

中华人民共和国国家标准

**饲料中硝基咪唑类药物的测定  
液相色谱-串联质谱法**

**编制说明**

中国农业大学

河南省农畜水产品检验技术研究院

2023年12月

## 一、工作简况

### 1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2020 年第三批推荐性国家标准计划的通知》( 国标委发[2020] 48 号 ), 本标准修订项目编号为 20203886-T-469, 项目名称为《饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法》, 项目承担单位为中国农业大学和河南省农畜水产品检验技术研究院。本标准由全国饲料工业标准化技术委员会 ( SAC/TC 76 ) 提出并归口。

### 1.2 标准修订背景

硝基咪唑类药物是一类以硝基咪唑环为基础的化合物, 主要包括甲硝唑 ( Metronidazole, MNZ ) 、地美硝唑 ( Dimetridazole, DMZ ) 、洛硝哒唑 ( Ronidazole, RNZ ) 、替硝唑 ( Tindazole, TNZ ) 、异丙硝唑 ( Ipronidazole, IPZ ) 等, 结构式见图1。硝基咪唑类药物常被作为兽药广泛应用于畜禽和水产养殖业, 主要用于预防和治疗家禽的滴虫病、猪的出血性下痢及厌氧菌感染, 也用作生长促进剂, 以促进牛、猪、禽的生长及改善饲料转化率, 但是该类物质对哺乳动物具有致癌、致畸、致突变作用和遗传毒性, 并且其生物降解率低, 因此会残留在畜禽体内及畜禽产品中, 对食品安全和人类健康造成威胁<sup>[1-9]</sup>。

GB 31650—2019《食品中兽药最大残留限量》<sup>[10]</sup>规定地美硝唑、甲硝唑允许作治疗用, 但不得在动物性食品的所有可食组织中检出; 农业农村部第 250 号公告把洛硝达唑和替硝唑列入了食品动物中禁止使用的药品及其他化合物清单。因此, 建立稳定可靠的饲料中非法添加硝基咪唑类药物的测定方法, 对保障动物性食品安全, 保证我国畜牧养殖业持续健康发展具有重要的意义。

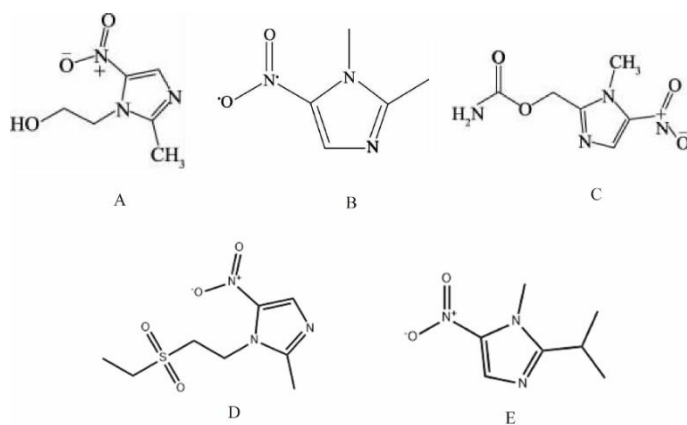


图1. A.甲硝唑；B.地美硝唑；C.洛硝哒唑；D.替硝唑；E.异丙硝唑

在文献报道中，硝基咪唑类药物残留的检测方法主要有酶联免疫法<sup>[11]</sup>、气相色谱-质谱联用法<sup>[12]</sup>、高效液相色谱法<sup>[13-15]</sup>、液相色谱-串联质谱法<sup>[16-20]</sup>，酶联免疫法易产生假阳性或者假阴性结果，一般用于常规大批量快速筛查；气相色谱-质谱联用法需要衍生化，实验条件要求严格，液相色谱法灵敏度相对较低；液相色谱-串联质谱法，具有选择性好、灵敏度高等优势。目前，我国有关饲料中硝基咪唑类药物的测定方法为液相色谱-串联质谱法，详见表1。

表 1 饲料中硝基咪唑类药物测定的标准方法

序号	标准编号	标准名称	检测方法
1	GB/T 21995-2008	饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	LC-MS/MS
2	农业部 2349 号公告-6-2015	饲料中硝基咪唑类、硝基咪唑类和喹噁啉类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	LC-MS/MS
3	农业农村部公告第 197 号-1-2019	饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	LC-MS/MS

《农业部2349号公告-6-2015 饲料中硝基咪唑类、硝基咪唑类和喹噁啉类药物的测定 液相色谱-串联质谱法》可以同时检测饲料中3类药物，包括8种硝基咪唑类药物，但是该方法的定量限较高，均为100 μg/kg。GB/T 21995-2008和农业农村部公告第197号-1-2019这两个方法可以检测甲硝唑、地美硝唑、洛硝达唑

和替硝唑等4种硝基咪唑类药物，定量限分别为25 µg/kg和5 µg/kg。硝基咪唑类药物为禁用药物，方法需要达到的灵敏度很高，在低浓度时对检测人员技术能力和熟练程度要求较高，稍有操作不到位，测定结果重复性和稳定性差，测定结果准确性无法保证。

本次修订拟引入稳定同位素内标，改用内标法定量，优化固相萃取的步骤，开展样品前处理研究和方法学考察。通过本次修订，目的是提高饲料中硝基咪唑类药物测定国家标准方法的可操作性、准确性和稳定性，为饲料行业提供稳定、可靠的饲料中硝基咪唑类的测定标准方法，保障饲料产品的质量安全，促进我国饲料工业、畜牧业和水产养殖业的高质量发展。

### 1.3 主要工作过程

中国农业大学和河南省农畜水产品检验技术研究院接到国家标准修订任务后，成立了标准编制组，落实了分工，详见表2。

表2 标准主要起草人员与任务分工

人员	职称	任务分工
夏曦	教授	项目主持人，负责项目的全面工作
吴宁鹏	研究员	方法验证，标准文本和编制说明编写和完善
李晓薇	高级实验师	检测方法研究、样品检测
彭丽	兽医师	检测方法研究、样品检测
赵亮		检测方法研究
孟蕾	兽医师	检测方法研究、样品检测
江海洋	教授	检测方法研究
沈建忠	教授	技术路线确定，标准文本和编制说明编写和完善

编制组成立后，进行了广泛的调查和深入的研究工作，具体时间进度安排如下所示。

## 起草阶段

2020年11月~2020年12月，完成文献检索，相关标准品购买，收集样品。

2021年1月~2023年3月，完成所有的方法开发、优化等试验工作。

2023年4月~2023年5月，撰写标准草案及编制说明。

## 定向征求意见阶段

2023年10月~2023年11月，完成标准草案及编制说明编写，送专家函审。

2023年11月，汇总整理专家意见，形成标准征求意见稿。征求意见结果汇

总如下：

- ①发送“征求意见稿”的单位数： 个；
- ②收到“征求意见稿”后，回函的单位数： 个；
- ③收到“征求意见稿”后，回函并有建议或意见的单位数： 个；
- ④没有回函的单位数 个；
- ⑤收到的建议或意见 条，其中采纳 条，不采纳 条，部分采纳 条。

2023年6月~2023年11月，在3家有资质实验室进行标准方法复合验证。

2023年11月，根据专家和其它实验室意见对标准进一步验证和修改，形成标准预审稿《饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法》。

## 二、标准编制原则和确定标准主要内容

### 2.1 标准编制原则

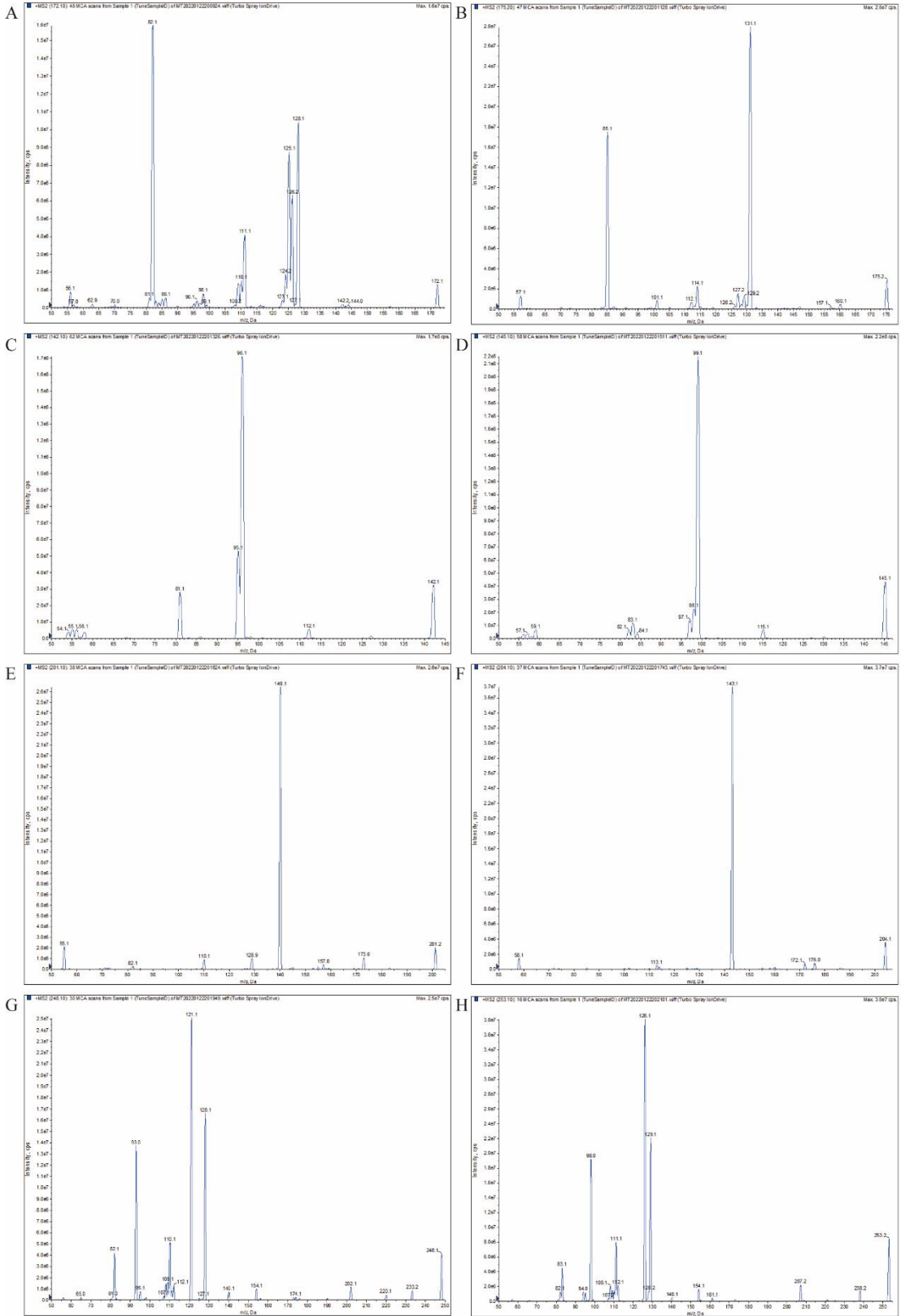
按照 GB/T 1.1 – 2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4 – 2015《标准编制规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，以保证标准的先进性和衔接性；在标准制定过程中力求做到技术内容的叙述正确无误；

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。

## 2.2 主要技术内容确定的依据

### 2.2.1 质谱条件的优化

硝基咪唑类化合物属于禁用药物，根据欧盟法规 2002/657/EC 的要求，进行确证分析需要达到该法案规定的 4 个识别点 (IP)。因此，应选择母离子及 2 个响应较强的子离子通过 MRM 的方式进行定性和定量，母离子 1 个 IP，2 个子离子分别 1.5 个 IP，满足 4 个 IP 的要求。首先，采用流动注射泵连续进样进行质谱参数的优化，分别在 ESI<sup>+</sup>和 ESI<sup>-</sup>离子模式下全扫描，发现在 ESI<sup>+</sup>模式下硝基咪唑类化合物响应较高，并由此确定了每个化合物的准分子离子峰[M+H]<sup>+</sup>，同时优化了质谱的去簇电压。然后，分别对每个化合物的母离子[M+H]<sup>+</sup>进行二级质谱扫描，优化碰撞能量，确定响应最好的 2 个碎片离子，最终选择的母离子和子离子与相关文献报道一致。另外，每个内标只需确定 1 个子离子进行定量，选择的内标离子对基本与对应硝基咪唑类药物的定量离子对一致，都相应的增加了 3 或 5Da。硝基咪唑类药物及其同位素内标的子离子扫描质谱图见图 2。



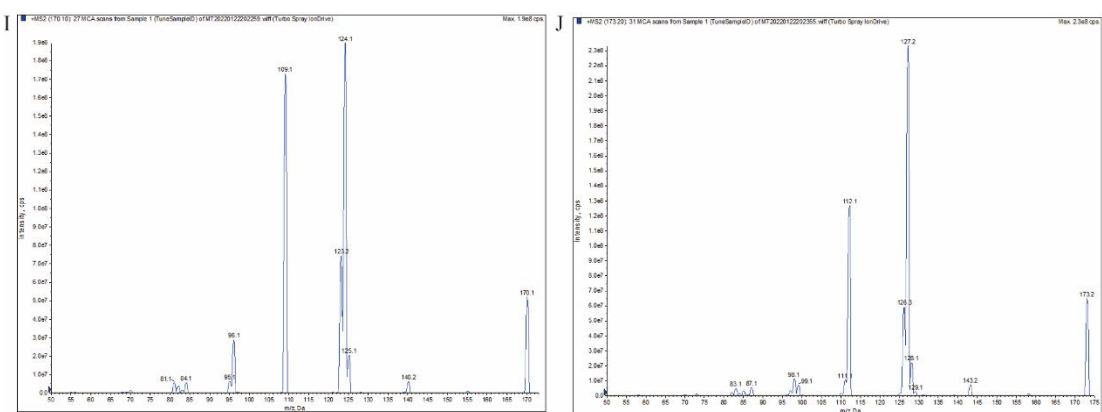


图 2 硝基咪唑类药物及其同位素内标离子扫描质谱图

( A.甲硝唑; B.甲硝唑-d3; C.地美硝唑; D.地美硝唑-d3; E.洛硝哒唑; F.洛硝哒唑-d3; G.替硝唑; H.替硝唑-d5; I.异丙硝唑; J.异丙硝唑-d3 )

### 2.2.2 液相色谱条件的优化

在同一梯度洗脱程序下，本实验选取了几种不同的流动相体系0.1%甲酸水-含0.1%甲酸的乙腈-甲醇（80:20，V/V）溶液、0.01%甲酸水-含0.01%甲酸的乙腈-甲醇（80:20，V/V）溶液、0.2%乙酸水-含0.2%乙酸的乙腈-甲醇（80:20，V/V）溶液、0.1%乙酸水-含0.1%乙酸的乙腈-甲醇（80:20，V/V）溶液、0.01%乙酸水-含0.01%乙酸的乙腈-甲醇（80:20，V/V）溶液、水-（乙腈-甲醇（80:20，V/V））等溶液进行比较，最终结果表明，使用0.2%乙酸水-含0.2%乙酸的乙腈-甲醇（80:20，V/V）溶液体系，在色谱峰型、分离度、信号响应和稳定性最优，5种硝基咪唑类药物的色谱图如图3。



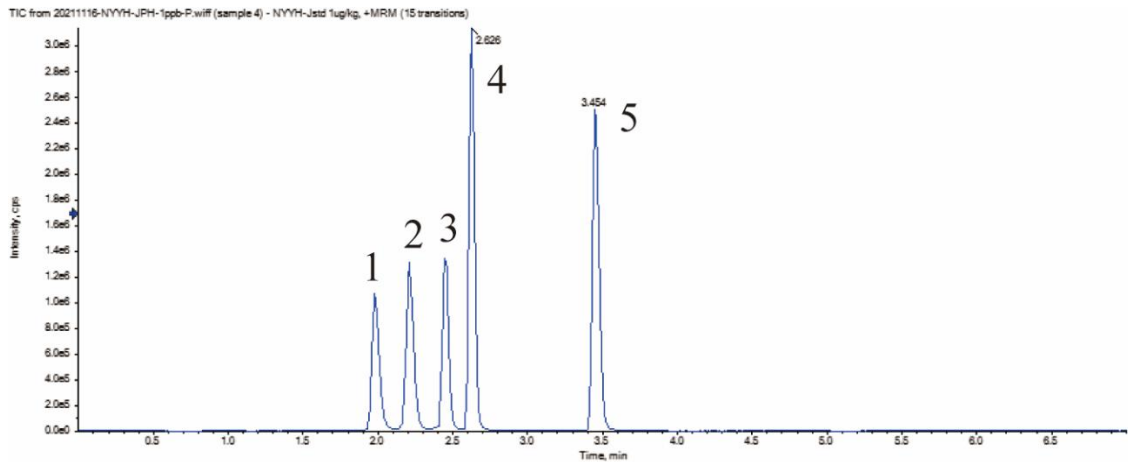


图3 5种硝基咪唑类药物混合基质标准溶液质量色谱图 (2 μg/L)

(1.甲硝唑 2.洛硝哒唑 3.地美硝唑 4.替硝唑 5.异丙硝唑)

### 2.2.3. 提取方法的优化

硝基咪唑类药物的极性较强，常用的提取溶剂主要有甲醇、乙腈、乙酸乙酯、二氯甲烷和三氯甲烷等有机溶剂。由于二氯甲烷和三氯甲烷的毒性较强，一般不采用；甲醇、乙腈的极性较强，提取效率较高；乙酸乙酯极性较弱，对极性较强的甲硝唑代谢物提取效率低。本研究参考相关文献的提取液配方和提取方式，对比了乙酸乙酯、乙腈、乙腈（2%乙酸）、乙腈（1%甲酸）、乙腈（2%甲酸）、乙腈（5%甲酸）等多种提取液，对提取液进行优化，结果如表3，乙酸乙酯和乙腈的提取效率均较高，但乙酸乙酯脂溶性较强、提取的脂溶性杂质较多，且整个前处理过程需要进行2次氮吹，耗时较长。结合试验操作简便性与样品基质类型，最终选择乙腈作为提取剂。

表 3 不同提取液的绝对回收率比较 (%)

化合物	乙酸乙酯	乙腈(2%乙酸)	乙腈	乙腈(1%甲酸)	乙腈(2%甲酸)	乙腈(5%甲酸)
甲硝唑	86.2±3.9	50.0±16.4	86.2±6.9	66.8±3.3	83.1±6.3	0.9±0.1
地美硝唑	72.9±0.6	41.7±14.5	77.7±11.0	64.4±3.4	71.4±7.5	6.4±0.5
洛硝哒唑	89.0±1.1	16.1±5.3	51.5±0.2	28.6±5.8	64.9±5.7	2.2±0.1

异丙硝唑	53.1±1.4	32.1±11.9	64.3±8.4	59.4±1.4	78.0±9.1	0.5±0.01
替硝唑	101.3±4.9	36.5±14.4	75.2±1.7	52.8±4.2	67.3±8.8	2.3±0.7

#### 2.2.4. 净化方法的优化

硝基咪唑类化合物在酸性环境下更容易解离带正电荷，本研究考察了在20mL乙腈提取液中添加了不同体积的甲酸（100 μL、400 μL、600 μL、1000 μL）对最终回收率的影响，结果表明，在20 mL乙腈提取液中添加100 μL甲酸，效果最佳。MCX强阳离子交换柱上的磺酸基能有效地吸附质子化的硝基咪唑类药物，即使是极性强的有机溶剂亦不能洗脱，用丙酮、5%甲酸甲醇可以淋洗掉大部分干扰成分，用5%氨水-甲醇改变离子强度,使目标化合物洗脱下来，而杂质等被保留在柱子上，净化效果好，回收率高。因此选择MCX固相萃取柱对样品进行净化。

#### 2.2.5. 浓缩条件的优化

硝基咪唑类药物的热稳定性不好，本研究对浓缩时氮吹的温度进行优化，考察了30℃和35℃对硝基咪唑类药物的绝对回收率的影响。结果显示，35℃下进行氮吹，甲硝唑、地美硝唑和洛硝哒唑等药物较30℃条件下氮吹损失较大，故采用30℃条件进行氮吹（表4）。

表4 不同氮吹温度对硝基咪唑类药物绝对回收率的影响

化合物	30 (°C)	35 (°C)
甲硝唑	65.2±6.0	49.8±3.0
地美硝唑	73.1±3.8	62.0±3.6
洛硝哒唑	75.8±4.2	67.7±2.8
异丙硝唑	43.0±7.4	45.3±0.8

替硝唑	69.4±0.6	71.3±0.5
-----	----------	----------

## 2.2.6 基质效应

基质效应的干扰主要来源于样品的前处理过程以及检测时的离子化阶段。如果在前处理时净化不完全,则会对分析物的离子化效率造成干扰,造成分析物信号的增强或减弱,进而影响测定结果的准确性。因此,在试验分析验证过程中,对基质效应影响的评估是必不可少的,基质效应用如下公式计算:

$$\text{Matrix Effect (\%)} = \text{B/A} \times 100$$

A: 纯溶剂标准溶液中目标化合物的响应值;

B: 基质匹配标准溶液中目标化合物的响应值<sup>[19]</sup>。

本研究以牛羊预混合饲料来考察3个添加浓度下的硝基咪唑类药物的基质效应。由表5可知,5种硝基咪唑类化合物在饲料中的3个添加浓度(1、10、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )下的基质效应在53.3%-83.8%之间,均存在不同程度的基质抑制效应。因此,本研究通过基质匹配同位素内标法消除基质效应的影响,确保结果准确性。

表5 硝基咪唑类药物在牛羊预混合饲料中的基质效应(%)

化合物	1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	100 $\mu\text{g}/\text{kg}$
甲硝唑	65.1±2.9	63.5±5.5	75.7±4.5
地美硝唑	57.1±4.2	59.6±9.0	67.7±5.6
洛硝哒唑	57.5±3.5	53.3±7.3	75.5±5.0
异丙硝唑	77.5±4.4	75.4±1.9	83.8±6.3
替硝唑	70.6±1.5	54.2±7.3	71.2±4.3

## 2.2.7 方法学考察

### 2.2.7.1. 线性范围

取空白猪配合、猪预混合、猪浓缩、鸡配合、鸡预混合、鸡浓缩、牛羊预混和牛精料补充饲料样品，经提取和净化等前处理后得空白基质，然后加入硝基咪唑类药物混合标准曲线工作溶液及其内标的混合标准工作液，得到系列基质匹配标准溶液，浓度为 1、2、4、20、40、200、500  $\mu\text{g/L}$ 。线性回归方程及相关系数见表 6，5 种硝基咪唑类化合物基质匹配标准曲线线性关系良好，相关系数均大于 0.99。

表 6 硝基咪唑类化合物标准曲线及相关系数

基质	药物	回归方程	相关系数 ( $r^2$ )
猪配合 饲料	甲硝唑	$Y=0.14304x+0.03793$	0.9937
	地美硝唑	$Y=0.02680x+0.00376$	0.9985
	洛硝哒唑	$Y=0.12241x+0.02850$	0.9942
	异丙硝唑	$Y=0.08150x+0.01605$	0.9964
	替硝唑	$Y=0.04142x+0.00934$	0.9943
鸡配合 饲料	甲硝唑	$Y=0.15803x+-0.02039$	0.9951
	地美硝唑	$Y=0.02674x+-0.00521$	0.9929
	洛硝哒唑	$Y=0.13742x+-0.01685$	0.9971
	异丙硝唑	$Y=0.09264x+-0.01840$	0.9918
	替硝唑	$Y=0.04666x+-0.00715$	0.9921
猪预混 合饲料	甲硝唑	$Y=0.14480x+0.02845$	0.9986
	地美硝唑	$Y=0.02764x+0.00240$	0.9975
	洛硝哒唑	$Y=0.12094x+0.03150$	0.9979
	异丙硝唑	$Y=0.11251x+0.02244$	0.9981
	替硝唑	$Y=0.04201x+0.00828$	0.9987
鸡预混 合饲料	甲硝唑	$Y=0.11945x+0.02826$	0.9990
	地美硝唑	$Y=0.02748x+0.00336$	0.9991
	洛硝哒唑	$Y=0.10002x+0.01845$	0.9995
	异丙硝唑	$Y=0.008933x+0.03590$	0.9947

	替硝唑	$Y=0.03745x+0.00768$	0.9994
猪浓缩 饲料	甲硝唑	$Y=0.13906x+0.00725$	0.9991
	地美硝唑	$Y=0.02463x+8.63032e-5$	0.9987
	洛硝哒唑	$Y=0.11131x+0.01200$	0.9980
	异丙硝唑	$Y=0.07582x+0.01316$	0.9976
	替硝唑	$Y=0.04358x+0.00150$	0.9981
牛羊预 混合饲 料	甲硝唑	$Y=0.15446x+0.01209$	0.9976
	地美硝唑	$Y=0.02557x+5.77530e-4$	0.9987
	洛硝哒唑	$Y=0.12739x+0.01374$	0.9969
	异丙硝唑	$Y=0.11848x+0.01001$	0.9977
	替硝唑	$Y=0.04313x+0.00474$	0.9957
鸡浓缩 饲料	甲硝唑	$Y=0.12465x+0.04258$	0.9900
	地美硝唑	$Y=0.02109x+0.00429$	0.9947
	洛硝哒唑	$Y=0.10619x+0.04046$	0.9902
	异丙硝唑	$Y=0.07354x+0.02073$	0.9939
	替硝唑	$Y=0.03666x+0.01280$	0.9900
牛精料 补充饲 料	甲硝唑	$Y=0.13455x+0.04620$	0.9907
	地美硝唑	$Y=0.02359x+-0.00790$	0.9962
	洛硝哒唑	$Y=0.12034x+0.02897$	0.9900
	异丙硝唑	$Y=0.10674x+0.01498$	0.9953
	替硝唑	$Y=0.03980x+0.00265$	0.9966

### 2.2.7.2 特异性和灵敏度

收集不同来源的取空白猪配合、猪预混合、猪浓缩、鸡配合、鸡预混合、鸡浓缩、牛羊预混和牛精料补充饲料样品，按照方法进行样品前处理并测定。结果表明，在硝基咪唑类化合物及其内标的保留时间附近无明显干扰。饲料的空白样品、添加样品和基质标准样品的特征离子质量色谱图见图 4-图 27。

制备不同浓度的添加样品，经提取净化后测定，计算信噪比以确定方法的灵敏度。方法的定量限至少要达到 10 倍信噪比（按 PtP 算），并且在此浓度的回收率和精密度要满足残留检测的要求。本方法确定的猪配合、猪预混合、猪浓缩、鸡配合、鸡预混合、鸡浓缩、牛羊预混饲料和牛精料补充料中硝基咪唑类药物的检测限均为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限均为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

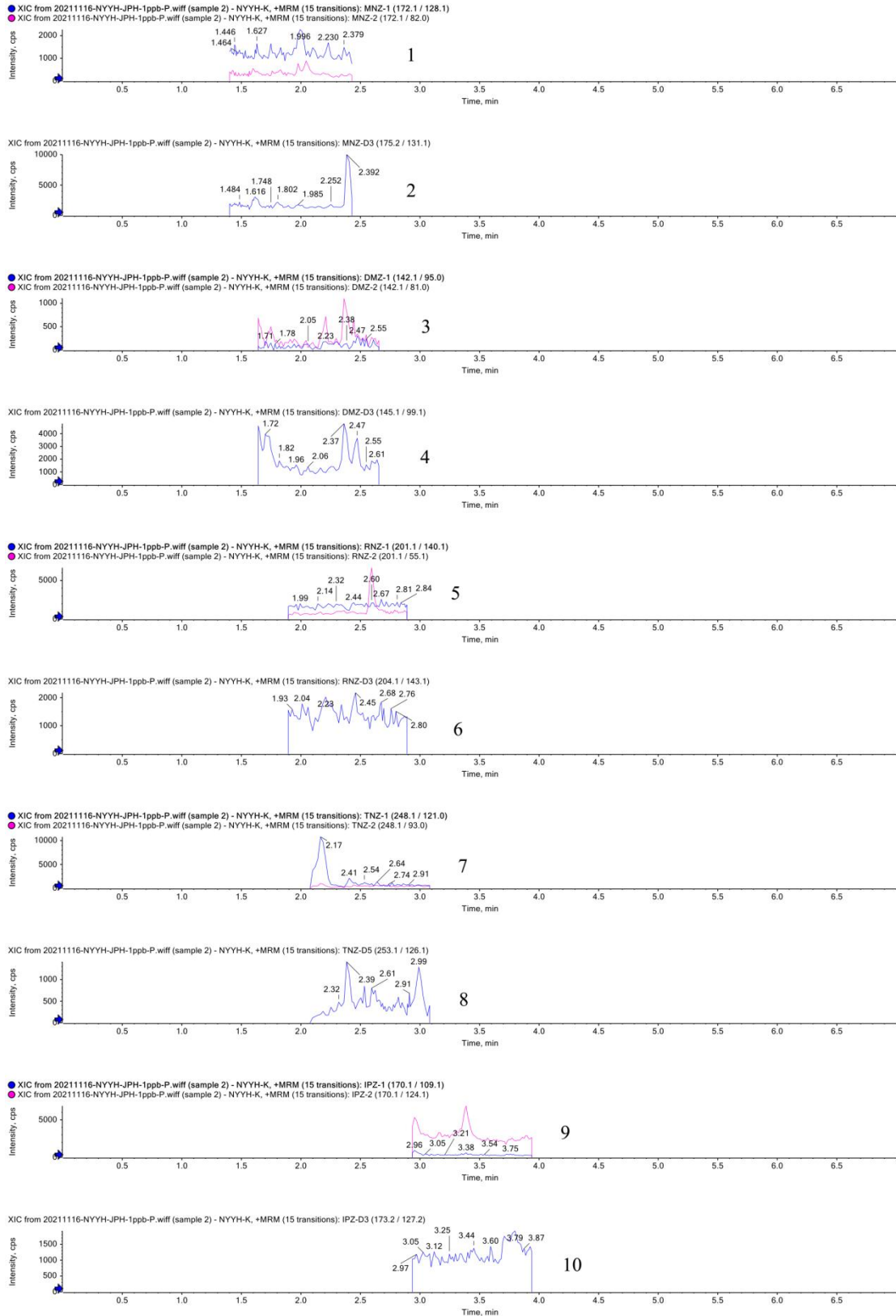


图 4 饲料（牛羊预混合）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

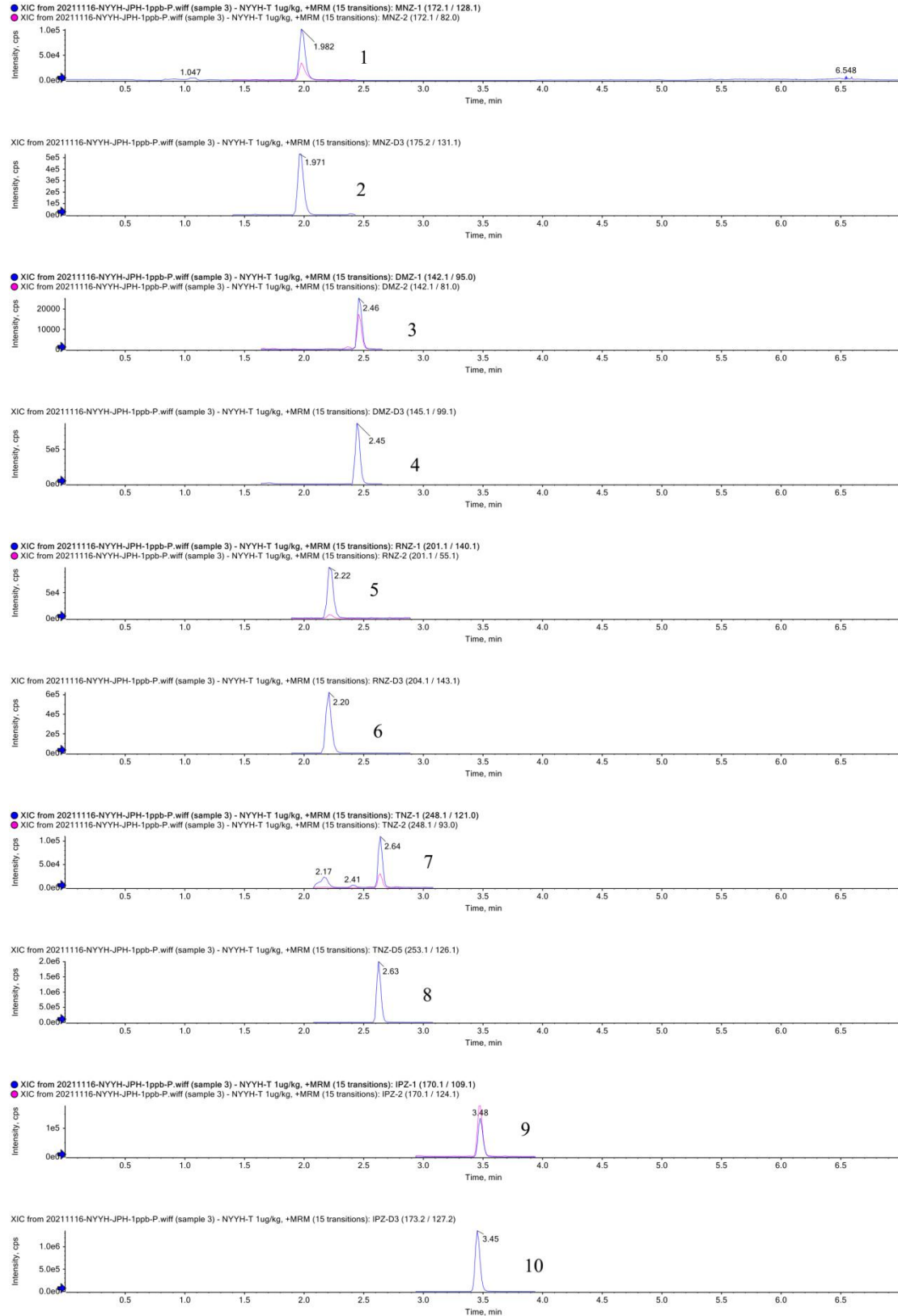


图5 饲料（牛羊预混合）添加样品特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）



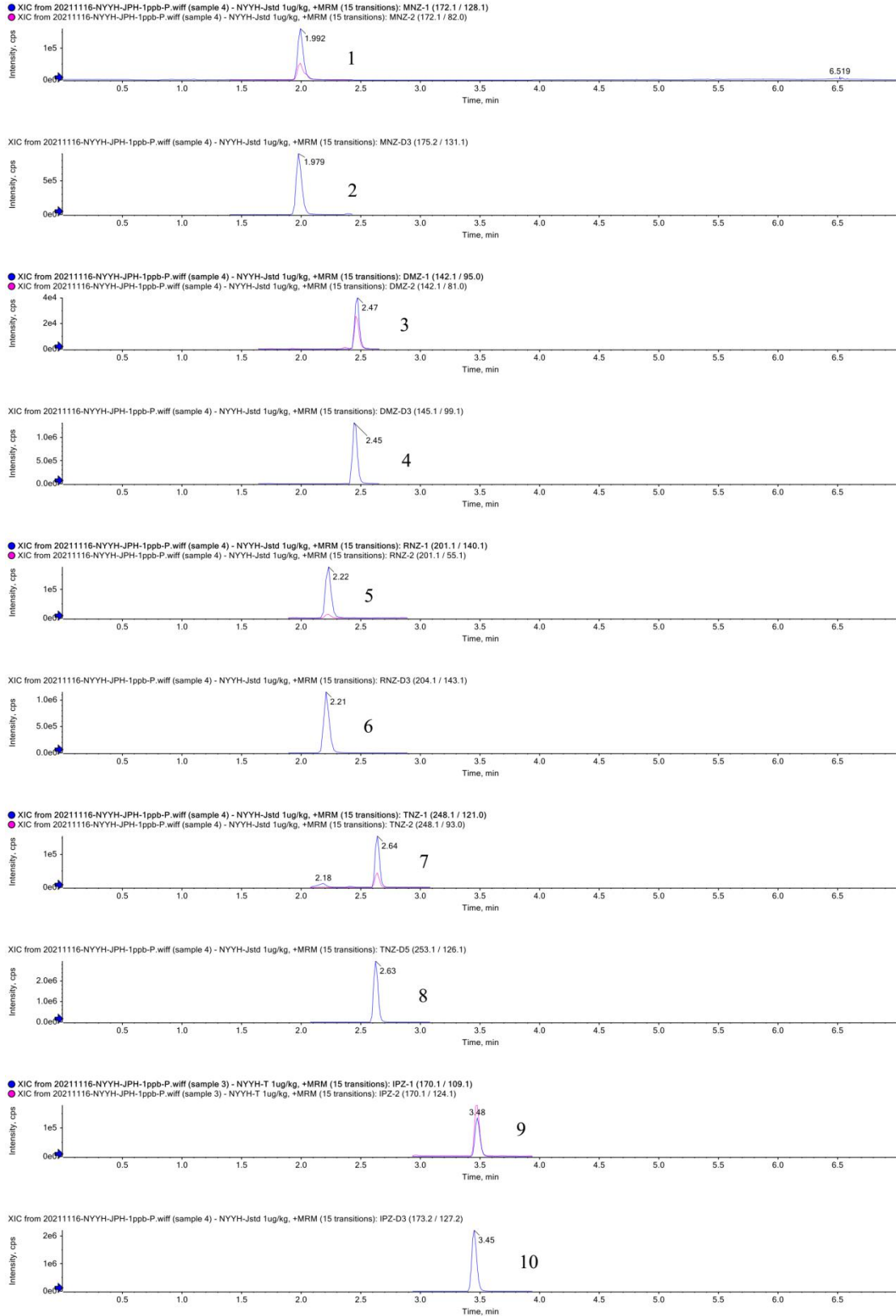


图6 饲料（牛羊预混合）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1 µg/kg）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

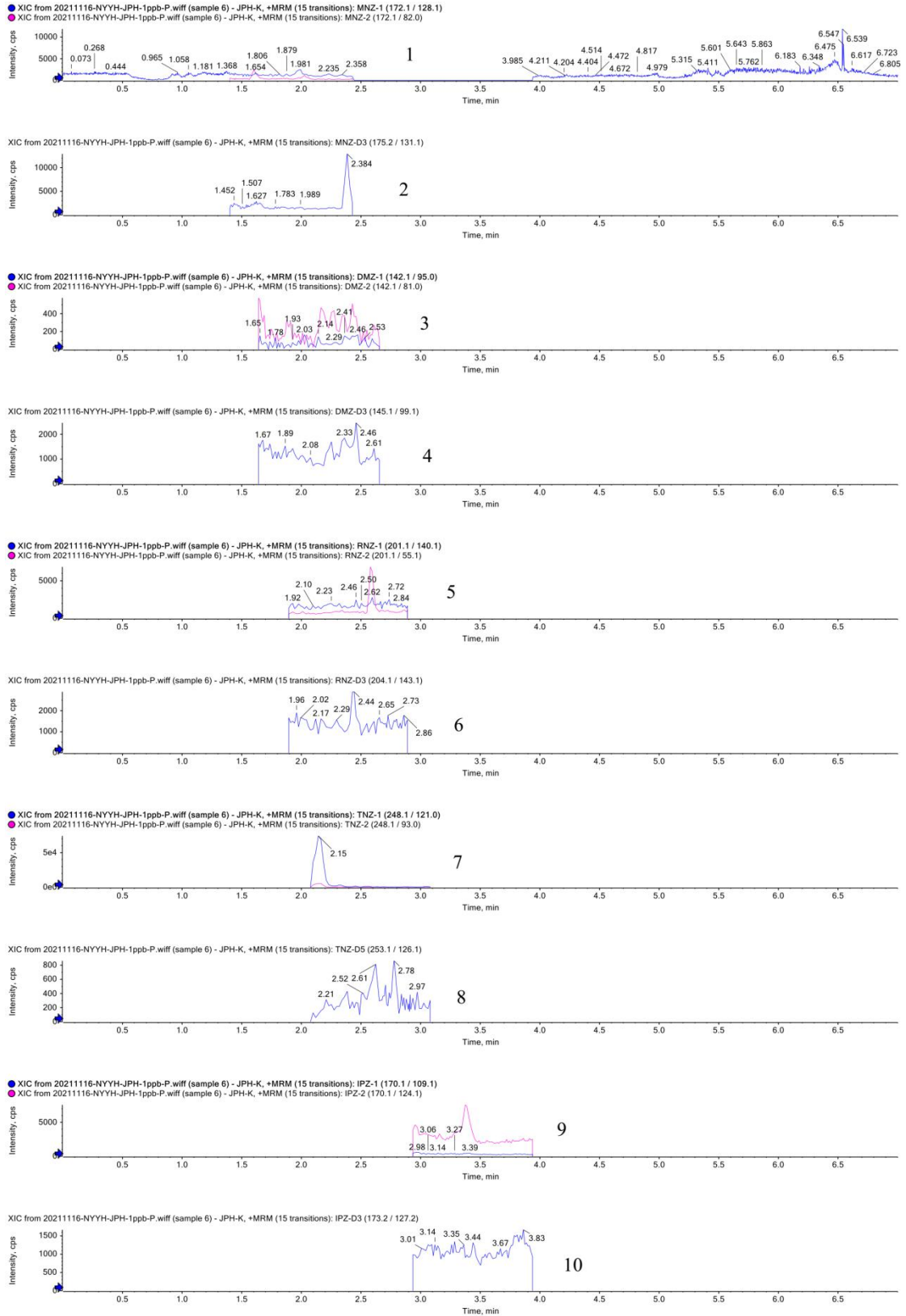


图7 饲料（鸡配合）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

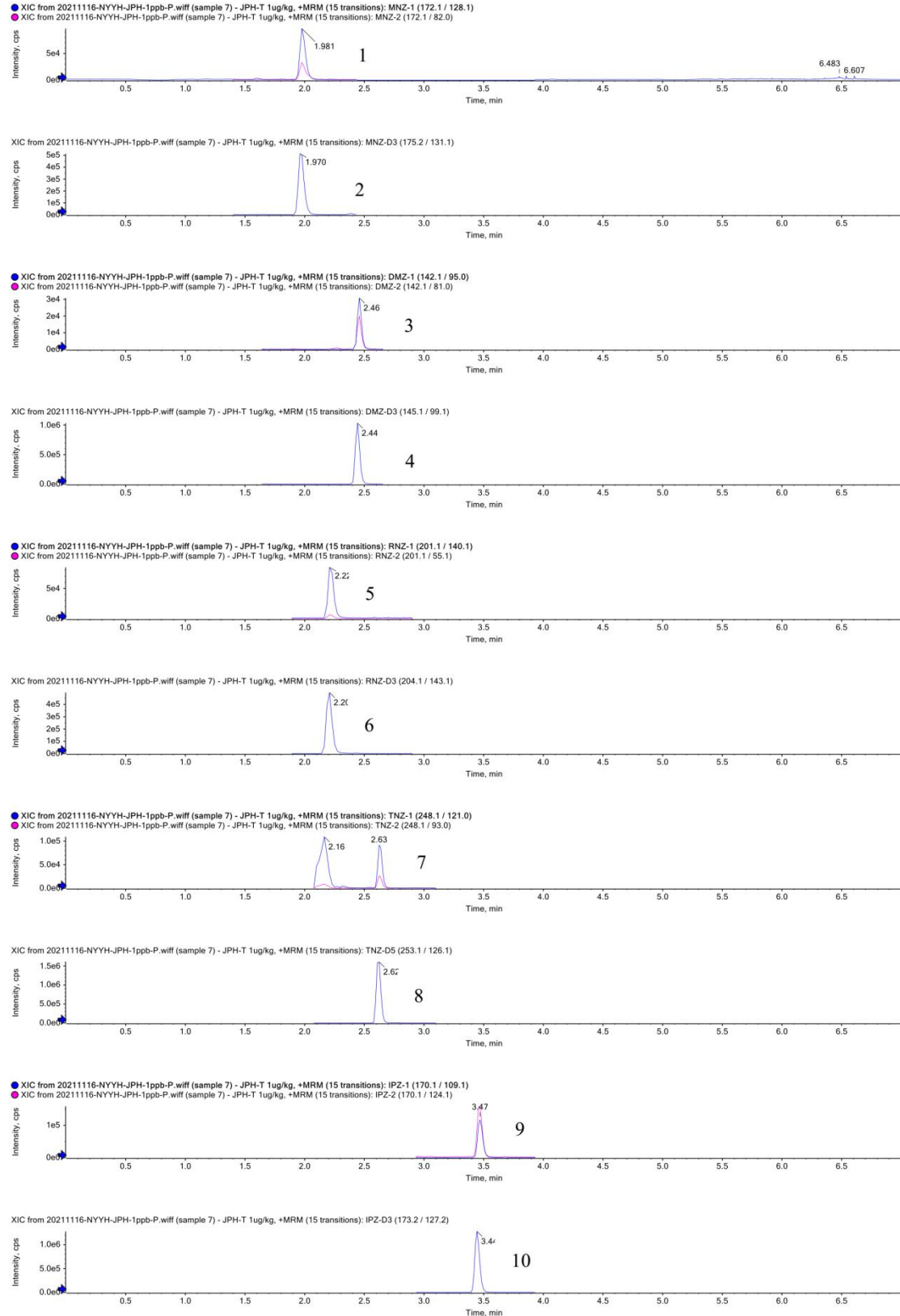


图 8 饲料（鸡配合）添加样品特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

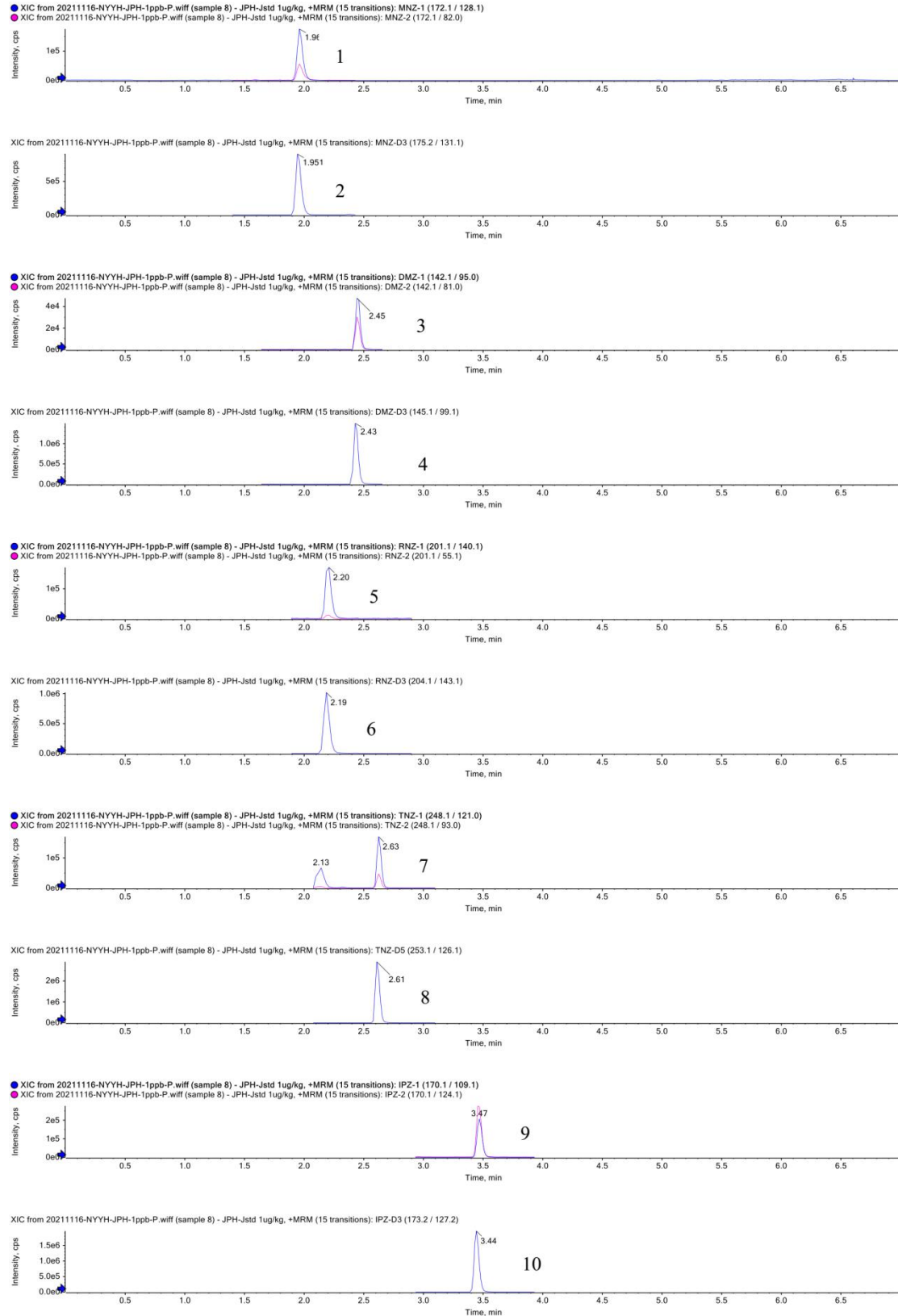


图9 饲料（鸡配合）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

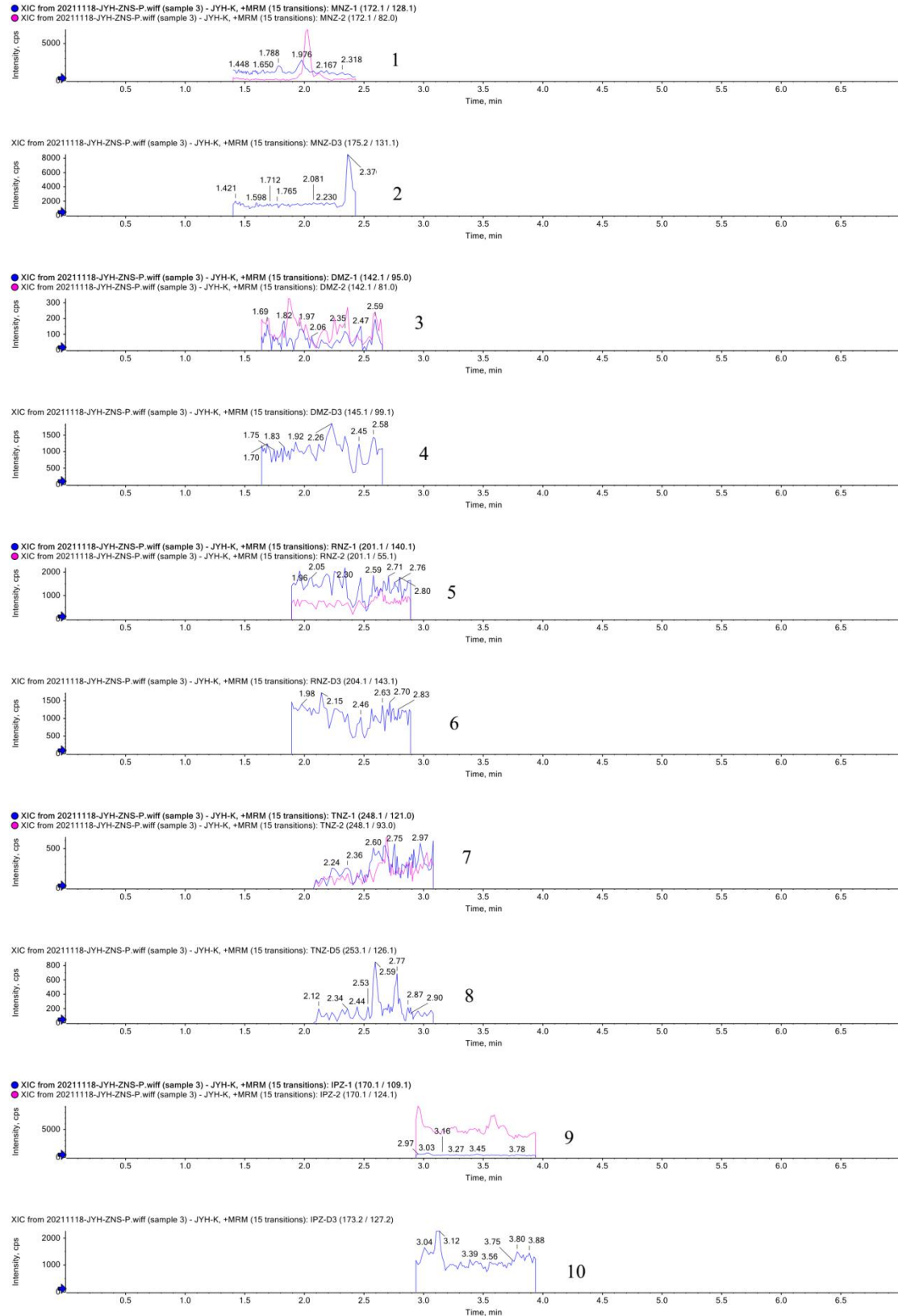


图 10 饲料（鸡预混合）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

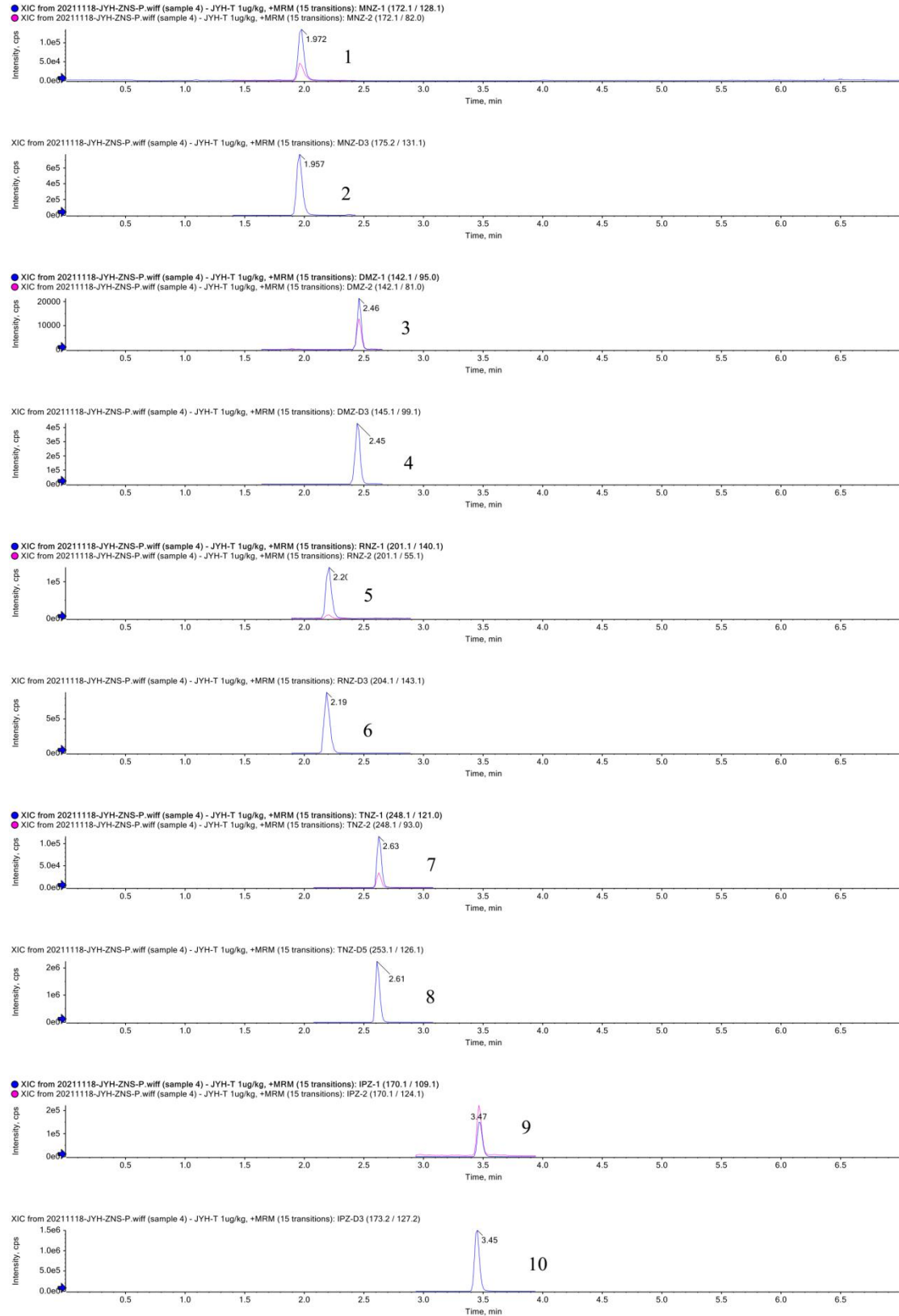


图 11 饲料（鸡预混合）添加样品特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）



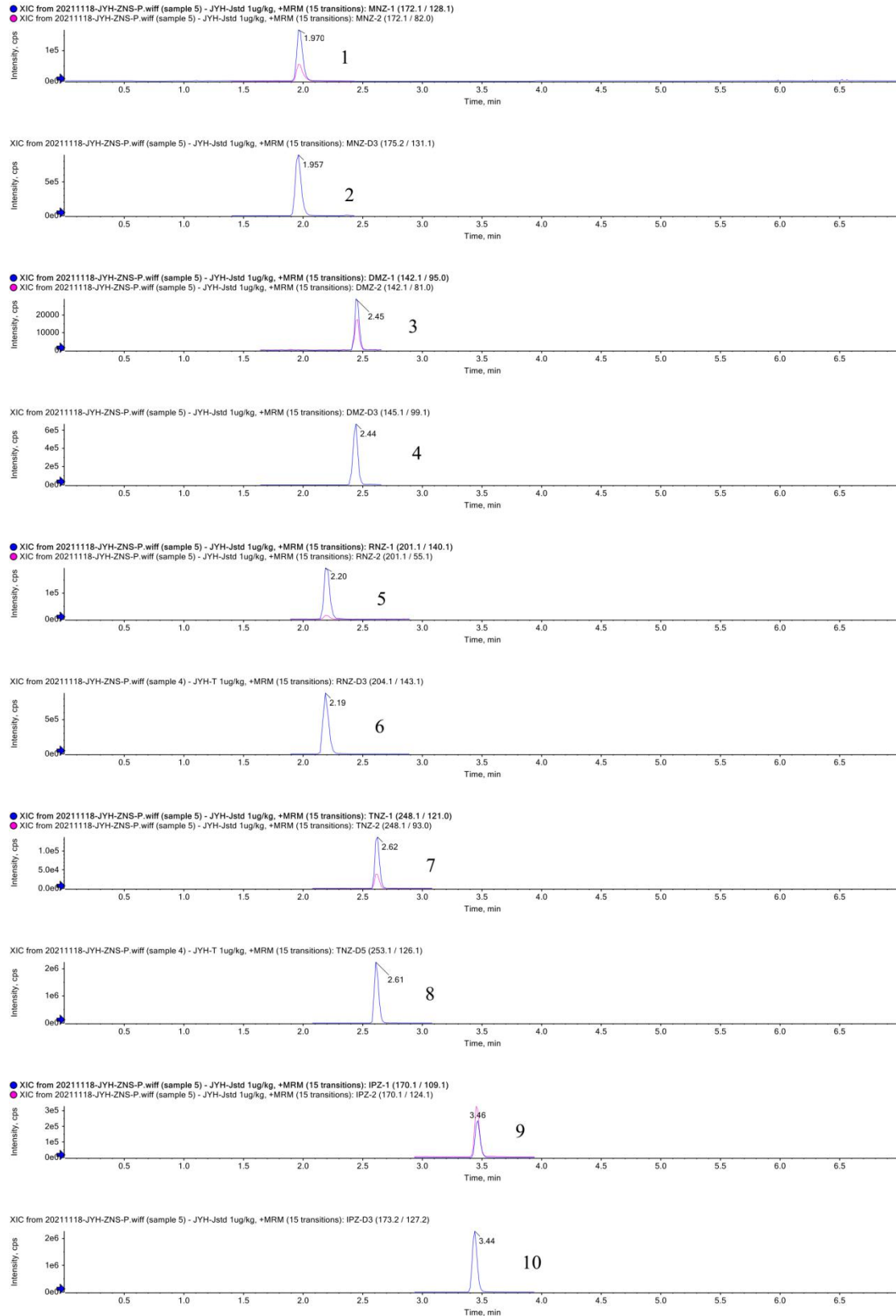


图 12 饲料（鸡预混合）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1 µg/kg）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

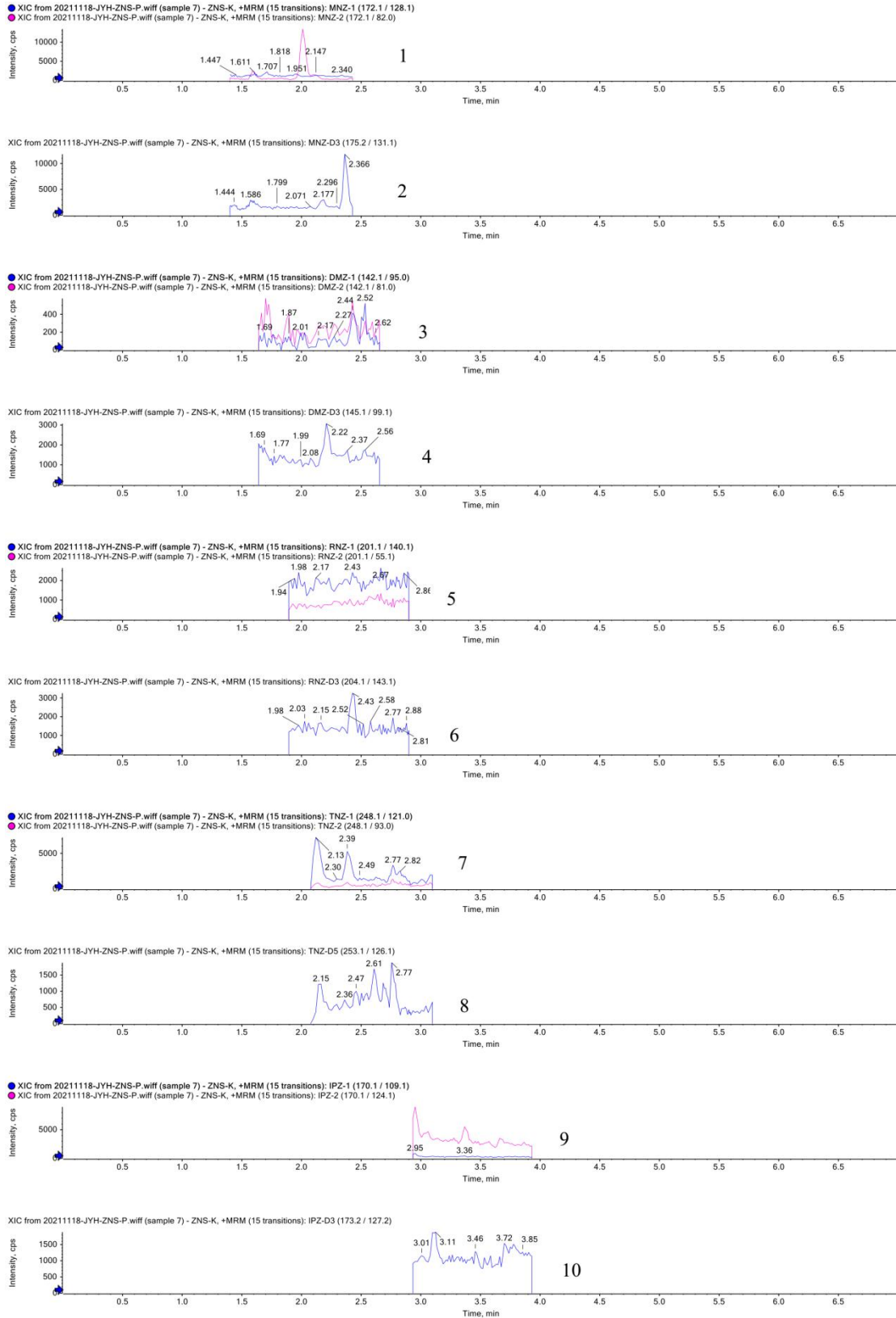


图 13 饲料（猪浓缩）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）



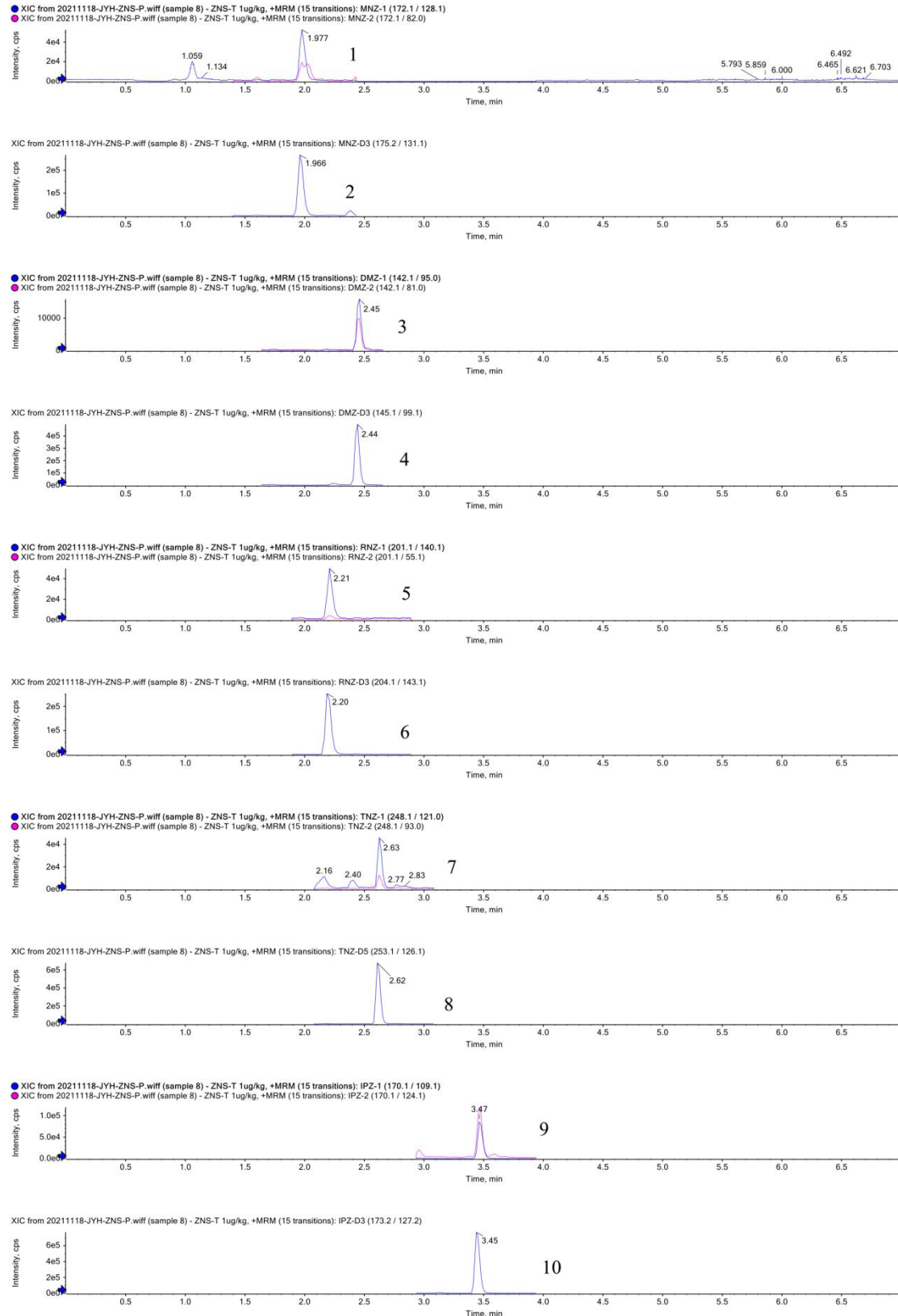


图 14 饲料（猪浓缩）添加样品特征离子质量色谱图（1 μg/kg）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

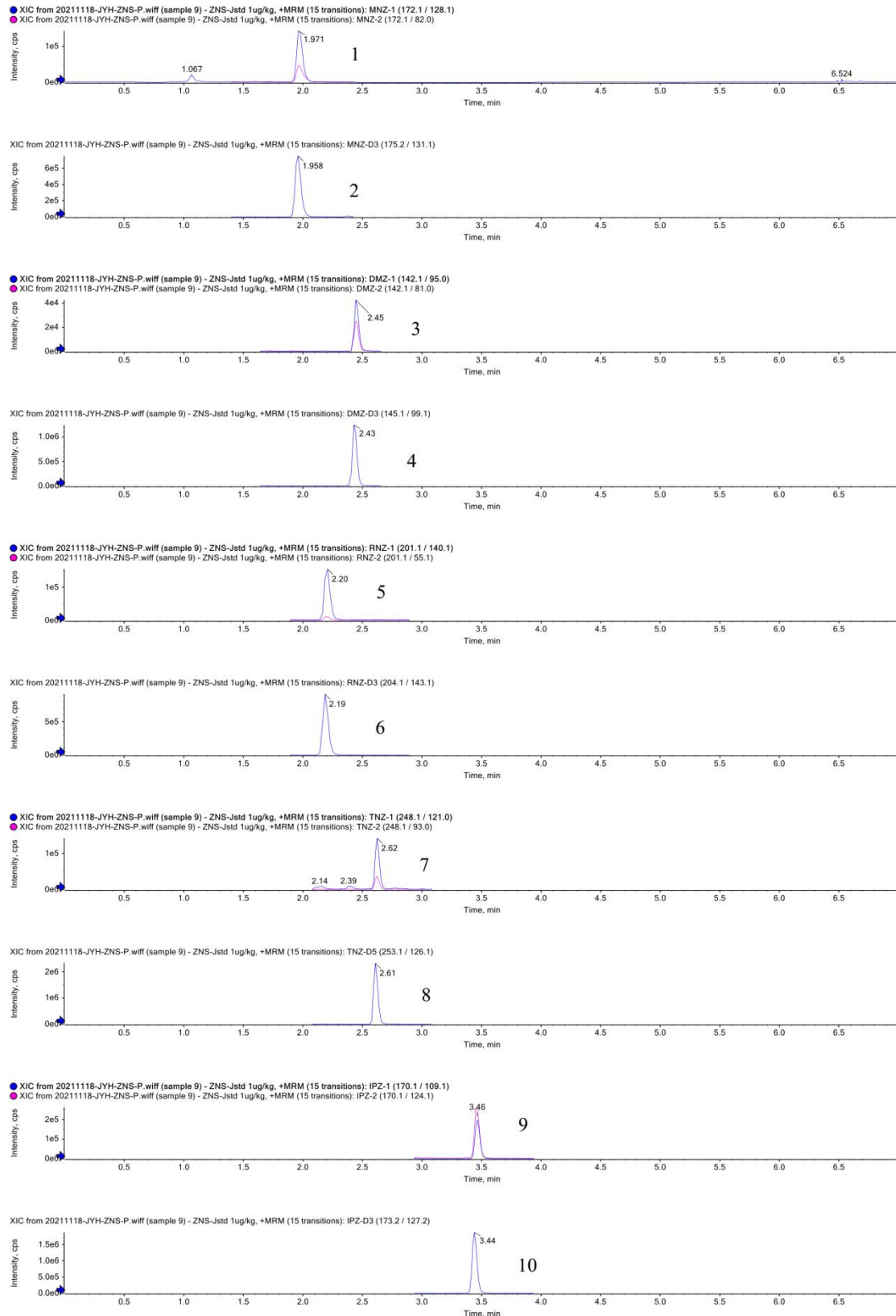


图 15 饲料（猪浓缩）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

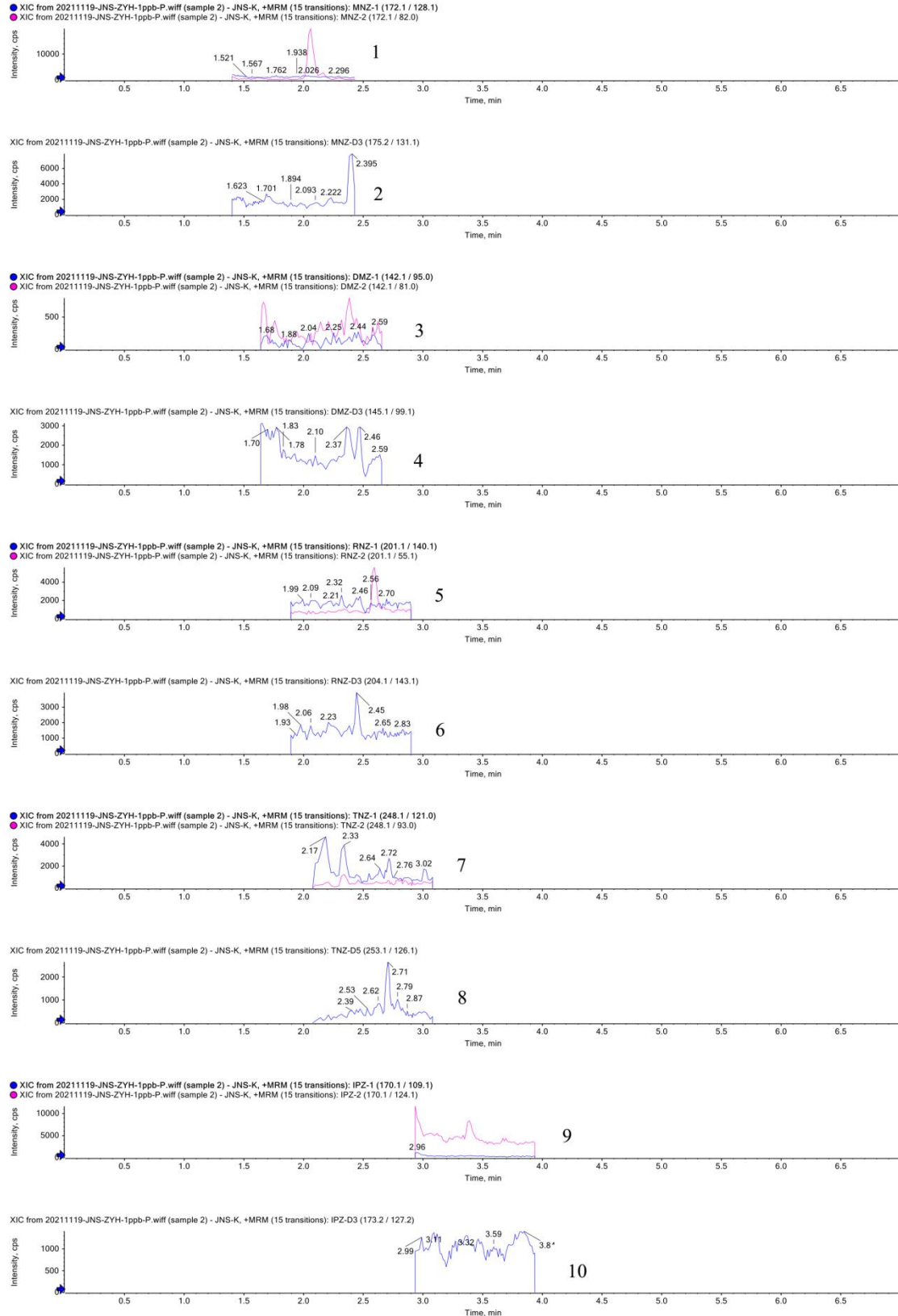


图 16 饲料（鸡浓缩）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

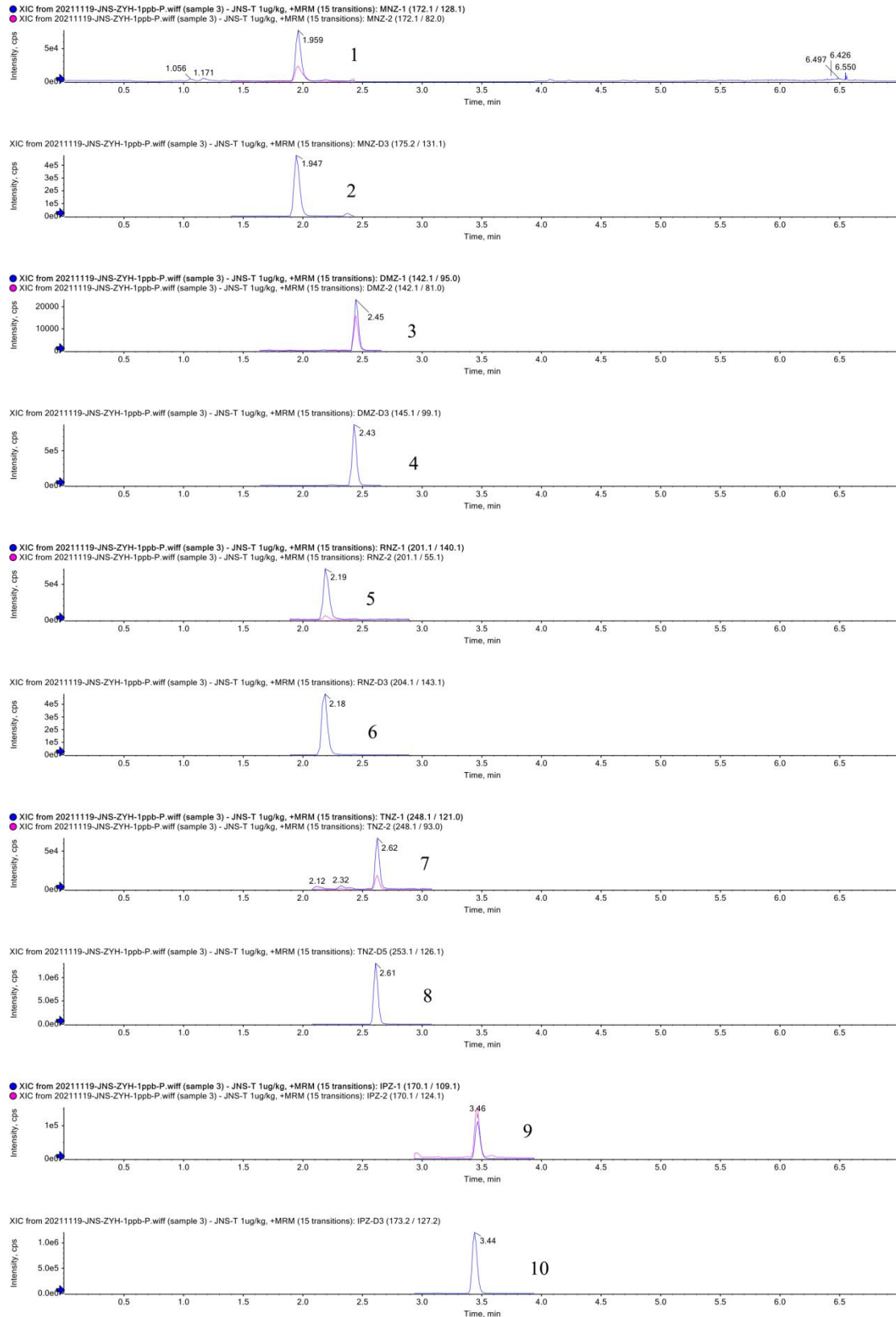


图 17 饲料（鸡浓缩）添加样品特征离子质量色谱图（1 μg/kg）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

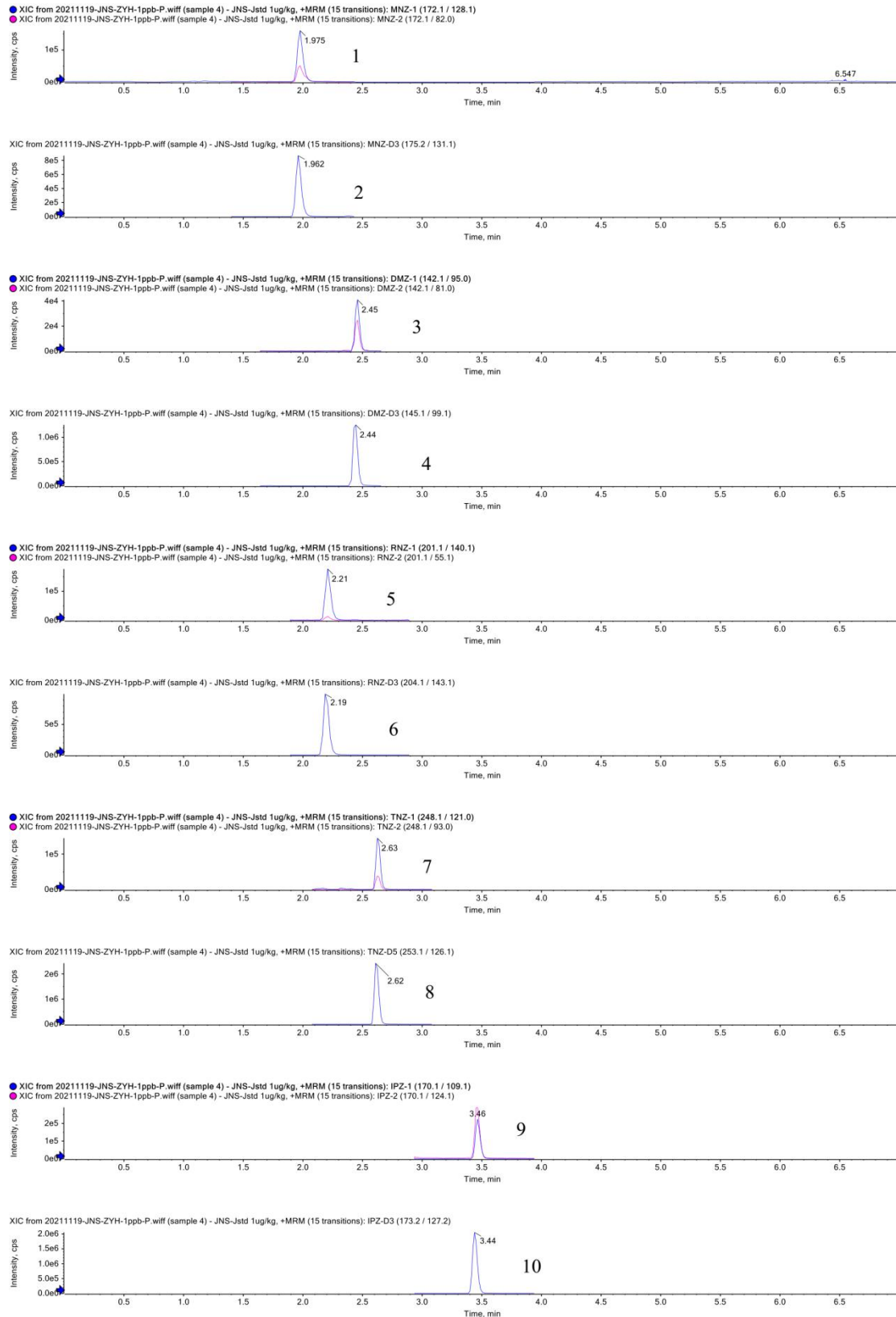


图 18 饲料（鸡浓缩）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

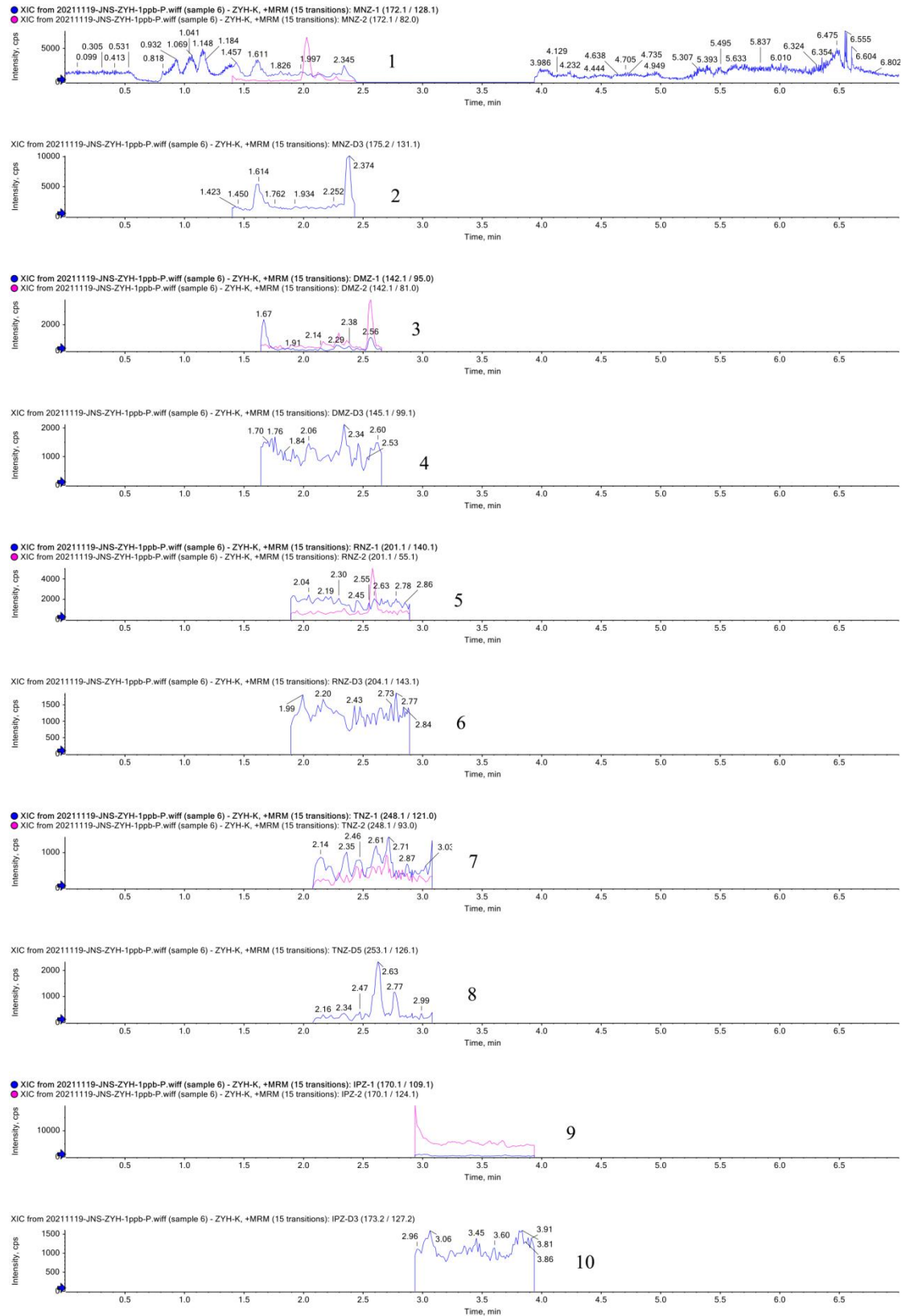


图 19 饲料（猪预混合）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）



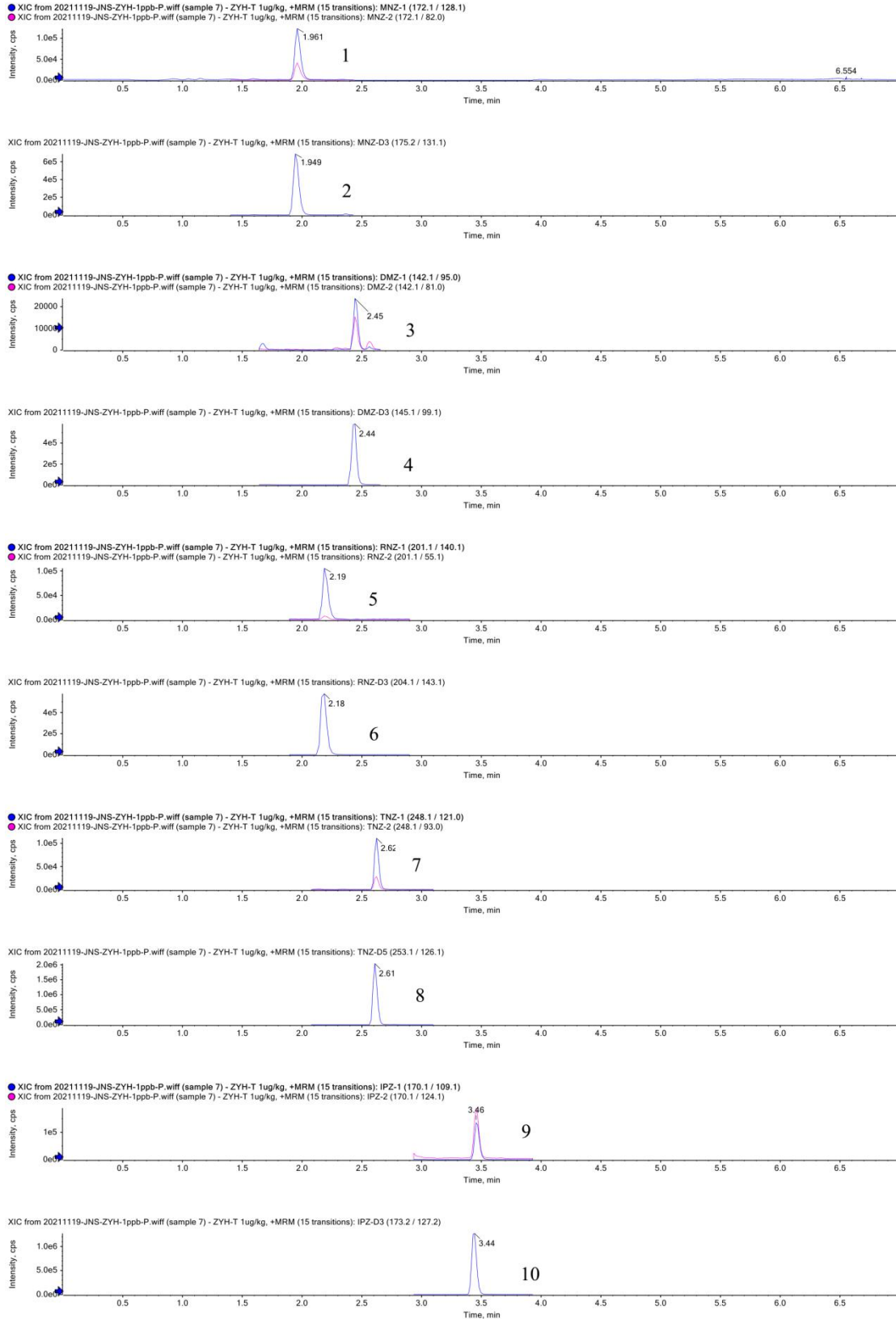


图 20 饲料（猪预混合）添加样品特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

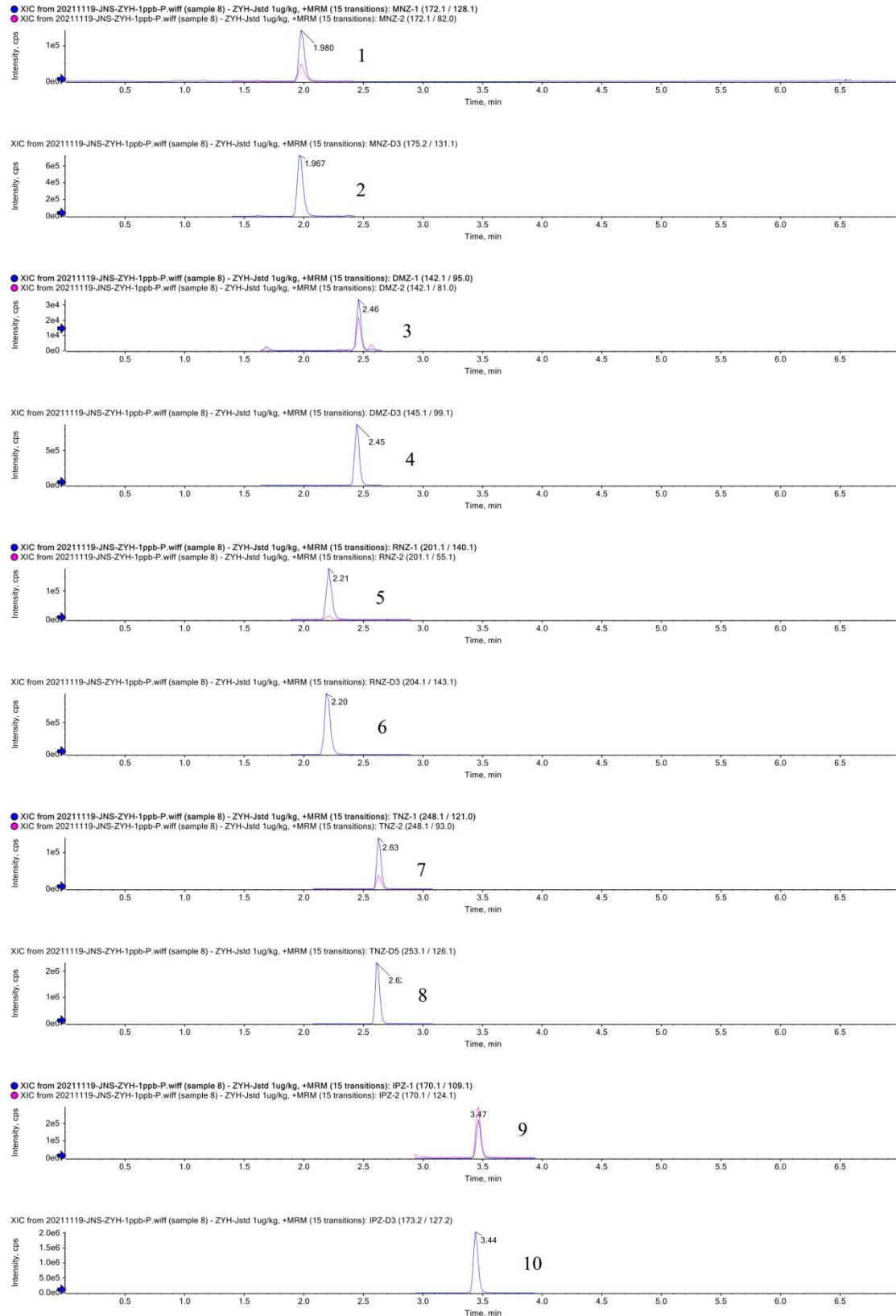


图 21 饲料（猪预混合）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）



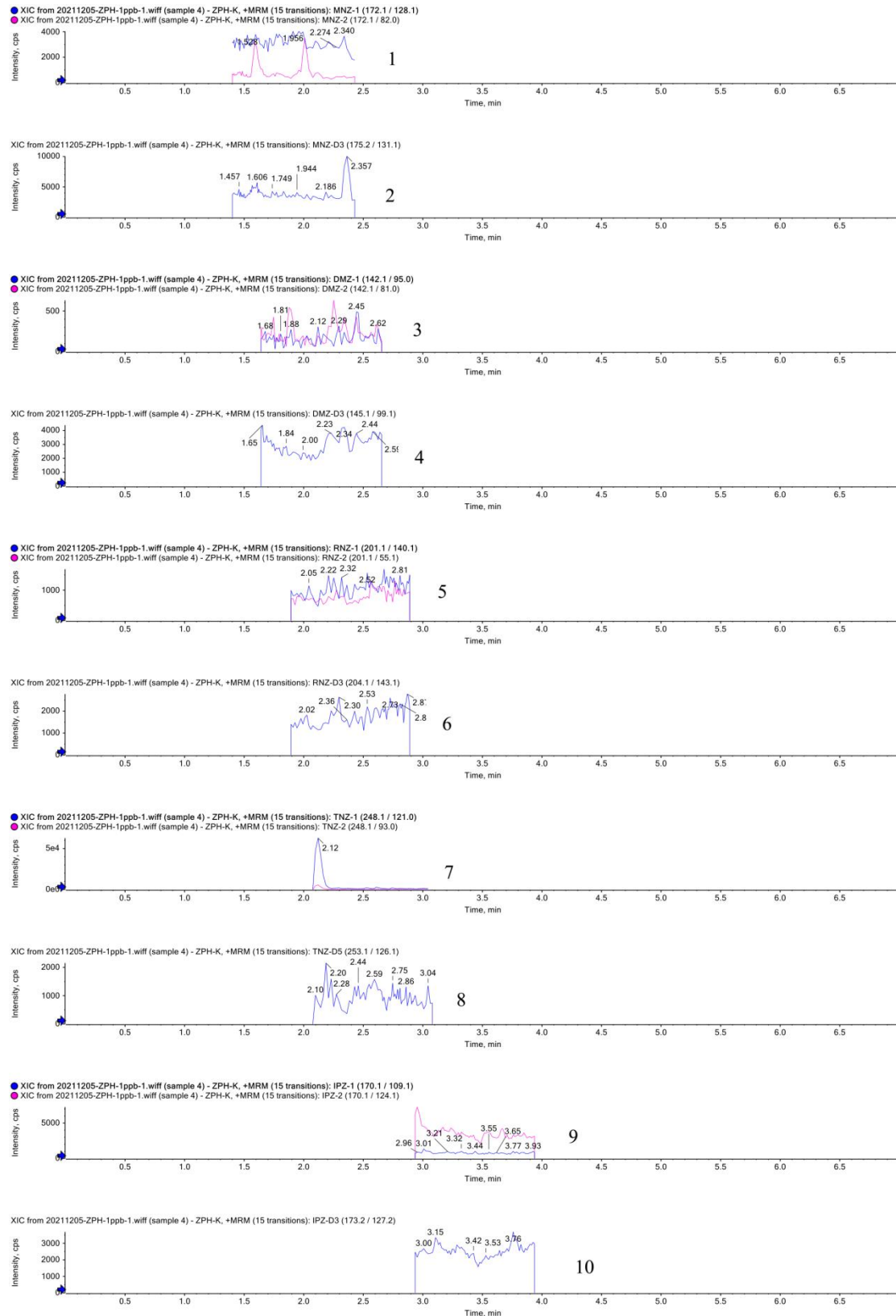


图 22 饲料（猪配合）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

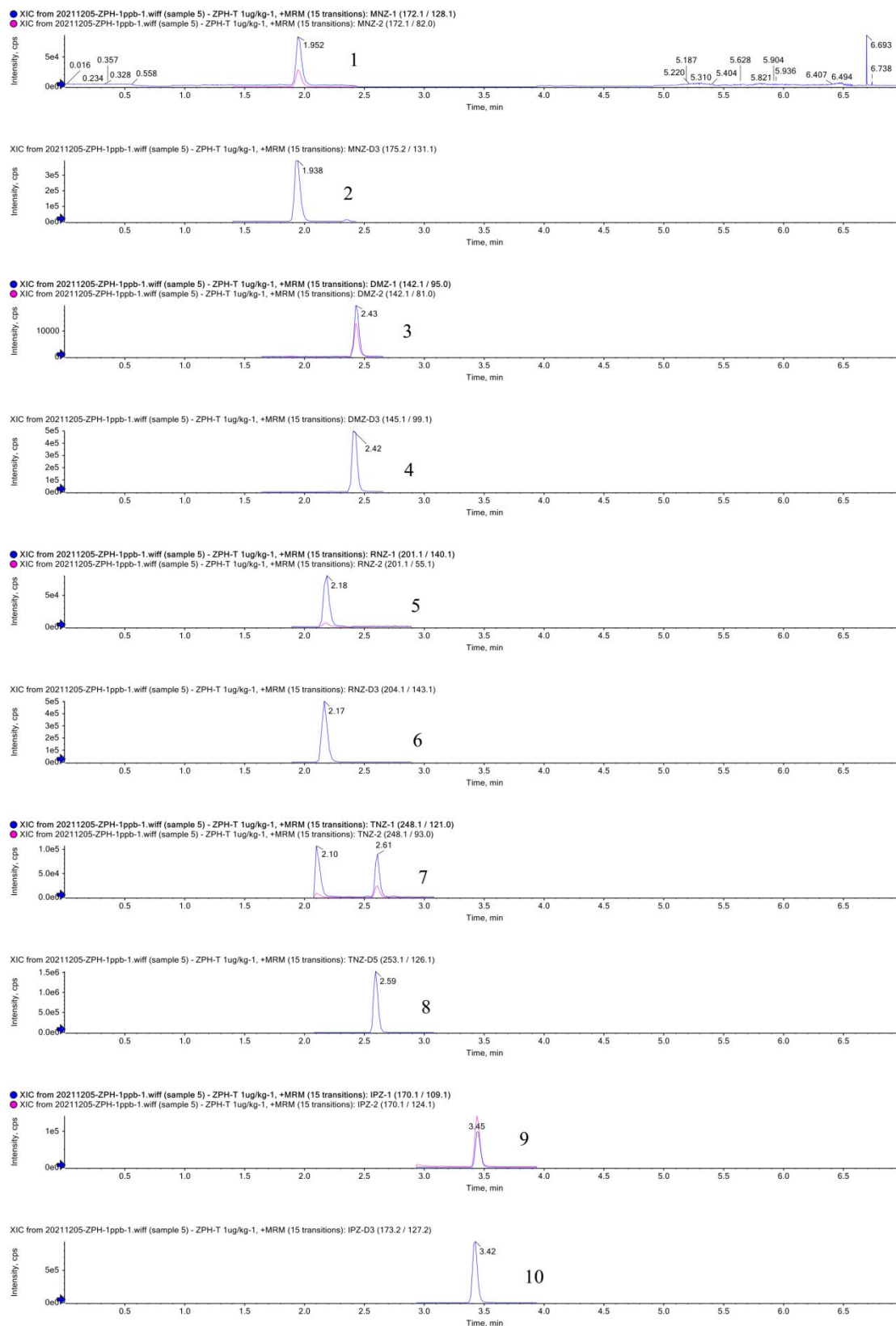


图 23 饲料（猪配合）添加样品特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

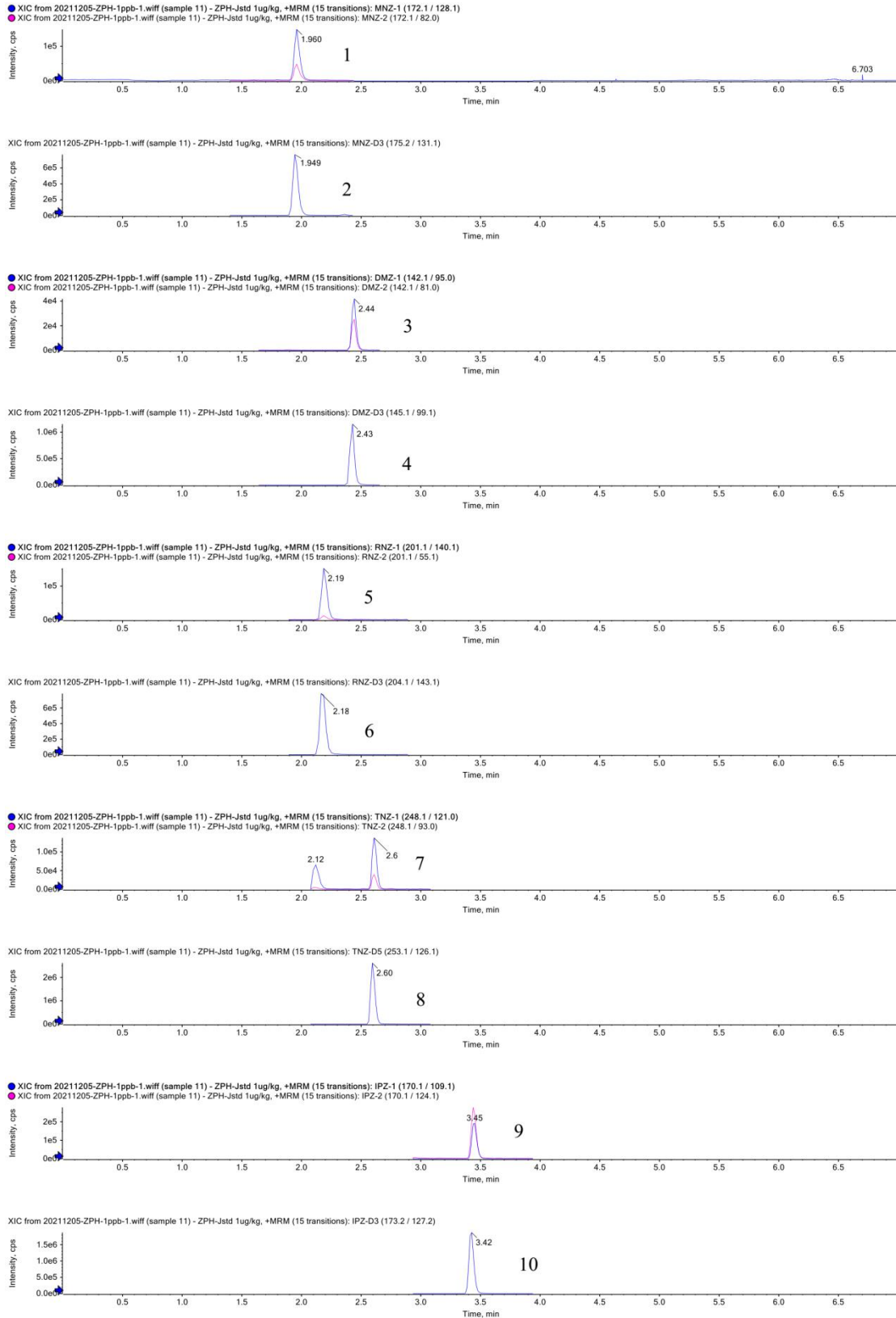


图 24 饲料（猪配合）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）



图 25 饲料（牛精料补充料）中空白样品特征离子质量色谱图  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

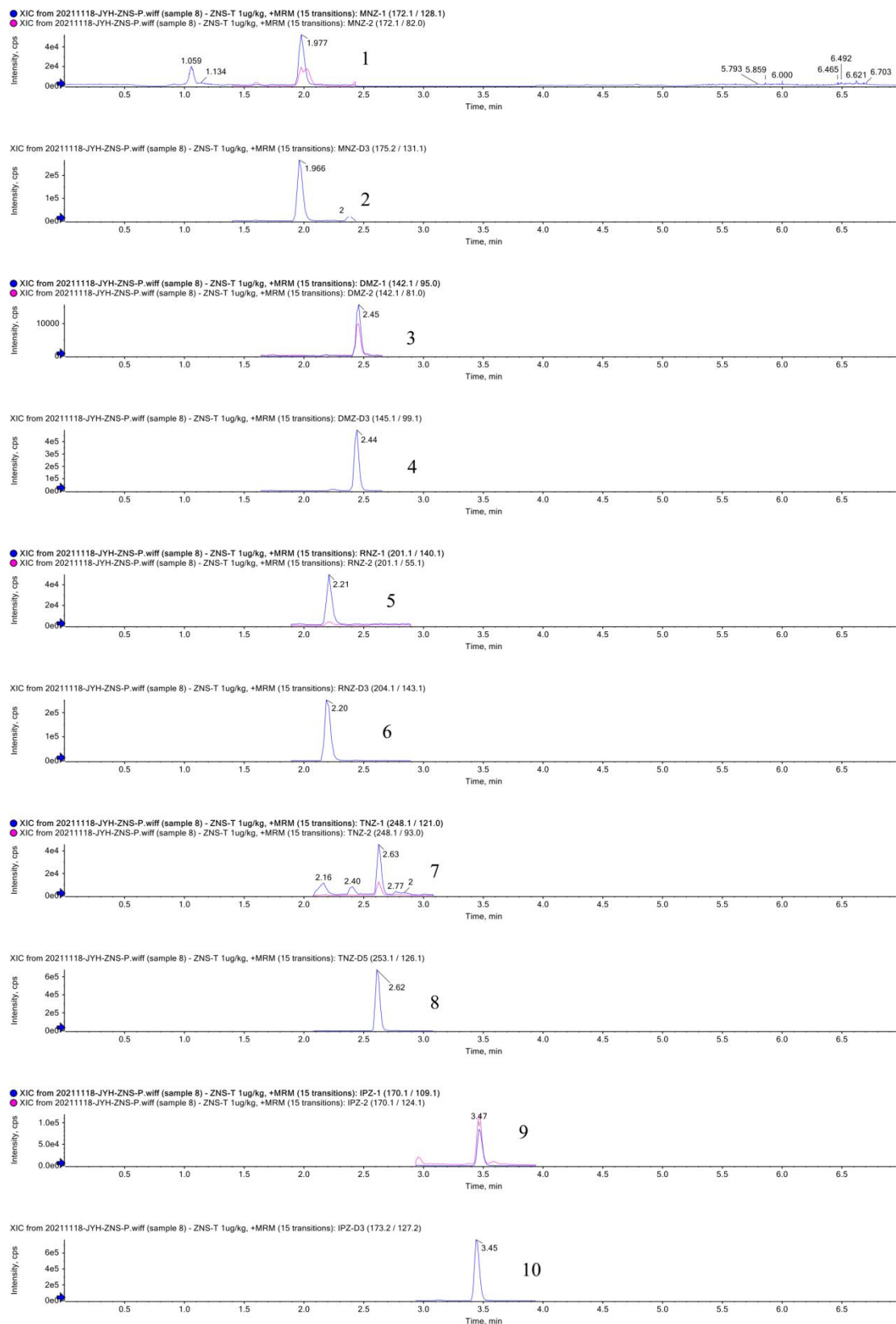


图 26 饲料（牛精料补充料）添加样品特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

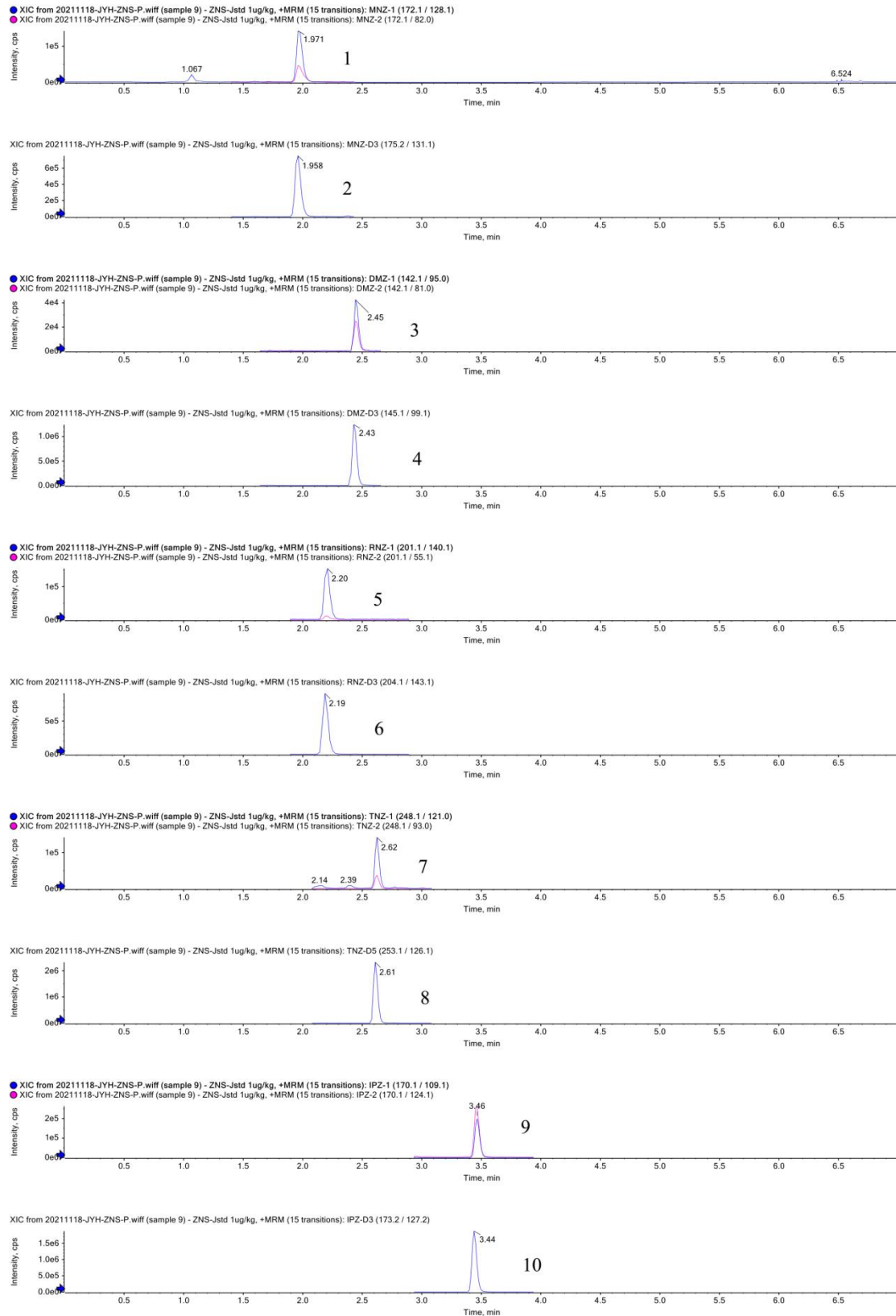


图 27 饲料（牛精料补充料）基质标准样品的特征离子质量色谱图（1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）  
 （1.甲硝唑 2.甲硝唑-d3 3.地美硝唑 4.地美硝唑-d3  
 5.洛硝达唑 6.洛硝达唑-d3 7.替硝唑 8.替硝唑-d5  
 9.异丙硝唑 10.异丙硝唑-d3）

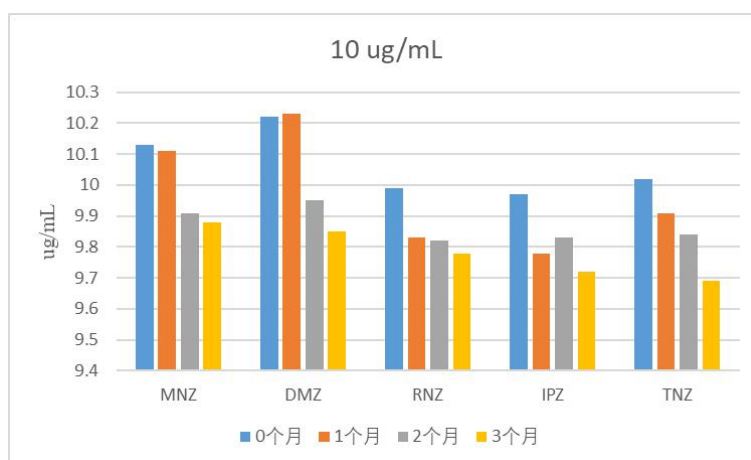


### 2.2.7.3 准确度和精密度

在空白猪配合、猪预混合、猪浓缩、鸡配合、鸡预混合、鸡浓缩、牛羊预混和牛精料补充饲料样品空中添加 LOQ、10×LOQ、100×LOQ 三个不同浓度进行回收率试验，各浓度制备 6 个平行样品，重复 3 次，求批内、批间相对标准偏差，汇总结果见表 7-表 16。从表中试验结果可以看出本方法在饲料中添加浓度为 1-100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时，方法的回收率为 90%~115%，批内、批间相对标准偏差均小于 15%。

### 2.2.7.4 标准溶液的稳定性

农业部 2349 号公告-6-2015、GB/T 21995-2008 和农业农村部公告第 197 号-1-2019 等 3 项标准中，均规定了硝基咪唑类标准储备液在  $-20^{\circ}\text{C}$  下有效期为 3 或 4 个月，因此本标准的标准储备液有效期也为 3 个月，并考察了混合标准中间液的稳定性。将 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  和 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合标准中间液分别在  $-18^{\circ}\text{C}$  以下保存 0、1、2、3 个月，然后稀释到 10  $\mu\text{g}/\text{L}$  后进行 LC-MS/MS 测定，结果见图 28。由结果可知，硝基咪唑类药物的含量变化不超过 5%，因此混合标准中间液的有效期也定为 3 个月。



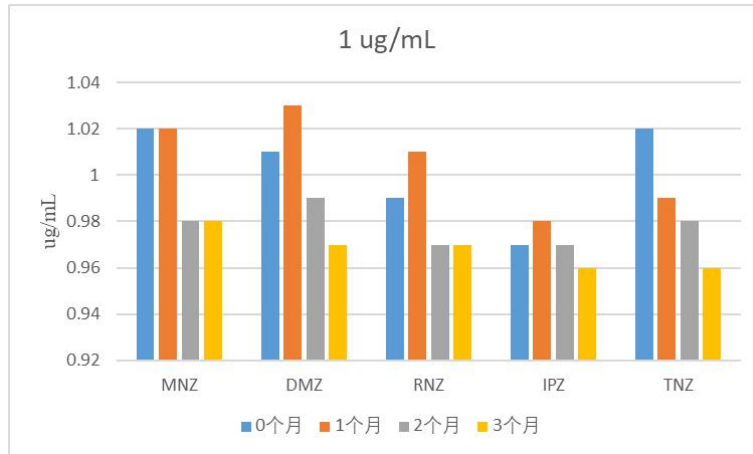


图 28 硝基咪唑类标准溶液稳定性



表 7 猪配合饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	104.3	113.8	111.5	101.8	106.1	111.9	108.2	4.5	107.9	5.1
		100.5	110.3	112.6	101.5	102.9	112.3	106.7	5.3		
		104.3	115.3	114.6	104.4	102.2	112.4	108.9	5.4		
	10	93.9	94.8	102.5	98.6	99.9	100.6	98.4	3.4	99.1	3.5
		97.2	94.0	102.8	100.5	99.9	102.7	99.5	3.4		
		96.0	94.9	100.7	102.7	99.8	102.8	99.5	3.4		
	100	89.5	94.6	97.4	105.3	100.6	100.4	98.0	5.6	97.9	4.9
		89.5	97.7	96.4	102.4	97.0	100.1	97.2	4.5		
		89.7	97.5	98.3	106.5	99.1	100.7	98.6	5.5		
地美硝唑	1	100.0	114.4	113.3	108.0	103.2	113.2	108.7	5.5	109.1	5.6
		98.8	112.7	111.7	108.8	107.8	113.8	108.9	5.0		
		96.7	112.7	114.5	111.3	108.0	115.2	109.7	6.3		
	10	94.5	95.7	102.3	96.1	102.8	98.8	98.4	3.6	100.9	2.8
		100.8	96.7	103.3	102.0	105.2	105.4	102.2	3.2		
		99.3	99.8	100.6	102.2	100.7	110.4	102.2	4.0		
	100	92.8	100.1	100.2	106.7	99.9	102.9	100.4	4.6	99.2	5.6
		89.6	97.7	94.2	105.8	95.3	97.8	96.7	5.6		
		91.3	99.1	96.6	110.4	101.3	105.7	100.7	6.7		
洛硝达唑	1	98.3	112.5	112.2	98.5	104.7	110.9	106.2	6.3	106.8	6.5
		94.7	111.4	114.3	100.3	105.2	109.3	105.8	6.9		
		98.3	111.8	114.0	101.6	112.3	112.7	108.4	6.2		
	10	95.1	97.2	102.4	100.5	97.7	102.8	99.3	3.1	99.7	4.9

		92.5	93.1	101.0	97.1	95.6	100.6	96.7	3.8		
		99.1	97.1	108.3	102.9	104.9	107.1	103.2	4.3		
	100	90.9	101.3	104.3	111.9	99.2	108.4	102.7	7.2	98.7	6.3
		89.8	97.3	94.2	103.7	94.2	101.3	96.8	5.3		
		92.0	101.3	93.0	104.1	94.3	97.1	97.0	5.0		
异丙硝唑	1	100.0	113.0	112.8	106.8	101.2	112.6	107.7	5.6	109.4	4.6
		103.1	114.5	115.3	110.0	105.8	110.9	109.9	4.4		
		104.5	115.1	114.4	111.4	106.2	112.7	110.7	4.0		
	10	96.2	95.8	102.8	100.7	101.7	102.2	99.9	3.1	100.0	3.1
		97.1	96.4	102.1	101.7	100.2	102.2	100.0	2.6		
		98.1	95.6	104.6	101.0	101.6	101.3	100.4	3.1		
	100	90.2	96.6	95.6	105.1	98.5	98.8	97.5	5.0	97.2	4.5
		89.7	97.0	97.1	104.8	98.1	98.2	97.5	4.9		
		90.1	96.4	95.2	103.8	98.2	97.4	96.9	4.6		
替硝唑	1	106.8	114.1	115.2	99.9	112.0	115.2	110.5	5.5	108.2	6.5
		103.5	110.3	114.8	96.3	112.2	111.2	108.0	6.4		
		102.1	113.8	112.5	96.7	103.1	113.9	107.0	6.9		
	10	98.2	98.2	102.2	105.6	100.6	107.0	101.9	3.7	100.7	2.1
		96.2	96.2	101.2	101.3	98.4	101.9	99.2	2.6		
		98.7	97.6	101.1	101.7	101.8	105.7	101.1	2.8		
	100	88.9	95.1	95.5	104.8	96.1	98.1	96.4	5.3	98.2	5.1
		90.1	98.8	99.2	105.4	97.8	100.7	98.7	5.0		
		90.1	100.3	99.0	107.2	101.1	100.3	99.7	5.5		

表 8 猪预混合饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	104.1	103.9	108.5	100.9	107.2	104.9	104.9	2.6	102.1	3.7
		100.4	103.9	106.5	98.9	101.8	104.6	102.7	2.8		
		97.8	101.1	103.4	97.3	95.8	96.2	98.6	3.0		
	10	97.6	94.7	88.3	98.4	99.8	96.5	95.9	4.3	96.7	3.9
		98.4	94.1	90.1	98.3	101.6	97.5	96.7	4.2		
		98.7	96.1	90.6	98.8	101.2	99.4	97.5	3.8		
	100	102.9	98.8	101.6	100.3	99.5	103.8	101.2	1.9	102.6	2.5
		103.5	103.4	100.7	104.1	101.4	106.6	103.3	2.0		
		102.9	98.8	101.6	100.3	99.5	103.8	101.2	1.9		
地美硝唑	1	102.7	107.0	104.8	98.7	106.6	101.3	103.5	3.1	106.5	4.1
		107.2	108.7	113.1	108.0	112.8	105.4	109.2	2.8		
		106.0	108.8	115.3	103.2	100.5	107.3	106.9	4.8		
	10	104.3	101.0	96.4	105.4	108.8	106.8	103.8	4.3	100.3	5.0
		99.2	94.7	91.2	97.2	101.1	100.2	97.3	3.8		
		104.0	96.2	91.7	100.1	102.8	105.3	100.0	5.2		
	100	105.3	103.5	106.2	107.7	108.7	110.2	106.9	2.3	106.0	2.0
		107.8	105.8	106.3	101.1	106.9	108.2	106.0	2.4		
		105.3	104.8	103.9	106.2	105.4	105.2	105.1	0.7		
洛硝达唑	1	100.2	106.2	110.2	100.0	102.9	99.7	103.2	4.1	101.4	3.5
		100.6	100.3	102.2	99.4	103.4	101.3	101.2	1.4		
		98.0	102.0	105.8	95.2	96.7	100.7	99.7	3.9		
	10	96.4	94.3	84.1	95.4	96.5	94.4	93.5	5.0	95.6	4.6

		99.7	93.0	90.1	97.9	98.7	98.3	96.3	4.0		
		97.6	94.4	89.1	99.4	102.4	99.3	97.0	4.8		
	100	103.1	98.0	98.6	99.1	97.4	101.3	99.6	2.2	99.6	2.6
		102.0	99.0	99.3	93.8	99.4	101.4	99.1	2.9		
		104.8	98.2	98.6	98.6	96.6	102.7	99.9	3.1		
异丙硝唑	1	102.5	103.9	105.9	101.1	100.8	102.5	102.8	1.8	102.7	2.2
		99.9	102.5	103.6	100.6	100.5	100.5	101.3	1.5		
		103.7	103.8	109.2	101.5	103.9	102.6	104.1	2.5		
	10	97.7	94.2	87.7	98.4	99.7	97.7	95.9	4.6	96.4	4.4
		95.7	94.4	87.0	99.2	98.7	97.9	95.5	4.8		
		99.8	96.8	90.1	99.5	101.7	98.9	97.8	4.2		
	100	101.5	100.4	101.3	101.1	101.6	103.9	101.6	1.2	101.7	1.3
		102.6	101.6	102.7	101.9	102.0	104.5	102.6	1.0		
		102.8	100.2	101.8	99.3	99.4	102.2	100.9	1.5		
替硝唑	1	104.2	107.6	109.7	102.4	104.0	104.0	105.3	2.6	103.9	3.3
		99.1	107.3	107.3	97.4	100.9	98.5	101.8	4.4		
		104.1	107.3	106.3	102.8	103.3	103.6	104.6	1.7		
	10	97.6	93.9	85.8	98.1	100.3	97.4	95.5	5.4	95.7	5.1
		100.5	93.9	90.2	98.9	101.8	101.1	97.7	4.8		
		103.5	98.2	100.9	99.9	99.2	102.8	100.8	2.1		
	100	103.5	98.2	100.9	99.9	99.2	102.8	100.8	2.1	100.6	2.9
		104.7	97.7	98.3	101.6	98.8	104.7	101.0	3.2		
		104.8	96.0	100.7	96.1	99.2	103.1	100.0	3.6		

表 9 鸡浓缩饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	107.1	100.2	108.4	105.6	99.9	101.4	103.8	3.6	102.8	3.9
		106.9	96.4	109.2	104.8	97.1	100.7	102.5	5.1		
		104.5	99.4	104.7	106.6	99.1	99.2	102.3	3.3		
	10	99.9	98.3	99.5	100.5	102.6	100.1	100.1	1.4	102.1	2.8
		98.3	101.1	103.9	100.6	104.1	104.4	102.1	2.4		
		106.2	99.2	106.2	101.4	105.6	106.7	104.2	3.0		
	100	89.9	96.0	91.3	99.8	96.8	98.3	95.3	4.1	93.0	3.3
		90.0	91.7	89.8	95.1	90.9	93.3	91.8	2.3		
		90.4	91.4	89.9	94.8	92.1	93.0	91.9	2.0		
地美硝唑	1	101.8	101.2	103.1	103.1	97.6	102.5	101.5	2.0	99.0	5.4
		95.5	90.8	90.1	94.4	92.0	90.6	92.2	2.4		
		105.1	104.3	105.1	101.9	99.6	103.7	103.3	2.1		
	10	101.1	94.6	103.6	97.8	98.3	101.4	99.4	3.2	102.3	3.2
		102.2	101.1	103.1	100.0	104.0	104.2	102.4	1.6		
		105.9	104.4	101.2	106.2	107.7	104.0	104.9	2.2		
	100	90.6	92.2	91.8	97.0	94.4	92.3	93.0	2.5	92.8	2.1
		93.0	92.9	92.6	97.2	91.8	89.4	92.8	2.7		
		92.9	93.2	91.2	93.7	91.5	93.5	92.7	1.2		
洛硝达唑	1	106.3	98.4	109.2	102.7	101.2	102.6	103.4	3.7	99.9	5.3
		107.2	92.5	105.0	98.2	95.6	95.5	99.0	5.9		
		105.5	91.1	96.5	99.9	94.7	96.2	97.3	5.1		
	10	99.7	97.4	98.6	97.1	94.4	98.3	97.6	1.8	100.6	3.2

		99.7	98.8	101.0	99.5	101.2	100.1	100.0	0.9		
		104.3	104.0	106.6	100.3	105.2	103.9	104.1	2.0		
	100	91.2	92.9	89.8	96.2	93.7	95.5	93.2	2.6	92.1	2.4
		89.6	90.8	90.7	93.5	91.0	90.8	91.1	1.4		
		90.1	91.1	89.4	95.9	92.4	93.4	92.0	2.6		
异丙硝唑	1	98.2	97.2	101.1	102.4	96.8	99.8	99.3	2.2	100.9	2.3
		101.9	99.1	103.9	104.2	100.4	99.4	101.5	2.2		
		103.2	99.3	104.1	103.3	100.6	100.5	101.8	1.9		
	10	98.3	96.6	99.5	98.6	99.7	100.4	98.8	1.3	100.0	1.7
		98.5	98.0	100.5	99.3	100.9	101.1	99.7	1.3		
		100.6	100.2	101.1	101.2	102.7	103.2	101.5	1.2		
	100	90.3	91.8	92.4	95.3	93.4	94.5	92.9	2.0	92.7	1.9
		89.9	93.0	91.4	95.5	92.3	93.1	92.6	2.0		
		90.4	93.2	90.9	95.7	93.3	92.8	92.7	2.1		
替硝唑	1	117.5	107.1	109.6	106.2	102.6	100.9	107.3	5.5	103.4	4.8
		102.8	97.4	103.7	105.0	102.3	98.9	101.7	2.9		
		106.4	99.8	101.5	101.6	101.8	95.5	101.1	3.5		
	10	101.5	99.4	105.0	101.4	105.0	101.2	102.2	2.2	103.0	2.0
		102.9	101.0	103.6	101.0	105.6	102.8	102.8	1.7		
		107.0	100.6	104.2	103.5	103.9	103.6	103.8	1.9		
	100	89.5	90.6	90.0	95.6	91.1	92.3	91.5	2.4	91.9	2.3
		89.6	91.9	90.1	97.1	92.8	93.3	92.5	2.9		
		91.8	91.8	90.3	94.2	89.9	92.2	91.7	1.7		

表 10 猪预混合饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	104.1	103.9	108.5	100.9	107.2	104.9	104.9	2.6	102.1	3.7
		100.4	103.9	106.5	98.9	101.8	104.6	102.7	2.8		
		97.8	101.1	103.4	97.3	95.8	96.2	98.6	3.0		
	10	97.6	94.7	88.3	98.4	99.8	96.5	95.9	4.3	96.7	3.9
		98.4	94.1	90.1	98.3	101.6	97.5	96.7	4.2		
		98.7	96.1	90.6	98.8	101.2	99.4	97.5	3.8		
	100	102.9	98.8	101.6	100.3	99.5	103.8	101.2	1.9	102.6	2.5
		103.5	103.4	100.7	104.1	101.4	106.6	103.3	2.0		
		107.5	102.9	99.5	101.9	100.7	107.2	103.3	3.3		
地美硝唑	1	102.7	107.0	104.8	98.7	106.6	101.3	103.5	3.1	106.5	4.1
		107.2	108.7	113.1	108.0	112.8	105.4	109.2	2.8		
		106.0	108.8	115.3	103.2	100.5	107.3	106.9	4.8		
	10	104.3	101.0	96.4	105.4	108.8	106.8	103.8	4.3	100.3	5.0
		99.2	94.7	91.2	97.2	101.1	100.2	97.3	3.8		
		104.0	96.2	91.7	100.1	102.8	105.3	100.0	5.2		
	100	105.3	103.5	106.2	107.7	108.7	110.2	106.9	2.3	106.0	2.0
		107.8	105.8	106.3	101.1	106.9	108.2	106.0	2.4		
		105.3	104.8	103.9	106.2	105.4	105.2	105.1	0.7		
洛硝达唑	1	100.2	106.2	110.2	100.0	102.9	99.7	103.2	4.1	101.4	3.5
		100.6	100.3	102.2	99.4	103.4	101.3	101.2	1.4		
		98.0	102.0	105.8	95.2	96.7	100.7	99.7	3.9		
	10	96.4	94.3	84.1	95.4	96.5	94.4	93.5	5.0	95.6	4.6

		99.7	93.0	90.1	97.9	98.7	98.3	96.3	4.0		
		97.6	94.4	89.1	99.4	102.4	99.3	97.0	4.8		
	100	103.1	98.0	98.6	99.1	97.4	101.3	99.6	2.2	99.6	2.6
		102.0	99.0	99.3	93.8	99.4	101.4	99.1	2.9		
		104.8	98.2	98.6	98.6	96.6	102.7	99.9	3.1		
异丙硝唑	1	102.5	103.9	105.9	101.1	100.8	102.5	102.8	1.8	102.7	2.2
		99.9	102.5	103.6	100.6	100.5	100.5	101.3	1.5		
		103.7	103.8	109.2	101.5	103.9	102.6	104.1	2.5		
	10	97.7	94.2	87.7	98.4	99.7	97.7	95.9	4.6	96.4	4.4
		95.7	94.4	87.0	99.2	98.7	97.9	95.5	4.8		
		99.8	96.8	90.1	99.5	101.7	98.9	97.8	4.2		
	100	101.5	100.4	101.3	101.1	101.6	103.9	101.6	1.2	101.7	1.3
		102.6	101.6	102.7	101.9	102.0	104.5	102.6	1.0		
		102.8	100.2	101.8	99.3	99.4	102.2	100.9	1.5		
替硝唑	1	104.2	107.6	109.7	102.4	104.0	104.0	105.3	2.6	103.9	3.3
		99.1	107.3	107.3	97.4	100.9	98.5	101.8	4.4		
		104.1	107.3	106.3	102.8	103.3	103.6	104.6	1.7		
	10	97.6	93.9	85.8	98.1	100.3	97.4	95.5	5.4	95.7	5.1
		100.5	93.9	90.2	98.9	101.8	101.1	97.7	4.8		
		103.5	98.2	100.9	99.9	99.2	102.8	100.8	2.1		
	100	103.5	98.2	100.9	99.9	99.2	102.8	100.8	2.1	100.6	2.9
		104.7	97.7	98.3	101.6	98.8	104.7	101.0	3.2		
		104.8	96.0	100.7	96.1	99.2	103.1	100.0	3.6		



表 11 鸡浓缩饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	107.1	100.2	108.4	105.6	99.9	101.4	103.8	3.6	102.8	3.9
		106.9	96.4	109.2	104.8	97.1	100.7	102.5	5.1		
		104.5	99.4	104.7	106.6	99.1	99.2	102.3	3.3		
	10	99.9	98.3	99.5	100.5	102.6	100.1	100.1	1.4	102.1	2.8
		98.3	101.1	103.9	100.6	104.1	104.4	102.1	2.4		
		106.2	99.2	106.2	101.4	105.6	106.7	104.2	3.0		
	100	89.9	96.0	91.3	99.8	96.8	98.3	95.3	4.1	93.0	3.3
		90.0	91.7	89.8	95.1	90.9	93.3	91.8	2.3		
		90.4	91.4	89.9	94.8	92.1	93.0	91.9	2.0		
地美硝唑	1	101.8	101.2	103.1	103.1	97.6	102.5	101.5	2.0	99.0	5.4
		95.5	90.8	90.1	94.4	92.0	90.6	92.2	2.4		
		105.1	104.3	105.1	101.9	99.6	103.7	103.3	2.1		
	10	101.1	94.6	103.6	97.8	98.3	101.4	99.4	3.2	102.3	3.2
		102.2	101.1	103.1	100.0	104.0	104.2	102.4	1.6		
		105.9	104.4	101.2	106.2	107.7	104.0	104.9	2.2		
	100	90.6	92.2	91.8	97.0	94.4	92.3	93.0	2.5	92.8	2.1
		93.0	92.9	92.6	97.2	91.8	89.4	92.8	2.7		
		92.9	93.2	91.2	93.7	91.5	93.5	92.7	1.2		
洛硝达唑	1	106.3	98.4	109.2	102.7	101.2	102.6	103.4	3.7	99.9	5.3
		107.2	92.5	105.0	98.2	95.6	95.5	99.0	5.9		
		105.5	91.1	96.5	99.9	94.7	96.2	97.3	5.1		
	10	99.7	97.4	98.6	97.1	94.4	98.3	97.6	1.8	100.6	3.2

		99.7	98.8	101.0	99.5	101.2	100.1	100.0	0.9		
		104.3	104.0	106.6	100.3	105.2	103.9	104.1	2.0		
	100	91.2	92.9	89.8	96.2	93.7	95.5	93.2	2.6	92.1	2.4
		89.6	90.8	90.7	93.5	91.0	90.8	91.1	1.4		
		90.1	91.1	89.4	95.9	92.4	93.4	92.0	2.6		
异丙硝唑	1	98.2	97.2	101.1	102.4	96.8	99.8	99.3	2.2	100.9	2.3
		101.9	99.1	103.9	104.2	100.4	99.4	101.5	2.2		
		103.2	99.3	104.1	103.3	100.6	100.5	101.8	1.9		
	10	98.3	96.6	99.5	98.6	99.7	100.4	98.8	1.3	100.0	1.7
		98.5	98.0	100.5	99.3	100.9	101.1	99.7	1.3		
		100.6	100.2	101.1	101.2	102.7	103.2	101.5	1.2		
	100	90.3	91.8	92.4	95.3	93.4	94.5	92.9	2.0	92.7	1.9
		89.9	93.0	91.4	95.5	92.3	93.1	92.6	2.0		
		90.4	93.2	90.9	95.7	93.3	92.8	92.7	2.1		
替硝唑	1	117.5	107.1	109.6	106.2	102.6	100.9	107.3	5.5	103.4	4.8
		102.8	97.4	103.7	105.0	102.3	98.9	101.7	2.9		
		106.4	99.8	101.5	101.6	101.8	95.5	101.1	3.5		
	10	101.5	99.4	105.0	101.4	105.0	101.2	102.2	2.2	103.0	2.0
		102.9	101.0	103.6	101.0	105.6	102.8	102.8	1.7		
		107.0	100.6	104.2	103.5	103.9	103.6	103.8	1.9		
	100	89.5	90.6	90.0	95.6	91.1	92.3	91.5	2.4	91.9	2.3
		89.6	91.9	90.1	97.1	92.8	93.3	92.5	2.9		
		91.8	91.8	90.3	94.2	89.9	92.2	91.7	1.7		

表 12 猪浓缩饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	99.8	104.9	96.9	105.5	97.9	102.5	101.2	3.6	100.1	4.3
		99.0	97.9	94.1	109.7	99.4	104.0	100.7	5.4		
		97.8	99.6	92.9	103.1	94.8	101.3	98.2	4.0		
	10	93.0	94.8	90.4	93.3	90.8	91.0	92.2	1.9	95.6	4.7
		103.2	94.1	91.6	99.8	91.9	92.0	95.4	5.1		
		101.7	97.9	96.6	95.5	105.1	98.1	99.2	3.6		
	100	99.1	92.9	93.8	99.1	102.2	97.8	97.5	3.6	100.1	3.9
		104.1	98.2	101.9	107.9	105.0	100.0	102.9	3.4		
		102.0	96.8	99.8	101.9	103.5	96.6	100.1	2.9		
地美硝唑	1	95.5	100.1	90.7	104.0	95.5	93.7	96.6	4.9	99.4	6.3
		107.4	99.8	98.3	114.9	104.0	96.9	103.6	6.5		
		91.9	101.8	93.7	107.2	95.3	98.3	98.0	5.8		
	10	98.2	100.5	95.5	96.8	93.2	92.0	96.0	3.3	99.0	4.3
		105.1	103.7	98.2	98.8	99.6	97.3	100.4	3.2		
		102.5	96.6	99.4	97.3	109.9	98.1	100.6	5.0		
	100	100.0	96.6	98.4	101.7	105.4	97.3	99.9	3.3	99.9	3.2
		104.2	100.8	98.4	103.2	104.7	98.6	101.7	2.7		
		97.9	96.0	96.9	101.4	101.6	94.1	98.0	3.1		
洛硝达唑	1	92.0	96.5	91.0	101.7	93.3	98.6	95.5	4.4	95.6	3.6
		94.7	96.4	91.4	101.3	96.8	97.2	96.3	3.4		
		91.4	95.2	90.0	98.8	97.4	96.7	94.9	3.7		
	10	99.4	92.5	90.5	97.0	92.0	91.2	93.8	3.8	94.7	4.5

		99.6	92.6	90.9	95.6	89.5	91.7	93.3	4.0		
		102.4	96.2	90.3	93.5	103.5	96.2	97.0	5.3		
	100	96.5	91.1	93.5	98.6	103.1	96.3	96.5	4.3	96.8	3.7
		98.4	92.1	97.9	98.2	102.5	94.9	97.3	3.6		
96.8		91.9	93.1	100.4	100.1	96.5	96.5	3.6			
异丙硝唑	1	93.8	100.5	94.4	108.0	97.2	100.3	99.0	5.3	99.6	5.1
		93.6	103.6	94.3	108.6	97.9	102.1	100.0	5.8		
		96.1	101.1	94.6	109.1	98.2	99.4	99.8	5.2		
	10	99.6	96.3	95.7	96.5	95.2	94.5	96.3	1.8	97.1	3.3
		98.7	95.8	94.6	96.2	92.3	94.3	95.3	2.2		
		103.2	100.3	95.5	96.0	104.7	98.6	99.7	3.8		
	100	102.2	97.0	100.2	105.1	106.2	98.6	101.6	3.6	99.6	3.9
		100.3	95.8	98.4	102.5	105.4	98.1	100.1	3.4		
		97.7	93.4	95.3	100.3	102.3	93.7	97.1	3.8		
替硝唑	1	97.5	95.2	98.6	102.0	92.6	102.4	98.0	3.9	99.0	4.9
		99.5	98.6	95.5	113.0	97.8	102.6	101.2	6.2		
		90.8	100.2	95.6	102.7	99.1	98.4	97.8	4.2		
	10	94.9	90.3	89.8	90.8	89.8	89.5	90.9	2.3	93.7	5.2
		95.4	92.2	89.9	95.9	89.6	90.1	92.2	3.1		
		104.4	97.7	91.8	91.0	104.1	98.9	98.0	5.9		
	100	97.9	92.4	95.5	100.0	102.4	95.4	97.3	3.7	97.7	3.8
		101.1	93.9	98.5	101.3	104.6	97.0	99.4	3.8		
		97.7	93.6	94.1	97.2	103.2	93.3	96.5	3.9		

表 13 鸡预混合饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	97.5	91.9	97.0	99.2	98.5	95.3	96.6	2.7	99.3	3.7
		98.1	96.3	98.2	103.2	97.8	98.2	98.6	2.4		
		102.3	98.2	103.2	108.4	101.1	102.1	102.6	3.3		
	10	108.2	93.2	105.0	101.6	103.9	101.8	102.3	5.0	102.7	4.3
		105.3	97.5	103.5	98.9	102.6	97.5	100.9	3.3		
		110.2	99.3	106.9	107.1	106.1	99.7	104.9	4.2		
	100	94.5	87.5	93.8	98.7	94.0	93.5	93.7	3.8	95.8	4.2
		98.2	90.6	96.3	100.6	98.8	95.3	96.6	3.6		
		97.8	87.8	96.8	99.3	100.3	100.3	97.0	4.9		
地美硝唑	1	95.9	89.4	93.3	93.9	95.6	98.6	94.5	3.2	97.4	4.8
		103.5	97.1	98.3	104.3	102.4	96.5	100.3	3.4		
		94.0	98.6	92.3	106.1	101.3	91.4	97.3	5.9		
	10	109.1	103.0	106.0	103.4	108.5	101.8	105.3	2.9	106.3	5.3
		107.0	94.0	103.0	103.4	106.0	103.3	102.8	4.5		
		118.2	103.3	110.3	107.5	117.5	109.0	111.0	5.2		
	100	100.7	94.2	100.6	106.1	101.0	102.4	100.8	3.8	99.8	3.7
		100.2	91.1	99.2	100.3	97.3	98.2	97.7	3.5		
		101.9	94.8	101.1	104.2	102.8	100.9	100.9	3.2		
洛硝达唑	1	103.0	100.6	97.4	105.4	102.6	97.1	101.0	3.2	101.5	2.7
		101.5	100.2	96.9	105.2	100.9	100.5	100.8	2.6		
		101.1	100.5	102.1	106.5	103.1	102.8	102.7	2.1		
	10	104.0	95.4	99.7	100.3	106.4	99.6	100.9	3.8	99.9	3.5

		104.1	99.3	96.1	96.9	101.6	103.6	100.3	3.4		
		104.3	95.9	98.3	96.7	100.0	95.8	98.5	3.3		
	100	97.9	88.5	99.5	101.8	98.8	97.4	97.3	4.7	96.9	3.9
		94.3	89.3	95.6	98.8	97.6	94.4	95.0	3.5		
		99.3	93.7	97.8	102.8	99.3	98.1	98.5	3.0		
异丙硝唑	1	98.4	95.3	96.1	102.0	98.3	98.1	98.0	2.4	98.3	3.4
		96.2	93.3	94.1	101.7	94.1	96.6	96.0	3.2		
		101.9	98.3	99.6	105.8	99.5	100.8	101.0	2.6		
	10	96.4	93.5	95.5	95.7	98.8	87.4	94.6	4.1	102.0	6.6
		113.9	104.6	107.9	104.8	110.3	104.7	107.7	3.5		
		110.2	99.5	102.9	101.2	106.3	101.9	103.7	3.8		
	100	98.6	91.1	97.5	100.4	98.3	97.1	97.2	3.3	97.3	3.3
		98.6	89.5	97.7	99.9	98.3	96.7	96.8	3.8		
		98.7	91.7	98.7	100.2	100.9	97.2	97.9	3.4		
替硝唑	1	105.0	96.6	94.8	100.3	98.4	98.8	99.0	3.5	98.5	3.1
		99.3	93.2	94.6	100.6	103.8	96.4	98.0	4.1		
		97.0	100.0	96.6	100.9	98.1	98.3	98.5	1.7		
	10	94.7	92.0	90.5	92.3	94.4	83.4	91.2	4.5	99.3	7.4
		109.4	103.5	106.9	101.6	111.4	101.6	105.7	3.9		
		108.3	96.1	101.2	98.8	101.1	100.8	101.1	4.0		
	100	97.0	89.8	96.2	98.1	96.9	97.1	95.8	3.1	96.1	3.8
		97.8	87.3	96.1	98.9	95.9	95.6	95.3	4.3		
		97.7	89.4	99.6	100.0	96.6	99.8	97.2	4.1		

表 14 鸡配合饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 ( $n=6$ , %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 ( $n=18$ , %)
甲硝唑	1	100.8	100.5	98.2	98.9	101.2	96.7	99.4	1.8	100.6	3.5
		106.5	106.4	97.6	102.4	105.9	100.3	103.2	3.6		
		105.1	100.5	97.5	96.9	100.6	94.9	99.2	3.6		
	10	103.8	96.0	90.1	101.5	100.1	98.2	98.3	4.9	97.8	5.2
		104.8	93.5	88.7	100.6	98.7	95.6	97.0	5.8		
		106.7	96.8	89.7	100.1	97.6	97.7	98.1	5.6		
	100	113.4	99.1	100.1	89.5	96.0	98.3	99.4	7.9	97.8	7.3
		108.8	97.0	94.9	90.2	94.1	91.3	96.0	7.0		
		111.6	99.6	98.7	89.6	96.0	92.2	98.0	7.9		
地美硝唑	1	92.6	93.8	90.1	100.2	104.4	95.8	96.2	5.5	98.1	4.0
		102.8	97.9	101.9	98.6	100.1	102.7	100.7	2.1		
		95.6	101.1	96.3	100.8	96.4	94.5	97.4	2.9		
	10	105.1	95.6	91.5	102.4	97.4	98.4	98.4	4.9	97.8	6.0
		109.9	94.4	91.2	99.5	99.0	96.8	98.5	6.5		
		108.2	94.8	87.1	99.5	96.0	93.8	96.6	7.2		
	100	95.9	91.8	97.9	86.8	94.3	99.6	94.4	4.9	95.8	4.3
		99.2	93.1	99.3	90.6	93.7	94.5	95.1	3.7		
		99.9	100.6	101.1	90.7	95.9	99.3	97.9	4.1		
洛硝达唑	1	99.7	102.7	98.8	98.9	99.2	94.4	98.9	2.7	101.5	3.4
		106.3	104.0	102.5	106.8	104.9	99.6	104.0	2.5		
		103.6	105.8	102.1	100.1	101.5	96.0	101.5	3.3		
	10	103.4	100.3	91.0	102.8	101.4	97.0	99.3	4.7	96.9	5.8

		104.1	93.6	85.0	101.6	101.2	94.2	96.6	7.3		
		100.0	95.5	86.9	98.6	95.5	92.6	94.8	5.0		
	100	111.7	98.6	94.9	86.8	94.4	94.2	96.8	8.5	95.6	7.9
		107.7	94.7	91.1	85.8	89.8	88.9	93.0	8.4		
		110.0	99.6	97.0	88.4	93.0	93.9	97.0	7.6		
异丙硝唑	1	100.7	101.0	96.7	101.7	98.3	96.9	99.2	2.2	100.4	2.2
		103.0	100.0	97.6	102.2	100.4	99.0	100.4	2.0		
		102.4	100.3	98.9	104.3	101.3	102.5	101.6	1.9		
	10	105.3	95.8	91.0	102.3	100.1	98.1	98.8	5.1	98.7	4.8
		105.1	96.2	90.9	102.2	100.5	98.4	98.9	5.0		
		105.5	95.6	91.3	102.5	98.9	96.9	98.4	5.1		
	100	99.9	97.0	101.7	91.8	96.6	98.2	97.5	3.5	96.4	3.3
		99.3	96.0	100.8	91.2	96.2	97.7	96.9	3.4		
		96.6	94.2	98.3	90.1	93.6	96.8	95.0	3.1		
替硝唑	1	102.4	100.7	99.5	103.5	101.6	97.6	100.9	2.1	100.8	3.0
		104.9	105.4	94.8	98.6	105.7	101.5	101.8	4.3		
		100.8	101.9	98.0	98.5	101.5	97.0	99.6	2.0		
	10	107.2	99.2	89.8	101.6	101.2	96.3	99.2	5.9	97.8	5.9
		102.9	96.7	85.7	100.5	100.8	94.5	96.8	6.5		
		105.6	98.2	86.8	98.7	99.0	95.2	97.3	6.3		
	100	110.7	98.9	94.8	87.6	93.9	94.8	96.8	8.0	96.2	7.3
		107.2	96.6	93.3	88.7	91.5	92.4	94.9	6.9		
		111.7	98.3	96.6	89.1	93.3	92.7	96.9	8.1		



表 15 牛羊预混合饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	89.7	95.6	91.7	114.2	96.6	97.9	97.6	8.9	96.9	7.6
		88.0	90.7	92.8	107.5	97.7	94.9				
		86.5	99.1	93.9	109.1	100.9	96.5				
	10	109.2	93.5	105.8	101.9	99.3	98.2	101.3	5.5	100.8	5.1
		105.1	90.8	103.1	100.3	98.2	96.2				
		107.4	93.6	100.1	105.9	103.2	103.3				
	100	106.7	101.2	103.1	99.1	96.8	102.0	101.5	3.4	100.7	3.0
		104.7	99.6	100.5	99.0	98.3	98.3				
		104.9	102.5	101.6	94.4	100.3	99.9				
地美硝唑	1	90.4	90.0	89.4	106.1	91.7	91.0	93.1	6.9	96.2	7.3
		90.6	94.9	92.4	109.9	99.4	93.7				
		92.9	96.5	90.1	111.9	101.3	98.7				
	10	104.3	95.6	101.4	99.4	100.2	95.6	99.4	3.4	103.0	4.2
		108.2	99.1	104.4	106.6	102.6	104.5				
		110.0	98.2	106.4	108.6	104.8	103.3				
	100	103.3	96.0	97.7	94.2	95.9	96.8	97.3	3.3	95.7	4.3
		103.0	100.4	92.3	92.9	94.3	88.9				
		100.7	93.3	96.2	90.8	94.5	91.3				
洛硝达唑	1	87.6	94.9	91.6	109.5	94.5	91.6	95.0	8.0	94.8	7.5
		88.3	95.2	95.1	112.9	96.3	93.8				
		87.7	86.9	91.6	102.8	93.5	92.0				
	10	108.0	90.2	99.0	101.6	99.6	93.1	98.6	6.4	101.5	5.7

		106.6	93.2	106.5	101.8	101.8	99.6	101.6	4.9		
		108.3	95.6	110.9	104.6	105.7	101.5	104.4	5.1		
	100	101.8	100.9	101.8	95.0	97.0	103.3	100.0	3.2	100.9	3.4
		107.0	100.5	98.6	97.1	96.7	101.3	100.2	3.8		
		108.9	101.7	100.4	101.7	100.8	101.6	102.5	3.1		
异丙硝唑	1	89.2	93.0	91.2	109.5	94.5	96.9	95.7	7.6	96.2	7.8
		88.1	92.3	90.6	110.2	97.8	95.5	95.8	8.2		
		89.1	94.5	91.0	113.6	98.2	96.0	97.1	9.0		
	10	111.2	102.1	110.4	107.6	106.9	105.5	107.3	3.1	103.6	3.9
		106.1	98.3	104.3	102.1	101.4	100.9	102.2	2.7		
		105.3	95.9	103.8	101.8	101.5	99.5	101.3	3.3		
	100	98.9	94.7	93.7	93.0	94.4	90.0	94.1	3.1	93.9	2.9
		99.3	94.4	94.1	93.0	94.2	90.1	94.2	3.1		
		98.7	93.4	93.1	91.3	93.3	90.5	93.4	3.1		
替硝唑	1	90.9	90.1	89.1	109.5	93.4	92.3	94.2	8.1	95.3	7.2
		88.8	94.2	92.8	108.5	101.5	93.0	96.4	7.5		
		90.4	94.4	90.6	108.8	93.3	93.3	95.1	7.2		
	10	105.3	90.2	104.0	102.7	98.9	96.2	99.6	5.7	100.1	5.4
		105.1	90.5	104.5	101.0	100.3	97.5	99.8	5.4		
		107.0	90.4	104.7	100.6	104.8	97.9	100.9	6.0		
	100	104.2	100.6	100.3	97.5	94.9	98.2	99.3	3.2	98.8	3.2
		102.5	98.6	99.3	94.5	96.9	99.2	98.5	2.7		
		103.5	100.9	96.8	93.1	95.7	101.3	98.6	4.0		

表 16 牛精料补充饲料中硝基咪唑类药物添加回收试验结果

化合物	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)						批内平均回 收率 (%)	批内变异系数 (n=6, %)	批间平均回 收率 (%)	批间变异系数 (n=18, %)
甲硝唑	1	86.9	85.8	91.5	92.0	93.3	99.8	91.5	5.5	93.3	5.0
		90.7	98.2	98.0	97.7	89.4	103.6	96.3	5.5		
		92.7	89.7	95.6	92.8	89.9	91.1	92.0	2.4		
	10	95.3	91.7	106.2	97.0	92.3	106.2	98.1	6.7	95.0	6.1
		89.7	90.1	95.3	89.3	88.2	100.5	92.2	5.2		
		95.0	90.1	95.9	92.4	90.3	103.8	94.6	5.4		
	100	90.1	97.4	90.9	97.1	95.5	99.3	95.1	3.9	97.0	4.7
		92.4	96.1	93.5	100.3	103.7	101.7	97.9	4.7		
		90.8	97.6	92.3	101.1	103.9	101.9	97.9	5.5		
地美硝唑	1	92.5	109.5	97.5	96.5	93.2	106.1	99.2	7.1	98.1	6.1
		93.6	100.7	94.9	98.1	94.5	109.7	98.6	6.2		
		98.9	102.7	96.7	93.4	87.0	99.7	96.4	5.8		
	10	101.4	92.1	109.6	99.3	100.2	109.2	101.9	6.5	99.6	6.3
		97.7	90.1	98.8	92.5	91.9	102.0	95.5	4.9		
		96.8	92.7	100.1	107.3	102.8	108.0	101.3	5.9		
	100	97.5	100.2	100.3	100.4	110.8	108.8	103.0	5.2	103.7	4.1
		99.0	106.4	97.6	104.5	104.1	106.7	103.1	3.7		
		99.2	108.6	102.5	106.0	107.8	106.6	105.1	3.4		
洛硝达唑	1	91.8	98.2	93.4	105.1	87.6	101.9	96.3	6.8	93.2	5.2
		90.1	94.3	90.1	90.2	93.3	97.3	92.5	3.2		
		86.9	92.1	94.5	90.2	89.2	91.1	90.6	2.8		
	10	91.3	90.2	100.1	94.0	93.2	105.6	95.7	6.2	93.8	6.1

		91.0	89.9	95.0	93.2	90.0	97.4	92.7	3.2		
		88.8	88.9	89.9	91.6	89.6	108.6	92.9	8.3		
	100	88.6	104.6	99.7	99.1	106.5	106.7	100.9	6.8	97.9	6.2
		89.2	92.8	90.9	97.9	104.0	96.8	95.3	5.7		
		89.9	95.8	93.5	100.2	102.7	103.2	97.5	5.5		
异丙硝唑	1	94.0	96.0	90.6	90.8	89.6	94.9	95.7	7.6	92.0	2.9
		89.8	90.8	89.8	93.0	88.7	97.4	91.6	3.5		
		90.7	89.5	91.9	94.3	89.0	94.5	91.7	2.6		
	10	90.5	88.6	93.8	91.9	92.5	101.2	93.1	4.7	93.9	4.5
		91.1	88.6	94.7	92.0	94.9	101.6	93.8	4.8		
		92.6	88.7	98.1	93.5	93.6	101.8	94.7	4.8		
	100	89.9	99.8	99.4	99.8	100.4	100.3	98.2	4.2	100.7	5.1
		97.3	106.4	99.6	103.1	108.4	106.0	103.5	4.2		
		89.6	101.7	97.5	102.1	105.1	105.8	100.3	6.0		
替硝唑	1	89.5	96.7	94.2	94.2	86.7	98.4	93.3	4.7	92.1	4.3
		88.7	88.7	89.6	90.2	89.6	92.3	89.8	1.5		
		88.8	93.7	90.4	94.1	90.3	102.1	93.2	5.2		
	10	89.1	89.1	100.5	93.6	90.0	105.4	94.6	7.2	93.1	5.2
		88.7	88.9	95.8	91.3	91.9	99.7	92.7	4.6		
		91.4	88.9	93.5	91.4	89.0	96.9	91.8	3.3		
	100	89.3	93.3	96.8	97.6	99.9	103.8	96.8	5.2	97.7	5.6
		89.1	93.8	92.6	98.4	104.7	103.4	97.0	6.4		
		90.5	98.1	96.3	101.8	105.8	104.0	99.4	5.7		

### 三、主要试验的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

本次修订对原标准 GB/T 21995-2008 进行了较大程度的修改，主要调整的内容见表 17。

表 17 方法修订主要内容

序号	修订项目	GB/T 21995-2008	本次修订方法	备注
1	药物种类	甲硝唑、地美硝唑、洛硝达唑、替硝唑	增加异丙硝唑	动物性食品中硝基咪唑类的测定方法一般包括异丙硝唑
2	灵敏度	检测限：8 µg/kg 定量限：25 µg/kg	检测限：0.5 µg/kg 定量限：1 µg/kg	
3	提取溶剂	乙酸乙酯	乙腈	
4	测定方法	HPLC-MS/MS	UHPLC-MS/MS	
5	定量方法	外标法	稳定同位素内标法	

本次修订增加了检测药物的种类，进一步优化了样品前处理方法，提高了方法的灵敏度，运用内标法进行定量，保证了方法的准确度和重现性，为饲料中硝基咪唑类药物的监控提供了技术支持。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度、以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况无。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等，严格执行强制性国家标准和行业标准。本方法与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

## 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中不存在重大分歧意见。

## 七、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准为化学分析方法标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文等的八项要求之一，因此建议将其作为推荐性标准颁布实施。

## 八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准在实施前，每个使用者应得到有效的电子和纸质文本，保证新标准贯彻实施的基础。发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传。实施的过渡期宜定为6个月。

## 九、废止现行有关标准的建议

本标准修订的原标准为 GB/T 21995-2008，建议本标准正式颁布实施后，废止原标准。

## 十、其他应予说明的事项

无。

《饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法》课题组

2022年5月

## 参考文献

1. 陈迁, 梅和坤, 白楠, 梁蓓蓓, 江学维, 牛卉, et al. 硝基咪唑类药物在人体内代谢的研究进展. *中国药学杂志* 2015; 50(14):1169-1173.
2. 李珍珍, Kameswari MS, Reddy TK, R.Yadav BR, 林健梅, 杨仁国, et al. 硝基咪唑杂环药物化学研究进展. *中国科学:化学* 2019; 49(02):230-255.
3. 朱姗姗, 吴澎, 徐双双, 纪文华, 朱文卿, 郑振佳. 基于色谱-质谱法分析食品中硝基咪唑类药物残留的研究进展. *食品工业科技* 2020; 41(22):326-334.
4. 刘得贵, 张应龙, 杜国辉, 孟范永. 动物性产品中硝基咪唑类药物残留检测研究进展. *山东畜牧兽医* 2020; 41(03):68-71.
5. 刘开, 郭建博, 薛晓文, 林芳, 王蕊, 宋莉, et al. 超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中硝基咪唑类药物及其代谢物的残留量的研究. *食品安全质量检测学报* 2020; 11(19):6751-6758.
6. 唐志理, 侯思羽, 邢东海, 吴基任. PRiME HLB-超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中硝基咪唑类药物残留量. *食品安全质量检测学报* 2020; 11(18):6716-6723.
7. 张瑜, 王斌, 牛记者, 董丹丹, 王莲芳, 毛红骞, et al. 鸡肉中硝基咪唑类药物残留量检测. *肉类研究* 2020; 34(10):58-63.
8. 徐纬昊. 鲜肉中硝基咪唑类药物残留的超高效液相色谱串联质谱检测技术研究 [硕士]: 山东师范大学; 2020.
9. 杜乐, 喻世静, 殷智鑫, 杨莉宁. 硝基咪唑类药物的研究进展. *化学世界* 2020; 61(02):92-98.
10. 食品安全国家标准食品中兽药最大残留限量. In: 国内-国家标准-国家市场监督管理总局 CN-GB.
11. 张弛, 潘家荣, 帅瑞琪, 方豪, 冯依璠. 动物性食品中硝基咪唑类兽药多残留酶联免疫检测方法的建立. *核农学报* 2016; 30(02):323-331.
12. 王金玲, 李义坤, 赵京杨, 刘登才. 单滴微萃取-气相色谱-质谱联用测定水中的硝基咪唑类药物. *分析试验室* 2010; 29(01):107-110.
13. 于敏, 张美娟, 张河霞, 乌恩其木格, 王丹慧, 武慧明, et al. 高效液相色谱法测定牛奶中硝基咪唑类残留量. *食品安全质量检测学报* 2018; 9(02):447-451.
14. 王延映, 彭麟, 余祖功. 高效液相色谱法测定饲料中甲硝唑、地美硝唑和异丙硝唑. *南京农业大学学报* 2014; 37(05):123-127.
15. 陈张好, 黄文静, 刘小娟, 方继辉. 高效液相色谱法测定化妆品中4种硝基咪唑类药物. *理化检验: 化学分册* 2014; (2):3.
16. 张璐, 孔祥虹, 王菡, 李建华, 何强, 徐牛生. 在线净化-超高效液相色谱同位素稀释串联质谱法检测蜂蜜中硝基咪唑类及其代谢物的残留. *分析化学* 2014; 42(12):1735-1742.
17. 陈岑, 黄柳倩, 程巧鸳, 周明昊, 颜琳琦. 基于 QuEChERS 提取的高效液相色谱-串联质谱法同时测定4种不同基质类型化妆品中15种硝基咪唑类禁用药物. *分析测试学报* 2019; 38(11):9.
18. 张丽媛, 周剑, 王敏, 杨梦瑞, 王彤彤. 液相色谱-串联质谱法测定鸡肉和鸡蛋中3种硝基咪唑类药物. *食品安全质量检测学报* 2019; 10(14):4508-4514.
19. Wang Y, Li X, Zhang Z, Ding S, Jiang H, Li J, et al. Simultaneous determination of nitroimidazoles, benzimidazoles, and chloramphenicol components in bovine milk by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Food Chemistry* 2016; 192:280-287.
20. 方力, 邱凤梅, 余新威, 张志超. 基质分散固相萃取-液相色谱-串联质谱法检测动物源性食品中硝基咪唑类药物及其代谢物. *色谱* 2018; 36(5):8.

