

农业行业标准

《饲料中 9 种解热镇痛类药物的测定 液相色谱串联质谱法》

编制说明

(公开征求意见稿)

北京市兽药饲料监测中心

2026 年 2 月

目 录

一、任务来源及标准制定背景	3
1.1 任务来源	3
1.2 标准制定背景	3
1.3 工作过程	6
二、标准编制原则、主要内容及其确定依据	9
2.1 编制原则	9
2.2 主要内容及其确定依据	10
三、标准主要实验技术制定和验证	1
3.1 仪器分析条件的确定	2
3.1.1 色谱条件的确定	2
3.1.2 质谱参考条件的确定	5
3.1.3 工作液稀释溶剂的选择	7
3.2 提取和净化方法的选择	8
3.2.1 提取方法的确定	8
3.2.2 净化方法的选择	10
3.2.3 实验步骤的确定	14
3.2.4 样品的基质效应	15
3.2.5 标准溶液有效期的确定	16
3.3 方法学技术指标的论证考察	18
3.3.1 线性范围	18
3.3.2 方法的检出限和定量限	21
3.3.3 方法的准确度与精密度	39
3.3.4 方法适用性验证	66
3.3.5 实际样品考察	67
3.3.6 结论	67
四、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益	68
五、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况	69
六、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因	69
七、与有关法律、行政法规及相关标准的关系	69
八、重大分歧意见的处理经过和依据	69
九、涉及专利的有关说明	70
十、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议	70
十一、其他应当说明的事项	70

一、任务来源及标准制定背景

1.1 任务来源

本标准的制定任务来源于 2023 年农业行业标准制定与修订项目，任务名称：“制定《饲料中解热镇痛类药物的测定 液相色谱-串联质谱法》”，项目顺序号 NYB-23080。本标准由北京市兽药饲料监测中心牵头，天津市农业生态环境监测与农产品质量检测中心、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、上海市动物疫病预防控制中心（上海市兽药饲料检测所）、上海爱博才思分析仪器有限公司、北京精益捷检测科技有限公司等单位共同承担。

1.2 标准制定背景

解热镇痛药是指能使发热畜禽的体温恢复正常，但对正常畜禽的体温没有影响的一类药物，这类药物也具有中等强度的镇痛作用。常用的解热镇痛药按化学结构可分为水杨酸类、苯胺类、吡唑酮类、丙酸类等。解热镇痛药物种类很多，在本标准中将起草单位前期饲料风险监测非法添加预警筛查工作中发现的解热镇痛药作为重点，并考虑到养殖一线实际使用情况和相对低廉价格可能带来违法使用的风险，在本标准中选择常见的安替比林、保泰松、对乙酰氨基酚、安乃近、萘普生、双氯芬酸、吲哚美辛、阿司匹林、布洛芬等 9 种解热镇痛药物作为本标准研究对象。上述 9 种药物的特点和作用如下：

阿司匹林：是最常见的解热镇痛药物，通常用于治疗动物的轻微疼痛和慢性炎症，控制发烧，以及缓解疼痛，在有水存在的情况下容易代谢为水杨酸。

对乙酰氨基酚：也称为扑热息痛，主要作为中小动物的解热镇痛

药物，用于发热、肌肉痛、关节痛和风湿症的治疗和预防等。

安乃近：一种非甾体抗炎药（NSAID），具有显著的镇痛、退烧、抗炎和抗风湿作用。它通过抑制环氧化酶（COX）活性，减少前列腺素的合成，从而减轻炎症反应和疼痛感。是使用历史最长的解热镇痛类药物。

吡哌美辛：常见的兽用效果包括清热、消炎、抗风湿。最新研究表明该药物还具有减轻免疫反应、止泻、增加抗菌药组织血药浓度、改善精液品质等作用。

双氯芬酸：是一种衍生于苯乙酸类的非甾体消炎镇痛药，其作用机理为抑制环氧化酶活性，从而阻断花生四烯酸向前列腺素的转化。同时，它也能促进花生四烯酸与甘油三酯结合，降低细胞内游离的花生四烯酸浓度，而间接抑制白三烯的合成，主要用于辅助治疗奶牛临床型乳房炎引起的发热。

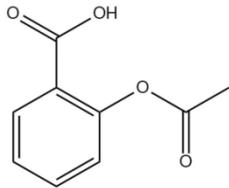
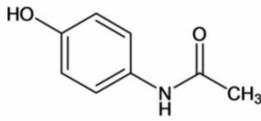
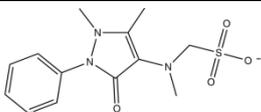
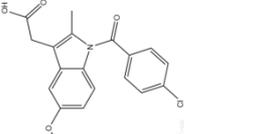
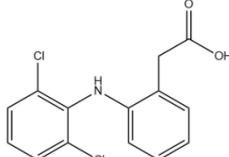
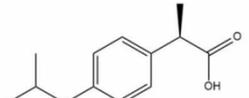
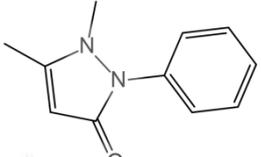
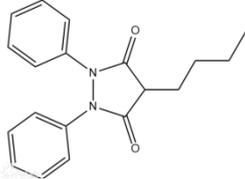
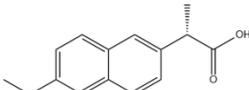
布洛芬：目前只批准在人类中使用，但部分兽医会给家养宠物开具此药物，可以减轻动物发热后的肿胀和炎症反应。

安替比林：有解热、镇痛、止痉作用，常用于中、小动物的解热镇痛治疗。

保泰松：主要用于小动物的解热镇痛的治疗。

萘普生：用于解热、镇痛，主要用于动物类风湿性关节炎、强直性脊柱炎、痛风、运动系统（如关节、肌肉及腱）的慢性疾病以及轻中度疼痛，药效比保泰松强。

表 1 9 种解热镇痛类药物的化学基本信息

序号	中文通用名称	结构式	CAS 号	分子式
1	阿司匹林		50-78-2	C ₉ H ₈ O ₄
2	对乙酰氨基酚		103-90-2	C ₈ H ₉ NO ₂
3	安乃近		68-89-3	C ₁₃ H ₁₆ N ₃ NaO ₄ S
4	吲哚美辛		53-86-1	C ₁₉ H ₁₆ ClNO ₄
5	双氯芬酸		15307-86-5	C ₁₄ H ₁₁ Cl ₂ NO ₂
6	布洛芬		15687-27-1	C ₁₃ H ₁₈ O ₂
7	安替比林		60-80-0	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ O
8	保泰松		50-33-9	C ₁₉ H ₂₀ N ₂ O ₂
9	萘普生		22204-53-1	C ₁₄ H ₁₄ O ₃

饲料端“禁抗”后，农业农村部及各省市饲料质检机构开展了相关风险监测工作，实现对饲料生产、经营、使用环节全面监管，在近年

监管工作中在部分混合型饲料添加剂、天然植物饲料原料或者宣称“替抗”的产品中均发现有解热镇痛类药物的违法添加；但目前饲料中尚无解热镇痛药检测的相关方法，只能依据自建的筛查方法进行，对违法结果的认定缺乏方法依据。因此，研究和建立饲料中解热镇痛类药物的检测方法，对实现饲料中药物违法添加的有效监控，有效遏制滥用药物的行为，保障畜产品的质量安全，提高对饲料中解热镇痛类药物违法使用的监测监管能力，饲料安全监管可提供有力的技术支撑。

1.3 工作过程

1.3.1 成立标准工作小组

在接到标准制定任务后，北京市兽药饲料监测中心制定了标准工作计划，成立了标准编制小组，落实了人员分工，详见表 2。

表 2 标准主要起草人员和任务分工

人员	职称	任务分工
XX	高级畜牧师	项目主持人，负责标准制定整个流程和技术文件指标确定
XX	高级畜牧师	样品收集
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	副研究员	主要技术指标确定
XX	中级工程师	主要技术指标确定
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	畜牧师	主要技术指标确定、文本整理
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	畜牧师	文本整理
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	无	仪器主要技术指标确定
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定
XX	畜牧师	文本整理
XX	高级畜牧师	主要技术指标确定

1.3.2 标准修订技术路线和方案制定

在任务分工后，标准编制小组查阅了国内外有关标准和文献资料，制定了标准制定的主要内容和技術路线草案，确定标准修订的主要内容、技术路线（见图 1）、分工、完成时限等。

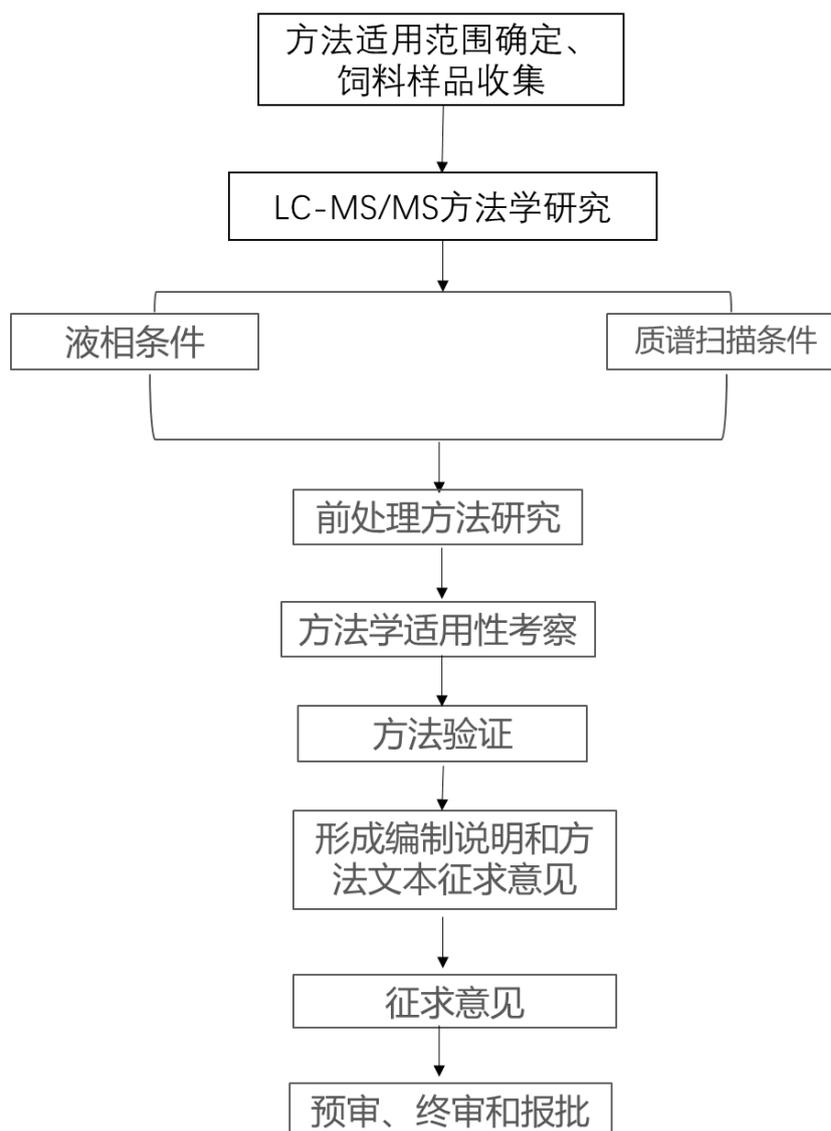


图 1 标准制定技术路线图

1.3.3 样品收集、方法学研究和实际样品检测

2023 年 1 月~2024 年 6 月，开展样品收集、方法学研究和实际样品检测。

1.3.4 编写编制说明和征求意见稿、定向征求意见和标准验证

2024年6月-2024年12月，标准编制小组完成标准文本、编制说明定向征求意见稿编制工作。2025年1月~4月，标准编制小组发送省部级饲料质检机构、大中型饲料企业实验室、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的质检机构、科研院所、高校、企业等单位的专家征求意见。标准编制小组根据定向征求意见，共发出21专家，收到21名专家意见，来自18家单位，共收到了116条意见建议，其中采纳86条，部分采纳或不采纳30条。按照专家意见补充了相关试验和数据，修改、完善标准文本和编制说明，委托武汉海关技术中心、辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院和中国农业科学院北京畜牧兽医研究所完成本标准的复核验证工作，2025年8月形成标准文本和编制说明预审稿。

1.3.5 组织专家对标准进行审查，形成预审意见

2025年10月22日，北京市兽药饲料监测中心组织专家对《饲料中解热镇痛类药物的测定 液相色谱串联质谱法》（预审稿）进行了认真审查。专家组由杨秀玉、谷旭、程林丽、孟庆石、杨发树、张丽英、杨文军等7位组成。专家组在听取起草单位汇报的基础上，认真审查了标准文本及编制说明的预审稿，提出了以下修改意见：

①建议将标准名称修改为《饲料中9种解热镇痛类药物的测定液相色谱串联质谱法》。

答复：修改了标准名称。

②确定第7章“尽快检测”的具体时间，并在编制说明中补充相关数据。

答复：确定了尽快检测的具体时间为 6h 内，并在编制说明中进行了补充数据补充完善（见三、标准主要实验技术制定和验证）。

③在编制说明中进一步补充待测物选择背景、实际样品的测定结果等相关资料。

答复：在编制说明中完善了待测物的选择背景和实际样品的检测结果（见 1.2 标准制定背景和 3.3.5 实际样品考察）。

④按 GB/T 1.1-2020 和 GB/T 20001.4-2015 的要求进一步规范标准文本和编制说明。

答复：已按要求将标准文本和编制说明进行修改。

专家组一致同意审查通过，建议标准起草单位按照上述意见进一步修改后形成公开征求意见稿，送全国饲料工业标准化技术委员会秘书处审核。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 编制原则

（1）在编制过程中，起草单位查阅了国内外有关文献资料，参考了其他行业部门制定的类似的标准方法，如 GB/T 22971-2008 《牛奶和奶粉中安乃近代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》和 SN/T 1922-2007 《进出口动物源性食品中对乙酰氨基酚、邻乙酰水杨酸残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》等。本着严格遵循科学依据，与国际水平接轨，并且准确、实用的原则，完成了检测方法标准的研究工作，起草了标准的征求意见稿和编制说明。本标准的主要参数、公式、性能要求等主要依据为：GB/T1.1-2020《标准化工作 导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T20001.4-2015 《标准

编写规则 第 4 部分：试验方法标准》。

(2) 制定的方法能够满足相关饲料标准和质量安全监管工作需要。

(3) 制定的方法具科学性、可靠及普遍适用、操作简单，易于推广使用。

2.2 主要内容及其确定依据

国内外相关参考文献报道中的分析方法如表 3 所示，现有文献报道中只对部分解热镇痛药或者常见人用药物进行了检测方法建立，无法满足常见的多种解热镇痛类药物的分析；此外操作过程较为繁琐，且部分需要内标，无法满足经济、环保的检测方法需要。标准制定结合国内外检测技术发展趋势和我国饲料行业发展现状，力求做到技术上先进、经济上合理，确保标准方法的准确性、可靠性和通用性。

表3 文献报道中的分析方法

序号	目标物	适用范围	称样量	提取溶液	提取液体体积 ml	提取稀释倍数	提起方式	净化方式	净化浓缩倍数	样品-上机浓缩-稀释倍数	检测方法	定量方法	定量限 $\mu\text{g/kg}$	方法来源
1	安替比林	混合型饲料添加剂	2g	甲醇	20	10	振荡 20min	MCX 固相萃取柱	-	-	LC-MS/MS	外标法	50	[1]
2	保泰松	牛奶、奶粉	1g	四氢呋喃-正己烷	5	5	剧烈震荡 30min	-	5	-	LC-MS/MS	外标法	5	[2]
3	对乙酰氨基酚	动物源性食品	2g	乙腈	20	10	振荡 20min	HLB 固相萃取	5	-	LC-MS/MS	外标法	0.5	[3]
4	安乃近	牛奶	5g	乙腈	20	4	振荡 15min	液液萃取	-	5	LC-MS/MS	同位素	5	[4]
5	萘普生	中药、保健品	单次服用剂量	甲醇	40	-	超声 20min	-	-	-	LC-MS/MS	外标法	0.015	[5]
6	双氯芬酸	猪肉、牛肉	5g	乙腈	10	2	涡旋振荡 30min	-	10	-	LC-MS/MS	外标法	-	[6]
7	吲哚美辛	人尿	0.1ul	乙腈	1	10	涡旋振荡 2min	-	-	-	HPLC	外标法	0.1	[7]
8	布洛芬	人尿	0.1ul	乙腈	1	10	涡旋振荡 2min	-	-	-	HPLC	外标法	0.1	[7]

9	阿司匹林	血浆	200ul	乙 腈、 乙酸 乙酯	0.5	2.5	涡旋 20s	-	-	-	LC- MS/MS	同位 素	10	[8]
---	------	----	-------	---------------------	-----	-----	-----------	---	---	---	--------------	---------	----	-----

[1]张婧,徐汀,黄家莺,等.混合型饲料添加剂中4种非法添加的解热镇痛类药物测定[J].中国饲料,2024,(23):288-294.DOI:10.15906/j.cnki.cn11-2975/s.2024110001zk.

[2]中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.牛奶和奶粉中保泰松残留量的测定 液相色谱-串联质谱法:GB/T 22977-2008[S].中国标准出版社,2008.

[3]进出口动物源性食品中对乙酰氨基酚、邻乙酰水杨酸残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法:SN/T 1922-2007[S],2007.

[4]中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.牛奶和奶粉中安乃近代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法:GB/T 22971-2008[S].中国标准出版社,2008.

[5]黄越燕,屠婕红,徐宏祥,等.UPLC-MS/MS法快速测定中药及保健食品中非法添加17种抗炎镇痛类化学药的研究[J].中草药,2016,47(02):246-254.

[6]烟利亚.液相色谱串联质谱法测定猪肉和牛肉中双氯酚酸、氟尼辛、加米霉素的残留量[J].广州化工,2024,52(13):82-86.

[7]刘丰,周辉,袁泰先.高效液相色谱法同时测定人尿液中布洛芬和吲哚美辛的浓度[J].中国药房,2017,28(26):3631-3634.

[8]王翠翠,赵晴,谢新,等.HPLC-MS/MS法同时测定人血浆中替格瑞洛和阿司匹林及其代谢物[J].中国医院药学杂志,2022,42(01):24-28.DOI:10.13286/j.1001-5213.2022.01.05.

三、标准主要实验技术制定和验证

本标准的主要技术内容（包括技术要求和试验方法）说明如下：

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T6682 中规定的一级水。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

固态样品试样的制备均按 GB/T14699.1 抽取有代表性的饲料样品，用四分法缩减取约 200g，按照 GB/T20195 制备样品，粉碎后过 0.425mm 孔径的分析筛，混匀，装入磨口瓶中，备用。

液态和膏状样品，分布均匀的直接装入密闭容器中；分布不均匀的匀浆后装入密闭容器中，2~8℃ 保存备用，并于 6h 内完成检测。

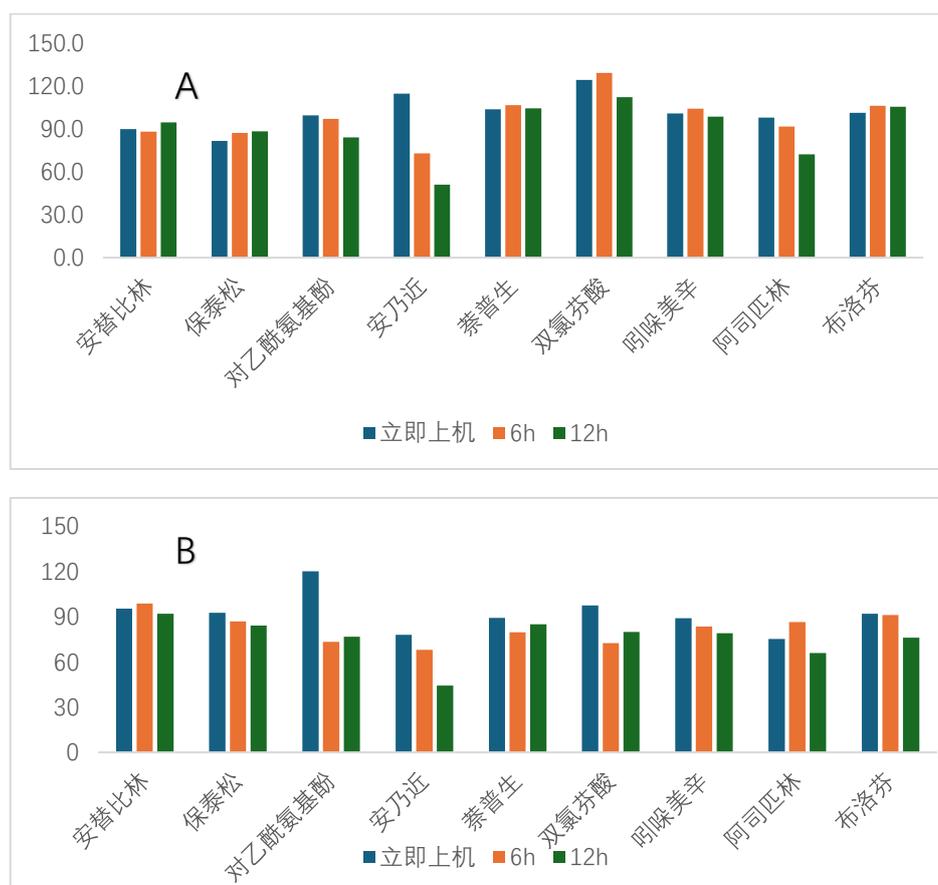


图 2 液态 (A) 和半固态 (B) 样品不同检测 (立即检测、6h 和 12h) 完成时间下的回收率

3.1 仪器分析条件的确定

3.1.1 色谱条件的确定

3.1.1.1 色谱柱的选择

由于解热镇痛类药物均为极性化合物，本标准方法中计划采用实验室反向色谱分析最常用的 C18 色谱柱进行分析，同时由于测定 9 种解热镇痛药，高效的分离是 9 种物质在色谱上互不干扰的主要目的，同时也由于后续净化过程中采用的直接除脂的方式，因此最终选择了以“薄壳”工艺进行装填的 C18 色谱柱进行考察，这类色谱柱的特点是耐脏。在目标化合物分离度满足试验要求的前提下，最终确定柱长 100 mm，内径 3.0 mm，且粒径 2.7 μm 的超高效液相色谱柱为分析柱，同时考察了不同品牌色谱柱包括安捷伦 poroshell EC 120、Waters Cortecs 和安谱 PPR Pro 系列的 C18 色谱柱进行验证(图 3)，结果表明 9 种化合物在不同品牌的色谱柱上均有很好的分离度，且安捷伦的 poroshell 120 EC-C18 在保留时间、峰形和峰面积响应等参数上表现都较好，本研究中确定 poroshell 120 EC-C18 色谱柱为最优分离条件。

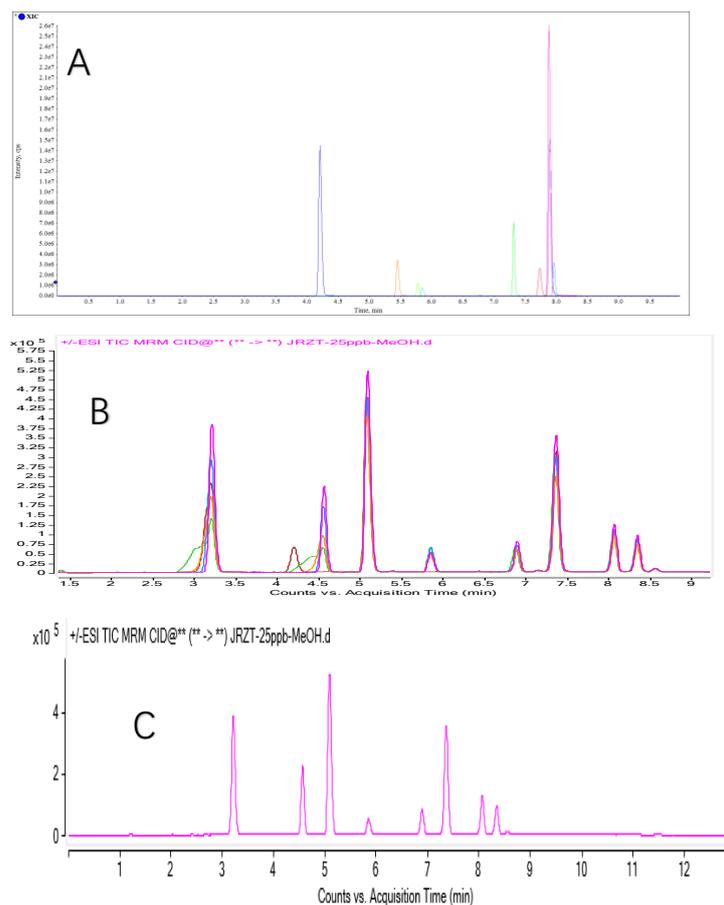


图 3 不同色谱柱的分离效果图 (A: Waters Cortecs; B: 安捷伦 poroshell 120 EC-C18; C: 安谱 PPR Pro, 25 ng/mL)

3.1.1.2 流动相及梯度的确定

为了提高色谱分析效率，提高目标化合物的灵敏度，本试验流动相采用洗脱能力较强的甲醇作为有机相，同时在水中加入 1mmol/L 乙酸铵，使流动相成为缓冲体系，有利于检测结果的重现；同时选用梯度洗脱方式，在提高检测灵敏度的同时，能够将样品中的绝大多数杂质从色谱柱洗脱下来，延长色谱柱的使用寿命。本标准方法研究试验使用 Sciex 6500Qtrap 液相色谱-串联质谱仪，该仪器购于 2016 年，仪器检测灵敏度至今仍然很高，同时考虑到甲醇给对乙酰氨基酚和阿司匹林带来的溶剂效应，同时最小体积进样保护仪器，最终将进样量确

定为 2 μ L (图 4)。在保证仪器性能的前提下,不同温度对待测物的响应影响无差异(图 5),故本标准方法将柱温设定为常见的 35 $^{\circ}$ C。

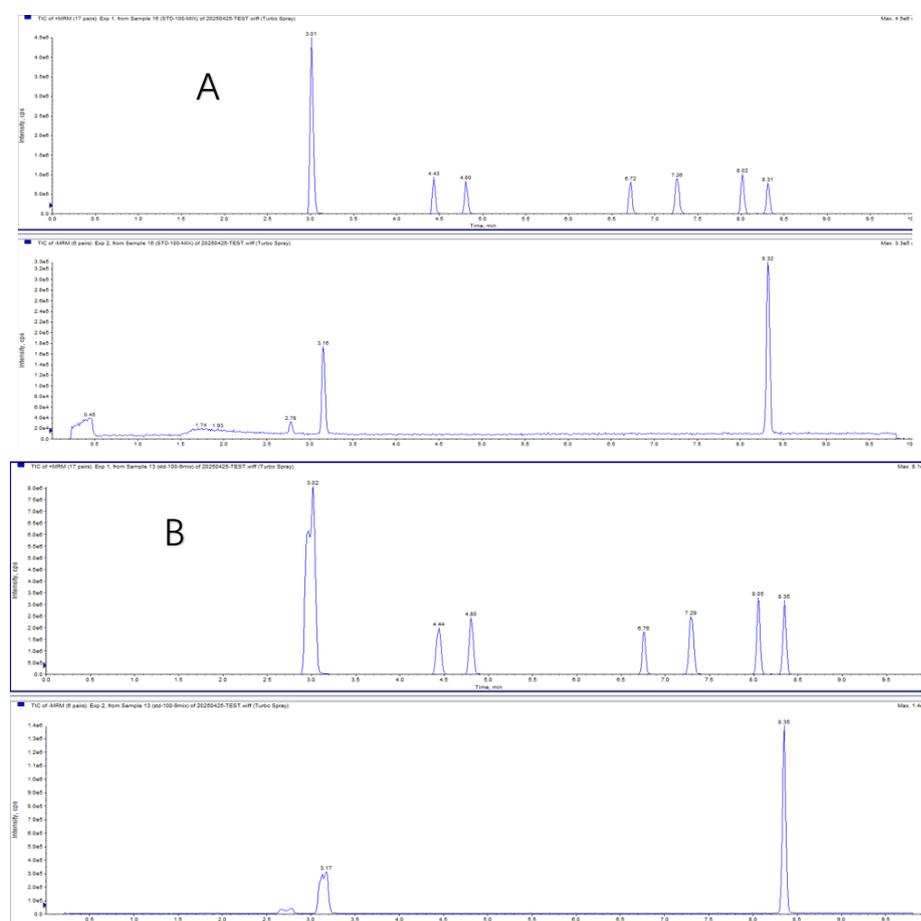


图 4 不同进样量下的溶剂效应对比 (浓度 100ng/mL, A: 2 μ L; B: 5 μ L)

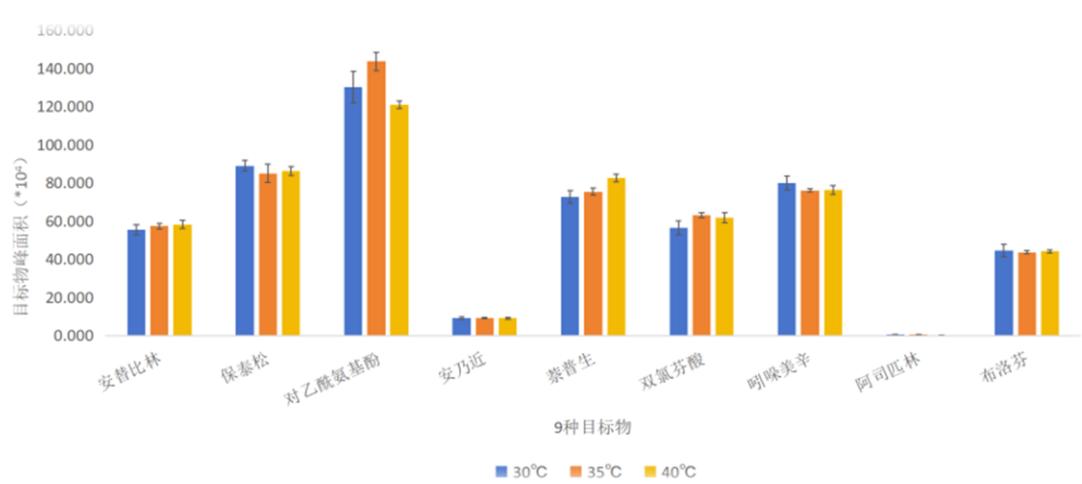


图 5 不同柱温对待测物响应的影响

液相色谱梯度参考条件如下:

- 1) 色谱柱: poroshell EC-C18, 柱长 100 mm, 内径 3 mm, 粒

径 2.7 μm ，或者性能相当者；

2) 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ ；

3) 流速：0.4 mL/min；

4) 进样量：2 μL ；

5) 流动相：A：1 mM 乙酸铵；B：甲醇，梯度洗脱程序见表 3。

表 3 梯度洗脱程序

时间 (min)	A相 (1mM乙酸铵) %	B相 (甲醇) %
0	95	5
10	0	100
13	0	100
13.1	95	5
15	95	5

3.1.2 质谱参考条件的确定

由于仪器厂家不同，质谱设置的参数也不尽相同，本标准在研究初期就同时使用不同厂家的液质联用仪（安捷伦、waters 和 sciex）进行参数优化和选择，以达到方法普适的效果。同时，在实际应用中，不同厂家的液相色谱仪应在自身条件下优化关键参数，以达到最佳灵敏度。在本标准制定过程中主要使用 Sciex 6500Qtrap 液相色谱串联质谱仪，分别用安替比林、保泰松、对乙酰氨基酚、安乃近、萘普生、双氯芬酸、吲哚美辛、阿司匹林、布洛芬的标准溶液在质谱扫描模式下获得各物质的一级和二级质谱图，选择响应值高、干扰小且具有代表性的两对离子分别作为定量离子对和定性离子对，然后采用混合标准溶液在多反应监测（MRM）模式下优化相关质谱参数（表 4）。

离子源：电喷雾离子源（正负扫描）；

扫描方式：正负离子扫描；

检测方式：MRM；

毛细管电压：4.0kV/-4.7 kV；

离子源温度：500 °C；

表 4 定性定量特征离子质谱参考条件

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子	CE	DP	极性
		(m/z)	(碰撞能量 V)	(去簇电压 V)	
Antipyrine 安替比林	189.1	104.0*	29	90	Positive
		131.0	32		
Phenylbutazone 保泰松	309.1	160.1*	23	120	Positive
		190.1	27		
Paracetamol 对乙酰氨基酚	152.1	110.0*	38	65	Positive
		65.1	21		
Metamizole 安乃近	230.1	104.0*	20	70	Positive
		97.1	30		
Naproxen 萘普生	231	185.0*	55	70	Positive
		141.0	20		
Diclofenac acid 双氯芬酸	296	250.0*	26	60	Positive
		215.0	18		
Indometacin 吲哚美辛	358.1	139*	70	90	Positive
		111.0	26		
Ibuprofen 布洛芬	205.1	161.0*	-12	-45	Negative
		205.1	-10		
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	178.8	137.1*	-12	-5	Negative
		93.1	-30		

注：*表示定量离子对。

必须注意的是，布洛芬在以 Ar 为碰撞气的液相色谱串联质谱仪中，该离子对无法得到，只能得到 m/z 为 205.0/161.0 的子离子对，只能用 m/z 为 205.1/205.1 直接进行定性，同时使用 m/z 为 205.0/161.0 进行定量分析，涉及的常见的液相色谱串联质谱仪的品牌有 waters、Thermo fisher 和岛津（图 6）。

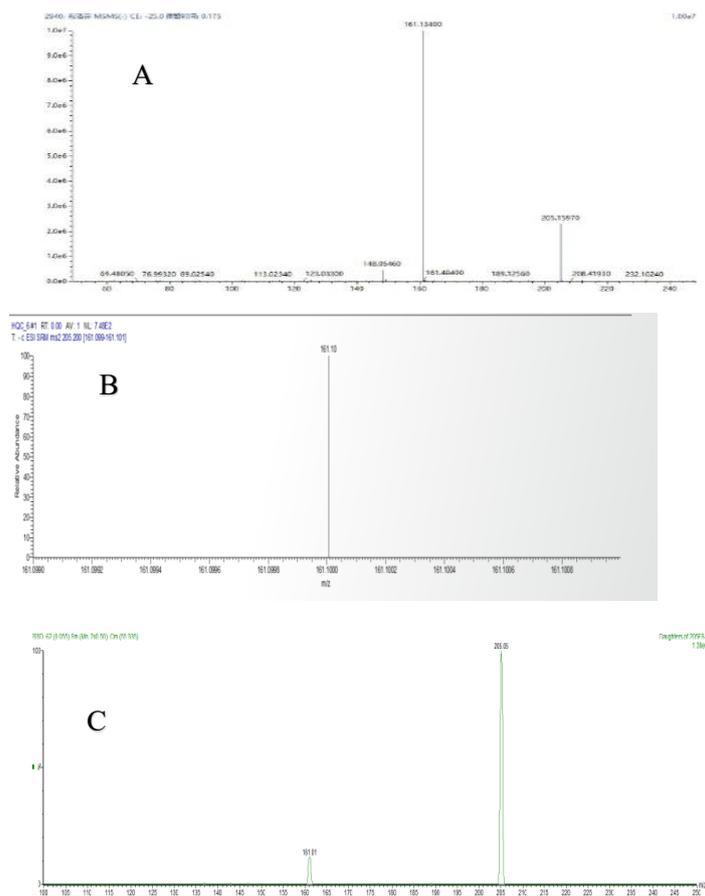


图 6 以 Ar 为碰撞气的液相色谱串联质谱仪中布洛芬的二级离子碎片图
(A: 岛津; B: Thermo fisher; C: waters)

3.1.3 工作液稀释溶剂的选择

尝试使用中性溶剂甲醇、2%甲酸乙腈、2%氨化乙腈、80%乙腈水、乙腈等进行作为上机稀释液，其中甲醇和 80%乙腈水效果较好，但由于水存在情况下阿司匹林、安乃近容易降解，因此选择用甲醇配制标准品（图 7）。

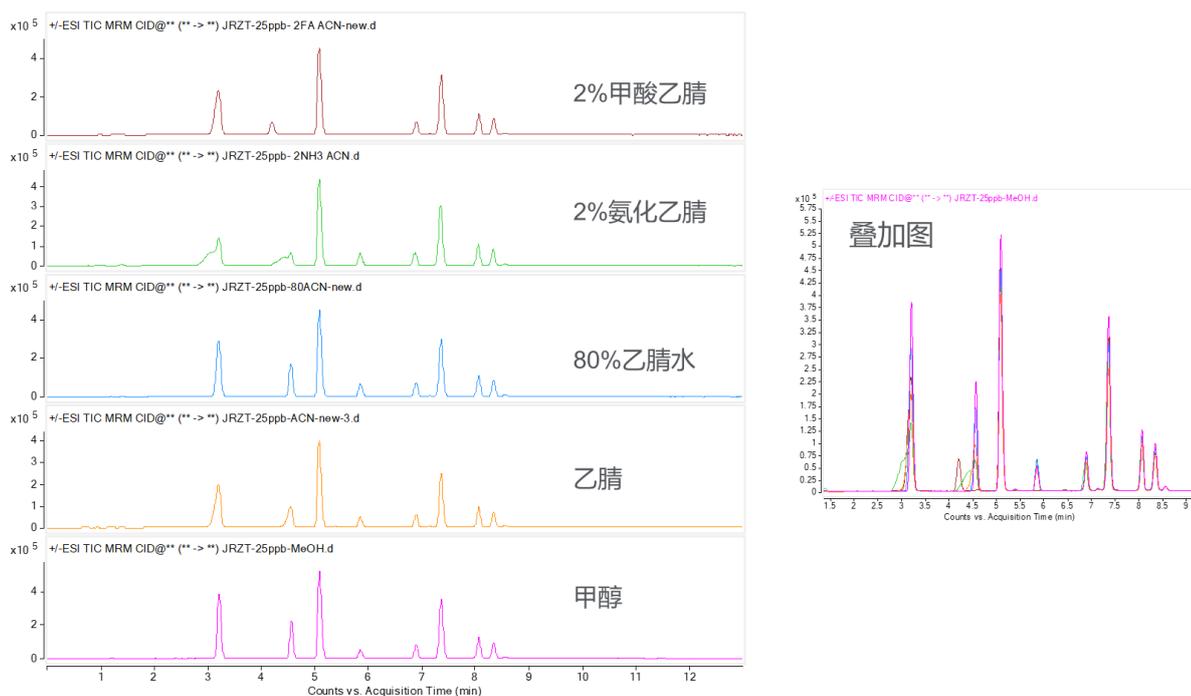


图 7 不同稀释溶剂的效果比较

3.2 提取和净化方法的选择

3.2.1 提取方法的确定

由于解热镇痛类药物包括的种类较多，虽然都是极性化合物但不同物质之间还是存在较大的化学性质差异，尤其是安乃近在有水的情况下易降解为 4-甲氨基安替比林，阿司匹林在有水的情况下也非常不稳定容易降解为水杨酸，在标准研究过程中为了能够将上述物质都提取出来，因此在提取中选取有机溶剂体系进行振荡提取，并且简化提取过程，分别选用 5% 甲酸乙腈、乙腈、甲醇、甲醇-乙腈 (8:2, V:V) 作为提取溶剂，在基质较为复杂的仔猪配合饲料中进行加标 (50 $\mu\text{g}/\text{kg}$) 进行了提取效率的比较，具体比较结果见图 8。

结果发现，5% 甲酸乙腈提取时，安乃近在酸性条件下不稳定，易分解，回收率低，阿司匹林也被水解为水杨酸，其余回收率 > 70%；乙腈提取，安替比林回收率 > 70%，其他化合物回收率均 < 50%；甲醇

提取，所有化合物回收率均>70%；在甲醇体系中加入了20%的乙腈溶液，提取效果更好，因此选用甲醇-乙腈(8:2, V:V)体系进行提取。

为了验证提取次数对测定结果的影响，试验考察了采用20 mL 甲醇-乙腈溶液1次振荡提取、10 mL 甲醇-乙腈溶液2次振荡提取和10 mL 甲醇-乙腈溶液1次振荡提取回收率情况，结果无差异，为了更好地节省试剂，简化操作过程，选择1次10 mL 甲醇-乙腈溶液提取的方法，结果见表5。

为了进一步考察提取时间对测定结果的影响，考察了每次提取时间分别为5 min、10 min、15 min的样品回收率，试验结果表明，随着提取时间增加，回收率并无明显增加。为综合考虑时间成本，简化操作过程，最终选择1次提取5 min。结果见表6。

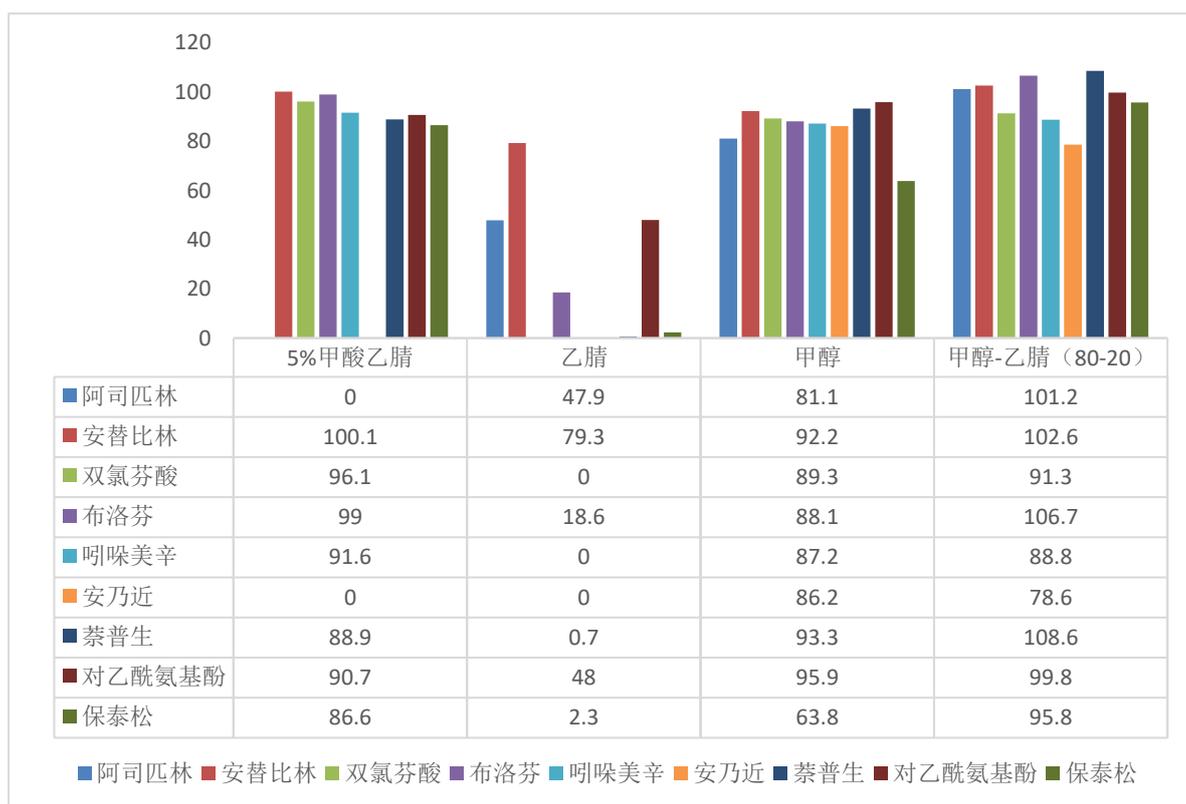


图8 不同提取溶剂的影响

表5 不同提取次数回收率试验结果 (n=3)

化合物名称	平均回收率 (%)		
	1次10mL提取	2次10mL提取	1次20mL提取

Antipyrine 安替比林	95.50	96.50	94.25
Phenylbutazone 保泰松	86.25	83.75	87.75
Paracetamol 对乙酰氨基酚	113.50	111.75	103.00
Metamizole 安乃近	96.88	90.25	97.00
Naproxen 萘普生	95.25	97.75	95.88
Diclofenac acid 双氯芬酸	94.00	94.75	95.00
Indometacin 吲哚美辛	94.75	93.25	96.40
Ibuprofen 布洛芬	96.38	95.38	97.13
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	107.50	113.50	103.25

表 6 不同提取时间回收率试验结果 (n=3)

化合物名称	平均回收率 (%)		
	5min	10min	15min
Antipyrine 安替比林	107.25	103.75	96.50
Phenylbutazone 保泰松	96.25	98.50	89.00
Paracetamol 对乙酰氨基酚	99.00	100.88	99.38
Metamizole 安乃近	103.0	101.3	95.2
Naproxen 萘普生	88.40	84.00	91.90
Diclofenac acid 双氯芬酸	94.7	101.9	92.8
Indometacin 吲哚美辛	101.7	103.6	93.0
Ibuprofen 布洛芬	102.5	83.7	92.30
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	96.8	113.5	113.7

3.2.2 净化方法的选择

饲料产品基质非常复杂，除含有大量蛋白质、脂肪、含氮浸出物外，生产时为了保证动物营养的全面性，往往还会添加各类维生素、矿物质等。如果不对样品提取液加以净化处理，试样提取溶液含有太多的杂质，可能会影响色谱分离效果，还会降低检测结果的准确性、灵敏度，而且对仪器产生极大的负荷，降低液相色谱-串联质谱联用仪使用寿命，因此选择适当的净化方法是十分必要的。

3.2.2.1 净化小柱的选择

相关国标、行标对解热镇痛类药物的研究较少，文献报道中的方法研究基本未涉及净化过程。主流的净化方法是固相萃取技术，利用固相萃取柱对待测物或样品中杂质选择性吸收，从而达到净化的目的。由于本方法中涉及 9 种解热镇痛类药物，同时阿司匹林和安乃近容易降解，如何选择净化柱成为影响结果的关键，在本标准制定过程中选取基质最为复杂的配合饲料-仔猪配合饲料 2 g，添加浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 9 种解热镇痛药物，固相萃取小柱的选择主要进行了以下步骤：

1. 不使用固相萃取净化小柱直接上机：结果如图 9 所示，9 种待测物质的回收率均可以达到 60%-120% 的要求，但饲料样品复杂，不进行净化直接上机会给色谱柱和仪器带来较大压力，且也无法保证其他类型的饲料样品基质是否也能保障较好的分析结果。

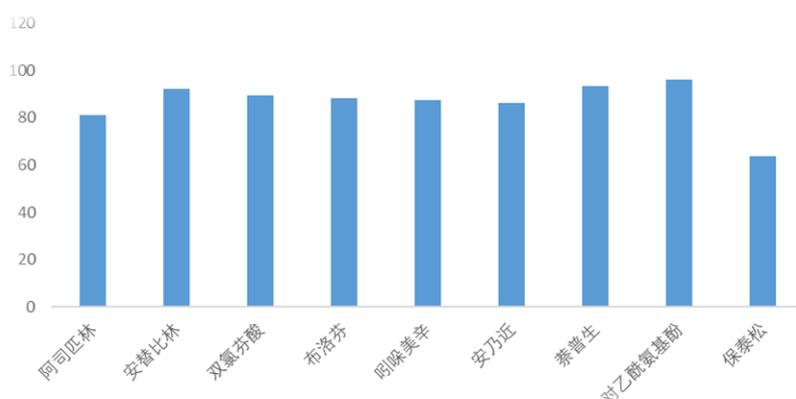


图 9 未净化的 9 种解热镇痛类药物的回收率结果

2. 选用市面上常见的 MCX 和 HLB 小柱开展净化条件的选择和优化，其中 MCX 小柱对吲哚美辛、双氯芬酸、安乃近、萘普生、阿司匹林、安替比林和布洛芬的保留不足 20%，分析原因主要在于 MCX 需要在酸性情况下（研究中使用 0.1% 甲酸水）上样，碱性条件下（5% 氨化甲醇）洗脱，阿司匹林和布洛芬在该净化条件下非常容易降解（图 10），吲哚美辛、双氯芬酸的保留效果也较差。HLB 小柱虽然对布洛

芬和安替比林的保留有显著提升，但吲哚美辛、双氯芬酸、安乃近、阿司匹林和萘普生的保留仍不能满足方法学要求。

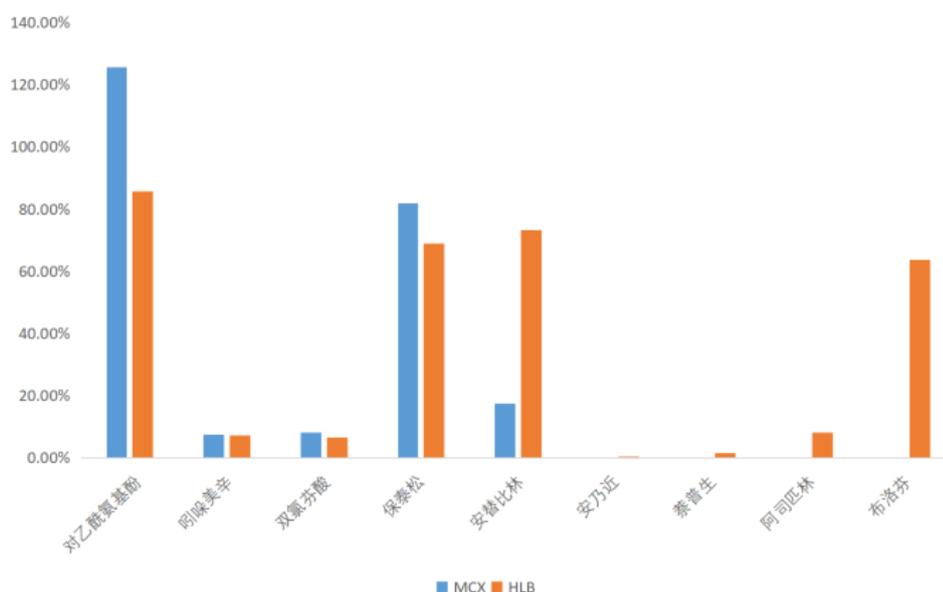


图 10 不同提取净化小柱对回收率的影响

3. 尝试采用类似 QuEChERS 直接除杂的方式进行净化，选用市面上常见的基质增强型脂肪去除固相萃取小柱有效吸附干扰物，通过去除饲料样品中的大部分脂质、色素等杂质干扰，从而降低基质效应，获得准确分析结果。操作如下：

用甲醇-乙腈（8:2，V/V）溶液提取后，选用了市面常见的磷脂去除小柱，包括安捷伦 Captiva EMR-Lipid（增强型脂肪去除固相萃取柱）小柱和安捷伦 LPD（直通式净化小柱）进行基质净化操作，结果显示安捷伦 Captiva EMR-Lipid 小柱均可以满足不同解热镇痛类药物的基质净化，安捷伦 LPD 中含有石墨化炭黑（Carbon S）和少量 PSA、C18 等，可能会在净化过程中吸附布洛芬、双氯芬酸、安乃近、萘普生等药物导致回收率下降。同时考虑到 Captiva EMR-Lipid 小柱的普及和经济等参数，最终选用 100 mg/3 mL 规格的进行，并对其净化条件进行摸索，经反复试验比对，最终确定净化条件为“准确移取上清液 2.4 mL，准确加入 0.6 mL 水，涡旋混合均匀，过 Captiva EMR-

Lipid 柱，流速小于 1mL/min 通过小柱，收集全部流出液，涡旋混匀后，过 0.22 μm 上机测定”。净化过程中无需进行氮吹和复溶过程，同时由于此类小柱需要在溶剂体系中加入 20%-50%的水完成活化，同时为了最大限度地保证阿司匹林等药物的稳定，因此取上清液 2.4 mL，加入 0.6 mL 水，保证高效净化要求（图 11）。

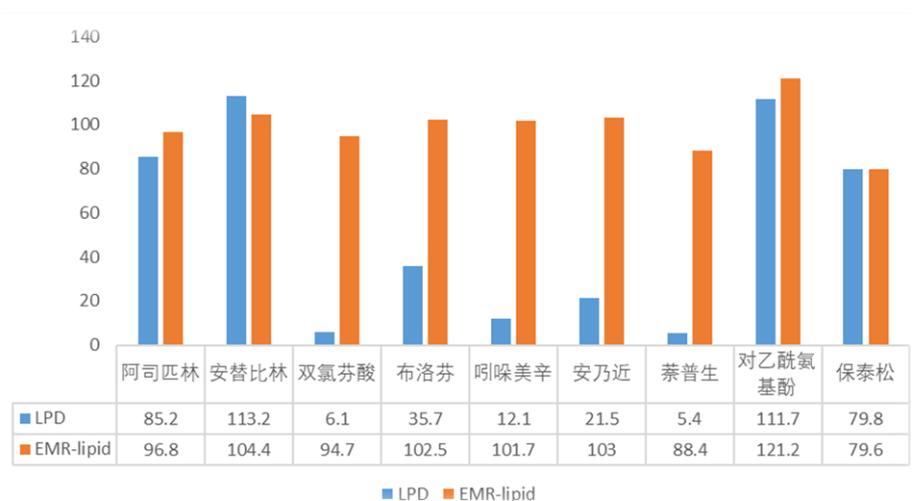


图 11 不同脂质去除净化柱对回收率的影响

3.2.2.2 不同厂家净化小柱效果比较

为了考察不同厂家除脂柱的效果，确定该方法的通用性，称取仔猪配合饲料 2 g，添加浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 9 种解热镇痛药物标准物质，考察市面上常见的 3 个不同厂家的小柱净化效果，研究结果确定不同厂家的效果无差异，平均回收率均在 70-120 %之间（图 12），均适用于本方法。

不同品牌包括：安捷伦 EMR-liquid、Anavo® HMR-Lipid 以及安谱牌脂质去除小柱。

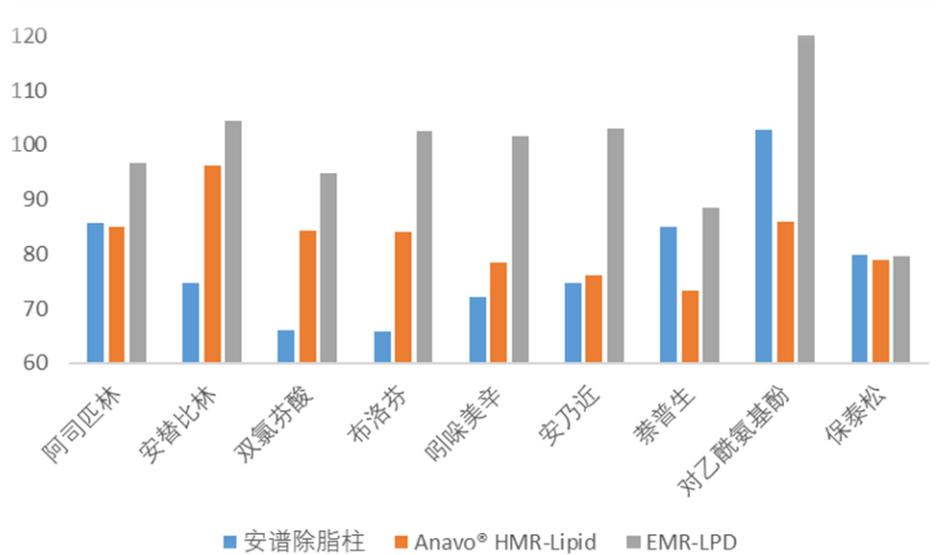


图 12 不同品牌除脂净化柱对回收率的影响

3.2.2.3 固相萃取小柱容量考察

由于方法中是采用固相萃取小柱直接进行净化除脂操作，非传统的先吸附、后洗脱的净化模式，容量的大小只影响基质的干净程度，因此无需对小柱容量进行考察。

3.2.3 实验步骤的确定

3.2.3.1 样品

固体样品按 GB/T 20195 制备样品，至少 200 g，粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的分析筛，充分混匀，装入密闭容器中，备用。分布均匀的液态和膏状样品，直接装入密闭容器中，按相关产品标准规定保存，备用。分布不均匀的液体样品和膏状样品匀浆后装入密闭容器中，2~8°C 保存，6h 内完成检测。

选取与待测样品类型相同、均匀一致且在待测物保留时间处仪器

响应值小于方法定量限 30%的饲料样品，作为空白试样。

3.2.3.2 提取

平行做 2 份试验。称取试样 2 g（精确到 0.001 g），置于 50 mL 离心管中，准确加入 10 mL 甲醇乙腈溶液（V:V=80:20），涡旋混合 30 s，振荡提取 5 min，8000 r/min 离心 5 min，准确移取 2.4 mL 上清液，准确加入 0.6 mL 水，涡旋 30 s，备用。

3.2.3.3 净化

将备用液全部过柱（流速小于 1 mL/min），挤干小柱，收集全部过柱液，涡旋混匀，微孔滤膜过滤，作为试样溶液，立即上机测定。

3.2.4 样品的基质效应

在使用液相色谱-串联质谱仪分析样品时，样品的一些共同提取物可能会对目标化合物的离子化效率产生影响，进而影响目标化合物的准确定量。对于液相色谱-串联质谱法，一般会出现目标化合物抑制的情况。饲料产品种类繁多，基质复杂，各种共同提取物会极大地影响液相色谱-串联质谱仪的灵敏性和精密度，降低检测结果的可靠性。因此需要考察方法的基质效应，确定是否需要采用基质匹配标准工作溶液。本标准中采用目前常用的相对响应值法进行评价，即在不考虑回收率的情况下，比较目标化合物在空白基质和纯溶液中的响应。基质效应因子(MF)=提取后的空白基质加入目标化合物的响应/纯溶液

中目标化合物的响应。一般认为 MF 在 0.8~1.2 之间认为弱基质效应，MF 高于 1.2 或者低于 0.8 认为强基质效应。

在本研究中选择基质最复杂的猪配合饲料进行基质效应的考察，在猪配合饲料中添加 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 9 种解热镇痛类药物，每种样品做五个平行上机测定计算基质效应因子，基质效应因子的平均值结果见表 7，相关待测物的基质效应的因子均在 0.8~1.2 之间，结果说明对目标化合物的抑制性较弱，可以直接使用外标法进行定量分析。

由于基质效应对液质方法的定性定量影响较大，只做一种饲料基质难以完全分析判断其他饲料品种和种类的基质影响，本标准研究中发现对乙酰氨基酚、阿司匹林、布洛芬、萘普生等物质的基质效应因子数值接近临界值，故在标准中还是采用基质匹配标准溶液进行定量分析。

表 7 猪配合饲料的基质效应因子 (n=5)

化合物名称	配合饲料
安替比林	0.905
保泰松	0.961
阿司匹林	0.812
对乙酰氨基酚	0.873
安乃近	0.902
萘普生	0.803
双氯芬酸	0.944
吲哚美辛	0.923
布洛芬	0.812

3.2.5 标准溶液有效期的确定

3.2.5.1 标准储备溶液有效期的确定

为确保检测方法的准确性，依据目标化合物的理化性质，对其标

准溶液稳定性进行验证，分别在 0 天、1 个月、2 个月、3 个月、3 个月、4 个月、5 个月、6 个月、9 个月和 12 个月将 9 种解热镇痛药用甲醇配制成 1 mg/mL 的标准储备溶液，放置于-18 °C进行冷冻保存，在此期间，用甲醇将不同时间配制成的标准储备溶液逐级稀释成 50 ng/mL 的工作液，与初始 0 天的峰面积比对进行标准溶液稳定性测试，每次连续进样 6 次，结果见表 8。

表 8 标准储备溶液稳定性测试结果

化合物名称 (1 mg/mL)	0 天	1 个月	2 个月	3 个月	4 个月	5 个月	6 个月	9 个月	12 个月
安替比林	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.97	0.97	0.94	0.90
保泰松	1.00	1.00	1.00	0.98	0.98	0.97	0.97	0.92	0.90
阿司匹林	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.97	0.97	0.94	0.90
对乙酰氨基酚	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.98	0.96	0.92	0.90
安乃近	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.96	0.97	0.95	0.90
萘普生	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.98	0.97	0.94	0.90
双氯芬酸	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.98	0.97	0.92	0.90
吲哚美辛	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.98	0.97	0.96	0.90
布洛芬	1.00	1.00	1.00	0.99	0.97	0.98	0.97	0.92	0.90

结果表明，当测定时间距离标准储备溶液配制时间为 9 个月的时候，标准储备溶液的浓度与新配制的标准储备溶液浓度相比降低超过了 5%，因此为保证标准储备溶液稳定性，减少试验误差，并参照 GB/T 27404—2008 中的“标准溶液参考有效期”的要求，同时考虑到实际检测过程中标准储备溶液反复冻融次数的频率较高，同时部分解热镇痛药的标准品价格适中，最终确定在-18 °C以下冷冻保存条件下，1.00

mg/mL 标准储备溶液有效期确定为 6 个月。

3.2.5.2 标准中间储备溶液有效期的确定

将上述 1.00 mg/mL 标准储备溶液用甲醇配制成 10 µg/mL 的中间储备液在-18 °C下保存 3 个月，分别在 0 天、14 天、1 个月、2 个月、3 个月与初始 0 天的峰面积比对进行稳定性测试。检测数据表明标准中间储备溶液在-18 °C以下保存 3 个月性质稳定，无明显的降解和变化，结果见表 9。

表 9 9 中间储备溶液稳定性测试结果

化合物名称 (10µg/mL)	0 天	14 天	1 个月	2 个月	3 个月
安替比林	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
保泰松	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
阿司匹林	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
对乙酰氨基酚	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
安乃近	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
萘普生	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
双氯芬酸	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
吲哚美辛	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99
布洛芬	10.00	10.00	10.00	9.99	9.99

3.3 方法学技术指标的论证考察

3.3.1 线性范围

本方法采用基质匹配标准曲线单点或者多点定量。其中标准曲线

的配制：取基质空白试样，按照提取和净化过程处理得到空白基质溶液。准确移取混合标准系列溶液适量后用氮气吹干，并准确加入空白基质溶液后混匀，配制成浓度为 10 ng/L、20 ng/L、50 ng/L、100 ng/L、200 ng/L 和 500 ng/L 的基质匹配标准系列溶液，相关线性结果如表 10-15 所示。如超过线性范围，应将试样和基质空白样品净化得到的溶液用混合提取溶液作同比例稀释后，从标准文本“8.3”步骤重新测定。单点校准定量时，试样溶液中待测物的峰面积与基质匹配标准溶液的峰面积相差不超过 30%。

表 10 9 种解热镇痛类药物基质匹配标准曲线线性实验结果（精料补充料）

化合物名称	基质匹配线性方程 (r)
安替比林	$y = 11185.09458 x + 6088.69460$ (r = 0.99739)
保泰松	$y = 22339.54580 x + 4145.98415$ (r = 0.99961)
对乙酰氨基酚	$y = 28249.61024 x + 14814.02364$ (r = 0.99975)
安乃近	$y = 1961.62562 x + 608.29733$ (r = 0.99893)
萘普生	$y = 17708.25956 x + 5990.44412$ (r = 0.99971)
双氯芬酸	$y = 12433.03841 x + 4750.75610$ (r = 0.99982)
吲哚美辛	$y = 15162.24507 x + 3723.46564$ (r = 0.99985)
阿司匹林	$y = 536.58963 x + 1912.15283$ (r = 0.99261)
布洛芬	$y = 8183.43975 x + 198.54174$ (r = 0.99939)

表 11 9 种解热镇痛类药物基质匹配标准曲线线性实验结果（配合饲料）

化合物名称	基质匹配线性方程 (r)
安替比林	$y = 11372.95275 x + -1465.43541$ (r = 0.99852)
保泰松	$y = 22266.12224 x + 262.72903$ (r = 0.99949)
对乙酰氨基酚	$y = 3.46311e4 x + 14690.60836$ (r = 0.99890)
安乃近	$y = 1812.33115 x + 532.03780$ (r = 0.99989)
萘普生	$y = 14401.91211 x + 12118.22390$ (r = 0.99866)
双氯芬酸	$y = 10539.05320 x + 7118.65603$ (r = 0.99992)
吲哚美辛	$y = 15213.25526 x + 3077.74521$ (r = 0.99917)
阿司匹林	$y = 350.61247 x + 544.10962$ (r = 0.99157)
布洛芬	$y = 7258.32473 x + 1908.12625$ (r = 0.99971)

表 12 9 种解热镇痛类药物基质匹配标准曲线线性实验结果（浓缩饲料）

化合物名称	基质匹配线性方程 (r)
安替比林	$y = 12461.47179 x + 2290.91951$ (r = 0.99911)
保泰松	$y = 22145.73016 x + 264.83057$ (r = 0.99985)
对乙酰氨基酚	$y = 3.72758e4 x + 14884.78645$ (r = 0.99887)
安乃近	$y = 2737.22906 x + 6.24718$ (r = 0.99947)
萘普生	$y = 15309.99010 x + 7439.80445$ (r = 0.99992)
双氯芬酸	$y = 14460.13126 x + -1046.63264$ (r = 0.99949)
吲哚美辛	$y = 15082.19370 x + 722.05692$ (r = 0.99982)
阿司匹林	$y = 214.75234 x + 2594.30192$ (r = 0.99567)
布洛芬	$y = 7465.55207 x + 1805.33899$ (r = 0.99944)

表 13 9 种解热镇痛类药物基质匹配标准曲线线性实验结果 (添加剂预混合饲料)

化合物名称	基质匹配线性方程 (r)
安替比林	$y = 8961.98052 x + 2979.42881$ (r = 0.99996)
保泰松	$y = 37.68176 x + 2167.86390$ (r = 0.99388)
对乙酰氨基酚	$y = 5547.58215 x + 3210.74360$ (r = 0.99840)
安乃近	$y = 1023.23757 x + 573.94007$ (r = 0.99054)
萘普生	$y = 9137.61437 x + 6271.17699$ (r = 0.99920)
双氯芬酸	$y = 7378.12267 x + 5322.82492$ (r = 0.99973)
吲哚美辛	$y = 12805.44709 x + 4948.06438$ (r = 0.99965)
阿司匹林	$y = 323.25832 x + 4989.64613$ (r = 0.99501)
布洛芬	$y = 7572.17607 x + 1763.80484$ (r = 0.99983)

表 14 9 种解热镇痛类药物基质匹配标准曲线线性实验结果 (混合型饲料添加剂)

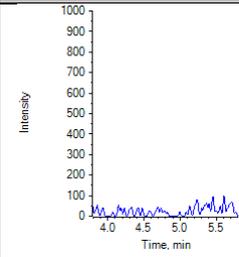
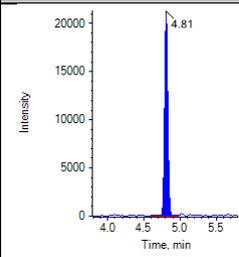
化合物名称	基质匹配线性方程 (r)
安替比林	$y = 12057.14259 x + 1438.89023$ (r = 0.99993)
保泰松	$y = 27239.89762 x + 1904.51338$ (r = 0.99996)
对乙酰氨基酚	$y = 15506.04221 x + -7112.66330$ (r = 0.99828)
安乃近	$y = 1683.28439 x + -1029.68606$ (r = 0.99562)
萘普生	$y = 12110.57887 x + 4207.93598$ (r = 0.99889)
双氯芬酸	$y = 10052.89546 x + 3719.23730$ (r = 0.99989)
吲哚美辛	$y = 13483.42646 x + 4549.15547$ (r = 0.99976)
阿司匹林	$y = 289.65237 x + 714.29277$ (r = 0.99026)
布洛芬	$y = 8025.90749 x + 972.47537$ (r = 0.99967)

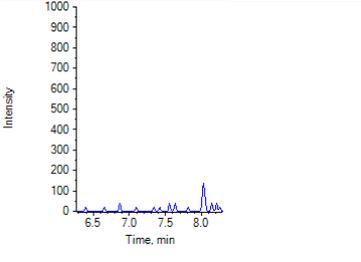
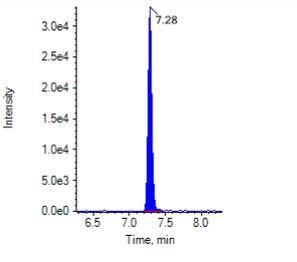
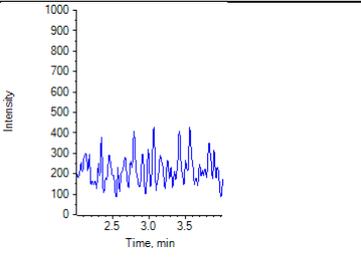
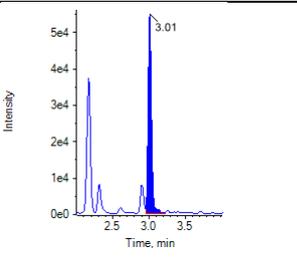
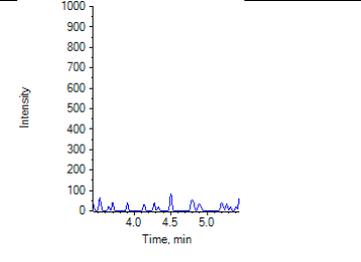
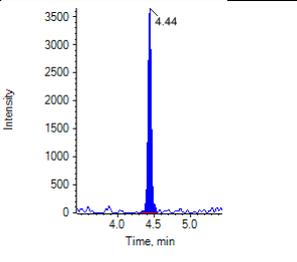
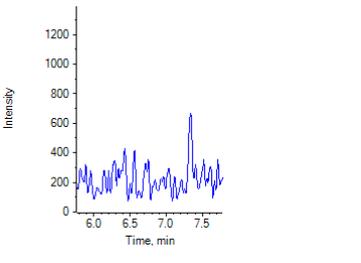
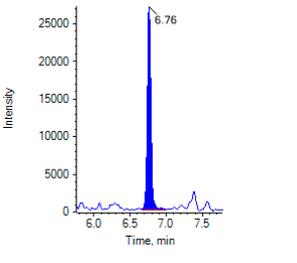
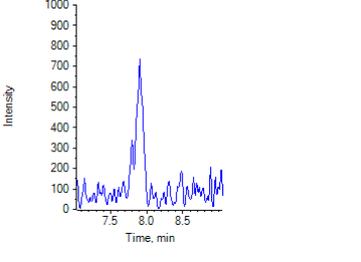
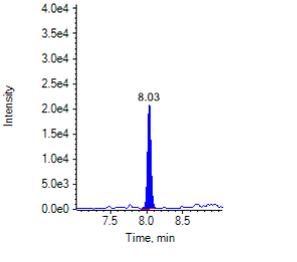
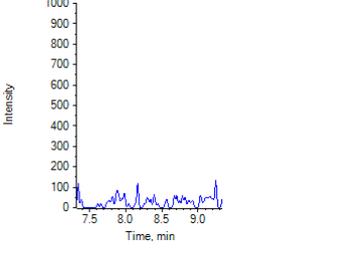
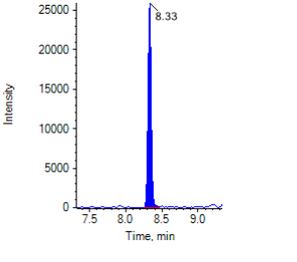
表 15 9 种解热镇痛类药物基质匹配标准曲线线性实验结果 (饲料原料)

化合物名称	基质匹配线性方程 (r)
安替比林	$y = 8966.95052 x + 1038.89023$ (r = 0.99993)
保泰松	$y = 26433.89762 x + 2106.5134$ (r = 0.99994)
对乙酰氨基酚	$y = 14556.04421 x - 7112.66330$ (r = 0.99828)
安乃近	$y = 1683.28439 x - 1329.6854$ (r = 0.99962)
萘普生	$y = 13032.5758 x + 3104.95398$ (r = 0.99889)
双氯芬酸	$y = 12140.57587 x + 543.93598$ (r = 0.99989)
吲哚美辛	$y = 14443.42646 x + 454.1547$ (r = 0.99976)
阿司匹林	$y = 272.65337 x + 724.2677$ (r = 0.99026)
布洛芬	$y = 862.9369 x + 952.477$ (r = 0.99967)

3.3.2 方法的检出限和定量限

利用空白饲料添加安替比林、保泰松、阿司匹林、对乙酰氨基酚、安乃近、萘普生、双氯芬酸、吲哚美辛、布洛芬浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的饲料样品，依照确定的色谱条件进行分析，进样 2 μL ，用噪声理论确定该方法即使在 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 添加时也能得出较好的结果，但药物如果通过饲料途径发挥作用时剂量一般需要在 mg/kg 的添加量，更好地满足实际需求，规定该方法的检出限为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，最低定量限 LOQ（10 倍信噪比，同时符合回收率要求）均为 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。不同饲料样本的空白基质和检出限水平下的 TIC 图见图 13-图 18；不同饲料基质样本不同药物在定量限添加浓度下（100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）的定量离子对特征色谱图如图 19 所示。

化合物名称	空白基质	检出限
安替比林		

保泰松		
对乙酰氨基酚		
安乃近		
萘普生		
双氯芬酸		
吲哚美辛		

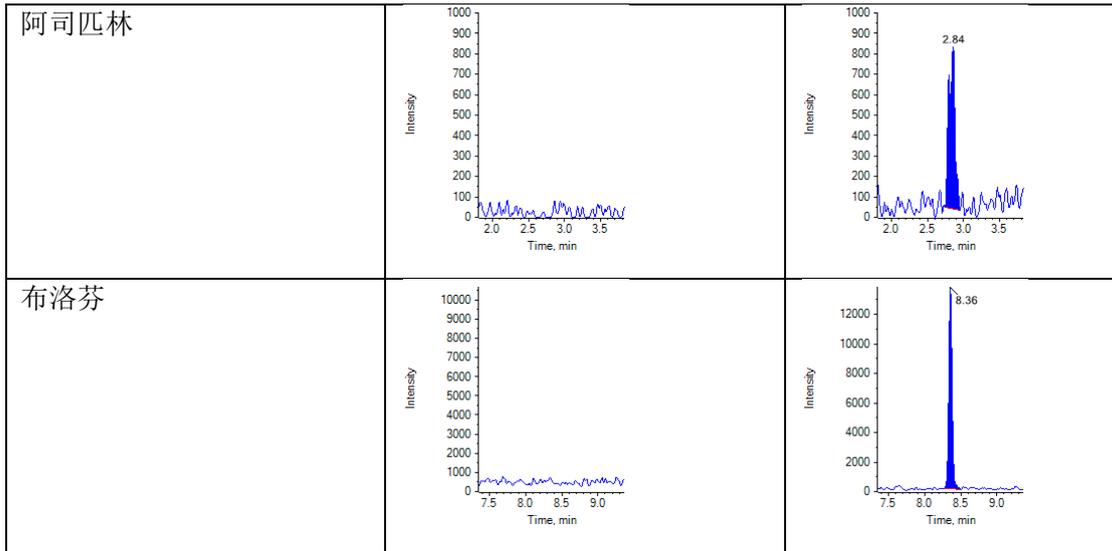
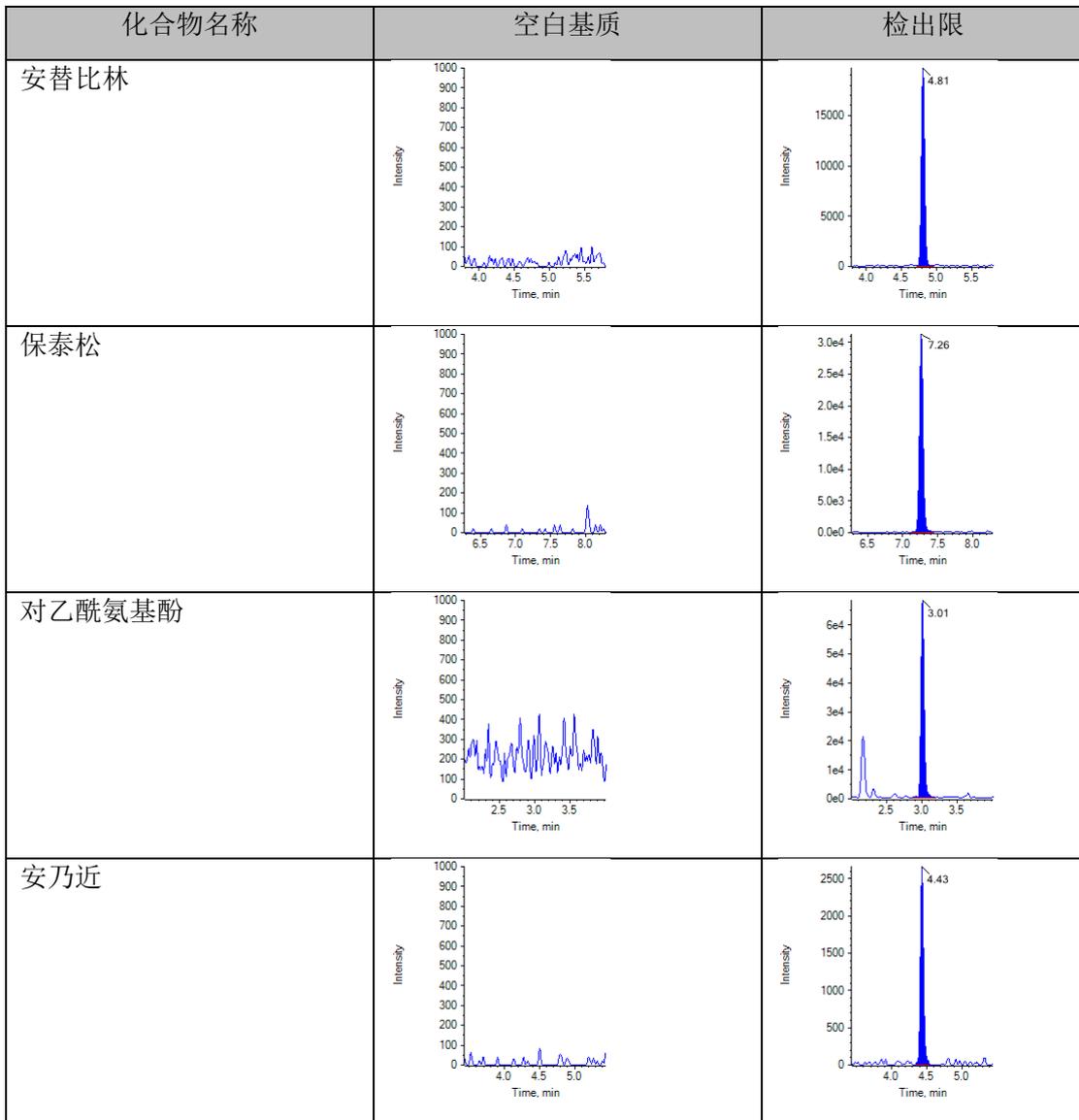


图 13 9 种解热镇痛类药物在精料补充料空白基质和检出限图谱



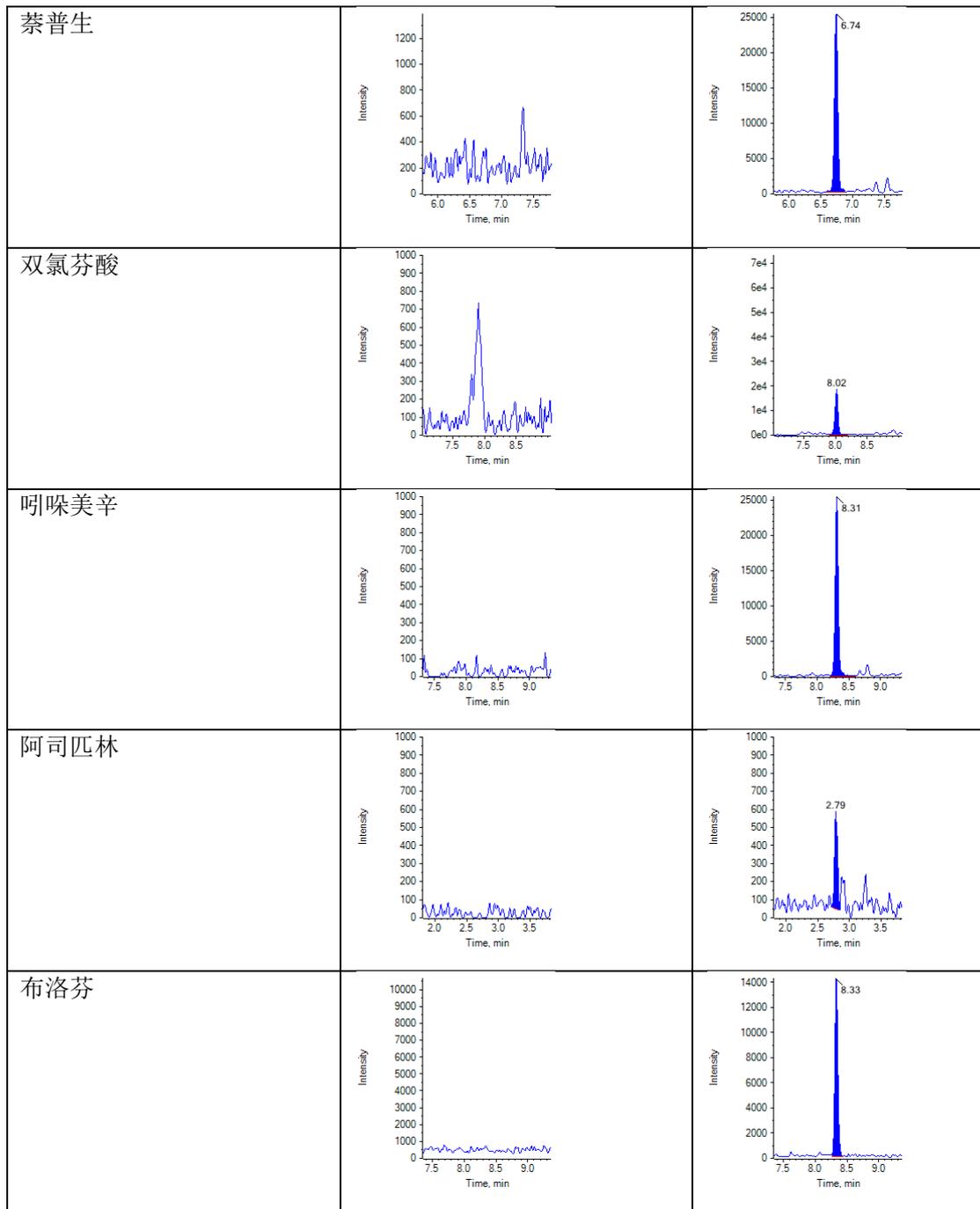
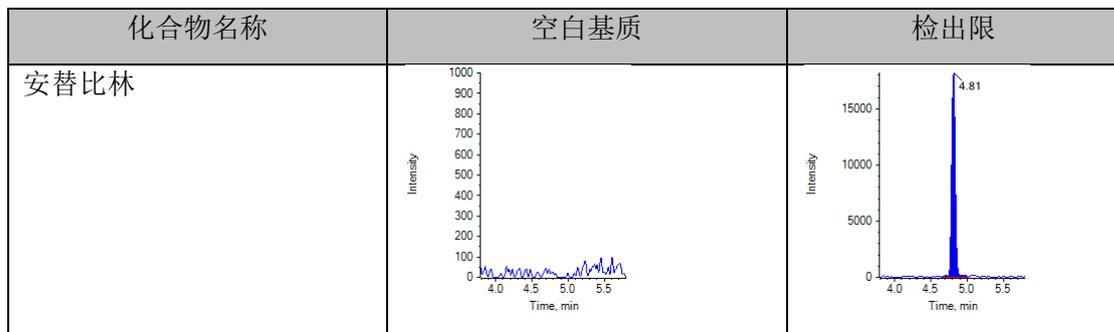
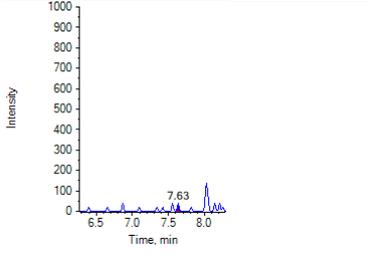
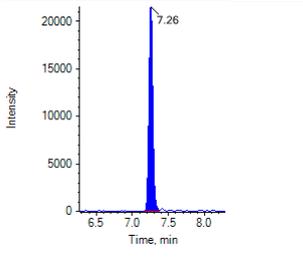
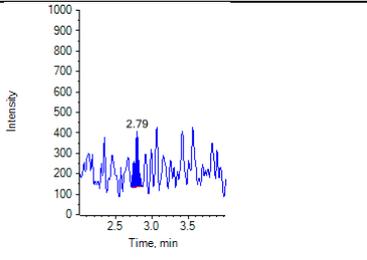
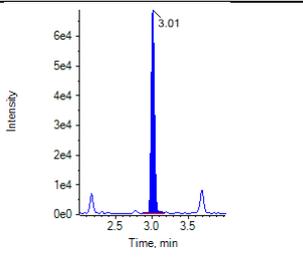
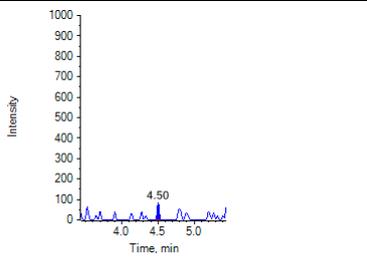
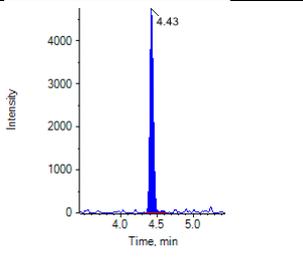
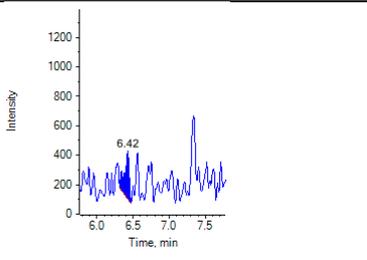
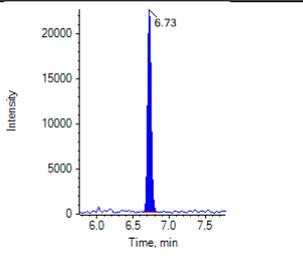
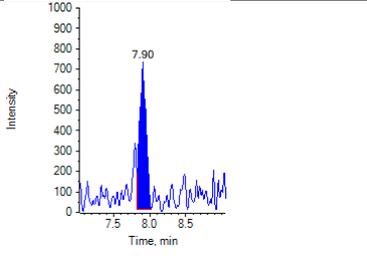
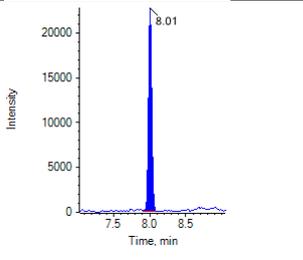
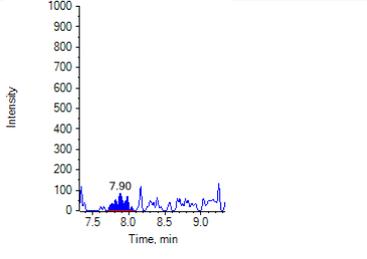
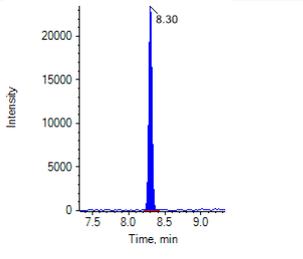


图 14 9 种解热镇痛类药物在配合饲料空白基质和检出限图谱



保泰松		
对乙酰氨基酚		
安乃近		
萘普生		
双氯芬酸		
吲哚美辛		

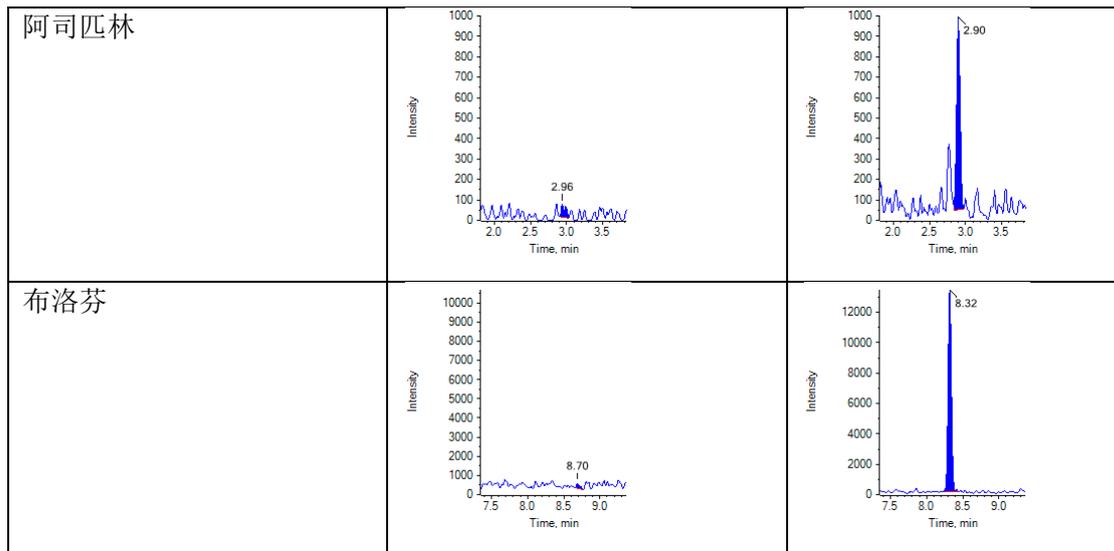
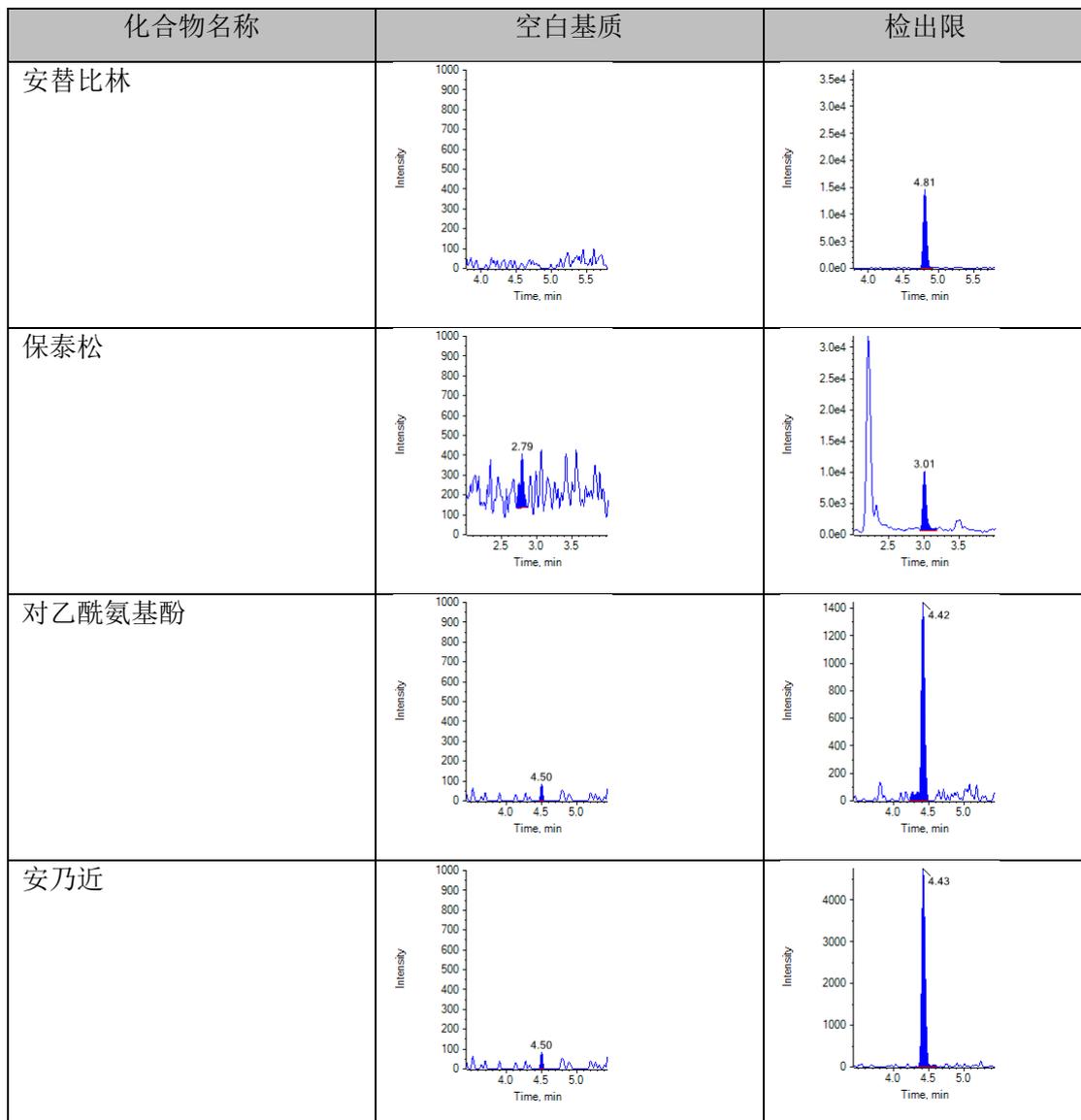


图 15 9 种解热镇痛类药物在浓缩饲料空白基质和检出限图谱



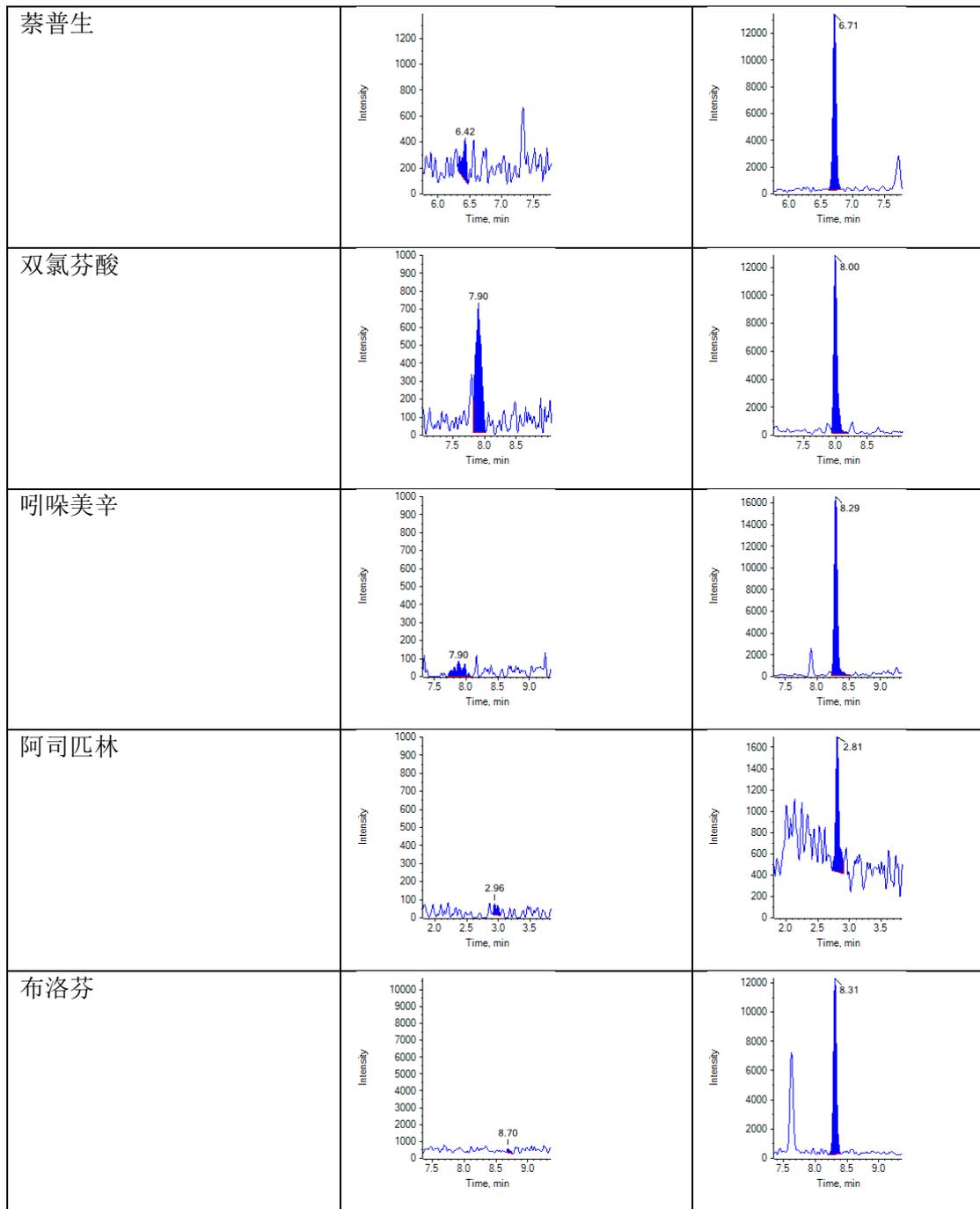
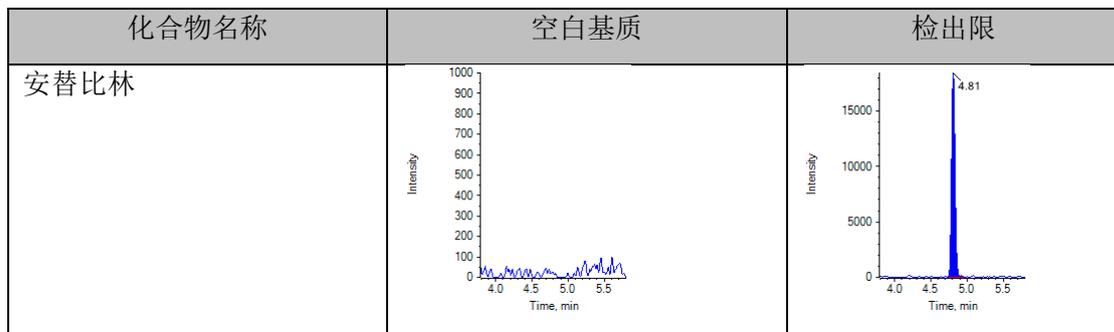
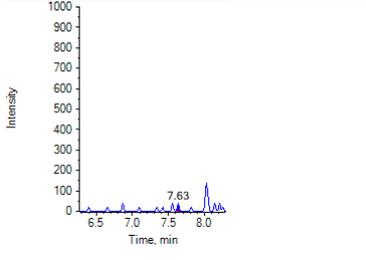
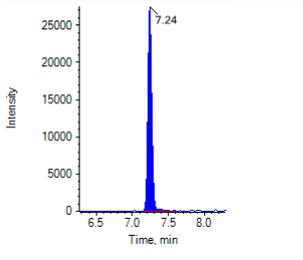
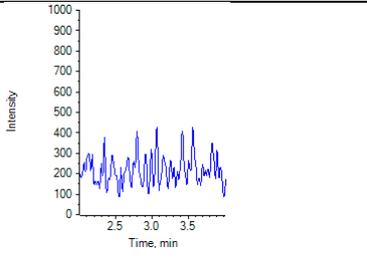
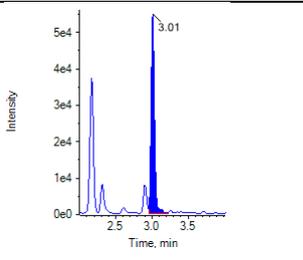
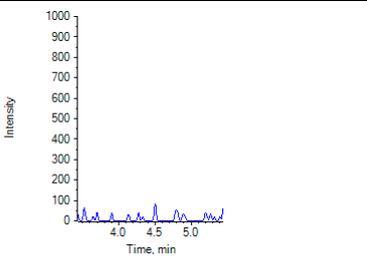
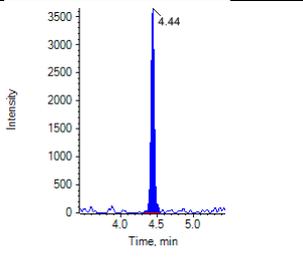
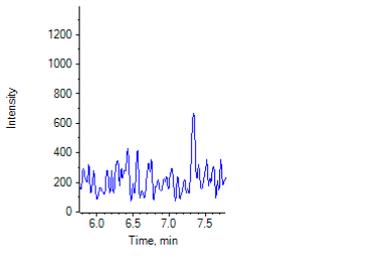
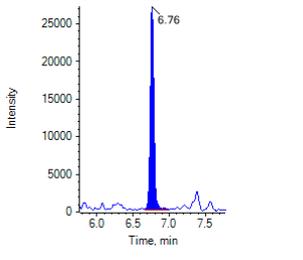
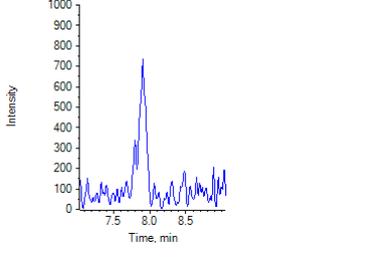
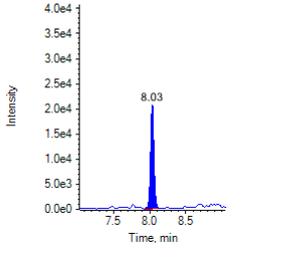
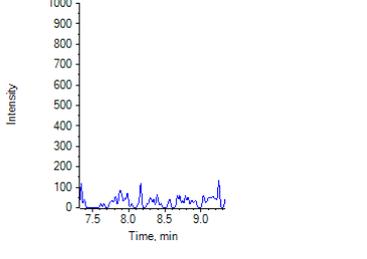
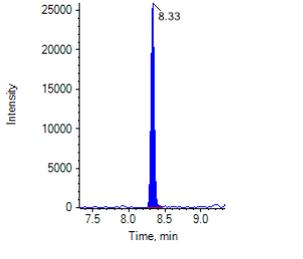


图 16 9 种解热镇痛类药物在添加剂预混合饲料空白基质和检出限图谱



保泰松		
对乙酰氨基酚		
安乃近		
萘普生		
双氯芬酸		
吲哚美辛		

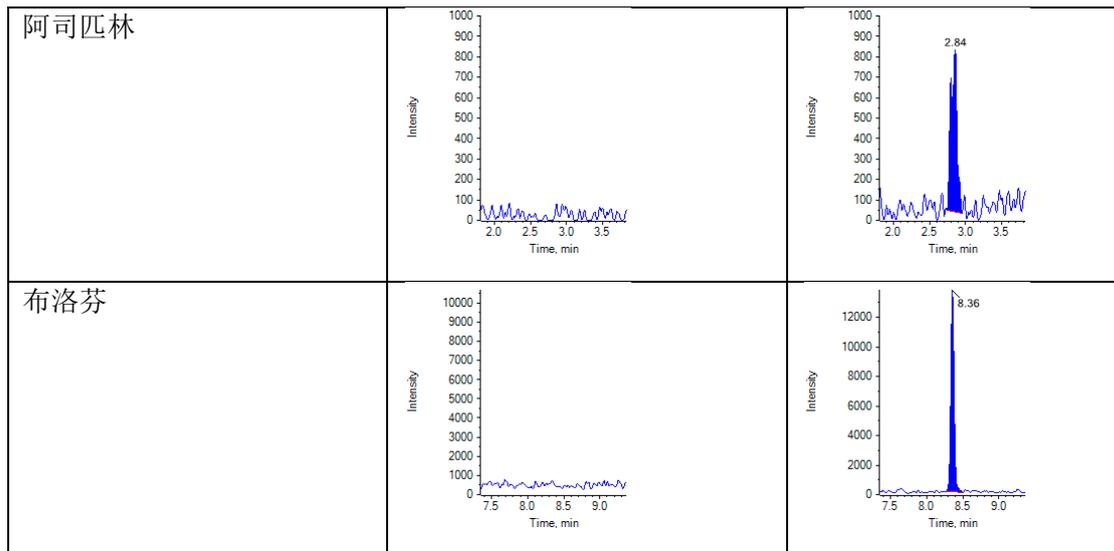
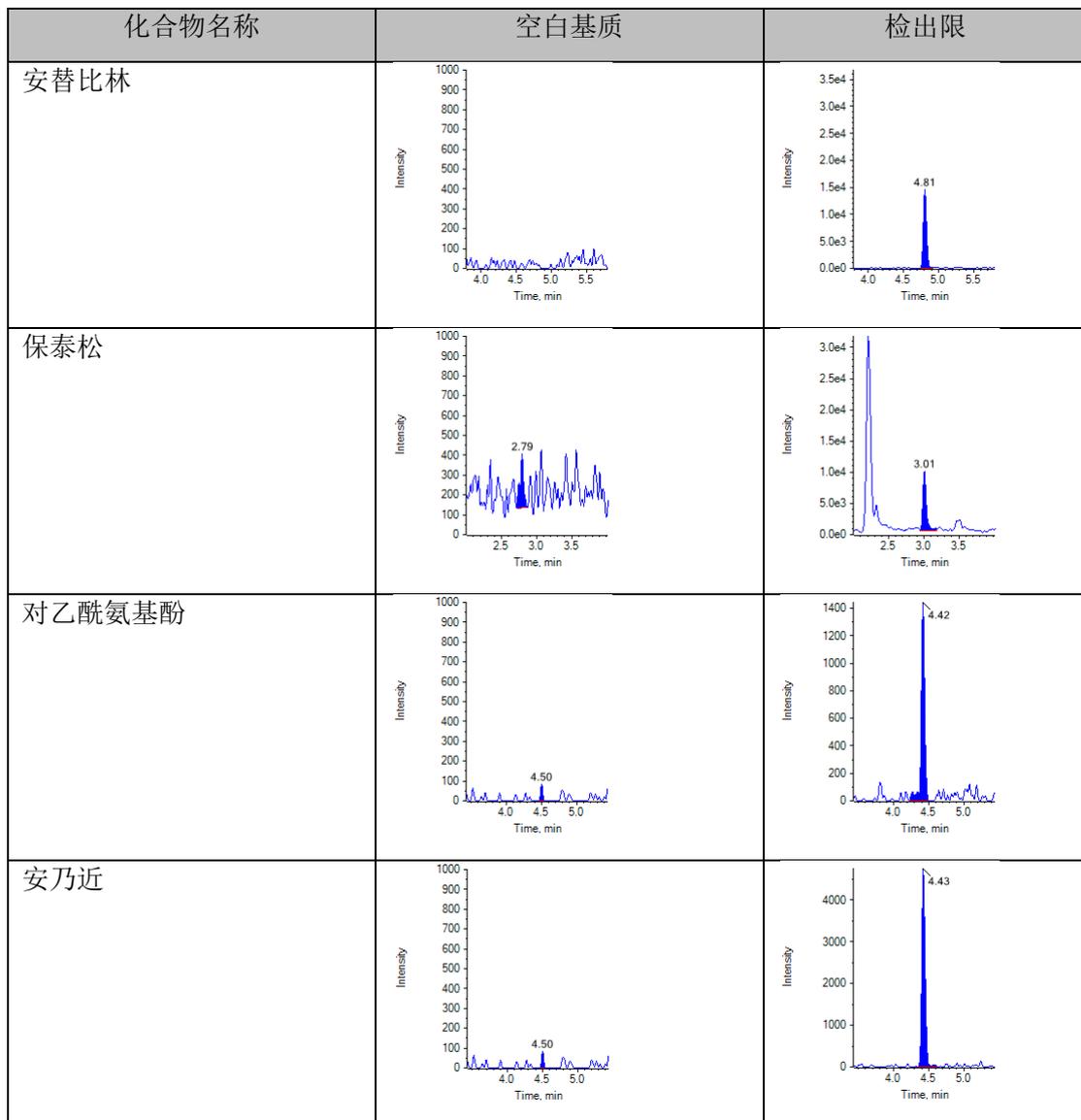


图 17 9 种解热镇痛类药物在混合型饲料添加剂空白基质和检出限图谱



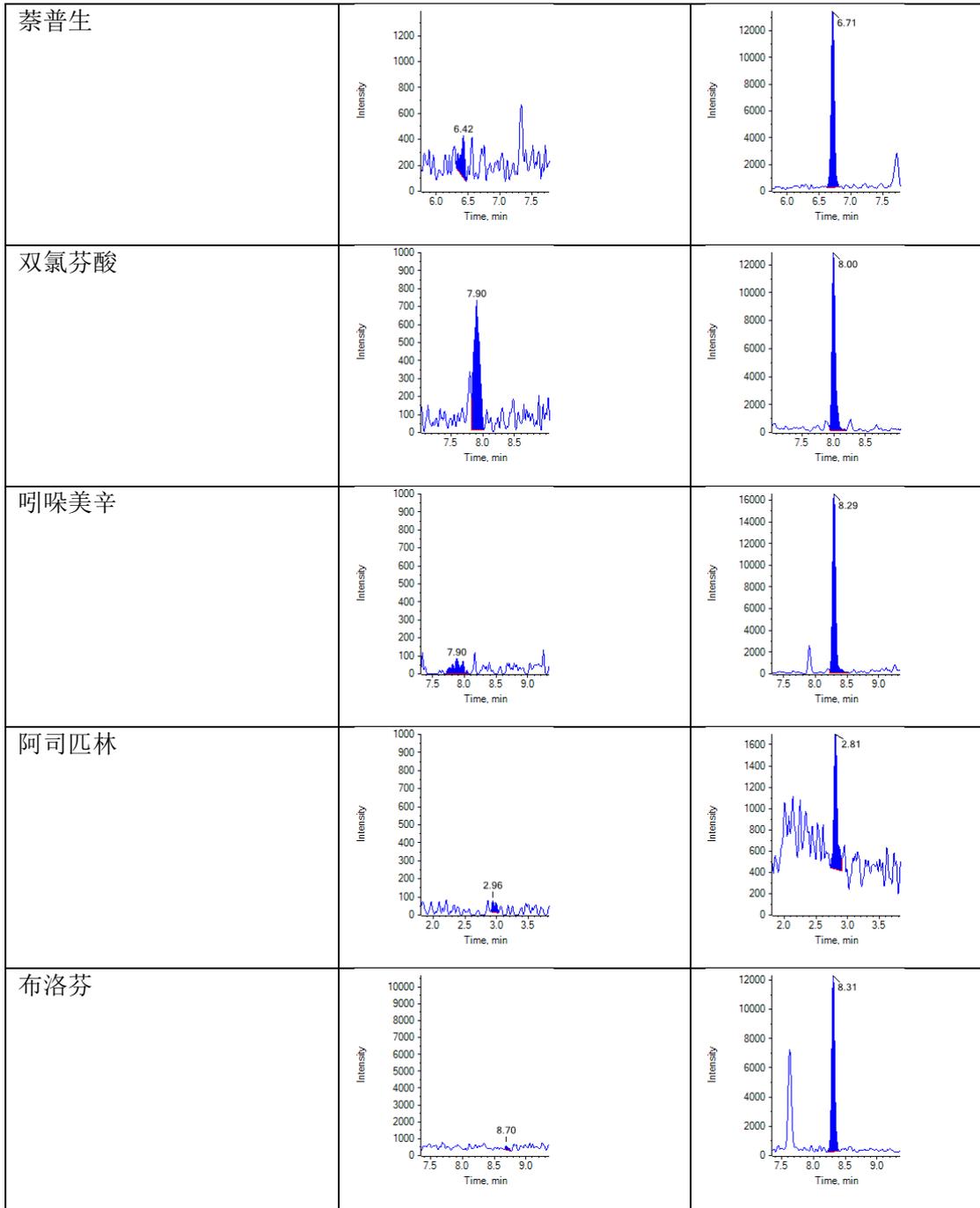
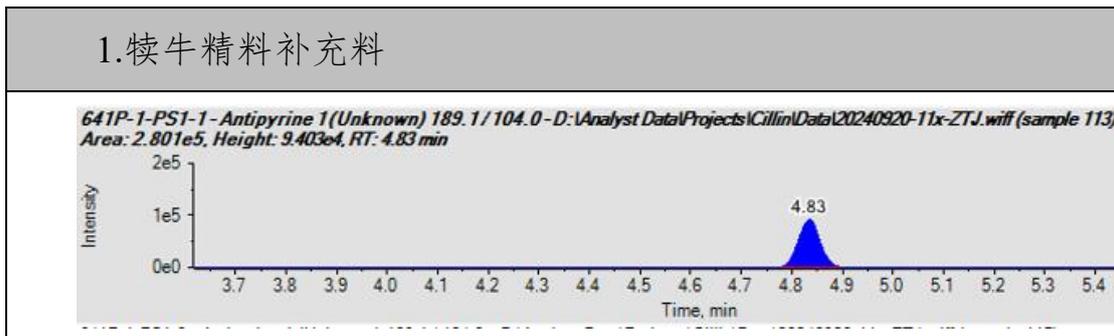
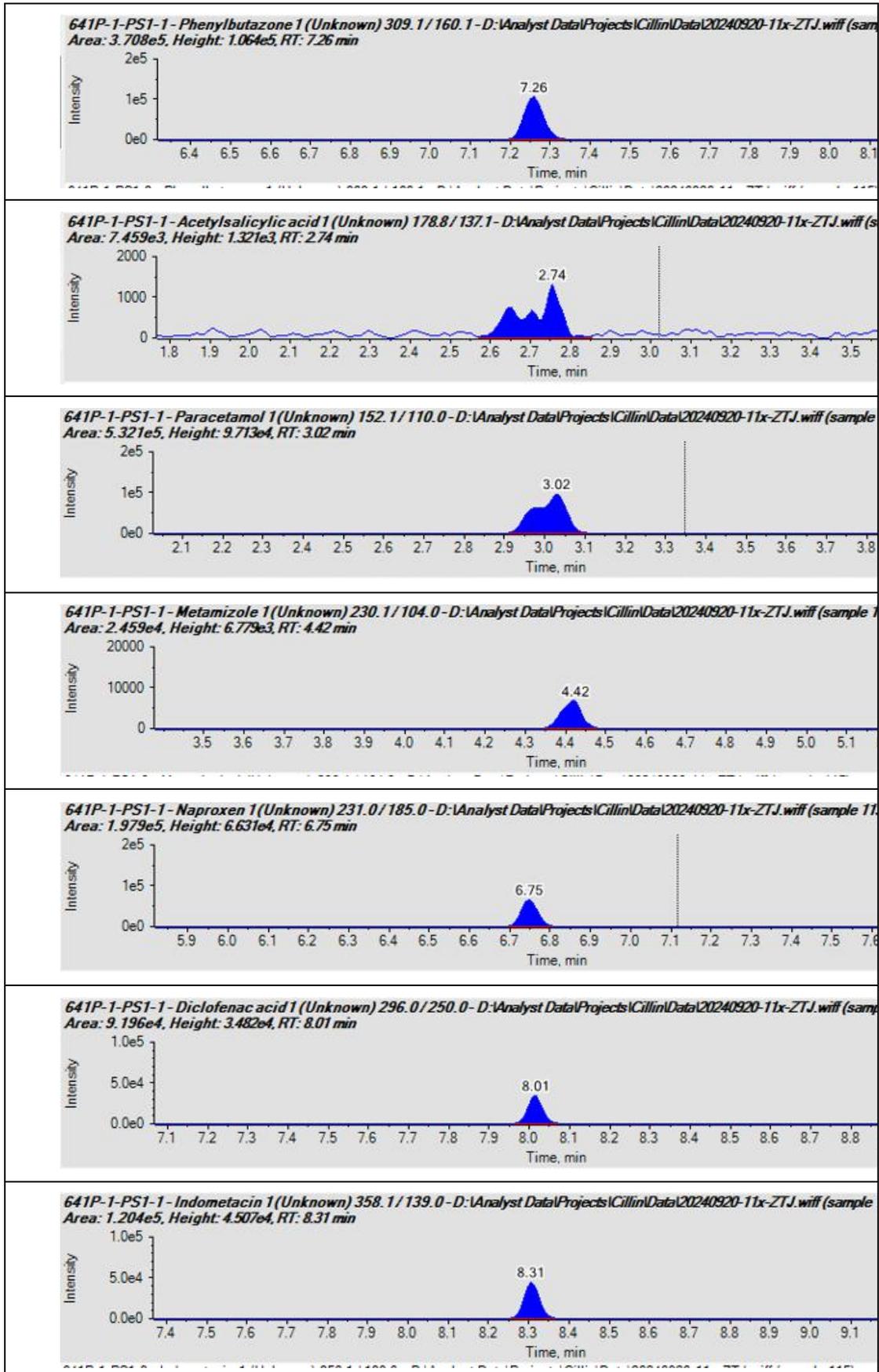
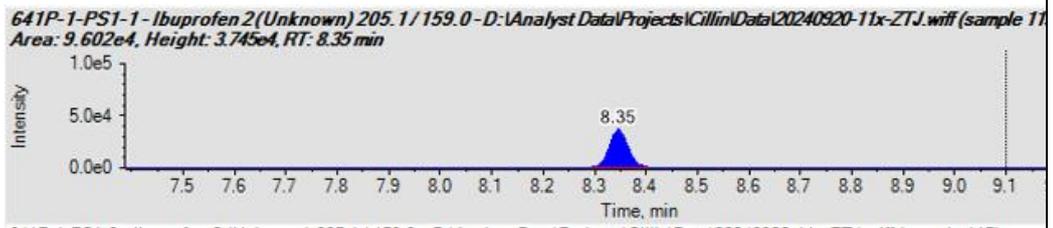


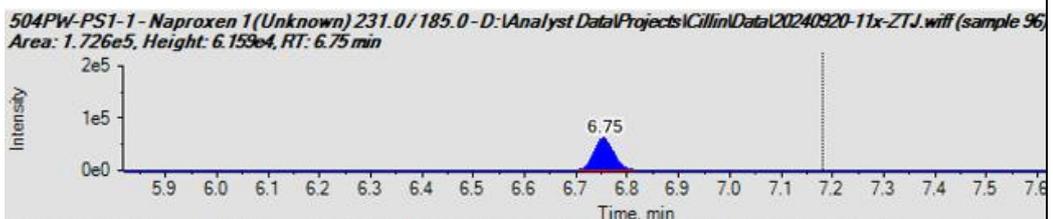
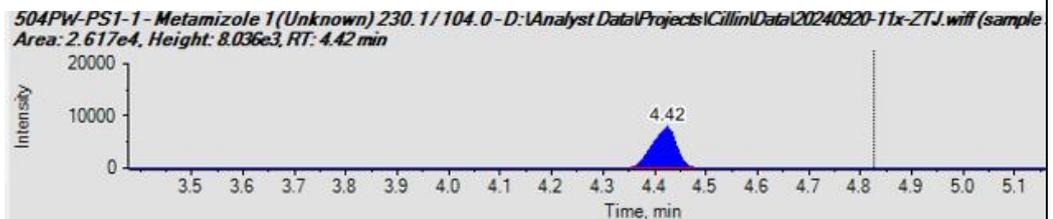
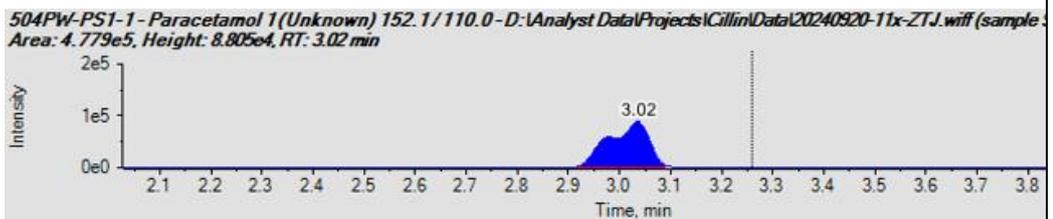
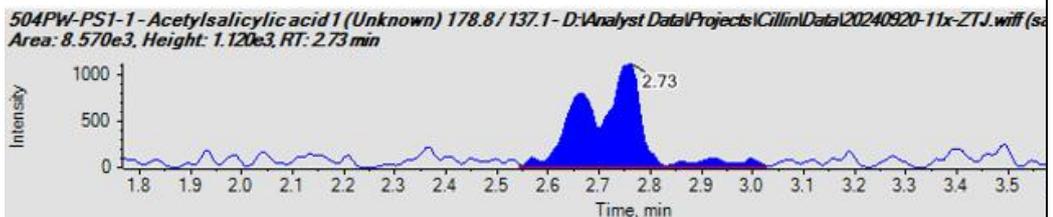
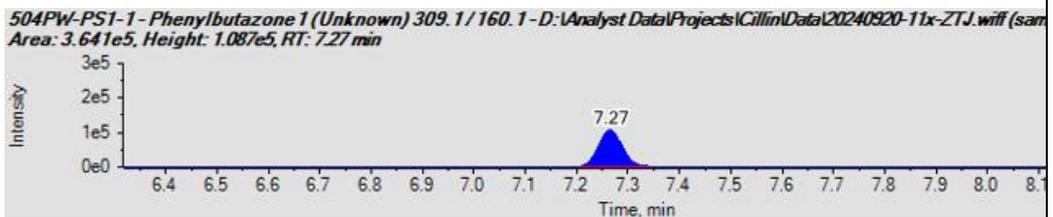
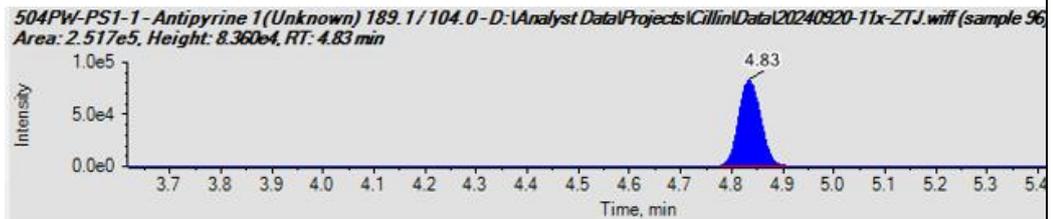
图 18 9 种解热镇痛类药物在饲料原料空白基质和检出限图谱



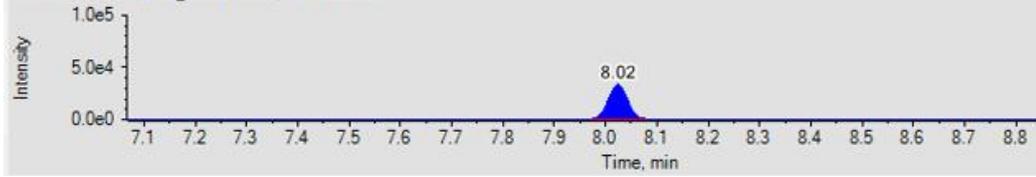




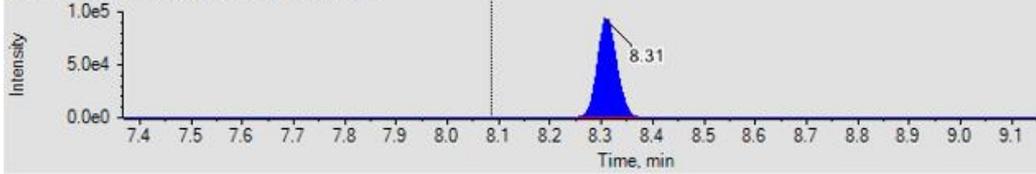
2. 生长猪配合饲料



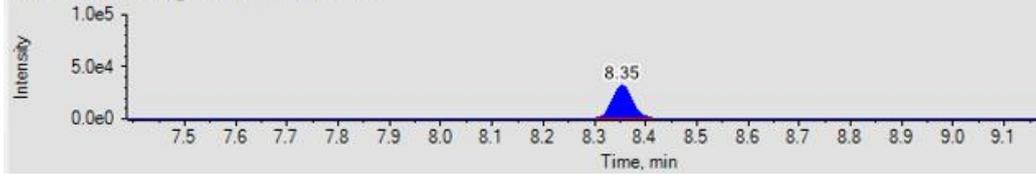
504PW-PS1-1 - Diclofenac acid 1 (Unknown) 296.0 / 250.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample)
Area: 9.159e4, Height: 3.412e4, RT: 8.02 min



504PW-PS2-1 - Indometacin 1 (Unknown) 358.1 / 139.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample)
Area: 2.482e5, Height: 9.355e4, RT: 8.31 min

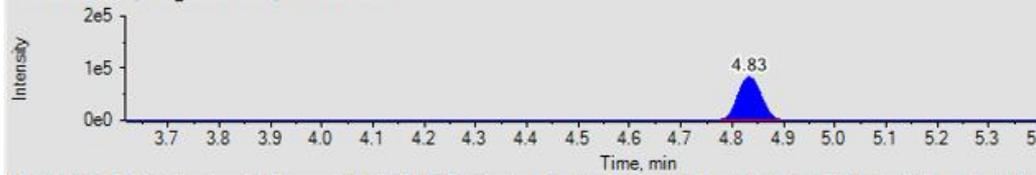


504PW-PS1-1 - Ibuprofen 2 (Unknown) 205.1 / 159.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 96)
Area: 9.001e4, Height: 3.286e4, RT: 8.35 min

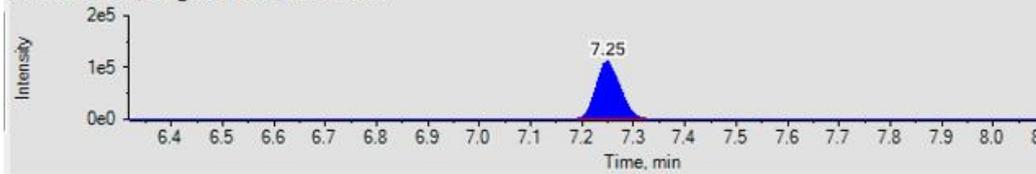


3.25%仔猪浓缩饲料

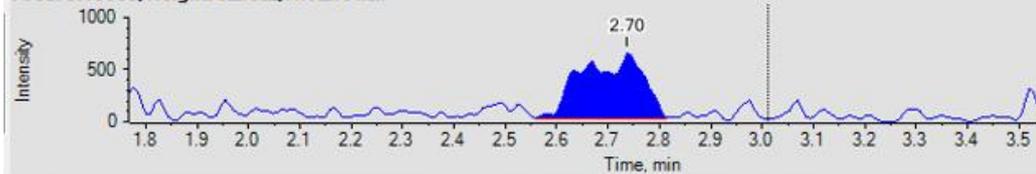
LMS3825-PS1-1 - Antipyrine 1 (Unknown) 189.1 / 104.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample)
Area: 2.676e5, Height: 8.404e4, RT: 4.83 min



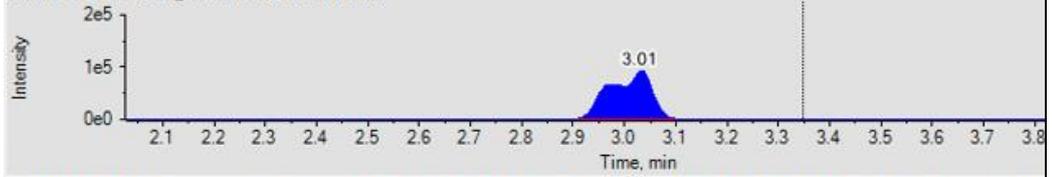
LMS3825-PS1-1 - Phenylbutazone 1 (Unknown) 309.1 / 160.1 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample)
Area: 3.740e5, Height: 1.127e5, RT: 7.25 min



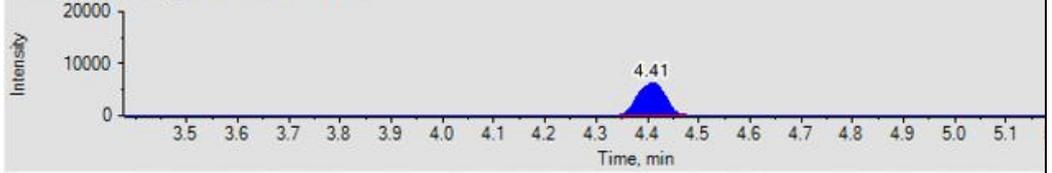
LMS3825-PS1-1 - Acetylsalicylic acid 1 (Unknown) 178.8 / 137.1 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample)
Area: 5.135e3, Height: 6.279e2, RT: 2.70 min



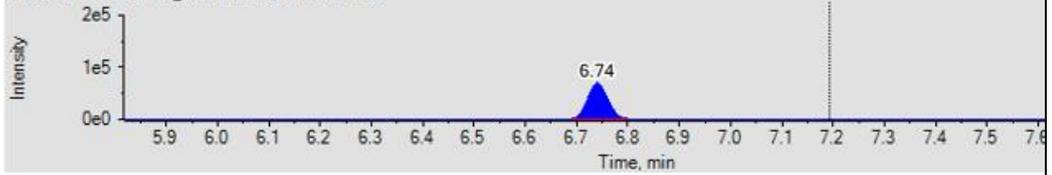
LMS3825-PS1-1 - Paracetamol 1 (Unknown) 152.1 / 110.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 52)
Area: 5.370e5, Height: 9.278e4, RT: 3.01 min



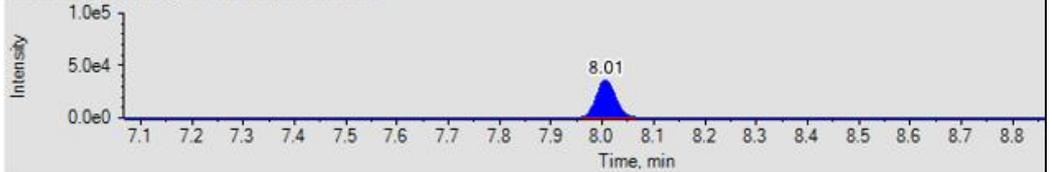
LMS3825-PS1-1 - Metamizole 1 (Unknown) 230.1 / 104.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 52)
Area: 2.447e4, Height: 6.419e3, RT: 4.41 min



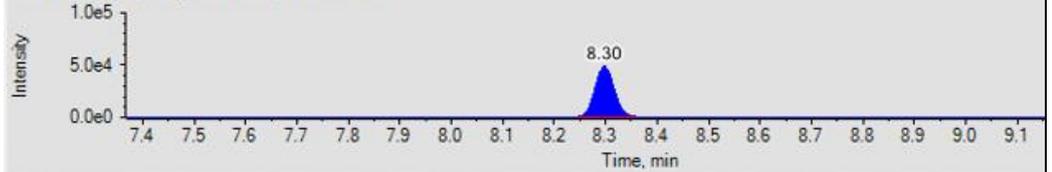
LMS3825-PS1-1 - Naproxen 1 (Unknown) 231.0 / 185.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 52)
Area: 1.997e5, Height: 7.092e4, RT: 6.74 min



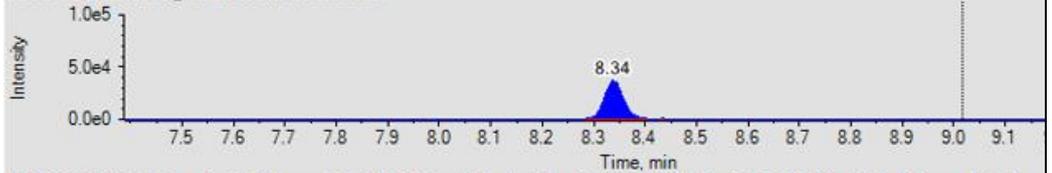
LMS3825-PS1-1 - Diclofenac acid 1 (Unknown) 296.0 / 250.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 52)
Area: 9.963e4, Height: 3.683e4, RT: 8.01 min



LMS3825-PS1-1 - Indometacin 1 (Unknown) 358.1 / 139.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 52)
Area: 1.317e5, Height: 4.991e4, RT: 8.30 min

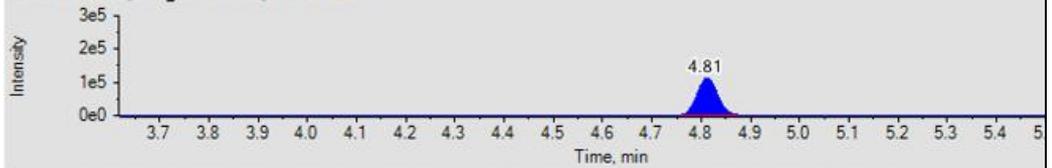


LMS3825-PS1-1 - Ibuprofen 2 (Unknown) 205.1 / 159.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20240920-11x-ZTJ.wiff (sample 52)
Area: 1.001e5, Height: 3.766e4, RT: 8.34 min

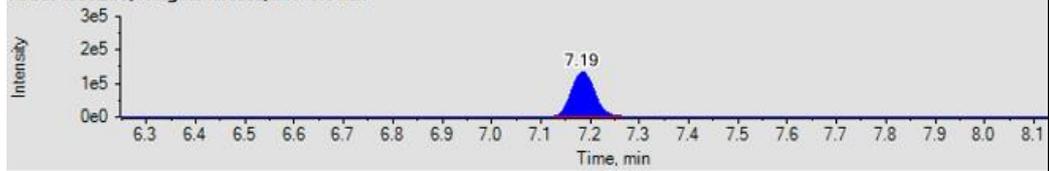


4. 混合型饲料添加剂酶制剂

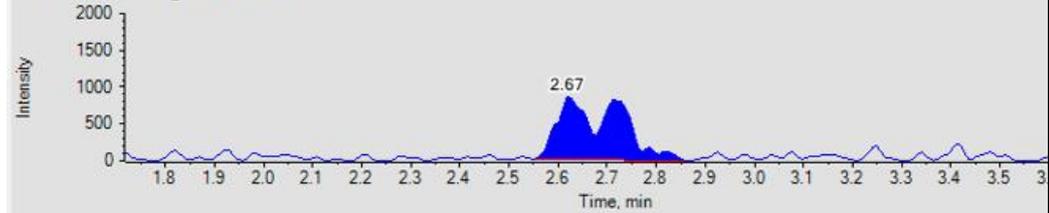
J-PS1-1 - Antipyrine 1 (Unknown) 189.1 / 104.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 3.388e5, Height: 1.137e5, RT: 4.81 min



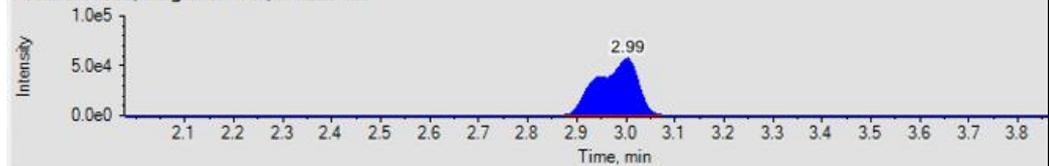
J-PS1-1 - Phenylbutazone 1 (Unknown) 309.1 / 160.1 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 4.552e5, Height: 1.358e5, RT: 7.19 min



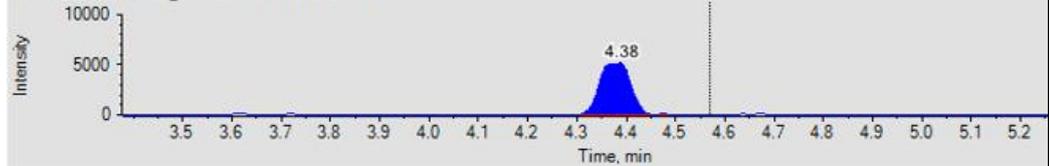
J-PS1-1 - Acetylsalicylic acid 1 (Unknown) 178.8 / 137.1 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 7.323e3, Height: 8.631e2, RT: 2.67 min



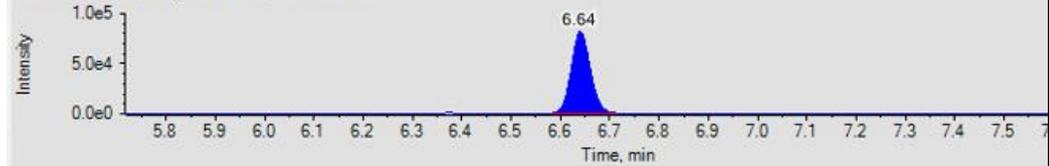
J-PS1-1 - Paracetamol 1 (Unknown) 152.1 / 110.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 3.308e5, Height: 5.777e4, RT: 2.99 min



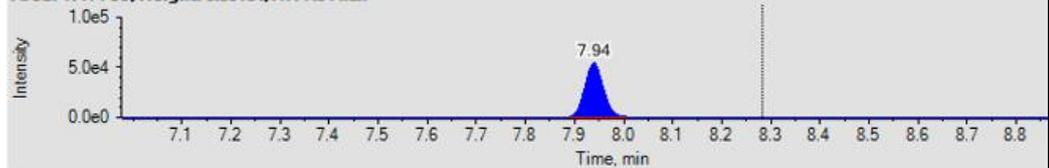
J-PS1-1 - Metamizole 1 (Unknown) 230.1 / 104.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 2.306e4, Height: 5.202e3, RT: 4.38 min



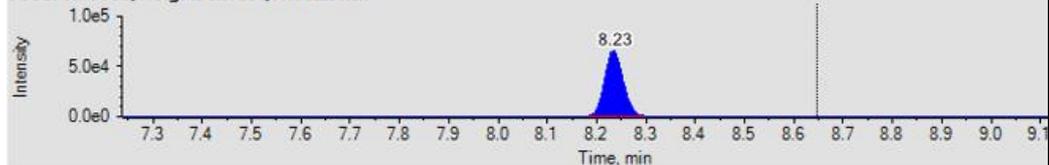
J-PS1-1 - Naproxen 1 (Unknown) 231.0 / 185.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 2.255e5, Height: 8.271e4, RT: 6.64 min

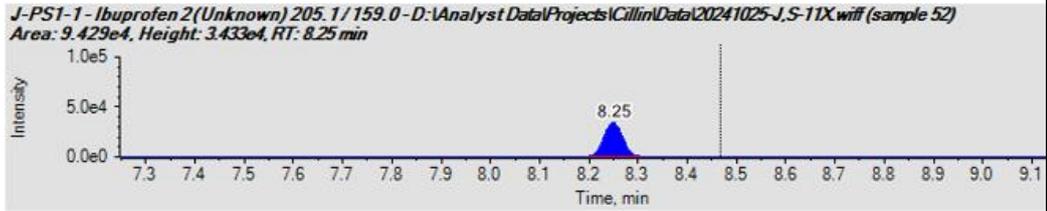


J-PS1-1 - Diclofenac acid 1 (Unknown) 296.0 / 250.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 1.477e5, Height: 5.581e4, RT: 7.94 min

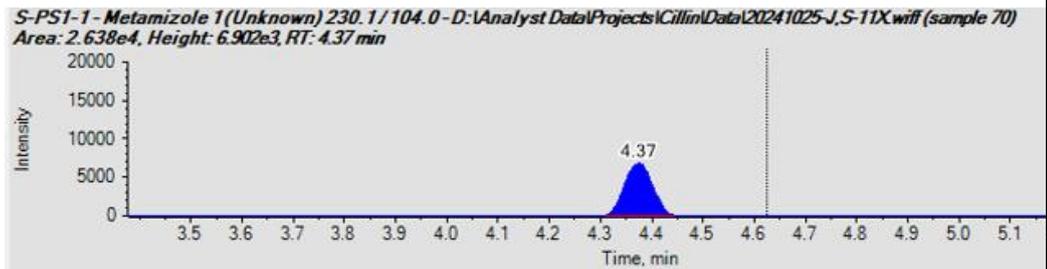
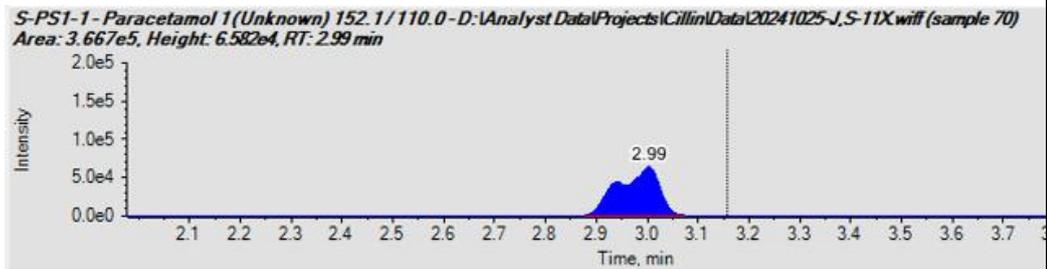
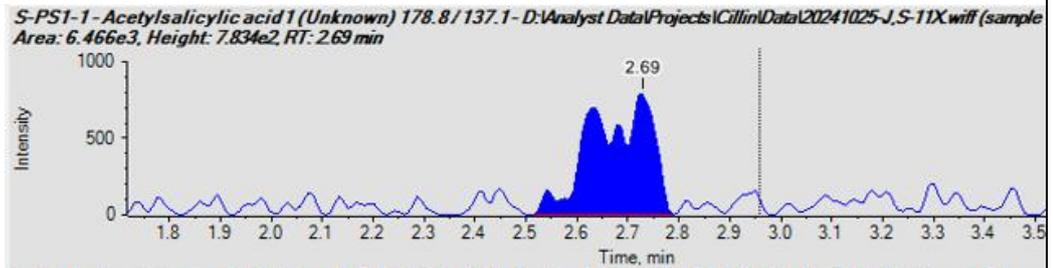
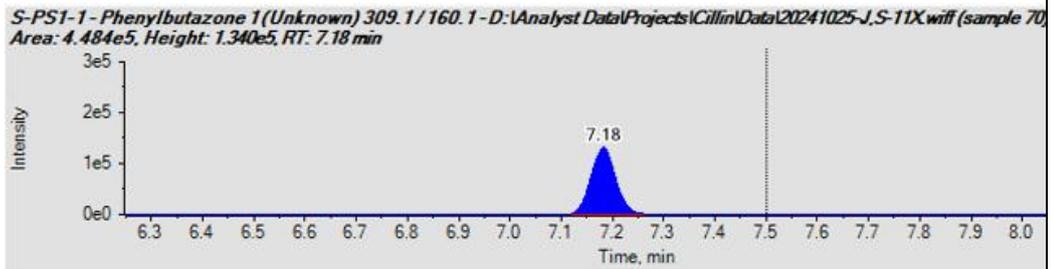
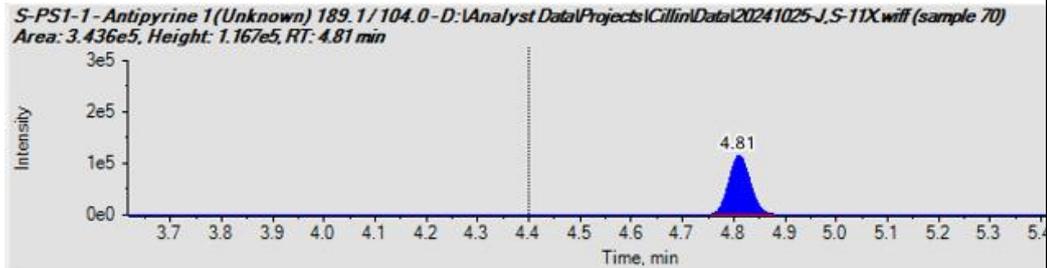


J-PS1-1 - Indometacin 1 (Unknown) 358.1 / 139.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 1.760e5, Height: 6.573e4, RT: 8.23 min

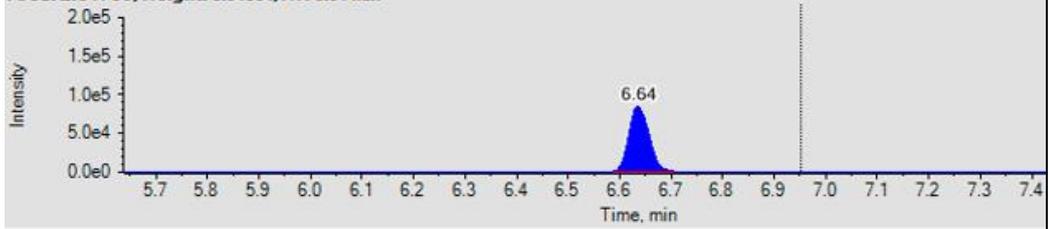




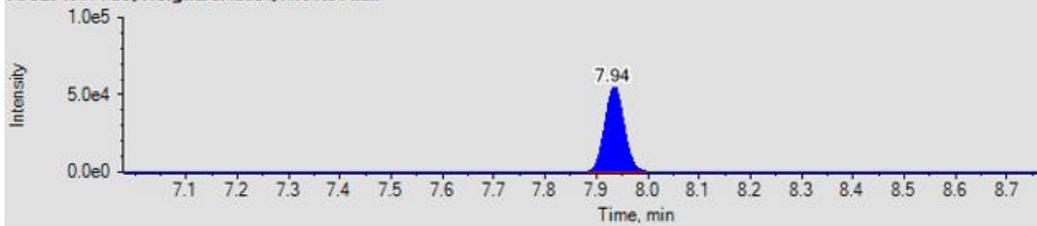
5. 维生素预混合饲料



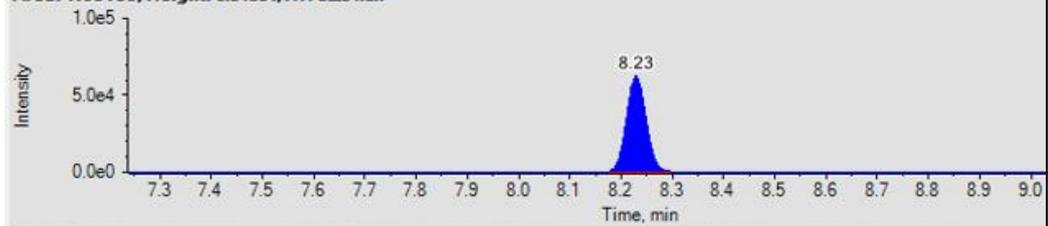
S-PS1-1 - Naproxen 1(Unknown) 231.0 / 185.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 70)
Area: 2.347e5, Height: 8.543e4, RT: 6.64 min



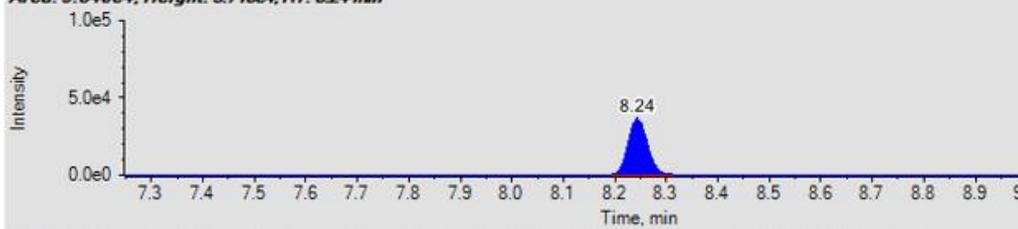
S-PS1-1 - Diclofenac acid 1(Unknown) 296.0 / 250.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 70)
Area: 1.477e5, Height: 5.480e4, RT: 7.94 min



S-PS1-1 - Indometacin 1(Unknown) 358.1 / 139.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 70)
Area: 1.681e5, Height: 6.348e4, RT: 8.23 min

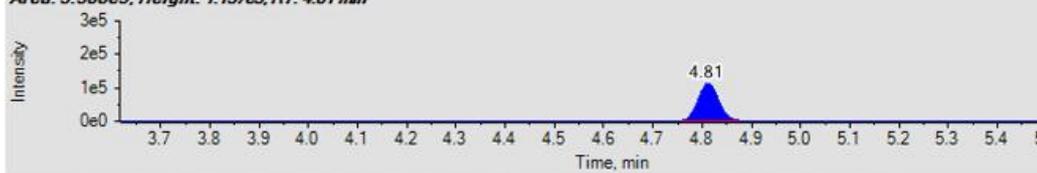


S-PS1-1 - Ibuprofen 2(Unknown) 205.1 / 159.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 70)
Area: 9.840e4, Height: 3.718e4, RT: 8.24 min

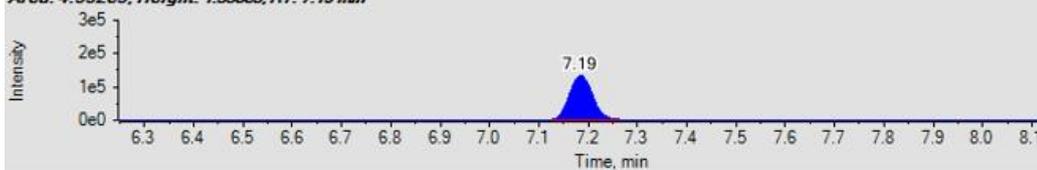


6. 饲料原料（蒲公英粉）

J-PS1-1 - Antipyrine 1(Unknown) 189.1 / 104.0 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 3.388e5, Height: 1.137e5, RT: 4.81 min



J-PS1-1 - Phenylbutazone 1(Unknown) 309.1 / 160.1 - D:\Analyst Data\Projects\Cillin\Data\20241025-J,S-11X.wiff (sample 52)
Area: 4.552e5, Height: 1.358e5, RT: 7.19 min



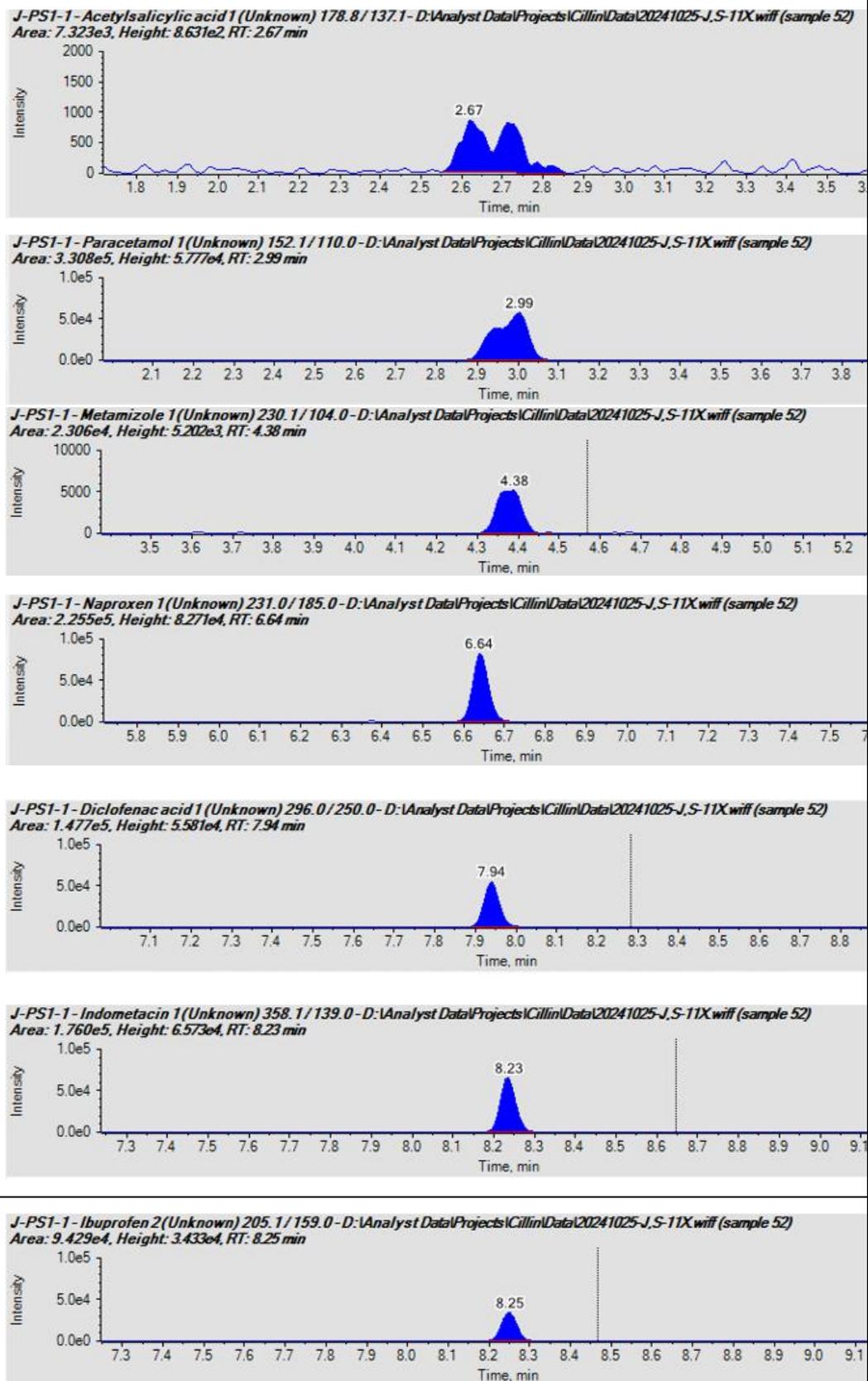


图 19 定量限添加浓度下不同饲料基质不同待测药物 MRM 色谱图

3.3.3 方法的准确度与精密度

在确定样品的处理方法后，选择用生长猪配合饲料、犊牛精料补充料、25%仔猪浓缩饲料、混合型饲料添加剂酶制剂、维生素预混合饲料、饲料原料（蒲公英粉）6种空白基质进行添加回收试验，利用空白饲料添加安替比林、保泰松、阿司匹林、对乙酰氨基酚、安乃近、萘普生、双氯芬酸、吲哚美辛、布洛芬浓度为100 μg/kg、500 μg/kg、1000 μg/kg，每个浓度平行测定5次，重复测定3次（3天），结果如下表16所示。

表 16 六种空白饲料基质中添加回收率结果

生长猪配合饲料										
化合物	添加浓度 μg/kg	天数	1-回收率%	2-回收率%	3-回收率%	4-回收率%	5-回收率%	平均值	RSD%	批间 RSD%
Antipyrine 安替比林	100	第一天	95.00	112.25	96.50	103.75	107.25	102.95	7.05	3.66
	100	第二天	95.25	104.75	104.50	103.50	105.50	102.70	4.11	
	100	第三天	96.00	96.25	95.50	100.25	94.25	96.45	2.34	
	500	第一天	112.75	109.25	105.13	115.00	113.50	111.13	3.57	6.39
		第二天	95.63	101.00	102.38	100.00	99.75	99.75	2.53	
		第三天	95.25	99.25	104.13	95.75	103.63	99.60	4.22	
	1000	第一天	103.81	110.00	109.25	109.25	107.00	107.86	2.34	3.52
		第二天	100.63	102.44	99.94	102.25	99.31	100.91	1.38	
		第三天	105.56	106.25	109.94	104.06	107.19	106.60	2.05	
Phenylbuta zone 保泰 松	100	第一天	86.25	87.00	90.00	91.00	90.75	89.00	2.49	4.35
	100	第二天	96.25	98.50	89.00	101.50	94.50	95.95	4.88	
	100	第三天	93.25	90.00	91.00	87.75	83.75	89.15	4.05	
	500	第一天	94.25	93.25	95.13	95.13	95.63	94.68	0.99	3.57
		第二天	96.50	99.13	93.25	99.50	98.13	97.30	2.61	
		第三天	91.63	91.88	87.00	94.50	88.13	90.63	3.35	

	1000	第一天	104.69	99.94	99.88	102.38	103.19	102.01	2.05	1.58
	1000	第二天	97.13	98.31	100.06	99.13	99.81	98.89	1.21	
	1000	第三天	101.06	103.81	97.06	100.81	101.81	100.91	2.43	
Acetylsalic ylic acid 阿司匹林	100	第一天	87.27	80.00	93.64	84.09	85.00	86.00	5.83	1.04
	100	第二天	94.25	88.50	86.75	84.00	81.75	87.05	5.49	
	100	第三天	89.00	85.50	91.75	88.75	84.00	87.80	3.50	
	500	第一天	81.79	80.26	98.72	94.10	92.05	89.38	8.97	4.63
	500	第二天	94.88	90.50	86.13	87.25	80.63	87.88	6.02	
	500	第三天	79.25	80.75	84.00	81.38	83.75	81.83	2.48	
	1000	第一天	88.53	85.56	84.22	87.18	82.33	85.56	2.84	2.05
	1000	第二天	92.38	87.81	86.00	84.56	82.25	86.60	4.41	
	1000	第三天	87.50	91.10	89.09	86.90	90.63	89.04	2.08	
Paracetam ol 对乙 酰氨基酚	100	第一天	113.50	110.50	115.75	116.00	119.75	115.10	2.96	4.48
	100	第二天	107.50	113.50	103.25	100.75	102.00	105.40	4.93	
	100	第三天	112.00	112.75	112.50	109.75	113.75	112.15	1.32	
	500	第一天	114.63	113.63	114.00	112.63	117.00	114.38	1.43	5.23
	500	第二天	99.00	100.88	99.38	111.63	104.13	103.00	5.08	
	500	第三天	110.13	111.75	103.00	111.13	107.00	108.60	3.34	
	1000	第一天	105.56	111.75	108.13	110.13	105.44	108.20	2.57	3.88
	1000	第二天	102.13	98.25	110.63	101.63	104.94	103.51	4.47	

	1000	第三天	111.88	107.38	117.63	114.31	108.13	111.86	3.83	
Metamizol e 安乃近	100	第一天	112.25	116.00	100.50	107.00	122.25	111.60	7.46	5.12
	100	第二天	102.75	108.75	110.75	123.00	90.25	107.10	11.16	
	100	第三天	99.50	103.00	104.75	97.00	99.50	100.75	3.07	
	500	第一天	110.13	111.00	104.38	96.63	113.38	107.10	6.28	2.19
	500	第二天	105.63	104.75	105.13	103.13	97.88	103.30	3.07	
	500	第三天	96.88	111.63	103.75	102.75	100.00	103.00	5.35	
	1000	第一天	109.06	107.19	101.19	106.63	107.88	106.39	2.86	3.33
	1000	第二天	101.88	99.50	100.00	103.13	107.88	102.48	3.27	
	1000	第三天	109.56	110.44	108.81	111.00	107.81	109.53	1.16	
Naproxen 萘普生	100	第一天	95.25	101.00	110.75	105.75	102.50	103.05	5.57	0.78
	100	第二天	106.00	103.75	103.50	102.00	100.75	103.20	1.92	
	100	第三天	102.75	99.00	101.75	104.75	100.50	101.75	2.15	
	500	第一天	116.88	108.75	107.13	109.75	106.25	109.75	3.84	6.75
	500	第二天	99.75	97.75	105.13	104.50	96.63	100.75	3.85	
	500	第三天	88.88	96.50	100.50	99.25	95.88	96.20	4.70	
	1000	第一天	109.19	111.25	108.19	113.25	113.25	111.03	2.08	3.66
	1000	第二天	102.56	108.88	107.38	102.88	104.88	105.31	2.63	
	1000	第三天	98.25	106.19	105.94	100.44	106.94	103.55	3.80	
	100	第一天	101.50	118.75	107.25	103.75	101.25	106.50	6.82	4.49

Diclofenac acid 双氯 芬酸	100	第二天	105.75	101.00	98.75	97.75	99.25	100.50	3.15	
	100	第三天	92.00	101.00	93.75	99.00	102.00	97.55	4.56	
	500	第一天	98.50	102.63	107.50	107.38	106.25	104.45	3.70	3.74
	500	第二天	97.75	94.00	104.25	94.75	95.00	97.15	4.34	
	500	第三天	96.38	101.50	101.13	97.63	99.88	99.30	2.24	
	1000	第一天	102.13	100.88	108.25	108.63	110.13	106.00	3.95	4.69
	1000	第二天	94.44	96.88	96.81	96.44	98.00	96.51	1.35	
	1000	第三天	100.50	100.31	102.94	96.69	104.44	100.98	2.92	
Indometaci n 吲哚美 辛	100	第一天	103.25	103.00	98.00	97.00	103.25	100.90	3.10	2.38
	100	第二天	97.25	105.25	99.25	103.00	94.50	99.85	4.33	
	100	第三天	97.00	96.75	98.50	96.50	93.25	96.40	2.00	
	500	第一天	103.00	106.13	106.50	109.50	98.63	104.75	3.94	4.72
	500	第二天	99.38	96.88	93.75	98.63	94.00	96.53	2.68	
	500	第三天	96.00	94.75	98.63	95.75	98.63	96.75	1.83	
	1000	第一天	110.81	112.44	109.25	101.00	95.38	105.78	6.90	2.57
	1000	第二天	98.81	105.56	100.06	101.44	97.13	100.60	3.18	
1000	第三天	103.50	104.13	105.44	105.75	102.31	104.23	1.36		
Ibuprofen 布洛芬	100	第一天	103.25	112.00	111.50	104.50	100.25	106.30	4.90	2.10
	100	第二天	105.25	101.50	105.00	99.50	99.00	102.05	2.90	
	100	第三天	100.75	105.75	106.00	103.75	100.50	103.35	2.55	

	500	第一天	103.75	99.25	108.25	106.75	106.38	104.88	3.37	2.56
	500	第二天	98.25	103.00	100.38	97.13	104.50	100.65	3.09	
	500	第三天	106.38	95.38	100.50	96.38	101.88	100.10	4.44	
	1000	第一天	102.63	106.31	104.19	101.88	103.25	103.65	1.65	1.65
	1000	第二天	99.13	101.31	102.44	104.50	102.44	101.96	1.92	
	1000	第三天	104.00	102.81	105.19	111.00	103.88	105.38	3.09	

犊牛精料补充料										
化合物	添加浓度 μg/kg	天数	1-回收率%	2-回收率%	3-回收率%	4-回收率%	5-回收率%	平均值	RSD%	批间 RSD%
Antipyrine 安替比林	100	第一天	107.00	104.50	106.00	104.25	108.75	106.10	1.75	3.22
	100	第二天	96.25	100.75	104.00	97.00	99.75	99.55	3.12	
	100	第三天	102.75	97.25	105.00	99.50	106.00	102.10	3.61	
	500	第一天	108.00	108.63	108.88	120.00	111.50	111.40	4.48	4.49
	500	第二天	102.88	107.88	102.00	98.13	98.50	101.88	3.88	
	500	第三天	96.50	103.00	110.50	110.25	109.75	106.00	5.81	
	1000	第一天	105.94	99.13	102.81	99.50	98.38	101.15	3.13	1.44
	1000	第二天	100.19	96.69	96.38	103.56	95.56	98.48	3.40	
	1000	第三天	100.69	103.81	98.56	98.56	102.13	100.75	2.27	
	100	第一天	88.00	96.25	89.25	88.50	95.75	91.55	4.47	8.08

Phenylbutazone 保泰松	100	第二天	103.25	102.75	102.25	101.00	103.25	102.50	0.91	5.50	
	100	第三天	92.75	86.75	89.00	86.50	84.50	87.90	3.58		
	500	第一天	89.75	89.50	91.50	91.88	92.13	90.95	1.36		
	500	第二天	99.50	106.13	98.50	104.63	98.88	101.53	3.52		
	500	第三天	99.25	98.75	96.63	91.88	97.88	96.88	3.06		
	1000	第一天	96.56	99.38	95.00	97.94	100.31	97.84	2.18		1.87
	1000	第二天	92.88	93.00	96.81	95.13	98.63	95.29	2.60		
1000	第三天	91.75	94.69	93.31	97.19	95.00	94.39	2.15			
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	100	第一天	82.00	84.50	87.00	94.80	80.50	85.76	6.56	11.22	
	100	第二天	101.00	93.50	101.75	114.00	112.75	104.60	8.27		
	100	第三天	88.00	87.08	84.00	87.78	91.00	87.57	2.85		
	500	第一天	87.44	85.64	92.05	87.18	88.46	88.15	2.72	3.35	
	500	第二天	92.25	93.88	88.13	89.00	88.50	90.35	2.83		
	500	第三天	84.00	86.17	83.61	85.11	83.75	84.53	1.29		
	1000	第一天	85.67	86.50	83.00	84.55	84.44	84.83	1.57	6.97	
	1000	第二天	98.33	97.21	95.63	93.85	91.93	95.39	2.69		
	1000	第三天	87.33	82.76	83.82	85.09	84.21	84.64	2.03		
Paracetamol 对乙酰氨基酚	100	第一天	126.75	123.75	128.00	122.00	120.75	124.25	2.48	10.92	
	100	第二天	102.75	102.25	98.50	99.00	98.00	100.10	2.22		
	100	第三天	114.50	121.75	118.75	116.25	115.50	117.35	2.49		
	500	第一天	115.75	112.13	115.38	117.63	115.75	115.33	1.73	8.26	

	500	第二天	105.63	98.88	103.13	105.00	100.75	102.68	2.77	5.81
	500	第三天	121.25	120.75	122.50	119.88	120.00	120.88	0.88	
	1000	第一天	109.38	106.19	102.31	101.06	106.13	105.01	3.18	
	1000	第二天	91.44	96.19	95.06	96.38	98.38	95.49	2.68	
	1000	第三天	105.81	108.19	106.13	108.00	103.94	106.41	1.64	
Metamizole 安乃近	100	第一天	105.75	105.75	106.50	114.75	106.25	107.80	3.62	4.14
	100	第二天	111.00	110.00	116.00	96.00	103.75	107.35	7.17	
	100	第三天	107.50	97.25	103.50	97.75	94.25	100.05	5.34	
	500	第一天	105.00	106.38	103.88	106.00	117.38	107.73	5.09	2.50
	500	第二天	92.88	112.63	102.50	97.25	107.25	102.50	7.64	
	500	第三天	100.88	105.75	111.38	111.50	99.00	105.70	5.48	
	1000	第一天	107.69	101.31	102.44	105.31	106.38	104.63	2.56	1.70
	1000	第二天	104.69	101.75	102.38	94.50	102.38	101.14	3.83	
	1000	第三天	103.50	98.81	99.50	102.06	110.00	102.78	4.34	
Naproxen 萘普生	100	第一天	109.25	108.75	108.50	103.00	113.00	108.50	3.30	4.46
	100	第二天	101.75	98.75	102.50	97.25	101.75	100.40	2.27	
	100	第三天	99.75	99.25	101.00	103.25	100.00	100.65	1.58	
	500	第一天	110.13	111.25	107.50	108.00	103.25	108.03	2.85	2.53
	500	第二天	107.75	101.38	101.38	104.75	99.38	102.93	3.22	
	500	第三天	101.13	104.50	106.88	100.25	108.13	104.18	3.32	
	1000	第一天	103.13	111.88	113.00	106.25	105.69	107.99	3.93	5.33

	1000	第二天	102.25	99.13	100.69	101.56	99.06	100.54	1.42	
	1000	第三天	98.56	95.81	99.44	97.63	95.63	97.41	1.72	
Diclofenac acid 双氯芬酸	100	第一天	102.00	110.75	110.50	108.50	115.75	109.50	4.54	7.12
	100	第二天	112.00	103.00	108.50	100.50	100.25	104.85	4.95	
	100	第三天	99.00	93.75	99.50	86.25	97.00	95.10	5.72	
	500	第一天	98.00	109.13	101.75	103.75	100.38	102.60	4.10	1.63
	500	第二天	100.63	102.50	97.00	94.75	101.63	99.30	3.32	
	500	第三天	101.25	103.13	101.75	99.00	100.13	101.05	1.56	
	1000	第一天	106.13	102.88	103.06	105.56	100.25	103.58	2.28	3.07
	1000	第二天	99.75	101.06	100.00	96.00	96.13	98.59	2.39	
	1000	第三天	99.06	98.38	95.25	94.25	103.00	97.99	3.53	
Indometacin 吲哚美辛	100	第一天	99.00	102.00	106.00	111.50	104.00	104.50	4.49	2.99
	100	第二天	101.75	99.25	112.75	103.00	100.25	103.40	5.24	
	100	第三天	104.00	96.75	100.75	96.00	96.25	98.75	3.56	
	500	第一天	107.13	98.63	107.88	104.25	99.75	103.53	4.06	4.97
	500	第二天	103.63	98.63	92.38	94.25	98.50	97.48	4.49	
	500	第三天	103.00	118.13	103.13	110.88	103.13	107.65	6.28	
	1000	第一天	102.75	104.75	109.31	104.00	101.63	104.49	2.82	4.49
	1000	第二天	97.25	100.25	94.56	97.19	94.13	96.68	2.55	
	1000	第三天	97.69	97.38	97.31	93.00	98.81	96.84	2.30	
	100	第一天	109.75	106.75	108.50	109.75	111.75	109.30	1.68	3.83

Ibuprofen 布洛芬	100	第二天	103.75	101.75	96.75	104.50	101.00	101.55	2.99	4.90
	100	第三天	109.25	109.50	103.50	102.50	113.00	107.55	4.11	
	500	第一天	103.00	101.25	102.50	103.00	105.88	103.13	1.64	
	500	第二天	99.38	99.88	94.25	98.25	96.88	97.73	2.31	
	500	第三天	104.13	111.50	105.50	108.00	109.88	107.80	2.81	4.20
	1000	第一天	100.94	103.75	106.13	101.31	103.56	103.14	2.04	
	1000	第二天	95.75	93.94	95.75	96.81	93.00	95.05	1.62	
	1000	第三天	97.75	98.75	98.69	97.44	95.06	97.54	1.54	

25%仔猪浓缩饲料										
化合物	添加浓度 μg/kg	天数	1-回收率%	2-回收率%	3-回收率%	4-回收率%	5-回收率%	平均值	RSD%	批间 RSD%
Antipyrine 安替比林	100	第一天	101.75	104.25	103.50	105.25	109.00	104.75	2.58	3.21
	100	第二天	110.75	88.25	101.25	98.00	95.50	98.75	8.34	
	100	第三天	100.25	103.25	94.00	98.75	101.75	99.60	3.57	
	500	第一天	106.00	108.63	103.13	104.25	101.50	104.70	2.62	3.45
	500	第二天	99.63	99.13	97.13	99.00	97.63	98.50	1.08	
	500	第三天	94.75	101.38	99.88	100.13	98.38	98.90	2.58	
	1000	第一天	99.69	104.19	116.81	102.88	105.69	105.85	6.16	9.46
	1000	第二天	87.75	88.00	82.94	93.00	86.00	87.54	4.18	

	1000	第三天	95.31	95.56	97.75	99.19	97.13	96.99	1.65	
Phenylbutazone 保泰松	100	第一天	88.75	90.50	89.75	94.00	89.00	90.40	2.35	4.93
	100	第二天	97.25	100.50	99.00	102.75	98.00	99.50	2.20	
	100	第三天	96.25	96.00	98.50	94.75	100.00	97.10	2.17	
	500	第一天	94.50	90.75	99.25	95.25	93.00	94.55	3.32	1.66
	500	第二天	96.25	95.00	95.25	98.38	102.88	97.55	3.34	
	500	第三天	96.38	90.63	100.13	99.00	99.00	97.03	3.95	
	1000	第一天	97.25	100.88	97.44	102.38	97.19	99.03	2.46	8.53
	1000	第二天	85.69	84.56	84.88	85.56	84.44	85.03	0.67	
	1000	第三天	98.75	98.88	99.06	99.88	97.88	98.89	0.72	
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	100	第一天	85.83	87.50	87.78	86.67	91.33	87.82	2.40	6.16
	100	第二天	89.06	91.52	90.33	88.71	90.00	89.92	1.23	
	100	第三天	75.75	82.75	83.00	76.25	81.75	79.90	4.50	
	500	第一天	92.00	90.43	94.35	95.42	86.67	91.77	3.77	5.81
	500	第二天	85.20	80.57	82.14	84.57	80.29	82.55	2.73	
	500	第三天	85.63	77.88	90.00	89.00	76.50	83.80	7.48	
	1000	第一天	82.44	89.11	82.50	81.11	82.86	83.60	3.77	0.45
	1000	第二天	83.77	84.15	83.20	83.08	80.17	82.87	1.90	
	1000	第三天	86.41	80.64	82.57	85.57	80.38	83.12	3.34	
Paracetamol 对乙酰氨基酚	100	第一天	116.50	117.00	110.00	119.00	114.25	115.35	2.98	5.46
	100	第二天	112.25	110.25	110.75	106.75	115.75	111.15	2.94	

	100	第三天	99.50	104.25	106.00	102.00	105.75	103.50	2.65	0.76
	500	第一天	95.38	104.13	106.00	105.75	105.13	103.28	4.33	
	500	第二天	104.50	104.50	101.63	108.13	105.00	104.75	2.21	
	500	第三天	97.75	102.38	104.75	104.13	108.63	103.53	3.82	
	1000	第一天	106.19	106.69	104.38	104.81	104.44	105.30	1.01	4.35
	1000	第二天	92.38	100.69	96.94	95.25	99.56	96.96	3.44	
	1000	第三天	103.44	104.75	102.69	105.00	102.88	103.75	1.03	
Metamizole 安乃近	100	第一天	105.25	111.25	112.00	114.25	125.50	113.65	6.52	12.13
	100	第二天	82.00	91.25	84.50	92.50	96.25	89.30	6.59	
	100	第三天	103.75	111.25	114.00	105.25	98.25	106.50	5.86	
	500	第一天	99.63	103.63	104.50	96.38	102.25	101.28	3.26	5.89
	500	第二天	98.75	95.88	93.25	93.50	90.25	94.33	3.37	
	500	第三天	106.13	106.25	110.00	102.63	105.50	106.10	2.48	
	1000	第一天	98.06	108.88	100.44	114.63	104.25	105.25	6.32	11.65
	1000	第二天	85.88	89.63	85.50	87.44	80.94	85.88	3.73	
	1000	第三天	109.06	103.25	103.00	108.44	108.56	106.46	2.87	
Naproxen 萘普生	100	第一天	110.50	104.00	105.25	108.25	104.25	106.45	2.65	3.82
	100	第二天	97.75	103.75	103.25	113.75	112.50	106.20	6.37	
	100	第三天	96.50	102.25	97.25	99.00	102.25	99.45	2.73	
	500	第一天	107.75	103.25	106.75	111.25	107.13	107.23	2.66	3.10
	500	第二天	100.50	92.75	102.25	107.88	100.63	100.80	5.37	

	500	第三天	103.63	101.00	108.88	100.50	103.75	103.55	3.21	9.80
	1000	第一天	103.38	107.13	108.06	103.75	106.88	105.84	2.01	
	1000	第二天	84.81	92.44	83.25	89.56	86.88	87.39	4.21	
	1000	第三天	102.94	98.31	102.19	104.31	99.00	101.35	2.55	
Diclofenac acid 双氯芬酸	100	第一天	110.25	106.75	108.25	107.50	115.00	109.55	3.02	6.83
	100	第二天	98.25	101.25	100.75	107.75	96.50	100.90	4.25	
	100	第三天	102.25	87.00	106.00	93.50	90.00	95.75	8.45	
	500	第一天	103.63	104.50	103.25	121.63	106.75	107.95	7.19	5.79
	500	第二天	104.13	108.38	101.50	98.25	96.38	101.73	4.68	
	500	第三天	98.88	96.75	97.00	96.63	91.50	96.15	2.87	
	1000	第一天	99.06	101.56	95.81	104.19	106.19	101.36	4.05	5.33
	1000	第二天	99.44	90.88	93.81	87.31	97.44	93.78	5.21	
	1000	第三天	94.00	91.50	89.25	93.06	90.63	91.69	2.07	
Indometacin 吲哚美辛	100	第一天	108.50	106.00	106.00	99.25	102.00	104.35	3.53	3.90
	100	第二天	93.25	88.00	105.25	96.25	102.25	97.00	7.13	
	100	第三天	94.75	93.25	97.75	102.25	104.25	98.45	4.80	
	500	第一天	106.38	106.38	108.50	105.25	116.38	108.58	4.16	6.07
	500	第二天	102.63	107.88	98.50	94.38	100.88	100.85	4.96	
	500	第三天	95.00	99.00	98.50	96.25	93.00	96.35	2.58	
	1000	第一天	99.19	106.75	101.94	103.00	107.44	103.66	3.31	6.86
	1000	第二天	92.94	84.38	89.25	96.06	89.56	90.44	4.85	

	1000	第三天	93.13	97.88	97.50	94.13	97.81	96.09	2.37	
Ibuprofen 布洛芬	100	第一天	114.25	113.00	110.25	105.25	103.25	109.20	4.39	4.00
	100	第二天	94.52	102.75	110.75	100.50	97.25	101.15	6.14	
	100	第三天	105.50	106.75	104.00	96.75	103.00	103.20	3.76	
	500	第一天	110.00	105.00	98.50	111.88	104.00	105.88	4.99	3.08
	500	第二天	97.50	99.88	98.88	102.25	99.63	99.63	1.74	
	500	第三天	108.63	96.63	101.88	102.13	100.50	101.95	4.25	
	1000	第一天	102.69	102.25	100.50	101.00	105.75	102.44	2.01	7.53
	1000	第二天	90.56	87.25	92.44	90.56	89.31	90.03	2.12	
	1000	第三天	102.81	99.94	102.00	104.56	107.13	103.29	2.63	

混合型饲料添加剂酶制剂										
化合物	添加浓度 μg/kg	天数	1-回收率%	2-回收率%	3-回收率%	4-回收率%	5-回收率%	平均值	RSD%	批间 RSD%
Antipyrine 安替比林	100	第一天	85.50	73.50	78.25	81.50	73.50	78.45	6.63	3.92
	100	第二天	82.00	84.50	83.00	86.75	80.75	83.40	2.78	
	100	第三天	74.20	79.60	77.40	77.40	79.40	77.60	2.80	
	500	第一天	83.38	77.25	82.63	82.25	89.00	82.90	5.04	3.34
	500	第二天	90.00	97.00	84.13	84.38	87.63	88.63	5.95	
	500	第三天	84.00	82.67	84.22	86.56	90.56	85.60	3.63	

	1000	第一天	95.44	82.69	84.94	83.88	88.38	87.06	5.90	2.58
	1000	第二天	83.63	88.31	84.81	85.00	96.25	87.60	5.87	
	1000	第三天	86.24	82.94	86.00	83.53	78.88	83.52	3.56	
Phenylbutazone 保泰松	100	第一天	66.44	69.78	67.56	66.67	68.00	67.69	1.96	5.65
	100	第二天	62.20	65.80	64.40	62.00	61.00	63.08	3.11	
	100	第三天	71.40	72.80	71.00	66.80	71.00	70.60	3.19	
	500	第一天	62.50	64.30	64.30	64.10	64.30	63.90	1.23	2.94
	500	第二天	66.00	75.50	68.10	64.30	64.40	67.66	6.87	
	500	第三天	65.33	64.80	65.16	67.20	62.76	65.05	2.44	
	1000	第一天	68.52	69.33	66.86	69.62	69.86	68.84	1.77	0.99
	1000	第二天	69.70	63.75	66.90	69.00	68.30	67.53	3.48	
	1000	第三天	68.33	70.49	62.96	71.06	69.65	68.50	4.76	
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	100	第一天	71.52	64.85	69.70	60.91	63.64	66.12	6.63	10.02
	100	第二天	82.00	75.75	78.50	76.25	84.00	79.30	4.54	
	100	第三天	68.20	67.40	62.20	72.60	69.60	68.00	5.59	
	500	第一天	75.08	71.23	63.85	63.23	65.54	67.78	7.61	8.08
	500	第二天	78.38	84.25	72.38	82.00	71.38	77.68	7.35	
	500	第三天	69.11	65.33	69.22	66.67	68.11	67.69	2.47	
	1000	第一天	69.93	64.97	62.21	61.10	60.90	63.82	5.92	6.42
	1000	第二天	70.75	76.06	70.06	61.94	64.13	68.59	8.21	
	1000	第三天	73.76	67.82	72.65	73.06	75.65	72.59	4.00	

Paracetamol 对乙酰氨基酚	100	第一天	63.00	62.75	66.75	64.50	69.25	65.25	4.21	4.54
	100	第二天	60.22	62.22	64.44	69.33	70.00	65.24	6.61	
	100	第三天	70.80	69.60	71.20	67.80	73.20	70.52	2.83	
	500	第一天	69.13	68.38	67.25	73.00	71.13	69.78	3.28	5.02
		第二天	65.22	67.33	66.89	73.00	68.67	68.22	4.31	
		第三天	62.13	64.09	63.20	63.02	64.18	63.32	1.33	
	1000	第一天	68.00	66.11	68.67	69.17	68.28	68.04	1.71	3.60
		第二天	65.35	63.55	60.90	64.75	62.00	63.31	2.94	
		第三天	65.79	67.29	65.74	64.75	65.65	65.84	1.39	
Metamizole 安乃近	100	第一天	69.50	81.50	66.25	67.75	86.00	74.20	12.04	6.79
	100	第二天	82.00	72.50	81.75	86.25	80.50	80.60	6.23	
	100	第三天	77.60	66.00	61.80	77.00	70.20	70.52	9.74	
	500	第一天	81.00	80.00	70.75	74.13	77.88	76.75	5.56	4.63
		第二天	83.50	78.25	76.00	83.75	91.38	82.58	7.21	
		第三天	85.44	88.22	81.22	81.44	82.44	83.76	3.60	
	1000	第一天	84.13	87.94	87.06	83.25	79.19	84.31	4.11	0.69
		第二天	82.56	86.81	76.81	84.75	85.81	83.35	4.78	
		第三天	77.00	85.00	88.76	85.18	86.06	84.40	5.22	
Naproxen 萘普生	100	第一天	70.50	72.00	74.00	62.00	69.25	69.55	6.58	3.71
	100	第二天	73.50	71.75	73.50	74.75	77.25	74.15	2.75	
	100	第三天	75.20	76.00	71.60	71.40	77.20	74.28	3.55	

	500	第一天	74.25	70.75	72.75	73.38	74.75	73.18	2.13	7.89
	500	第二天	73.25	80.00	76.75	72.63	76.63	75.85	3.94	
	500	第三天	88.22	86.33	84.89	82.67	82.44	84.91	2.89	
	1000	第一天	83.13	81.88	88.38	81.75	82.94	83.61	3.27	6.98
	1000	第二天	82.13	78.19	78.56	80.00	78.13	79.40	2.14	
	1000	第三天	91.06	89.71	93.47	88.82	92.29	91.07	2.07	
Diclofenac acid 双氯芬酸	100	第一天	82.25	81.00	76.75	72.75	78.00	78.15	4.79	2.65
	100	第二天	80.50	80.50	81.50	80.00	82.25	80.95	1.12	
	100	第三天	85.60	70.00	73.00	78.80	77.00	76.88	7.75	
	500	第一天	80.00	81.13	80.50	85.13	74.50	80.25	4.73	3.68
	500	第二天	77.75	78.13	78.88	80.25	81.38	79.28	1.91	
	500	第三天	84.33	80.89	88.11	84.00	87.11	84.89	3.35	
	1000	第一天	92.94	87.56	83.50	89.63	86.00	87.93	4.08	4.96
	1000	第二天	78.88	81.44	82.00	81.56	77.69	80.31	2.38	
	1000	第三天	86.88	89.47	90.59	84.47	85.06	87.29	3.07	
Indometacin 吲哚美辛	100	第一天	85.25	86.25	85.50	83.25	89.25	85.90	2.53	10.36
	100	第二天	79.75	74.25	80.75	75.75	75.00	77.10	3.82	
	100	第三天	69.00	68.60	72.80	70.40	68.40	69.84	2.62	
	500	第一天	91.63	85.25	83.25	87.38	85.13	86.53	3.70	4.37
	500	第二天	79.50	80.25	79.25	76.38	81.63	79.40	2.43	
	500	第三天	79.56	83.78	81.22	82.67	82.67	81.98	1.99	

	1000	第一天	92.50	91.50	94.00	89.06	88.94	91.20	2.41	6.46
	1000	第二天	80.06	79.88	80.00	81.63	79.13	80.14	1.14	
	1000	第三天	83.00	83.41	87.24	84.65	89.06	85.47	3.04	
Ibuprofen 布洛芬	100	第一天	82.00	85.75	84.00	79.00	83.00	82.75	3.04	9.45
	100	第二天	74.50	76.50	79.25	75.50	80.25	77.20	3.18	
	100	第三天	67.20	67.60	67.60	70.60	69.40	68.48	2.13	
	500	第一天	83.38	82.38	78.38	81.63	79.50	81.05	2.55	2.12
	500	第二天	81.50	75.75	78.38	77.63	79.38	78.53	2.71	
	500	第三天	81.89	80.11	79.00	87.00	80.89	81.78	3.80	
	1000	第一天	92.13	89.50	89.94	85.56	86.25	88.68	3.08	5.60
	1000	第二天	80.00	78.69	80.56	82.94	74.94	79.43	3.71	
	1000	第三天	86.71	86.82	85.82	86.71	83.00	85.81	1.89	

维生素预混合饲料										
化合物	添加浓度 μg/kg	天数	1-回收率%	2-回收率%	3-回收率%	4-回收率%	5-回收率%	平均值	RSD%	批间 RSD%
Antipyrine 安替比林	100	第一天	87.75	95.25	82.25	83.00	87.25	87.10	5.94	7.33
	100	第二天	83.50	79.25	84.75	95.50	85.75	85.75	6.98	
	100	第三天	77.60	73.80	76.00	75.40	77.00	75.96	1.95	
	500	第一天	74.63	81.25	78.00	76.00	75.75	77.13	3.38	9.80

	500	第二天	91.25	95.00	96.25	87.13	88.13	91.55	4.42	4.90
	500	第三天	73.50	75.20	75.80	82.00	84.00	78.10	5.90	
	1000	第一天	81.44	85.38	85.56	87.88	78.06	83.66	4.65	
	1000	第二天	88.06	89.88	91.63	91.56	91.31	90.49	1.69	
	1000	第三天	82.50	83.28	78.61	84.61	85.22	82.84	3.14	
Phenylbutazone 保泰松	100	第一天	63.56	64.89	64.44	66.44	67.11	65.29	2.24	4.85
	100	第二天	61.40	65.00	65.80	67.00	65.40	64.92	3.24	
	100	第三天	70.60	68.60	73.60	71.80	69.00	70.72	2.91	
	500	第一天	61.85	70.87	69.89	70.87	68.48	68.39	5.54	3.02
	500	第二天	62.00	66.64	63.55	65.09	64.73	64.40	2.70	
	500	第三天	66.93	65.33	63.29	70.40	64.62	66.12	4.13	
	1000	第一天	66.62	63.05	66.71	68.81	66.81	66.40	3.14	1.54
	1000	第二天	65.55	66.18	64.86	65.41	62.86	64.97	1.95	
	1000	第三天	66.49	65.24	70.76	66.84	65.42	66.95	3.34	
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	100	第一天	74.71	83.53	66.47	61.76	75.29	72.35	11.68	5.08
	100	第二天	70.00	66.25	73.00	65.00	70.75	69.00	4.79	
	100	第三天	62.75	67.00	63.25	63.50	70.25	65.35	4.92	
	500	第一天	69.25	79.50	68.00	64.50	63.50	68.95	9.22	0.45
	500	第二天	64.75	67.38	73.00	74.13	64.75	68.80	6.53	
	500	第三天	71.13	69.38	72.38	67.38	66.75	69.40	3.45	
	1000	第一天	62.90	62.40	62.30	61.90	60.00	61.90	1.81	7.25

	1000	第二天	69.19	71.75	69.94	70.25	74.94	71.21	3.20	
	1000	第三天	66.50	63.06	65.69	64.88	63.38	64.70	2.28	
Paracetamol 对乙酰氨基酚	100	第一天	66.25	62.00	61.50	60.50	62.50	62.55	3.51	6.55
	100	第二天	67.78	63.56	60.44	65.11	64.89	64.36	4.15	
	100	第三天	69.80	72.20	67.80	71.20	72.80	70.76	2.84	
	500	第一天	68.38	69.25	69.88	71.50	65.13	68.83	3.43	4.57
	500	第二天	65.40	62.60	62.50	64.40	65.80	64.14	2.40	
	500	第三天	61.78	62.67	63.56	62.76	65.60	63.27	2.29	
	1000	第一天	67.00	67.06	67.17	73.22	69.11	68.71	3.89	4.99
	1000	第二天	64.90	66.10	69.95	69.95	68.15	67.81	3.35	
	1000	第三天	60.62	64.71	60.13	64.31	63.11	62.58	3.36	
Metamizole 安乃近	100	第一天	69.25	66.00	73.00	65.50	66.50	68.05	4.59	11.90
	100	第二天	93.25	77.75	77.75	89.50	87.50	85.15	8.30	
	100	第三天	63.80	74.40	83.40	68.20	70.60	72.08	10.27	
	500	第一天	66.38	81.88	71.75	65.38	67.13	70.50	9.66	11.81
	500	第二天	84.00	92.25	81.00	96.00	91.50	88.95	6.99	
	500	第三天	75.80	80.10	80.30	75.10	75.60	77.38	3.34	
	1000	第一天	77.56	79.31	89.75	80.13	76.19	80.59	6.63	3.83
	1000	第二天	90.44	89.31	83.94	87.56	81.31	86.51	4.40	
	1000	第三天	76.61	81.67	81.22	85.72	82.61	81.57	4.02	
	100	第一天	68.75	73.25	67.25	69.25	65.00	68.70	4.42	6.31

Naproxen 萘普生	100	第二天	76.50	76.25	79.50	76.25	81.00	77.90	2.84	8.93	
	100	第三天	74.40	71.80	74.40	71.00	72.20	72.76	2.14		
	500	第一天	72.13	70.75	68.38	70.63	67.00	69.78	2.94		
	500	第二天	79.00	90.13	81.38	82.00	81.25	82.75	5.17		
	500	第三天	80.30	82.00	79.20	83.00	78.10	80.52	2.48		
	1000	第一天	78.69	81.50	80.13	78.50	77.88	79.34	1.84		4.86
	1000	第二天	84.69	85.13	85.38	86.38	84.44	85.20	0.88		
	1000	第三天	85.39	87.94	85.00	86.78	90.83	87.19	2.69		
Diclofenac acid 双氯芬酸	100	第一天	74.50	75.00	78.25	76.50	72.00	75.25	3.10	2.84	
	100	第二天	80.50	75.75	77.75	81.25	79.25	78.90	2.79		
	100	第三天	71.20	75.40	81.20	74.80	72.60	75.04	5.11		
	500	第一天	74.13	75.13	74.50	72.25	80.38	75.28	4.05	3.86	
	500	第二天	76.38	86.88	80.88	78.75	81.63	80.90	4.84		
	500	第三天	75.50	74.80	76.20	77.30	77.90	76.34	1.66		
	1000	第一天	87.56	85.44	94.75	86.75	87.06	88.31	4.17	3.26	
	1000	第二天	94.25	86.88	86.19	84.25	82.50	86.81	5.18		
	1000	第三天	80.94	85.78	79.56	84.67	83.50	82.89	3.12		
Indometacin 吲哚美辛	100	第一天	82.25	88.25	90.50	85.25	81.25	85.50	4.58	9.63	
	100	第二天	76.25	74.00	78.00	73.50	78.25	76.00	2.90		
	100	第三天	73.00	74.60	71.00	73.20	62.20	70.80	7.03		
	500	第一天	83.50	89.00	82.13	81.75	81.13	83.50	3.83	5.42	

	500	第二天	80.75	84.00	77.75	81.63	79.63	80.75	2.88	9.73
	500	第三天	76.70	72.60	75.10	76.90	73.80	75.02	2.47	
	1000	第一天	91.25	94.88	97.06	91.19	95.56	93.99	2.82	
	1000	第二天	79.38	78.75	78.06	81.13	73.81	78.23	3.47	
	1000	第三天	80.56	81.83	82.06	81.50	83.67	81.92	1.38	
Ibuprofen 布 洛芬	100	第一天	79.25	83.50	76.00	77.25	81.25	79.45	3.80	7.25
	100	第二天	77.75	77.25	75.50	81.00	77.25	77.75	2.58	
	100	第三天	70.60	67.00	71.60	68.60	68.40	69.24	2.66	
	500	第一天	80.00	79.13	77.25	78.88	76.00	78.25	2.05	3.90
	500	第二天	75.13	78.75	81.63	76.13	83.50	79.03	4.50	
	500	第三天	70.80	75.00	71.10	75.90	74.60	73.48	3.21	
	1000	第一天	88.13	86.13	88.44	89.25	91.69	88.73	2.27	5.92
	1000	第二天	81.50	82.06	81.06	77.13	78.25	80.00	2.72	
	1000	第三天	77.61	83.50	79.94	80.22	80.89	80.43	2.63	

饲料原料（蒲公英粉）										
化合物	添加 浓度 μg/kg	天数	1-回收率%	2-回收率%	3-回收率%	4-回收率%	5-回收率%	平均值	RSD%	批间 RSD%
	100	第一天	86.5	94.92	81.92	77.22	86.92	85.50	7.69	3.18

Antipyrine 安替比林	100	第二天	82.25	78.92	83.5	95.17	85.42	85.05	7.21	
	100	第三天	77.27	73.47	75.67	75.07	76.67	75.63	1.96	
	500	第一天	73.38	80.92	76.21	75.67	75.11	76.26	3.69	1.09
	500	第二天	92.21	94.67	95.92	86.8	87.8	91.48	4.44	
	500	第三天	72.25	76.35	75.47	80.88	83.67	77.72	5.83	
	1000	第一天	80.19	85.05	85.23	87.55	77.73	83.15	4.86	1.45
	1000	第二天	86.81	89.55	91.3	90.21	90.98	89.77	1.99	
	1000	第三天	81.25	82.95	77.21	84.28	84.89	82.12	3.75	
Phenylbutazone 保泰松	100	第一天	71.61	64.56	64.11	66.11	66.78	66.63	4.49	0.83
	100	第二天	70.22	64.67	65.47	66.67	65.07	66.42	3.39	
	100	第三天	69.35	68.27	73.27	70.27	68.67	69.97	2.85	
	500	第一天	60.6	70.54	69.56	70.54	68.15	67.88	6.16	1.53
	500	第二天	60.75	66.31	64.22	64.76	64.4	64.09	3.18	
	500	第三天	65.68	65	62.96	70.07	64.29	65.60	4.11	
	1000	第一天	65.37	62.72	66.38	68.48	66.48	65.89	3.19	0.84
	1000	第二天	64.3	65.85	64.53	65.08	62.53	64.46	1.91	
	1000	第三天	65.24	64.91	70.43	66.51	65.09	66.44	3.49	
Acetylsalicylic acid 阿司匹林	100	第一天	73.46	83.2	66.14	61.43	74.96	71.84	11.69	3.86
	100	第二天	68.75	65.92	72.67	64.67	70.42	68.49	4.76	
	100	第三天	61.5	66.67	62.92	63.17	69.92	64.84	5.27	
	500	第一天	68	79.17	67.67	64.17	63.17	68.44	9.30	3.05

	500	第二天	63.5	67.05	72.67	73.8	64.42	68.29	6.91	1.05
	500	第三天	67.88	69.05	72.05	67.05	66.42	68.49	3.24	
	1000	第一天	61.65	62.07	61.97	61.57	59.67	61.39	1.60	
	1000	第二天	67.94	71.42	69.61	69.92	74.61	70.70	3.55	
	1000	第三天	65.25	62.73	65.36	64.55	63.05	64.19	1.92	
Paracetamol 对乙酰氨基酚	100	第一天	65	61.67	61.17	60.17	62.17	62.04	2.92	0.44
	100	第二天	66.53	63.23	60.11	64.78	64.56	63.84	3.75	
	100	第三天	68.55	71.87	67.47	70.87	72.47	70.25	3.07	
	500	第一天	67.13	72.11	69.55	71.17	64.8	68.95	4.34	1.11
	500	第二天	64.15	62.27	62.17	64.07	65.47	63.63	2.20	
	500	第三天	60.53	62.34	63.23	62.43	65.27	62.76	2.73	
	1000	第一天	65.75	66.73	66.84	72.89	68.78	68.20	4.17	0.21
	1000	第二天	63.65	65.77	69.62	69.62	67.82	67.30	3.84	
	1000	第三天	59.37	64.38	59.8	63.98	62.78	62.06	3.77	
Metamizole 安乃近	100	第一天	69	65.67	72.67	65.17	66.17	67.74	4.62	3.11
	100	第二天	83	77.42	77.42	89.17	87.17	82.84	6.55	
	100	第三天	62.55	74.07	83.07	67.87	70.27	71.57	10.72	
	500	第一天	65.13	81.55	71.42	65.05	66.8	69.99	9.95	3.19
	500	第二天	82.75	91.92	80.67	95.67	91.17	88.44	7.25	
	500	第三天	74.55	79.77	79.97	74.77	75.27	76.87	3.58	
	1000	第一天	76.31	78.98	89.42	79.8	75.86	80.07	6.86	1.47

	1000	第二天	89.19	88.98	83.61	87.23	80.98	86.00	4.17	
	1000	第三天	75.36	81.34	80.89	85.39	82.28	81.05	4.48	
Naproxen 萘普生	100	第一天	77.51	72.92	66.92	68.92	64.67	70.19	7.26	2.82
	100	第二天	75.25	75.92	79.17	75.92	80.67	77.39	3.09	
	100	第三天	73.15	71.47	74.07	70.67	71.87	72.25	1.88	
	500	第一天	70.88	70.42	68.05	70.3	66.67	69.26	2.63	1.65
	500	第二天	77.75	89.8	81.05	81.67	80.92	82.24	5.47	
	500	第三天	79.05	81.67	78.87	82.67	77.77	80.01	2.58	
	1000	第一天	77.44	81.17	79.8	78.17	77.55	78.83	2.05	0.89
	1000	第二天	83.44	84.8	85.05	86.05	84.11	84.69	1.16	
	1000	第三天	84.14	87.61	84.67	86.45	90.5	86.67	2.94	
Diclofenac acid 双氯芬酸	100	第一天	73.25	74.67	77.92	76.17	71.67	74.74	3.26	1.49
	100	第二天	79.25	75.42	77.42	80.92	78.92	78.39	2.64	
	100	第三天	69.95	75.07	80.87	74.47	72.27	74.53	5.47	
	500	第一天	75.2	74.8	74.17	71.92	80.05	75.23	3.96	1.65
	500	第二天	75.13	86.55	80.55	78.42	81.3	80.39	5.22	
	500	第三天	74.25	74.47	75.87	76.97	77.57	75.83	1.94	
	1000	第一天	86.31	85.11	94.42	86.42	86.73	87.80	4.27	0.70
	1000	第二天	93	86.55	85.86	83.92	82.17	86.30	4.77	
	1000	第三天	79.69	85.45	79.23	84.34	83.17	82.38	3.38	
	100	第一天	81	87.92	90.17	84.92	80.92	84.99	4.85	1.39

Indometacin 吲哚美辛	100	第二天	81.22	73.67	77.67	73.17	77.92	76.73	4.35	
	100	第三天	71.75	74.27	70.67	72.87	61.87	70.29	6.96	
	500	第一天	82.25	88.67	81.8	81.42	80.8	82.99	3.88	0.82
	500	第二天	79.5	83.67	77.42	81.3	79.3	80.24	2.94	
	500	第三天	75.45	72.27	74.77	76.57	73.47	74.51	2.26	
	1000	第一天	90	94.55	96.73	90.86	95.23	93.47	3.11	0.87
	1000	第二天	78.13	78.42	77.73	80.8	73.48	77.71	3.41	
	1000	第三天	79.31	81.5	81.73	81.17	83.34	81.41	1.77	
Ibuprofen 布洛芬	100	第一天	78	83.17	75.67	76.92	80.92	78.94	3.88	0.76
	100	第二天	76.5	76.92	75.17	80.67	76.92	77.24	2.65	
	100	第三天	69.35	66.67	71.27	68.27	68.07	68.73	2.49	
	500	第一天	78.75	78.8	76.92	78.55	75.67	77.74	1.79	1.54
	500	第二天	73.88	78.42	81.3	75.8	83.17	78.51	4.86	
	500	第三天	70.55	74.67	70.77	75.57	74.27	73.17	3.19	
	1000	第一天	86.88	85.8	88.11	88.92	91.36	88.21	2.41	0.13
	1000	第二天	80.25	81.73	80.73	76.8	77.92	79.49	2.58	
	1000	第三天	77.21	83.17	79.61	79.89	80.56	80.09	2.67	

结果表明：在浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的添加回收试验中，安替比林、保泰松、阿司匹林、对乙酰氨基酚、安乃近、萘普生、双氯芬酸、吲哚美辛、布洛芬在 6 类饲料中的平均回收率在 60 %-120% 之间，方法的批内变异系数在 0.62 %-12.04 % 范围内，批间变异系数为 0.45 %-13.01 %。结果均符合 GB/T23182-2008 《饲料中兽药及其他化

学物检测试验规程》相应要求。说明该方法测定 9 种解热镇痛药具有较好的准确度和精密度，方法稳定性良好。需要注意的是，检测尽量在前处理后马上上机检测，否则阿司匹林、安乃近非常容易降解（建议在 6 小时内完成上机分析过程）。

3.3.4 方法适用性验证

此外,为了更好地确定本方法在高剂量添加范围下的适用性,在不同基质中均进行了 50mg/kg 折合到配合饲料中的添加回收,结果如表 17 所示。

表 17 50mg/kg 添加浓度下不同药物的回收率 (%)

化合物名称	平均回收率					
	精料补充料	配合饲料	浓缩饲料 (25%, 添加浓度为 200mg/kg)	添加剂预混 合饲料(4%, 添加浓度为 1250mg/kg)	酶制剂(植 酸酶)	饲料原料 (金银花 粉)
安替比林	89.87	104.7	113.8	117.3	68.18	88.7
保泰松	84.0	91.7	82.7	112.8	66.81	86.2
对乙酰氨基酚	91.0	117.7	117.1	112.7	89.5	86.1
安乃近	82.7	113.2	113.3	115.7	64.4	91.2
萘普生	76.0	95.5	85.6	118.7	71.6	85.6
双氯芬酸	82.7	93.8	97.7	110.5	68.8	92.2
吲哚美辛	84.1	102.7	92.0	116.0	65.6	88.0
阿司匹林	91.8	98.2	74.5	117.3	68.2	90.1
布洛芬	85.4	101.6	114.0	114.3	63.3	89.2

同时为了更好地确定本方法对于动物性原料的适用性,在宠物饲料(只含有鸡肉粉和鸡油,且脂肪含量较高为 15.8%)的产品中也进行了 200 μg/kg 的添加回收验证,结果如表 18 所示。同时,由于使用的是脂肪去除型固相萃取柱,在脂肪含量较高的样品中,回收效果更好。

表 18 在动物性饲料原料中的添加回收结果 (200 μg/kg, n=3)

化合物名称	平均回收率
安替比林	97.0
保泰松	94.0

对乙酰氨基酚	93.8
安乃近	93.5
萘普生	96.2
双氯芬酸	90.2
吲哚美辛	97.7
阿司匹林	98.8
布洛芬	96.8

3.3.5 实际样品考察

按照本标准中制定的方法，从标准起草单位日常工作中从属地饲料生产企业、养殖企业和筛查工作中疑似含有解热镇痛类药物的饲料样品进行测试，分别选取配合饲料 20 批次（包括宠物配合饲料）、浓缩饲料 20 批次、精料补充料 20 批次、混合型饲料添加剂 20 批次、饲料原料 10 批次、添加剂预混合饲料 20 批次进行测试，除表 19 中所列出的检出药物外，其他解热镇痛类药物的含量均在检出限以下。

表 19 实际样品检测分析结果

样品名称	检出药物
混合型饲料添加剂 淫羊藿提取物	对乙酰氨基酚 124 µg/kg
中龙神力发酵益菌素	对乙酰氨基酚 103 µg/kg
混合型饲料添加剂 枯草芽孢杆菌+酿酒酵母 (II型)速肥肽 II	对乙酰氨基酚 163 µg/kg
混合型饲料添加剂·枯草芽孢杆菌·仔猪宝	安替比林 342 µg/kg
牧源蓝圆独康	对乙酰氨基酚 8.5mg/kg
噬吞蓝圆肽	对乙酰氨基酚 1616mg/kg

3.3.6 结论

本标准方法学评价结果均符合 GB/T23182-2008 《饲料中兽药及其他化学物质检测试验规程》相应要求。本方法适用于配合饲料、浓缩

饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、混合型饲料添加剂和饲料原料中安替比林、保泰松、对乙酰氨基酚、安乃近、萘普生、双氯芬酸、吲哚美辛、布洛芬和阿司匹林 9 种解热镇痛类药物的测定。

四、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

2024 年 12 月~2025 年 3 月，标准编制小组委托武汉海关技术中心、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院完成本标准的复核验证工作。三家检测机构对本标准的复核验证结论为：对标准进行了复核验证，从方法的线性、灵敏度、准确度和精密度等方面进行了考察，方法灵敏度高、重复性好，相对标准偏差与标准规定相符合；方法检出限、定量限与标准规定一致。经试验验证，该方法适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、混合型饲料添加剂和饲料原料中 9 种解热镇痛类药物的测定。详见验证报告。

研究建立的简便、快速、灵敏度高、定性准确的 9 种解热镇痛类药物的液相色谱-串联质谱确证方法，对有效节约试剂耗材和分析时间消耗、快速分析饲料中的解热镇痛类药物的违法使用提供了技术支撑，对满足我国饲料“禁抗”需要和监管需要，从源头保障我国畜产品质量安全具有重要意义。

五、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

目前我国饲料检测方法标准中尚无解热镇痛类药物的测定方法。起草组结合了国内外相关方法研究文献报道中的技术内容，在分析和总结的基础上，通过实验室试验研究，完成了本标准技术内容的制定起草。

六、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本标准未引用或采用国际国外标准。

七、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。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。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

九、涉及专利的有关说明

无。

十、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本。

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影印文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作。

(3) 建议本标准正式发布后，设定 6 个月的过渡期，过渡 6 个月 after 实施。

十一、其他应当说明的事项

无。