

中国出入境检验检疫协会团体标准

《鲜禽蛋中喹诺酮类和磺胺类药物残留量的测定液相色谱-
串联质谱法》

（征求意见稿）

编制说明

标准起草组

二〇二四年三月

《鲜禽蛋中喹诺酮类和磺胺类药物残留量的测定

液相色谱-串联质谱法》

团体标准编制说明

一、标准制定背景及任务来源

1.1 任务来源

本标准的制定任务来源于中国出入境检验检疫协会下达团体标准制定与修订项目批复文件，本标准由中国出入境检验检疫协会综合质量服务标准化技术委员会（CIQA/TC12）归口，任务下达计划号为中检协标〔2023〕5号，标准名称为：《鲜禽蛋中喹诺酮类和磺胺类药物残留量的测定液相色谱-串联质谱法》任务而研究制定。

1.2 起草单位及起草人

项目负责单位：中检溯源华南技术服务（深圳）有限公司。

项目参加单位：中检溯源华南技术服务（深圳）有限公司、中检溯源江苏技术服务有限公司、中国检验认证集团湖南有限公司、湖北省阿克瑞德检验检测有限公司、中检集团中原农食产品检测（河南）有限公司、福建中检华日食品安全检测有限公司、中国检验认证集团广西有限公司。

起草人：陈坤、彭磊、陈丹华、曾正宏、刘向荣、汤姣、方胜、朱明杰、谢凤慧、苏建峰、解泽峰、林利美、徐淑海文、刘欢群、黄楚明。

1.3 标准制定背景

喹诺酮类药物是人工合成的新型杀菌广谱型抗菌药；磺胺类药物是具有对氨基苯磺酰胺结构的一类药物，其通过竞争性抑制叶酸代谢循环中的对氨基苯甲酸而抑制细菌性增殖。喹诺酮类和磺胺类药物因在蛋禽养殖中抗菌效果好、抗菌谱广并且价格低廉，是目前蛋禽养殖中用于预防和治疗动物感染细菌性疾病使用最为广泛的兽用抗生素。这两类抗生素一般会加入蛋禽饲料中进行定期饲喂，但过量使用氟喹诺酮类和磺胺类抗生素不仅会使生物体产生耐药性，影响治疗效果，而且药物过量使用会导致其在动物体内的滞留或蓄积，并造成在禽蛋中的残留。这些兽药最终会以残留的方式进入人体及生态系统，从而进一步对人类造成如致癌、发育毒性、体内蓄积、免疫抑制、致敏和诱导耐药菌株等危害。因此兽药残留是禽蛋产品安全、人类健康、生态环境的一大威胁来源。

近年来,抗菌药在动物体内残留的检测方法多集中在一种或几种同类抗生素,检测的药物种类不全,并且由于前处理复杂,需要的试剂耗材种类繁多,导致检测时限长,检测费用高。在实际工作中,禽蛋产品兽药残留风险监测需要排查的范围较广,样品量大,更加需要开发出高效、快速、准确的检测方法,来应对时效要求较高的大批量兽药残留检测。

目前测定动物源性食品中喹诺酮类和磺胺类的主要方法有液相色谱法、液相色谱质谱联用法等方法,检测标准主要有 GB29694-2013《食品安全国家标准动物性食品中 13 种磺胺类药物多残留的测定高效液相色谱法》、GB31658.17-2021《食品安全国家标准动物性食品中四环素类、喹诺酮类和磺胺类药物残留量的测定液相色谱-串联质谱法》、农业部 1077 号公告-1-2008《水产品中 17 种磺胺类及 15 种喹诺酮类药物残留量的测定液相色谱-串联质谱法》等,这些标准方法中样品前处理方法存在着操作复杂、耗时长,有机溶剂损耗大、成本高,不能满足兽药残留快速检测需求。QuEChERS 方法作为快速、简易、安全的方法,具有省时省力、分离高效、准确可靠的优点,在兽药残留检测中已有广泛的应用。

《食品安全国家标准食品中 41 种兽药最大残留限量》(GB31650.1-2022)已于 2023 年 02 月 01 日正式实施,其中规定了禽蛋中磺胺类最大残留限量为 $10\ \mu\text{g/kg}$;喹诺酮类最大残留限量:洛美沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、培氟沙星最大残留限量为 $2\ \mu\text{g/kg}$;沙拉沙星最大残留限量为 $5\ \mu\text{g/kg}$;恩诺沙星、环丙沙星、达氟沙星、二氟沙星、噁喹酸、氟甲喹最大残留限量为 $10\ \mu\text{g/kg}$ 。

新实施限量标准中相关兽用药物最高残留限量规定进一步降低,但由于检测器的限制,一些检测方法已无法满足低残留检测的需求。而液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)因其可以。

根据药物的特征离子和保留时间进行定性和定量分析,具有抗干扰能力强,检测限低,灵敏度高的特点,能够满足对各种基质中低残留药物的检测需求,是目前最为准确的检测方法之一。

本标准是采用 1% 乙酸乙腈进行样品中待测物前处理提取,应用超高效液相色谱-串联质谱仪,测定鲜禽蛋中共 36 种喹诺酮类和磺胺类抗生素的定性及定量检测方法。本标准前处理省去固相萃取等步骤,节省了前处理时间,节约了检测成本。经过前期方法开发时大量的重复和比对等实验,以及对方法的不断优化,目前该检测方法已能获得较好的灵敏度、回收率,并且重现性及专属性强,适用于对检测时效要求较高的大批量鲜禽蛋样品中 36 种喹诺酮类和磺胺类药物残留量测定,能为保障食品安全发挥重要作用。

二、起草过程

本标准在制定项目任务下达以前，我单位就成立了标准起草小组，负责标准的研制和编制起草工作。编制组成立后，进行了广泛的调查和深入研究工作，具体时间进度安排如下所示。

2023 年 4 月，我单位成立了标准起草小组，开始制定实验方案。

2023 年 5-6 月，完成文献检索，采购相关标准品及实验耗材，收集样品。

2023 年 7-9 月，开始开展方法回收率、精密度、测定低限以及线性范围等一系列技术内容的确定研究，完成所有的方法开发等试验工作。

2023 年 10-11 月，组织福建中检华日食品安全检测有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、中国检验认证集团湖南有限公司、湖北省阿克瑞德检验检测有限公司、中检集团中原农食产品检测（河南）有限公司、中检溯源江苏技术服务有限公司 6 家单位进行了方法的协同性验证试验，验证结果表明方法的各项技术指标满足鲜禽蛋中喹诺酮类和磺胺类药物残留量的测定的要求。

2023 年 11-12 月，撰写标准草案及编制说明。

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

3.1 标准编制原则

本标准的编写制定过程中以提高测试方法的选择性、准确度、精密度、检测限和分析效率为总原则，反映科学技术的先进成果和先进经验。使用性能的普遍性包括方法精密度、准确度、检测限等方面能满足要求，确保标准既能保持技术上的先进性，又具有经济上合理性。同时遵循了标准制定过程中的先进性、经济性和适用性原则。

在标准的制定过程中严格遵循国家有关方针、政策、法规和规章，标准的编写规则及表述按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T20001.4-2015《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》的要求编写。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

3.2 主要技术内容确定的依据

本标准的适用范围：鲜禽蛋。本标准使用液相色谱-串联质谱进行检测方法开发。使用仪器型号为安捷伦公司的 Agilent1290-6460QQQ 高效液相色谱-串联质谱仪（HPLC-MS/MS）。

本标准方法学考察包括检测限（LOD）和定量限（LOQ）。其中 LOD 拟设定为信噪比为 3 时的样品添加浓度，LOQ 拟设定为信噪比为 10 时且回收率结果和相对标准偏差符合要求的样品添加浓度。

本标准设低、中、高 3 个添加浓度进行回收率测定，按照 LOQ、2LOQ、10LOQ 进行添加，因此三个添加浓度定为 5ng/mL、10ng/mL 及 50ng/mL。定量限以上添加浓度的回收率范围应该在 60 % ~ 120 % 之间，根据 NY/T1896-2010 兽药残留实验室质量控制规范规定的筛选分析方法精密度的性能要求，结果的批内变异系数不超过 15 % 。标准曲线则使用标准品稀释的系列工作溶液经测定后标准曲线，设置至少 5 个点进行测定。

3.3 方法的研制

3.3.1 药品确定

因标准的研制目标为完成喹诺酮类和磺胺类药物的测定的同步检测，故选定普遍、常用兽药 36 种来自喹诺酮类和磺胺类药物，进行仪器参数的优化。

3.3.2 仪器检测条件的确立

3.3.2.1 液相色谱条件的确定

为了提高待测物的分离效果和检测灵敏度，本标准比较了乙腈-0.002mol/L 乙酸铵水溶液、甲醇-0.002mol/L 乙酸铵水溶液、甲醇-0.002mol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1 % 甲酸，v/v）作为流动相时待测物分离和响应情况，试验结果表明，以甲醇为有机相时，各待测物响应强度较稳定，且峰形较好；而乙腈为有机相时，响应值明显降低，分离度也较差；其中甲醇-0.002mol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1 % 甲酸，v/v）为流动相时效果最佳，可以把同分异构的一些药物很好的分离开，流动相中含有 0.1 % 甲酸时，仪器信号响应高，故本标准采用甲醇-0.002mol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1 % 甲酸，v/v）为流动相，经优化确定了表 1 的梯度洗脱程序。

色谱柱：ZORBAXEclipsePlusC₁₈（2.1×50mm，1.8 μm）

流动相：A 为 0.1 % 甲酸-0.002mol/L 乙酸铵水溶液，B 为甲醇

柱温：30℃

进样量：3.0 μL

表1梯度洗脱程序

时间 (min)	流速 (mL/min)	A (%)	B (%)
0.00	0.3	95	5
1.00	0.3	95	5
4.00	0.3	50	50
6.00	0.3	20	80
8.00	0.3	10	90
8.10	0.3	95	5
10.00	0.3	95	5

3.3.2.2 质谱条件的确定

仪器型号：Agilent1290-6460QQQ 高效液相色谱-串联质谱仪，质谱参数如下

离子源：电喷雾离子源(ESI)；

电离源极性：正模式；

监测模式：多反应监测模式；

毛细管电压：3500V

鞘气温度：350℃

鞘气流速：12L/min

干燥气温度：350℃

干燥气流速：6L/min

雾化器压力：45psi

选择离子参数具体条件见表 2。

表2：选择离子参数设定表

项目	定性离子对 m/z	定量离子对 m/z	碎裂电压 V	碰撞能量 eV
磺胺醋酰	215>156	215>156	65	5
	215>92.1			20
磺胺嘧啶	251.1>156	251.1>156	100	10
	251.1>108			22
磺胺索嘧啶	279>186	279>124	105	12
	279>124			19
磺胺噻唑	256.1>156	256.1>156	100	10
	256.1>108			22
磺胺吡啶	250.1>184	250.1>108	90	14

	250.1>108			22
磺胺甲基嘧啶	265.1>172	265.1>156	120	14
	265.1>156			13
甲氧苄啶	291.1>261.1	291.1>230	110	23
	291.1>230			22
磺胺对甲氧嘧啶	281.1>214.8	281.1>156	115	12
	281.1>156			13
磺胺二甲唑	268>156	268>156	95	8
	268>92.1			16
磺胺甲噻二唑	271>156	271>156	115	10
	271>108			22
氟罗沙星	369.9>325.9	369.9>325.9	150	18
	369.9>268.9			25
磺胺二甲嘧啶	279.1>124	279.1>124	120	21
	279.1>92			22
磺胺甲氧哒嗪	281.1>156	281.1>156	125	14
	281.1>108			22
氧氟沙星	362>318	362>318	130	18
	362>260.9			27
依诺沙星	320.9>303	320.9>303	120	20
	320.9>231.9			35
培氟沙星	333.9>315.9	333.9>290	130	20
	333.9>290			15
诺氟沙星	320>302	320>276	130	16
	320>276			12
磺胺氯哒嗪	285>156	285>156	95	10
	285>108			29
环丙沙星	332.1>314	332.1>314	110	14
	332.1>231			39
磺胺甲噁唑	254>156	254>92	100	10
	254>92			26
恩诺沙星	360.2>316.2	360.2>316.2	100	16
	360.2>245.1			27
达氟沙星	358>340.1	358>340.1	170	20
	358>82.2			52
洛美沙星	352>308	352>265	130	12
	352>265			20
磺胺间甲氧嘧啶	281.1>156	281.1>156	120	14
	281.1>108			26
奥比沙星	396>352.2	396>352.2	130	16
	396>295.2			24
双氟沙星	400>382	400>382	150	20
	400>355.9			15
磺胺多辛	311.1>156	311.1>156	125	12
	311.1>108			22
磺胺异噁唑	268>156	268>156	95	8

	268>92.1			16
沙拉沙星	386>368	386>299	120	17
	386>299			24
磺胺苯酰	277>155.9	277>155.9	85	8
	277>92.1			28
司帕沙星	393.1>375	393.1>349	140	8
	393.1>349			16
磺胺苯吡唑	315>160	315>158	120	29
	315>158			31
磺胺地索辛	311>156	311>156	125	17
	311>108			26
磺胺喹恶啉	300.9>156	300.9>156	110	11
	300.9>92			29
恶喹酸	262>244.1	262>244.1	90	10
	262>160			40
氟甲喹	262.2>244.1	262.2>244.1	85	12
	262.2>202			36

3.3.2.3 提取与净化条件优化

由于药物种类众多，因此提取和净化步骤在前处理方法中就显示出尤为重要的角色。针对鲜禽蛋样品，本实验比对了三种提取及净化条件，具体方法与结果如下。

方法一：称取 2g 试样置于 50mL 聚丙烯塑料离心管中，加入 2mL 水，涡旋混匀 1min，加入 8mL 乙腈，涡旋混匀后超声提取 15min，加入 2g 氯化钠，涡旋混匀 1min，10000r/min（4℃）离心 5min，准确移取 4mL 上清液，40℃水浴条件下氮气吹干，用 30 % 乙腈水溶液定容至 1mL，过 0.22 μm 有机微孔滤膜，供液相色谱-串联质谱测定。

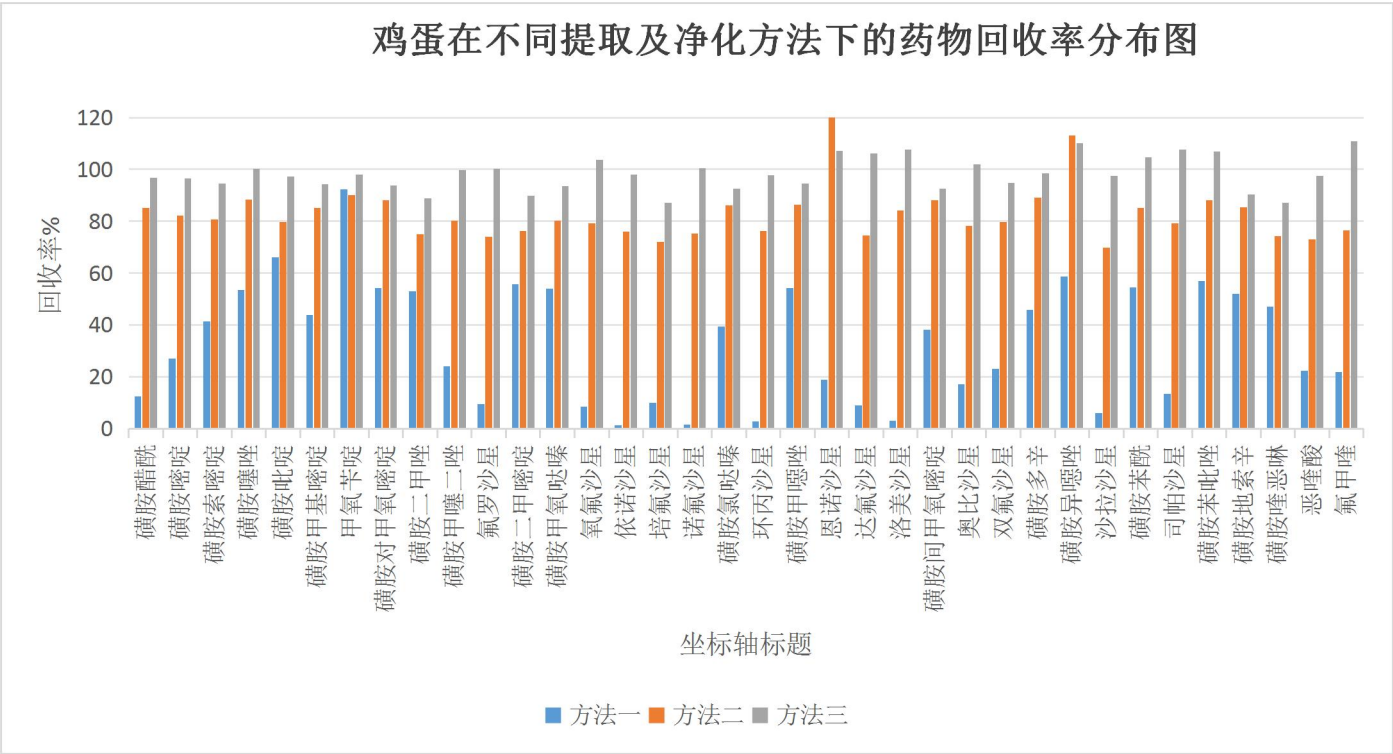
方法二：称取 2g 试样置于 50mL 聚丙烯塑料离心管中，加入 2mL 水，涡旋混匀 1min，加入 8mL 1 % 乙酸乙腈，涡旋混匀后超声提取 15min，加入 2g 氯化钠，涡旋混匀 1min，10000r/min（4℃）离心 5min，准确移取 4mL 上清液，40℃水浴条件下氮气吹干，用 30 % 乙腈水溶液定容至 1mL，过 0.22 μm 有机微孔滤膜，供液相色谱-串联质谱测定。

方法三：称取 2g 试样置于 50mL 聚丙烯塑料离心管中，加入 2mL 水，涡旋混匀 1min，加入 8mL 1 % 乙酸乙腈，涡旋混匀后超声提取 15min，加入 2g 氯化钠，涡旋混匀 1min，10000r/min（4℃）离心 5min，移取 5mL 上清液于 10mL 离心管中，加入 250mg PSA、250mg 无水硫酸钠和 250mg C18，涡旋振荡 2min，10000r/min（4℃）离心 5min，准确移取 4mL 上清液，40℃水浴条件下氮气吹干，用 30 % 乙腈水溶液定容至 1mL，过 0.22 μm 有机微孔滤膜，供液相色谱-串联质谱测定。

本标准对乙腈、1 % 乙酸乙腈的提取效率进行了考察比较，提取净化后回收率结果如图 1 所示，其中方法一中，喹诺酮类药物的回收较差，而方法三中大部分喹诺酮类药物及磺胺类药物的回收率明显优于方法二。因此，结合上述实验结果，方法三作为本实验最终的提取及净化方法。

方法三增加了分散固相吸附剂 PSA、C18、无水硫酸钠。PSA 正相硅胶键合吸附剂，可以有效的吸附蛋白质、糖类、脂肪酸和极性较高的酸性物质；C18 对于小极性和非极性干扰物具有很好的吸附作用；无水硫酸钠有较强的吸水性，可用于去除提取液中的水分。

图1鸡蛋在不同提取及净化方法下药物回收率分布图



3.3.3 实验方法的确定

3.3.3.1 提取

称取 2g 试样置于 50mL 聚丙烯塑料离心管中，加入 2mL 水，涡旋混匀 1min，加入 8mL 1 % 乙酸乙腈，涡旋混匀后超声提取 15min，加入 2g 氯化钠，涡旋混匀 1min，10000r/min (4℃) 离心 5min，上清液待净化。

3.3.3.2 净化

移取 5mL 上清液于 10mL 离心管中，加入 250mgPSA、250mg 无水硫酸钠和 250mgC18，涡旋振荡 2min，10000r/min (4℃) 离心 5min，准确移取 4mL 上清液，40℃ 水浴条件下氮

气吹干，用 30 % 乙腈水溶液定容至 1mL，过 0.22 μ m 有机微孔滤膜，供液相色谱-串联质谱测定。

3.3.3.3 基质加标标准工作曲线的制备

将混合标准工作液用 30 % 乙腈水溶液稀释成 1.0 μ g/L ~ 50.0 μ g/L 的标准系列溶液。称取与试样基质相应的阴性样品 2.0g，加入标准系列溶液 1.0mL，按照上述步骤与试样同时进行提取和净化。

3.3.4 方法评价

3.3.4.1 检出限与定量限的确定

利用空白样品添加不同浓度的混合抗生素药物，用上述前处理方法进行样品处理，依照确定的色谱和质谱条件进行分析，喹诺酮类和磺胺类药物的信噪比 S/N 大于 10 时为定量限，喹诺酮类和磺胺类药物在鲜禽蛋的定量限均为 5 μ g/kg，喹诺酮类和磺胺类药物的信噪比 S/N 大于 3 时为检出限，喹诺酮类和磺胺类药物在鲜禽蛋的检出限均为 2 μ g/kg。详细信息见附录 A。

3.3.4.2 基质加标标准工作曲线的制备

取鹌鹑蛋和鸡蛋空白样品，加入喹诺酮类和磺胺类 36 种药物混合标准工作液按提取和净化步骤处理得到氮吹吹干 30 % 乙腈水溶液进行复溶，配制成浓度分别为 1ng/mL、2ng/mL、5ng/mL、10ng/mL、20ng/mL、50ng/mL 的基质混合标准溶液，使用 HPLC-MS/MS 对各药物进行测定。在上述确定参数条件下，从低浓度到高浓度进样，每一浓度样品进样三针，作各个药物的基质匹配标准曲线，计算出回归方程和相关系数。试验测得磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺索嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、甲氧苄啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺二甲唑、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噁唑、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺多辛、磺胺异噁唑、磺胺苯酰、磺胺苯吡唑、磺胺地索辛、磺胺喹恶啉、氟罗沙星、氧氟沙星、依诺沙星、培氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、达氟沙星、洛美沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、恶喹酸、氟甲喹 36 种抗生素标准匹配溶液浓度在 1ng/mL ~ 50ng/mL 范围内具有良好的线性关系。喹诺酮类和磺胺类 36 种药物的具体线性方程及相关系数见附录 B。

3.3.4.3 方法的准确度与精密度

分别选择鹌鹑蛋和鸡蛋两种空白基质进行添加回收试验，按照 LOQ、2LOQ、10LOQ 进行添加，添加浓度分别为 5 µg/kg、10 µg/kg、50 µg/kg，每个浓度平行测定 6 次。采用已建立的方法进行测定，各基质添加的回收率、批内差结果见附录 C，相关色谱图见附录 D。

结果表明：本方法鹌鹑蛋和鸡蛋在 5 µg/kg、10 µg/kg、50 µg/kg 添加浓度水平下，喹诺酮类和磺胺类 36 种药物平均回收率范围在 60 % ~ 120 % 之间，批内变异系数 RSD≤ 20 % 。

3.3.4.4 不同实验室间的对比

委托福建中检华日食品安全检测有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、中国检验认证集团湖南有限公司、湖北省阿克瑞德检验检测有限公司、中检集团中原农食产品检测（河南）有限公司、中检溯源江苏技术服务有限公司六家单位从方法的线性、灵敏度、准确度和精密度等方面进行考察，结果表明喹诺酮类和磺胺类 36 种药物在鲜禽蛋基质的添加回收实验中，在不同实验室、不同操作人员、不同仪器的情况下，添加标准品浓度在 5µg/kg ~ 50µg/kg 的水平下测得的平均回收率范围均在 60 %~ 120 % 之间，变异系数均不超过 20 % 。具体结果如下：

福建中检华日食品安全检测有限公司：所有药物标准曲线相关系数均大于 0.995，喹诺酮类和磺胺类 36 种药物添加，鹌鹑蛋添加平均回收率在 81.6 % ~ 117.1 % ，变异系数在 1.3 % ~ 15.1 % ；鸡蛋添加平均回收率在 79.1 % ~ 113.0 % ，变异系数在 1.2 % ~ 16.7 % 。

中国检验认证集团广西有限公司：所有药物标准曲线相关系数均大于 0.995，喹诺酮类和磺胺类 36 种药物添加，鹌鹑蛋添加平均回收率在 81.1 % ~ 115.0 % ，变异系数在 1.1 % ~ 17.5 % ；鸡蛋添加平均回收率在 79.9 % ~ 113.6 % ，变异系数在 1.3 % ~ 15.9 % 。

中国检验认证集团湖南有限公司：所有药物标准曲线相关系数均大于 0.995 ，喹诺酮类和磺胺类 36 种药物添加，添加鹌鹑蛋添加平均回收率在 79.2 % ~ 114.7 % ，变异系数在 1.2 % ~ 16.8 % ；鸡蛋添加平均回收率在 79.8 % ~ 111.9 % ，变异系数在 1.3 % ~ 16.3 % 。

湖北省阿克瑞德检验检测有限公司：所有药物标准曲线相关系数均大于 0.995，喹诺酮类和磺胺类药物添加，添加鹌鹑蛋添加平均回收率在 81.5 % ~ 114.1 % ，变异系数在 1.2 % ~ 15.4 % ；鸡蛋添加平均回收率在 81.2 % ~ 116.8 % ，变异系数在 0.9 % ~ 15.4 % 。

中检集团中原农食产品检测（河南）有限公司：所有药物标准曲线相关系数均大于 0.995，喹诺酮类和磺胺类 36 种药物添加，鹌鹑蛋添加平均回收率在 80.5 % ~ 116.0 % ，变异系数在 0.9 % ~ 15.8 % ；鸡蛋添加平均回收率在 79.9 % ~ 112.9 % ，变异系数在 0.6 % ~ 15.3 % 。

中检溯源江苏技术服务有限公司：所有药物标准曲线相关系数均大于 0.995，喹诺酮类和磺胺类 36 种药物添加，鹌鹑蛋添加平均回收率在 79.0 % ~ 117.4 % ，变异系数在 1.2 % ~ 15.3 % ；鸡蛋添加平均回收率在 79.7 % ~ 114.8 % ，变异系数在 1.0 % ~ 14.2 % 。

结果表明本方法设计合理，实用有效，适用于鲜禽蛋基质中喹诺酮类和磺胺类 36 种药物的测定。

四、检测方法的应用

实际样品的检测，应用本方法对 350 批禽蛋样品进行检测，有 8 个样品检出有恩诺沙星其含量为 0.8 mg/kg ~ 1.21mg/kg，有 6 个样品检出有环丙沙星其含量为 0.038 mg/kg ~ 1.5mg/kg，有 5 个样品检出磺胺类药物总量含量为 0.011 mg/kg ~ 1.15 mg/kg。

五、结论

利用 1 % 乙酸乙腈在弱酸性条件下从鲜禽蛋中提取喹诺酮类和磺胺类 36 种化合物，QuEChERS 方法净化，用液相色谱-串联质谱进行检测，外标法定量。建立了针对 36 种喹诺酮类和磺胺类药物的定量方法，方法高效，可操作性强，具有较好的选择性、精密度和灵敏度。

六、是否填补标准空白

是。

七、采用国际标准程度

至本标准编制之日，尚未发与其相关的国际标准。

八、与有关的现行法律、法规的关系

本标准与现行的标准没有重复，也符合现行的法律、法规的要求及规定。

九、技术要求不低于强制性国家标准相关要求的说明

至本标准编制之日，尚未发与其相关的强制性国家标准。

十、技术要求高于推荐性标准相关要求的说明

至本标准编制之日，尚未发与其相关的推荐性国家标准、行业标准。

十一、其他应予以说明的事项

无。

十二、附录

附录 A

表 A 喹诺酮类和磺胺类 36 种药物的 CAS 号及检出限、定量限

类别	序号	中文名称	英文名称	CAS	检出限 /(μg/kg)	定量限 /(μg/kg)
磺胺类	1	磺胺醋酰	Sulfacetamide	144-80-9	2.0	5.0
	2	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	2.0	5.0
	3	磺胺索嘧啶	Sulfisomidine	515-64-0	2.0	5.0
	4	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0	2.0	5.0
	5	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	2.0	5.0
	6	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	2.0	5.0
	7	甲氧苄啶	Trimethoprim	738-70-5	2.0	5.0
	8	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	2.0	5.0
	9	磺胺二甲唑	Sulfamoxole	729-99-7	2.0	5.0
	10	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1	2.0	5.0
	11	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	2.0	5.0
	12	磺胺甲氧哒嗪	Sulfamethoxypyridazine	80-35-3	2.0	5.0
	13	磺胺氯哒嗪	Sulfachlorpyridazine	80-32-0	2.0	5.0
	14	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	2.0	5.0
	15	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	2.0	5.0
	16	磺胺多辛	Sulfadoxine	80-35-3	2.0	5.0
	17	磺胺异噁唑	Sulfafurazole	127-69-5	2.0	5.0
	18	磺胺苯酰	Sulfabenzamide	127-71-9	2.0	5.0
	19	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	2.0	5.0
	20	磺胺地索辛	Sulfadimethoxine	122-11-2	2.0	5.0
	21	磺胺喹恶啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	2.0	5.0
喹诺酮类	22	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	2.0	5.0
	23	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	2.0	5.0
	24	依诺沙星	Enoxacin	74011-58-8	2.0	5.0
	25	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	2.0	5.0
	26	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	2.0	5.0
	27	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	2.0	5.0
	28	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	2.0	5.0
	29	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	2.0	5.0
	30	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	2.0	5.0
	31	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3	2.0	5.0
	32	双氟沙星	Difloxacin	98106-17-3	2.0	5.0
	33	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	2.0	5.0

	34	司帕沙星	Sparfloxacin	110871-86-8	2.0	5.0
	35	恶喹酸	Oxolinicacid	14698-29-4	2.0	5.0
	36	氟甲喹	Flumequine	42835-25-6	2.0	5.0

附录 B

表 B1 鹌鹑蛋喹诺酮类和磺胺类 36 种药物的线性方程、相关系数

序号	中文名称	线性回归方程	相关系数/R ²
1	磺胺醋酰	$y=4557.512045x+934.497313$	0.99980872
2	磺胺嘧啶	$y=1738.078327x+133.980976$	0.99921022
3	磺胺索嘧啶	$y=11157.187586x+405.841042$	0.99979768
4	磺胺噻唑	$y=1273.373684x-84.808025$	0.99820276
5	磺胺吡啶	$y=5256.579165x+63.622971$	0.99855629
6	磺胺甲基嘧啶	$y=1459.835931x+125.484616$	0.99900645
7	甲氧苄啶	$y=4962.861542x+1117.647123$	0.99848539
8	磺胺对甲氧嘧啶	$y=4258.504644x+731.445097$	0.99808127
9	磺胺二甲唑	$y=1605.571365x+896.126543$	0.99942221
10	磺胺甲噻二唑	$y=660.796491x+143.244930$	0.99994163
11	氟罗沙星	$y=2893.346577x+373.521832$	0.9986142
12	磺胺二甲嘧啶	$y=2228.094308x+838.821418$	0.99926516
13	磺胺甲氧哒嗪	$y=6282.879056x+3225.280878$	0.99930925
14	氧氟沙星	$y=4144.228680x+83.191154$	0.99987347
15	依诺沙星	$y=4266.006011x-2015.603514$	0.99966837
16	培氟沙星	$y=1309.571465x+485.216652$	0.99983754
17	诺氟沙星	$y=603.183105x-138.342644$	0.99982189
18	磺胺氯哒嗪	$y=941.984193x+190.476296$	0.99930619
19	环丙沙星	$y=3088.961175x-1942.116016$	0.99876184
20	磺胺甲噁唑	$y=1554.670657x+794.510558$	0.99933542
21	恩诺沙星	$y=3307.025377x-824.291462$	0.99936447
22	达氟沙星	$y=4498.311961x-340.802446$	0.99977533
23	洛美沙星	$y=2124.678568x+772.926783$	0.9997086
24	磺胺间甲氧嘧啶	$y=3613.492630x+314.886794$	0.99718074
25	奥比沙星	$y=4650.583734x+1819.180742$	0.99990537
26	双氟沙星	$y=14230.695452x+309.458876$	0.99990915
27	磺胺多辛	$y=4747.591288x+2311.748379$	0.99979445
28	磺胺异噁唑	$y=2660.094313x+1302.439285$	0.99938916
29	沙拉沙星	$y=1317.149860x+693.034676$	0.99963101
30	磺胺苯酰	$y=4416.643735x+2375.514496$	0.99976596
31	司帕沙星	$y=4174.290929x-68.228710$	0.99973466
32	磺胺苯吡唑	$y=1489.145839x+1082.631072$	0.99834443
33	磺胺地索辛	$y=5304.794682x+614.396796$	0.99995992
34	磺胺喹恶啉	$y=1031.966056x+83.890493$	0.99922784

35	恶喹酸	$y=2630.215271*x+2213.169446$	0.99967537
36	氟甲喹	$y=5581.010421*x-794.788987$	0.99936879

表 B2 鸡蛋喹诺酮类和磺胺类 36 种药物的线性方程、相关系数

序号	中文名称	线性回归方程	相关系数/R ²
1	磺胺醋酰	$y=4356.279157*x+1277.443181$	0.99799192
2	磺胺嘧啶	$y=1534.384315*x-179.065827$	0.99855244
3	磺胺索嘧啶	$y=11139.973585*x+1393.132667$	0.99811562
4	磺胺噻唑	$y=1132.345470*x-427.404981$	0.99896378
5	磺胺吡啶	$y=4797.978376*x+429.931498$	0.99889376
6	磺胺甲基嘧啶	$y=1415.447175*x-352.181446$	0.99931159
7	甲氧苄啶	$y=5160.693405*x-601.019849$	0.99982871
8	磺胺对甲氧嘧啶	$y=4175.932007*x+1906.945796$	0.99812225
9	磺胺二甲唑	$y=1676.131741*x-137.919290$	0.99961421
10	磺胺甲噻二唑	$y=690.692131*x-53.507676$	0.99817767
11	氟罗沙星	$y=3272.229992*x+317.694733$	0.99998747
12	磺胺二甲嘧啶	$y=2344.070223*x+388.057113$	0.9983412
13	磺胺甲氧哒嗪	$y=6707.381989*x+507.267535$	0.99966614
14	氧氟沙星	$y=4858.397961*x-1582.343704$	0.99973873
15	依诺沙星	$y=4326.238970*x-3523.840880$	0.99920263
16	培氟沙星	$y=4302.228415*x-4145.644068$	0.99914891
17	诺氟沙星	$y=548.090432*x-173.848259$	0.99996376
18	磺胺氯哒嗪	$y=943.756427*x-61.355990$	0.99934424
19	环丙沙星	$y=1808.434086*x-1529.777710$	0.99931222
20	磺胺甲噁唑	$y=1600.666778*x+993.487114$	0.99909674
21	恩诺沙星	$y=4005.768649*x-460.712070$	0.99923922
22	达氟沙星	$y=4929.231924*x-1316.456185$	0.99992021
23	洛美沙星	$y=2330.838697*x+243.823465$	0.9999002
24	磺胺间甲氧嘧啶	$y=4069.835537*x+840.800538$	0.99776393
25	奥比沙星	$y=5517.822213*x+23.407262$	0.99959445
26	双氟沙星	$y=16317.767449*x-4103.340989$	0.99937722
27	磺胺多辛	$y=4739.854087*x+1902.139349$	0.99934333
28	磺胺异噁唑	$y=2445.155370*x+2164.526826$	0.99889506
29	沙拉沙星	$y=4832.348828*x-844.249315$	0.99880798
30	磺胺苯酰	$y=4908.504595*x+908.000907$	0.9998976
31	司帕沙星	$y=4416.235941*x-956.870163$	0.99985354
32	磺胺苯吡唑	$y=1681.128413*x+100.962208$	0.99959073
33	磺胺地索辛	$y=5170.409748*x-590.135032$	0.99995275
34	磺胺喹恶啉	$y=1005.470765*x-231.167954$	0.99948686
35	恶喹酸	$y=359.012058*x+227.609057$	0.99983913
36	氟甲喹	$y=6544.064882*x+297.556586$	0.99987768

附录 C 添加回收率实验结果

表 C1 鹌鹑蛋喹诺酮类和磺胺类 36 种的添加回收率实验结果

检测药物	添加浓度 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率/ %						平均回 收率 / %	相对标 准偏差 RSD/ %
磺胺醋酐	5	85.5	83.9	99.8	85.6	81.4	99.6	89.3	9.2
	10	91.9	86.5	98.9	97.9	99.7	100.4	95.9	5.8
	50	86.6	87.6	85.6	87.1	87.2	85.1	86.5	1.1
磺胺嘧啶	5	84.3	78.8	87.4	81.2	78.4	93.7	84.0	7.0
	10	84.4	86.5	89.5	86.9	102.4	94.5	90.7	7.4
	50	85.3	88.2	85.4	84.1	84.4	83.5	85.1	1.9
磺胺索嘧啶	5	86.2	80.2	98.1	83.4	78.6	99.8	87.7	10.4
	10	93.7	93.3	99.1	94.3	107.2	104.2	98.6	6.0
	50	94.9	93.5	94.1	93.4	91.6	93.5	93.5	1.2
磺胺噻唑	5	82.8	78.3	91.6	78.6	76.2	90.5	83.0	8.0
	10	92.7	88.2	90.1	83.1	95.6	95.4	90.8	5.3
	50	87.4	83.1	85.2	85.5	82.6	86.5	85.0	2.2
磺胺吡啶	5	86.2	79.0	98.0	85.2	77.3	99.2	87.5	10.6
	10	92.9	92.1	94.8	92.1	101.5	106.0	96.6	6.1
	50	89.5	86.9	89.3	89.2	86.5	87.3	88.1	1.5
磺胺甲基嘧啶	5	83.4	85.2	101.3	84.8	84.7	93.8	88.8	8.0
	10	96.1	91.6	96.8	93.8	101.7	101.0	96.8	4.1
	50	100.6	95.6	95.8	97.4	90.8	93.8	95.7	3.5
甲氧苄啶	5	84.4	87.7	89.8	88.0	85.2	93.5	88.1	3.8
	10	103.7	101.3	96.3	98.5	97.7	98.9	99.4	2.7
	50	102.6	103.0	98.3	100.5	101.2	99.7	100.9	1.8
磺胺对甲氧嘧啶	5	92.7	81.6	105.8	95.2	78.7	96.9	91.8	11.0
	10	100.8	95.9	101.9	94.8	104.1	106.1	100.6	4.5
	50	92.8	90.5	90.6	91.2	91.2	89.7	91.0	1.1
磺胺二甲唑	5	88.4	79.8	97.7	87.9	78.9	101.3	89.0	10.3
	10	97.0	93.5	89.0	88.1	109.5	105.2	97.0	9.0
	50	93.6	89.3	86.0	91.7	89.2	86.8	89.5	3.2
磺胺甲噻二唑	5	90.1	73.6	97.4	91.6	78.8	96.9	88.1	11.1
	10	94.6	101.3	99.2	99.3	112.6	116.4	103.9	8.3
	50	101.4	93.9	94.8	103.0	91.9	97.0	97.0	4.5
氟罗沙星	5	103.5	97.2	103.5	106.8	104.9	91.1	101.2	5.8
	10	108.2	108.9	104.2	98.8	100.7	105.5	104.4	3.8
	50	99.0	94.6	91.3	96.4	91.7	95.2	94.7	3.1
磺胺二甲嘧啶	5	77.8	79.1	92.8	83.9	78.9	91.7	84.0	8.0
	10	98.5	99.8	99.1	95.8	109.0	105.0	101.2	4.8

	50	103.8	97.3	101.6	99.6	97.7	99.3	99.9	2.5
磺胺甲氧哒嗪	5	84.1	68.5	100.6	80.1	74.3	97.9	84.2	15.2
	10	102.4	102.0	88.3	94.1	112.6	114.2	102.3	9.9
	50	105.1	98.2	100.8	103.2	98.7	99.1	100.8	2.8
氧氟沙星	5	97.0	98.5	106.9	104.6	104.1	111.4	103.8	5.1
	10	113.4	113.1	105.0	109.0	113.2	111.4	110.9	3.0
	50	110.3	111.7	109.8	106.7	107.0	109.3	109.1	1.8
依诺沙星	5	83.3	83.2	91.0	81.9	86.4	94.1	86.6	5.7
	10	107.5	108.8	85.1	83.7	95.4	92.8	95.6	11.2
	50	110.2	105.3	105.1	107.1	101.0	106.3	105.8	2.8
培氟沙星	5	92.3	115.6	111.3	103.6	118.4	106.8	108.0	8.7
	10	109.3	114.9	103.9	107.3	113.8	110.2	109.9	3.7
	50	113.0	110.9	104.9	108.7	104.8	109.4	108.6	3.0
诺氟沙星	5	85.9	93.1	82.4	87.9	95.0	91.3	89.3	5.3
	10	119.0	117.9	82.3	75.3	108.5	108.0	101.8	18.2
	50	106.2	105.2	108.9	109.0	105.3	109.4	107.4	1.8
磺胺氯哒嗪	5	76.8	76.1	100.4	79.4	73.5	85.3	81.9	12.1
	10	95.8	93.0	82.9	79.0	102.8	98.2	92.0	10.0
	50	97.5	89.7	91.5	94.4	94.1	90.4	93.0	3.2
环丙沙星	5	80.3	83.6	95.2	77.8	83.4	91.1	85.2	7.8
	10	106.7	99.2	87.7	89.4	91.8	78.5	92.2	10.6
	50	110.9	108.1	107.5	111.5	105.2	108.3	108.6	2.1
磺胺甲噁唑	5	88.1	70.9	98.2	85.5	69.4	97.9	85.0	14.8
	10	99.1	97.8	93.6	91.2	105.5	103.2	98.4	5.6
	50	92.1	88.4	86.8	93.4	88.1	84.2	88.8	3.8
恩诺沙星	5	93.9	110.2	115.5	106.4	103.1	110.8	106.6	7.1
	10	113.4	117.6	112.7	110.2	115.1	114.4	113.9	2.2
	50	113.0	114.1	111.2	111.8	109.2	111.6	111.8	1.5
达氟沙星	5	80.0	95.9	93.8	93.2	87.7	94.9	90.9	6.7
	10	115.8	115.7	106.7	109.5	116.2	118.3	113.7	4.0
	50	109.6	113.1	105.2	110.5	105.9	104.9	108.2	3.1
洛美沙星	5	83.8	83.8	89.0	90.7	89.4	87.3	87.3	3.4
	10	115.6	113.6	94.7	105.5	104.8	110.1	107.4	7.0
	50	102.8	106.1	102.5	102.6	102.2	102.6	103.1	1.4
磺胺间甲氧嘧啶	5	80.3	77.8	94.2	78.6	78.4	95.4	84.1	9.9
	10	100.2	100.8	98.4	96.6	117.1	113.9	104.5	8.3
	50	98.7	94.7	99.1	99.5	95.6	97.3	97.5	2.0
奥比沙星	5	102.4	106.8	103.0	110.2	104.2	110.7	106.2	3.4
	10	117.5	111.8	118.6	110.7	114.5	102.6	112.6	5.1
	50	112.7	111.4	110.8	104.1	111.9	110.3	110.2	2.8
双氟沙星	5	96.0	100.6	105.3	97.8	99.0	105.6	100.7	4.0
	10	105.0	106.4	96.9	100.1	107.7	107.7	104.0	4.3

	50	111.7	101.8	108.6	105.4	102.7	110.4	106.8	3.8
磺胺多辛	5	83.1	78.6	99.8	80.6	77.8	102.7	87.1	12.8
	10	105.8	102.1	95.1	97.9	111.8	110.6	103.9	6.5
	50	104.0	96.7	95.6	104.4	95.7	95.8	98.7	4.3
磺胺异噁唑	5	90.5	82.9	87.5	88.7	83.8	93.3	87.8	4.5
	10	115.2	105.5	103.7	106.9	112.4	113.7	109.6	4.4
	50	98.1	90.9	90.6	94.4	91.8	91.4	92.9	3.1
沙拉沙星	5	100.2	105.1	104.8	91.5	108.2	111.6	103.6	6.8
	10	114.0	117.7	111.9	108.3	112.5	114.9	113.2	2.8
	50	105.4	106.6	103.6	105.4	106.7	107.3	105.8	1.2
磺胺苯酰	5	85.2	75.0	101.8	84.5	74.3	99.4	86.7	13.5
	10	114.0	116.1	108.2	107.6	110.5	112.7	111.5	3.0
	50	110.8	101.8	101.5	108.4	101.7	102.9	104.5	3.9
司帕沙星	5	108.3	112.3	107.8	102.6	103.9	98.1	105.5	4.7
	10	118.9	114.8	103.1	103.0	117.7	115.2	112.1	6.4
	50	114.2	115.0	116.5	119.9	118.4	118.5	117.1	1.9
磺胺苯吡唑	5	78.1	74.1	100.0	78.1	77.6	102.2	85.0	14.8
	10	106.3	117.1	105.9	100.9	112.5	112.9	109.2	5.4
	50	107.2	108.9	113.1	112.1	109.1	111.9	110.4	2.1
磺胺地索辛	5	83.1	73.0	90.7	82.4	70.2	91.1	81.8	10.7
	10	90.6	90.7	82.7	81.0	99.3	97.7	90.3	8.3
	50	92.5	86.4	86.5	92.6	86.5	87.6	88.7	3.4
磺胺喹恶啉	5	85.8	72.3	96.0	82.4	76.3	97.5	85.0	12.0
	10	90.9	80.6	84.6	83.5	101.9	98.5	90.0	9.6
	50	94.4	90.1	90.5	93.6	88.2	91.1	91.3	2.5
恶喹酸	5	98.0	104.9	104.2	97.5	97.8	102.7	100.9	3.4
	10	106.3	114.0	107.2	111.8	117.4	116.6	112.2	4.2
	50	106.9	115.4	117.2	107.3	114.3	108.6	111.6	4.1
氟甲喹	5	97.3	101.9	110.7	103.4	103.5	104.3	103.5	4.2
	10	104.0	96.2	102.7	102.0	110.1	104.4	103.2	4.3
	50	103.4	92.5	92.7	102.5	93.3	93.8	96.4	5.3

表 C2 鸡蛋喹诺酮类和磺胺类 36 种的添加回收率实验结果

检测药物	添加浓度 /(μg/kg)	回收率/ %						平均回 收率 / %	相对标 准偏差 RSD/ %
磺胺醋酰	5	84.0	81.7	97.0	83.4	81.1	95.2	87.1	8.2
	10	89.8	87.6	101.1	100.3	100.6	100.6	96.7	6.4

	50	87.6	89.2	86.2	87.4	88.5	84.8	87.3	1.8
磺胺嘧啶	5	80.0	75.5	87.5	93.6	82.4	96.6	85.9	9.5
	10	86.6	92.4	97.1	100.9	100.9	101.1	96.5	6.1
	50	92.5	89.9	92.2	91.1	89.8	94.1	91.6	1.8
磺胺索嘧啶	5	80.0	76.1	88.9	77.8	77.0	88.6	81.4	7.2
	10	89.8	87.3	95.4	94.0	100.7	99.7	94.5	5.6
	50	90.2	88.6	89.8	89.7	87.6	89.5	89.2	1.1
磺胺噻唑	5	81.1	75.2	101.6	84.6	73.9	98.5	85.8	13.7
	10	102.1	101.4	91.5	91.5	111.4	104.1	100.3	7.7
	50	94.9	96.5	91.8	95.2	94.9	100.2	95.6	2.9
磺胺吡啶	5	82.6	76.8	96.0	82.4	73.7	90.6	83.7	10.0
	10	92.7	94.3	95.2	96.7	103.6	101.1	97.3	4.3
	50	92.6	89.5	90.9	92.7	89.8	91.9	91.2	1.5
磺胺甲基嘧啶	5	80.7	79.9	97.9	88.2	81.1	95.4	87.2	9.1
	10	92.2	92.5	92.0	87.2	96.7	105.0	94.3	6.4
	50	91.0	87.6	91.3	91.6	90.9	91.1	90.6	1.6
甲氧苄啶	5	79.9	83.3	89.8	83.9	84.3	92.2	85.6	5.3
	10	99.7	96.7	94.7	99.8	98.2	98.3	97.9	2.0
	50	92.2	92.5	91.1	93.1	94.2	89.3	92.1	1.8
磺胺对甲氧嘧啶	5	84.4	76.1	91.3	81.7	73.0	88.1	82.4	8.5
	10	92.5	91.3	89.9	92.9	98.0	98.3	93.8	3.7
	50	88.3	83.5	84.5	88.0	85.0	83.7	85.5	2.5
磺胺二甲唑	5	80.7	75.9	95.1	81.7	79.1	92.2	84.1	9.1
	10	88.9	81.8	83.1	86.2	95.8	97.7	88.9	7.4
	50	79.9	81.4	77.9	82.2	79.0	78.7	79.9	2.0
磺胺甲噻二唑	5	84.4	76.1	91.3	81.7	73.0	88.1	84.4	11.8
	10	92.5	91.3	89.9	92.9	98.0	98.3	99.8	9.0
	50	88.3	83.5	84.5	88.0	85.0	83.7	88.0	5.4
氟罗沙星	5	80.7	75.9	95.1	81.7	79.1	92.2	95.4	3.5
	10	88.9	81.8	83.1	86.2	95.8	97.7	100.1	4.3
	50	79.9	81.4	77.9	82.2	79.0	78.7	86.9	3.5
磺胺二甲嘧啶	5	85.0	77.2	90.5	81.5	72.2	100.1	86.1	3.2
	10	89.6	94.6	92.9	102.2	113.3	106.0	89.8	5.5
	50	92.6	83.6	92.6	89.8	81.1	88.6	90.9	2.3
磺胺甲氧哒嗪	5	98.8	91.7	95.6	91.5	95.5	99.5	81.2	10.4
	10	106.9	101.8	97.1	94.1	99.7	101.0	93.6	6.8
	50	89.2	90.7	84.6	85.1	88.9	83.0	86.8	1.9
氧氟沙星	5	87.5	87.9	85.5	83.7	82.3	89.5	100.1	3.0
	10	87.3	83.8	88.4	88.0	94.4	97.2	103.6	4.4
	50	92.3	88.6	89.4	92.8	89.3	93.2	90.2	2.7
依诺沙星	5	83.1	68.1	89.1	82.9	74.5	89.7	87.6	4.8
	10	89.4	93.1	89.7	86.7	102.3	100.3	98.0	8.7

	50	88.3	86.1	85.1	89.3	85.9	86.3	98.6	2.7
培氟沙星	5	96.0	101.7	99.1	97.5	103.1	103.1	84.3	3.5
	10	104.3	102.9	102.1	96.8	111.0	104.7	87.2	7.2
	50	91.4	93.5	87.1	88.6	92.1	88.7	86.4	2.8
诺氟沙星	5	81.6	86.8	93.5	84.8	87.8	90.9	92.5	4.0
	10	109.7	107.7	91.6	89.7	93.9	95.7	100.4	13.2
	50	102.7	98.2	99.2	99.9	95.4	96.4	102.1	2.5
磺胺氯哒嗪	5	82.8	85.8	88.1	79.5	84.8	85.1	83.2	9.3
	10	93.7	85.6	79.9	80.1	91.0	93.0	92.7	6.7
	50	88.9	88.8	85.1	86.6	86.4	82.5	88.8	3.8
环丙沙星	5	88.2	93.7	90.9	89.4	98.3	94.7	88.5	4.3
	10	111.1	102.8	82.8	84.8	111.0	110.0	97.7	6.1
	50	100.8	101.1	106.9	102.9	100.1	101.0	105.1	1.2
磺胺甲噁唑	5	78.8	73.0	90.3	89.4	77.2	90.4	77.8	13.4
	10	100.1	89.9	86.5	85.4	97.6	96.5	94.6	3.1
	50	94.8	88.8	86.6	88.1	89.7	85.0	84.6	2.9
恩诺沙星	5	84.6	85.3	92.9	86.4	88.3	93.5	103.3	5.2
	10	104.1	103.8	92.7	89.2	99.8	96.6	107.1	1.2
	50	106.6	103.4	103.9	104.9	106.0	106.1	102.5	1.8
达氟沙星	5	85.3	68.3	85.9	75.6	63.1	88.4	98.7	6.6
	10	97.4	90.3	92.0	94.5	96.7	96.6	106.1	2.9
	50	85.6	83.2	83.2	89.2	83.8	82.6	99.5	3.0
洛美沙星	5	96.8	104.5	110.5	97.5	103.4	107.1	93.6	4.8
	10	108.5	104.8	107.6	106.6	107.8	107.4	107.7	5.5
	50	103.8	102.4	101.8	104.3	103.7	99.3	96.8	2.7
磺胺间甲氧嘧啶	5	91.1	99.7	101.4	90.5	102.4	106.9	82.8	4.8
	10	106.8	107.3	105.4	101.7	104.4	110.8	92.6	3.8
	50	97.3	104.3	100.0	95.5	99.6	100.6	87.5	2.6
奥比沙星	5	96.4	95.8	89.6	86.3	97.6	95.6	95.2	2.0
	10	114.7	113.7	101.3	102.8	110.3	103.4	102.0	3.1
	50	98.2	98.9	96.2	92.3	99.3	95.9	92.7	1.9
双氟沙星	5	81.6	85.9	87.5	76.1	82.1	83.7	89.5	2.0
	10	91.4	93.1	89.5	89.7	92.5	99.1	94.7	2.6
	50	85.7	86.2	87.5	91.4	85.4	88.7	93.0	1.7
磺胺多辛	5	94.5	95.1	95.6	92.0	97.9	95.8	81.8	9.2
	10	103.5	104.0	103.9	100.4	96.2	103.9	98.4	4.4
	50	93.4	95.2	90.8	92.7	93.8	90.4	89.5	3.0
磺胺异噁唑	5	88.0	89.1	92.2	87.3	90.9	89.7	85.7	11.1
	10	95.2	95.0	93.9	90.6	98.3	95.1	110.0	3.1
	50	93.3	93.3	91.7	95.7	91.0	93.1	92.8	3.1
沙拉沙星	5	78.4	74.4	89.5	77.5	77.8	93.0	82.4	3.3
	10	96.8	100.1	94.4	93.1	104.1	102.0	97.5	6.7

	50	93.2	87.0	88.7	92.3	87.3	88.3	105.5	1.9
磺胺苯酰	5	87.7	72.1	97.7	79.0	83.5	93.9	82.0	8.6
	10	116.4	107.6	111.1	107.2	109.1	108.5	104.7	5.3
	50	97.0	94.6	91.1	93.8	91.4	89.0	90.9	4.3
司帕沙星	5	81.7	79.5	86.9	82.4	83.7	79.9	99.6	5.5
	10	103.7	101.3	89.3	89.2	99.6	101.8	107.7	1.3
	50	108.1	104.2	104.9	106.1	102.7	107.2	103.5	1.4
磺胺苯吡唑	5	76.8	76.2	90.4	78.3	78.6	91.5	85.1	11.6
	10	106.4	104.3	100.3	96.6	109.2	111.5	107.0	8.0
	50	96.5	90.1	88.1	95.0	87.4	88.2	98.8	6.0
磺胺地索辛	5	98.9	104.7	91.4	95.5	105.6	101.3	83.5	7.0
	10	109.1	108.7	105.8	106.6	108.8	107.0	90.5	3.7
	50	105.1	103.8	101.5	102.9	105.1	102.3	84.2	2.8
磺胺喹恶啉	5	81.2	76.9	99.0	75.1	82.8	95.4	81.6	11.5
	10	109.9	107.0	97.4	96.2	115.8	115.4	87.2	7.1
	50	102.8	94.6	94.1	109.0	95.2	97.5	84.6	3.3
恶喹酸	5	82.4	76.1	88.8	87.9	77.2	88.8	93.9	9.0
	10	93.1	90.5	85.1	87.8	93.4	92.8	97.5	3.8
	50	88.8	83.2	83.1	84.5	82.5	83.1	101.1	2.8
氟甲喹	5	81.2	72.4	96.1	79.9	71.9	88.3	104.1	2.7
	10	87.6	86.4	78.9	82.1	94.1	94.2	110.7	1.0
	50	89.1	87.0	82.6	83.3	83.8	82.0	100.6	3.5

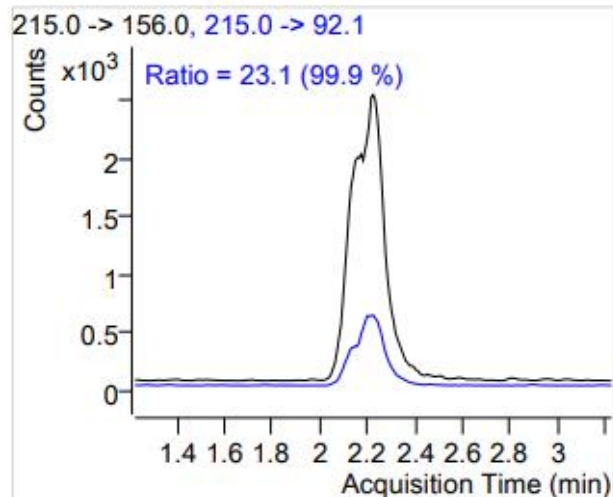
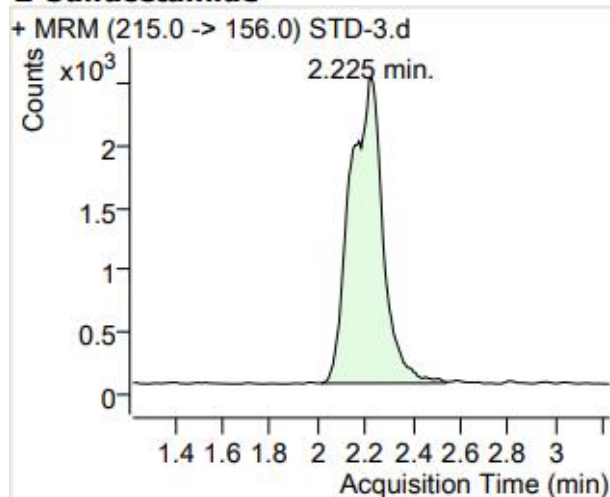
附录 D

（资料性附录）

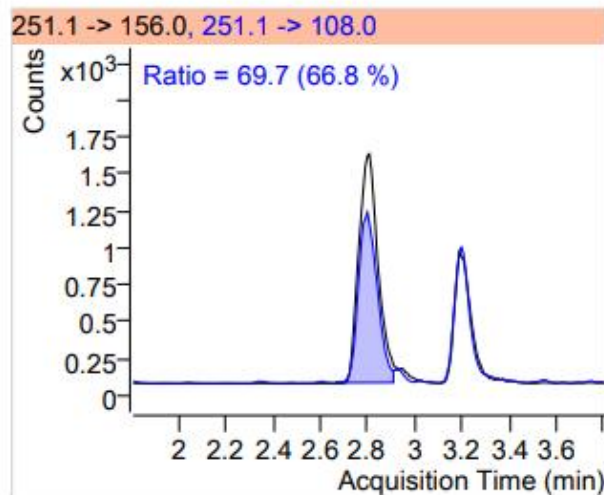
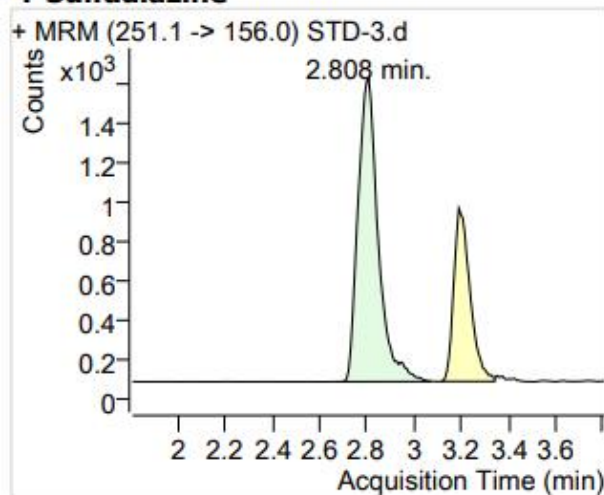
喹诺酮类和磺胺类药物特征离子质量色谱图

图D1喹诺酮类和磺胺类药物特征离子质量色谱图（5 μg/kg）

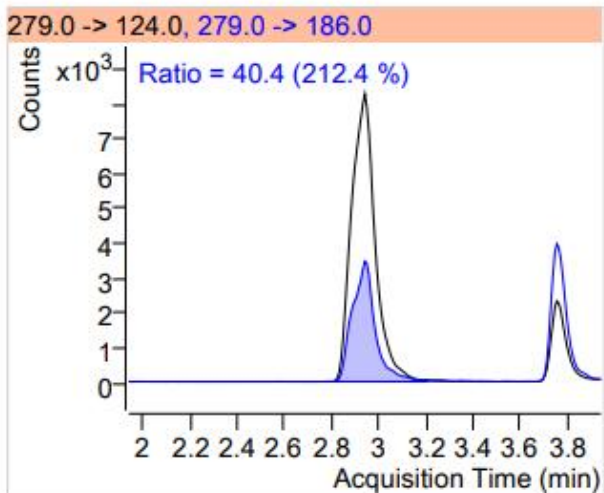
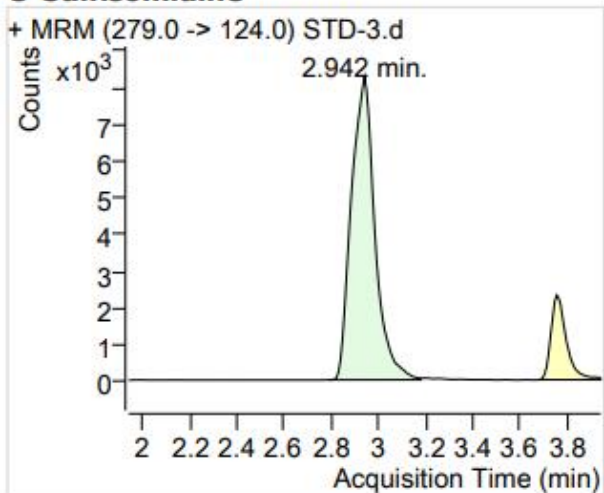
2-Sulfacetamide



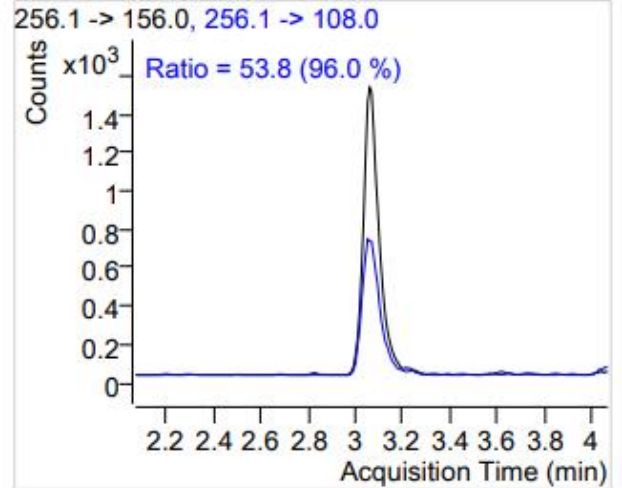
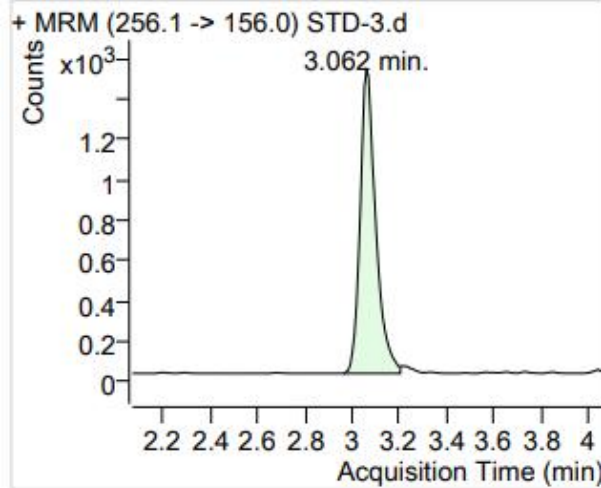
4-Sulfadiazine



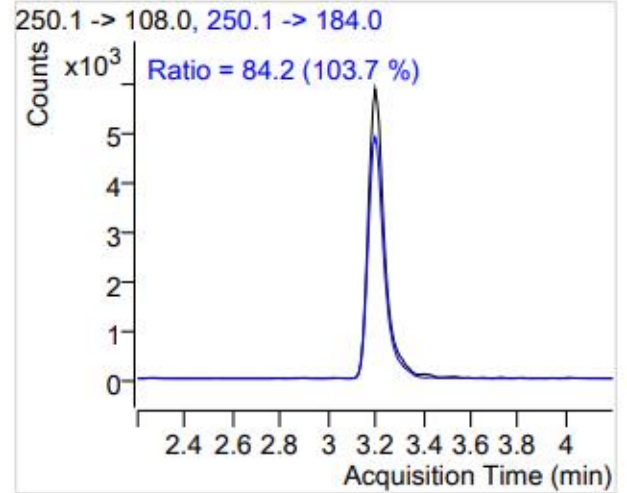
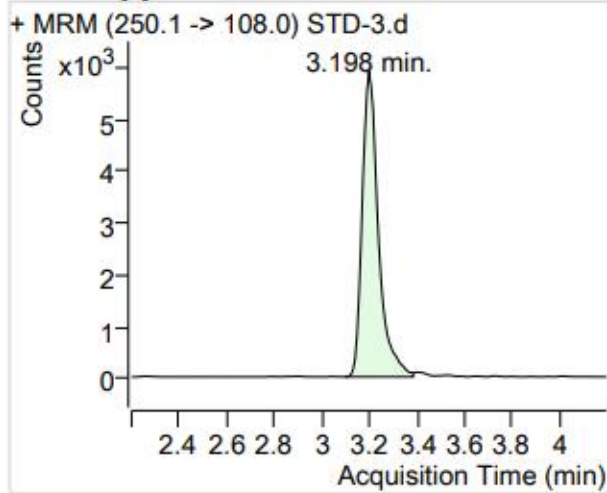
3-Sulfisomidine



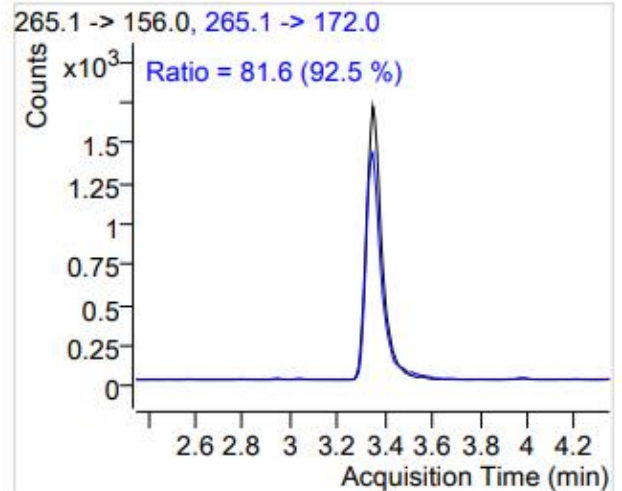
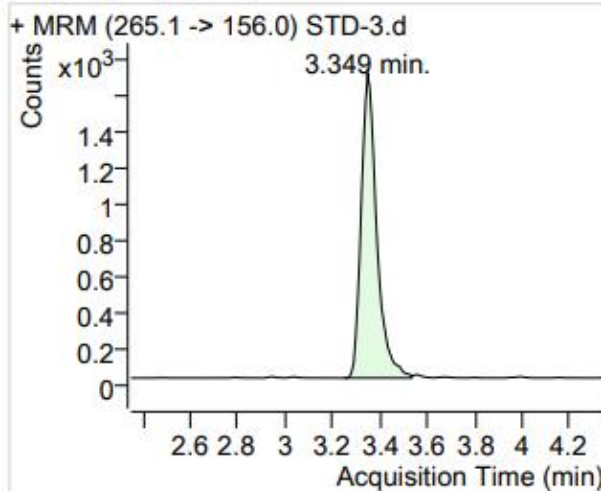
5-Sulfathiazole



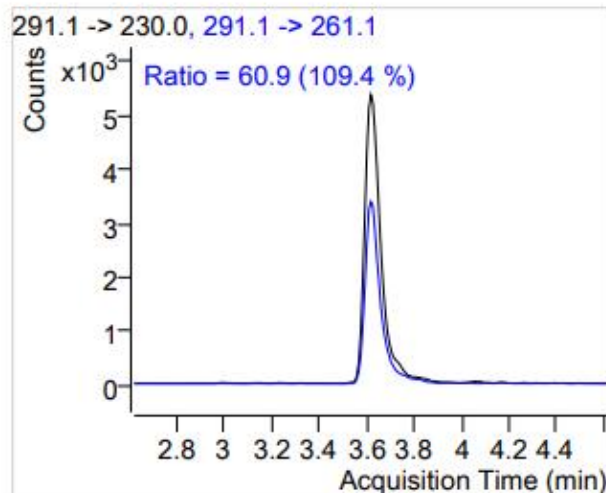
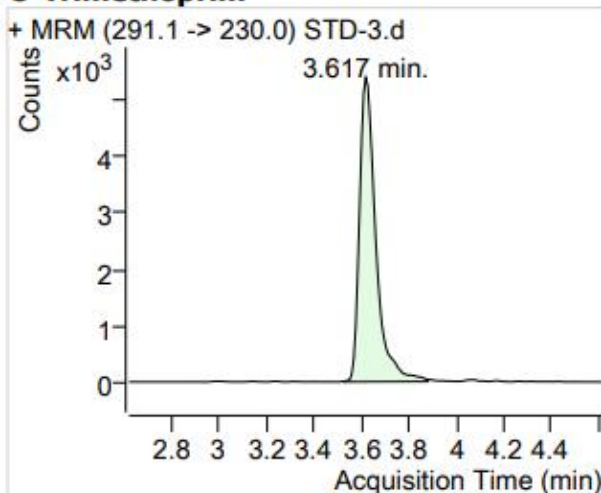
6-Sulfapyridine



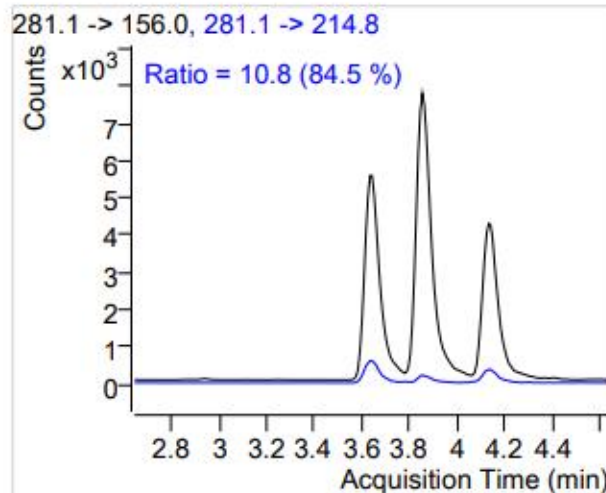
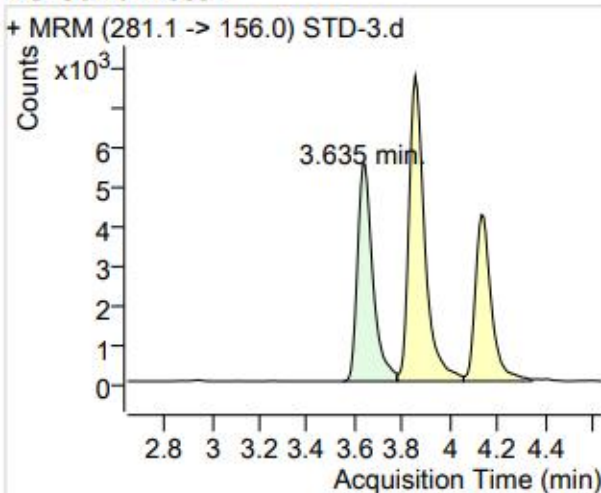
7-Sulfamerazine



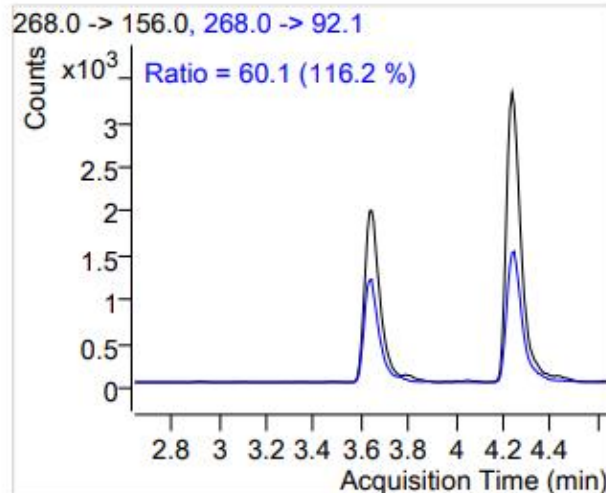
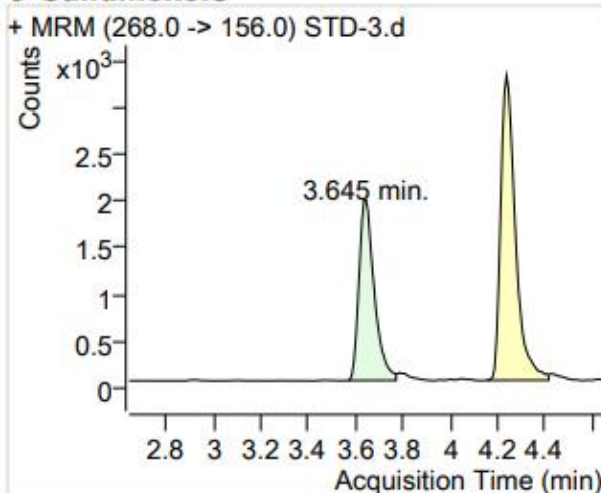
8-Trimethoprim



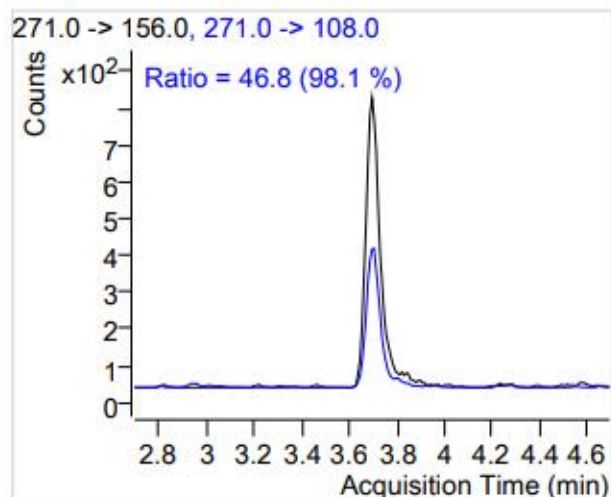
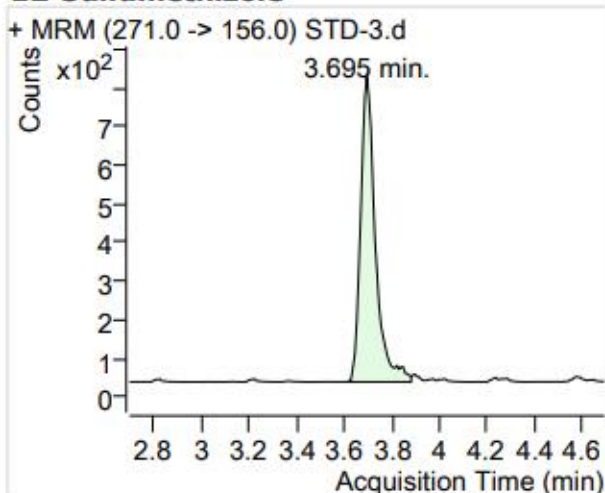
13-Sulfameter



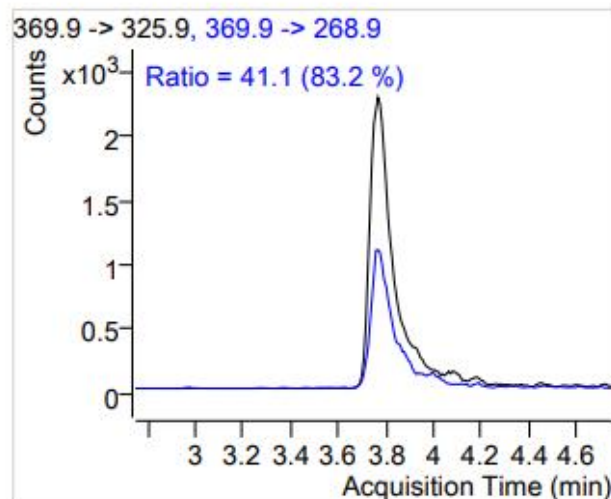
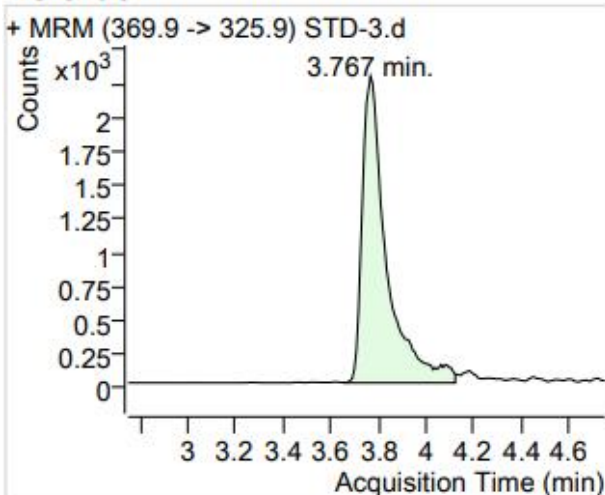
9-Sulfamoxole



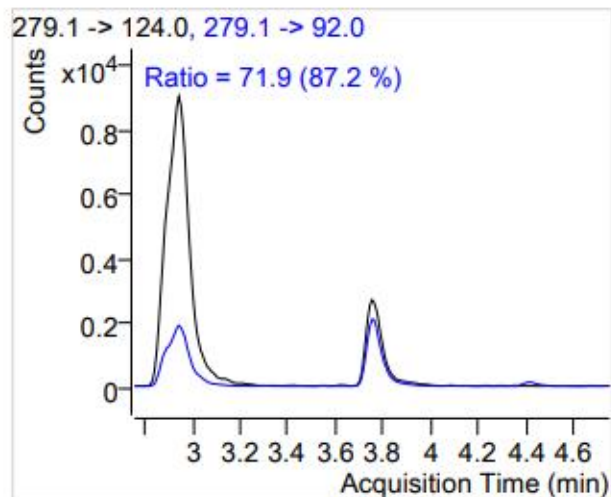
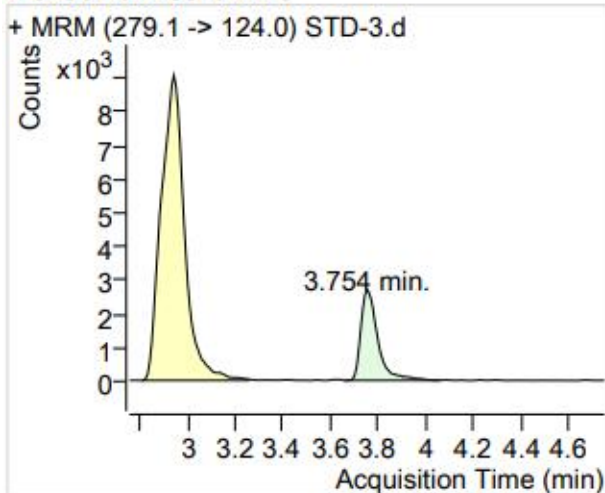
12-Sulfamethizole



fleroxacin

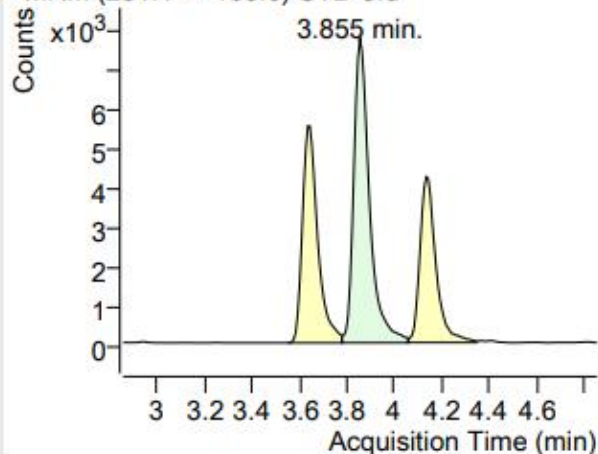


10-Sulfamethazine

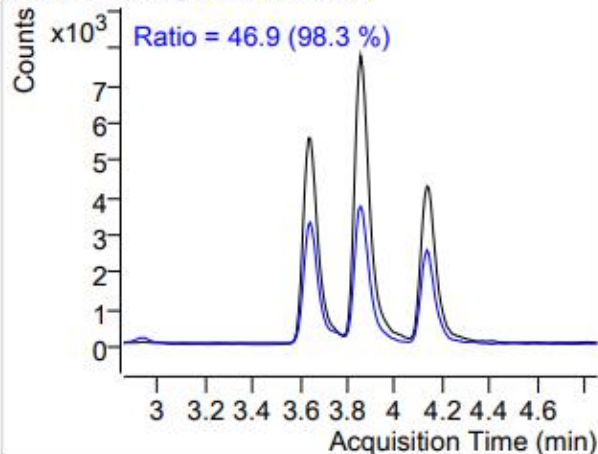


11-Sulfamethoxypyridazine

+ MRM (281.1 → 156.0) STD-3.d

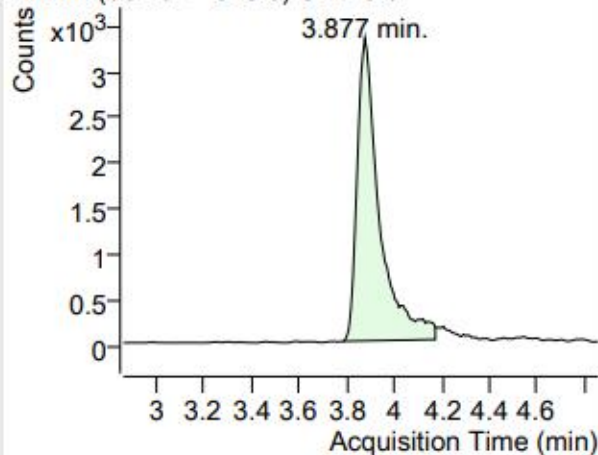


281.1 → 156.0, 281.1 → 108.0

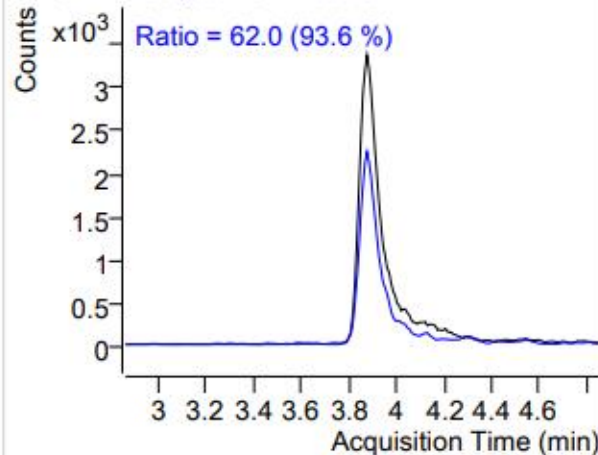


Ofloxacin

+ MRM (362.0 → 318.0) STD-3.d

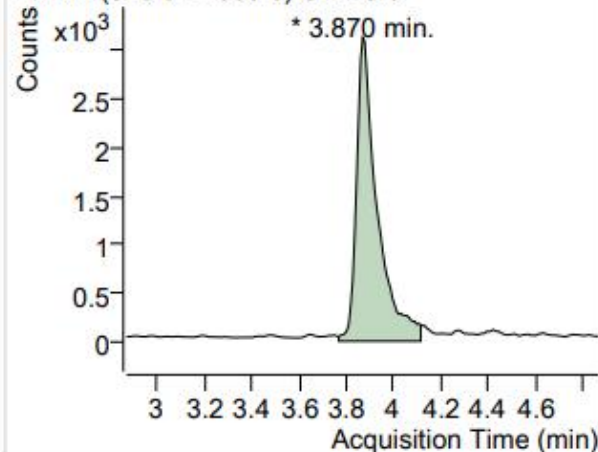


362.0 → 318.0, 362.0 → 260.9

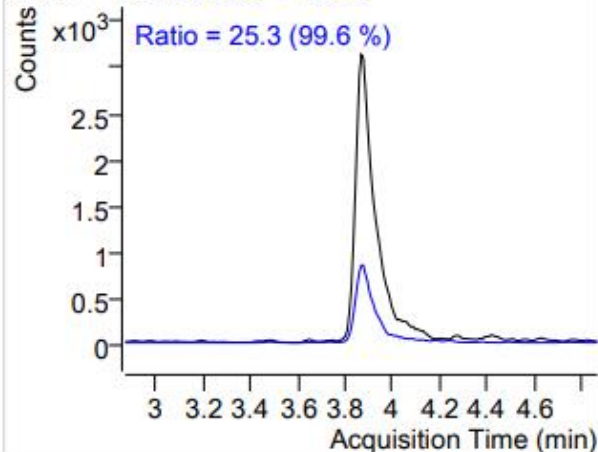


Enoxacin

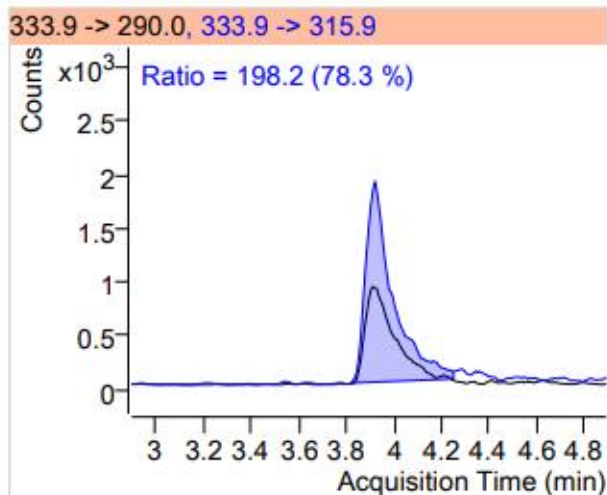
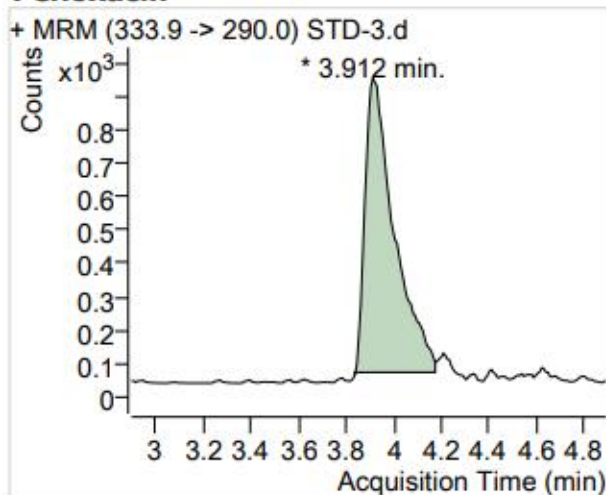
+ MRM (320.9 → 303.0) STD-3.d



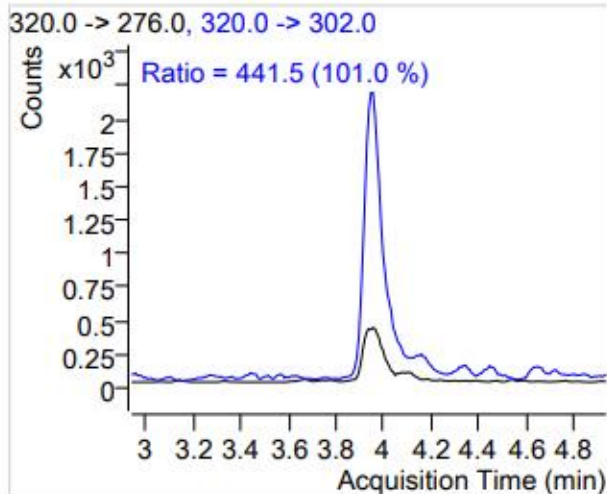
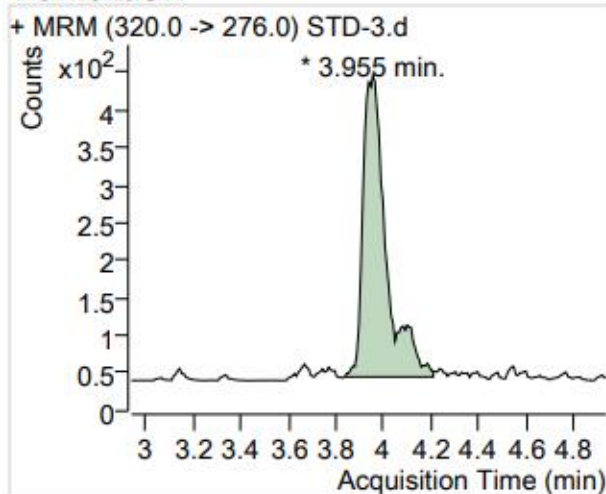
320.9 → 303.0, 320.9 → 231.9



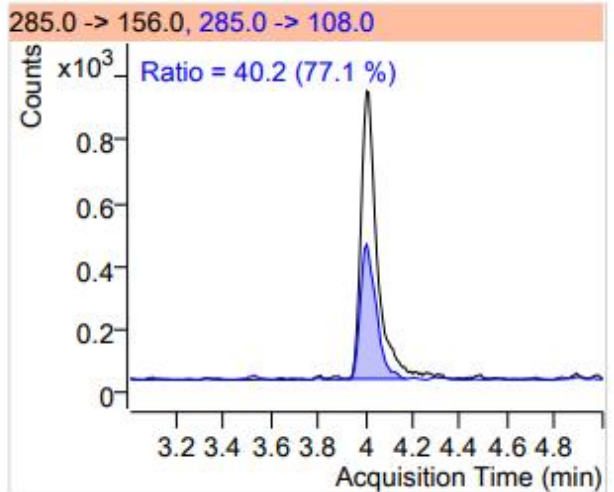
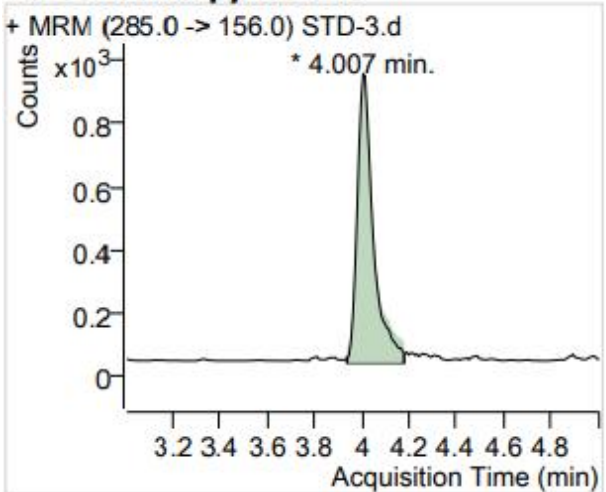
Pefloxacin



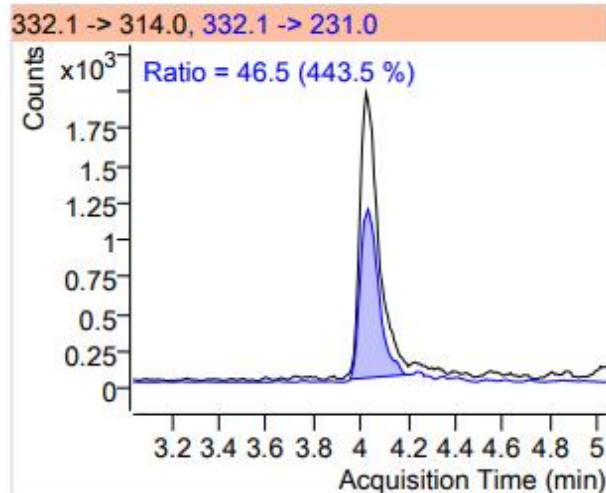
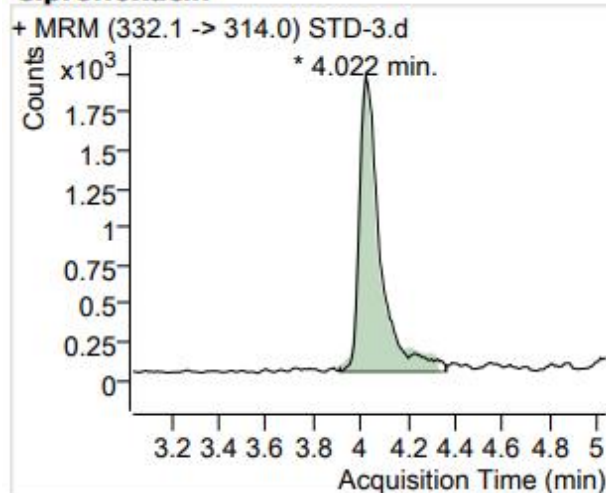
Norfloxacin



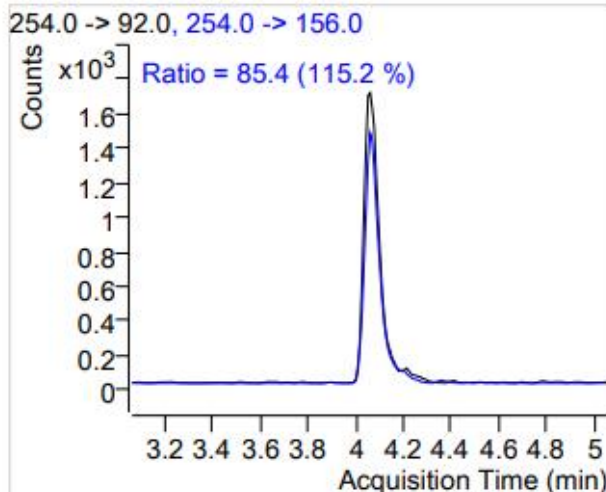
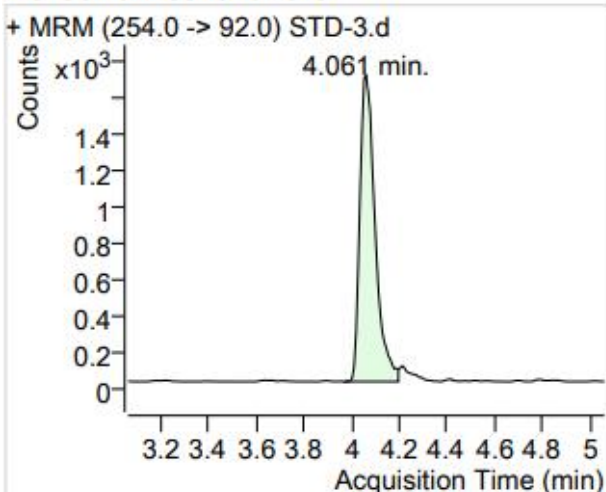
15-Sulfachlorpyridazine



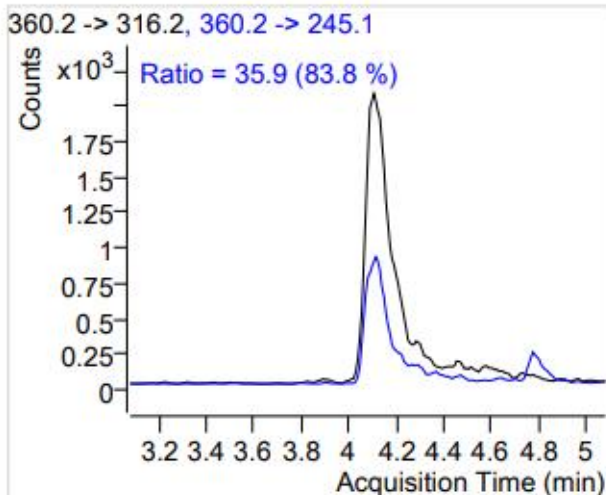
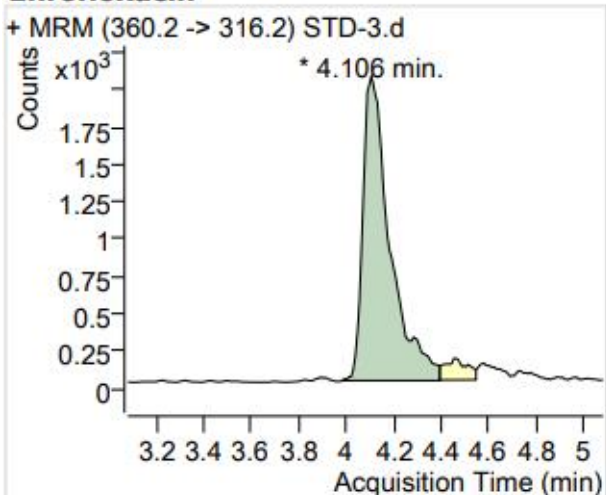
Ciprofloxacin



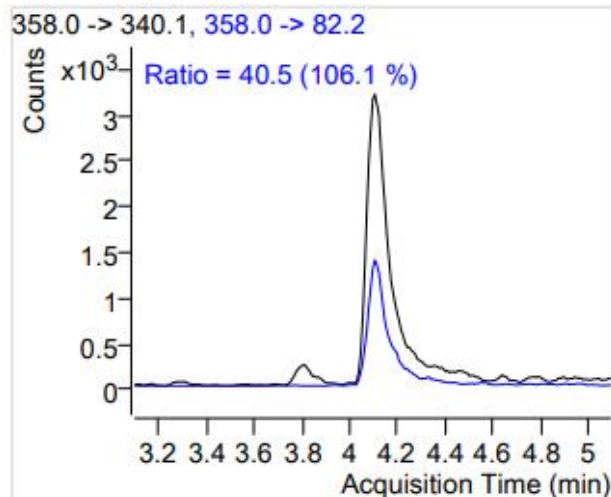
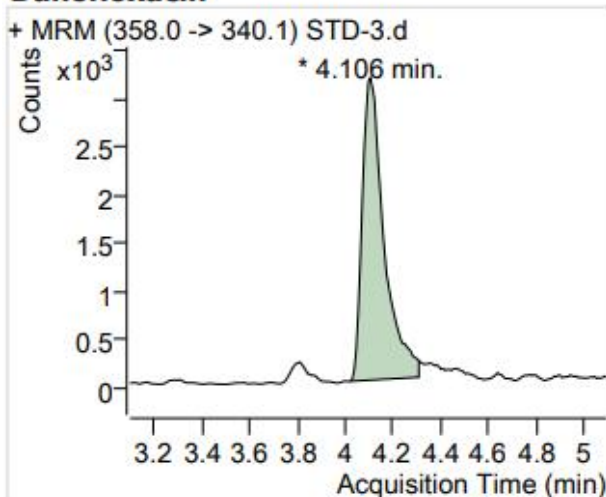
18-Sulfamethoxazole



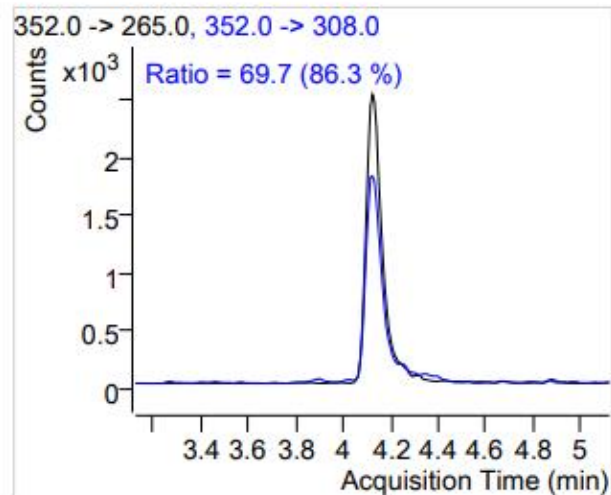
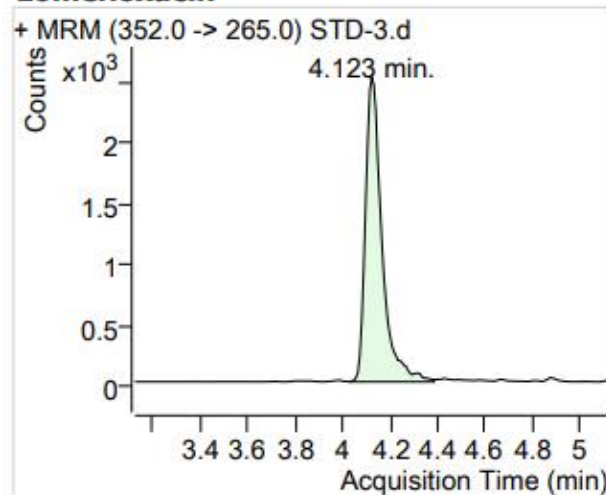
Enrofloxacin



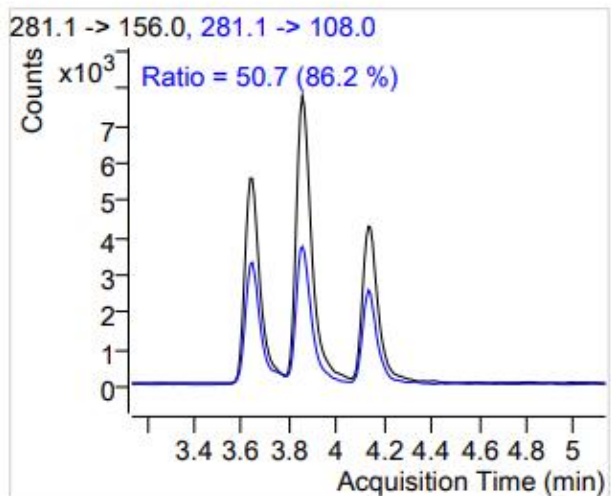
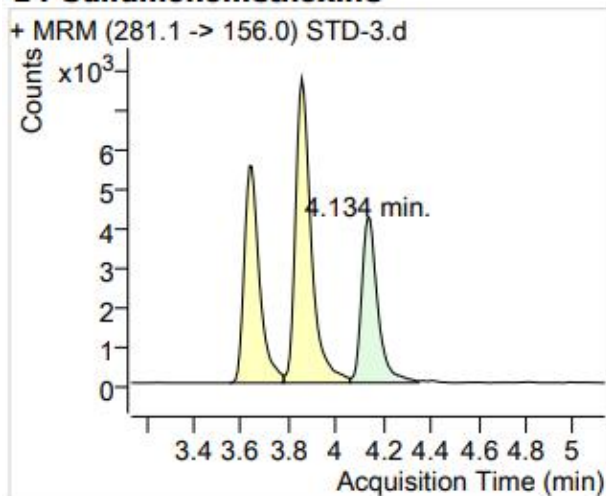
Danofloxacin



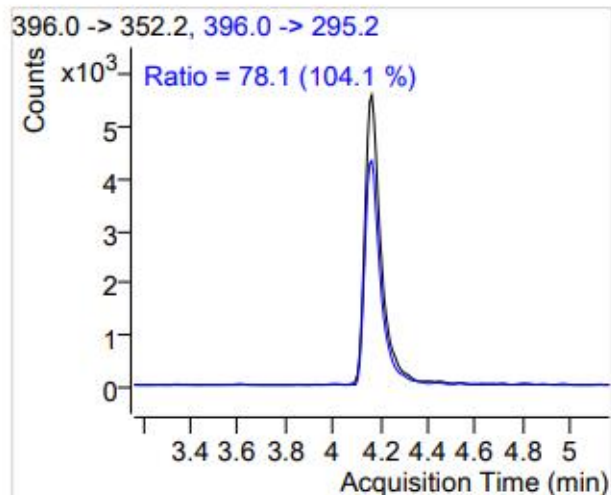
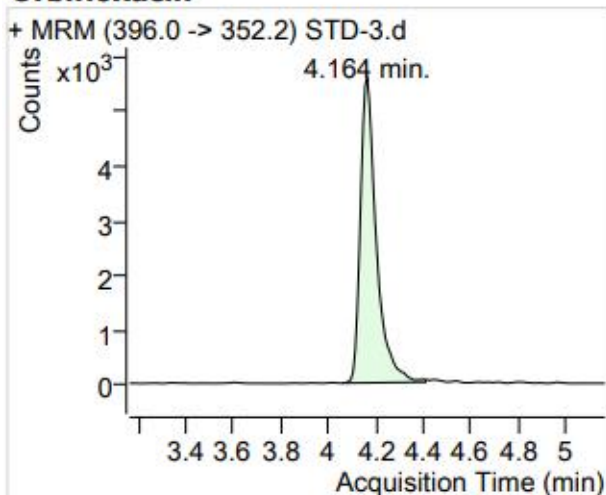
Lomefloxacin



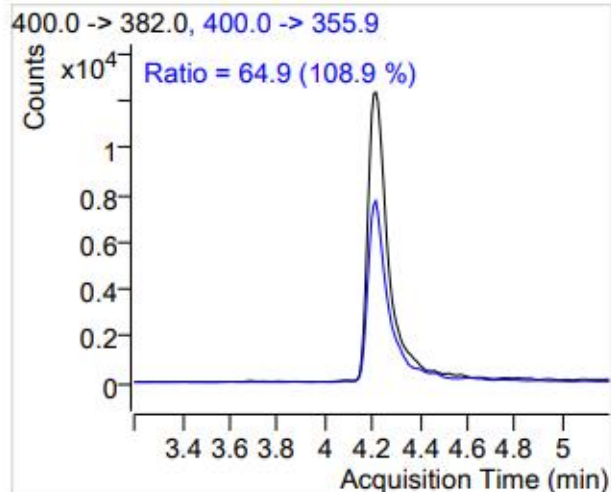
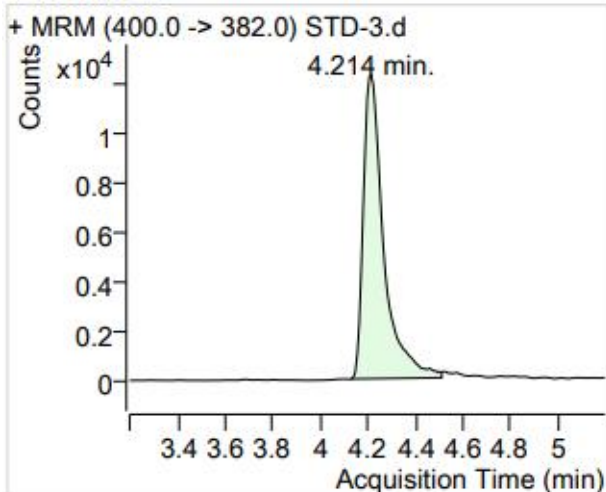
14-Sulfamonomethoxine



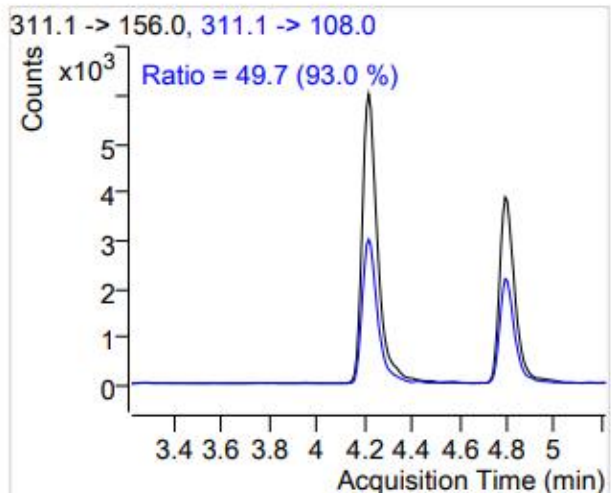
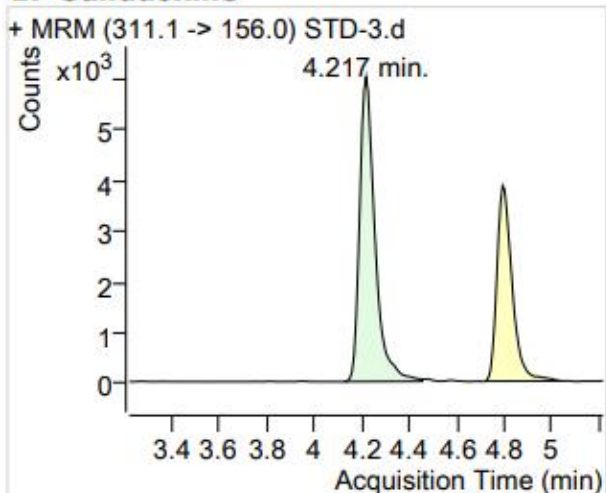
Orbifloxacin



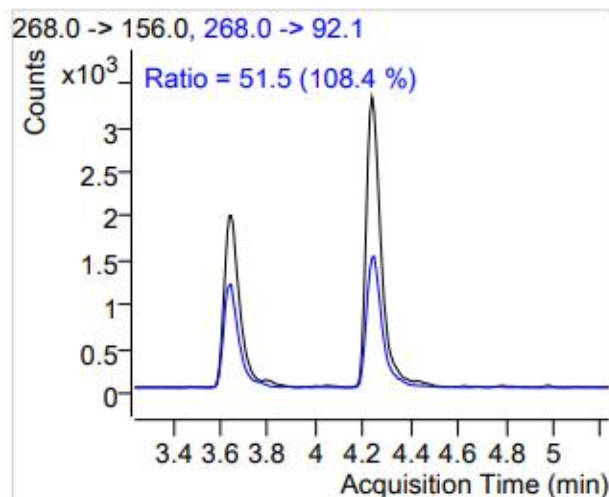
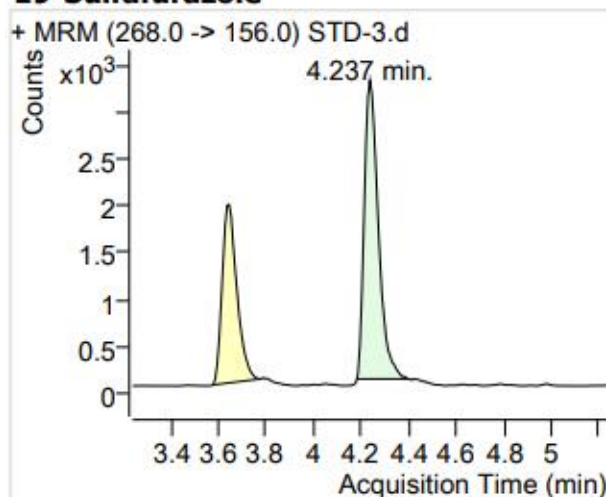
Difloxacin



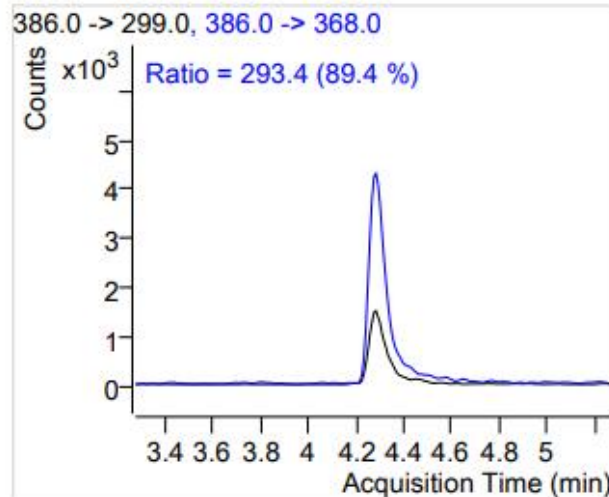
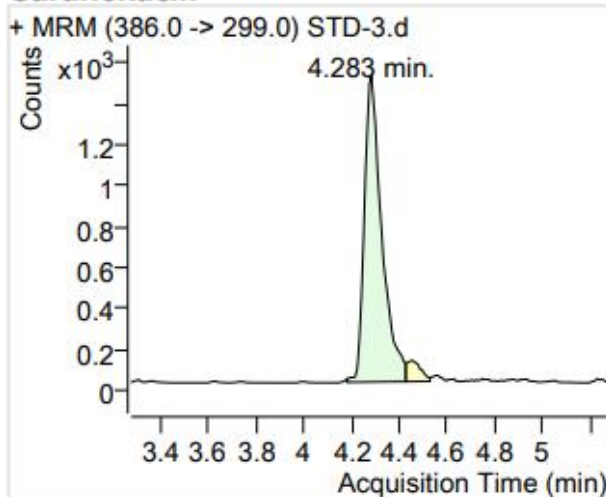
17-Sulfadoxine



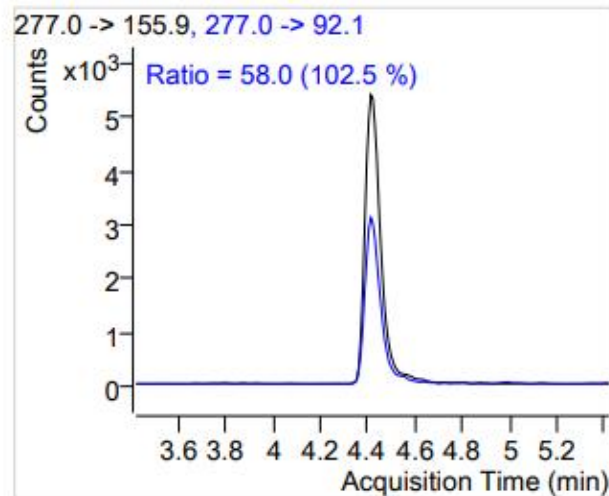
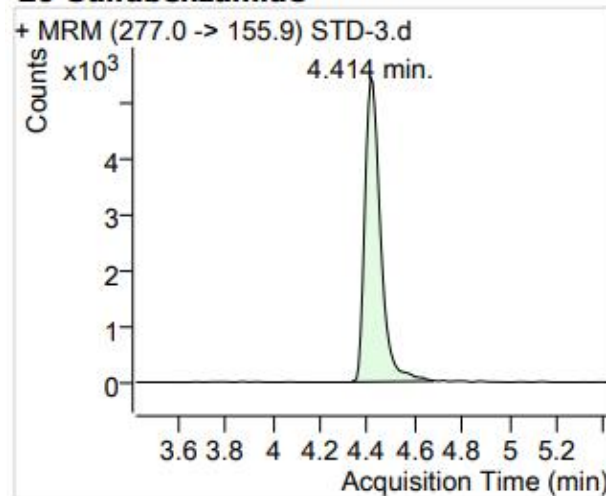
19-Sulfafurazole



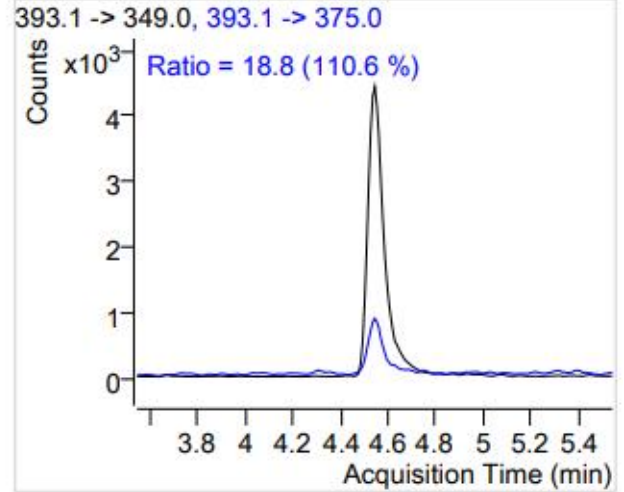
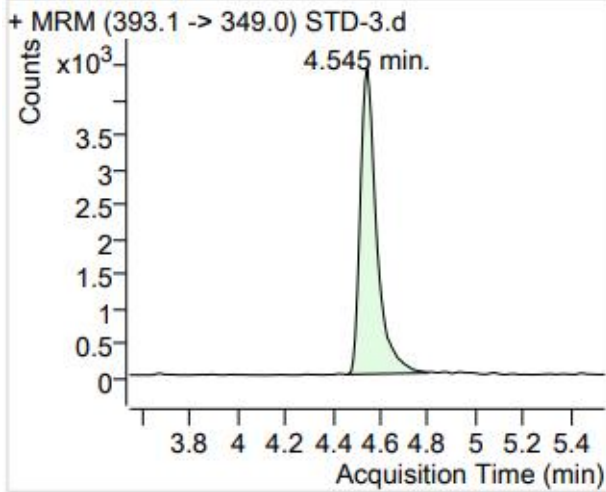
Sarafloxacin



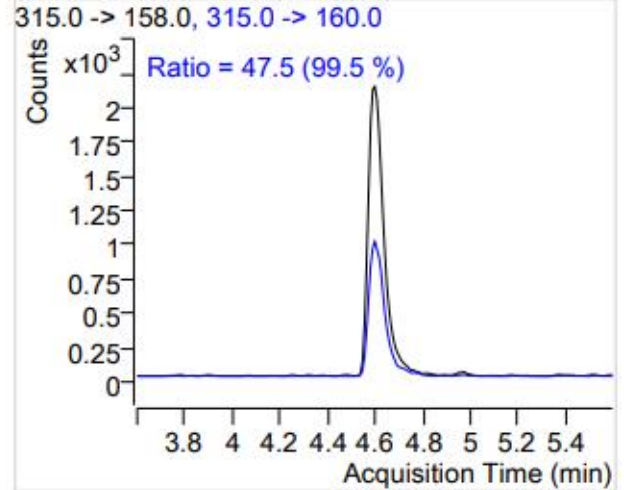
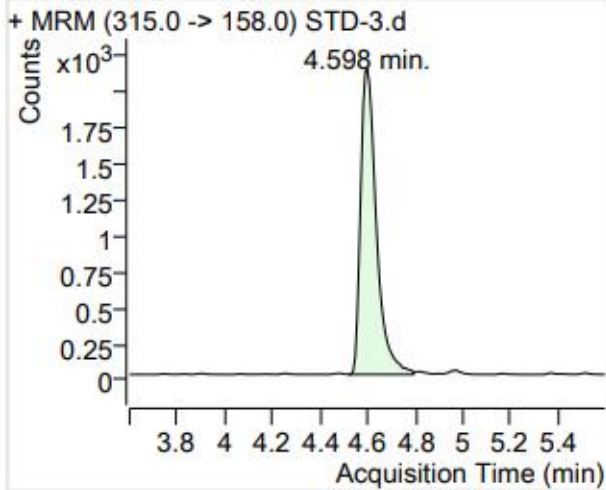
20-Sulfabenzamide



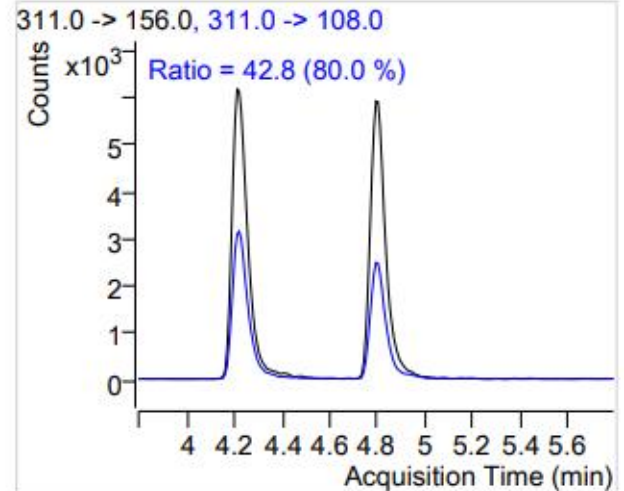
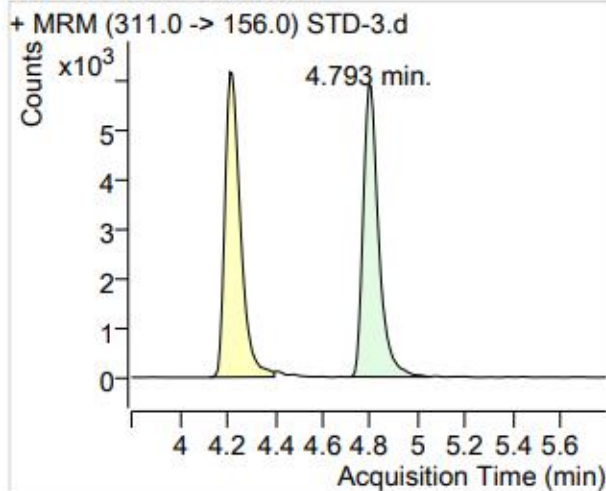
Sparfloxacin



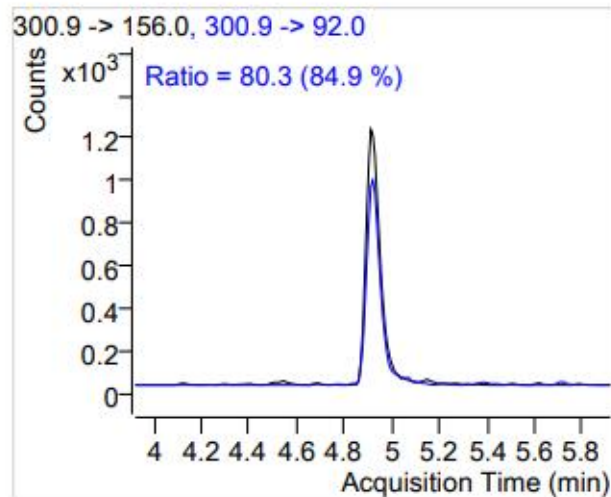
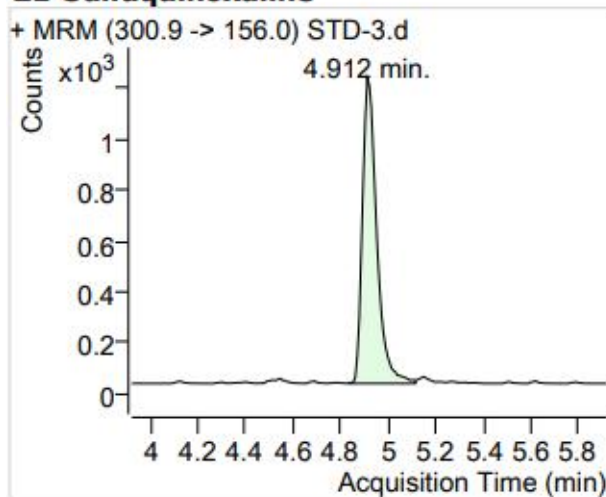
22-Sulfaphenazole



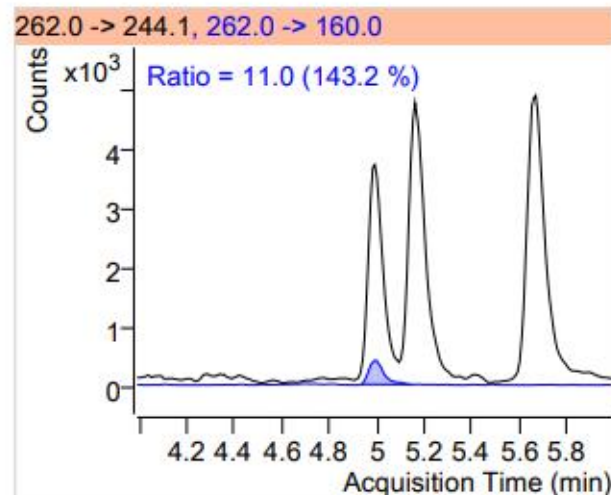
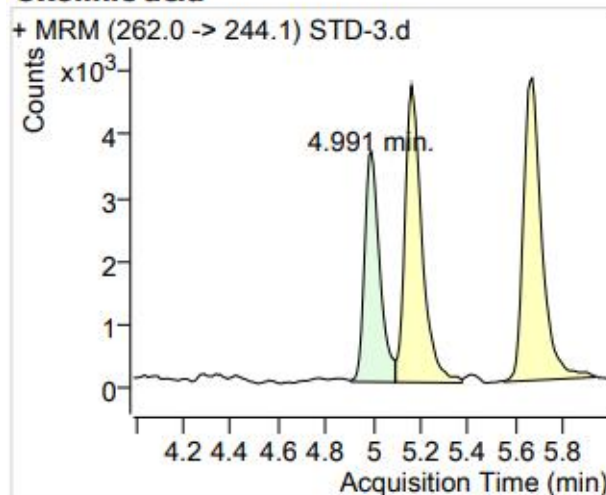
16-Sulfadimethoxine



21-Sulfaquinoxaline



Oxolinic acid



Flumequine

