



中华人民共和国国家标准

GB/T 22338—2008

动物源性食品中氯霉素类药物 残留量测定

Determination of multi-residues of chloramphenicols
in animal-original food

2008-09-01 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 均为资料性附录。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局提出。

本标准由国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邱月明、林黎明、李鹏、张鸿伟、赵海香、董益阳、蔡慧霞、谢孟峡、汪丽萍、孔莹。

动物源性食品中氯霉素类药物 残留量测定

1 范围

本标准规定了动物源性食品中氯霉素类残留量的气相色谱-质谱和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于水产品、畜禽产品和畜禽副产品中氯霉素、氟甲砜霉素和甲砜霉素残留的定性确证和定量测定。

2 气相色谱-质谱法

2.1 原理

样品用乙酸乙酯提取,4%氯化钠溶液和正己烷液-液分配净化,再经弗罗里硅土(Florisil)柱净化后,以甲苯为反应介质,用N,O双(三甲基硅基)三氟乙酰胺-三甲基氯硅烷(BSTFA+TMCS, 99+1)于70℃硅烷化,用气相色谱/负化学电离源质谱测定,内标工作曲线法定量。

2.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 甲醇:色谱纯。

2.2.2 甲苯:农残级。

2.2.3 正己烷:农残级。

2.2.4 乙酸乙酯。

2.2.5 乙醚。

2.2.6 氯化钠。

2.2.7 氯霉素(CAP)、氟甲砜霉素(FF)、甲砜霉素(TAP)标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

2.2.8 间硝基氯霉素(m-CAP)标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

2.2.9 氯化钠溶液(4%):称取适量氯化钠用水配置成4%的氯化钠溶液,常温保存,可使用1周。

2.2.10 氯霉素类标准储备溶液:准确称取适量氯霉素、氟甲砜霉素和甲砜霉素标准物质(精确到0.1 mg),以甲醇配制成浓度为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液。

2.2.11 间硝基氯霉素内标工作溶液:准确称取适量间硝基氯霉素标准物质(精确到0.1 mg),用甲醇配制成10 ng/mL 的标准工作溶液。

2.2.12 氯霉素类基质标准工作溶液:选择不含氯霉素类的样品六份,分别添加1 mL内标工作溶液(2.2.11),用这六份提取液分别配成氯霉素、氟甲砜霉素和甲砜霉素浓度为0.1 ng/mL 、0.2 ng/mL 、1 ng/mL 、2 ng/mL 、4 ng/mL 、8 ng/mL 的溶液,按本方法提取(2.4.1)、净化(2.4.2),制成样品提取液,用氮气缓慢吹干,硅烷化(2.4.3)后,制成标准工作溶液。

2.2.13 衍生化试剂:N,O双(三甲基硅基)三氟乙酰胺-三甲基氯硅烷(BSTFA+TMCS, 99+1)。

2.2.14 固相萃取柱:弗罗里硅土柱(6.0 mL,1.0 g)。

2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱/质谱联用仪:配有化学电离源(CI)。

2.3.2 组织捣碎机。

2.3.3 固相萃取装置。

2.3.4 振荡器。

2.3.5 旋转蒸发仪。

2.3.6 涡旋混合器。

2.3.7 离心机。

2.3.8 恒温箱。

2.4 测定步骤

2.4.1 提取

称取 10 g(精确到 0.01 g)粉碎的组织样品于 50 mL 具塞离心管中,加入 1.0 mL 内标溶液(2.2.11)和 30 mL 乙酸乙酯,振荡 30 min,于 4 000 r/min 离心 2 min,上层清液转移至圆底烧瓶中,残渣用 30 mL 乙酸乙酯再提取一次,合并提取液,35 °C 旋转蒸发至 1 mL~2 mL,待净化。

2.4.2 净化

2.4.2.1 液-液萃取

提取液浓缩物(2.4.1)加 1 mL 甲醇溶解,用 20 mL 氯化钠溶液(2.2.9)和 20 mL 正己烷液-液萃取,弃去正己烷层,水相用 40 mL 乙酸乙酯分两次萃取,合并乙酸乙酯相于心形瓶中,35 °C 旋转蒸发至近干,用氮气缓慢吹干。

2.4.2.2 弗罗里硅土柱净化

弗罗里硅土柱依次用 5 mL 甲醇、5 mL 甲醇-乙醚(3+7)溶液和 5 mL 乙醚淋洗备用。将残渣(2.4.2.1)用 5.0 mL 乙醚溶解上样,用 5.0 mL 乙醚淋洗 Florisil 柱,5.0 mL 甲醇-乙醚溶液(3+7)洗脱,洗脱液用氮气缓慢吹干,待硅烷化。

2.4.3 硅烷化

净化后的试样(2.4.2.2)用 0.2 mL 甲苯溶解,加入 0.1 mL 硅烷化试剂(2.2.13)混合,于 70 °C 衍生化 60 min。氮气缓慢吹干,用 1.0 mL 正己烷定容,待测定。

2.4.4 测定

2.4.4.1 气相色谱-质谱条件

- a) 色谱柱:DB-5MS 毛细管柱,30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm,或与之相当者;
- b) 色谱柱温度:50 °C 保持 1 min,25 °C/min 升至 280 °C,保持 5 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 进样方式:不分流进样,不分流时间 0.75 min;
- e) 载气:高纯氮气,纯度≥99.999%;
- f) 流速:1.0 mL/min;
- g) 进样量:1.0 μL;
- h) 接口温度:280 °C;
- i) 离子源:化学电离源负离子模式 NCI;
- j) 扫描方式:选择离子监测;
- k) 离子源温度:150 °C;
- l) 四级杆温度:106 °C;
- m) 反应气:甲烷,纯度≥99.999%;
- n) 选择监测离子参见表 1。

表 1 监测离子

药物名称	监测离子(m/z)	定量离子(m/z)	相对离子丰度比/%	允许相对误差/%
间硝基氯霉素	466	466	100	±20%
	468		66	
	470		16	
	432		2	
氯霉素	466	466	100	±20%
	468		71	
	376		32	
	378		19	
氟甲砜霉素	339	339	100	±20%
	341		75	
	429		89	
	431		84	
甲砜霉素	409	409	100	±20%
	411		93	
	499		92	
	501		93	

2.4.4.2 定性测定

进行试样测定时,如果检出色谱峰的保留时间与标准物质相一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择离子的相对离子丰度比与标准物质一致,相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围,则可判断样品中存在对应的三种氯霉素。如果不能确证,应重新进样,以扫描方式(有足够灵敏度)或采用增加其他确证离子的方式来确证。

2.4.4.3 内标工作曲线

用配制的基质标准工作溶液(2.2.12)按 2.4.4.1 的气相色谱-质谱条件分别进样,以标准溶液浓度为横坐标,待测组分与内标物的峰面积之比为纵坐标绘制内标工作曲线。

2.4.4.4 定量

以 m/z466(m-CAP 和 CAP)、339(FF)和 409(TAP)为定量离子,样品溶液中氯霉素类衍生物响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下(2.4.4.1),m-CAP、CAP、FF、TAP 标准物质衍生物参考保留时间约为 11.4 min、11.8 min、12.6 min、13.6 min。氯霉素类标准物质衍生物总离子流图和质谱图参见附录 A 中的图 A.1 和图 A.2。

2.4.5 平行实验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

2.4.6 空白实验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

2.5 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

c ——从内标标准工作曲线上得到的被测组分浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

2.6 测定低限

气相色谱-质谱测定低限为：氯霉素 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，氟甲砜霉素和甲砜霉素 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.7 回收率和精密度

参见附录 B。

3 液相色谱-质谱/质谱法

3.1 原理

针对不同动物源性食品中氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素残留，分别采用乙腈、乙酸乙酯-乙醚或乙酸乙酯提取，提取液用固相萃取柱进行净化，液相色谱-质谱/质谱仪测定，氯霉素采用内标法定量，甲砜霉素和氟甲砜霉素采用外标法定量。

3.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 甲醇：液相色谱级。

3.2.2 乙腈：液相色谱级。

3.2.3 丙酮：液相色谱级。

3.2.4 正丙醇：液相色谱级。

3.2.5 正己烷：液相色谱级。

3.2.6 乙酸乙酯：液相色谱级。

3.2.7 乙醚。

3.2.8 乙酸钠。

3.2.9 乙酸铵。

3.2.10 β -葡萄糖醛酸苷酶：约 40 000 活性单位。

3.2.11 乙腈饱和正己烷：取 200 mL 正己烷(3.2.5)于 250 mL 分液漏斗中，加入少量乙腈(3.2.2)，剧烈振摇，静置分层后，弃去下层乙腈层即得。

3.2.12 丙酮-正己烷(1+9)：丙酮(3.2.3)、正己烷(3.2.5)按体积比 1 : 9 混匀。

3.2.13 丙酮-正己烷(6+4)：丙酮(3.2.3)、正己烷(3.2.5)按体积比 6 : 4 混匀。

3.2.14 乙酸乙酯-乙醚(75+25)：75 mL 乙酸乙酯(3.2.6)与 25 mL 乙醚(3.2.7)溶液混匀。

3.2.15 乙酸钠缓冲液(0.1 mol/L)：称取乙酸钠(3.2.8)13.6 g 于 1 000 mL 容量瓶中，加入 980 mL 水溶解并混匀，用乙酸调 pH 到 5.0，定容至刻度混匀。

3.2.16 乙酸铵溶液(10 mmol/L)：称取乙酸铵(3.2.9)0.77 g 于 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度混匀。

3.2.17 氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素标准物质：纯度 \geq 99.0%。

3.2.18 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)物质：纯度 \geq 99.9%。

3.2.19 标准储备溶液：分别准确称取适量的氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素标准物质(3.2.17)(精确到 0.1 mg)，用乙腈配成 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液(4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存可使用 6 个月)。

3.2.20 氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素标准中间溶液：分别准确移取适量的氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素标准储备溶液(3.2.19)，用乙腈稀释成 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素标准中间溶液(4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存可使用 3 个月)。

3.2.21 氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素混合标准工作溶液：分别准确移取适量的氯霉素、甲砜霉素和氟甲砜霉素标准中间溶液(3.2.20)，用流动相稀释成合适的混合标准工作溶液(现用现配)。

3.2.22 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)储备溶液：准确称取适量的氯霉素- D_5 标准物质(3.2.18)(精确到 0.1 mg)，用乙腈配成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液(4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存可使用 12 个月)。

3.2.23 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)中间溶液：准确移取适量的氯霉素- D_5 储备溶液(3.2.22)，用乙

腈配成 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内标中间溶液(4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存可使用 6 个月)。

3.2.24 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)工作溶液,准确移取适量的氯霉素- D_5 中间溶液(3.2.23),用乙腈配成 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内标工作溶液(4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存可使用 2 周)。

3.2.25 LC-Si 固相萃取柱或相当者;200 mg,3 mL。

3.2.26 EN 固相萃取柱或相当者;200 mg,3 mL。

3.2.27 一次性注射式滤器;配有 0.45 μm 微孔滤膜。

3.3 仪器和设备

3.3.1 液相色谱-串联质谱仪;配有电喷雾离子源。

3.3.2 高速组织捣碎机。

3.3.3 均质器。

3.3.4 旋转蒸发仪。

3.3.5 分析天平。

3.3.6 移液枪;200 μL 、1 mL。

3.3.7 心形瓶;100 mL,棕色。

3.3.8 分液漏斗;200 mL。

3.3.9 聚四氟乙烯离心管;50 mL。

3.3.10 离心机。

3.3.11 涡旋混合器。

3.3.12 固相萃取装置。

3.4 试样制备与保存

3.4.1 试样的制备

从原始样品中取出部分有代表性样品,经高速组织捣碎机均匀捣碎或混匀,用四分法缩分出适量试样,均分成两份,装入清洁容器内,加封后作出标记,一份作为试样,一份作为留样。

3.4.2 试样的保存

试样应在 -20°C 条件下保存。

3.5 测定步骤

3.5.1 提取

3.5.1.1 动物组织(肝、肾除外)与水产品

称取试样 5 g(精确至 0.01 g),置于 50 mL 离心管中,加入 100 μL 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)工作溶液(3.2.24)和 30 mL 乙腈,匀浆,离心 5 min。将上清液移入 250 mL 分液漏斗中,加 15 mL 乙腈饱和的正己烷(3.2.11),振荡 5 min,静置分层,转移乙腈层至 100 mL 棕色心形瓶中。残渣中再加入 30 mL 乙腈,振荡 3 min,离心 5 min,取上清液转移至同一分液漏斗,振荡 5 min,静置分层,转移乙腈层至同一棕色心形瓶中。向心形瓶中加入 5 mL 正丙醇,于 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转蒸发近干,用氮气吹干,加 5 mL 丙酮-正己烷(3.2.12)溶解残渣。

3.5.1.2 动物肝、肾组织

称取试样 5 g(精确至 0.01 g),置于 50 mL 离心管中,加入 30 mL 乙酸钠缓冲液(3.2.15),均质 2 min,加入 300 μL β -葡萄糖醛酸苷酶(3.2.10),于 37 $^{\circ}\text{C}$ 温育过夜。消解样品中加入 100 μL 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)工作溶液(3.2.24),20 mL 乙酸乙酯-乙醚(3.2.14),振荡 2 min,离心 5 min。取上层有机层入心形瓶中,在 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转蒸发近干,用氮气吹干,加 5 mL 丙酮-正己烷(3.2.12)溶解残渣。

3.5.1.3 蜂蜜

称取蜂蜜试样 5 g(精确至 0.01 g),置于 50 mL 离心管中,加入 100 μL 氯霉素氘代内标(氯霉素- D_5)工作溶液(3.2.24),5 mL 水,混匀,再加入 20 mL 乙酸乙酯,振荡 2 min,离心 5 min,移取有机层到

100 mL 棕色心形瓶中,于离心管中再加入 20 mL 乙酸乙酯,振摇 2 min,离心 5 min,合并有机层于棕色心形瓶中,40 °C 水浴中旋转蒸发至干,3 mL 水溶解残渣,混匀。

3.5.2 净化

3.5.2.1 动物组织与水产品

用 5 mL 丙酮-正己烷(3.2.12)淋洗 LC-Si 硅胶小柱,弃去淋洗液,将残渣溶解液(3.5.1.1、3.5.1.2)转移到固相萃取小柱上,弃去流出液,用 5 mL 丙酮-正己烷(3.2.13)洗脱,收集洗脱液于心形瓶中,40 °C 水浴中旋转蒸发至近干,氮气吹干,用 1 mL 水定容,定容液过 0.45 μm 滤膜(3.2.27)至进样瓶,待测定。

3.5.2.2 蜂蜜

分别用 5 mL 甲醇,5 mL 水活化 EN 固相萃取柱,将提取液(3.5.1.3)转移上柱,用 5 mL 水淋洗,用玻璃棒压干 1 min,用 3 mL 乙酸乙酯洗脱,洗脱液用氮气吹干,用 1 mL 水定容,定容液通过 0.45 μm 滤膜(3.2.27)至进样瓶,待测定。

3.5.3 液相色谱-质谱/质谱测定

3.5.3.1 液相色谱条件

- 色谱柱:Zorbax SB-C₁₈, 5 μm, 2.1 mm×150 mm,或与之相当者;
- 流动相:水-乙腈-10 mmol/L 乙酸铵溶液,梯度洗脱程序参见表 2;

表 2 梯度洗脱程序

时间/min	水/%	乙腈/%	10 mmol/L 乙酸铵溶液/%
0.00	70	25	5
2.00	25	70	5
3.00	25	70	5
8.00	70	25	5

c) 流速:0.6 mL/min;

d) 进样量:20 μL;

e) 柱温:40 °C。

3.5.3.2 质谱/质谱条件

参见附录 C。

3.5.3.3 定性测定

按照上述条件测定样品和建立标准工作曲线,如果样品中化合物质量色谱峰的保留时间与标准溶液的保留时间相比在允许偏差±2.5%之内,待测化合物定性离子对的重构离子色谱峰的信噪比大于或等于 3(S/N≥3),定量离子对的重构离子色谱峰的信噪比大于或等于 10(S/N≥10);定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准溶液相比,相对丰度偏差不超过表 3 的规定,则可判断样品中存在相应的目标化合物。氯霉素、甲砒霉素和氟甲砒霉素混合标准工作溶液的液相色谱-质谱/质谱多反应监测(MRM)总离子流图和重构离子色谱图以及各目标化合物相对保留时间参见附录 D 中图 D.1~图 D.5 和表 D.1。

表 3 定性时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

3.5.3.4 定量测定

氯霉素使用内标法定量,甲砒霉素和氟甲砒霉素使用外标法定量。

3.6 结果计算

试样中目标化合物残留量使用仪器数据处理系统或氯霉素残留量按式(2)计算,甲砒霉素和氟甲砒

霉素按式(3)计算:

$$X = \frac{c \times c_i \times A \times A_{si} \times V}{c_{si} \times A_i \times A_s \times W} \times \frac{1\ 000}{1\ 000} \dots\dots\dots (2)$$

$$X = \frac{c \times A \times V}{A_s \times W} \times \frac{1\ 000}{1\ 000} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- X——试样中待测组分残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- c——标准工作溶液的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- c_{si} ——标准工作溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- c_i ——样液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- A_s ——标准工作溶液的峰面积;
- A——样液中待测目标物的峰面积;
- A_{si} ——标准工作溶液中内标物的峰面积;
- A_i ——样液中内标物的峰面积;
- V——试样定容体积,单位为毫升(mL);
- W——样品称样量,单位为克(g)。

注:计算结果应扣除空白值。

3.7 测定低限

液相色谱-质谱/质谱法对氯霉素测定低限为 $0.1\ \mu\text{g}/\text{kg}$;甲砒霉素和氟甲砒霉素为 $0.1\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

3.8 回收率和精密度

参见附录 E。

附录 A
(资料性附录)

氟喹酮类标准物质衍生物的气相色谱-质谱总离子流色谱图和质谱图

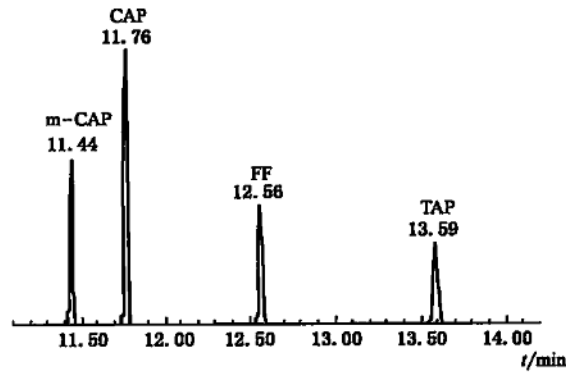
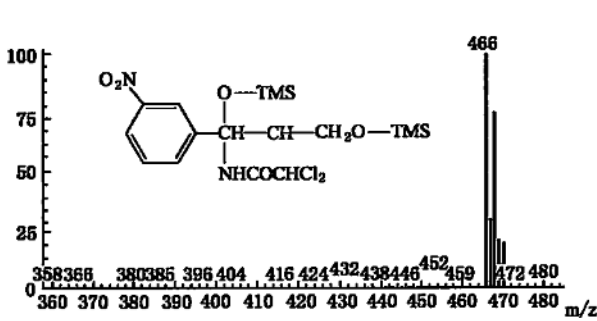
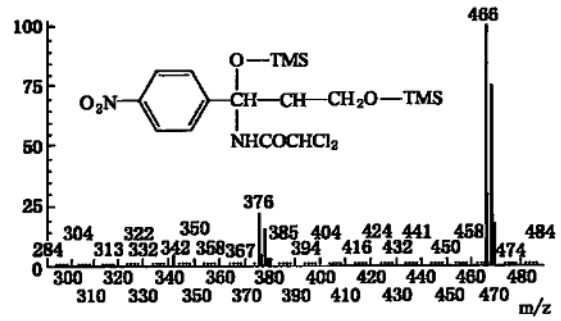


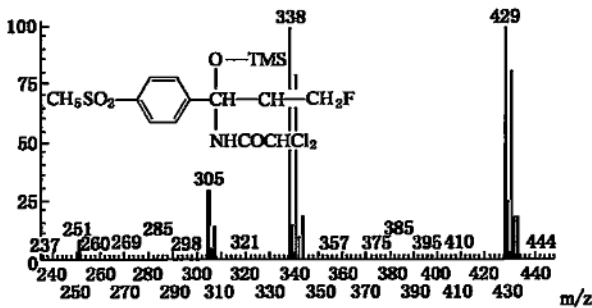
图 A.1 氟喹酮类标准物质衍生物的总离子流色谱图



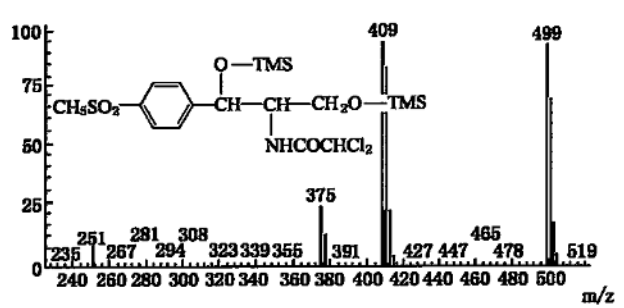
a) 间硝基氟喹酮衍生物质谱图



b) 氟喹酮衍生物质谱图



c) 氟甲基氟喹酮衍生物质谱图



d) 甲基氟喹酮衍生物质谱图

图 A.2 氟喹酮类药物衍生物结构式和质谱图

附 录 B
(资料性附录)

氯霉素类药物在不同基质中的平均回收率和精密度(GC/MS法)

表 B.1 氯霉素类药物在不同基质中的平均回收率和精密度

药物名称	添加浓度/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	水产品		畜禽肉		畜禽副产品	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
氯霉素	0.1	88.1	9.8	80.2	8.9	80.0	10.0
	1.0	86.4	5.5	85.4	5.7	88.7	7.2
	2.0	98.1	1.2	90.5	1.5	94.2	2.1
氟甲砜霉素	0.5	98.9	12.9	101	14.6	109	15.4
	1.0	105	10.4	92.8	11.3	102	12.2
	2.0	88.0	15.1	85.3	10.1	89.9	10.7
甲砜霉素	0.5	111	8.8	98.0	8.9	110	10.5
	1.0	94.0	8.3	93.1	7.9	100	8.8
	2.0	93.6	7.7	89.5	6.5	90.3	6.9

附录 C
(资料性附录)

液相色谱-质谱/质谱测定参考条件¹⁾

液相色谱-质谱/质谱测定参考条件

- a) 离子源:电喷雾离子源;
- b) 扫描方式:负离子扫描;
- c) 检测方式:多重反应监测(MRM);
- d) 电喷雾电压:-4 500 V;
- e) 雾化气压力:0.276 MPa;
- f) 气帘气压力:0.172 MPa;
- g) 辅助气流速:0.206 MPa;
- h) 离子源温度:550 ℃;
- i) 定性离子对、定量离子对、碰撞气能量和去簇电压,见表 C.1。

表 C.1 氟霉索、甲砒霉索和氟甲砒霉索的定性离子对、定量离子对、碰撞气能量和去簇电压

药物名称	定性离子对(m/z) (母离子/子离子)	定量离子对(m/z) (母离子/子离子)	碰撞气能量/eV	去簇电压/V
氟霉索	320.9/151.9	320.9/151.9	-25	-72
	320.9/256.9		-16	-73
甲砒霉索	353.9/289.9	353.9/289.9	-18	-75
	353.9/184.9		-28	-75
氟甲砒霉索	356.0/336.0	356.0/336.0	-15	-67
	356.0/184.9		-27	-67
氟霉索-D ₅	326.1/157.0	326.1/157.0	-25	-60
	326.1/262.0		-17	-60

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 API4000 串联质谱仪上完成的,此处列出的实验用型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

附录 D
(资料性附录)

氟喹素类标准物质的液相色谱-质谱/质谱总离子流色谱图和重构离子色谱图

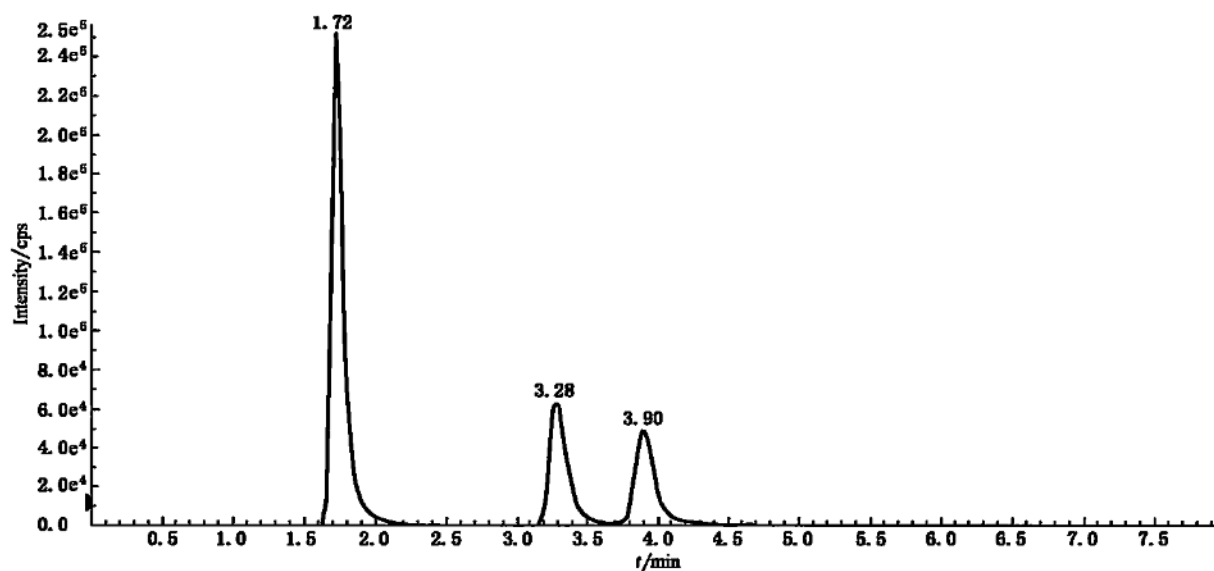


图 D.1 氟喹素、甲砒喹素和氟甲砒喹素标准品总离子流色谱图

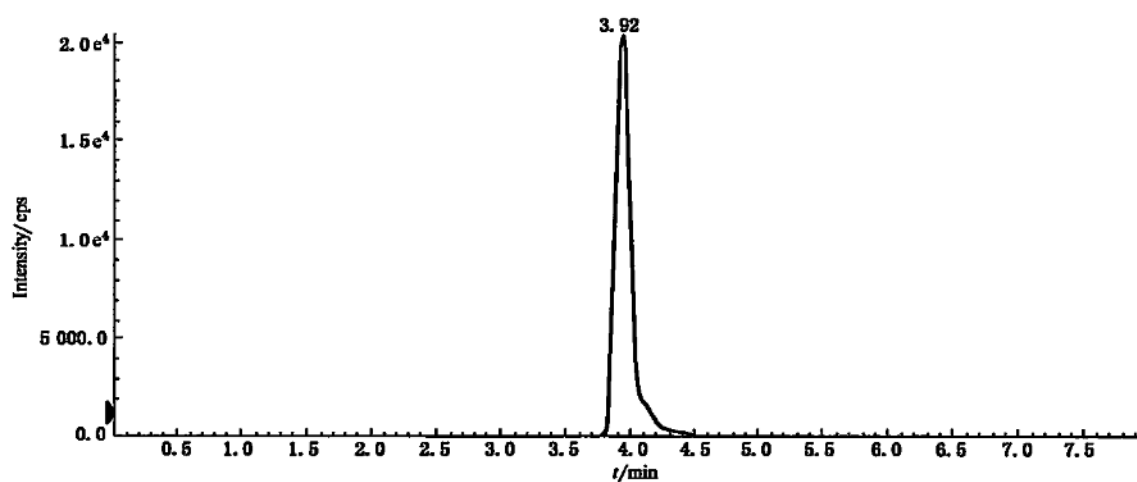


图 D.2 氟喹素重构离子色谱图

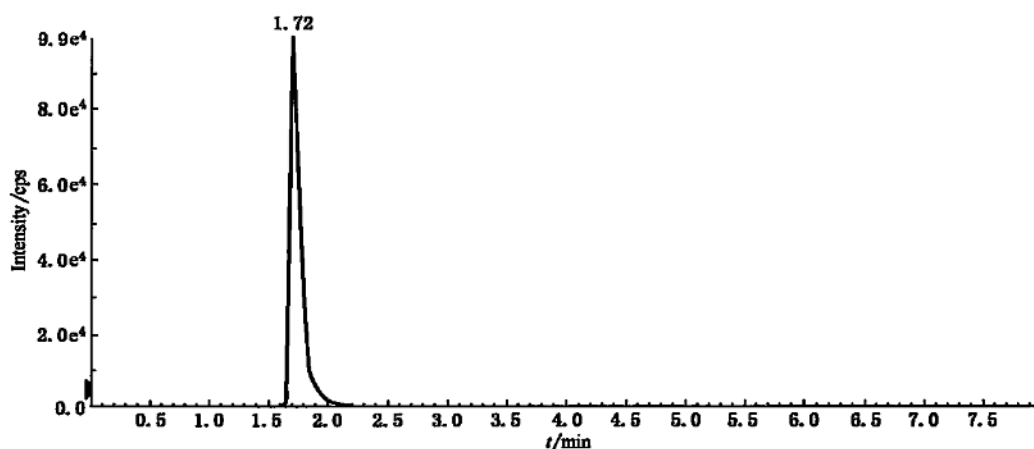


图 D.3 甲砒霉素重构离子色谱图

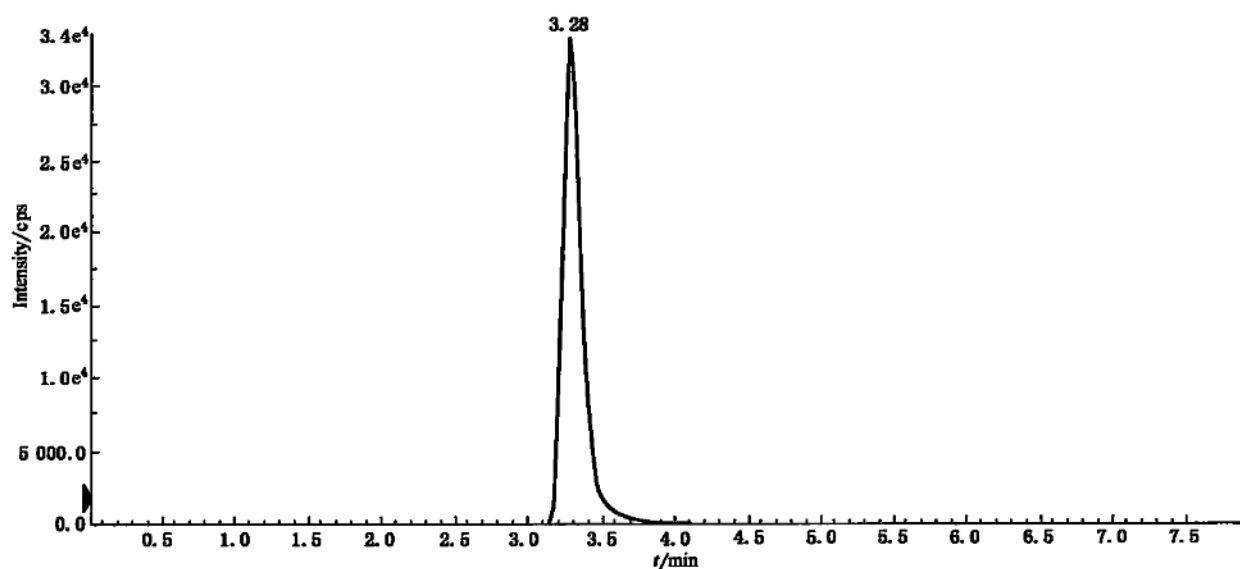


图 D.4 氟甲砒霉素重构离子色谱图

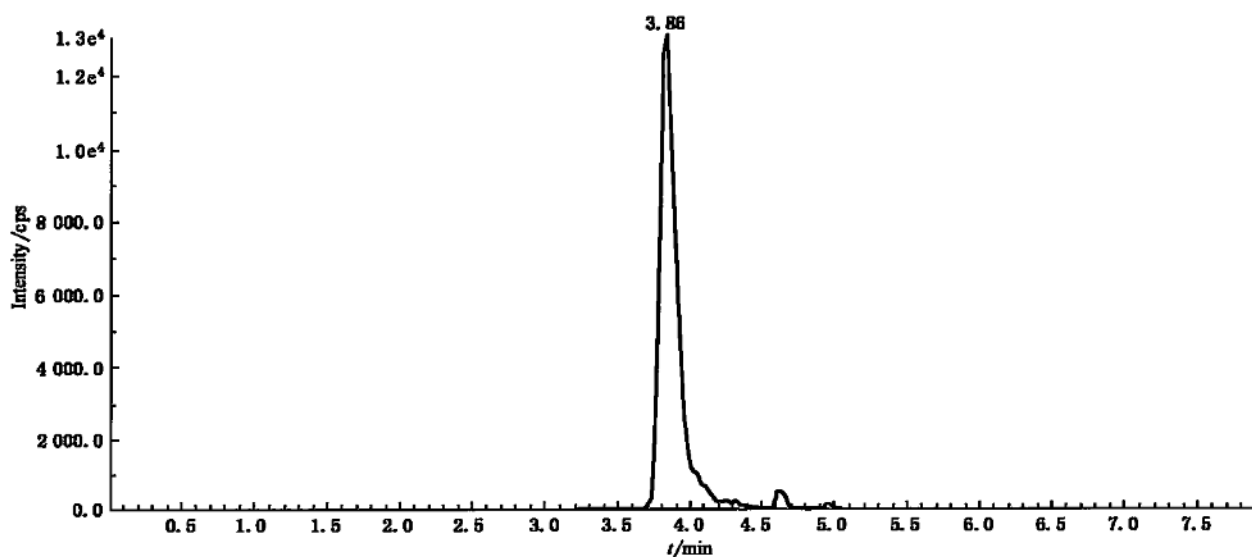


图 D.5 氯霉素-D₅ 重构离子色谱图

表 D.1 氟喹酮类药物参考保留时间

药 物 名 称	保留时间/min
氟喹酮	3.92
甲氟喹酮	1.72
氟甲氟喹酮	3.28

附录 E
(资料性附录)

氟喹素类药物在不同基质中的平均回收率和精密度(LC-MS/MS法)

表 E.1

药物名称	添加浓度/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	动物肝、肾		畜禽肉与水产品		蜂 蜜	
		回收率范围/%	RSD/%	回收率范围/%	RSD/%	回收率范围/%	RSD/%
氟喹素	0.1	80.5~107.0	11.5	88.0~109.1	13.5	80.5~101.8	11.0
	1.0	84.4~98.0	5.1	92.8~108.6	8.8	81.1~107.4	13.5
	5.0	89.1~105.6	5.3	80.7~97.7	9.2	90.2~108.0	8.1
甲磺氟素	0.1	70.3~96.2	8.3	68.0~99.3	10.4	77.9~94.1	9.2
	1.0	78.9~92.0	3.7	64.2~94.7	10.9	79.7~99.6	9.1
	5.0	75.7~94.4	8.1	74.0~89.9	5.3	86.0~100.3	4.9
氟甲磺氟素	0.1	65.2~98.0	9.4	67.0~87.8	12.6	81.8~99.5	7.5
	1.0	72.1~89.6	6.2	70.1~89.2	9.9	85.0~97.7	5.4
	5.0	70.3~96.8	6.8	73.3~93.0	7.1	79.6~88.3	6.0