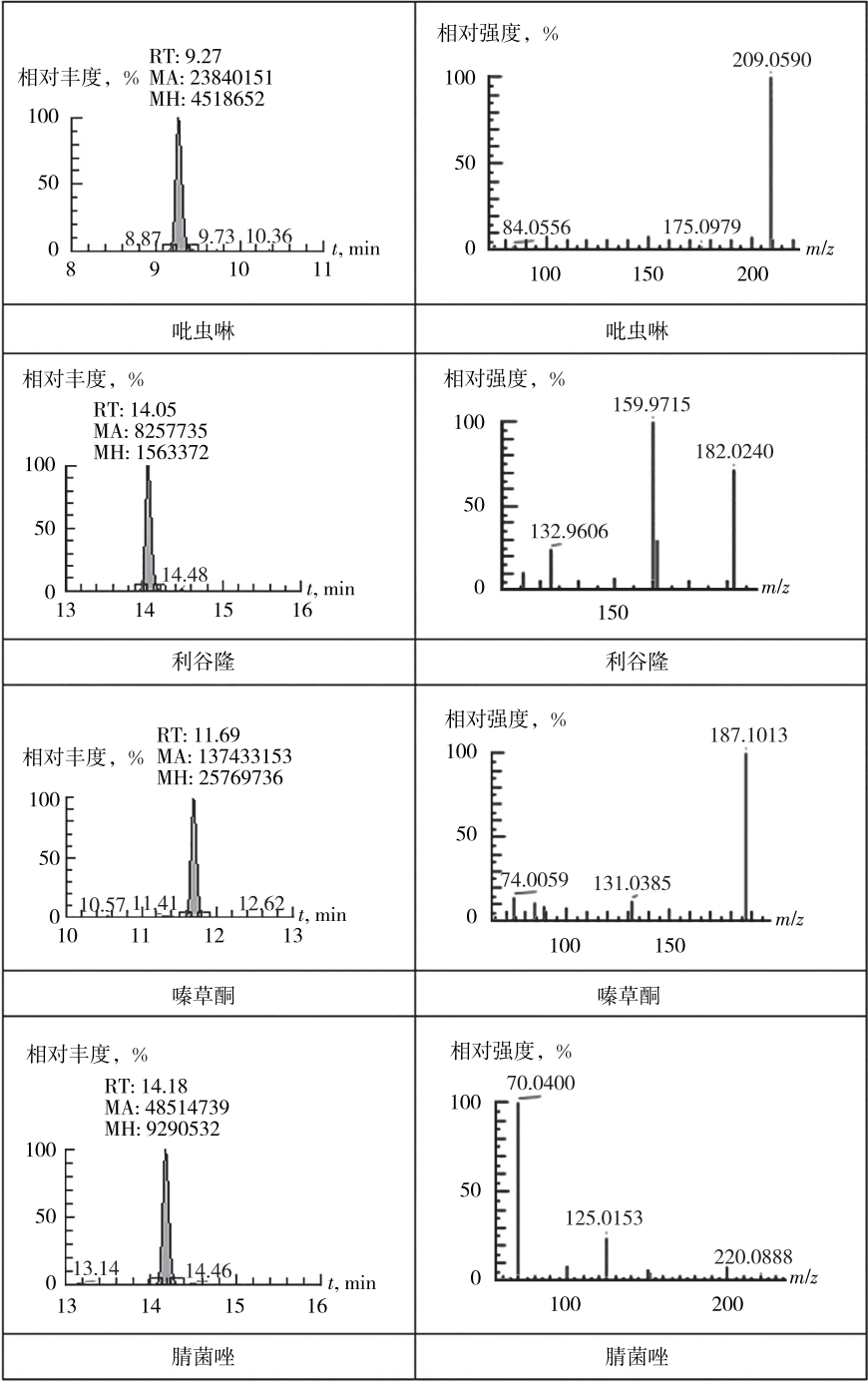


图 B.1 (续)

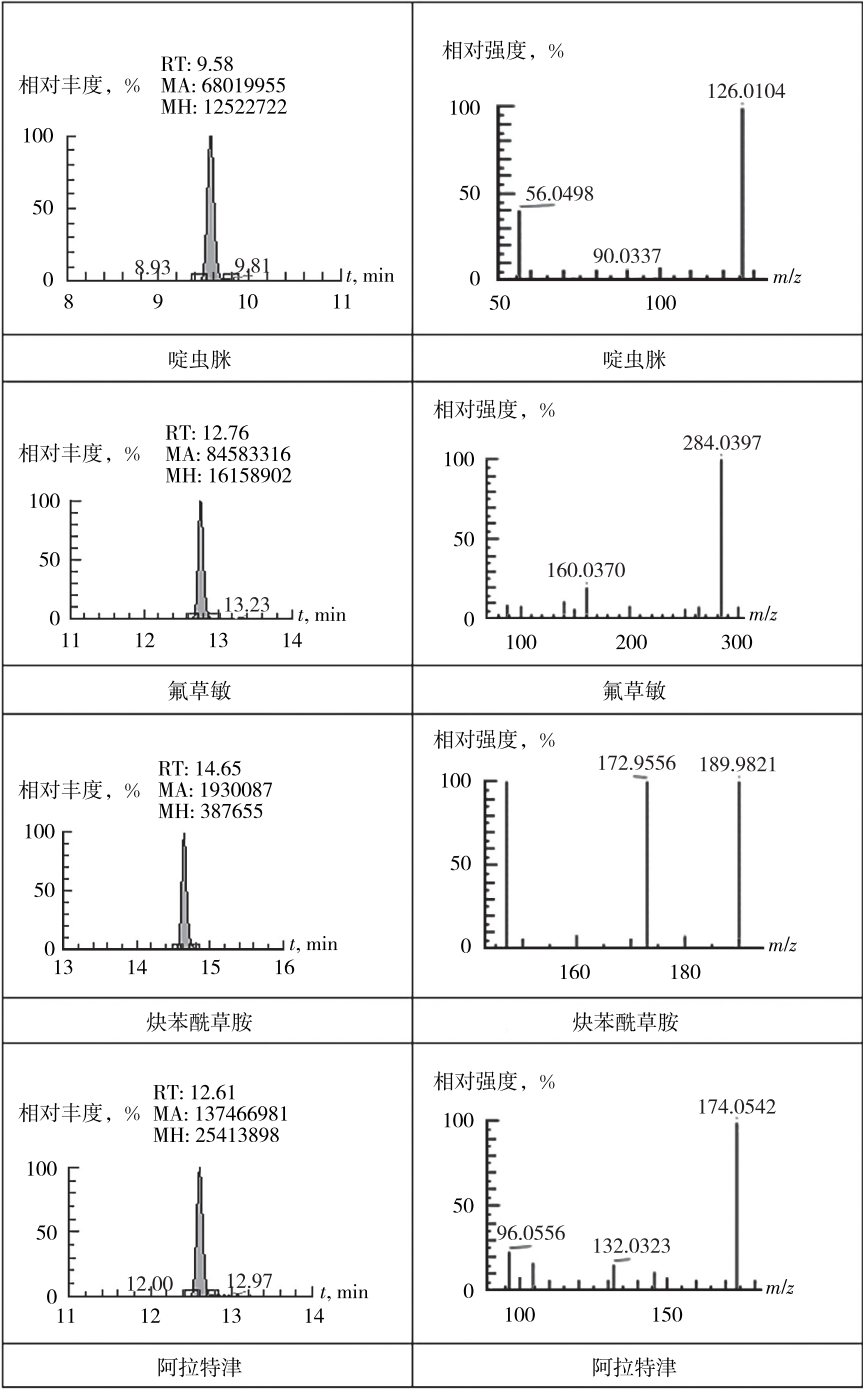


图 B.1（续）

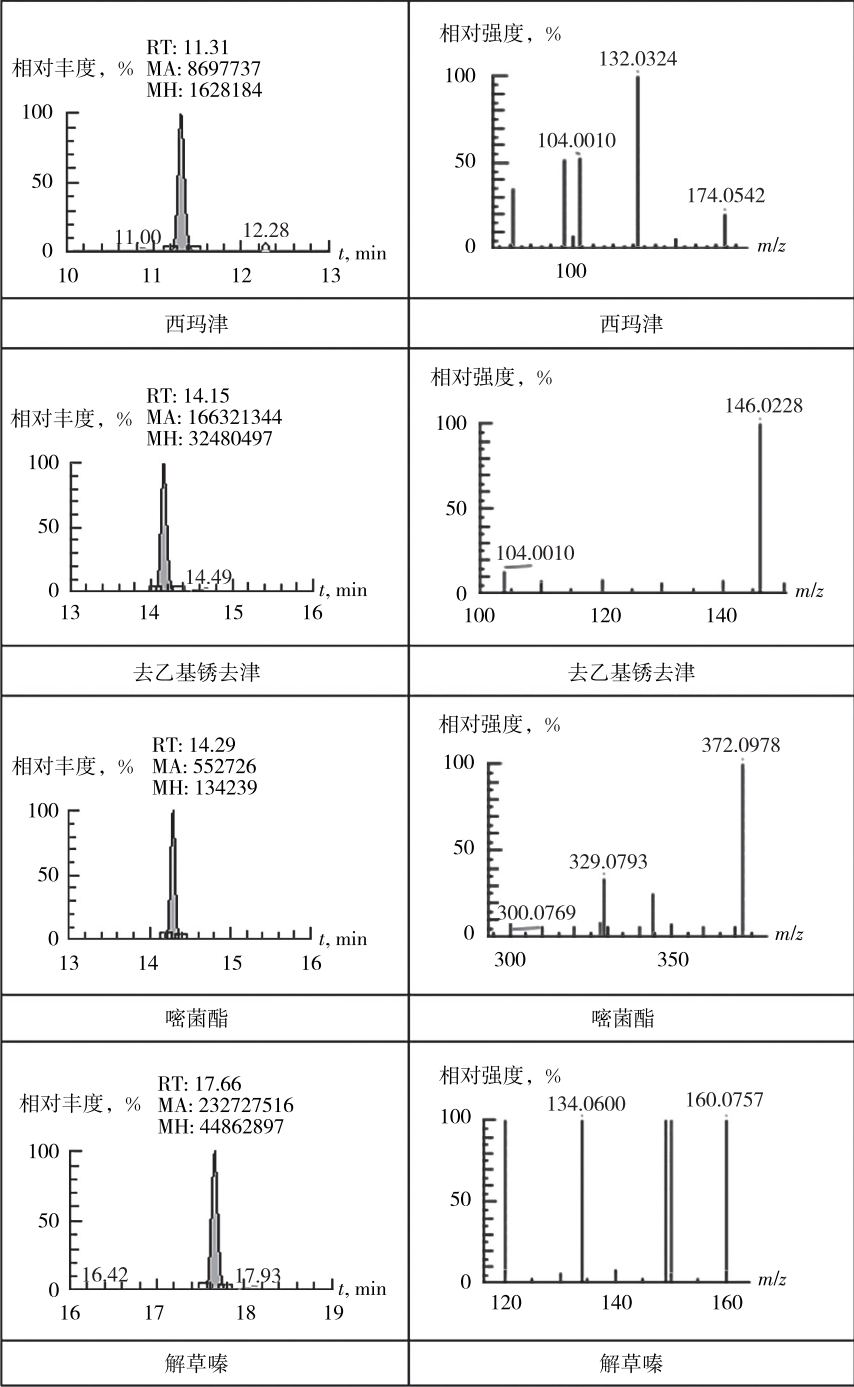


图 B.1 (续)

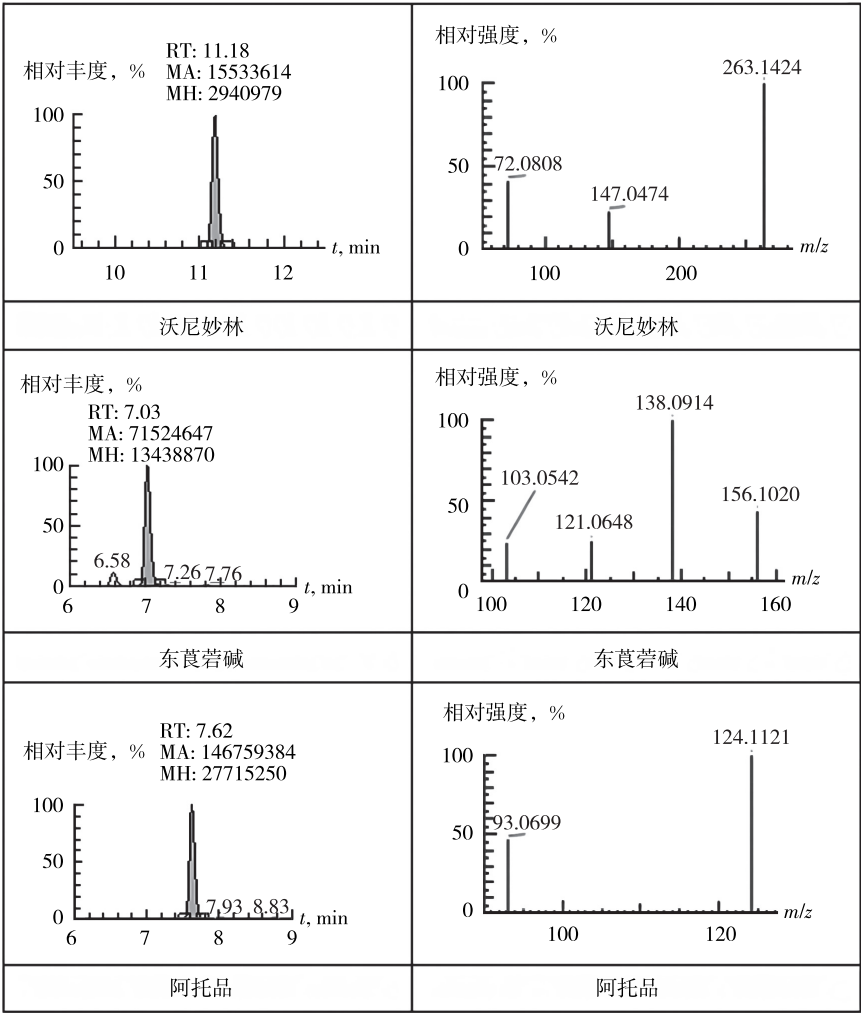


图 B. 1（续）