



中华人民共和国国家标准

GB/T 25169—2022

代替 GB/T 25169—2010

畜禽粪便监测技术规范

Technical specification for monitoring livestock and poultry manure

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 25169—2010《畜禽粪便监测技术规范》，与 GB/T 25169—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了背景调查(见 2010 年版的第 3 章)；
- b) 增加了监测方案制定(见第 4 章)；
- c) 更改了检测项目(见第 5 章,2010 年版的 9.1)；
- d) 删除了舍内粪便的采样点布设(见 2010 年版的 4.1)；
- e) 增加了未经处理粪便采样布点(见 6.1)；
- f) 增加了堆肥过程粪便采样布点(见 6.3)；
- g) 删除了舍内粪便采样(见 2010 年版的 5.3.1)；
- h) 增加了未经处理粪便采样(见 7.3.1)；
- i) 增加了堆肥过程粪便采样(见 7.3.3)；
- j) 更改了样品记录和标识(见 7.5,2010 年版的 5.4)；
- k) 增加了采样安全(见 7.6)；
- l) 更改了样品的运输(见第 8 章,2010 年版的第 6 章)；
- m) 更改了试样制备和样品的保存(见第 9 章,2010 年版的第 7 章和第 8 章)；
- n) 更改了分析方法(见第 10 章,2010 年版的 9.2)；
- o) 删除了结果表示(见 2010 年版的 9.3)；
- p) 删除了质量保证(见 2010 年版的第 10 章)；
- q) 更改了质量控制(见第 11 章,2010 年版的 10.1 和 10.2)；
- r) 增加了证实方法(见第 12 章)；
- s) 删除了畜禽粪便收集量记录表(见 2010 年版的附录 A)；
- t) 更改了畜禽粪便采样记录表(见附录 B,2010 年版的附录 D)；
- u) 更改了畜禽粪便样品标签(见附录 C,2010 年版的附录 C)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会(SAC/TC 274)归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所。

本文件主要起草人：尚斌、董红敏、朱志平、徐贞贞、张海燕、杨曙明、王雪、陈永杏、陶秀萍、尹福斌、张万钦、王悦、魏莎、郑云昊、曾剑飞。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2010 年首次发布为 GB/T 25169—2010；

——本次为第一次修订。

畜禽粪便监测技术规范

1 范围

本文件规定了畜禽粪便监测方案制定、监测项目、采样布点、样品采集、样品运输和交接、试样制备和保存以及质量控制等技术要求,描述了畜禽粪便监测的试验方法和证实方法。

本文件适用于畜禽粪便收集、处理和资源化利用过程的监测。

本文件不适用于商品化有机肥料的监测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 7959—2012 粪便无害化卫生要求

GB/T 24875 畜禽粪便中铅、镉、铬、汞的测定 电感耦合等离子体质谱法

HJ 491 土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法

NY/T 525—2021 有机肥料

NY/T 3442—2019 畜禽粪便堆肥技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

畜禽粪便 livestock and poultry manure

畜禽养殖过程产生的固体粪便及其与垫料的混合物。

4 监测方案制定

在开展监测工作前,应制定监测方案。监测方案应包括:监测目的、监测项目、采样布点、样品采集方法、样品运输和交接、试样制备和保存、试验方法以及质量控制措施等。

5 监测项目

根据监测目的,选择相应的监测项目,主要包括含水率、有机质、总氮、总磷、总钾、铜、锌、镉、铅、铬、汞、粪大肠菌群数、蛔虫卵死亡率、种子发芽指数和磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、恩诺沙星、达氟沙星、沙拉沙星及泰乐菌素。

6 采样布点

6.1 采用干清粪收集工艺的,应在粪便临时存放处布设采样点位;采用水冲粪或水泡粪收集工艺的,应在固液分离后产生的固体粪便临时存放处布设采样点位;采用垫料养殖工艺的,应在垫料清理后临时存放处布设采样点位。

6.2 采用贮存、沤制处理工艺的,应在粪便贮存后、沤制后布设采样点位。

6.3 采用堆肥处理工艺的,应在发酵处理前后分别布设采样点位。

7 样品采集

7.1 采样准备

7.1.1 工具

铲、钻或竹片等采样工具及聚乙烯样品自封袋、样品混合盆(10 L)、保温样品箱和冰袋。测试金属指标,采样工具、样品混合盆等应不含金属成分。测试微生物指标,采样工具、样品混合盆应提前进行灭菌处理,自封袋应无菌。

7.1.2 文具

现场记录表格、样品标签、签字笔。

7.1.3 器具

台秤(2 kg±0.1 kg)和量筒(20 mL)。

7.1.4 试剂

硫酸:分析纯。

7.1.5 安全防护用品

防护服、胶鞋、手套和口罩。

7.2 采样频次

根据畜禽粪便收集、处理利用时间安排采样,每次连续采样 3 d~5 d,每天至少采样 1 次,确保 3 d 有效采样。

7.3 采样

7.3.1 未经处理粪便采样

根据粪便临时存放堆体大小,从中心向边缘沿半径设置 3 个采样位置,每个位置由底部自下而上每 20 cm 为一个取样点,每个点采样约 0.5 kg,装入样品混合盆中,混合均匀,用四分法(按附录 A)分取样品,一式 3 份,每份约 0.5 kg,装入自封袋。

7.3.2 贮存、沤制过程粪便采样

根据堆体大小,从中心向边缘沿半径设置 3 个采样位置,每个位置由底部自下而上每 20 cm 为一个

取样点,每个点采样约 0.5 kg,装入样品混合盆中,混合均匀,用四分法(按附录 A)分取样品,一式 3 份,每份约 0.5 kg,装入自封袋。

7.3.3 堆肥过程粪便采样

7.3.3.1 发酵前采样

发酵原料混合均匀后采样,设置 3 个采样位置,每个位置采样不少于 1 kg,装入样品混合盆中,混合均匀,用四分法(按附录 A)分取样品,一式 3 份,每份约 0.5 kg,装入自封袋。

7.3.3.2 一次发酵采样

采用条垛式和覆膜式发酵处理工艺的,沿堆体长度方向前中后选择不少于 3 个位置,每个位置从底部自下而上每 20 cm 为一个取样点,每个点采样约 0.5 kg;采用槽式搅拌和立式发酵处理工艺的,在发酵设施设备出料口设置 3 个采样位置,每个位置采样不少于 1 kg,将采集的样品装入混合盆中,混合均匀,用四分法(按附录 A)分取样品,一式 3 份,每份约 0.5 kg,装入自封袋。

7.3.3.3 二次发酵(后熟)采样

在发酵完成后的堆体设置 3 个采样位置,每个位置采样不少于 1 kg,将采集的样品装入混合盆中,混合均匀,用四分法(按附录 A)分取样品,一式 3 份,每份约 0.5 kg,装入自封袋。

7.4 样品处理

根据不同检测项目,样品处理方式如下:

- a) 测定含水率、种子发芽指数、粪大肠菌群和蛔虫卵死亡率项目的样品,低温保存;
- b) 测定有机质、总氮、总磷、总钾、铜、锌、镉、铅、铬、汞的样品,每 100 g 样品中添加 10 mL 硫酸(7.1.4),混合混匀,低温保存;
- c) 测定磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、恩诺沙星、达氟沙星、沙拉沙星和泰乐菌素的样品,4℃以下避光保存。

7.5 采样记录和标签

7.5.1 现场用签字笔填写畜禽粪便采样记录表(见附录 B)和样品标签(见附录 C)。每个样品编号唯一、内容齐全、填写翔实、字迹清楚。填写完毕后将样品标签贴在对应的样品包装上,防止脱落。

7.5.2 采样结束后,应对样品、采样记录表和采样器具等进行核实,确保样品和记录完整后撤离现场。

7.6 采样安全

7.6.1 采样人员应穿防护服和胶鞋,戴手套和口罩。

7.6.2 采样人员应身体健康,适应工作要求,现场采样时至少两人同时在场。

7.6.3 不应在搅拌设备运行时采样。

7.6.4 不应进入有限空间内采样。

注:有限空间是指封闭或者部分封闭,与外界相对隔离,出入口较为狭窄,自然通风不良,易造成有毒有害、易燃易爆物质积聚或者氧含量不足的空间。

8 样品运输和交接

8.1 样品在运输前应逐一核对采样记录和样品标签,分类置于保温样品箱中运输,防止交叉污染。样

品应尽快送达检测实验室。

8.2 送样人与实验室接样人进行样品交接时,应清点和检查样品,并在交接记录上签字。样品交接记录内容包括交接样品的日期和时间、样品数量、测定项目、保存方式、送样人、接样人等。

9 试样制备和保存

根据不同检测项目要求应及时进行试样制备和保存,并尽快分析化验。样品制备方法、保存条件和有效期按表 1 执行。

表 1 样品制备方法、保存条件和有效期

检测项目	制备方法	保存条件和有效期
含水率、粪大肠菌群数、蛔虫卵死亡率、种子发芽指数	新鲜样	避光、0℃~5℃,24 h
有机质、总氮、总磷、总钾	新鲜样品晾干或冷冻干燥制备成风干样品,经粗磨,过 2 mm 尼龙筛,再细磨过 0.25 mm 尼龙筛	风干样,常温干燥避光,30 d; 制备样,常温干燥避光,180 d
铜、锌、镉、铅、铬	新鲜样品晾干或冷冻干燥制备成风干样品,经粗磨,过 2 mm 尼龙筛,再经非金属磨细磨,过 0.25 mm 尼龙筛	风干样,常温干燥避光,180 d; 制备样,常温干燥避光,365 d
汞	新鲜样品晾干或冷冻干燥制备成风干样品,经粗磨,过 2 mm 尼龙筛,再经非金属磨细磨,过 0.25 mm 尼龙筛	风干样和制备样,常温干燥避光,28 d
磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、恩诺沙星、达氟沙星、沙拉沙星、泰乐菌素	新鲜样品冷冻干燥后,经粗磨,过 2 mm 尼龙筛。再经非金属磨细磨,过 0.25 mm 尼龙筛	制备样,常温干燥避光

10 试验方法

10.1 含水率

按 GB 7959—2012 附录 B 的规定执行。

10.2 有机质

按 NY/T 525—2021 附录 C 的规定执行。

10.3 总氮、总磷和总钾

按 NY/T 525—2021 附录 D 的规定执行。

10.4 铜、锌

按 HJ 491 的规定执行。

10.5 镉、铅、铬、汞

按 GB/T 24875 的规定执行。

10.6 种子发芽指数

按 NY/T 3442—2019 附录 D 的规定执行。

10.7 粪大肠菌群数

按 GB 7959—2012 附录 D 的规定执行。

10.8 蛔虫卵死亡率

按 GB 7959—2012 附录 E 的规定执行。

10.9 磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、恩诺沙星、达氟沙星、沙拉沙星、泰乐菌素

测定方法见附录 D。

11 质量控制

11.1 采样过程质量控制

11.1.1 采样全过程应双人采样并记录。

11.1.2 同一采样点采集的平行样品测定结果差异较大时，应仔细检查原因，以消除出现差异的因素，必要时重新采样。

11.2 检测分析质量控制

11.2.1 实验室接样人员应首先核对采样记录、样品编号、保存条件和有效期等。符合要求的样品方可开展检测分析。

11.2.2 检测分析过程中采用市售有证标准样品进行质量控制，每 20 个样品至少加一个已知浓度的质控样品。

11.2.3 测试结果超出方法规定的允许误差时，取有效期内的样品复测一次，允许误差符合规定后报出。

12 证实方法

畜禽粪便监测过程应形成记录。重点核查以下内容：

- 监测方案规定的相关检测工作是否完成；
- 监测项目与本文件规定的指标是否一致；
- 采样布点设计与布点记录是否一致；
- 采样记录表与样品数量是否一致；
- 采样记录表中样品编号是否唯一；
- 样品保存和检测过程的相关记录是否符合检测方法要求。

附 录 A
(规范性)
四分法简图

四分法简图见图 A.1。

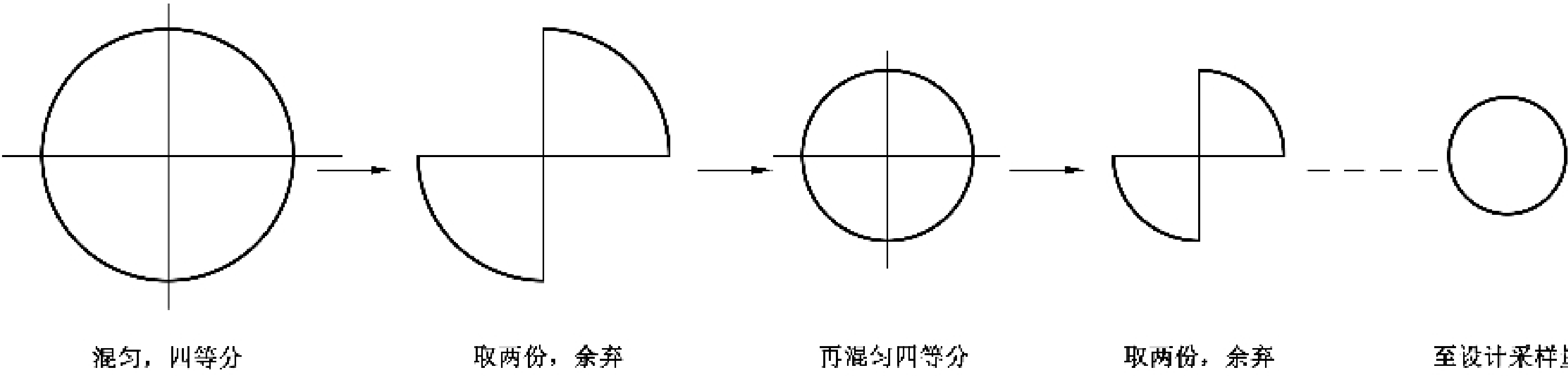


图 A.1 四分法简图

附 录 B
(资料性)
畜禽粪便采样记录表

畜禽粪便采样记录表内容和格式见表 B.1。

表 B.1 畜禽粪便采样记录表

共 页 第 页

畜禽场(户)名称					
畜禽场(户)地址	省(市、自治区)	市(州、盟)	县(市、区、旗)	乡(镇、街道)	村(社区)
畜禽种类		饲养类型			
粪便处理工艺					
粪便感官描述	颜色	气味	含水情况	其他	
		☐ 无味 ☐ 轻臭味 ☐ 重臭味	☐ 较干 ☐ 湿润 ☐ 糊状 ☐ 水状		
样品编号	采样位置	采样日期	采样时间	现场预处理情况	备注
现场情况记录			采样点位置示意图(含经纬度)		

记录人：_____ 采样人：_____ 日期： 年 月 日

附 录 C
(资料性)
畜禽粪便样品标签

畜禽粪便样品标签内容和格式见图 C.1。

畜禽粪便样品标签			
采样样品编号			
监测点名称			
采样地点			
现场预处理	☐ 有	☐ 无	
采样日期：	年	月	日
	采样人：		

图 C.1 畜禽粪便样品标签

附 录 D
(资料性)

畜禽粪便中磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、恩诺沙星、
达氟沙星、沙拉沙星、泰乐菌素的测定液相色谱-高分辨质谱法

D.1 原理

试样中的药物残留用 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液和乙腈提取,经 QuEChERS 方法净化,用液相色谱-高分辨质谱仪测定,基质匹配标准曲线校准,外标法定量。

D.2 试剂或材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

- D.2.1 水:GB/T 6682,一级水。
- D.2.2 甲醇:色谱纯。
- D.2.3 乙腈:色谱纯。
- D.2.4 乙酸乙酯:色谱纯。
- D.2.5 50%甲醇溶液:取 50 mL 甲醇于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。
- D.2.6 流动相 A:称取 0.15 g 乙酸铵,置于 1 000 mL 容量瓶中,加水溶解后,再加 2 mL 甲酸,用水定容,混匀。
- D.2.7 流动相 B:准确量取 2 mL 甲酸于 1 000 mL 容量瓶,用甲醇定容,混匀。
- D.2.8 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液:分别称取无水磷酸氢二钠 10.9 g,乙二胺四乙酸二钠 3 g,柠檬酸 12.9 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,混匀。
- D.2.9 甲醇溶液(+1% H₂O+1% 乙腈):取 1 mL 水和 1 mL 乙腈于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容,混匀。
- D.2.10 标准储备溶液(10 μg/mL):分别准确称取标准品适量,按照表 D.1 对应药物的溶剂配制成磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、恩诺沙星、达氟沙星以及泰乐菌素的标准储备溶液。恩诺沙星、达氟沙星、沙拉沙星、磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶标准储备溶液于-20℃以下贮存,有效期 12 个月;泰乐菌素标准储备溶液-20℃以下贮存,有效期 2 个月。或购买商品化有证标准储备溶液。

表 D.1 各药物信息及其对应溶剂

药物名称	英文名称	CAS 号	化学式	纯度/%	溶剂
磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	99.0	甲醇(D.2.2)
磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	98.0	甲醇(D.2.2)
磺胺二甲嘧啶	Sulfadimidine	57-68-1	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	99.0	甲醇(D.2.2)
磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxin	1220-83-3	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	95.7	甲醇(D.2.2)
恩诺沙星(恩氟沙星)	Enrofloxacin	93106-60-6	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₃	98.0	甲醇溶液(D.2.9)
达氟沙星(单诺沙星)	Danofloxacin	112398-08-0	C ₁₉ H ₂₀ FN ₃ O ₃	98.0	甲醇溶液(D.2.9)
沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	C ₂₀ H ₁₇ F ₂ N ₃ O ₃	98.0	甲醇溶液(D.2.9)
泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0	C ₄₆ H ₇₇ NO ₁₇	98.0	乙酸乙酯(D.2.4)

D.2.11 混合标准中间溶液(1 $\mu\text{g/mL}$):分别准确量取 8 种标准储备溶液(D.2.10)各 1 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 50%甲醇溶液(D.2.5)定容,摇匀。临用现配。

D.2.12 混合标准工作溶液(100 ng/mL):准确量取混合标准中间溶液(D.2.11)1 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 50%甲醇溶液(D.2.5)定容,摇匀。临用现配。

D.2.13 QuEChERS 盐析包:每份含 4 g 硫酸钠及 1 g 氯化钠。

D.2.14 QuEChERS 除脂分散净化剂:每份含 1 g 净化剂,或性能相当的产品。

D.2.15 微孔滤膜:0.22 μm ,有机系。

D.3 仪器设备

D.3.1 液相色谱-高分辨质谱仪:配有电喷雾离子源的飞行时间质谱。

D.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g 和 0.01 g。

D.3.3 涡旋混合仪。

D.3.4 离心机:转速不低于 9 500 r/min。

D.3.5 氮吹仪。

D.3.6 冷冻干燥机。

D.4 基质空白试样

选取混合均匀、待测物保留时间处仪器响应值小于方法定量限对应响应值的 30%的畜禽粪便作为基质空白样品。制备和贮存方法按表 1 执行。

D.5 试验步骤

D.5.1 提取

平行做两份试验。准确称取试样 2 g(精确到 0.01 g),置 50 mL 离心管中,加入 8 mL Na_2EDTA -McIlvaine 缓冲液(D.2.8),涡旋混匀,再加入 10.0 mL(V_1)乙腈(D.2.3),涡旋 1 min 后加入 1 份萃取盐包(D.2.13),静置 10 min 使盐析分层,9 500 r/min 条件下离心 10 min,准确量取 8 mL(V_2)的上层清液于 15 mL 离心管中,在 40 $^{\circ}\text{C}$ 吹干,用 2 mL 乙腈(D.2.3)复溶,备用。

D.5.2 净化

称取含 0.5 g 除脂分散净化剂(D.2.14)于 15 mL 净化管,加入 2 mL 水,混匀、涡旋 2 min 后,将上述复溶液(D.5.1)全部转移至净化管中(V_3),涡旋 1 min,在 9 500 r/min 条件下离心 5 min,上清液过滤膜,待测。

D.5.3 基质匹配混合标准系列溶液的制备

取若干份空白试样,按 D.5.1 和 D.5.2 处理,制备空白试样溶液。吸取适量的混合标准工作溶液(D.2.12)和混合标准中间溶液(D.2.11),用空白试样溶液稀释,配制成质量浓度为 1 ng/mL 、2 ng/mL 、5 ng/mL 、10 ng/mL 、20 ng/mL 、50 ng/mL 、100 ng/mL 基质匹配混合标准系列溶液,供液相色谱-高分辨质谱仪测定。

D.5.4 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,柱长 150 mm,内径 3.0 mm,粒径 1.8 μm ,或性能相当者;
- b) 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;

- c) 流速:0.4 mL/min;
- d) 进样量:2 μ L;
- e) 梯度洗脱条件见表 D.2。

表 D.2 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	95	5
0.5	95	5
3.0	85	15
10.0	60	40
18.0	0	100
23.0	0	100
23.1	95	5
26.0	95	5

D.5.5 质谱参考条件

质谱参考条件如下:

- a) 离子源:电喷雾离子源;
- b) 扫描方式:正离子模式(ESI+);
- c) 碎裂电压:125 V;
- d) 干燥气温度:250 $^{\circ}$ C;
- e) 雾化气压力:241.315 kPa(35 psi);
- f) 毛细管电压:3 000 V;
- g) 采集模式:Scan MS 及 Target MS/MS;
- h) Scan MS 模式监控窗口: 10×10^{-6} (10 ppm),扫描范围:50 $m/z\sim1\ 300\ m/z$;
- i) Target MS/MS 模式监控窗口: 15×10^{-6} (15 ppm),扫描范围:50 $m/z\sim1\ 000\ m/z$;
- j) 采集频率:2 spectra/s;
- k) 参比离子:121.050 873、922.009 798。

D.5.6 高分辨质谱谱库构建

输入目标药物的中英文名称、CAS 号及分子式(见表 D.1),由高分辨质谱谱库构建软件计算得到每个标准品的理论质量数。利用 100 ng/mL 的混合标准工作溶液在全扫描(MS Scan)模式下进行测定,得到每个药物的保留时间和母离子精确质量数测定值;在二级离子扫描(Target MS/MS)模式下,对每种药物进行碎片离子谱图采集,并将其导入高分辨质谱谱库,与相应药物的保留时间、精确质量数测定值、中英文名称、CAS 号、分子式等信息相关联,完成谱库构建,全扫描模式下的色谱图见图D.1~图 D.8。

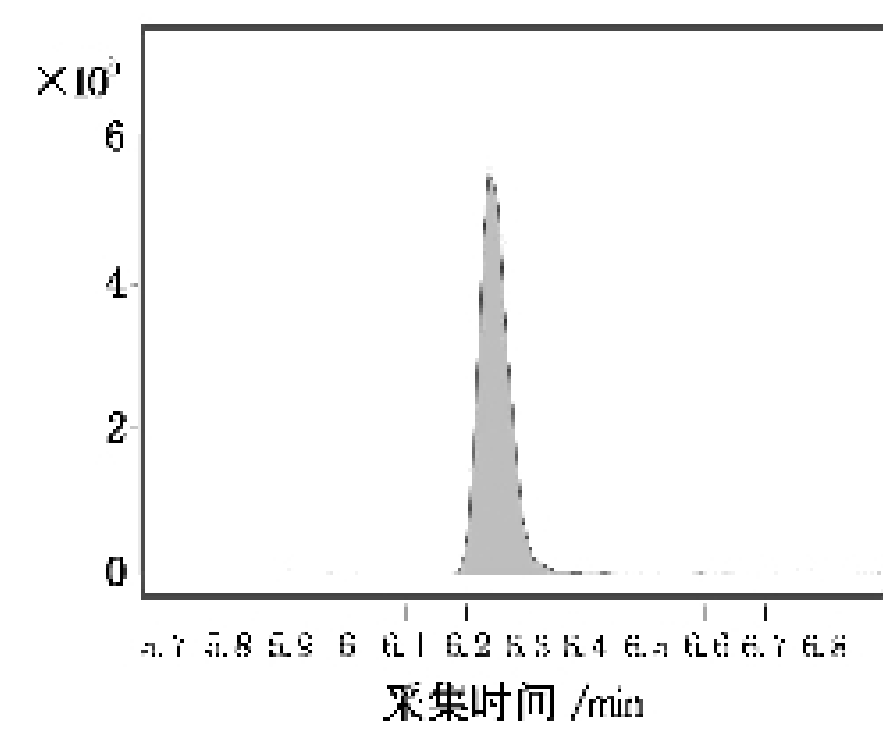


图 D.1 磺胺嘧啶 (RT=6.1 min)

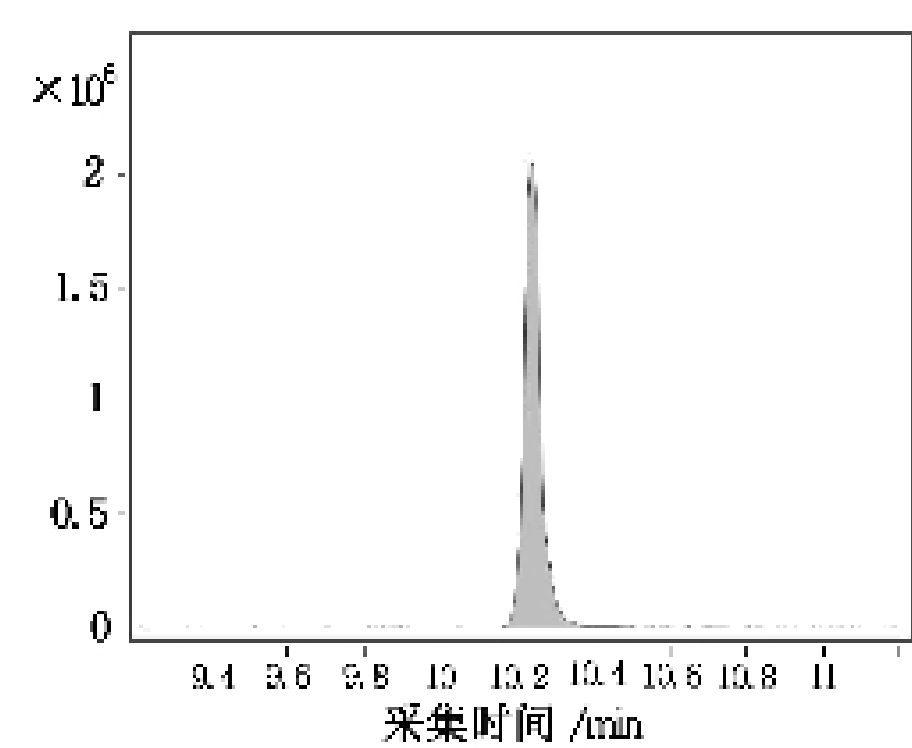


图 D.2 磺胺甲噁唑 (RT=10.2 min)

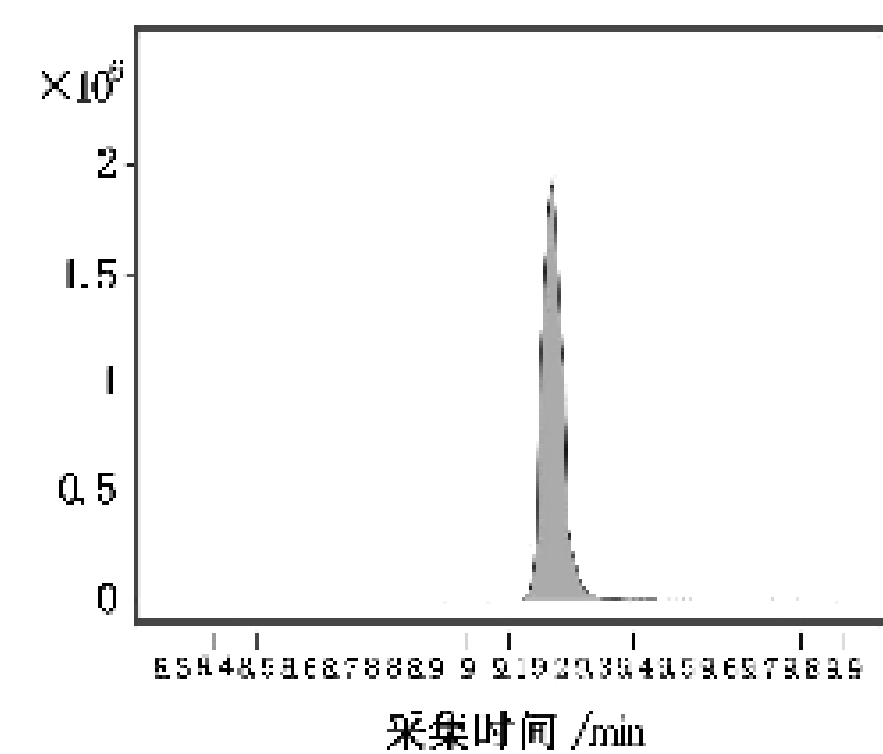


图 D.3 磺胺二甲嘧啶 (RT=9.0 min)

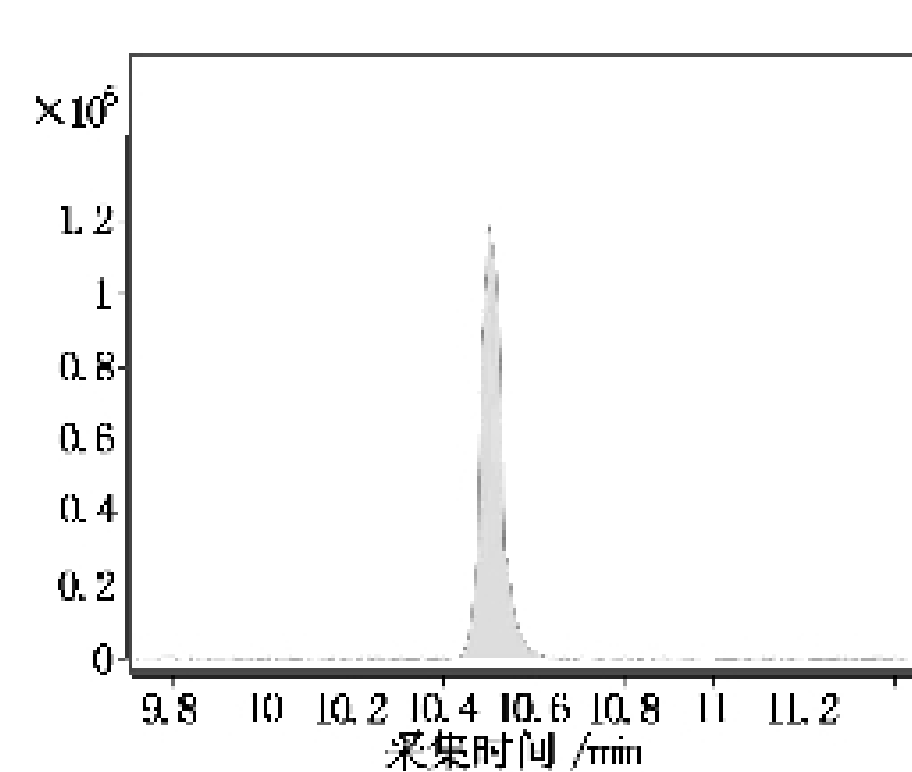


图 D.4 磺胺间甲氧嘧啶 (RT=10.4 min)

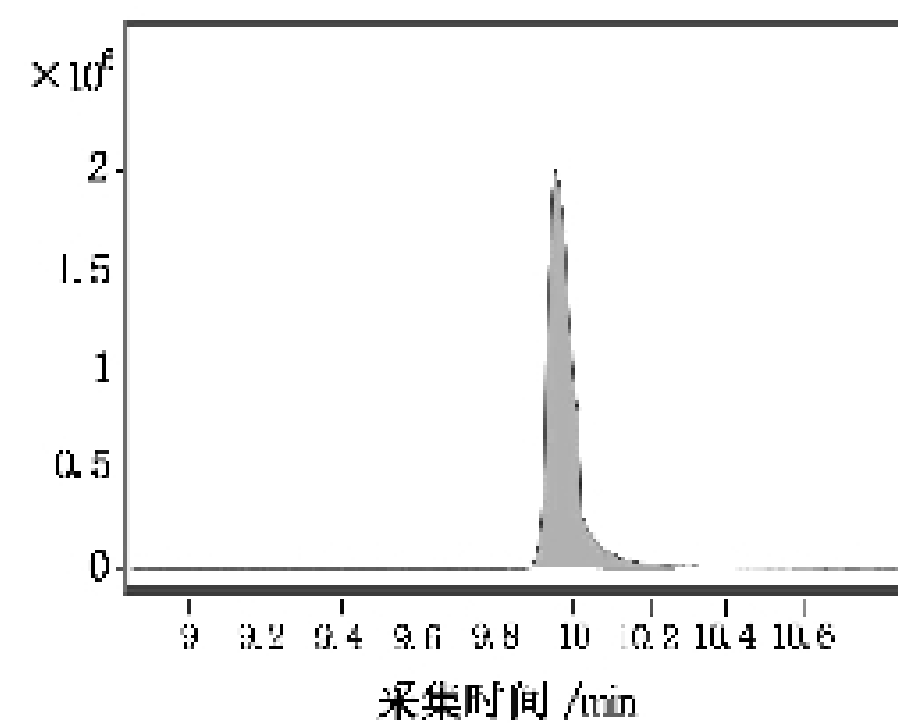


图 D.5 恩氟沙星 (RT=9.9 min)

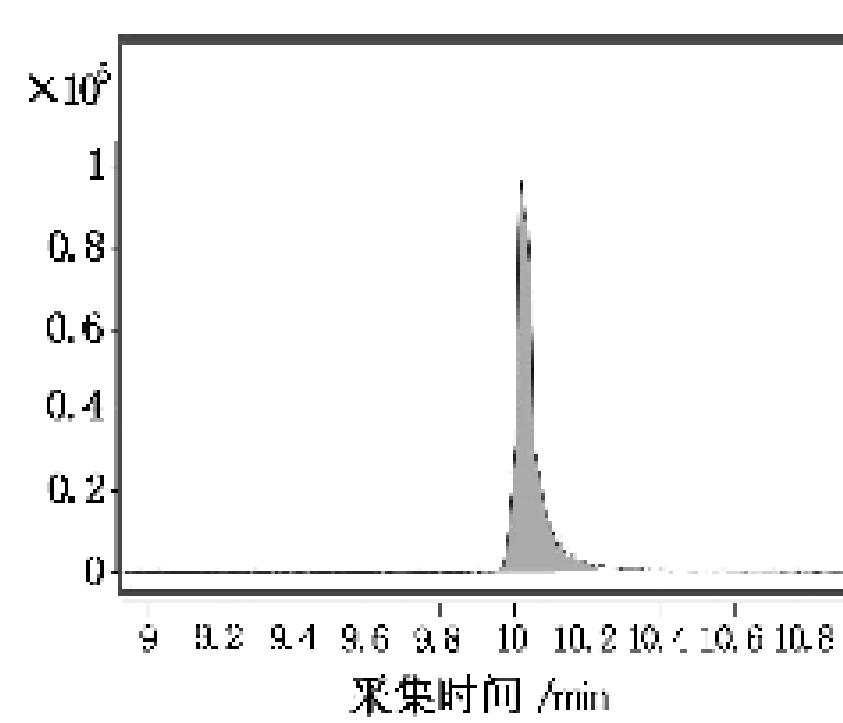


图 D.6 达氟沙星 (RT=9.9 min)

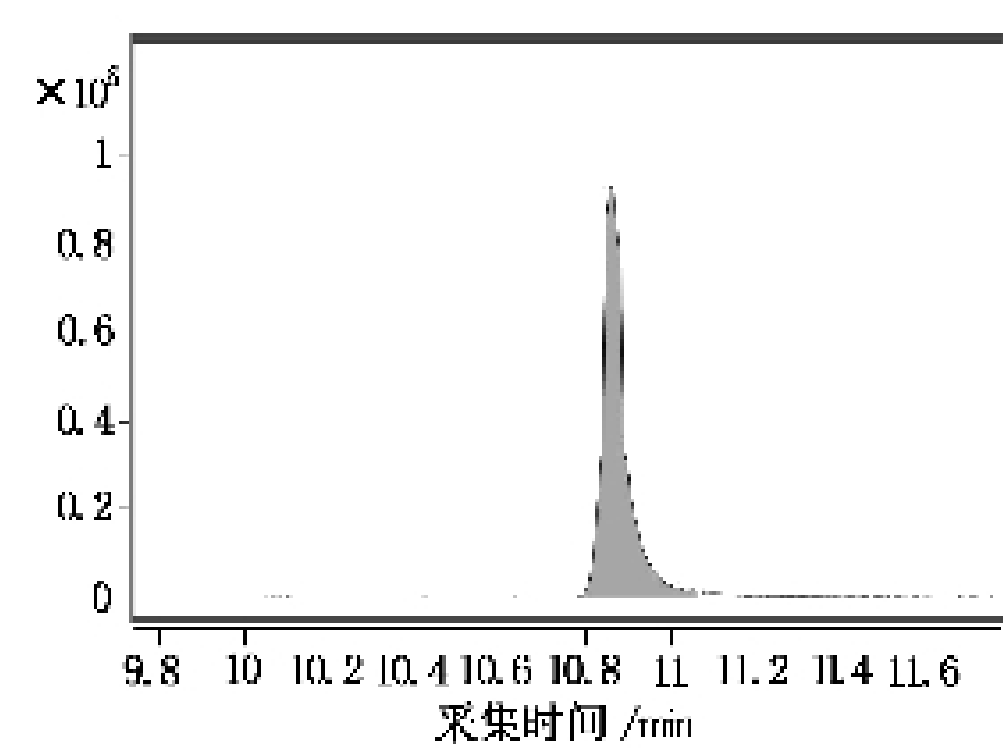


图 D.7 沙拉沙星 (RT=10.8 min)

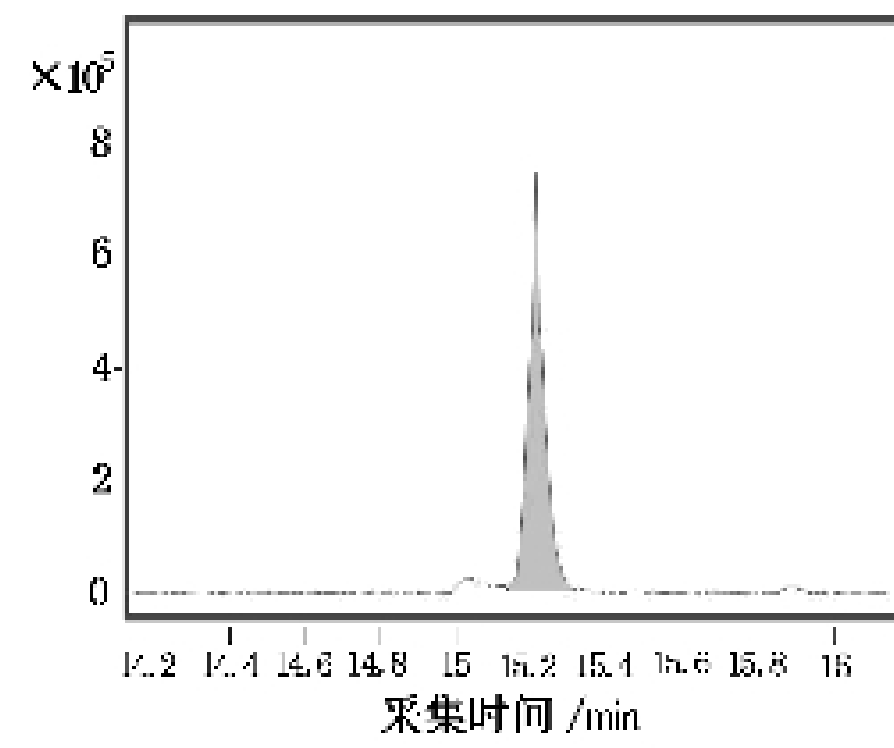


图 D.8 泰乐菌素 (RT=15.2 min)

D.5.7 鉴别

依据全扫描(MS Scan)模式下保留时间及精确质量数测定值进行鉴别。如检出的色谱峰保留时间与谱库中的保留时间偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内,且母离子精确质量数与理论质量数的偏差小于或等于 5×10^{-6} (5 ppm),则可以初步判断试样中含有该种药物。

D.5.8 确认

对于初步鉴别为阳性的药物,在二级离子扫描(Target MS/MS)下检测其在不同碰撞能下典型的二级碎片离子(见表 D.3),如果至少有 2 个及以上丰度较高的碎片离子与谱库中相应的碎片离子质量数偏差小于或等于 10×10^{-6} (10 ppm),且上述二级碎片离子与浓度接近的标准工作液中对应的碎片离子的相对丰度一致,即偏差不超过表 D.4 规定的范围,且平行试验结果一致的情况下,可判定为试样中存在该种药物。

表 D.3 药物及分析的相关信息

药物名称	理论精确质量数	典型二级碎片离子	方法检出限(LOD) /(μg/kg)	方法定量限(LOQ) /(μg/kg)
磺胺嘧啶	251.059 7	156.011 4/108.044 4/185.082 2	50	125
磺胺甲噁唑	254.059 4	92.046 8/108.044 4/156.008 0	25	125
磺胺二甲嘧啶	279.091 0	186.033 2/156.011 4/92.049 5	50	125
磺胺间甲氧嘧啶	281.070 3	156.010 0/108.044 4/92.049 5	25	125
恩诺沙星(恩氟沙星)	360.171 8	342.161 2/316.182 0/245.107 3	5	12.5
达氟沙星(单诺沙星)	358.156 2	340.145 6/314.166 3/96.080 8	12.5	25
沙拉沙星	386.131 1	368.120 5/342.141 2/299.098 0	12.5	25
泰乐菌素	916.526 4	174.112 5/772.445 1/598.355 9	50	125

表 D.4 确证分析时相对离子丰度的最大允许相对偏差

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

D.5.9 定量

以目标药物基质匹配标准系列工作溶液(D.5.3)的浓度为横坐标,色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关系数应不低于 0.99。所测试样中药物的响应值应均在该标准曲线的线性范围内。若超出该线性范围,则需减少试样量重新试验。

D.6 试验数据处理

试样中某种被测药物残留量以质量分数 w_i 计,数值以微克每千克(μg/kg)表示,按式(D.1)计算:

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_1 \times V_3}{m \times V_2}$$

.....(D.1)

式中:

ρ_i ——由基质标准曲线查得的试样中某种被测药物的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_1 ——提取液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——氮吹前体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——净化后体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

D.7 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值应不大于该算数平均值的 15%。

D.8 方法检出限和定量限

方法检出限和定量限见表 D.3。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
-