中华人民共和国农业行业标准

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》

编制说明

(预审稿)

上海市质量监督检验技术研究院上海市动物疫病预防控制中心

2024年5月

i

项目名称:《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》

农业行业标准项目计划编号: 14202159

承担单位: 上海市质量监督检验技术研究院、上海市动物疫病预防控制中心

编制组主要成员: 翁史昱、黄士新、秦宇、吴剑平、张斌骏、王承平、 虞成华、王安琪、顾颖娟、王博、葛宇、曹莹、雷涛、严凤。

目录

- ,	标准制定背景及任务来源	1
	(一) 标准制定背景	1
	(二) 任务来源	3
	(三) 主要工作过程	3
1	成立标准编制小组	3
2	查询国内外相关标准和文献资料	4
3	确定标准制定技术路线、制定原则	4
4	进行论证实验,确定方法主要试验技术内容制定的合理性	4
5	编写标准征求意见稿	4
6	编写标准预审稿	5
7	组织方法验证	5
8	组织专家进行标准论证与预审	5
=,	标准编制原则和主要技术内容确定的依据	8
	(一) 标准编制原则	8
	(二) 主要技术内容确定的依据	8
	1 与国内外相关标准的对比情况	8
	2 方法主要试验技术制定与验证	10
	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	
四、	与国际、国外同类标准技术内容的对比情况	96
五、	以国际标准为基础的起草情况	97
六、	与有关法律、行政法规及相关标准的关系	97
七、	重大分歧意见的处理经过和依据	97
八、	涉及专利的有关说明	97
九、	实施标准的要求和措施建议	98
+,	其他应予说明的事项	98
附化	±	98

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》农业行业标准制定的编制说明

一、标准制定背景及任务来源

(一) 标准制定背景

硝基呋喃类化合物是一类人工合成的具有 5-硝基呋喃基本结构的广谱抗菌药物,一度被广泛应用于畜禽和水产养殖行业,其对于革兰氏菌、真菌和一些原虫引起的疾病具有显著疗效。在欧洲共同体法定的混合型饲料添加剂品种中,硝呋烯腙属于第一类登记的药品也是唯一被允许用于猪、鸡和犊牛饲料中的合成抗菌药物。硝呋烯腙在世界各国如澳大利亚、丹麦、法国、德国、美国、日本、东南亚及我国台湾等地已多年使用,中国台湾仍允许其作为混合型饲料添加剂,用量为 10~25 mg/kg。但是有研究表明,硝基呋喃类化合物及其代谢产物具有致畸等副作用,且能诱发癌症。中华人民共和国农业农村部第 250 号公告^[1]禁止在所有食品动物中以任何用途使用硝基呋喃类(呋喃西林、呋喃妥因、呋喃它酮、呋喃唑酮、呋喃苯烯酸钠)和硝基化合物类(硝呋烯腙、硝基酚钠)药物。

国内饲料中硝基呋喃类化合物的检测方法已经有所发展,如 2010 年发布的农业部 1486 号公告-8-2010^[2]中包含了饲料中呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因四种硝基呋喃类化合物的高效液相色谱测定方法。2015 年发布的农业部 2349 号公告 -6-2015^[3]中包含了饲料中呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因四种硝基呋喃类 化合物的液相色谱-串联质谱测定方法,同时对标准品稳定性进行了明确的规定:-20℃

避光保存,4个月。但已有的检测标准只能检测呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因四种硝基呋喃类化合物。

随着饲料工业的发展,可能被用于饲料中的硝基呋喃类化合物的种类在不断增加,经过调研,目前主要有 10 种硝基呋喃类化合物可能被用于饲料中,而目前国内尚无同时检测饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的标准方法。因此,亟需建立饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的检测方法。通过制定《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准,可以科学界定该产品的性能,确保该产品的安全性,保障动物食品的安全具有重要意义。10 种硝基呋喃类化合物的中文名、英文名、分子式、分子量、CAS 号和结构式见表 1。

表 1 10 种硝基呋喃类化合物的中文名、英文名、分子式、分子量、CAS 号和结构式

序号	中文名	英文名	分子式	分子量	CAS 号	结构式
1	呋喃西林	Nitrofurazone	$C_6H_6N_4O_4$	198. 14	59-87-0	N. WHS
2	呋喃唑酮	Furazolidone	$C_8H_7N_3O_5$	225. 16	67-45-8	
3	硝呋吡醇	Nifurpirinol	$C_{12}H_{10}N_2O_4$	246. 22	13411-16-0	OH OH
4	硝呋齐特	Nifuroxazide	$C_{12}H_9N_3O_5$	275. 22	965-52-6	HO HO O
5	呋喃它酮	Furaltadone	$C_{13}H_{16}N_4O_6$	324. 29	139-91-3	
6	硝呋烯腙	Nitrovin	$C_{14}H_{12}N_6O_6$	360. 28	804-36-4	O NH NH

7	硝呋索尔	Nifursol	$C_{12}H_7N_5O_9$	365. 21	16915-70-1	
8	硝呋醛肟	Nifuroxime	C ₅ H ₄ N ₂ O ₄	156. 10	555-15-7	HO N O
9	呋喃苯烯钠	Nifurstylenate	C ₁₃ H ₁₀ NNaO ₅	283. 21	54992-23-3	NaH NaH
10	呋喃妥因	Nitrofurantoin	C ₈ H ₆ N ₄ O ₅	238. 16	67-20-9	O HNN N N N N N N N N N N N N N N N N N

(二) 任务来源

根据全国饲料工业标准化技术委员会下达的饲料工业国家标准、行业标准制定文件,上海市质量监督检验技术研究院承担了《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》农业行业标准制定工作(项目编号为 14202159),该标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

(三) 主要工作过程

1 成立标准编制小组

2020年8月,上海市质量监督检验技术研究院接到《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》农业行业标准制定任务后,对该标准的具体工作进行了认真研究,确定了总体工作方案,并成立了标准制定工作组。

2 查询国内外相关标准和文献资料

2020年8月~11月,本标准编制组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料,确立了标准制定的指导思想,形成了开题报告和标准草案,并制定了初步的实验方案。

3 确定标准制定技术路线、制定原则

2020年11月,上海市质量监督检验技术研究院召开了标准开题论证会,会上标准编制组介绍了对国内外相关分析方法的研究,标准制定的技术路线和技术难点,以及拟开展的主要工作等内容。

4 进行论证实验,确定方法主要试验技术内容制定的合理性

2020年11月~2020年12月,在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料的基础上,在参照国际和国外先进标准的基础上,结合目前的实际情况,初步确定了标准的制定和相应的试验方法,形成了标准草案。2023年4月21日,组织专家对《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》(预审稿)进行了认真的审查。专家组一致建议标准起草单位按照上述意见修改后再次形成标准预审材料,报全国畜牧业标准化技术委员会秘书处申请预审。之后,2023年4月~2023年12月,工作组对标准草案进行了多次讨论研究,同时对标准中采用的试验方法进行了研究与方法验证工作,积累了研究数据。

5 编写标准征求意见稿

2023年12月~2024年5月,对方法研究过程中出现的问题和困难,标准工作组进行了认真研究分析,并得以解决,完善了方法的准确性和可靠性,在此基础上完成

了标准文本及编制说明的征求意见稿。

6 编写标准预审稿

2024年5月~2024年6月,根据有关专家意见基础上,对标准内容进行了修改完善,在此基础上,编写完成了《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准及编制说明预审稿。

7 组织方法验证

2024年5月,由南京海关动植物食品中心、上海海关动植物食品中心和上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所对《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》标准进行了方法验证。验证报告见附件4。

8 组织专家进行标准论证与预审

8.1 标准论证会

2023年4月21日,上海市兽药饲料检测所组织专家对上海市质量监督检验技术研究院、上海市兽药饲料检测所起草的农业行业标准《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》(预审稿)进行了认真的审查。专家组由杨秀玉,李俊玲,程林丽,李宏,吴银良、张凤枰、耿士伟、张育润组成。在听取起草专家汇报的基础上,专家组审查了标准文本及编制说明,提出如下修改意见:

1) 标准曲线: 根据各化合物的响应情况确定合适的线性范围。

修改:根据化合物的在液相色谱-串联质谱仪中的响应大小,将呋喃唑酮,呋喃它酮,呋喃吡醇和呋喃齐特浓度降低 10 倍,即此四种化合物的线性范围调整为 0.5 ng/mL~20.0 ng/mL。其余 6 个化合物为 5.0 ng/mL~200.0 ng/mL。

2)建议删除二硝托胺,考察加入呋喃苯烯钠的可行性,并在编制说明中补充相关内容。

修改: 已考查。

- 3) 进一步优化前处理条件:
- (1) 建议补充与商业化固相萃取柱净化比较的数据;

修改: 已在编制说明中补充。

(2) 考察净化后即上机测定的可行性;

修改: 已考察。

(3) 考察基质匹配标准曲线定量的可行性;

修改: 已考察。

(4) 列出不同样品溶解溶剂对和化合物响应影响的数据:

修改:已列出。

(5) 补充超声提取温度对测定结果影响的数据:

修改: 已补充。

- 4) 进一步补充完善编制说明:
 - (1) 考察适当增大复溶溶剂体积的可行性;

修改: 已考察, 目前的标准文本中将复溶溶剂体积改为 2mL。

(2) 补充高浓度水平加标回收率的数据

修改: 已补充 0.5/5.0mg/kg 添加水平的加标回收。

(3) 列出混合标准储备溶液稳定性考察的峰面积及偏差数据;

修改:已在标准说明中增加该部分数据。

(4) 增加前处理过程中避光的要求,并进一步完善标准制定的背景内容。

修改:增加前处理过程中的避光要求,原因一:农业部 2349 号公告-6-2015 的标准中要求,储备液的保存需要在-20℃避光保存。二:四川大学华西药学院物理化学教研室林涛等[4]在研究呋喃西林水溶液光解反应的表观反应级数和光照度的关系中指出:呋喃西林水溶液在光作用下的表观反应级数与药物的初质量浓度和入射光的照度有关,即呋喃西林水溶液的光反应级数随质量浓度的减小而增大,随光照度的增大而增大。

(5) 按照《国家标准管理办法》第二十七条进行调整完善。

修改:已对照《国家标准管理办法》第二十七条进行修改并完善标准草案和编制 说明。

专家组一致建议标准起草单位按照上述意见修改后再次形成标准预审材料,报全国畜牧业标准化技术委员会秘书处申请预审。

8.2 标准预审会

2024年6月13日,上海市质量监督检验技术研究院组织专家对上海市质量监督检验技术研究院、上海市动物疫病预防控制中心起草的农业行业标准《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》(预审稿)进行了认真审查。专家组由杨曙明、张凤枰、朱聪英、吴宁鹏、吴银良、王凤芹、杨海锋、周炜组成。专家组在听取起草专家汇报的基础上,审查了标准文本及编制说明的预审稿。经审查,提出以下修改意见:

1) 在第7章中增加基质空白样品制备、第8章中增加基质匹配混合标准系列溶液的制备及相应的内容。

修改:已在标准文本中修改。

2) 编制说明中补充混合标准储备溶液溶剂选择的依据。

修改: 已在编制说明中修改。(详见 2.1.3.14)

3)编制说明中增加中性氧化铝分散净化方式与商品化氧化铝萃取柱净化的比较数据。

修改: 已在编制说明中修改。(详见 2.1.3.8)

4)编制说明中补充针对呋喃苯烯酸钠的提取净化条件优化数据。

修改:已在编制说明中修改,补充呋喃苯烯酸钠相关的提取净化数据。

5) 按 GB/T 1.1-2020 和 GB/T 20001.4-2015 的要求规范标准文本及编制说明。

修改: 已核对标准文本和编制说明按 GB/T 1.1-2020 和 GB/T 20001.4-2015 要求。

专家组一致同意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。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

(一) 标准编制原则

- (1) 依据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分:试验方法标准》的要求,以参照国内外相关标准与文献为基础进行制定。
 - (2) 制定后的方法性能够满足相关饲料标准和饲料质量安全监管工作的需要。
 - (3) 制定后的方法性具科学性、可靠性及普遍适用性,易于推广使用。

(二) 主要技术内容确定的依据

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:

1 与国内外相关标准的对比情况

目前已发布的国内外相关标准包括:吉林省地方标准《DB 22/T 1697-2012》(饲料

中硝呋烯腙的测定 液相色谱-质谱/质谱法),安徽省地方标准《DB 34/T 1766-2012》(饲料 zho9ng 硝呋习总的测定 液相色谱串联质谱法),湖南省地方标准《DB 43/T 701-2012》(饲料中硝呋烯腙的测定 高效液相色谱法),农业行业标准《NY/T 727-2003》(饲料中呋喃唑酮的测定 高效液相色谱法),出入境行业标准《SN/T 3648-2013》(饲料中呋喃唑酮、呋喃妥因、呋喃它酮和呋喃西林含量的检测方法 液相色谱法),出入境行业标准《SN/T 5113-2019》(进出口食用动物、饲料和呋喃测定 液相色谱-质谱/质谱法和液相色谱法),2010 年发布的农业部 1486 号公告-8-2010 中包含了饲料中呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因四种硝基呋喃类化合物的高效液相色谱测定方法。2015年发布的农业部 2349 号公告-6-2015 中包含了饲料中呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因四种硝基呋喃类化合物的高效液相色谱测定方法。2015年发布的农业部 2349 号公告-6-2015 中包含了饲料中呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因四种硝基呋喃类化合物的液相色谱-串联质谱测定方法。已有农业行业标准及本标准的关键参数对比见表 3。

目前国内尚无同时检测饲料中10种硝基呋喃类化合物的标准方法。

标准编号	样品基质	包含硝基呋喃类化合物	采用方法	检出限	定量限
农业部 1486 号 公告-8-2010	配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合 饲料	· 呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、 · 呋喃妥因	高效液相色谱法	0.3 mg/kg	1.0 mg/kg
农业部 2349 号 公告-6-2015	畜禽配合饲料、浓 缩饲料、添加剂预 混合饲料和精料补 充料	呋喃西林、呋喃唑酮、呋喃它酮、 呋喃妥因	液相色谱- 串联质谱法	0.05 mg/kg	0.1 mg/kg
本标准	配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合 饲料和精料补充料	呋喃西林、呋喃唑酮、硝呋吡醇、 硝呋齐特、呋喃它酮、硝呋烯腙、 硝呋索尔、硝呋醛肟、呋喃苯烯酸 钠、呋喃妥因	液相色谱- 串联质谱法	0.002/0.02 mg/kg	0.005/0.05 mg/kg

表 3 已有标准及本标准关键参数对比表

由表 2 可以看出,相比农业部 1486 号公告-8-2010,本标准可以检测的硝基呋喃类 化合物由 4 种增加为 10 种,检出限和定量限更低。相比农业部 2349 号公告-6-2015, 本标准在检出限和定量限相同的情况下,可以检测的硝基呋喃类化合物由 4 种增加为 10 种。本标准在饲料中硝基呋喃类化合物的检测方面具有创新性。

参考文献

- [1] 农业部.中华人民共和国农业部公告 第 250 号[J]. 中华人民共和国农业农村部公报, 2003(2):3.
- [2] 农业部.中华人民共和国农业部公告(第 1486 号)[J]. 农产品质量与安全, 2010(6):1.
 - [3] 农业部. 中华人民共和国农业部公告第 2349 号[J]. 中国饲料, 2016(1):1.
- [4] 林涛,詹先成,涂莉,等.照度对呋喃西林水溶液的表观光反应级数的影响[J].四川大学学报(医学版),2004(03):409-411.

2 方法主要试验技术制定与验证

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/T 6682 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。

试样的制备均按 GB/T 14699.1 抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取约 200 g,按照 GB/T 20195 制备样品,粉碎后过 0.425 mm 孔径的分析筛,混匀,装入磨口瓶中,备用。

2.1 液相色谱-串联质谱法试验技术制定

2.1.1 质谱实验条件的确定

经文献和标准的查阅后分析 10 种硝基呋喃类化合物的质谱扫描所用的离子源均为 ESI 源,且离子扫描方式为正离子模式和负离子模式。为了更好的优化质谱条件,配制

浓度为 1 mg/L 10 种硝基呋喃类化合物的单标标准溶液,利用全扫描模式下,优化毛细管电压、锥孔电压、源度、脱溶剂气流速等参数,得到待测物最强的分子离子峰。得到如下的质谱参数: 电离方式: 电喷雾电离 (ESI); 检测方式: 多反应监测 (MRM); 鞘气: 800 L/h; 反吹气: 150 L/h; 雾化器温度: 500 ℃; 电离电压: 3.0 kV; 源温度: 150 ℃。多反应监测 (MRM) 离子对、锥孔电压及碰撞能量见表 4。

表 4 10 种硝基呋喃类化合物的多反应监测 (MRM) 离子对、锥孔电压及碰撞能量的参考值

被测物名称	监测离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV	扫描模式
硝呋醛肟	$155.1 > 95.0^{a}$	20	10	负离子
和日本人自主力力	155.1 > 81.1	20	10	火西 1
呋喃西林	199.3 >182.1 ^a	40	10	正离子
7人刊刊 四 4年	199.3 > 135.9	40	15	止內 ,
呋喃唑酮	$226.2 > 122.0^{\mathrm{a}}$	40	20	正离子
吹啪笙唧	226.2 > 139.0	40	15	正內」
呋喃妥因	237.0 > 152.1 ^a	20	10	负离子
吹雕女囚	237.0 > 193.9	20	15	火 尚 】
고보다는 미나 제승	247.2 > 154.1 ^a	40	15	正离子
硝呋吡醇	247.2 > 229.0	40	30	正內」
7½ n+ - ->' 4±	276.1 > 121.1ª	40	20	正离子
硝呋齐特	276.1 > 93.1	40	40	上
日十 田井 寸井 水茶 那会 台市	257.6> 213.8a	10	12	ム京フ
呋喃苯烯酸钠	257.6 > 184.0	10	18	负离子
T+ T+ でっ 歌コ	325.4 > 252.1ª	40	15	工成了
呋喃它酮	325.4 >281.0	40	25	正离子
工岩 11十 小父 11之	361.4 > 180.0 ^a	40	20	五本フ
硝呋烯腙	361.4 > 302.0	40	20	正离子
14叶 未 欠	366.0 > 210.9 ^a	40	20	五本フ
硝呋索尔	366.0 > 156.0	40	35	正离子

2.1.2 液相色谱实验条件的确定

2.1.2.1 色谱柱的选择

本研究对比了 Hypersil GOLD C18(2.1×100mm, 1.8μm)、Eclipse Plus C18(2.1×100mm, 1.8μm)和 Titan C18(2.1×100mm, 1.9μm)三种色谱柱,实验发现 10 种硝基呋喃化合物对色谱柱的选择性不强,10 种硝基呋喃化合物均能在 C18 柱中实现保留。基于此,对于色谱柱的选择不做进一步优化。实验选择一款 C18(2.1×100mm, 1.9μm)色谱柱进行接下来的实验操作。

2.1.2.2 流动相的选择

首先选用 0.1% 甲酸溶液/乙腈作为流动相,结果发现酸性流动相对负模式扫描的硝 呋醛肟、呋喃苯烯酸钠、呋喃妥因有明显的抑制作用,导致这三个化合物的灵敏度不能满足检测要求。改用纯水/乙腈作为流动相,对不同浓度混合标准溶液进行测试,发现 10 种硝基呋喃类化合物峰形良好,灵敏度可以满足要求。液相条件:进样量为 2 μL;流速: 0.35 mL/min; 柱温: 40℃; C18 色谱柱,规格为 2.1 mm×100 mm, 1.9 μm; 以水 (A) 和乙腈 (B) 作流动相,按表 4 进行梯度洗脱。10 种硝基呋喃类化合物混合标准溶液(5/50 ng/mL)定量离子对色谱图见图 1。

	从	
时间(min)	A(%)	B(%)
0.00	90	10
1.00	90	10
2.50	10	90
4.00	10	90
4.10	90	10
7.00	90	10

表4 梯度洗脱程序

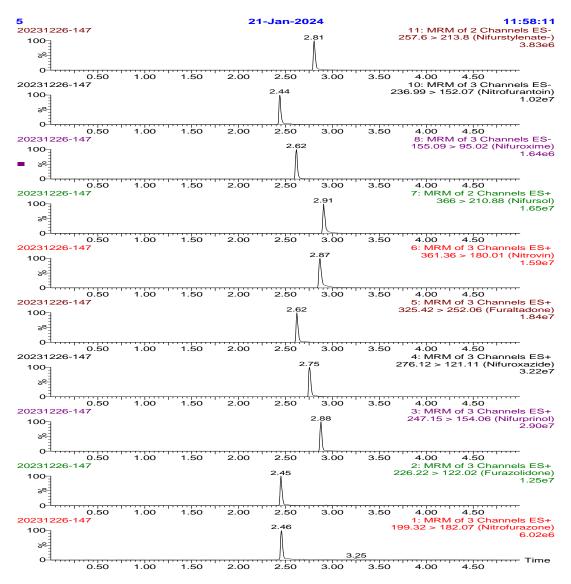


图 1 10 种硝基呋喃类化合物混合标准溶液定量离子对色谱图(硝呋醛肟、呋喃西林、呋喃妥因、呋喃苯烯酸钠、硝呋烯腙、硝呋索尔浓度为 50.0 ng/mL,呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、呋喃它酮浓度为 5.0 ng/mL)。

2.1.3 标准技术条件的选择

2.1.3.1 试样的前处理

称取试样 2.0 g (精确至 0.01 g), 置于 50 mL 具塞塑料离心管中, 加入 15 mL 乙腈 涡旋混匀, 超声提取 20 min, 于 9000 r/min 离心 1 min, 将上清液转移至 50 mL 容量瓶 中。重复提取两次,合并上清液,用乙腈定容,摇匀。准确移取提取液 10 mL 于 15 mL 离心管中,加入 1.0 g 中性氧化铝粉末 (粒径 40μm~60μm),涡旋 1 min,于 9000 r/min 离心 1 min,准确移取上清液 5 mL 于 10 mL 刻度试管中,在室温下用氮气吹至小于 1 mL, 用水定容至2 mL, 涡旋混匀, 用 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 滤液待测。

2.1.3.2 标准溶液配制溶剂的确定

对 10 种硝基呋喃类化合物标准品使用常见的有机溶剂乙腈、甲醇、N,N-二甲基甲酰胺进行溶解,发现大部分化合物(呋喃西林、呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、硝呋索尔、硝呋醛肟、呋喃妥因)易溶于乙腈,呋喃它酮易溶于甲醇,硝呋烯腙易溶于N,N-二甲基甲酰胺,呋喃苯烯酸钠易溶于二甲亚砜。故选择乙腈用于溶解配制呋喃西林、呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、硝呋索尔、硝呋醛肟、呋喃妥因标准储备液,选择甲醇用于配制呋喃它酮标准储备液,选择 N,N-二甲基甲酰胺用于配制硝呋烯腙标准储备液,选择二甲亚砜用于配制呋喃苯烯酸钠标准储备液。选择乙腈作为 10 种硝基呋喃类化合物混合标准储备液的稀释溶剂。

2.1.3.3 提取溶剂的确定

硝基呋喃类化合物易溶于有机溶剂,考察了三种常见的有机溶剂(乙腈、甲醇、N,N-二甲基甲酰胺)在六种饲料基质【猪添加剂预混合饲料(以下简称猪预混料)、猪浓缩饲料(以下简称猪浓缩料)、猪配合饲料(以下简称猪配合料)、鸡添加剂预混合饲料(以下简称鸡预混料)、鸡浓缩饲料(以下简称鸡浓缩料)、鸡配合饲料(以下简称鸡配合料),此六种饲料基质经检测,本标准中 10 种硝基呋喃类化合物均未检出】中作为提取溶剂的提取效率(取样量 2 g,每次用 20 mL 提取溶剂提取,重复提取两次,合并提取液后定容至 50 mL,准确移取 5 mL 提取液在室温下用氮气吹至小于 1 mL,用水定容至 2 mL。加标水平 0.5 mg/kg),考察结果见图 2~图 7:

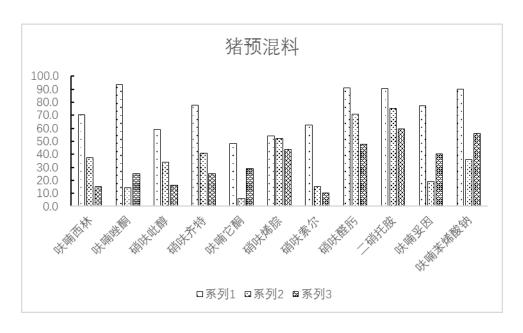


图 2 猪预混料提取溶剂考察结果图

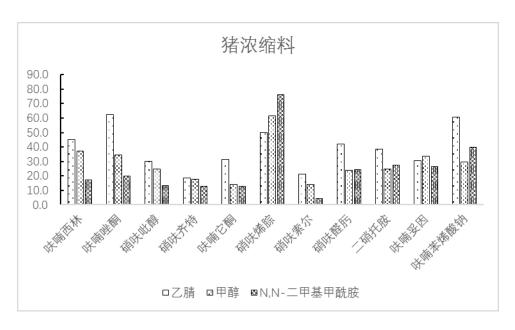


图 3 猪浓缩料提取溶剂考察结果图

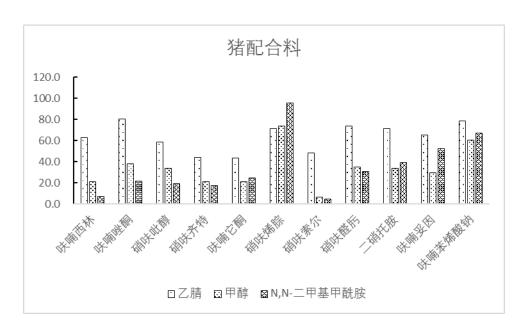


图 4 猪配合料提取溶剂考察结果图

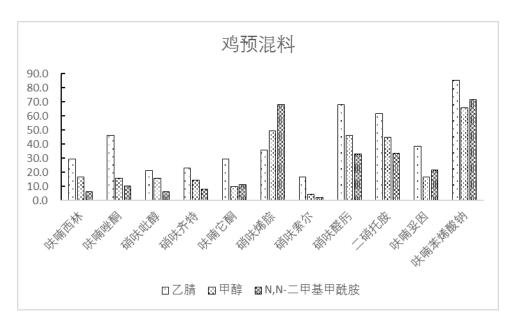


图 5 鸡预混料提取溶剂考察结果图

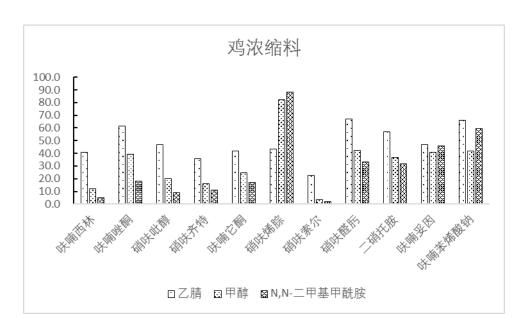


图 6 鸡浓缩料提取溶剂考察结果图

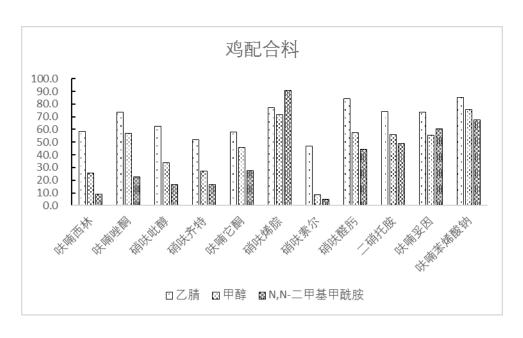


图 7 鸡配合料提取溶剂考察结果图

从图2~图7可以看出,不同的提取溶剂在不同的饲料中的提取效率规律有所不同, 表现尤为突出的化合物为硝呋索尔,甲醇和 N,N-二甲基甲酰胺对硝呋索尔的回收率低于 50%,兼顾其他基质,从总体上乙腈的提取效果最好,故选择乙腈作为饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的提取溶剂。

2.1.3.4 提取次数的确定

以乙腈为提取溶剂,考察了提取一次、提取两次和提取三次(取样量 2 g, 用 45 mL 溶剂分一次、两次、三次提取,合并提取液后定容至 50 mL,准确移取 5 mL 提取液在室温下用氮气吹至小于 1 mL,用水定容至 2 mL。考察加标水平 0.5 mg/kg 的效果差异,结果见表 5:

表 5 提取次数考察结果表 (表中数字为平均回收率,单位为%)

猪预混料	提取一次	提取两次	提取三次	鸡预混料	提取一次	提取两次	提取三次
呋喃西林	68.1	85.6	90.1	呋喃西林	93.9	83.1	89.1
呋喃唑酮	100.7	103.6	96.1	呋喃唑酮	84.2	73.5	82.4
硝呋吡醇	85.3	86.9	90.9	硝呋吡醇	87.5	83.5	94.8
硝呋齐特	79.2	87.9	86.2	硝呋齐特	89.1	88.5	98.7
呋喃它酮	113.8	122.5	96.1	呋喃它酮	74.4	63.7	86.4
硝呋烯腙	100.3	104.1	98.6	硝呋烯腙	87.3	87.0	87.9
硝呋索尔	67.3	67.9	69.2	硝呋索尔	114.6	101.0	92.3
硝呋醛肟	90.1	89.0	89.5	硝呋醛肟	86.6	76.8	82.7
呋喃妥因	92.3	87.3	83.9	呋喃妥因	63.9	55.5	87.8
呋喃苯烯酸	89.6	92.1	92.8	呋喃苯烯酸	94.1	95.2	94.9
猪浓缩料	提取一次	提取两次	提取三次	鸡浓缩料	提取一次	提取两次	提取三次
呋喃西林	88.3	95.0	95.1	呋喃西林	112.5	118.2	113.6
呋喃唑酮	111.5	123.4	124.7	呋喃唑酮	109.4	112.7	111.5
硝呋吡醇	91.8	94.7	92.3	硝呋吡醇	92.4	95.7	98.3
硝呋齐特	92.6	101.6	102.5	硝呋齐特	102.9	107.6	104.5
呋喃它酮	110.6	118.8	119.0	呋喃它酮	115.2	117.1	110.8
硝呋烯腙	99.0	105.2	105.6	硝呋烯腙	92.4	96.1	99.0
硝呋索尔	40.4	47.8	66.3	硝呋索尔	125.1	102.5	108.4
硝呋醛肟	98.5	99.7	103.3	硝呋醛肟	77.4	79.7	78.2
呋喃妥因	107.2	118.8	116.1	呋喃妥因	92.0	95.3	95.0
呋喃苯烯酸	81.5	88.2	84.5	呋喃苯烯酸	89.1	90.2	91.1
猪配合料	提取一次	提取两次	提取三次	鸡配合料	提取一次	提取两次	提取三次
呋喃西林	90.5	91.8	93.2	呋喃西林	114.6	116.5	119.4
呋喃唑酮	72.7	105.5	110.1	呋喃唑酮	99.6	106.6	99.0
硝呋吡醇	42.7	47.9	69.2	硝呋吡醇	96.4	100.6	98.7
硝呋齐特	53.1	81.4	88.1	硝呋齐特	89.7	87.3	92.8
呋喃它酮	114.0	123.7	117.0	呋喃它酮	96.5	107.3	89.3
硝呋烯腙	57.3	82.5	88.7	硝呋烯腙	73.1	79.3	82.2
硝呋索尔	49.5	59.7	68.8	硝呋索尔	109.0	104.5	115.0
硝呋醛肟	92.6	99.7	98.8	硝呋醛肟	75.0	88.2	91.3
呋喃妥因	106.4	108.5	105.3	呋喃妥因	88.4	79.3	88.0

5人 用 4 /	呋喃苯烯酸	90.4 92.	1 102.6	呋喃苯烯酸	91.4	90.9	92.1
------------	-------	----------	-----------	-------	------	------	------

从表 5 可以看出,用乙腈提取三次,结果比提取一次有明显改善,相比提取两次 大约有 40%的试验是有改善提高回收率作用的,所有化合物回收率可以达到 60%以上, 大部分化合物回收率可以达到 80%以上,故确定提取次数为三次。

2.1.3.5 净化方式的确定

考虑到标准的准确性和操作的简便性,起草组首先考察提取后即上机测定的可行性;本实验操作程序中使用乙腈作为提取溶剂,净化后的基质液为乙腈。但实验发现直接上机测定存在以下问题:1)乙腈作为上机溶液目标物出现拖尾现象,推测原因是产生了溶剂效应。2)稀释倍数较大,上机浓度变低,硝呋索尔,硝呋齐特和呋喃西林的响应低,无法满足定量要求。

起草组查阅了相关已有的标准,重点考察了农业部 2349 号公告-6-2015 和农业部 1486 号公告-8-2010 中使用的固相萃取柱: HLB 和 MCX 柱。优先对此两款固相萃取柱 进行考察。实验选择牛精料补充料,猪配合料,鸡浓缩料和鸡预混料进行加标实验,实验加标水平为定量限 5 倍。结果如下:

1) 从图 8 中可以看出,呋喃西林,呋喃唑酮,呋喃它酮和呋喃妥因的回收率结果满足农业部 2349 号公告-6-2015 的标准要求,但硝呋索尔和呋喃苯烯钠的回收率均小于 60%,无法满足 GB/T 27404-2008 中回收率的要求。起草组同时对固相萃取柱的品牌、规格型号,上样体积,洗脱溶剂的用量,定容溶剂的选择等进行考察,均无法实现回收率的提升,起草组推测可能原因是此两种目标物在 HLB 柱中保留方式有别于其他化合物。

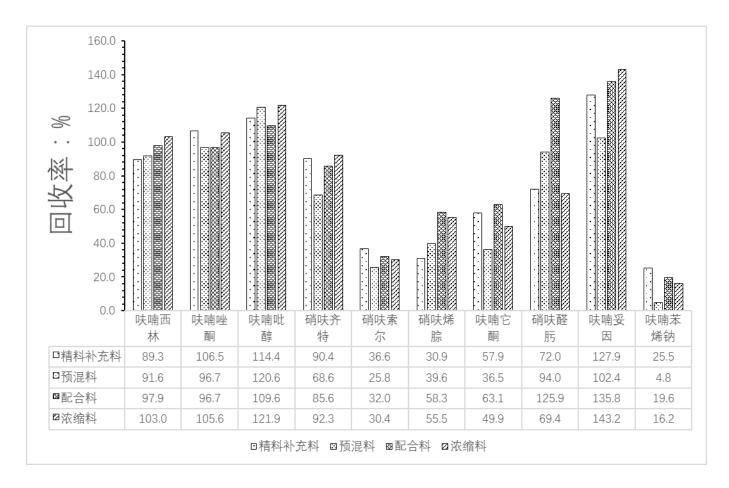


图 8: 四种饲料基质中 HLB 柱净化方式下目标物的回收率

2) 从图 9 中可以看出, 呋喃西林, 呋喃唑酮, 呋喃它酮和呋喃妥因的回收率结果满足农业部 1486 号公告-8-2010 的标准要求, 但硝呋索尔和呋喃苯烯钠的回收率同样无法满足标准要求。综上, 起草组确定使用原先优化的净化方式不变。

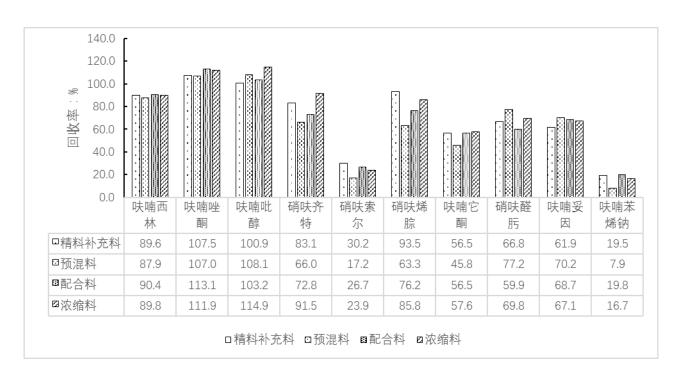


图 9: 四种饲料基质中 MCX 柱净化方式下目标物的回收率

基于此,起草组在文献报道的基础上,尝试使用基质分散的方式进行净化处理。主要考察了三种常用的 QuEChERS 净化粉末:中性氧化铝、C18、PSA。选择六种饲料基质(猪预混料、猪浓缩料、猪配合料、鸡预混料、鸡浓缩料、鸡配合料),加标水平为 0.5 mg/kg,取样量 2 g,用 45 mL 溶剂分三次提取,合并提取液后定容至 50 mL,吸取 2 mL 样品提取液,加入净化粉末 0.20 g,涡旋 1 min,离心后准确移取 5 mL 提取液在室温下用氮气吹至小于 1 mL,用水定容至 2 mL,计算回收率。考察结果见表 6:

表 6 净化方式考察结果表 (表中数字为平均回收率,单位为%)

化合物	饲料基质	不净化	中性氧化铝	C18	PSA
	猪预混料	99.1	100.5	103.7	73.7
	猪浓缩料	98.8	102.2	99.9	99.8
 呋喃西林	猪配合料	96.6	92.7	96.8	93.1
八用四州	鸡预混料	100.0	96.7	105.5	82.5
	鸡浓缩料	81.8	74.2	85.5	85.4
	鸡配合料	90.4	87.3	87.0	83.2
	猪预混料	98.8	102.2	99.9	99.8
	猪浓缩料	96.6	92.7	96.8	93.1
呋喃唑酮	猪配合料	96.1	86.3	96.4	29.6
	鸡预混料	81.8	74.2	85.5	85.4
	鸡浓缩料	90.4	87.3	87.0	83.2

	鸡配合料	88.4	81.6	81.2	29.9
	猪预混料	96.6	92.7	96.8	93.1
	猪浓缩料	96.1	86.3	96.4	29.6
\\ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ . \ \ . \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ . \ \ \ \ . \ \ \ \ . \ \ \ \ \ . \	猪配合料	98.4	102.1	98.1	94.1
硝呋吡醇	鸡预混料	90.4	87.3	87.0	83.2
	鸡浓缩料	88.4	81.6	81.2	29.9
	鸡配合料	94.3	90.8	90.8	110.9
	猪预混料	96.1	86.3	96.4	29.6
	猪浓缩料	98.4	102.1	98.1	94.1
게나 그래	猪配合料	100.0	99.8	93.0	87.1
硝呋齐特	鸡预混料	88.4	81.6	81.2	29.9
	鸡浓缩料	94.3	90.8	90.8	110.9
	鸡配合料	98.3	93.9	92.8	78.4
	猪预混料	98.4	102.1	98.1	94.1
	猪浓缩料	100.0	99.8	93.0	87.1
나나스피	猪配合料	98.3	104.8	116.5	101.6
呋喃它酮	鸡预混料	94.3	90.8	90.8	110.9
	鸡浓缩料	98.3	93.9	92.8	78.4
	鸡配合料	92.1	98.2	96.4	100.2
	猪预混料	100.0	99.8	93.0	87.1
	猪浓缩料	98.3	104.8	116.5	101.6
硝呋烯腙	猪配合料	90.2	89.6	90.7	74.6
硝呋烯腙	鸡预混料	98.3	93.9	92.8	78.4
	鸡浓缩料	92.1	98.2	96.4	100.2
	鸡配合料	91.7	85.2	91.5	71.1
	猪预混料	98.3	104.8	116.5	101.6
	猪浓缩料	90.2	89.6	90.7	74.6
-W.J. +. 4	猪配合料	101.2	99.1	99.2	91.8
帕呋索尔	鸡预混料	92.1	98.2	96.4	100.2
	鸡浓缩料	91.7	85.2	91.5	71.1
	鸡配合料	93.2	97.7	101.1	85.1
	猪预混料	90.2	89.6	90.7	74.6
	猪浓缩料	101.2	99.1	99.2	91.8
-W 1 -H H-	猪配合料	92.7	82.3	91.5	41.2
硝呋醛肟	鸡预混料	91.7	85.2	91.5	71.1
	鸡浓缩料	93.2	97.7	101.1	85.1
	鸡配合料	91.1	74.4	90.6	44.3
	猪预混料	92.7	82.3	91.5	41.2
	猪浓缩料	91.3	92.8	93.4	42.6
1.4.5	猪配合料	83.7	85.6	89.3	41.5
呋喃妥因	鸡预混料	91.1	74.4	90.6	44.3
呋 硝 硝 呋 晾 片 大 大 醇 原 基 基 B 月 月	鸡浓缩料	93.4	91.3	94.7	46.1
	鸡配合料	95.3	80.1	93.6	50.3

	猪预混料	94.2	94.4	93.3	113.4
	猪浓缩料	94.0	93.3	91.1	76.7
吐哈芒烃酚铀	猪配合料	90.9	100.7	97.8	101.6
· 呋喃苯烯酸钠	鸡预混料	98.7	102.2	94.3	88.4
	鸡浓缩料	97.8	108.0	118.6	103.7
	鸡配合料	90.9	94.0	94.0	77.9

从表 6 可以看出, PSA 净化处理后呋喃妥因和呋喃唑酮出现回收率下降的情况, 与 C18 相比, 中性氧化铝粉末的净化效果最好。中性氧化铝粉末的净化原理主要是物理吸附, 可以有效除去样品中的色素等杂质, 且目标化合物回收率没有明显下降。故本实验最终选用中性氧化铝粉末作为净化方式所用材料。

2.1.3.6 中性氧化铝粉末用量考察

选择猪预混料基质,加标水平为 0.5 mg/kg,取样量 2 g,用 45 mL 溶剂分三次提取,合并提取液后定容至 50 mL,吸取 2 mL 样品提取液,加入中性氧化铝粉末 0.10 g、0.20 g、0.50 g,涡旋 1 min,离心后准确移取 1 mL 提取液在室温下用氮气吹至小于 0.5 mL,用水定容至 1 mL,计算回收率。考察结果见表 7 和图 20:

化合物 0.5 g0.1 g0.2 g呋喃西林 97.6 100 89.9 呋喃唑酮 97.1 95.5 83.8 硝呋吡醇 76.9 78.6 78.5 硝呋齐特 86.7 93.0 96.4 呋喃它酮 78.9 82.5 83.8 硝呋烯腙 89.2 92.5 97.2 硝呋索尔 93.0 95.0 102 硝呋醛肟 93.5 95.3 76.4 呋喃妥因 73.6 79.3 57.3

表 7 中性氧化铝粉末用量考察结果表 (表中数字为平均回收率,单位为%)

由表7可以看出,中性氧化铝粉末用量从0.1g增加到0.2g,各化合物回收率均有 所提升,这可能是由于净化不完全,基质效应存在;中性氧化铝粉末用量由0.2g增加 到0.5g,各化合物回收率基本相同,部分化合物回收率还有所下降,这可能是由于中 性氧化铝粉末用量过多,对目标化合物也有一定吸附,造成了回收率的降低。综合考虑净化效果、样品回收率、检测成本,确定中性氧化铝粉末用量为0.2 g/2mL 提取液。

2.1.3.8 中性氧化铝粉末与中性氧化铝固相萃取柱差异

为进一步提高标准操作的便捷性,本文比较中性氧化铝粉末和相同规格的中性氧化铝固相萃取柱对 10 种硝基呋喃化合物的净化效率(以回收率表示)。选择鸡配合饲料和猪浓缩饲料作为实验基质,添加 5 倍定量限水平的目标物,通过平行处理,计算回收率。结果如图 10 和 11 所示。中性氧化铝柱净化后,鸡配合饲料基质中呋喃西林、呋喃醛肟、呋喃妥因和呋喃苯烯酸钠无回收。硝呋齐特、硝呋索尔和硝呋烯腙回收率 <50%。猪浓缩饲料中与鸡配合饲料基质表现出类似的回收率。从两者比较结果来看,中性氧化铝柱对呋喃西林,呋喃醛肟,呋喃妥因和呋喃苯烯酸钠的吸附性能较强,不适用于饲料基质中 10 种硝基呋喃化合物的净化。因此本标准的净化方式选用中性氧化铝粉末。

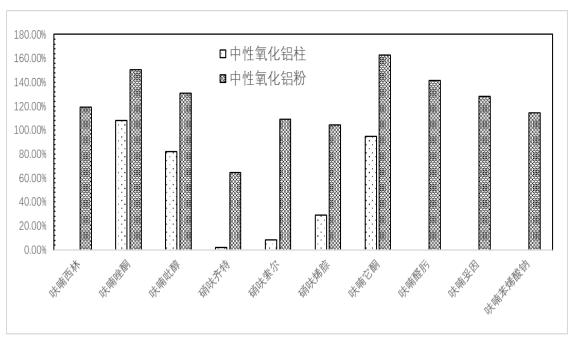


图 10: 中性氧化铝柱和中性氧化铝粉净化方式下目标物的回收率(鸡配合饲料基质)

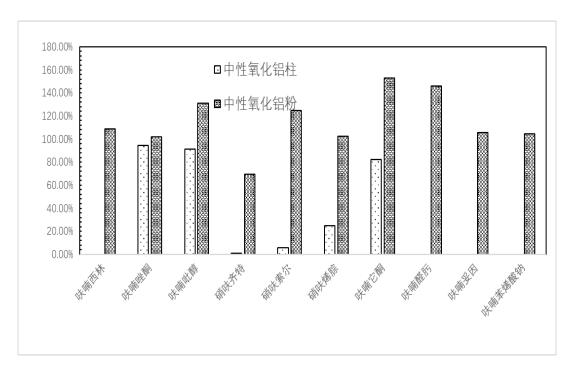


图 11: 中性氧化铝柱和中性氧化铝粉净化方式下目标物的回收率 (猪浓缩饲料基质)

2.1.3.9 基质效应

化学分析中,基质指的是样品中被分析物以外的组分,基质常常对分析物的分析 过程有显著的干扰。质谱检测是基于化合物离子化并通过特定的荷质比来检测和定量, 因此任何干扰待测物离子化的物质都可能影响检测方法的灵敏度和选择性。

基质效应是指在样品测试过程中,由待测物以外的其他物质的存在,直接或间接影响待测物响应的现象。基质效应主要是由质谱检测器的离子化过程产生的,在电喷雾时,基质内的组分与目标化合物共同流出喷雾针,对电荷产生竞争,它们将产生的雾滴牢牢吸在一起,改变了带电雾滴的表面张力,影响目标物的雾化、挥发、分裂、化学反应以及带电过程,致使进入质谱的离子减少或增加,从而影响定量分析的可靠性和准确性。

本研究通过比较计算基质标准曲线斜率和标准溶液曲线斜率之比来评价 10 种硝基 呋喃类化合物在 9 种基质中的基质效应,一般来说,当 ME 在 85%~115%之间时,表 明基质效应在可接受范围内,在实际检测中可以忽略基质效应;反之则应考虑基质效 应对实际检测的影响,在实际检测中应采用基质加标曲线代替原来采用溶剂配制的标准曲线。9种饲料基质的基质效应考察结果见表 8:

表 8 基质效应考察结果表

					基质效	效应: %				
基质	呋喃	呋喃	呋喃	硝呋	硝呋	硝呋	呋喃	硝呋	呋喃	呋喃苯
	西林	唑酮	吡醇	齐特	索尔	烯腙	它酮	醛肟	妥因	烯钠
猪浓缩饲料	122.1	74.9	33.1	21.9	39	63	63.2	96.7	108.2	79.6
鸡浓缩饲料	165.5	87.5	48.4	39.5	51.3	87.5	78.5	109.7	113	89.9
混合型混合型饲料添加剂(板蓝根提取物)	161.9	80.3	32.8	52.6	64.2	74.8	67.3	95.6	110.5	97.3
混合型混合型饲料添加剂 (酶制剂)	184.9	109.6	76.0	75.5	93.8	150.5	96.6	96.3	123.1	102.4
猪配合料	57.1	34.4	17.3	10.7	13.2	60.6	25.2	121.7	42.6	78.9
牛精料补充料	38.3	77.9	32.8	27.6	20.0	76.8	54.6	142.4	91.2	104.7
鸡预混料	53.6	66.2	39.0	25.0	19.7	67.5	51.3	133.7	79.7	105.8
猪预混料	53.8	80.6	47.2	29.5	20.9	107.2	70.4	142.1	90.9	110.5
鸡配合料	40.8	66.3	31.6	19.5	18.5	80.2	50.9	142.4	79.4	105.1

根据预审专家的意见,起草组对基质效应进行进一步的比较和分析,得到表 8 中的数据,经数据分析,考虑基质效应对定量的准确性的影响,本标准使用基质标准曲线用于定量。

2.1.3.10 线性范围

对 10 种硝基呋喃类化合物标准工作曲线在浓度 5.0 ng/mL ~ 100 ng/mL 和 0.5 ng/mL~10.0 ng/mL 范围内进行测定,以硝基呋喃类化合物浓度为横坐标,硝基呋喃类化合物峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,9 种基质,10 个硝基呋喃化合物的基质标准曲线如图 12~20 所示。

Analyte·Name: Nitrofurazone-1

√ Sample Name ₽ Area₽ Conc₽ Regression Equation:y = 20264.87422 x + 4.23761e4 (r 牛精料补充料-5₽ 1.415e5₽ 5.00₽ = 0.99928, r2 = 0.99857) · (weighting: 1 /-x)↓ 2.361e5₽ 10.00₽ 牛精料补充料-10₽ Internal-Standard: N/A 4.713e5₽ 20.00₽ 牛精料补充料-20₽ 50.00₽ 牛精料补充料-50₽ 1.084e6₽ 1.5e6 2.028e6₽ 100.00₽ 牛精料补充料-100₽ 1.0e6 5. 0e5 Analyte·Name: Furazolidone-1₽ Sample Name Area₽ Conc₽ Regression Equation:y = 6.58470e4-x + 4964.07603 (r-3.552e4₽ 0.50₽ 牛精料补充料-5₽ = 0.99965, r² = 0.99930) · (weighting: 1 /·x)↓ 7.420e4₽ 1.00∉ 牛精料补充料-10₽ Internal-Standard: N/A 1.391e5∉ 2.00₽ 牛精料补充料-20₽ 3.387e5₽ 5.00₽ 牛精料补充料-50₽ 5e5 10.00₽ 6.554e5₽ 牛精料补充料-100₽ 4e5 3e5 2e5 1e5 Concentration Area₽ Conc₽ Analyte-Name: Nifurpirinol-1

✓ Sample Name Regression Equation:y = 7.39345e4 x + 3608.86349 (r-3.787e4₽ 0.50₽ 牛精料补充料-5₽ = 0.99893, r²·= 0.99785) · (weighting: 1-/-x) ← 7.703e4₽ 1.00₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 1.627e5₽ 2.00₽ 3.845e5₽ 5.00₽ 牛精料补充料-50₽ 6e5 牛精料补充料-100₽ 7.237e5₽ 10.00₽ 5e5 4e5 3e5 截图 Shift+Alt+A Sample-Name@ Conc₽ Analyte-Name: Nifuroxazide-1

✓ Area₽ Regression Equation:y = 1.78307e5 x + 28405.14654 (r 1.135e5₽ 0.50₽ 牛精料补充料-5₽ = 0.99984, r2 = 0.99969) · (weighting: 1 /-x)↓ 牛精料补充料-10₽ 2.105e5₽ 1.00₽ Internal-Standard: N/A√ 2.00₽ 牛精料补充料-20₽ 3.947e5₽ 9.248e5₽ 5.00₽ 牛精料补充料-50₽ 1.797e6₽ 10.00₽ 牛精料补充料-100₽ 1.0e6 5. 0×5

	*.1		*,1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifursol-1
牛精料补充料-5₽	1.379e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 23683.38324 x + 27994.71986
牛精料补充料-10₽	2.792e5₽	10.00₽	(r = 0.99953, r² = 0.99905) · (weighting: 1 · / · x) ↔
牛精料补充料-20₽	5.168e5₽	20.004	Internal·Standard:·N/A↩
牛精料补充料-50₽	1.184e6₽	50.00₽	┨
牛精料补充料-100₽	2.404e6₽	100.00₽	2.0e6
J 1811117011 100:	1		1.566
			1.0e6
			5.0e5
			0, 0e0
			10 20 30 40 50 60 10 80 90 Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte·Name: ·Nitrovin-1↩
牛精料补充料-5₽	4.621e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 7746.32922 x + 10401.39016
牛精料补充料-10₽	9.250e4₽	10.00₽	(r·=·0.99966,·r²·=·0.99931)··(weighting:·1·/·x)↔
牛精料补充料-20₽	1.681e5₽	20.00₽	Internal·Standard:·N/A↩
牛精料补充料-50₽	4.005e5₽	50.00₽	765
牛精料补充料-100₽	7.778e5₽	100.00₽	665
4	1		565 · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
			₹ 3e5
			265
			1e5 0e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
1			1
	*.1		*.1
Sample-Name₽	Area₽	Conc∂	Analyte Name: Furaltadone-1⊬
牛精料补充料-5₽	6.249e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.51251e5 x + -10951.71858
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽	6.249e4₽ 1.538e5₽	0.50₽	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858- (r-=-0.99866,-r²-=-0.99733)(weighting:-1-/-x)-
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Regression Equation:y = 1.51251e5 x + -10951.71858
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽ 7.043e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858- (r-=-0.99866, -r²-=-0.99733)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/-
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858- (r-=-0.99866, -r²-=-0.99733)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/-
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽ 7.043e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858- (r-=-0.99866, r²-=-0.99733)(weighting:-1-/-x)- Internal-Standard:-N/A-/
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽ 7.043e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858- (r-=-0.99866, r²-=-0.99733)(weighting:-1-/-x)- Internal-Standard:-N/A-/
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽ 7.043e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽ 7.043e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4 1.538e5 2.818e5 7.043e5 1.541e6	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y-=-1.51251e5-x-+10951.71858
牛精料补充料-5-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-20-0 牛精料补充料-50-0 牛精料补充料-100-0 +	6.249e4₽ 1.538e5₽ 2.818e5₽ 7.043e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€	Regression-Equation:y = -1.51251e5-x+10951.71858- (r = -0.99866, r² = -0.99733)(weighting: -1-/-x)+- Internal-Standard: -N/A+- 1.5e6 1.0e6 5.0e5 Concentration
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.249e4 1.538e5 2.818e5 7.043e5 1.541e6	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Regression-Equation:y = 1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ 1.5e6
牛精料补充料-5-0 牛精料补充料-20-0 牛精料补充料-50-0 牛精料补充料-100-0 牛精料补充料-100-0 √	6.249e4& 1.538e5& 2.818e5& 7.043e5& 1.541e6& Area &	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Regression-Equation:y = 1.51251e5·x·+·-10951.71858· (r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ 1.5e6
牛精料补充料-5-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-20-0 牛精料补充料-50-0 牛精料补充料-100-0 +精料补充料-100-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-10-0	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 Area-2 1.259e4-2	0.50¢³ 1.00¢³ 2.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³	Regression-Equation:y = -1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ Analyte·Name:·Nifuroxime-1↔ Regression-Equation:y = -1955.92678·x·+·2439.14904·(r·=·0.99919,·r²·=·0.99838)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔
牛精料补充料-5-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-20-0 牛精料补充料-50-0 牛精料补充料-100-0 +精料补充料-10-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-20-0	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 Area-2 1.259e4-2 2.232e4-2	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 5.00↔ 10.00↔	Regression-Equation:y = 1.51251e5·x·+·-10951.71858· (r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ 1.5e6
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽ 牛精料补充料-100₽ +精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 1.259e4-2 2.232e4-2 4.011e4-2	0.50€ 1.00€ 2.00€ 5.00€ 10.00€ 10.00€ 10.00€ 20.00€	Regression-Equation:y = -1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ Analyte·Name:·Nifuroxime-1↔ Regression-Equation:y = -1955.92678·x·+·2439.14904·(r·=·0.99919,·r²·=·0.99838)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔
牛精料补充料-5-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-20-0 牛精料补充料-50-0 牛精料补充料-100-0 +精料补充料-10-0 牛精料补充料-10-0 牛精料补充料-20-0	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 1.541e6-2 1.259e4-2 2.232e4-2 4.011e4-2 9.604e4-2	0.50¢³ 1.00¢³ 2.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 20.00¢³ 5.00¢³	Regression-Equation:y = -1.51251e5-x+10951.71858-(r=-0.99866, r²=-0.99733)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽ 牛精料补充料-100₽ +精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 1.541e6-2 1.259e4-2 2.232e4-2 4.011e4-2 9.604e4-2	0.50¢³ 1.00¢³ 2.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 20.00¢³ 5.00¢³	Regression-Equation:y = -1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ 1.0e6
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽ 牛精料补充料-100₽ +精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 1.541e6-2 1.259e4-2 2.232e4-2 4.011e4-2 9.604e4-2	0.50¢³ 1.00¢³ 2.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 20.00¢³ 5.00¢³	Regression-Equation:y = -1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)· Internal-Standard:·N/A- Internal-Standard:·N/A- Analyte·Name:·Nifuroxime-1 Regression-Equation:y = -1955.92678·x·+·2439.14904·(r·=·0.99919,·r²·=·0.99838)··(weighting:·1·/·x) Internal-Standard:·N/A Internal-Standard:·N/A Internal-Standard:·N/A Internal-Standard:·N/A
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽ 牛精料补充料-100₽ +精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 1.541e6-2 1.259e4-2 2.232e4-2 4.011e4-2 9.604e4-2	0.50¢³ 1.00¢³ 2.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 20.00¢³ 5.00¢³	Regression-Equation:y = -1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ Analyte·Name:·Nifuroxime-1↔ Regression-Equation:y·=·1955.92678·x·+·2439.14904·(r·=·0.99919,·r²·=·0.99838)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal-Standard:·N/A↔ [1.5e6] [5.0e4] [1.5e6] [6.0e6]
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽ 牛精料补充料-100₽ +精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽	6.249e4-2 1.538e5-2 2.818e5-2 7.043e5-2 1.541e6-2 1.541e6-2 1.259e4-2 2.232e4-2 4.011e4-2 9.604e4-2	0.50¢³ 1.00¢³ 2.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 5.00¢³ 10.00¢³ 20.00¢³ 5.00¢³	Regression-Equation:y = -1.51251e5·x·+·-10951.71858·(r·=·0.99866,·r²·=·0.99733)··(weighting:·1·/·x)· Internal-Standard:·N/A-

	*		-,
Sample Name ₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1√
牛精料补充料-5₽	1.366e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 2734.65370 x + -792.88290 (r
牛精料补充料-10₽	2.753e4₽	10.00₽	=-0.99882, -r²-=-0.99764)(weighting:-1-/-x)-/-
牛精料补充料-20₽	4.802e4₽	20.00₽	Internal Standard: N/A↩
牛精料补充料-50₽	1.360e5₽	50.00₽	2.5e5
牛精料补充料-100₽	2.768e5₽	100.00₽	2.0e5
é)	•	'	1.5e5
			1.0e5
			5.0e4
			0.0e0
			Concentration
	*.i		·.ı
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1-
Sample·Name₽ 牛精料补充料-5₽	Area₽ 6.159e4₽	Conc ₽ 5.00₽	Regression Equation:y = 7766.11671 x + 25315.45028
-			Regression·Equation:y·=·7766.11671·x·+·25315.45028· (r·=·0.99967,·r²·=·0.99935)··(weighting:·1·/·x)↩
牛精料补充料-5₽	6.159e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 7766.11671 x + 25315.45028
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽	6.159e4₽ 1.053e5₽	5.00₽ 10.00₽	Regression·Equation:y·=·7766.11671·x·+·25315.45028· (r·=·0.99967,·r²·=·0.99935)··(weighting:·1·/·x)↩
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔	6.159e4₽ 1.053e5₽ 1.877e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Regression-Equation:y7766.11671·x·+·25315.45028- (r0.99967, r²0.99935)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.159e4₽ 1.053e5₽ 1.877e5₽ 4.130e5₽	5.00€ 10.00€ 20.00€ 50.00€	Regression-Equation:y7766.11671·x·+-25315.45028- (r0.99967, r²0.99935)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.159e4₽ 1.053e5₽ 1.877e5₽ 4.130e5₽	5.00€ 10.00€ 20.00€ 50.00€	Regression·Equation:y=-7766.11671·x·+·25315.45028- (r-=-0.99967,·r²0.99935)··(weighting:-1·/·x)- Internal·Standard:-N/A-/
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.159e4₽ 1.053e5₽ 1.877e5₽ 4.130e5₽	5.00€ 10.00€ 20.00€ 50.00€	Regression·Equation:y=-7766.11671·x·+·25315.45028- (r-=-0.99967,·r²0.99935)··(weighting:-1·/·x)- Internal·Standard:-N/A-/
牛精料补充料-5↔ 牛精料补充料-10↔ 牛精料补充料-20↔ 牛精料补充料-50↔	6.159e4₽ 1.053e5₽ 1.877e5₽ 4.130e5₽	5.00€ 10.00€ 20.00€ 50.00€	Regression·Equation:y·=·7766.11671·x·+·25315.45028·(r·=·0.99967,·r²·=·0.99935)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ 765 665 665 665 665 665 666 666
牛精料补充料-5₽ 牛精料补充料-10₽ 牛精料补充料-20₽ 牛精料补充料-50₽	6.159e4₽ 1.053e5₽ 1.877e5₽ 4.130e5₽	5.00€ 10.00€ 20.00€ 50.00€	Regression·Equation:y=-7766.11671·x·+·25315.45028- (r-=-0.99967,·r²0.99935)··(weighting:-1·/·x)- Internal-Standard:-N/A-/

图 12 牛精料补充料基质标准曲线图

	•.1		*.1
Sample Name ₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1 ✓
鸡配合料-5₽	1.400e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 21742.08109 x + 4.26281e4 (r
鸡配合料-10₽	2.686e5₽	10.00₽	= 0.99898, r ² = 0.99795) · (weighting: 1 ·/·x)-/
鸡配合料-20₽	5.051e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A↵
鸡配合料-50₽	1.158e6↩	50.00₽	2, 0e6
鸡配合料-100₽	2.164e6↩	100.00₽	1.5e6
٠			1. 0a6
			¥ 1.0e6
			5. 0e5 -
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
			i
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furazolidone-1 ✓
鸡配合料-5₽	3.588e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 4.90447e4 x + 13801.63636 (r
鸡配合料-10₽	6.612e4₽	1.00₽	=-0.99892, -r²-=-0.99785) (weighting: -1./-x)-/-
鸡配合料-20₽	1.136e5₽	2.00₽	Internal-Standard:-N/A⊷
鸡配合料-50₽	2.693e5₽	5.00₽	T
鸡配合料-100₽	4.914e5₽	10.00₽	465
4	1		g 3e5
			¥ 2e5.
			1e5
			DeD
			1 2 3 4 6 6 7 8 9
			Concentration
			*.1
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurpirinol-1-
Sample·Name₽ 鸡配合料-5₽	_	Conc₽ 0.50₽	Regression Equation:y = 8.22215e4 x + -3789.46247 (r-
	Area₽		Regression·Equation:y·=-8.22215e4·x·+3789.46247·(r· =-0.99902,·r²-=-0.99805)·-(weighting:-1-/-x)-/-
鸡配合料-5₽	Area ₽ 3.505e4₽	0.50₽	Regression·Equation:y·=-8.22215e4·x·+3789.46247·(r· =-0.99902,·r²·=-0.99805)·-(weighting:-1·/·x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽	Area 3.505e4 7.833e4	0.50₽	Regression·Equation:y·=-8.22215e4·x·+3789.46247·(r· =-0.99902,·r²-=-0.99805)·-(weighting:-1-/-x)-/-
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽	Area 3.505e4 7.833e4 1.752e5 4.752e5 3.505e4 3.505e4 4.752e5 4.752e5 4.752e5 4.752e5 4.752e5 4.752e5 4.752e5	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Regression·Equation:y·=-8.22215e4·x·+3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=-0.99805)·-(weighting:-1·/·x)- Internal-Standard:-N/A
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽	3.505e4e ² 7.833e4e ² 1.752e5e ² 3.930e5e ²	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=-8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=-0.99805)·-(weighting:-1·/·x)- Internal-Standard:-N/A
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽	3.505e4e ² 7.833e4e ² 1.752e5e ² 3.930e5e ²	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=-8.22215e4·x·+3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=-0.99805)·-(weighting:-1·/·x)- Internal-Standard:-N/A
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽	3.505e4e ² 7.833e4e ² 1.752e5e ² 3.930e5e ²	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)-/ Internal·Standard:·N/A-/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽	3.505e4e ² 7.833e4e ² 1.752e5e ² 3.930e5e ²	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽	3.505e4e ² 7.833e4e ² 1.752e5e ² 3.930e5e ²	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=·0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)‹/ Internal·Standard:·N/A‹/ **** **** **** **** **** **** ****
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽	3.505e4e ² 7.833e4e ² 1.752e5e ² 3.930e5e ²	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ ₽	Area 3.505e4 7.833e4 1.752e5 3.930e5 8.205e5 Area ✓	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²-=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)- Internal Standard:·N/A Set Set
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽	Area 4 3.505e4 4 3.505e4 4 3.505e4 4 3.505e5 4 3.930e5 4	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 0.50↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²-=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)- Internal Standard:·N/A
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ ₽	Area 3.505e4 7.833e4 1.752e5 3.930e5 8.205e5 Area ✓	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²-=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ PM CM	Area 4 3.505e4 4 3.505e4 4 3.505e4 4 3.505e5 4 3.930e5 4	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 0.50↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=·0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression·Equation:y·=·1.23707e5·x·+·3.27501e4·(r·=·0.99994,·r²·=·0.99989)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ */ ** ** ** ** ** ** ** ** ** ** ** ** *	Area 3.505e4 7.833e4 1.752e5 3.930e5 8.205e5 4rea 9.440e4 1.571e5 1.571e5 3.505e4 1.571e5 3.505e4 1.571e5 3.505e4 1.571e5 3.505e4 3.505e4 1.571e5 3.505e4 3.505e4 1.571e5 3.505e4	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 0.50↔ 1.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²-=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)•/ Internal·Standard:·N/A•/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1•/ Regression·Equation:y·=·1.23707e5·x·+·3.27501e4·(r·=-0.99994,·r²-=-0.99989)··(weighting:·1·/·x)•/ Internal·Standard:·N/A•/ Internal·Standard:·N/A•/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ ♥ Sample·Name₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽	Area 3.505e4 7.833e4 1.752e5 3.930e5 8.205e5 Area 9.440e4 1.571e5 2.819e5 2.819e5 3.505e4 3.930e5	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=·0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression·Equation:y·=·1.23707e5·x·+·3.27501e4·(r·=·0.99994,·r²·=·0.99989)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ Internal·Standard:·N/A-/ Internal·Standard:·N/A-/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ 好配合料-100₽ 妈配合料-10₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-20₽	Area (2) 3.505e4 (2) 7.833e4 (2) 1.752e5 (2) 3.930e5 (2) 8.205e5 (2) Area (2) 9.440e4 (2) 1.571e5 (2) 2.819e5 (2) 6.428e5 (2)	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔ 1.00↔ 5.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²-=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)- Internal Standard:·N/A
鸡配合料-5-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-20-♥ 鸡配合料-50-♥ 鸡配合料-100-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-20-♥ 鸡配合料-50-♥	Area (2) 3.505e4 (2) 7.833e4 (2) 1.752e5 (2) 3.930e5 (2) 8.205e5 (2) Area (2) 9.440e4 (2) 1.571e5 (2) 2.819e5 (2) 6.428e5 (2)	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔ 1.00↔ 5.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=·0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)•/ Internal·Standard:·N/A•/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1•/ Regression·Equation:y·=·1.23707e5·x·+·3.27501e4·(r·=·0.99994,·r²·=·0.99989)··(weighting:·1·/·x)•/ Internal·Standard:·N/A•/ Internal·Standard:·N/A•/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ 好配合料-100₽ 妈配合料-10₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-20₽	Area (2) 3.505e4 (2) 7.833e4 (2) 1.752e5 (2) 3.930e5 (2) 8.205e5 (2) Area (2) 9.440e4 (2) 1.571e5 (2) 2.819e5 (2) 6.428e5 (2)	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔ 1.00↔ 5.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=·0.99805)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/
鸡配合料-5-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-20-♥ 鸡配合料-50-♥ 鸡配合料-100-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-20-♥ 鸡配合料-50-♥	Area (2) 3.505e4 (2) 7.833e4 (2) 1.752e5 (2) 3.930e5 (2) 8.205e5 (2) Area (2) 9.440e4 (2) 1.571e5 (2) 2.819e5 (2) 6.428e5 (2)	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔ 1.00↔ 5.00↔	Regression·Equation:y·=·8.22215e4·x·+·-3789.46247·(r·=-0.99902,·r²·=-0.99805)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/
鸡配合料-5-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-20-♥ 鸡配合料-50-♥ 鸡配合料-100-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-10-♥ 鸡配合料-20-♥ 鸡配合料-50-♥	Area (2) 3.505e4 (2) 7.833e4 (2) 1.752e5 (2) 3.930e5 (2) 8.205e5 (2) Area (2) 9.440e4 (2) 1.571e5 (2) 2.819e5 (2) 6.428e5 (2)	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔ 1.00↔ 5.00↔	Regression Equation: y = 8.22215e4·x·+-3789.46247·(r·=-0.99902, r²-=-0.99805)··(weighting: 1·/·x)·· Internal Standard: N/A··

	·.,		*.1
Sample·Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifursol-1⊬
鸡配合料-5₽	1.281e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 23308.64421 x + 5064.11736
鸡配合料-10₽	2.419e5₽	10.00₽	(r·=·0.99774,·r²·=·0.99548)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡配合料-20₽	4.552e5₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A-/
鸡配合料-50₽	1.077e6₽	50.00₽	2.0e6
鸡配合料-100₽	2.435e6₽	100.00₽	
<u>ا</u>			1.566
			1.0e6
			5. 0e5
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
	-1		1
Sample·Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: ·Nitrovin-1-/
鸡配合料-5₽	5.896e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 8274.67830 x + 15602.53738
鸡配合料-10₽	9.661e4₽	10.00₽	(r·=·0.99982, ·r²·=·0.99965)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡配合料-20₽	1.761e5₽	20.00₽	Internal Standard: N/A↔
鸡配合料-50₽	4.273e5₽	50.00₽	8e5 - 7e5 -
鸡配合料-100₽	8.498e5₽	100.00₽	665
t)	'	<u>'</u>	5e5 - 6 4a5 -
			345
			265
			165
			10 20 30 40 50 60 TO 80 90 Concentration
	*.1		*
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte·Name: Furaltadone-1√
鸡配合料-5₽	Area₽ 6.615e4₽	0.50₽	Analyte Name: Furaltadone-1-/ Regression Equation:y = 1.15789e5 x + 16670.20764 (r
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽	Area₽ 6.615e4₽ 1.352e5₽	0.50₽ 1.00₽	Analyte-Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 1.15789e5-x + 16670.20764-(r = 0.99570, r² = 0.99141) - (weighting: 1./-x)
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽	Area₽ 6.615e4₽ 1.352e5₽ 2.688e5₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢	Analyte-Name: Furaltadone-1-/ Regression-Equation:y-=-1.15789e5-x-+-16670.20764-(r
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte-Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 1.15789e5-x + 16670.20764-(r- = 0.99570, r² = 0.99141) - (weighting: 1./-x)
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽	Area₽ 6.615e4₽ 1.352e5₽ 2.688e5₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢	Analyte-Name: Furaltadone-1-/ Regression-Equation:y-=-1.15789e5-x-+-16670.20764-(r
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte-Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte-Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5 1.107e6	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Analyte-Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ ₽	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5 1.107e6 Area Area	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Analyte-Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-2 鸡配合料-10-2 鸡配合料-20-2 鸡配合料-50-2 鸡配合料-100-2 +/	Area 6.615e4 1.352e5 2.688e5 6.487e5 1.107e6 Area 1.082e4	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Analyte-Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ ₽ 奶配合料-100₽ ₽	Area 4 6.615e4 4 1.352e5 4 2.688e5 4 6.487e5 4 1.107e6 4 1.082e4 4 2.123e4 4	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ P 鸡配合料-100₽ P 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-20₽	Area 4 6.615e4 4 1.352e5 4 2.688e5 4 6.487e5 4 1.107e6 4 1.082e4 4 2.123e4 4 3.723e4 4	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔	Analyte-Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽	Area 4 6.615e44 1.352e54 2.688e54 6.487e54 1.107e64 1.082e44 2.123e44 3.723e44 9.894e44	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽ 鸡配合料-50₽ 鸡配合料-100₽ P 鸡配合料-100₽ P 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-5₽ 鸡配合料-20₽	Area 4 6.615e4 4 1.352e5 4 2.688e5 4 6.487e5 4 1.107e6 4 1.082e4 4 2.123e4 4 3.723e4 4	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽	Area 4 6.615e44 1.352e54 2.688e54 6.487e54 1.107e64 1.082e44 2.123e44 3.723e44 9.894e44	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽	Area 4 6.615e44 1.352e54 2.688e54 6.487e54 1.107e64 1.082e44 2.123e44 3.723e44 9.894e44	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽	Area 4 6.615e44 1.352e54 2.688e54 6.487e54 1.107e64 1.082e44 2.123e44 3.723e44 9.894e44	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1
鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-10-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽ 鸡配合料-100-₽ P 鸡配合料-100-₽ 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-5-₽ 鸡配合料-20-₽ 鸡配合料-50-₽	Area 4 6.615e44 1.352e54 2.688e54 6.487e54 1.107e64 1.082e44 2.123e44 3.723e44 9.894e44	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte·Name: Furaltadone-1

			•,
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1 ✓
鸡配合料-5₽	1.358e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 1703.26868 x + 5362.62034 (r
鸡配合料-10₽	2.220e4₽	10.00₽	= 0.99891, r ² = 0.99782) (weighting: 1./·x)-/
鸡配合料-20₽	4.006e4₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A-/
鸡配合料-50₽	9.535e4₽	50.00₽	1,565
鸡配合料-100₽	1.707e5₽	100.00₽	
٢	•	•	g 1.0e5
			5. 004
			0. 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
	-1		
O I N -			
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1
Sample·Name₽ 鸡配合料-5₽	Area₽ 7.395e4₽	Conc₽ 5.00₽	Regression-Equation:y = 7403.32408 x + 3.83899e4 (r-
			Regression Equation:y = 7403.32408 x + 3.83899e4 (r = 0.99968, r² = 0.99936) (weighting: 1 / x)√
鸡配合料-5₽	7.395e4₽	5.00₽	Regression-Equation:y = 7403.32408 x + 3.83899e4 (r-
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽	7.395e4₽ 1.128e5₽	5.00₽ 10.00₽	Regression-Equation:y=-7403.32408·x·+-3.83899e4·(r- =-0.99968,·r²-=-0.99936)·-(weighting:-1·/·x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
鸡配合料-5₽ 鸡配合料-10₽ 鸡配合料-20₽	7.395e4₽ 1.128e5₽ 1.903e5₽	5.00¢ 10.00¢ 20.00¢	Regression-Equation:y=-7403.32408·x+-3.83899e4·(r- =-0.99968,·r²-=-0.99936)·(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	7.395e4₽ 1.128e5₽ 1.903e5₽ 4.175e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-7403.32408·x·+-3.83899e4·(r- =-0.99968,·r²-=-0.99936)·-(weighting:-1·/·x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	7.395e4₽ 1.128e5₽ 1.903e5₽ 4.175e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-7403.32408·x·+·3.83899e4·(r-=-0.99968,·r²-=-0.99936)··(weighting:·1·/·x)- Internal-Standard:·N/A
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	7.395e4₽ 1.128e5₽ 1.903e5₽ 4.175e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-7403.32408·x·+·3.83899e4·(r-=-0.99968,·r²-=-0.99936)··(weighting:·1·/·x)ۥ Internal-Standard:·N/A- 765 665 665 565 78 465
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	7.395e4₽ 1.128e5₽ 1.903e5₽ 4.175e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-7403.32408-x+-3.83899e4-(r-=-0.99968,-r²-=-0.99936)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A 7-5- 6-5- 5-6-5- 5-6-5- 1-
鸡配合料-5↔ 鸡配合料-10↔ 鸡配合料-20↔ 鸡配合料-50↔	7.395e4₽ 1.128e5₽ 1.903e5₽ 4.175e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-7403.32408·x·+·3.83899e4·(r-=-0.99968,·r²-=-0.99936)··(weighting:·1·/·x)- Internal-Standard:·N/A 7-5

图 13 鸡配合料基质标准曲线图

	*.1		*.1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1 ✓
鸡预混料-5₽	7.595e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 10423.90071 x + 23008.04380
鸡预混料-10₽	1.239e5₽	10.00₽	(r = 0.99976, r² = 0.99953) · (weighting: 1 · / · x) ↔
鸡预混料-20₽	2.316e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A-/
鸡预混料-50₽	5.577e5₽	50.00₽	1.0e6
鸡预混料-100₽	1.054e6₽	100.00₽	8, 0e5
4			g 6. 0e5
			4.0e5
			2.0e5
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
	*_I		
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furazolidone-1√
鸡预混料-5₽	4.012e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 6.43410e4 x + 6991.77333 (r
鸡预混料-10₽	6.822e4₽	1.00₽	= 0.99905, r ² = 0.99810) · (weighting: 1 ·/·x) ·
鸡预混料-20₽	1.420e5₽	2.00₽	Internal Standard: N/A+
鸡预混料-50₽	3.130e5₽	5.00₽	665
鸡预混料-100₽	6.619e5₽	10.00₽	565
₽			445
			¥ 3e5
			2e5 - 1e5 -
			DeD
			1 2 3 4 6 6 7 8 9
	*.1		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurpirinol-1√
鸡预混料-5₽	4.665e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 9.61528e4 x + -300.37047 (r =
鸡预混料-10₽	9.786e4₽	1.00₽	0.99992, ·r²·=·0.99984)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡预混料-20₽	1.943e5₽	2.00₽	Internal Standard: N/A-
鸡预混料-50₽	4.744e5₽	5.00₽	Be5 -
鸡预混料-100₽	9.640e5₽	10.00₽	
4	l		g 665
			465.
			2e5
			nen .
			1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
			-,1
	*.i		
Sample-Name∂	Area₽	Conc₽	Analyte·Name: Nifuroxazide-1∉
鸡预混料-5₽	9.659e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.63189e5 x + 19169.80020 (r
	9.659e4₽ 1.871e5₽	0.50₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r =-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x)-
鸡预混料-5₽	9.659e4₽	0.50₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r =-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
鸡预混料-5₽ 鸡预混料-10₽ 鸡预混料-20₽ 鸡预混料-50₽	9.659e4₽ 1.871e5₽	0.50₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r =-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x)-
鸡预混料-5≠ 鸡预混料-10≠ 鸡预混料-20≠	9.659e4₽ 1.871e5₽ 3.567e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r =-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
鸡预混料-5₽ 鸡预混料-10₽ 鸡预混料-20₽ 鸡预混料-50₽	9.659e4₽ 1.871e5₽ 3.567e5₽ 8.275e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r =-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
鸡预混料-5₽ 鸡预混料-10₽ 鸡预混料-20₽ 鸡预混料-50₽	9.659e4₽ 1.871e5₽ 3.567e5₽ 8.275e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5·x·+-19169.80020·(r=-0.99979,·r²-=-0.99958)·-(weighting:-1·/·x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
鸡预混料-5₽ 鸡预混料-10₽ 鸡预混料-20₽ 鸡预混料-50₽	9.659e4₽ 1.871e5₽ 3.567e5₽ 8.275e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r =-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
鸡预混料-5≠ 鸡预混料-10≠ 鸡预混料-20≠ 鸡预混料-50≠	9.659e4₽ 1.871e5₽ 3.567e5₽ 8.275e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5·x·+-19169.80020·(r=-0.99979,·r²-=-0.99958)·-(weighting:-1·/·x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
鸡预混料-5↔ 鸡预混料-10↔ 鸡预混料-20↔ 鸡预混料-50↔	9.659e4₽ 1.871e5₽ 3.567e5₽ 8.275e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression-Equation:y-=-1.63189e5-x-+-19169.80020-(r=-0.99979,-r²-=-0.99958)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A

	• .		·.
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifursol-1
鸡预混料-5₽	1.430e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 23772.65643 x + 25626.89059
鸡预混料-10₽	2.689e5₽	10.00₽	(r·=·0.99969, r²·=·0.99938)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡预混料-20₽	5.053e5₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A√
鸡预混料-50₽	1.177e6₽	50.00₽	┨
鸡预混料-100₽	2.432e6₽	100.00₽	2.0e6
M-31X /8671 1001	25255	100.00	1.5e6
,			1.0e6
			5. 0e5
			0. 0e0 1 20 30 40 50 60 TO 80 90
			Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrovin-1√
鸡预混料-5₽	4.709e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 8099.06062 x + 4732.02627 (r
鸡预混料-10₽	7.978e4₽	10.00₽	= 0.99967, ·r² = 0.99934) · (weighting: 1 ·/·x)↔
鸡预混料-20₽	1.707e5₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A√
鸡预混料-50₽	4.119e5₽	50.00₽	8e5 1
鸡预混料-100₽	8.126e5₽	100.00₽	665
h			565
,			4e5 - 3e5 -
			2e5
			165
			0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Furaltadone-1√
鸡预混料-5₽	7.108e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.35636e5 x + 2230.42619 (r-
鸡预混料-10₽	1.369e5₽	1.00₽	=-0.99768, r2-=-0.99537)(weighting:-1-/-x)-/
鸡预混料-20₽	2.858e5₽	2.00₽	Internal Standard: N/A√
鸡预混料-50₽	6.205e5₽	5.00₽	1. 4e6
鸡预混料-100₽	1.406e6₽	10.00₽	1.0e6
M-21X-76(1) 100.		1	g 8, 0e5
,			8.005 4 6.005
			4. 0e5
			2.005
			0. DeD 1 2 3 4 5 6 7 8 9
	-,		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifuroxime-1√
鸡预混料-5₽	8.751e3₽	5.00₽	Regression Equation:y = 2131.01634 x + -1372.87953
鸡预混料-10₽	2.106e4₽	10.00₽	(r·=·0.99983,·r²·=·0.99966)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡预混料-20₽	4.127e4₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A√
鸡预混料-50₽	1.051e5₽	50.00₽	2.0e5
			n 1
		100.00₽	1. 5e5
鸡预混料-100₽	2.112e5₽	100.00₽	
		100.00₽	1.5e5
		100.00₽	
		100.00₽	1. 0e5 - 5. 0e4 -
		100.00₽	1. 0e5

	· .		•,
Sample-Name₽	Area€	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1 ✓
鸡预混料-5₽	1.279e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 2534.77780 x + -124.23538 (r
鸡预混料-10₽	2.592e4₽	10.00₽	=-0.99896, ·r²·=-0.99792)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡预混料-20₽	4.965e4₽	20.00₽	Internal Standard: N/A⊬
鸡预混料-50₽	1.195e5₽	50.00₽	2.5e5
鸡预混料-100₽	2.604e5₽	100.00₽	2, 0e5
41	•	'	g 1.5e5
			1.0e5
			5. 0e4
			0.0+0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
	T _a		Ta .
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1√
鸡预混料-5↩	6.467e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 9804.53473 x + 18314.85628
鸡预混料-10₽	1.211e5₽	10.00₽	(r·=·0.99954,·r²·=·0.99908)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡预混料-20₽	2.201e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A 1,0961
鸡预混料-50₽	4.933e5₽	50.00₽	
鸡预混料-100₽	1.006e6₽	100.00₽	8, 0e5
41	<u>'</u>	'	g 6, 0e5
			4, 0e5
			2.0e5
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
7. T-L-			JL

图 14 鸡预混料基质标准曲线图

Sample·Name₽ Area₽ Conc₽ Analyte Name: Nitrofurazone-1 Regression Equation:y = 11960.60664 x + 3.09659e4 (r-8.129e4₽ 5.00₽ 鸡浓缩料-5₽ = 0.99855, r² = 0.99710) · (weighting: 1 /·x)↓ 鸡浓缩料-10₽ 1.654e5₽ 10.00₽ Internal-Standard: N/A↵ 20.00₽ 2.817e5₽ 鸡浓缩料-20₽ 50.00₽ 鸡浓缩料-50₽ 6.302e5₽ 1. De6 1.209e6₽ 100.00₽ 鸡浓缩料-100₽ 8. 0e5 6. 0e5 4. 0e5 2. 0e5 Concentration Sample Name Area₽ Conc₽ Analyte Name: Furazolidone-1

✓ Regression Equation:y = 5.03646e4-x + 6105.85651 (r-2.920e4₽ 0.50₽ 鸡浓缩料-5₽ = 0.99813, r² = 0.99626) · (weighting: 1-/-x) ← 1.00∉ 鸡浓缩料-10₽ 5.603e4₽ nternal-Standard:-N/A 鸡浓缩料-20₽ 1.200e5₽ 2.00₽ 鸡浓缩料-50₽ 2.487e5₽ 5.00₽ 4e5 鸡浓缩料-100∉ 5.083e5₽ 10.00₽ 3e5 2e5 1e5 Concentration Sample-Name@ Conc₽ Analyte-Name: Nifurpirinol-1₽ Area₽ Regression Equation:y = 1.37983e5 x + 13407.24398 (r 6.574e4₽ 0.50₽ 鸡浓缩料-5₽ = 0.99351, r2 = 0.98706) · (weighting: 1 /-x)↓ 1.580e5↔ 1.00₽ 鸡浓缩料-10₽ Internal-Standard: N/A 3.541e5₽ 2.00₽ 鸡浓缩料-20₽ 7.021e5₽ 5.00₽ 1.2e6 鸡浓缩料-50₽ 1. De6 10.00₽ 鸡浓缩料-100₽ 1.340e6₽ 8. 0e5 6. 0e5 4. De5 2. 0e5 Sample Name ₽ Area₽ Conc₽ Analyte-Name: Nifuroxazide-1 2.541e5₽ 0.50₽ Regression Equation:y = 3.97010e5 x + 6.43205e4 (r = 鸡浓缩料-5₽ 0.99946,·r²·=·0.99892)··(weighting:·1·/·x)↓ 鸡浓缩料-10₽ 4.580e5₽ 1.00₽ nternal-Standard: N/A 9.155e5₽ 2.00₽ 鸡浓缩料-20₽ 2.016e6₽ 5.00₽ 鸡浓缩料-50₽ 10.00₽ 3e6 4.022e6₽ 鸡浓缩料-100₽ 2e6 le6

	-,1		*
Sample-Name₽	Area∉	Conc₽	Analyte Name: Nifursol-1√
鸡浓缩料-5₽	2.173e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 3.40951e4 x + 5.20843e4 (r =
鸡浓缩料-10₽	3.792e5₽	10.00₽	0.99929, r²-=-0.99857) · (weighting: ·1·/·x) ↔
鸡浓缩料-20₽	7.823e5₽	20.00₽	Internal-Standard:·N/A↵
鸡浓缩料-50₽	1.788e6₽	50.00₽	3.0e6
鸡浓缩料-100₽	3.401e6₽	100.00₽	2.5e6
4			g 2.0e6
			4 1.5e6
			1, 0e6 - 5, 0e5 -
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
	*.i		Concentration
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrovin-1√
鸡浓缩料-5₽	8.123e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 12451.29814 x + 21811.51347
鸡浓缩料-10₽	1.413e5₽	10.00₽	(r = 0.99873, r² = 0.99746) · (weighting: 1 · /·x) ↔
鸡浓缩料-20₽	2.893e5₽	20.00₽	Internal-Standard:·N/A Inter
鸡浓缩料-50₽	6.699e5₽	50.00₽	1.266
鸡浓缩料-100₽	1.231e6₽	100.00₽	1. 0e6 - 8. 0e5 -
4			g 6,065
			4. 0e5
			2.065
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	*.1		Concentration
Sample·Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furaltadone-1√
鸡浓缩料-5₽	6.661e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.32836e5 x + 6060.88747 (r
鸡浓缩料-10₽	1.406e5₽	1.00₽	= 0.99839, r ² = 0.99679) · (weighting: 1 /·x)
鸡浓缩料-20₽	3.024e5₽	2.00₽	Internal-Standard: N/A-/
鸡浓缩料-50₽	6.441e5₽	5.00₽	1. 2e6
鸡浓缩料-100₽	1.334e6₽	10.00₽	1.0e6
↵	<u> </u>	'	8. 0e5 - 4 6. 0e5 -
			4. 0e5
			0. Oe0
			1 2 3 4 6 6 7 8 9 Concentration
			*.1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifuroxime-1√
鸡浓缩料-5₽	7.942e3₽	5.00₽	Regression Equation:y = 1954.84803·x++-1566.77815-
鸡浓缩料-10₽	1.767e4₽	10.00₽	(r·=·0.99932,·r²·=·0.99863)··(weighting:·1·/·x)↔
鸡浓缩料-20₽	3.845e4₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A-/
鸡浓缩料-50₽	1.004e5₽	50.00₽	
鸡浓缩料-100₽	1.894e5₽	100.00₽	1.565
4		•	
			0 1.0e5
			4
			5, 004
			5, 0e4
			5, 004

1			*.1
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1₽
鸡浓缩料-5↩	7.869e3₽	5.00₽	Regression Equation:y = 1580.81316 x + 281.35889 (r
鸡浓缩料-10₽	1.497e4₽	10.00₽	= 0.99830, r ² = 0.99660) (weighting: 1 /·x)
鸡浓缩料-20₽	3.591e4₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A-/
鸡浓缩料-50₽	7.932e4₽	50.00₽	1.5e5
鸡浓缩料-100₽	1.558e5₽	100.00₽	1,0e5
له	•	•	N. Wee
			5. 0e4
			0.0e0
			Concentration
0 1 11	T _{al}		
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1⊬
鸡浓缩料-5₽	6.248e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 9487.95608 x + 3.06515e4 (r
鸡浓缩料-10₽	1.345e5₽	10.00₽	= 0.98886, r ² = 0.97784) (weighting: 1./-x)-/
鸡浓缩料-10₽ 鸡浓缩料-20₽	1.345e5₽ 2.785e5₽	10.00₽ 20.00₽	Internal-Standard: N/A↵
鸡浓缩料-20₽	2.785e5₄³	20.00₽	Internal-Standard: N/A+/
鸡浓缩料-20₽ 鸡浓缩料-50₽	2.785e5₽ 4.885e5₽	20.00₽ 50.00₽	Internal-Standard: N/A+
鸡浓缩料-20₽ 鸡浓缩料-50₽	2.785e5₽ 4.885e5₽	20.00₽ 50.00₽	Internal-Standard: N/A+
鸡浓缩料-20₽ 鸡浓缩料-50₽	2.785e5₽ 4.885e5₽	20.00₽ 50.00₽	Internal-Standard: ·N/A+/ 9e5 8e5 7e5 6e6 \$ 5e6 4e5 3e5 2e6
鸡浓缩料-20₽ 鸡浓缩料-50₽	2.785e5₽ 4.885e5₽	20.00₽ 50.00₽	Internal-Standard: N/A+ 9e5 8e5 7e5 6e5 6e5 3e5 3e5 1e5
鸡浓缩料-20₽ 鸡浓缩料-50₽	2.785e5₽ 4.885e5₽	20.00₽ 50.00₽	Internal-Standard: ·N/A+/ 9-5 8-5 7-5 6-5 5-5 4-5 3-6 2-6 3-6 3-6 3-6 3-6 3-6 3-6 3-6 3-7

图 15 鸡浓缩料基质标准曲线图

Comple None	T.1		-1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1 ✓
猪预混料-5₽	1.661e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 25619.06322 x + 5.62321e4 (r-
猪预混料-10₽	3.275e5₽	10.00₽	= 0.99709, r ² = 0.99420) · (weighting: 1 · /· x)+/
猪预混料-20₽	5.977e5₽	20.00₽	Internal Standard: N/A⊷
猪预混料-50₽	1.432e6₽	50.00₽	-
猪预混料-100₽	2.498e6₽	100.00₽	2.0e6
f)			g 1.5e6
			1.0e6
			5. 0e5 -
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	*-a		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furazolidone-1 ✓
猪预混料-5₽	3.562e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 7.48565e4 x + -1015.15541 (r-
猪预混料-10₽	7.065e4₽	1.00₽	= 0.99838, r ² = 0.99676) · (weighting: 1 · /·x) ·
猪预混料-20₽	1.533e5₽	2.00₽	Internal Standard: N/A⊷
猪预混料-50₽	3.985e5₽	5.00₽	7e5 - 6e5 -
猪预混料-100₽	7.216e5₽	10.00₽	5e5 .
ψ.			g 4e5.
			₹ 3e5
			2e5
			165
			1 2 3 4 6 6 7 8 9
	*-1		Concentration
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifurpirinol-1√
猪预混料-5₽	4.548e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.07015e5·x·+·-1328.79765·(r-
猪预混料-10₽	1.099e5₽	1.00₽	= 0.99854, r ² = 0.99709) · (weighting: 1 / x)
猪预混料-20₽	2.326e5₽	2.00₽	Internal Standard: N/A↵
78 1X 786 TT -Z U T		5.00₽	1.0e6
猪预混料-50₽	5.436e5₽	5.00€	
	5.436e5₽ 1.042e6₽	10.00₽	8, 0e5
猪预混料-50₽			8. 0e5 - d 6. 0e5 -
猪预混料-50₽			
猪预混料-50₽			g 6. 0e5 -
猪预混料-50₽			6.0e5 - 4.0e5 - 2.0e6 -
猪预混料-50₽			6.0e5-
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽	1.042e6e	10.00₽	6. De5 - 4. De5 - 2. De6 - 0. DeD 1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ₽ Sample·Name₽	1.042e6₽ Area₽	10.00₽	6.0e5 2.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration Analyte Name: Nifuroxazide-1
猪预混料-50-₽ 猪预混料-100-₽ ₽ Sample-Name-₽ 猪预混料-5-₽	1.042e6ℯ ³ Areaℯ ³ 1.544e5ℯ ³	10.00₽ Conc₽ 0.50₽	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=·
猪预混料-50-₽ 猪预混料-100-₽ ↓ Sample·Name-₽ 猪预混料-5-₽ 猪预混料-10-₽	1.042e64 ² Area4 ² 1.544e54 ² 2.314e54 ²	10.00₽ Conc₽ 0.50₽ 1.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1/ Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=· 0.99998, ·r²-=·0.99997)··(weighting:·1·/·x)/
猪预混料-50-₽ 猪预混料-100-₽ ₽ Sample·Name-P 猪预混料-5-P 猪预混料-10-P 猪预混料-20-P	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ²	10.00€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=· 0.99998, ·r²-=·0.99997)··(weighting:·1·/·x) Internal-Standard:·N/A
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ▼ Sample·Name P 猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ² 8.786e5e ²	10.00€ ³ Conc€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³ 5.00€ ³	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1/ Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=· 0.99998, ·r²-=·0.99997)··(weighting:·1·/·x)/
猪预混料-50-₽ 猪预混料-100-₽ ₽ Sample·Name-P 猪预混料-5-P 猪预混料-10-P 猪预混料-20-P	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ²	10.00€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=· 0.99998, ·r²-=·0.99997)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A 1.5e6
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ▼ Sample·Name P 猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ² 8.786e5e ²	10.00€ ³ Conc€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³ 5.00€ ³	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=· 0.99998, r²-·=·0.99997)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A 1.5e6
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ▼ Sample·Name P 猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ² 8.786e5e ²	10.00€ ³ Conc€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³ 5.00€ ³	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·1.60577e5·x·+·7.33414e4·(r·=· 0.99998, ·r²-=·0.99997)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A 1.5e6
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ▼ Sample·Name P 猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ² 8.786e5e ²	10.00€ ³ Conc€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³ 5.00€ ³	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation: y = -1.60577e5 · x · + · 7.33414e4 · (r = 0.99998, r² = -0.99997) · · (weighting: ·1 · / · x) Internal Standard: N/A 1.5e6
猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ▼ Sample·Name P 猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	1.042e6e ² Areae ² 1.544e5e ² 2.314e5e ² 3.958e5e ² 8.786e5e ²	10.00€ ³ Conc€ ³ 0.50€ ³ 1.00€ ³ 2.00€ ³ 5.00€ ³	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation: y = -1.60577e5 · x · + · 7.33414e4 · (r = 0.99998, r² = -0.99997) · · (weighting: ·1 · / · x) Internal Standard: N/A 1.5e6

	-		*,
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifursol-14
猪预混料-5↩	1.495e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 25306.82590 x + 3.13985e4 (r
猪预混料-10₽	3.015e5₽	10.00₽	=-0.99970, r2-=-0.99940) (weighting: -1-/-x)+/
猪预混料-20₽	5.414e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A↵
猪预混料-50₽	1.288e6₽	50.00₽	2.566
猪预混料-100₽	2.558e6₽	100.00₽	2.0e6
J#1X/6611 100	2.00000	100.00	g 1.5e6
			1.0e6
			5. 0e5
			0. 0e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	1		Concentration
Sample-Name@	Area₽	Conce	Analyte·Name: ·Nitrovin-1↔
猪预混料-5₽	8.729e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 10731.15475-x + 3.30997e4-(r-
猪预混料-10₽	1.385e5₽	10.00₽	=-0.99998, ·r²-=-0.99996) · (weighting: 1 ·/·x)-/
猪预混料-20₽	2.494e5₽	20.00₽	Internal Standard: N/A↵
猪预混料-50₽	5.704e5₽	50.00₽	1.0e6
猪预混料-100₽	1.105e6₽	100.00₽	8. De5 -
41	1	•	g 6.0e5
			4.0e5
			2.0e5
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
I			Concentration
	*.1		Concentration
Sample·Name₽	Area₽	Conc∂	Analyte Name: Furaltadone-1
猪预混料-5₽	8.993e4₽	0.50₽	Analyte Name: Furaltadone-14 Regression Equation:y = 1.89263e5 x +- 305.85015 (r =
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽	8.993e4₽ 1.890e5₽	0.50₽	Analyte·Name: Furaltadone-1 Regression·Equation:y = 1.89263e5·x·+305.85015·(r·=- 0.99965, -r²-=-0.99930)· (weighting: 1./-x)
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽	8.993e44 1.890e54 3.955e54	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 1.89263e5 x +305.85015 (r =
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name: Furaltadone-1 Regression·Equation:y-=-1.89263e5·x·+305.85015·(r·=-0.99965, -r²-=-0.99930)·-(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽	8.993e44 1.890e54 3.955e54	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Analyte·Name: Furaltadone-1 Regression·Equation:y-=-1.89263e5·x·+305.85015·(r·=- 0.99965, -r²-=-0.99930)·-(weighting:-1-/-x)
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name:·Furaltadone-1
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name:·Furaltadone-1
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name:·Furaltadone-1
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name:·Furaltadone-1
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name: ·Furaltadone-1-/- Regression·Equation:y·=-1.89263e5·x·+305.85015·(r·=-0.99965, ·r²-=-0.99930)··(weighting:·1·/·x)-/- Internal·Standard:·N/A-/- 1.5e6
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Analyte Name: Furaltadone-1+ Regression Equation:y = -1.89263e5-x+305.85015-(r = 0.99965, r² = -0.99930)- (weighting: -1-/x)+ Internal Standard: N/A+ 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1.2 3 4 6 6 7 8 9
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ₽	8.993e4₽ 1.890e5₽ 3.955e5₽ 9.598e5₽ 1.866e6₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte·Name: Furaltadone-1+ Regression Equation:y = -1.89263e5·x·+·-305.85015·(r·=-0.99965, r²-=-0.99930)··(weighting: -1·/·x)+ Internal Standard: N/A+ 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name: Nifuroxime-1+
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ ₽ Sample·Name₽ 猪预混料-5₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte·Name: Furaltadone-1
猪预混料-5-0 猪预混料-10-0 猪预混料-20-0 猪预混料-50-0 猪预混料-100-0 4 Sample-Name-0 猪预混料-5-0 猪预混料-10-0	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -1.89263e5 · x · + -305.85015 · (r = -0.99965, r² = -0.99930) · (weighting: -1 · / · x) Internal Standard: N/A 1.5e6
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-20₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1+ Regression Equation:y = -1.89263e5-x+305.85015-(r=-0.99965, r²-=-0.99930)- (weighting: -1-/x)+ Internal Standard: N/A+
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-5₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+ 9.911e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte·Name:·Furaltadone-1 Regression·Equation:y·=·1.89263e5·x·+·-305.85015·(r·=·0.99965,·r²-=·0.99930)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Analyte·Name:·Nifuroxime-1 Regression·Equation:y·=·2039.21132·x·+·-1094.25703·(r·=·0.99953,·r²-=·0.99905)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Internal·Standard:·N/A
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-20₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-5₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+ 9.911e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte·Name:·Furaltadone-1 Regression·Equation:y·=·1.89263e5·x·+·-305.85015·(r·=·0.99965,·r²-=·0.99930)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Analyte·Name:·Nifuroxime-1 Regression·Equation:y·=·2039.21132·x·+·-1094.25703·(r·=·0.99953,·r²-=·0.99905)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Internal·Standard:·N/A
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-5₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+ 9.911e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -1.89263e5 · x · + -305.85015 · (r = -0.99965, r² = -0.99930) · (weighting: -1 · / · x) Internal Standard: N/A Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation: y = -2039.21132 · x · + -1094.25703 · (r = -0.99953, r² = -0.99905) · (weighting: -1 · / · x) Internal Standard: N/A Internal Standard: N/A Internal Standard: N/A
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-5₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+ 9.911e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -1.89263e5 · x · + -305.85015 · (r = -0.99965, · r² = -0.99930) · (weighting: · 1 · / · x) · - Internal Standard: · N/A · - Analyte Name: Nifuroxime-1 · - Regression Equation: y = -2039.21132 · x · + -1094.25703 · (r = -0.99953, · r² = -0.99905) · · (weighting: · 1 · / · x) · - Internal Standard: · N/A · - Internal Standard: · N/A · -
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽ 猪预混料-100₽ 好 猪预混料-10₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-5₽ 猪预混料-5₽	8.993e4+ 1.890e5+ 3.955e5+ 9.598e5+ 1.866e6+ Area+ 8.397e3+ 1.996e4+ 4.198e4+ 9.911e4+	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -1.89263e5 · x · + -305.85015 · (r = -0.99965, r² = -0.99930) · (weighting: -1 · / · x) Internal Standard: N/A Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation: y = -2039.21132 · x · + -1094.25703 · (r = -0.99953, r² = -0.99905) · (weighting: -1 · / · x) Internal Standard: N/A Internal Standard: N/A Internal Standard: N/A

Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
猪预混料-5₽	1.642e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 2948.00090 x + 1434.67552 (r
猪预混料-10₽	3.083e4₽	10.00₽	=-0.99996, r2-=-0.99992) (weighting: -1 -/-x)+-
猪预混料-20₽	5.929e4₽	20.00₽	Internal Standard: N/A∉
猪预混料-50₽	1.494e5₽	50.00₽	2.5e5
猪预混料-100₽	2.966e5₽	100.00₽	2.0e5
Ą		•	g 1. 5e5
			1.0e5
			5.044
			0.0e0
			Concentration
	*.I		Analista Namas Niferatulanda da
Comple.Mome.1	Aron.1	Conod	
Sample·Name₽ 接稿识料-5₽	Area 2	Conc∂ 5.00∂	Analyte·Name: Nifurstylenate-1- Regression-Equation:y-=-9610-20119-x-+-25593-65790-
猪预混料-5₽	6.896e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 9610.20119 x + 25593.65790
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽	6.896e4₽ 1.247e5₽	5.00₽ 10.00₽	Regression-Equation:y-=-9610.20119-x-+-25593.65790- (r-=-0.99911, -r ² -=-0.99823)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/-
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽	6.896e4₽ 1.247e5₽ 2.313e5₽	5.00¢ 10.00¢ 20.00¢	Regression-Equation:y-=-9610.20119-x-+-25593.65790- (r-=-0.99911,-r²-=-0.99823)(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	6.896e4₽ 1.247e5₽ 2.313e5₽ 5.141e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression Equation:y = 9610.20119 x + 25593.65790 (r = 0.99911, r² = 0.99823) (weighting: 1 / x) √
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽	6.896e4₽ 1.247e5₽ 2.313e5₽	5.00¢ 10.00¢ 20.00¢	Regression-Equation:y-=-9610.20119-x-+-25593.65790- (r-=-0.99911,-r²-=-0.99823)(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	6.896e4₽ 1.247e5₽ 2.313e5₽ 5.141e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-9610.20119-x++25593.65790- (r-=-0.99911, -r²-=-0.99823)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	6.896e4₽ 1.247e5₽ 2.313e5₽ 5.141e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y-=-9610.20119-x-+-25593.65790- (r-=-0.99911,-r²-=-0.99823)(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
猪预混料-5₽ 猪预混料-10₽ 猪预混料-20₽ 猪预混料-50₽	6.896e4₽ 1.247e5₽ 2.313e5₽ 5.141e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-9610.20119·x++25593.65790- (r-=-0.99911, -r²-=-0.99823)(weighting:-1-/-x)- Internal-Standard:-N/A-/

图 16 猪预混料基质标准曲线图

	*.1		*.a
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1√
猪配合料-5₽	7.580e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 13096.96838 x + 16495.84628
猪配合料-10₽	1.513e5₽	10.00₽	(r·=-0.99839, ·r²·=-0.99677)··(weighting:·1·/·x)↔
猪配合料-20₽	2.896e5₽	20.00₽	Internal Standard: N/A↵
猪配合料-50₽	7.093e5₽	50.00₽	1. 246
猪配合料-100₽	1.279e6₽	100.00₽	1.0e6
4·	<u> </u>	<u>'</u>	8. 0e5 - 4 6. 0e5 -
			4.065
			2.0e5
			0. 0e0
_	_		10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
	-,1		*.i
Sample Name Page 19 1	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furazolidone-1
猪配合料-5₽	2.492e4	0.50₽	Regression Equation:y = 3.60677e4 x + 4629.13912 (r = 0.99878, r ² = 0.99755) (weighting: 1 / x)
猪配合料-10₽	3.601e4	1.00₽	internal-Standard:-N/A
猪配合料-20₽	7.751e4₽	2.00₽	
猪配合料-50₽	1.813e5₽	5.00₽	365
및 猪配合料-100₽	3.707e5₽	10.00₽	
₽			g 2e5-
			1e5
			100
			000
			Concentration
Cample Name (Arond	Concd	Analyte Name: Nifurnicinal 1
Sample·Name↩ 迷声2今均 5.2	Area ₽	Conc∂ 0.50a	Analyte Name: Nifurpirinol-1
猪配合料-5₽	2.189e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 3.47727e4 x + 5034.49725 (r-
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽	2.189e4₽ 3.971e4₽	0.504 ³ 1.004 ³	
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r· =·0.99947,·r²·=·0.99895)··(weighting:·1·/·x)-/ Internal·Standard:·N/A-/
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e 1.856e5e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=-3.47727e4·x·+-5034.49725·(r· =-0.99947,·r²-=-0.99895)·-(weighting:-1-/-x)-/
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e 1.856e5e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r· =·0.99947,·r²·=·0.99895)··(weighting:·1·/·x)-/ Internal·Standard:·N/A-/
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e 1.856e5e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e 1.856e5e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e 1.856e5e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4₽ 3.971e4₽ 7.564e4₽ 1.856e5₽ 3.456e5₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽ 猪配合料-50₽ 猪配合料-100₽	2.189e4e 3.971e4e 7.564e4e 1.856e5e	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)‹/ Internal·Standard:·N/A‹/
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	2.189e4& 3.971e4& 7.564e4& 1.856e5& 3.456e5&	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔	Regression Equation: y = 3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=0.99947,·r²-=0.99895)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal Standard:·N/A·/ 1e5
猪配合料-5-4 猪配合料-10-4 猪配合料-20-4 猪配合料-50-4 猪配合料-100-4	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A ## 205 ## 205 Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²·=-0.99941)··(weighting:·1·/·x) Analyte·Name:·Nifuroxazide-1
猪配合料-5-₽ 猪配合料-10-₽ 猪配合料-20-₽ 猪配合料-50-₽ 猪配合料-100-₽ ₽ Sample-Name -₽ 猪配合料-5-₽	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Regression Equation: y = 3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=0.99947,·r²-=0.99895)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal Standard:·N/A·/ 1e5
指配合料-5-₽ 猪配合料-10-₽ 猪配合料-20-₽ 猪配合料-50-₽ 猪配合料-100-₽ ** **Sample Name ₽ 猪配合料-5-₽ 猪配合料-10-₽ 猪配合料-20-₽	2.189e4& 3.971e4& 7.564e4& 1.856e5& 3.456e5& 4.784e4& 7.308e4&	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A ## 205 ## 205 Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²·=-0.99941)··(weighting:·1·/·x) Analyte·Name:·Nifuroxazide-1
指配合料-5-0 猪配合料-20-0 猪配合料-50-0 猪配合料-100-0 */ ** *******************************	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³ 7.308e4e ³ 1.413e5e ³	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 1.00↔ 2.00↔	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²-=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²-=-0.99941)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Internal·Standard:·N/A
指配合料-5-₽ 猪配合料-10-₽ 猪配合料-20-₽ 猪配合料-50-₽ 猪配合料-100-₽ ** **Sample Name ₽ 猪配合料-5-₽ 猪配合料-10-₽ 猪配合料-20-₽	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³ 7.308e4e ³ 1.413e5e ³ 3.299e5e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression Equation: y = 3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²-=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal Standard:·N/A-/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression·Equation: y = 6.32987e4·x·+·14177.35682·(r-=-0.99970,·r²-=-0.99941)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal Standard:·N/A-/ 665 565 665
指配合料-5-0 猪配合料-20-0 猪配合料-50-0 猪配合料-100-0 */ ** *******************************	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³ 7.308e4e ³ 1.413e5e ³ 3.299e5e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²·=-0.99941)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A [65] [65] [65] [65] [65] [65] [65] [65
指配合料-5-0 猪配合料-20-0 猪配合料-50-0 猪配合料-100-0 */ ** *******************************	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³ 7.308e4e ³ 1.413e5e ³ 3.299e5e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²-=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²-=-0.99941)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Internal·Standard:·N/A 605
指配合料-5-0 猪配合料-20-0 猪配合料-50-0 猪配合料-100-0 */ ** *******************************	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³ 7.308e4e ³ 1.413e5e ³ 3.299e5e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²·=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal·Standard:·N/A↔ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1↔ Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²·=-0.99941)··(weighting:·1·/·x)↔ Internal·Standard:·N/A↔ 665 565 565 445
指配合料-5-0 猪配合料-20-0 猪配合料-50-0 猪配合料-100-0 */ ** *******************************	2.189e4e ³ 3.971e4e ³ 7.564e4e ³ 1.856e5e ³ 3.456e5e ³ 4.784e4e ³ 7.308e4e ³ 1.413e5e ³ 3.299e5e ³	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Regression·Equation:y·=·3.47727e4·x·+·5034.49725·(r·=-0.99947,·r²-=-0.99895)··(weighting:·1·/·x)- Internal·Standard:·N/A Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·6.32987e4·x·+·14177.35682·(r·=-0.99970,·r²-=-0.99941)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A Internal·Standard:·N/A 605

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		*,1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifursol-1√
猪配合料-5₽	7.989e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 15920.09410 x + 4716.46654
猪配合料-10₽	1.673e5₽	10.00₽	(r-=-0.99965, r²0.99931)(weighting:-1-/-x)↔
猪配合料-20₽	3.324e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A↩
猪配合料-50₽	8.173e5₽	50.00₽	1.5e6
猪配合料-100₽	1.572e6₽	100.00₽	
)			1.066
			*
			5, 0e5
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	-1		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrovin-1₽
猪配合料-5₽	3.188e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 6612.17725 x + 3558.06056 (
猪配合料-10₽	7.470e4₽	10.00₽	=-0.99836, -r ² -=-0.99673)(weighting:-1-/-x)-
猪配合料-20₽	1.442e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A↩
猪配合料-50₽	3.455e5₽	50.00₽	665
猪配合料-100₽	6.448e5₽	100.00₽	5e5
)			465.
			365
			265
			165
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	·.		Concentration
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furaltadone-1-
猪配合料-5₽	3.370e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 7.07565e4 x + 1148.34389 (r
猪配合料-10₽	7.583e4₽	1.00₽	= 0.99935, r ² = 0.99870) (weighting: 1 /·x)
猪配合料-20₽	1.498e5₽	2.00₽	Internal-Standard:-N/A↩
猪配合料-50₽	3.448e5₽	5.00₽	Te5 1 6e5 1
猪配合料-100₽	7.106e5₽	10.00₽	565
)			g 4e5-
			₹ 365
			2e5
			165
			0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
	-,		1e5 - 0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
Sample Name	Area∂	Conc ₄ 3	0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
Sample·Name₽ 猪配合料-5₽	Area₽ 8.866e3₽	Conc₽ 5.00₽	Analyte-Name: ·Nifuroxime-1 e Regression-Equation: y = ·1777.85407·x·+·608.80054·(r
猪配合料-5₽			Analyte Name: Nifuroxime-1 4 Regression Equation: y = 1777.85407 x + 608.80054 (r = 0.99870, r^2 = 0.99740) · (weighting: 1 / · x) 4
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽	8.866e3₽	5.00₽	Analyte-Name: ·Nifuroxime-1 e Regression-Equation: y = ·1777.85407·x·+·608.80054·(r
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽	8.866e3₽ 1.926e4₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxime-1-\(\psi\) Regression·Equation:\(\psi\)-(weighting:·1·/·x)\(\psi\) Internal·Standard:·N/A\(\psi\)
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	8.866e34 1.926e44 3.590e44 9.474e44	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Analyte Name: Nifuroxime-1 4 Regression Equation: y = 1777.85407 x + 608.80054 (r = 0.99870, r^2 = 0.99740) · (weighting: 1 / · x) 4
猪配合料-5₽ 猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽	8.866e34 1.926e44 3.590e44	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxime-1e ^J Regression·Equation:y·=·1777.85407·x·+·608.80054·(r=·0.99870,·r²·=·0.99740)··(weighting:·1·/·x)e ^J Internal·Standard:·N/Ae ^J
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	8.866e34 1.926e44 3.590e44 9.474e44	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Analyte-Name: ·Nifuroxime-1← Regression-Equation:y-=·1777.85407·x·+·608.80054·(r =·0.99870,·r²-=-0.99740)··(weighting:·1·/·x)← Internal-Standard:·N/A← 1.565
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	8.866e34 1.926e44 3.590e44 9.474e44	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxime-1e ^J Regression·Equation:y·=·1777.85407·x·+·608.80054·(r=·0.99870,·r²·=·0.99740)··(weighting:·1·/·x)e ^J Internal·Standard:·N/Ae ^J
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	8.866e34 1.926e44 3.590e44 9.474e44	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxime-1e ^J Regression·Equation:y·=·1777.85407·x·+·608.80054·(r =·0.99870,·r²·=·0.99740)··(weighting:·1·/·x)e ^J Internal·Standard:·N/Ae ^J 1.565 5.064
猪配合料-5↔ 猪配合料-10↔ 猪配合料-20↔ 猪配合料-50↔	8.866e34 1.926e44 3.590e44 9.474e44	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxime-1e ^J Regression·Equation:y·=·1777.85407·x·+·608.80054·(r=·0.99870,·r²-·=·0.99740)··(weighting:·1·/·x)e ^J Internal·Standard:·N/Ae ^J 1.565

			* .
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
猪配合料-5₽	7.751e3₽	5.00₽	Regression Equation:y = 1743.05998 x + -1796.25386
猪配合料-10₽	1.469e4₽	10.00₽	(r = 0.99917, r² = 0.99834) · (weighting: 1·/·x)↓
猪配合料-20₽	3.192e4₽	20.00₽	Internal Standard: N/A⊬
猪配合料-50₽	8.262e4₽	50.00₽	1.5e5
猪配合料-100₽	1.765e5₽	100.00₽	
4			e 1.0e5
			5.004
			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
C I N -	Ta		A 14 M N7 11 14 1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1
▍猪配合料-5₽	5.522e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 5626.84255 x + 28019.81666
猪配合料-10₽	8.353e4₽	10.00₽	(r·=·0.99949,·r²·=·0.99897)··(weighting:·1·/·x)↔
	8.353e4- 1.482e5-	10.00₽ 20.00₽	(r·=-0.99949,·r²·=-0.99897)·-(weighting:·1·/·x)₽ Internal-Standard:·N/A₽
猪配合料-10₽			, , , , , , , ,
猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽	1.482e5₽	20.00₽	Internal-Standard:·N/A↔
猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽ 猪配合料-50₽	1.482e54 3.033e54	20.004 ² 50.004 ²	Internal-Standard: ·N/A↔
猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽ 猪配合料-50₽	1.482e54 3.033e54	20.004 ² 50.004 ²	Internal-Standard: ·N/A-/
猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽ 猪配合料-50₽	1.482e54 3.033e54	20.004 ² 50.004 ²	Internal-Standard: ·N/A
猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽ 猪配合料-50₽	1.482e54 3.033e54	20.004 ² 50.004 ²	Internal-Standard: ·N/A+ 5-5 4-6
猪配合料-10₽ 猪配合料-20₽ 猪配合料-50₽	1.482e54 3.033e54	20.004 ² 50.004 ²	Internal-Standard: ·N/A+J 5e5 4e5 2e5 1e5

图 17 猪配合料基质标准曲线图

	-1		-1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1 ✓
猪浓缩料-5₽	1.438e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 21553.36550 x + 3.83997e4 (r
猪浓缩料-10₽	2.547e5₽	10.00₽	= 0.99975, r ² = 0.99950) (weighting: 1./-x)-
猪浓缩料-20₽	4.718e5₽	20.00₽	Internal-Standard:-N/A-
猪浓缩料-50₽	1.145e6₽	50.00₽	2, 0e6
猪浓缩料-100₽	2.164e6₽	100.00₽	1.5e6
4			1 1.0e6
			₹ 1.0e6
			5. 0e5
			0.000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	*.1		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Furazolidone-1 ✓
猪浓缩料-5₽	2.399e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 5.07777e4 x + 112.73502 (r =
猪浓缩料-10₽	5.084e4₽	1.00₽	0.99871, ·r²·=·0.99742)··(weighting:·1·/·x)₽
猪浓缩料-20₽	1.054e5₽	2.00₽	Internal-Standard:-N/A-/
猪浓缩料-50₽	2.683e5₽	5.00₽	1
猪浓缩料-100₽	4.914e5₽	10.00₽	465
4			g 3e5
			¥ 2e5.
			1e5
			0.00
			1 2 3 4 6 6 7 8 9
	*.1		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurpirinol-1 ✓
猪浓缩料-5₽	2.972e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 8.21130e4 x + -11064.34810
猪浓缩料-10₽	7.219e4₽	1.00₽	(r = 0.99969, r² = 0.99937) · (weighting: 1 · /·x) ↔
			Internal·Standard:·N/A₽
猪浓缩料-20₽	1.553e5₽	2.00₽	
猪浓缩料-20₽ 猪浓缩料-50₽	1.553e5₽ 3.861e5₽	2.00₽	8e5 - 7e5 -
			7e5 - 6e5 -
猪浓缩料-50₽	3.861e5₽	5.00₽	7e5 - 6e5 - 5e5 -
猪浓缩料-50₽	3.861e5₽	5.00₽	7e5 - 6e5 -
猪浓缩料-50₽	3.861e5₽	5.00₽	7e5 - 6e5 - 5e5 - 4e5 - 3e5 - 2e5 -
猪浓缩料-50₽	3.861e5₽	5.00₽	7e5 6e5 5e5 8 4e5 3e5 2e5
猪浓缩料-50₽	3.861e5₽	5.00₽	7e5 6e5 5e5 4e5 3e5 2e5 1e5 0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
猪浓缩料-50₽	3.861e5₽	5.00₽	7e5 6e5 5e5 8 4e5 3e5 2e5
猪浓缩料-50₽ 猪浓缩料-100₽ ₽ Sample·Name₽	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area ₽	5.00₽ 10.00₽	7e5 6e5 5e6 5e6 5e6 5e6 7e6 7e6 9
猪浓缩料-50₽ 猪浓缩料-100₽ ₽	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽	5.00₽ 10.00₽ Conc₽ 0.50₽	Analyte-Name: Nifuroxazide-1- Regression-Equation:y = 2.53266e5-x+6851.40388-(r-
猪浓缩料-50₽ 猪浓缩料-100₽ ₽ Sample-Name₽	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area ₽	5.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Pageression Equation: Ye = -0.99905, r ² = -0.99810) - (weighting: -1./-x) Pageression -1./-x
猪浓缩料-50₽ 猪浓缩料-100₽ ₽ Sample·Name₽ 猪浓缩料-5₽	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽	5.00₽ 10.00₽ Conc₽ 0.50₽	Analyte·Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation: y = 2.53266e5·x·+-6851.40388·(r·=-0.99905, r²-=-0.99810)·(weighting: 1./-x) Internal-Standard: N/A
猪浓缩料-50-€ 猪浓缩料-100-€ € Sample-Name-€ 猪浓缩料-5-€ 猪浓缩料-10-€	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area ₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽	5.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y-=-2.53266e5·x·+-6851.40388·(r-=-0.99905, r²-=-0.99810)··(weighting:·1·/·x) Internal-Standard:·N/A
猪浓缩料-50₽ 猪浓缩料-100₽ ₽ Sample·Name₽ 猪浓缩料-5₽ 猪浓缩料-10₽ 猪浓缩料-20₽	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area ₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽ 5.282e5₽	5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y2.53266e5·x·+-6851.40388·(r0.99905, r²0.99810)··(weighting:·1·/·x) Internal-Standard:·N/A
猪浓缩料-50-0 猪浓缩料-100-0 	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽ 5.282e5₽ 1.209e6₽	5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y-=-2.53266e5·x·+-6851.40388·(r-=-0.99905, r²-=-0.99810)··(weighting:·1·/·x) Internal-Standard:·N/A
猪浓缩料-50-0 猪浓缩料-100-0 	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽ 5.282e5₽ 1.209e6₽	5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte Name: Nifuroxazide-1 (
猪浓缩料-50-0 猪浓缩料-100-0 	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽ 5.282e5₽ 1.209e6₽	5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name: Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y-=-2.53266e5·x·+-6851.40388·(r-=-0.99905, r²-=-0.99810)··(weighting:-1·/-x) Internal-Standard:-N/A 2.5e6 2.0e6
猪浓缩料-50-0 猪浓缩料-100-0 	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽ 5.282e5₽ 1.209e6₽	5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte·Name:·Nifuroxazide-1 Regression·Equation:y·=·2.53266e5·x·+·6851.40388·(r·=-0.99905,·r²-=-0.99810)··(weighting:·1·/·x) Internal·Standard:·N/A 2.5e6 2.0e6 3.5e6 3.5e6 3.5e6 3.5e6 3.5e6 3.5e6 3.5e6 3.5e6
猪浓缩料-50₽ 猪浓缩料-100₽ ₽ Sample·Name ₽ 猪浓缩料-5₽ 猪浓缩料-10₽ 猪浓缩料-20₽ 猪浓缩料-50₽	3.861e5₽ 8.205e5₽ Area₽ 1.264e5₽ 2.756e5₽ 5.282e5₽ 1.209e6₽	5.00₽ 10.00₽ 10.00₽ 0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽	Analyte Name: Nifuroxazide-1 (-) Regression Equation: y = -2.53266e5 · x + -6851.40388 · (r = -0.99905, r² = -0.99810) · - (weighting: -1 /- x) · -/ Internal Standard: N/A · -/ 2.5e6 2.0e6 1.5e6 1.5e6

	*.1		*.i
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifursol-1√
猪浓缩料-5₽	1.245e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 24115.98100 x + 11478.11889
猪浓缩料-10₽	2.649e5₽	10.00₽	(r·=·0.99954,·r²·=·0.99908)··(weighting:·1·/·x)↔
猪浓缩料-20₽	5.105e5₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A-/
猪浓缩料-50₽	1.184e6₽	50.00₽	2.0e6
猪浓缩料-100₽	2.435e6₽	100.00₽	2.060
4			1.5e6
			1.0e6
			5. 0e5 -
			0,000
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
	*.i		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrovin-1√
猪浓缩料-5₽	4.399e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 8443.79992 x + 1701.25707 (r
猪浓缩料-10₽	8.603e4₽	10.00₽	= 0.99996, r² = 0.99992) · (weighting: 1 /·x)
猪浓缩料-20₽	1.717e5₽	20.00₽	Internal-Standard: N/A-/
猪浓缩料-50₽	4.191e5₽	50.00₽	9e5 - 7e5 -
猪浓缩料-100₽	8.498e5₽	100.00₽	6e5 -
4			\$ 5e5-
			¥ 4e5 - 3e5 -
			2e5
			1e5 De0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc _€	Analyte Name: Furaltadone-1-
猪浓缩料-5₽	4.479e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.11490e5-x +5142.59786 (r-
猪浓缩料-10₽	1.133e5₽	1.00₽	= 0.99910, r ² =-0.99820) · (weighting: 1 /·x)-/
猪浓缩料-20₽	2.330e5₽	2.00₽	Internal Standard: N/A√
猪浓缩料-50₽	5.390e5₽	5.00₽	1.0e6
猪浓缩料-100₽	1.107e6₽	10.00₽	8.005
له			g 6.0e5
			4.0e5
			2.0e5
			0.000
			1 2 3 4 6 6 7 8 9 Concentration
	-,1		*.1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte-Name: Nifuroxime-1-
猪浓缩料-5₽	9.028e3₽	5.00₽	Regression-Equation:y=1873.46766·x+-72.96466·(r=
猪浓缩料-10₽	1.856e4₽	10.00₽	0.99973, ·r²·=·0.99947)··(weighting:·1·/·x)-/ Internal·Standard:·N/A-/
attack to take talk on the			uniernal-Standard:-W/A₽
猪浓缩料-20₽	3.924e4₽	20.00₽	Internal Standard, 1474
猪浓缩料-20₽ 猪浓缩料-50₽	3.924e4₽ 9.222e4₽	20.004 ² 50.004 ²	
			1.565
猪浓缩料-50₽	9.222e4₽	50.00₽	1,565
猪浓缩料-50₽	9.222e4₽	50.00₽	1.5e5
猪浓缩料-50₽	9.222e4₽	50.00₽	1,565
猪浓缩料-50₽	9.222e4₽	50.00₽	1. 5e5
猪浓缩料-50₽	9.222e4₽	50.00₽	1.5e5

	*-1		•,
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
猪浓缩料-5₽	8.871e3₽	5.00₽	Regression Equation:y = 1757.37063 x + 699.95262 (r
猪浓缩料-10₽	1.887e4₽	10.00₽	=-0.99857, ·r²-=-0.99715) · (weighting: ·1·/·x)↔
猪浓缩料-20₽	3.604e4₽	20.00₽	Internal Standard: N/A√
猪浓缩料-50₽	9.411e4₽	50.00₽	1.5e5
猪浓缩料-100₽	1.707e5₽	100.00₽	
ę.		<u>'</u>	g 1.0e5
			5.004
			0.0e0
			Concentration
	-1		
Sample·Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1-
猪浓缩料-5₽	5.336e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 7615.50862 x + 17331.02014
猪浓缩料-10₽	9.347e4₽	10.00₽	(r·=·0.99954,·r²·=·0.99908)··(weighting:·1·/·x)₽
猪浓缩料-20₽	1.780e5₽	20.00₽	Internal Standard: N/A⊬
猪浓缩料-50₽	4.037e5₽	50.00₽	7e5
猪浓缩料-100₽	7.670e5₽	100.00₽	665 5e5
له	•	•	g 4e5
			₹ 365
			2e5
1			0.00
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

图 18 猪浓缩料基质标准曲线图

1	5.1		2,1
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1√
饲料添加剂(板蓝根	1.449e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 28519.64961 x + -9812.72563
提取物)-5₽			(r·=·0.99806,·r²·=·0.99613)··(weighting:·1·/·x)↔
饲料添加剂 (板蓝根	2.835e5₽	10.00₽	Internal·Standard:·N/A↩
提取物)-10₽		10.00	
□ 短数 10 / 10 · 10 · 10 · 10 · 10 · 10 · 10 ·	4.972e5₽	20.00₽	2.566
	4.37265	20.00	2.066
提取物)-20₽	1.365e6₽	50.00₽	1.5e6
□ 饲料添加剂(板蓝根	1.365666	50.00₽	1. 0e6
提取物)-50₽	2.020-0-	400.00 -	5. 0e5
饲料添加剂(板蓝根	2.936e6₽	100.00₽	0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
提取物)-100₽			Concentration
0 1	*.1		
Sample·Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furazolidone-1⊌
饲料添加剂(板蓝根	5.340e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 9.88461e4·x·+·10441.44529·(r·
提取物)-5↩			=-0.99870, ·r²-=-0.99740)··(weighting:-1·/·x)↔ Internal-Standard:-N/A↔
饲料添加剂(板蓝根	1.169e5₽	1.00₽	internar-standard. N/A₽
提取物)-10↩			845
饲料添加剂(板蓝根	2.180e5₽	2.00₽	
提取物)-20↩			665
饲料添加剂(板蓝根	5.198e5₽	5.00₽	465
提取物)-50₽			2e5
饲料添加剂 (板蓝根	9.728e5₽	10.00₽	0e0
提取物)-100₽		10.00	1 2 3 4 6 6 7 8 9
1)E 4X 19) 7 - 100+			Concentration
	* .		· .
Sample-Name <i>₽</i>	Area∉	Conc₽	Analyte Name: Nifurpirinol-1∉
Sample·Name₽	Area ← 9.296e4 ←	Conc₽ 0.50₽	Analyte-Name: Nifurpirinol-1- Regression-Equation:y-=-2.07525e5-x-+-109.65687-(r-=-
饲料添加剂(板蓝根			Analyte-Name: Nifurpirinol-1 Regression-Equation:y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=· 0.99915, ·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)ℯ/
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽	9.296e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 2.07525e5 x + 109.65687 (r =)
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根			Regression-Equation:y·=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=· 0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)₄/
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽	9.296e4₽ 2.201e5₽	0.50₽	Regression-Equation:y-=-2.07525e5-x-+-109.65687-(r-=-0.99915,-r²-=-0.99830)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根	9.296e4₽	0.50₽	Regression-Equation:y-=-2.07525e5-x-+-109.65687-(r-=- 0.99915,-r²-=-0.99830)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/-
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-20₽	9.296e4₽ 2.201e5₽ 4.325e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€	Regression-Equation:y-=-2.07525e5-x-+-109.65687-(r-=-0.99915,-r²-=-0.99830)(weighting:-1-/-x) Internal-Standard:-N/A
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根	9.296e4₽ 2.201e5₽	0.50₽	Regression·Equation:y·=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=· 0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)ۥ Internal·Standard:·N/Aۥ 2.0e6 1.5e6
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-50₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Regression·Equation:y·=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=· 0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ 2.066 1.566 5.065
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根	9.296e4₽ 2.201e5₽ 4.325e5₽	0.50€ 1.00€ 2.00€	Regression·Equation:y·=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=· 0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)ۥ Internal·Standard:·N/Aۥ 2.0e6 1.5e6
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-50₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽	Regression-Equation:y-=.2.07525e5-x+-109.65687-(r-=-0.99915,-r²-=-0.99830)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽	9.296e4-2 2.201e5-2 4.325e5-2 1.063e6-2 2.031e6-2	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Regression-Equation:y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=-0.99915,·r²·=-0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal-Standard:·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Regression-Equation:y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=-0.99915,·r²·=-0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal-Standard:·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte-Name:·Nifuroxazide-1+/
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample·Name ₽ 同料添加剂(板蓝根	9.296e4-2 2.201e5-2 4.325e5-2 1.063e6-2 2.031e6-2	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Regression Equation: y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=·0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal Standard:·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression·Equation: y = 6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r·=·
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ 是取物)-100₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢ Area¢ 3.912e5¢	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Regression Equation: y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=·0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal Standard:·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression-Equation: y = 6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r·=·0.99990,·r²·=·0.99979)··(weighting:·1·/·x)·/
同料添加剂(板蓝根提取物)-5-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-10-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-20-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-50-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-100-2 Sample Name-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-5-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-5-2	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Regression-Equation:y = 2.07525e5·x+109.65687·(r=0.99915, -r²-=0.99830)··(weighting: 1·/·x)·/ Internal Standard: N/A-/ 1.0e6
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample·Name 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢ Area¢ 3.912e5¢ 6.876e5¢	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢ 10.00¢ 1.00¢	Regression-Equation:y = 2.07525e5·x++109.65687·(r=-0.99915, -r²-=-0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal-Standard:·N/A-/ Analyte-Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression-Equation:y = 6.44014e5·x++6.45795e4·(r=-0.99990, -r²-=-0.99979)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal-Standard:·N/A-/ 666
同料添加剂(板蓝根提取物)-5-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-10-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-20-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-50-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-100-2 Sample Name-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-5-2 同料添加剂(板蓝根提取物)-5-2	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢ Area¢ 3.912e5¢	0.50₽ 1.00₽ 2.00₽ 5.00₽ 10.00₽	Regression·Equation:y·=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=·0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression·Equation:y·=·6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r·=·0.99990,·r²·=·0.99979)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample·Name 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢ Area¢ 3.912e5¢ 6.876e5¢	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢ 10.00¢ 1.00¢	Regression·Equation:y-=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r-=-0.99915,·r²-=-0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/ Regression·Equation:y-=·6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r-=-0.99990,·r²-=-0.99979)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ 6e6 5e6 4e6
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample·Name₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽	9.296e4¢ 2.201e5¢ 4.325e5¢ 1.063e6¢ 2.031e6¢ Area¢ 3.912e5¢ 6.876e5¢	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢ 10.00¢ 1.00¢	Regression·Equation:y·=·2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=·0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1 2 3 4 6 6 7 8 9 Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/- Regression·Equation:y·=·6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r·=-0.99990,·r²-=·0.99979)··(weighting:·1·/·x)·/- Internal·Standard:·N/A-/- 6e6 5e6 4e6 4e6 4e6
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取添加剂(板蓝根提取添加剂)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample Name₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根	9.296e4-2 2.201e5-2 4.325e5-2 1.063e6-2 2.031e6-2 3.912e5-2 6.876e5-2 1.369e6-2	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢ 0.50¢ 1.00¢ 2.00¢	Regression Equation: y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r = 0.99915, ·r²·= 0.99830)··(weighting: 1·/·x)·/ Internal Standard: ·N/A-/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name: ·Nifuroxazide-1-/ Regression Equation: y = 6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r = 0.99990, ·r²·= ·0.99979)··(weighting: ·1·/·x)·/ Internal Standard: ·N/A-/ 6e6 5e6 6e6 6e6 6e6 6e6 6e6
同料添加 / 5-₽ 10 ← 10 ← 10 ← 10 ← 10 ← 10 ← 10 ← 10	9.296e4 2.201e5 4.325e5 1.063e6 2.031e6 2.031e6 3.912e5 1.369e6 3.322e6 3.322e6	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢ 10.00¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Regression·Equation:y = 2.07525e5·x·+·109.65687·(r·=·0.99915,·r²·=·0.99830)··(weighting:·1·/·x)·/ Internal·Standard:·N/A-/ Internal·Standard:·N/A-/ Analyte·Name:·Nifuroxazide-1-/- Regression·Equation:y = 6.44014e5·x·+·6.45795e4·(r·=·0.99990,·r²·=·0.99979)··(weighting:·1·/·x)·/- Internal·Standard:·N/A-/- 6e6
同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取添加剂(板蓝根提取添加剂)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample Name₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根	9.296e4-2 2.201e5-2 4.325e5-2 1.063e6-2 2.031e6-2 3.912e5-2 6.876e5-2 1.369e6-2	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢ 0.50¢ 1.00¢ 2.00¢	Regression Equation: y = 2.07525e5·x + 109.65687·(r = 0.99915, ·r²·= 0.99830)··(weighting: 1·/·x)·/ Internal Standard: ·N/A·/ 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name: ·Nifuroxazide-1·/ Regression Equation: y = 6.44014e5·x·+6.45795e4·(r = 0.99990, ·r²·= 0.99979)··(weighting: 1·/·x)·/ Internal Standard: ·N/A·/ 6e6 5e6 6e6 6e6 6e6 6e6 6e6 6e6

I	*.1		*.1
Sample·Name₽	Area∉	Conc₽	Analyte•Name: Nifursol-1₽
饲料添加剂(板蓝根	5.619e5₽	5.00₽	Regression Equation:y = 8.66537e4 x + 1.84695e5 (r = -
提取物)-5₽			0.99811, r²-=-0.99623) · (weighting:-1·/·x).
饲料添加剂 (板蓝根	1.121e6₽	10.00₽	Internal-Standard:-N/A↩
提取物)-10₽			8e6
饲料添加剂(板蓝根	1.966e6₽	20.00₽	7e6 - 6e6 -
提取物)-20₽	1.00000	20.00	566
□ 短数 10 / 12 0 F 同料添加剂(板蓝根	4.764e6₽	50.00₽	466
提取物)-50₽	4.70400	30.00	3e6 - 2e6
短数 物 / -30+ 饲料添加剂(板蓝根	8.542e6₽	100.00₽	1e6
提取物)-100₽	0.54260	100.00	0e0 10 20 30 40 50 60 f0 80 90
1定4以1勿 / -100℃			Concentration
Sample·Name₽	Area∉	Conc₽	Analyte Name: Nitrovin-1-
饲料添加剂(板蓝根	1.380e5	5.00₽	Regression Equation:y = 20280.18363·x + 5.59724e4·(r-
提取物)-5₽	1.00000	0.55	=-0.99697, r ² -=-0.99395)(weighting:-1-/-x)-/-
□ 提取物 / -5+/ □ 饲料添加剂(板蓝根	2.782e5₽	10.00₽	Internal-Standard: N/A-
提取物)-10₽	2.70263	10.00	
□ 提取初7-10+2 □ 饲料添加剂(板蓝根	4.974e5₽	20.00₽	1, 5e6
	4.974e5₽	20.00₽	
提取物)-20₽	1.119e6₽	50.00₽	€ 1.0e6-
饲料添加剂(板蓝根	1.119e6₽	50.00₽	5. 0e5
提取物)-50₽	1.000.0-	400.00 -	
饲料添加剂(板蓝根	1.999e6₽	100.00₽	0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
提取物)-100↩			Concentration
			- Concentration
CI- N	Tu	C1	*a
Sample·Name And 八氏妹相	Area₽	Conc4	Analyte Name: Furaltadone-1∉
饲料添加剂(板蓝根		Conc₽ 0.50₽	Analyte Name: Furaltadone-1- Regression Equation:y = 2.72350e5·x·+·20970.15341 (r-
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽	Area 1.481e5 1.481e5	0.50₽	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 2.72350e5 x + 20970.15341 (r = 0.99634, r² = 0.99269) · (weighting: 1 / · x) · ·
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根	Area₽		Analyte Name: Furaltadone-1- Regression Equation:y = 2.72350e5·x·+·20970.15341·(r·
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽	Area₽ 1.481e5₽ 2.844e5₽	0.50₽	Analyte-Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 2.72350e5·x·+·20970.15341·(r·=·0.99634,·r²-=·0.99269)··(weighting:·1·/·x) Internal Standard:·N/A
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根	Area 1.481e5 1.481e5	0.50₽	Analyte·Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -2.72350e5·x·+-20970.15341·(r-e-0.99634, -r²-e-0.99269)··(weighting: -1·/·x) Internal Standard: -N/A 2.5e6
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5↔ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10↔ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-20↔	Area ₽ 1.481e5 ₽ 2.844e5 ₽ 5.944e5 ₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = -2.72350e5 · x · + ·20970.15341 · (r = ·0.99634, · r² = ·0.99269) · · (weighting: ·1 · / · x) Internal Standard: ·N/A 2.5e6 2.0e6
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根	Area₽ 1.481e5₽ 2.844e5₽	0.50₽	Analyte·Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -2.72350e5·x·+-20970.15341·(r-e-0.99634, -r²-e-0.99269)··(weighting: -1·/·x) Internal Standard: -N/A 2.5e6
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽	Area₽ 1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = -2.72350e5 · x · + ·20970.15341 · (r = ·0.99634, · r² = ·0.99269) · · (weighting: ·1 · / · x) Internal Standard: ·N/A 2.5e6 2.0e6
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽	Area ₽ 1.481e5 ₽ 2.844e5 ₽ 5.944e5 ₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -2.72350e5 · x · + -20970.15341 · (r = -0.99634, · r² · = -0.99269) · · (weighting: -1 · / · x) · · Internal Standard: -N/A 2.5e6 2.0e6 1.5e6
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽	Area₽ 1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -2.72350e5 · x · + -20970.15341 · (r = -0.99634, · r² · = -0.99269) · · (weighting: -1 · / · x) · · Internal Standard: -N/A 2.5e6 2.0e6 1.5e6 5.0e5
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5+2 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10+2 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20+2 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50+2 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50+2 饲料添加剂(板蓝根提取物)-100+2	Area ₽ 1.481e5 ₽ 2.844e5 ₽ 5.944e5 ₽ 1.519e6 ₽ 2.598e6 ₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Analyte Name: Furaltadone-14 Regression Equation: y = -2.72350e5 · x · + · 20970.15341 · (r = -0.99634, · r² · = -0.99269) · · (weighting: 1 · / · x) · / Internal Standard: N/A+/ 2.5e6 2.0e6 1.5e6 6.0e5 0.0e0 1.2 3 4 6 6 7 8 9
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-100₽	Area 1.481e5 2.844e5 5.944e5 1.519e6 2.598e6 Area Area Area Area Area	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Analyte·Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -2.72350e5·x·+-20970.15341·(r0.99634, -r²0.99269)··(weighting: 1·/-x) Internal Standard: N/A 2.5e6 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 Analyte·Name: Nifuroxime-1
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ Sample·Name ₽ 饲料添加剂(板蓝根	Area ₽ 1.481e5 ₽ 2.844e5 ₽ 5.944e5 ₽ 1.519e6 ₽ 2.598e6 ₽	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5-€ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10-€ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20-€ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50-€ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-100-€ Sample·Name -€ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-100-€	Area ₽ 1.481e5 ₽ 2.844e5 ₽ 5.944e5 ₽ 1.519e6 ₽ 2.598e6 ₽ Area ₽ 9.573e3 ₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 5.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1
同料添加剂(板蓝根提取物)-5+2 同料添加剂(板蓝根提取物)-10+2 同料添加剂(板蓝根提取物)-20+2 同料添加剂(板蓝根提取物)-50+2 同料添加剂(板蓝根提取物)-100+2 Sample·Name +2 同料添加剂(板蓝根提取物)-5+2 同料添加剂(板蓝根提取物)-5+2	Area 1.481e5 2.844e5 5.944e5 1.519e6 2.598e6 Area Area Area Area Area	0.50¢ 1.00¢ 2.00¢ 5.00¢ 10.00¢	Analyte Name: Furaltadone-1
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-50₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-100₽ 是取物)-100₽ 是取物)-10₽ 短期物)-10₽	1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽ 2.598e6₽ Area₽ 9.573e3₽ 2.094e4₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔	Analyte·Name: ·Furaltadone-1-/- Regression·Equation:y·=·2.72350e5·x·+·20970.15341·(r·=·0.99634,·r²·=·0.99269)··(weighting:·1·/·x)-/- Internal·Standard:·N/A-/- Analyte·Name: ·Nifuroxime-1-/- Regression·Equation:y·=·1916.84377·x·+·750.37033·(r·=·0.99951,·r²·=·0.99902)··(weighting:·1·/·x)-/- Internal·Standard:·N/A-/-
同料添加剂(板蓝根提取物)-5→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100→ 医ample-Name→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-5→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10→ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10→	Area ₽ 1.481e5 ₽ 2.844e5 ₽ 5.944e5 ₽ 1.519e6 ₽ 2.598e6 ₽ Area ₽ 9.573e3 ₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ Conc↔ 5.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = -2.72350e5 · x + -20970.15341 · (r = -0.99634, · r² = -0.99269) · (weighting: -1 · / · x) · - Internal Standard: N/A 2.5e6 2.0e6 1.5e6 2.0e6 1.0e6 8.0e5 0.0e0 Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation: y = -1916.84377 · x + -750.37033 · (r = -0.99951, · r² = -0.99902) · (weighting: -1 · / · x) · -
同料添加剂(板蓝根提取物)-5-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-50-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-100-₽ Sample Name = P 同料添加剂(板蓝根提取物)-10-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-10-₽ 同料添加剂(板蓝根提取物)-20-₽	1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽ 2.598e6₽ Area₽ 9.573e3₽ 2.094e4₽ 3.990e4₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10+ 同料添加剂(板蓝根 提取添加剂(板蓝根 提取添加剂(板蓝根 提取物)-50+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-100+ Sample Name+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-5+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-20+ 同料添加剂(板蓝根	1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽ 2.598e6₽ Area₽ 9.573e3₽ 2.094e4₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5→ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10→ 同料物)-20→ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-50→ 同料添加)-50→ 同料物)-100→ Sample·Name → 同料物)-100→ 短期添加)-5→ 同料物)-10→ 同料物)-10→ 短期添加剂(板蓝根 提取物)-10→ 短期添加剂(板蓝根 提取物)-20→ 同料物)-20→ 同料物)-20→ 同料物)-50→	1.481e5₽ 1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽ 2.598e6₽ 2.598e6₽ 2.094e4₽ 3.990e4₽ 9.859e4₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔ 50.00↔	Analyte Name: Furaltadone-1
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10+ 同料添加剂(板蓝根 提取添加剂(板蓝根 提取添加剂(板蓝根 提取物)-50+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-100+ Sample Name+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-5+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10+ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-20+ 同料添加剂(板蓝根	1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽ 2.598e6₽ Area₽ 9.573e3₽ 2.094e4₽ 3.990e4₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔	Analyte-Name: Furaltadone-1
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5→ 饲料物)-10→ 饲料物)-10→ 饲料物)-20→ 饲料物为一20→ 饲料物加剂(板蓝根提料物加剂)-50→ 饲提取添加剂(板蓝根提取物)-100→ 医ample·Name→ 饲料物)-100→ 医ample·Name→ 饲料物)-10→ 饲料物)-10→ 饲料物)-10→ 饲料物)-10→ 饲料物)-10→ 短期添加剂(板蓝根提取物)-10→ 短期添加剂(板蓝根提取物)-20→ 饲料物)-20→ 切料物)-50→	1.481e5₽ 1.481e5₽ 2.844e5₽ 5.944e5₽ 1.519e6₽ 2.598e6₽ 2.598e6₽ 2.094e4₽ 3.990e4₽ 9.859e4₽	0.50↔ 1.00↔ 2.00↔ 5.00↔ 10.00↔ 10.00↔ 20.00↔ 50.00↔	Analyte-Name: Furaltadone-1

	*.1		t _a
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
饲料添加剂(板蓝根	1.726e4₽	5.00₽	Regression-Equation:y = 3476.57877 x + 928.58614 (r-
提取物)-5₽			=-0.99931, r ² -=-0.99862)(weighting:-1-/-x)-/
饲料添加剂(板蓝根	3.805e4₽	10.00₽	Internal-Standard: N/A↔
提取物)-10₽			345
饲料添加剂(板蓝根	7.187e4₽	20.00₽	7 "
提取物)-20₽			g 2e5
饲料添加剂(板蓝根	1.679e5₽	50.00₽	
提取物)-50₽			1e5
饲料添加剂(板蓝根	3.527e5₽	100.00₽	0e0
提取物)-100₽			10 20 30 40 50 60 TO 80 90 Concentration
	*.1		*.1
Sample-Name₽	Area∉	Conc₽	Analyte Name: Nifurstylenate-1 ✓
oumpio munio.	Alcu.	COLLE	
饲料添加剂(板蓝根	6.070e4₽	5.00₽	Regression-Equation:y = 9643.18159 x + 16590.89615
	11100		Regression Equation:y = 9643.18159·x·+·16590.89615- (r·=·0.99940, r²·=·0.99879)··(weighting:·1·/·x)√
饲料添加剂(板蓝根	11100		Regression-Equation:y = 9643.18159 x + 16590.89615
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽	6.070e44 ²	5.00₽	Regression·Equation:y·=·9643.18159·x·+·16590.89615· (r·=·0.99940,·r²·=·0.99879)··(weighting:·1·/·x)ℯ/ Internal·Standard:·N/Aℯ/
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根	6.070e44 ²	5.00₽	Regression-Equation:y=9643.18159·x+·16590.89615· (r-=-0.99940, -r²-=-0.99879)·-(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽	6.070e44 ² 1.162e54 ²	5.00₽	Regression-Equation:y=-9643.18159·x+-16590.89615- (r-=-0.99940, -r²-=-0.99879)(weighting:-1-/-x)-/- Internal-Standard:-N/A-/-
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根饲料添加剂(板蓝根	6.070e44 ² 1.162e54 ²	5.00₽	Regression-Equation:y=9643.18159·x+·16590.89615· (r-=-0.99940, -r²-=-0.99879)·-(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
饲料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根 提取物)-20₽	6.070e4 1.162e5 2.220e5	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Regression-Equation:y=-9643.18159·x++16590.89615- (r-=-0.99940, -r²-=-0.99879)(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
饲料添加剂(板蓝根提取物)-5₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-10₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根提取物)-20₽ 饲料添加剂(板蓝根	6.070e4 1.162e5 2.220e5	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽	Regression-Equation:y=-9643.18159·x+-16590.89615·(r-=-0.99940, -r ² -=-0.99879)·-(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/
同料添加剂(板蓝根 提取物)-5₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-10₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-20₽ 同料添加剂(板蓝根 提取物)-50₽	6.070e4₽ 1.162e5₽ 2.220e5₽ 4.979e5₽	5.00₽ 10.00₽ 20.00₽ 50.00₽	Regression-Equation:y=-9643.18159·x+-16590.89615·(r-=-0.99940, -r²-=-0.99879)··(weighting:-1-/-x)-/ Internal-Standard:-N/A-/

图 19 混合型混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物)基质标准曲线图

	*.1		*.1
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nitrofurazone-1 ✓
M-5₽	9.659e4₽	5.00₽	Regression Equation:y = 11948.68406 x + 4.01739e4 (r
M-10₽	1.615e5₽	10.00₽	= 0.99913, r2-=-0.99826) (weighting: 1 / x)
M-20₽	2.838e5₽	20.00₽	Internal·Standard:·N/A↩
M-50₽	6.660e5₽	50.00₽	1.2e6
M-100₽	1.204e6₽	100.00₽	1.0e6
با			8. 0a5 -
,			6. 0e5
			4,065
			2.0e5
			0. 0e0 ½ 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
Sample-Name@	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furazolidone-1⊷
M-5	3.895e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 6.76762e4·x·+·10349.72276·(r·
M-10₽	8.317e4	1.00₽	=-0.99800, -r ² -=-0.99600)(weighting:-1./-x)-/
M-10₽ M-20₽			Internal-Standard: N/A
	1.557e543	2.00₽	internal Standard. TV/AF
M-50₽	3.618e5₽	5.00₽	665
M-100₽	6.641e5₽	10.00₽	5e5 -
Ų			465
			₹ 3e5-
			2e5
			1e5
			000
			1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
	*.1		
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifurpirinol-1√
M-5₽	4.385e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.00462e5 x +3134.66751 (r-
M-10₽	9.927e4₽	1.00₽	=-0.99960, -r ² -=-0.99919) - (weighting: 1-/-x)-
M-20₽	2.074e5₽	2.00₽	Internal-Standard: N/A√
M-50₽	5.050e5₽	5.00₽	
M-100₽	9.874e5₽	10.00₽	Be5 -
Ų		•	665
			< 4e5
			2e5
			0e0
			1 2 3 4 5 6 7 8 9
	*a		Concentration
Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Nifuroxazide-1∉
M-5₽	2.432e543	0.50₽	Regression Equation:y = 4.74055e5 x + 12594.41850 (r
M-10₽	4.890e5₽	1.00₽	= ·0.99992, ·r²·= ·0.99984) ·· (weighting: ·1 ·/·x)↔
M-20₽	9.847e5₽	2.00₽	Internal-Standard:-N/A-/
M-50₽	2.388e6₽	5.00₽	
M-100₽	4.728e6₽	10.00₽	4e6
141-1004	4.72060*	10.00	⊢ ,,,
←			3-6
			¥ 2e6
			146
			190
			0e0 1 2 3 4 6 6 7 8 9
			Concentration
			TI CONTRACTOR OF THE CONTRACTO

Sample Name		*.1		-,
M-5c 2.608e5c 5.00c N-100c 5.494e5c 10.00c N-20c 9.754e5c 20.00c N-50c 2.665e6c 50.00c N-100c 4.787e6c 100.00c N-100c 4.787e6c 100.00c N-100c 1.470e5c 10.00c N-100c 1.470e5c 10.00c N-100c 1.296e6c 100.00c N-100c 1.716e5c 1.00c N-100c 1.716	Sample-Name₽		Conc₽	Analyte-Name: Nifursol-1⊌
M-10				
M-20				
M-50				
M-100 M-20				
Sample Name Area Conc N-5 So So So So So So So S				4e6
Sample Name Area Conc	- IVI-100+	4.70760	100.00	— ₃₁₆
Sample Name Area Conc M-5 10.00 M-100 1.29666 100.00 M-100 1.71665 1.000				i 300
Sample Name Area Conc				₹ 2e6-
Sample Name Area Conc				1e6
Sample Name Area Conc M-5 8.091e4 5.00 M-10 1.470e5 70.00 M-20 2.600e5 20.00 M-100 1.296e6 100.00 M-100 1.296e6 100.00 M-10 1.716e5 1.00 M-20 3.531e5 2.00 M-20 3.531e5 2.00 M-20 3.531e5 5.00 M-100 1.700e6 10.00 M-20 3.531e5 5.00 M-100 1.700e6 10.00 M-20 3.531e5 5.00 M-100 1.700e6 10.00 M-50 8.313e5 5.00 M-100 1.700e6 10.00 M-100 1.700e				" are
Sample Name				0e0 L 10 20 30 40 50 60 TO 80 90
M-50 Sample Name Area Conc M-50 M-70 1.766 10.00 M-50 6.642 5.00 M-100 1.296 6.642 5.00 M-100 1.296 6.642 6.664 M-100 1.766 6.664 M-50 7.447 6.50 M-50 3.531 5.00 M-50 8.313 5.00 M-50 8.313 5.00 M-100 1.700 1.700 M-50 9.688 5.00 M-100 1.700 1.700 M-100 1.700 1.700 M-50 9.688 5.00 M-100 1.700 1.700 M-50 9.688 5.00 M-100 1.700 1.700 M-50 9.246 1.00 M-50 9.				Concentration
M-50 Sample Name Area Conc M-50 M-70 1.766 10.00 M-50 6.642 5.00 M-100 1.296 6.642 5.00 M-100 1.296 6.642 6.664 M-100 1.766 6.664 M-50 7.447 6.50 M-50 3.531 5.00 M-50 8.313 5.00 M-50 8.313 5.00 M-100 1.700 1.700 M-50 9.688 5.00 M-100 1.700 1.700 M-100 1.700 1.700 M-50 9.688 5.00 M-100 1.700 1.700 M-50 9.688 5.00 M-100 1.700 1.700 M-50 9.246 1.00 M-50 9.	Camala Nama 1		C	A maketa Namana Nikawain da
M-10\$\to\$ 1.470e5\$\to\$ 10.00\$\to\$ (r = 0.99975, r^2 = 0.99951) - (weighting: 1-1/x)\$\to\$				
M-20				Regression Equation.y12793.90901-x-+10190.00010
M-50				
M-100 1.296e6 100.00 1.06e				
Sample:Name				1, 2e6
Sample-Name Area Conc M-5 7.447e4 0.50 M-10 1.716e5 1.00 M-50 3.531e5 2.00 M-100 M-100 1.700e6 M-100	M-100₽	1.296e6₽	100.00₽	1.0e6
Sample Name Area Conc	41			8. 0e5 -
Sample-Name Area Conc N-5 7,447e4 0.50				¥ 6.0e5
Sample Name				4.005
N-5\(\omega\)				2.0e5
Sample Name				0.000
Sample Name				
M-5\(\phi\) 7.447e4\(\phi\) 0.50\(\phi\) Regression Equation:\(y = 1.70585e5 \times x + -5154.18413 \) (n M-20\(\phi\) 3.531e5\(\phi\) 2.00\(\phi\) M-100\(\phi\) 1.700e6\(\phi\) 1.700e6\(\phi\) 1.000\(\phi\) 1.000		*.1		*.1
M-10\$\psi\$ 1.716e5\$\psi\$ 2.00\$\psi\$ Internal Standard: N/A\$\psi\$ N/	Sample-Name₽	Area₽	Conc₽	Analyte Name: Furaltadone-1√
M-20\$\(\phi\) 8.313e5\$\(\phi\) 5.00\$\(\phi\) 1.700e6\$\(\phi\) 10.00\$\(\phi\) 1.066\$\(\phi\) 1	M-54 ³	7.447e4₽	0.50₽	Regression Equation:y = 1.70585e5 x +-5154.18413 (r-
M-50φ 8.313e5φ 5.00φ M-100φ 1.700e6φ 10.00φ Sample-Nameφ Areaφ Concφ M-5φ 9.688e3φ 5.00φ Regression-Equation:y=1876.20727 x++954.88407 (r-9.99952, r²=0.99903) - (weighting: 1-f-x)φ M-10φ 2.110e4φ 10.00φ 1.566 M-20φ 3.902e4φ 20.00φ 1.565 M-50φ 9.246e4φ 50.00φ M-100φ 1.896e5φ 100.00φ	M-10₽	1.716e5₽	1.00₽	
M-100e3 1.700e6e3 10.00e3 1.0e6 1.	M-20₽	3.531e5₽	2.00₽	Internal·Standard:·N/A↩
M-10042 1.700e643 10.0042	M-50₽	8.313e5₽	5.00₽	
Sample·Name₽ Area₽ Conc₽ M-5₽ 9.688e3₽ 5.00₽ M-10₽ 2.110e4₽ 10.00₽ M-20₽ 3.902e4₽ 20.00₽ M-50₽ 9.246e4₽ 50.00₽ M-100₽ 1.896e5₽ 100.00₽ 1.565 1.00€	M-100₽	1.700e6₽	10.00₽	1.565
Sample·Name₽ Area₽ Conc₽ M-5₽ 9.688e3₽ 5.00₽ M-10₽ 2.110e4₽ 10.00₽ M-20₽ 3.902e4₽ 20.00₽ M-50₽ 9.246e4₽ 50.00₽ M-100₽ 1.896e5₽ 100.00₽ 1.565 1.00€	L.			104
Sample-Name Area Conc				E 1.000
Sample-Name Area Conc				5.045
Sample Name				***************************************
Sample Name				0.000
Sample Name Area Conc Analyte Name: Nifuroxime-1 M-5 9.688e3 5.00 Regression Equation: y = ·1876.20727·x·+·954.88407·(r·				1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name Area Conc Analyte Name: Nifuroxime-1 M-5 9.688e3 5.00 Regression Equation: y = ·1876.20727 · x · + ·954.88407 · (r · · · 0.99952, · r² · = · 0.99952, · r² · = · 0.99903) · · (weighting: ·1 · / · x) M-20 3.902e4 20.00 Internal Standard: ·N/A M-50 9.246e4 50.00 M-100 1.896e5 100.00				Concentration
M-5√2 9.688e3√2 5.00√2 Regression Equation: y = ·1876.20727·x·+·954.88407·(r·-1.0.99952, ·r²·-0.99952, ·r²·-0.99903)··(weighting: ·1·/·x)√2 M-20√2 3.902e4√2 20.00√2 Internal Standard: ·N/A√2 M-50√2 9.246e4√2 50.00√2 1.565√2 M-100√2 1.896e5√2 100.00√2 1.565√2	Sample-Name@		Conce	Analyte Name: Nifuroxime-1
M-10-₽ 2.110e4-₽ 10.00-₽ =-0.99952, -r²-=-0.99903)(weighting: 1-/-x)-₽ Internal-Standard: -N/A-₽ Internal-Standard: -N/A-P Internal-Standard: -N				
M-20-₽ 3.902e4-₽ 20.00-₽ Internal Standard: N/A-₽ 9.246e4-₽ 50.00-₽ 1.595 1.095 1.595 1.0				
M-504 ³ 9.246e44 ³ 50.004 ³ 1.896e54 ³ 100.004 ³ 1.5e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90				
M-1004 ³ 1.896e54 ³ 100.004 ³ 1.5e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90				
1.005 5.004 0.000 10 20 30 40 50 60 70 80 90				1.545
5. 0e4 - 0. 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90	INI-100+	1.03063	100.00*	- """]
5. 0e4 - 0. 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90	-			g 1.0e5
0.000				*
10 20 30 40 50 60 TO 80 90				5. 0e4
10 20 30 40 50 60 TO 80 90				
Concentration				0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
				Concentration

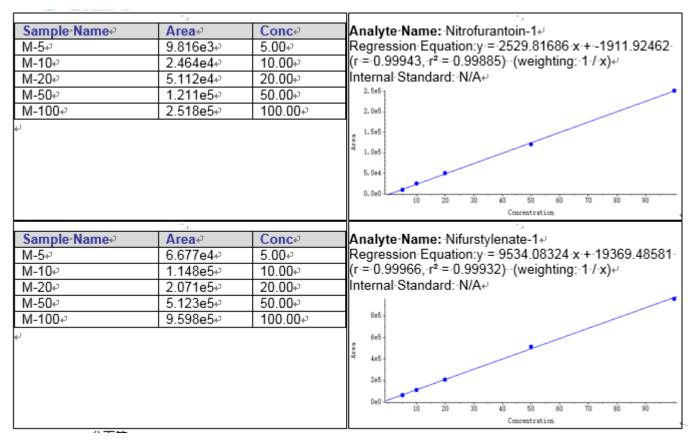


图 20 混合型饲料添加剂 (酶)基质标准曲线图

由图 12~20 可知, 10 种硝基呋喃类化合物在 0.5/5.0 ng/mL ~ 10.0/100 ng/mL 浓度范围内线性良好,相关系数 R 均可达到 0.99。实际应用过程中,各检测化合物在不同品牌和型号的质谱仪存在响应差异。因此,在实际样品测定中,可根据样品浓度或各化合物响应程度选择不同的线性范围对其进行准确定量,或将样品进行适当稀释后进样。

2.1.3.11 检测限和定量限

为确定检测限、定量限水平,对不同基质样品进行加标回收试验。对各基质分别以添加水平0.005 mg/kg和0.05 mg/kg进行加标试验。各基质空白样品、加标水平0.005 mg/kg、加标水平0.05 mg/kg质谱图见图21~图38。各基质低浓度水平加标回收试验结果见表9~表17。按定性方法确定的条件:① 试剂空白和样品空白不能出现与阳性对照相同的离子峰:② 特征离子色谱峰信噪比(S/N)都在3:1以上:③ 试样色谱峰保留

时间应与标准溶液的一致,容许偏差为±2.5%; ④ 检测到的离子丰度比应与标准溶液的一致,容许偏差达到欧盟2002/657/EC中的规定。确定饲料中10种硝基呋喃类化合物的定性限。定量限在此基础上进一步考察特征离子色谱峰信噪比(S/N)都在10:1以上的原则加以确定。最终将呋喃西林、硝呋索尔、硝呋烯腙、硝呋醛肟、呋喃妥因、呋喃苯烯酸钠的检出限定为0.02 mg/kg,定量限定为0.05 mg/kg;呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、呋喃它酮的检出限定为0.002 mg/kg,定量限定为0.005 mg/kg。

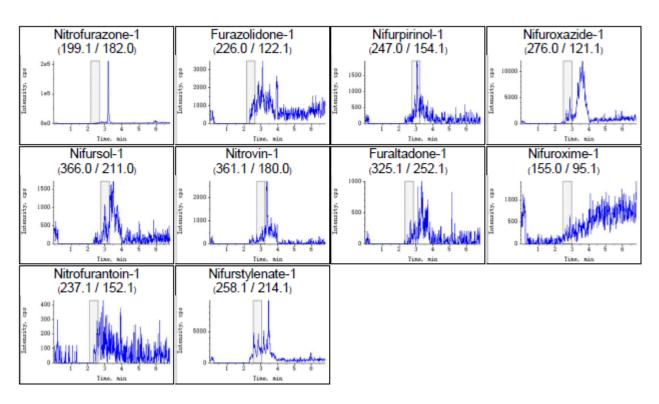


图 21 牛精料补充料空白样品色谱图

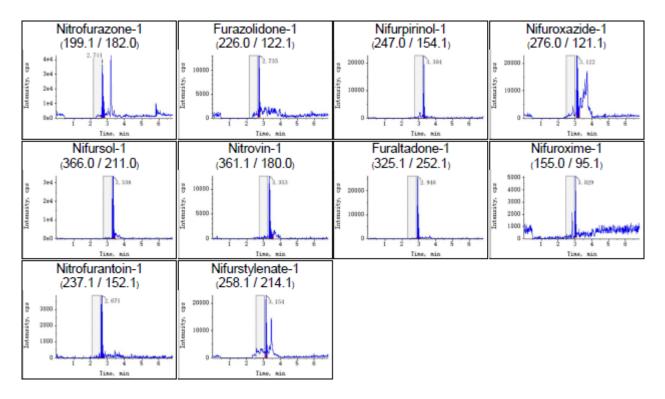


图 22 牛精料补充料样品定量限水平加标色谱图

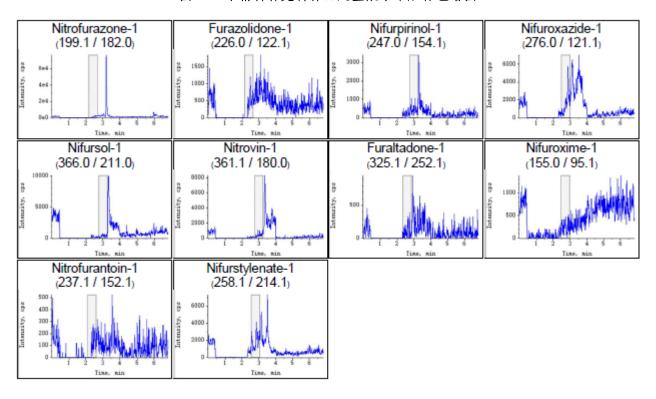


图 23 鸡预混料空白样品色谱图

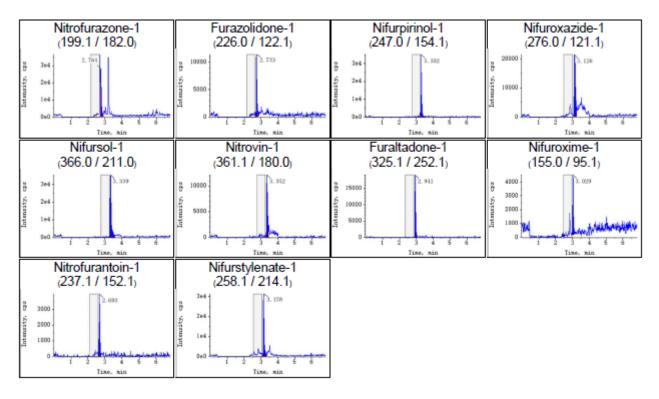


图 24 鸡预混料样品定量限水平加标色谱图

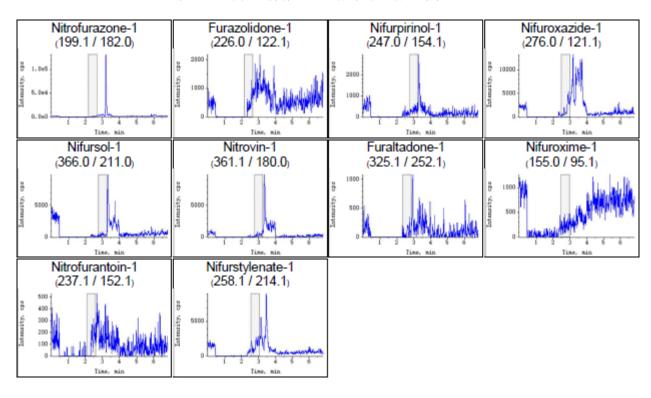


图 25 猪预混料空白样品质谱图

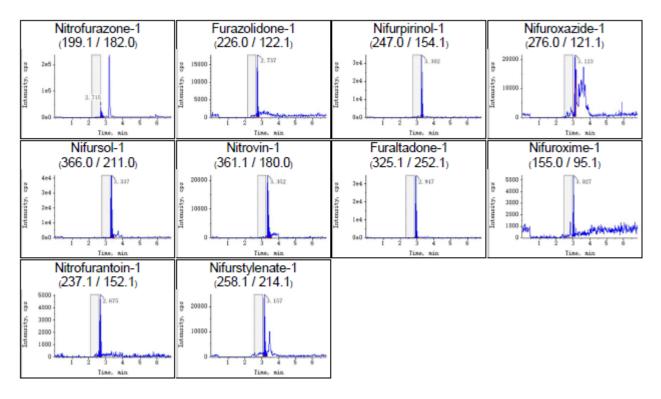


图 26 猪预混料样品定量限水平加标色谱图

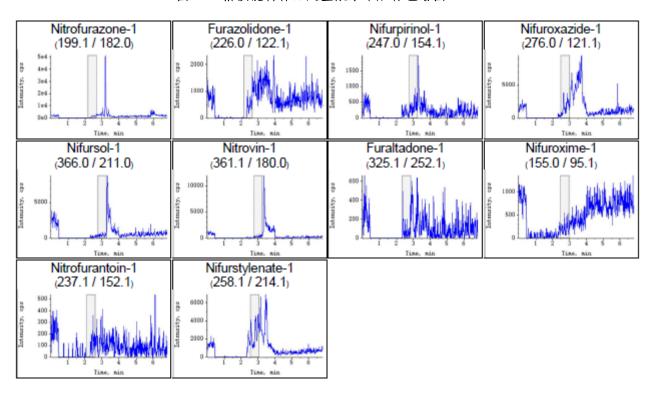


图 27 鸡配合料空白样品质谱图

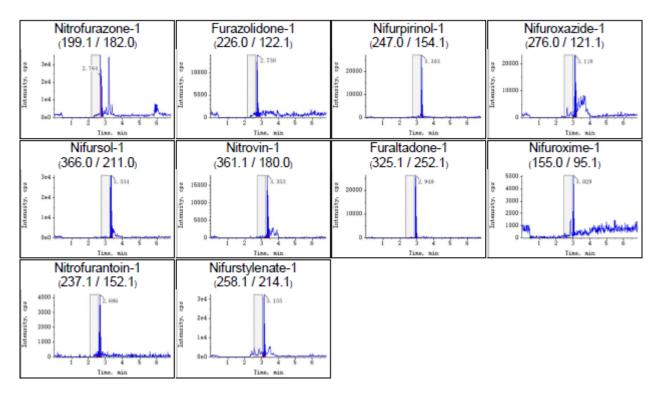


图 28 鸡配合料定量限水平加标色谱图

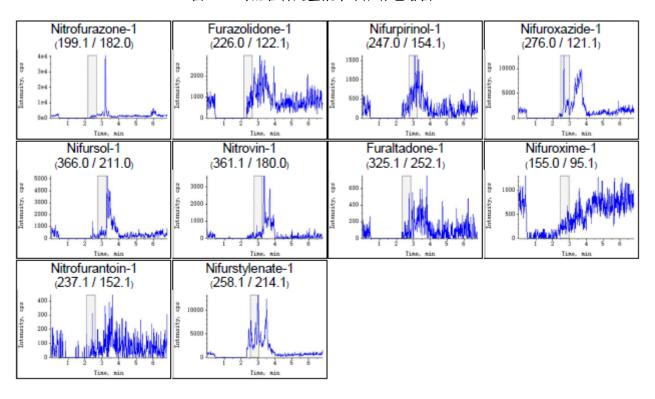


图 29 猪配合料空白样品质谱图

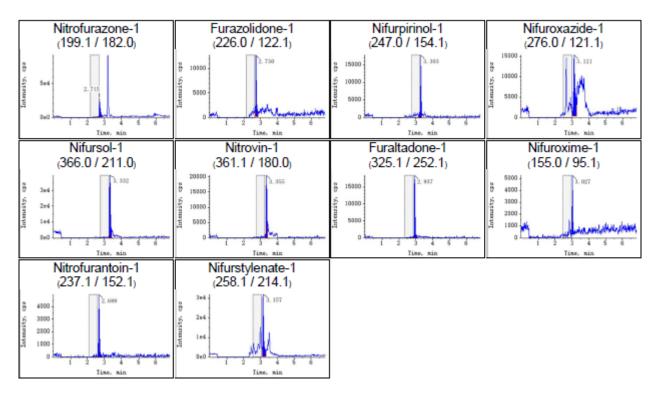


图 30 猪配合料定量限水平加标色谱图

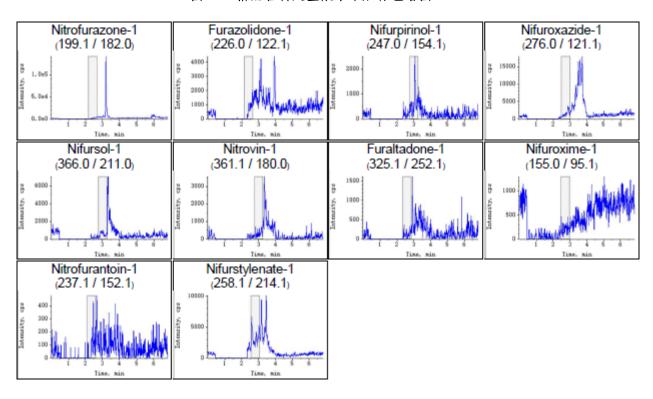


图 31 猪浓缩料空白样品质谱图

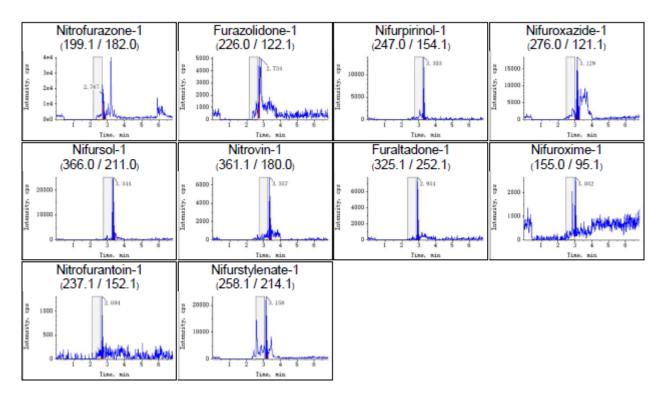


图 32 猪浓缩料定量限水平加标色谱图

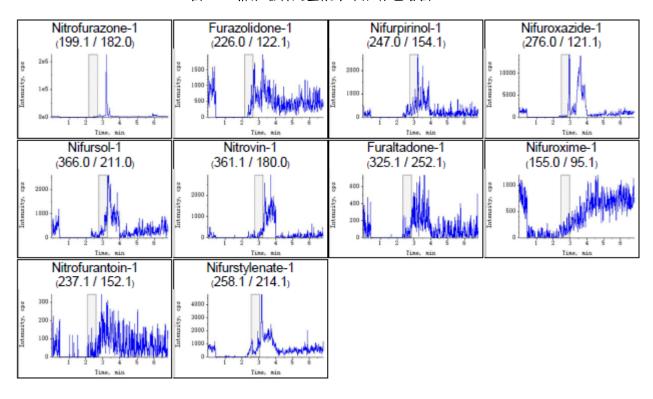


图 33 混合型饲料添加剂 (酶)样品空白色谱图

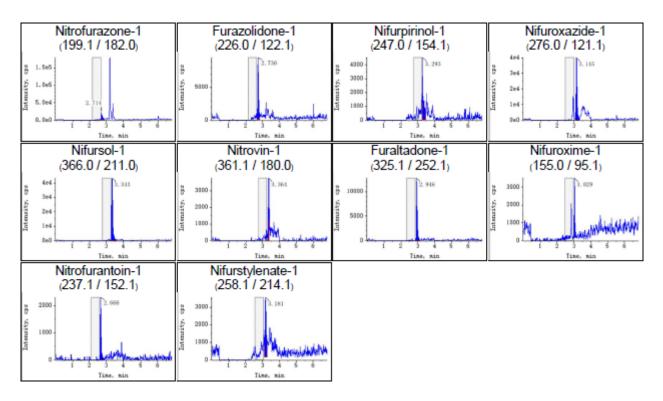


图 34 混合型饲料添加剂 (酶) 样品定量限水平加标色谱图

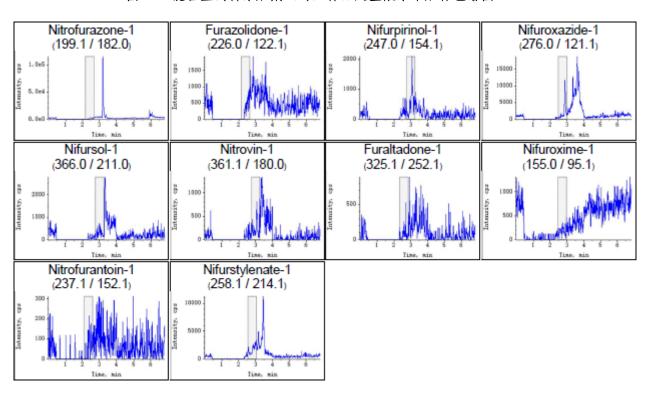


图 35 鸡浓缩料样品空白色谱图

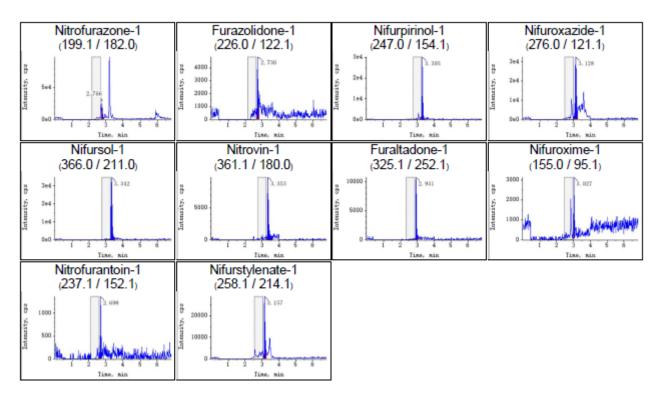


图 36 鸡浓缩料样品定量限水平加标色谱图

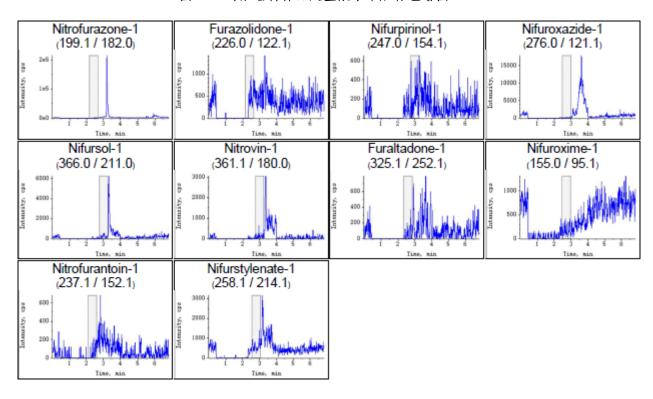


图 37 混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物) 空白样品色谱图

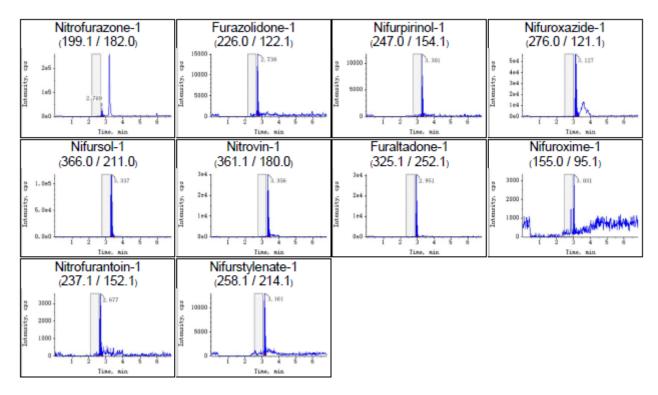


图 38 混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物) 样品定量限水平加标色谱图 表 9 猪浓缩料中低含量水平加标回收结果 (n=7)

	添加水平		检测结果(mg/kg)								
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)	
呋喃西林	0.05	0.0352	0.0363	0.0320	0.0347	0.0337	0.0405	0.0339	70.4	7.66	
呋喃唑酮	0.05	0.0422	0.0480	0.0469	0.0489	0.0482	0.0481	0.0461	93.8	4.88	
硝呋吡醇	0.005	0.00469	0.00481	0.00466	0.00467	0.00460	0.00497	0.00448	93.9	3.33	
硝呋齐特	0.005	0.00452	0.00437	0.00424	0.00455	0.00467	0.00449	0.00431	89.0	3.36	
硝呋索尔	0.05	0.0437	0.0429	0.0431	0.0395	0.0390	0.0385	0.0421	82.5	5.31	
硝呋烯腙	0.05	0.0521	0.0532	0.0504	0.0515	0.0543	0.0523	0.0509	104.2	2.60	
呋喃它酮	0.005	0.00521	0.00484	0.00501	0.00548	0.00453	0.00469	0.00461	98.2	7.04	
硝呋醛肟	0.05	0.0439	0.0491	0.0513	0.0493	0.0590	0.0564	0.0518	103.1	9.67	
呋喃妥因	0.005	0.00429	0.00506	0.00499	0.00477	0.00529	0.00488	0.00506	98.1	6.45	
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0521	0.0484	0.0501	0.0548	0.0453	0.0469	0.0481	98.8	6.56	

表 10 猪预混料中低含量水平加标回收结果 (n=7)

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0331	0.0309	0.0316	0.0307	0.0280	0.0295	0.0303	61.1	5.22
呋喃唑酮	0.05	0.0468	0.0447	0.0461	0.0436	0.0470	0.0459	0.0425	90.5	3.78
硝呋吡醇	0.005	0.00503	0.00446	0.00466	0.00471	0.00476	0.00447	0.00408	91.9	6.49

硝呋齐特	0.005	0.00445	0.00463	0.00400	0.00407	0.00417	0.00428	0.00481	86.9	6.90
硝呋索尔	0.05	0.0417	0.0374	0.0391	0.0412	0.0386	0.0397	0.0404	79.5	3.81
硝呋烯腙	0.05	0.0480	0.0489	0.0467	0.0425	0.0488	0.0430	0.0421	91.4	6.71
呋喃它酮	0.005	0.00442	0.00474	0.00458	0.00452	0.00466	0.00477	0.00436	91.6	3.38
硝呋醛肟	0.05	0.0487	0.0474	0.0498	0.0544	0.0465	0.0439	0.0502	97.4	6.78
呋喃妥因	0.005	0.00552	0.00539	0.00520	0.00439	0.00480	0.00466	0.00501	99.9	8.13
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0442	0.0474	0.0458	0.0452	0.0466	0.0477	0.0477	92.8	2.89

表 11 猪配合料低含量水平加标回收结果 (n=7)

	添加水平	检测结果(mg/kg)								
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0351	0.0347	0.0345	0.0330	0.0377	0.0354	0.0333	69.6	4.49
呋喃唑酮	0.05	0.0504	0.0506	0.0465	0.0479	0.0442	0.0468	0.0431	94.2	6.10
硝呋吡醇	0.005	0.00487	0.00496	0.00451	0.00478	0.00490	0.00482	0.00411	94.2	6.37
硝呋齐特	0.005	0.00461	0.00447	0.00480	0.00444	0.00423	0.00448	0.00482	91.0	4.65
硝呋索尔	0.05	0.0459	0.0421	0.0421	0.0478	0.0425	0.0447	0.0432	88.1	4.96
硝呋烯腙	0.05	0.0456	0.0498	0.0545	0.0461	0.0530	0.0469	0.0484	98.4	7.02
呋喃它酮	0.005	0.00484	0.00498	0.00474	0.00515	0.00530	0.00507	0.00504	100.3	3.74
硝呋醛肟	0.05	0.0485	0.0456	0.0486	0.0484	0.0459	0.0430	0.0511	94.6	5.60
呋喃妥因	0.005	0.00532	0.00438	0.00485	0.00475	0.00482	0.00489	0.00505	97.3	5.92
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0484	0.0498	0.0474	0.0515	0.0530	0.0507	0.0475	99.5	4.26

表 12 鸡预混料中低含量加标回收结果 (n=7)

	添加水平		检测结果 (mg/kg)									
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)		
呋喃西林	0.05	0.0369	0.0408	0.0394	0.0347	0.0401	0.0335	0.0367	74.9	7.39		
呋喃唑酮	0.05	0.0421	0.0421	0.0442	0.0434	0.0424	0.0366	0.0466	85.0	7.15		
硝呋吡醇	0.005	0.00455	0.00432	0.00448	0.00448	0.00442	0.00446	0.00492	90.4	4.19		
硝呋齐特	0.005	0.00420	0.00396	0.00399	0.00415	0.00380	0.00410	0.00449	82.0	5.34		
硝呋索尔	0.05	0.0375	0.0330	0.0333	0.0347	0.0356	0.0354	0.0372	70.5	4.95		
硝呋烯腙	0.05	0.0347	0.0309	0.0341	0.0349	0.0349	0.0338	0.0366	68.5	5.04		
呋喃它酮	0.005	0.00440	0.00445	0.00458	0.00439	0.00435	0.00457	0.00459	89.5	2.30		
硝呋醛肟	0.05	0.0517	0.0496	0.0505	0.0456	0.0505	0.0450	0.0491	97.7	5.24		
呋喃妥因	0.005	0.00511	0.00449	0.00470	0.00481	0.00485	0.00456	0.00489	95.4	4.42		
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0440	0.0445	0.0458	0.0439	0.0435	0.0457	0.0471	89.8	2.91		

表 13 鸡浓缩料低含量加标回收结果 (n=7)

	添加水平		检测结果 (mg/kg)									
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)		
呋喃西林	0.05	0.0340	0.0354	0.0329	0.0366	0.0334	0.0310	0.0387	69.1	7.37		
呋喃唑酮	0.05	0.0444	0.0447	0.0409	0.0459	0.0469	0.0428	0.0471	89.4	5.02		
硝呋吡醇	0.005	0.00456	0.00467	0.00460	0.00461	0.00474	0.00468	0.00481	93.3	1.86		
硝呋齐特	0.005	0.00414	0.00440	0.00435	0.00391	0.00417	0.00397	0.00406	82.8	4.44		
硝呋索尔	0.05	0.0393	0.0411	0.0406	0.0352	0.0366	0.0368	0.0385	76.6	5.74		
硝呋烯腙	0.05	0.0519	0.0504	0.0485	0.0473	0.0500	0.0457	0.0489	97.9	4.23		
呋喃它酮	0.005	0.00447	0.00456	0.00473	0.00454	0.00460	0.00468	0.00461	92.0	1.94		
硝呋醛肟	0.05	0.0479	0.0479	0.0465	0.0531	0.0435	0.0515	0.0556	98.9	8.41		
呋喃妥因	0.005	0.00503	0.00524	0.00455	0.00448	0.00487	0.00485	0.00459	96.0	5.75		
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0447	0.0456	0.0473	0.0454	0.0460	0.0468	0.0491	92.9	3.21		

表 14 鸡配合料中低含量加标回收结果 (n=7)

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0351	0.0386	0.0386	0.0353	0.0346	0.0349	0.0416	73.9	7.27
呋喃唑酮	0.05	0.0431	0.0454	0.0430	0.0466	0.0428	0.0422	0.0496	89.4	6.05
硝呋吡醇	0.005	0.00473	0.00454	0.00458	0.00445	0.00441	0.00457	0.00488	91.9	3.52
硝呋齐特	0.005	0.00435	0.00398	0.00388	0.00392	0.00409	0.00417	0.00424	81.8	4.29
硝呋索尔	0.05	0.0387	0.0367	0.0369	0.0326	0.0331	0.0331	0.0339	70.0	6.87
硝呋烯腙	0.05	0.0361	0.0345	0.0393	0.0372	0.0396	0.0369	0.0376	74.7	4.73
呋喃它酮	0.005	0.00463	0.00423	0.00430	0.00463	0.00456	0.00473	0.00507	91.9	6.09
硝呋醛肟	0.05	0.0464	0.0486	0.0458	0.0470	0.0440	0.0468	0.0494	93.7	3.77
呋喃妥因	0.005	0.00466	0.00441	0.00473	0.00462	0.00439	0.00449	0.00492	92.1	4.16
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0463	0.0423	0.0430	0.0463	0.0456	0.0473	0.0475	91.0	4.53

表 15 牛精料补充料中低含量加标回收结果 (n=7)

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0365	0.0358	0.0335	0.0350	0.0396	0.0370	0.0417	74.0	7.60
呋喃唑酮	0.05	0.0423	0.0401	0.0449	0.0441	0.0427	0.0432	0.0481	87.2	5.74
硝呋吡醇	0.005	0.00466	0.00459	0.00483	0.00472	0.00462	0.00474	0.00502	94.8	3.13
硝呋齐特	0.005	0.00430	0.00437	0.00423	0.00420	0.00374	0.00397	0.00428	83.1	5.37

硝呋索尔	0.05	0.0391	0.0407	0.0388	0.0391	0.0382	0.0382	0.0394	78.1	2.22
硝呋烯腙	0.05	0.0472	0.0392	0.0379	0.0349	0.0390	0.0371	0.0364	77.6	10.32
呋喃它酮	0.005	0.00463	0.00427	0.00440	0.00435	0.00464	0.00442	0.00442	88.9	3.12
硝呋醛肟	0.05	0.0407	0.0438	0.0438	0.0435	0.0423	0.0447	0.0450	86.8	3.34
呋喃妥因	0.005	0.00480	0.00483	0.00488	0.00497	0.00481	0.00471	0.00531	98.0	3.98
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0463	0.0427	0.0440	0.0435	0.0464	0.0442	0.0460	89.5	3.34

表 16 混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物) 中低含量水平加标回收结果 (n=7)

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0410	0.0402	0.0349	0.0352	0.0356	0.0324	0.0408	74.3	9.28
呋喃唑酮	0.05	0.0399	0.0432	0.0371	0.0423	0.0392	0.0400	0.0452	82.0	6.66
硝呋吡醇	0.005	0.00472	0.00453	0.00456	0.00494	0.00461	0.00453	0.00522	94.6	5.54
硝呋齐特	0.005	0.00434	0.00402	0.00422	0.00422	0.00440	0.00454	0.00447	86.3	4.08
硝呋索尔	0.05	0.0417	0.0380	0.0402	0.0387	0.0382	0.0395	0.0397	78.8	3.20
硝呋烯腙	0.05	0.0354	0.0380	0.0376	0.0312	0.0358	0.0305	0.0320	68.8	9.04
呋喃它酮	0.005	0.00432	0.00439	0.00446	0.00432	0.00425	0.00407	0.00439	86.3	2.96
硝呋醛肟	0.05	0.0396	0.0433	0.0408	0.0399	0.0427	0.0452	0.0423	84.0	4.81
呋喃妥因	0.005	0.00426	0.00405	0.00407	0.00391	0.00459	0.00421	0.00409	83.4	5.18
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0432	0.0439	0.0446	0.0432	0.0425	0.0407	0.0441	86.3	3.01

表 17 混合型饲料添加剂 (酶) 中低含量水平加标回收结果 (n=7)

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0323	0.0282	0.0300	0.0370	0.0338	0.0321	0.0325	64.6	8.65
呋喃唑酮	0.05	0.0443	0.0471	0.0421	0.0438	0.0441	0.0412	0.0445	87.7	4.27
硝呋吡醇	0.005	0.00504	0.00470	0.00480	0.00477	0.00470	0.00455	0.00451	94.5	3.75
硝呋齐特	0.005	0.00432	0.00418	0.00412	0.00415	0.00417	0.00418	0.00422	83.8	1.60
硝呋索尔	0.05	0.0450	0.0455	0.0413	0.0438	0.0412	0.0406	0.0415	85.4	4.68
硝呋烯腙	0.05	0.0421	0.0344	0.0347	0.0313	0.0344	0.0295	0.0301	67.6	12.54
呋喃它酮	0.005	0.00497	0.00468	0.00470	0.00436	0.00485	0.00490	0.00488	95.2	4.30
硝呋醛肟	0.05	0.0411	0.0406	0.0403	0.0399	0.0473	0.0424	0.0501	86.2	9.26
呋喃妥因	0.005	0.00458	0.00442	0.00410	0.00451	0.00489	0.00445	0.00521	91.9	7.80
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0497	0.0468	0.0470	0.0436	0.0485	0.0490	0.0494	95.4	4.43

2.1.3.12 方法的批内精密度

由于未能找到含有 10 种硝基呋喃类化合物的阳性样品,故在饲料基质中,添加不同水平标准品,采用加标回收的方式进行平行测定。各基质中添加水平在定量限、5 倍定量限和 100 倍定量限进行,计算添加水平测定结果的相对标准偏差 (RSD),各基质中各化合物在各水平的测定结果的相对标准偏差均小于 15%,批内精密度,可满足残留分析要求。详见表 18~表 26。

表 18 猪浓缩料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0352	0.0363	0.0320	0.0347	0.0337	0.0405	0.0339	70.4	7.66
呋喃西林	0.25	0.267	0.254	0.250	0.263	0.252	0.243	0.251	101.7	3.17
	5.00	4.76	4.73	4.59	4.72	4.71	5.52	4.89	96.9	6.39
	0.05	0.0422	0.0480	0.0469	0.0489	0.0482	0.0481	0.0461	93.8	4.88
呋喃唑酮	0.25	0.246	0.235	0.234	0.251	0.233	0.239	0.254	96.7	3.59
	5.00	4.75	4.70	4.68	4.63	4.40	4.94	4.69	93.7	3.46
	0.005	0.00469	0.00481	0.00466	0.00467	0.00460	0.00497	0.00448	93.9	3.33
硝呋吡醇	0.025	0.0245	0.0243	0.0233	0.0248	0.0236	0.0250	0.0236	96.7	2.69
	0.5	0.468	0.487	0.495	0.459	0.505	0.510	0.491	97.6	3.80
	0.005	0.00452	0.00437	0.00424	0.00455	0.00467	0.00449	0.00431	89.0	3.36
硝呋齐特	0.025	0.0246	0.0245	0.0237	0.0240	0.0237	0.0249	0.0236	96.6	2.15
	0.5	0.458	0.481	0.464	0.463	0.467	0.518	0.507	95.9	4.97
	0.05	0.0437	0.0429	0.0431	0.0395	0.0390	0.0385	0.0421	82.5	5.31
硝呋索尔	0.25	0.255	0.240	0.260	0.249	0.265	0.240	0.251	100.6	3.75
	5.00	4.76	5.18	5.10	5.08	5.05	5.31	5.01	101.4	3.33
	0.05	0.0521	0.0532	0.0504	0.0515	0.0543	0.0523	0.0509	104.2	2.60
硝呋烯腙	0.25	0.263	0.274	0.238	0.282	0.245	0.276	0.249	104.4	6.63
	5.00	5.05	5.11	5.09	5.48	5.12	5.62	5.34	105.2	4.22
	0.005	0.00521	0.00484	0.00501	0.00548	0.00453	0.00469	0.00461	98.2	7.04
呋喃它酮	0.0250	0.0238	0.0242	0.0225	0.0239	0.0225	0.024	0.0231	93.4	2.94
	0.5	0.445	0.463	0.490	0.461	0.449	0.462	0.463	92.4	3.14
	0.05	0.0439	0.0491	0.0513	0.0493	0.0590	0.0564	0.0518	103.1	9.67
硝呋醛肟	0.25	0.235	0.234	0.235	0.241	0.233	0.246	0.227	94.4	2.66
	5.00	4.60	4.44	4.70	4.57	4.54	4.85	4.78	92.8	3.11
呋喃妥因	0.005	0.00429	0.00506	0.00499	0.00477	0.00529	0.0049	0.00506	98.1	6.45

	0.0250	0.0235	0.0229	0.0232	0.0237	0.0241	0.0231	0.0219	92.8	3.01
	0.5	0.463	0.424	0.482	0.472	0.454	0.51	0.439	92.6	5.91
	0.05	0.0521	0.0484	0.0501	0.0548	0.0453	0.0469	0.0481	98.8	6.56
呋喃苯烯酸 钠	0.25	0.238	0.242	0.225	0.239	0.225	0.235	0.236	93.7	2.91
TYS	5.00	4.45	4.63	4.90	4.61	4.49	4.62	4.74	92.7	3.28

表 19 猪预混料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平			0309 0.0316 0.0307 0.0280 0.0295 0.0303 61.1 5.22 .235 0.232 0.230 0.244 0.224 0.245 94.6 3.54 4.40 4.62 4.86 4.85 4.38 4.45 91.7 4.40 0447 0.0461 0.0436 0.0470 0.0459 0.0425 90.5 3.78 .213 0.224 0.220 0.232 0.233 0.236 91.0 3.75 4.69 4.47 4.61 4.50 4.35 4.71 91.3 2.85 00446 0.00466 0.00471 0.00476 0.00447 0.00408 91.9 6.49 0226 0.0233 0.0244 0.0227 0.0236 0.0257 94.8 4.54 .466 0.480 0.495 0.495 0.473 0.499 96.6 2.73 .00463 0.00400 0.00407 0.00417 0.00428 0.00481 86.9 6.90									
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)			
	0.05	0.0331	0.0309	0.0316	0.0307	0.0280	0.0295	0.0303	61.1	5.22			
呋喃西林	0.25	0.246	0.235	0.232	0.230	0.244	0.224	0.245	94.6	3.54			
	5.00	4.55	4.40	4.62	4.86	4.85	4.38	4.45	91.7	4.40			
	0.05	0.0468	0.0447	0.0461	0.0436	0.0470	0.0459	0.0425	90.5	3.78			
呋喃唑酮	0.25	0.234	0.213	0.224	0.220	0.232	0.233	0.236	91.0	3.75			
	5.00	4.62	4.69	4.47	4.61	4.50	4.35	4.71	91.3	2.85			
	0.005	0.00503	0.00446	0.00466	0.00471	0.00476	0.00447	0.00408	91.9	6.49			
硝呋吡醇	0.025	0.0236	0.0226	0.0233	0.0244	0.0227	0.0236	0.0257	94.8	4.54			
	0.5	0.474	0.466	0.480	0.495	0.495	0.473	0.499	96.6	2.73			
	0.005	0.00445	0.00463	0.00400	0.00407	0.00417	0.00428	0.00481	86.9	6.90			
硝呋齐特	0.025	0.0227	0.0234	0.0225	0.0219	0.0248	0.0235	0.0226	92.2	4.14			
	0.5	0.465	0.464	0.460	0.465	0.462	0.472	0.532	94.8	5.43			
	0.05	0.0417	0.0374	0.0391	0.0412	0.0386	0.0397	0.0404	79.5	3.81			
硝呋索尔	0.25	0.245	0.245	0.250	0.250	0.299	0.276	0.281	105.5	8.11			
	5.00	5.46	5.29	4.96	5.27	5.10	4.97	4.68	102.1	5.11			
	0.05	0.0480	0.0489	0.0467	0.0425	0.0488	0.0430	0.0421	91.4	6.71			
硝呋烯腙	0.25	0.237	0.270	0.226	0.257	0.227	0.257	0.242	98.1	6.75			
	5.00	4.88	5.53	5.26	5.47	5.02	5.22	5.15	104.4	4.46			
	0.005	0.00442	0.00474	0.00458	0.00452	0.00466	0.00477	0.00436	91.6	3.38			
呋喃它酮	0.0250	0.0202	0.0214	0.0217	0.0209	0.0212	0.0223	0.0217	85.4	3.10			
	0.5	0.431	0.452	0.480	0.469	0.450	0.469	0.481	92.3	3.96			
	0.05	0.0487	0.0474	0.0498	0.0544	0.0465	0.0439	0.0502	97.4	6.78			
硝呋醛肟	0.25	0.238	0.210	0.215	0.225	0.212	0.212	0.228	88.0	4.71			
	5.00	4.31	4.48	4.78	4.65	4.72	4.54	4.67	91.8	3.53			
	0.005	0.00552	0.00539	0.00520	0.00439	0.00480	0.0047	0.00501	99.9	8.13			
呋喃妥因	0.0250	0.0231	0.0227	0.0232	0.0233	0.0239	0.0225	0.0212	91.4	3.74			
	0.5	0.457	0.471	0.481	0.471	0.472	0.49	0.432	93.6	4.06			
u+ n+ + .bx =4	0.05	0.0442	0.0474	0.0458	0.0452	0.0466	0.0477	0.0477	92.8	2.89			
呋喃苯烯酸 的 钠	0.25	0.202	0.214	0.217	0.209	0.212	0.223	0.232	86.3	4.49			
TY	5.00	4.31	4.52	4.80	4.69	4.50	4.69	4.73	92.1	3.70			

表 20 猪配合料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平			7 0.0345 0.0330 0.0377 0.0354 0.0333 69.6 4.44 8 0.276 0.270 0.260 0.256 0.257 104.0 4.19 4.74 4.43 4.69 4.71 4.72 94.4 3.54 6 0.0465 0.0479 0.0442 0.0468 0.0431 94.2 6.10 6 0.232 0.237 0.229 0.231 0.225 93.7 2.86 4.81 4.41 4.48 4.81 4.78 93.9 3.72 96 0.00451 0.00478 0.00490 0.00482 0.00411 94.2 6.3° 8 0.0242 0.0240 0.0239 0.0235 0.0262 97.3 3.6° 97 0.475 0.478 0.508 0.482 0.474 96.9 3.4° 97 0.00480 0.00444 0.00423 0.00448 0.00482 91.0 4.6° 97 0.476 0.471									
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)			
	0.05	0.0351	0.0347	0.0345	0.0330	0.0377	0.0354	0.0333	69.6	4.49			
呋喃西林	0.25	0.259	0.242	0.276	0.270	0.260	0.256	0.257	104.0	4.19			
	5.00	5.01	4.75	4.74	4.43	4.69	4.71	4.72	94.4	3.54			
	0.05	0.0504	0.0506	0.0465	0.0479	0.0442	0.0468	0.0431	94.2	6.10			
呋喃唑酮	0.25	0.243	0.241	0.232	0.237	0.229	0.231	0.225	93.7	2.86			
	5.00	4.75	4.83	4.81	4.41	4.48	4.81	4.78	93.9	3.72			
	0.005	0.00487	0.00496	0.00451	0.00478	0.00490	0.00482	0.00411	94.2	6.37			
硝呋吡醇	0.025	0.0247	0.0238	0.0242	0.0240	0.0239	0.0235	0.0262	97.3	3.69			
	0.5	0.508	0.467	0.475	0.478	0.508	0.482	0.474	96.9	3.44			
	0.005	0.00461	0.00447	0.00480	0.00444	0.00423	0.00448	0.00482	91.0	4.65			
硝呋齐特	0.025	0.0238	0.0234	0.0243	0.0238	0.0224	0.0233	0.0215	92.9	4.14			
	0.5	0.477	0.471	0.476	0.471	0.481	0.490	0.517	96.6	3.35			
	0.05	0.0459	0.0421	0.0421	0.0478	0.0425	0.0447	0.0432	88.1	4.96			
硝呋索尔	0.25	0.263	0.269	0.240	0.268	0.261	0.251	0.275	104.4	4.54			
	5.00	4.96	5.19	4.87	4.89	5.10	4.99	4.72	99.2	3.15			
	0.05	0.0456	0.0498	0.0545	0.0461	0.0530	0.0469	0.0484	98.4	7.02			
硝呋烯腙	0.25	0.225	0.274	0.227	0.247	0.226	0.244	0.235	96.0	7.31			
	5.00	5.54	5.08	5.48	5.50	5.38	5.06	5.22	106.4	3.83			
	0.005	0.00484	0.00498	0.00474	0.00515	0.00530	0.00507	0.00504	100.3	3.74			
呋喃它酮	0.0250	0.0237	0.0236	0.0245	0.0239	0.0233	0.0232	0.0222	94.0	3.05			
	0.5	0.460	0.485	0.473	0.465	0.457	0.484	0.488	94.6	2.69			
	0.05	0.0485	0.0456	0.0486	0.0484	0.0459	0.0430	0.0511	94.6	5.60			
硝呋醛肟	0.25	0.236	0.247	0.240	0.218	0.208	0.238	0.227	92.2	5.95			
	5.00	4.68	4.56	4.44	4.64	4.57	4.73	4.75	92.5	2.38			
	0.005	0.00532	0.00438	0.00485	0.00475	0.00482	0.0049	0.00505	97.3	5.92			
呋喃妥因	0.0250	0.0236	0.0242	0.0252	0.0240	0.0248	0.0231	0.0208	94.7	6.10			
	0.5	0.465	0.481	0.475	0.461	0.482	0.48	0.451	94.1	2.50			
比陆芒烃酚	0.05	0.0484	0.0498	0.0474	0.0515	0.0530	0.0507	0.0475	99.5	4.26			
呋喃苯烯酸 钠	0.25	0.237	0.236	0.245	0.239	0.233	0.232	0.225	94.1	2.67			
T/3	5.00	4.60	4.85	4.73	4.65	4.57	4.84	4.79	94.4	2.41			

表 21 鸡预混料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

化合物	添加水平	检测结果 (mg/kg)								
	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率 (%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0369	0.0408	0.0394	0.0347	0.0401	0.0335	0.0380	75.2	7.32
大闹四杯	0.25	0.228	0.230	0.240	0.219	0.220	0.242	0.233	92.1	3.85

	5.00	4.67	4.56	4.59	4.66	4.44	4.52	4.97	92.6	3.68
	0.05	0.0421	0.0421	0.0442	0.0434	0.0424	0.0366	0.0468	85.0	7.23
呋喃唑酮	0.25	0.211	0.236	0.204	0.231	0.212	0.227	0.246	89.5	6.78
	5.00	4.33	4.98	4.49	4.46	4.45	4.86	4.86	92.6	5.55
	0.005	0.00455	0.00432	0.00448	0.00448	0.00442	0.00446	0.00481	90.1	3.34
硝呋吡醇	0.025	0.0220	0.0216	0.0224	0.0231	0.0247	0.0225	0.0254	92.4	6.15
	0.5	0.480	0.507	0.492	0.457	0.497	0.452	0.497	96.6	4.37
	0.005	0.00420	0.00396	0.00399	0.00415	0.00380	0.00410	0.00456	82.2	5.85
硝呋齐特	0.025	0.0214	0.0227	0.0218	0.0225	0.0219	0.0233	0.0246	90.5	4.89
	0.5	0.478	0.465	0.425	0.459	0.434	0.471	0.495	92.1	5.29
	0.05	0.0375	0.0330	0.0333	0.0347	0.0356	0.0354	0.0357	70.1	4.41
硝呋索尔	0.25	0.225	0.231	0.220	0.229	0.240	0.239	0.244	93.0	3.66
	5.00	4.90	4.88	4.70	4.67	4.78	4.56	4.71	94.9	2.51
	0.05	0.0347	0.0309	0.0341	0.0349	0.0349	0.0338	0.0358	68.3	4.62
硝呋烯腙	0.25	0.224	0.220	0.224	0.213	0.254	0.251	0.235	92.6	6.73
	5.00	5.01	4.50	4.98	4.26	4.92	4.54	4.48	93.4	6.31
	0.005	0.00440	0.00445	0.00458	0.00439	0.00435	0.00457	0.00478	90.0	3.38
呋喃它酮	0.0250	0.0208	0.0225	0.0205	0.0226	0.0213	0.0210	0.0231	86.8	4.80
	0.5	0.431	0.467	0.475	0.483	0.467	0.463	0.489	93.6	4.05
	0.05	0.0517	0.0496	0.0505	0.0456	0.0505	0.0450	0.0500	98.0	5.30
硝呋醛肟	0.25	0.213	0.214	0.210	0.214	0.222	0.223	0.230	87.2	3.20
	5.00	4.42	4.52	4.89	4.31	4.95	4.57	4.73	92.5	5.16
	0.005	0.00511	0.00449	0.00470	0.00481	0.00485	0.00456	0.00517	96.2	5.36
呋喃妥因	0.0250	0.0215	0.0219	0.0221	0.0225	0.0221	0.0239	0.0243	90.4	4.63
	0.5	0.490	0.447	0.439	0.483	0.454	0.443	0.531	93.9	7.11
-	0.05	0.0440	0.0445	0.0458	0.0439	0.0435	0.0457	0.0442	89.0	2.02
呋喃苯烯酸 钠	0.25	0.208	0.225	0.205	0.226	0.213	0.210	0.235	87.0	5.17
T/3	5.00	4.31	4.67	4.75	4.83	4.67	4.63	4.95	93.8	4.30

表 22 鸡浓缩料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平	检测结果 (mg/kg)										
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)		
	0.05	0.0340	0.0354	0.0329	0.0366	0.0334	0.0310	0.0330	67.5	5.41		
呋喃西林	0.25	0.221	0.230	0.229	0.218	0.211	0.216	0.220	88.3	3.11		
	5.00	4.36	4.99	4.48	4.59	4.74	4.64	4.62	92.7	4.28		
	0.05	0.0444	0.0447	0.0409	0.0459	0.0469	0.0428	0.0462	89.1	4.72		
呋喃唑酮	0.25	0.214	0.236	0.234	0.228	0.222	0.226	0.232	91.0	3.29		
	5.00	4.68	4.68	4.51	4.47	4.44	4.66	4.69	91.8	2.42		
硝呋吡醇	0.005	0.00456	0.00467	0.00460	0.00461	0.00474	0.00468	0.00464	92.9	1.33		
明大机路	0.025	0.0231	0.0222	0.0231	0.0220	0.0217	0.0218	0.0231	89.7	2.83		

	0.5	0.455	0.450	0.452	0.485	0.488	0.476	0.510	94.7	4.73
	0.005	0.00414	0.00440	0.00435	0.00391	0.00417	0.00397	0.00394	82.5	4.81
硝呋齐特	0.025	0.0239	0.0214	0.0240	0.0222	0.0211	0.0213	0.0231	89.7	5.40
	0.5	0.438	0.451	0.474	0.454	0.482	0.450	0.472	92.0	3.49
	0.05	0.0393	0.0411	0.0406	0.0352	0.0366	0.0368	0.0386	76.6	5.74
硝呋索尔	0.25	0.238	0.236	0.236	0.247	0.244	0.228	0.248	95.8	2.99
	5.00	4.40	4.43	4.69	4.87	4.65	4.46	5.22	93.5	6.27
	0.05	0.0519	0.0504	0.0485	0.0473	0.0500	0.0457	0.0497	98.1	4.26
硝呋烯腙	0.25	0.203	0.240	0.211	0.234	0.220	0.227	0.251	90.7	7.45
	5.00	4.58	5.28	4.62	5.01	4.47	4.79	5.35	97.4	7.16
	0.005	0.00447	0.00456	0.00473	0.00454	0.00460	0.00468	0.00464	92.1	1.97
呋喃它酮	0.0250	0.0215	0.0213	0.0218	0.0224	0.0226	0.0226	0.0240	89.3	4.06
	0.5	0.479	0.466	0.451	0.452	0.461	0.443	0.495	92.8	3.87
	0.05	0.0479	0.0479	0.0465	0.0531	0.0435	0.0515	0.0548	98.7	8.07
硝呋醛肟	0.25	0.232	0.222	0.230	0.234	0.217	0.219	0.252	91.7	5.24
	5.00	4.52	4.84	4.42	4.50	4.40	4.94	4.60	92.0	4.61
	0.005	0.00503	0.00524	0.00455	0.00448	0.00487	0.00485	0.00474	96.5	5.43
呋喃妥因	0.0250	0.0237	0.0237	0.0240	0.0224	0.0238	0.0223	0.0242	93.8	3.25
	0.5	0.466	0.475	0.486	0.478	0.463	0.485	0.503	95.8	2.85
呋喃苯烯酸	0.05	0.0447	0.0456	0.0473	0.0454	0.0460	0.0468	0.0462	92.0	1.95
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	0.25	0.215	0.213	0.218	0.224	0.226	0.226	0.230	88.7	2.89
TYJ	5.00	4.79	4.66	4.51	4.52	4.61	4.43	4.87	92.6	3.45

表 23 鸡配合料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0351	0.0386	0.0386	0.0353	0.0346	0.0349	0.0318	71.1	6.70
呋喃西林	0.25	0.228	0.209	0.220	0.224	0.209	0.227	0.227	88.2	3.81
	5.00	4.62	4.31	4.61	5.06	4.43	4.71	5.09	93.8	6.30
	0.05	0.0431	0.0454	0.0430	0.0466	0.0428	0.0422	0.0469	88.6	4.42
呋喃唑酮	0.25	0.218	0.223	0.231	0.232	0.216	0.215	0.236	89.8	3.77
	5.00	4.32	5.06	4.81	5.10	4.79	4.39	5.36	96.6	7.78
	0.005	0.00473	0.00454	0.00458	0.00445	0.00441	0.00457	0.00448	90.7	2.37
硝呋吡醇	0.025	0.0242	0.0232	0.0229	0.0224	0.0216	0.0229	0.0234	91.8	3.59
	0.5	0.456	0.460	0.475	0.431	0.461	0.461	0.453	91.4	2.89
	0.005	0.00435	0.00398	0.00388	0.00392	0.00409	0.00417	0.00394	80.9	4.16
硝呋齐特	0.025	0.0216	0.0211	0.0228	0.0219	0.0222	0.0224	0.0228	88.5	2.91
	0.5	0.426	0.446	0.429	0.452	0.459	0.451	0.471	89.5	3.55
戏叶寿夕	0.05	0.0387	0.0367	0.0369	0.0326	0.0331	0.0331	0.0357	70.5	6.71
硝呋索尔	0.25	0.224	0.216	0.214	0.225	0.214	0.226	0.227	88.3	2.69

	5.00	4.54	4.69	4.66	4.76	4.93	4.76	5.10	95.6	3.84
	0.05	0.0361	0.0345	0.0393	0.0372	0.0396	0.0369	0.0390	75.1	5.02
硝呋烯腙	0.25	0.241	0.232	0.242	0.260	0.233	0.237	0.279	98.5	7.00
	5.00	5.02	4.48	5.18	4.54	5.22	4.62	4.85	96.9	6.28
	0.005	0.00463	0.00423	0.00430	0.00463	0.00456	0.00473	0.00474	90.9	4.48
呋喃它酮	0.0250	0.0207	0.0220	0.0219	0.0224	0.0211	0.0206	0.0239	87.2	5.22
	0.5	0.437	0.457	0.471	0.430	0.464	0.486	0.471	91.9	4.29
	0.05	0.0464	0.0486	0.0458	0.0470	0.0440	0.0468	0.0485	93.4	3.37
硝呋醛肟	0.25	0.213	0.226	0.218	0.206	0.207	0.207	0.223	85.8	3.75
	5.00	4.31	4.41	4.45	4.97	4.51	4.87	5.09	93.2	6.68
	0.005	0.00466	0.00441	0.00473	0.00462	0.00439	0.00449	0.00489	92.0	3.95
呋喃妥因	0.0250	0.0233	0.0232	0.0252	0.0238	0.0218	0.0237	0.0258	95.3	5.45
	0.5	0.489	0.460	0.445	0.478	0.477	0.463	0.503	94.7	4.04
吐	0.05	0.0463	0.0423	0.0430	0.0463	0.0456	0.0473	0.0471	90.9	4.41
呋喃苯烯酸 納	0.25	0.207	0.220	0.219	0.224	0.211	0.206	0.229	86.7	3.99
TY3	5.00	4.37	4.57	4.71	4.30	4.64	4.86	4.64	91.7	4.19

表 24 牛精料补充料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0365	0.0358	0.0335	0.0350	0.0396	0.0370	0.0315	71.1	7.33
呋喃西林	0.25	0.226	0.237	0.225	0.223	0.225	0.220	0.225	90.3	2.36
	5.00	4.92	4.60	4.46	4.48	4.67	4.42	4.51	91.6	3.79
	0.05	0.0423	0.0401	0.0449	0.0441	0.0427	0.0432	0.0443	86.1	3.74
呋喃唑酮	0.25	0.217	0.231	0.211	0.215	0.211	0.208	0.219	86.4	3.51
	5.00	4.46	4.40	4.48	4.62	5.02	4.38	4.85	92.1	5.33
	0.005	0.00466	0.00459	0.00483	0.00472	0.00462	0.00474	0.00475	94.0	1.76
硝呋吡醇	0.025	0.0222	0.0235	0.0239	0.0242	0.0236	0.0219	0.0253	94.1	4.93
	0.5	0.487	0.489	0.483	0.478	0.490	0.471	0.503	97.2	2.06
	0.005	0.00430	0.00437	0.00423	0.00420	0.00374	0.00397	0.00423	83.0	5.28
硝呋齐特	0.025	0.0225	0.0226	0.0226	0.0227	0.0227	0.0222	0.0236	90.8	1.90
	0.5	0.465	0.461	0.448	0.442	0.430	0.466	0.459	90.6	3.02
	0.05	0.0391	0.0407	0.0388	0.0391	0.0382	0.0382	0.0428	79.1	4.24
硝呋索尔	0.25	0.247	0.248	0.248	0.252	0.249	0.225	0.254	98.5	4.00
	5.00	4.44	4.87	4.56	4.97	4.60	4.63	5.32	95.4	6.33
	0.05	0.0472	0.0392	0.0379	0.0349	0.0390	0.0371	0.0367	77.7	10.23
硝呋烯腙	0.25	0.202	0.234	0.204	0.240	0.212	0.236	0.258	90.6	9.24
	5.00	4.67	4.25	4.70	5.07	4.55	4.13	5.42	93.7	9.58
比陆台酮	0.005	0.00463	0.00427	0.00440	0.00435	0.00464	0.00442	0.00445	89.0	3.10
呋喃它酮	0.0250	0.0203	0.0210	0.0222	0.0216	0.0233	0.0218	0.0231	87.6	4.82

	0.5	0.477	0.468	0.469	0.459	0.440	0.463	0.502	93.7	4.05
	0.05	0.0407	0.0438	0.0438	0.0435	0.0423	0.0447	0.0449	86.8	3.30
硝呋醛肟	0.25	0.203	0.212	0.215	0.213	0.217	0.210	0.230	85.7	3.79
	5.00	4.51	4.93	4.58	4.51	4.92	4.45	4.62	93.0	4.27
	0.005	0.00480	0.00483	0.00488	0.00497	0.00481	0.00471	0.00525	97.9	3.62
呋喃妥因	0.0250	0.0228	0.0219	0.0220	0.0239	0.0233	0.0227	0.0259	92.8	5.89
	0.5	0.438	0.457	0.447	0.467	0.478	0.490	0.492	93.4	4.45
叶叶木灰形	0.05	0.0463	0.0427	0.0440	0.0435	0.0464	0.0442	0.0443	89.0	3.11
呋喃苯烯酸 钠	0.25	0.203	0.210	0.222	0.216	0.233	0.218	0.221	87.0	4.27
142	5.00	4.77	4.68	4.69	4.59	4.40	4.63	4.95	93.5	3.60

表 25 混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物) 中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0410	0.0402	0.0349	0.0352	0.0356	0.0324	0.0317	71.7	9.92
呋喃西林	0.25	0.228	0.225	0.229	0.221	0.225	0.237	0.223	90.8	2.26
	5.00	4.28	4.53	4.33	4.55	4.64	5.01	4.58	91.2	5.24
	0.05	0.0399	0.0432	0.0371	0.0423	0.0392	0.0400	0.0425	81.2	5.35
呋喃唑酮	0.25	0.227	0.218	0.221	0.211	0.208	0.221	0.215	87.0	2.91
	5.00	4.35	4.65	4.61	4.43	4.59	4.81	4.65	91.6	3.33
	0.005	0.00472	0.00453	0.00456	0.00494	0.00461	0.00453	0.00498	93.9	4.10
硝呋吡醇	0.025	0.0250	0.0246	0.0229	0.0227	0.0230	0.0235	0.0237	94.4	3.80
	0.5	0.495	0.474	0.490	0.504	0.500	0.497	0.530	99.7	3.39
	0.005	0.00434	0.00402	0.00422	0.00422	0.00440	0.00454	0.00425	85.7	3.80
硝呋齐特	0.025	0.0226	0.0229	0.0223	0.0218	0.0237	0.0218	0.0226	90.1	2.97
	0.5	0.468	0.454	0.435	0.470	0.489	0.486	0.489	94.0	4.27
	0.05	0.0417	0.0380	0.0402	0.0387	0.0382	0.0395	0.0424	79.6	4.27
硝呋索尔	0.25	0.246	0.244	0.251	0.242	0.253	0.242	0.244	98.3	1.76
	5.00	5.34	5.40	4.90	4.89	4.93	5.41	5.23	103.2	4.73
	0.05	0.0354	0.0380	0.0376	0.0312	0.0358	0.0305	0.0328	69.0	8.77
硝呋烯腙	0.25	0.204	0.217	0.198	0.220	0.195	0.218	0.236	85.0	6.79
	5.00	4.39	4.96	4.54	4.03	4.54	5.07	4.30	90.9	7.99
	0.005	0.00432	0.00439	0.00446	0.00432	0.00425	0.00407	0.00442	86.3	3.03
呋喃它酮	0.0250	0.0216	0.0214	0.0209	0.0221	0.0213	0.0211	0.0236	86.9	4.21
	0.5	0.508	0.441	0.466	0.468	0.472	0.459	0.512	95.0	5.44
	0.05	0.0396	0.0433	0.0408	0.0399	0.0427	0.0452	0.0412	83.7	4.86
硝呋醛肟	0.25	0.224	0.198	0.193	0.202	0.203	0.205	0.218	82.5	5.36
	5.00	4.98	4.89	4.88	4.39	4.77	4.42	4.49	93.8	5.31
叶哔页田	0.005	0.00426	0.00405	0.00407	0.00391	0.00459	0.00421	0.00414	83.5	5.12
呋喃妥因 🕨	0.0250	0.0224	0.0224	0.0222	0.0211	0.0205	0.0219	0.0228	87.6	3.71

	0.5	0.443	0.450	0.498	0.439	0.487	0.471	0.462	92.9	4.86
	0.05	0.0432	0.0439	0.0446	0.0432	0.0425	0.0407	0.0440	86.3	2.98
快喃苯烯酸 钠	0.25	0.216	0.214	0.209	0.221	0.213	0.211	0.226	86.3	2.75
TN	5.00	5.08	4.41	4.66	4.68	4.72	4.59	5.04	94.8	5.09

表 26 混合型饲料添加剂 (酶) 中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批内精密度结果

	添加水平					检测结果	(mg/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0323	0.0282	0.0300	0.0370	0.0338	0.0321	0.0325	64.6	8.65
呋喃西林	0.25	0.234	0.222	0.242	0.237	0.234	0.233	0.241	93.9	2.87
	5.00	4.69	4.31	4.37	4.55	4.68	4.66	4.61	91.0	3.42
	0.05	0.0443	0.0471	0.0421	0.0438	0.0441	0.0412	0.0445	87.7	4.27
呋喃唑酮	0.25	0.232	0.240	0.237	0.230	0.224	0.236	0.244	93.9	2.83
	5.00	4.73	4.78	4.41	4.73	4.54	4.50	4.61	92.3	2.98
	0.005	0.00504	0.00470	0.00480	0.00477	0.00470	0.00455	0.00451	94.5	3.75
硝呋吡醇	0.025	0.0246	0.0229	0.0229	0.0231	0.0242	0.0235	0.0241	94.4	2.97
	0.5	0.468	0.466	0.474	0.479	0.475	0.469	0.481	94.7	1.18
	0.005	0.00432	0.00418	0.00412	0.00415	0.00417	0.00418	0.00422	83.8	1.60
硝呋齐特	0.025	0.0236	0.0225	0.0216	0.0222	0.0221	0.0218	0.0225	89.3	2.93
	0.5	0.467	0.487	0.480	0.463	0.481	0.474	0.467	94.9	1.87
	0.05	0.0450	0.0455	0.0413	0.0438	0.0412	0.0406	0.0415	85.4	4.68
硝呋索尔	0.25	0.230	0.248	0.234	0.238	0.240	0.262	0.271	98.5	6.17
	5.00	4.97	4.76	4.73	4.84	4.61	4.67	4.68	95.1	2.57
	0.05	0.0421	0.0344	0.0347	0.0313	0.0344	0.0295	0.0301	67.6	12.54
硝呋烯腙	0.25	0.220	0.220	0.212	0.185	0.204	0.185	0.205	81.8	7.12
	5.00	4.85	5.23	4.80	5.23	4.82	5.42	5.04	101.1	4.82
	0.005	0.00497	0.00468	0.00470	0.00436	0.00485	0.00490	0.00488	95.2	4.30
呋喃它酮	0.0250	0.0228	0.0232	0.0217	0.0241	0.0228	0.025	0.0236	93.3	4.60
	0.5	0.506	0.474	0.492	0.464	0.455	0.475	0.457	94.9	3.89
	0.05	0.0411	0.0406	0.0403	0.0399	0.0473	0.0424	0.0501	86.2	9.26
硝呋醛肟	0.25	0.241	0.221	0.225	0.256	0.231	0.246	0.251	95.5	5.62
	5.00	4.73	4.92	4.49	4.66	4.80	4.73	4.82	94.7	2.88
	0.005	0.00458	0.00442	0.00410	0.00451	0.00489	0.0045	0.00521	91.9	7.80
呋喃妥因	0.0250	0.0234	0.0223	0.0228	0.0222	0.0226	0.021	0.0224	89.8	2.76
	0.5	0.424	0.442	0.475	0.465	0.453	0.44	0.469	90.4	4.13
比時艾松歌	0.05	0.0497	0.0468	0.0470	0.0436	0.0485	0.0490	0.0494	95.4	4.43
呋喃苯烯酸 钠	0.25	0.228	0.232	0.217	0.241	0.228	0.251	0.245	93.8	4.96
TY)	5.00	5.06	4.74	4.92	4.64	4.55	4.75	4.82	95.6	3.51

2.1.3.11 方法的批间精密度

由于未能找到含有 10 种硝基呋喃类化合物的阳性样品,故在饲料基质中,添加不同水平标准品,采用加标回收的方式进行批间精密度的考察。各基质中添加水平在定量限、5 倍定量限和 100 倍定量限进行,计算添加水平测定结果的相对标准偏差(RSD),各基质中各化合物在各水平的测定结果的相对标准偏差均小于 15%,方法的批内精密度可满足残留分析的要求。详见表 27~表 35。

表 27 猪预混料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

				检测结	果(mg/kg)	
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0354	0.0318	0.0378	70.0	8.57
呋喃西林	0.25	0.257	0.236	0.241	97.9	4.48
	5.00	4.79	4.82	5.02	97.5	2.50
	0.05	0.0508	0.0486	0.0506	100.0	2.49
呋喃唑酮	0.25	0.256	0.231	0.236	96.4	5.38
	5.00	4.98	4.69	4.80	96.5	3.04
	0.005	0.00521	0.00455	0.00478	96.9	6.97
硝呋吡醇	0.025	0.0257	0.0232	0.0238	96.9	5.54
	0.5	0.499	0.494	0.500	99.5	0.71
	0.005	0.00467	0.00478	0.00438	92.2	4.48
硝呋齐特	0.025	0.0237	0.0236	0.0228	93.4	2.22
	0.5	0.473	0.485	0.472	95.4	1.58
	0.05	0.0437	0.0393	0.0418	83.2	5.24
硝呋索尔	0.25	0.258	0.267	0.272	106.1	2.70
	5.00	5.58	5.32	5.45	109.0	2.40
	0.05	0.0488	0.0513	0.0474	98.3	3.99
硝呋烯腙	0.25	0.239	0.243	0.228	94.7	3.27
	5.00	5.23	5.69	5.35	108.5	4.40
	0.005	0.00458	0.00475	0.00480	94.2	2.42
呋喃它酮	0.0250	0.0212	0.0233	0.0220	88.6	4.83
	0.5	0.435	0.496	0.523	96.9	9.34
	0.05	0.0533	0.0497	0.0518	103.2	3.47
硝呋醛肟	0.25	0.259	0.228	0.216	93.7	9.36
	5.00	4.43	4.56	4.86	92.4	4.84
叶叶页田	0.005	0.00571	0.00544	0.00551	111.1	2.54
呋喃妥因	0.0250	0.0240	0.0237	0.0241	95.8	0.88

	0.5	0.496	0.483	0.510	99.2	2.74
	0.05	0.0466	0.0480	0.0468	94.3	1.52
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.213	0.225	0.232	89.3	4.10
	5.00	4.61	4.54	5.03	94.5	5.68

表 28 猪配合料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

A. A. W.	\		检测结果(mg/kg)						
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)			
	0.05	0.0388	0.0385	0.0399	78.2	1.94			
呋喃西林	0.25	0.271	0.280	0.263	108.4	3.22			
	5.00	5.09	4.87	4.73	97.9	3.66			
	0.05	0.0474	0.0493	0.0459	95.1	3.52			
呋喃唑酮	0.25	0.237	0.236	0.234	94.3	0.52			
	5.00	4.89	4.84	5.25	99.8	4.51			
	0.005	0.00536	0.00490	0.00450	98.4	8.67			
硝呋吡醇	0.025	0.0257	0.0239	0.0276	103.0	7.07			
	0.5	0.552	0.516	0.484	103.5	6.53			
	0.005	0.00438	0.00488	0.00490	94.4	6.29			
硝呋齐特	0.025	0.0237	0.0254	0.0216	94.3	7.96			
	0.5	0.505	0.528	0.545	105.2	3.86			
	0.05	0.0429	0.0453	0.0440	88.1	2.72			
硝呋索尔	0.25	0.266	0.262	0.290	109.1	5.46			
	5.00	5.52	5.40	5.07	106.6	4.36			
	0.05	0.0573	0.0485	0.0514	104.8	8.58			
硝呋烯腙	0.25	0.243	0.265	0.243	100.2	5.10			
	5.00	5.46	5.21	5.53	107.9	3.15			
	0.005	0.00531	0.00551	0.00517	106.6	3.21			
呋喃它酮	0.0250	0.0244	0.0243	0.0231	95.7	3.03			
	0.5	0.480	0.518	0.512	100.7	3.99			
	0.05	0.0461	0.0458	0.0460	91.9	0.38			
硝呋醛肟	0.25	0.219	0.238	0.242	93.3	5.17			
	5.00	4.58	4.98	5.21	98.5	6.47			
	0.005	0.00502	0.00533	0.00551	105.8	4.61			
呋喃妥因	0.0250	0.0272	0.0248	0.0223	99.1	9.88			
	0.5	0.498	0.501	0.452	96.7	5.74			
	0.05	0.0571	0.0551	0.0479	106.7	9.10			
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.252	0.254	0.236	99.0	3.99			
	5.00	4.81	5.07	4.82	97.9	3.01			

表 29 猪浓缩料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

				检测结:	果(mg/kg)	
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0361	0.0417	0.0405	78.9	7.56
呋喃西林	0.25	0.264	0.245	0.261	102.6	4.08
	5.00	4.96	5.24	5.32	103.5	3.62
	0.05	0.0523	0.0523	0.0505	103.4	2.03
呋喃唑酮	0.25	0.254	0.258	0.268	104.0	2.68
	5.00	4.74	4.94	5.04	98.2	3.07
	0.005	0.00476	0.00506	0.00460	96.1	4.89
硝呋吡醇	0.025	0.0257	0.0256	0.0240	100.6	3.79
	0.5	0.532	0.540	0.511	105.6	2.82
	0.005	0.00490	0.00463	0.00472	95.0	2.81
硝呋齐特	0.025	0.0248	0.0251	0.0238	98.3	2.68
	0.5	0.475	0.542	0.520	102.5	6.72
	0.05	0.0408	0.0404	0.0451	84.2	6.18
硝呋索尔	0.25	0.278	0.261	0.272	108.3	3.15
	5.00	5.16	5.34	5.51	106.7	3.29
	0.05	0.0552	0.0548	0.0517	107.8	3.53
硝呋烯腙	0.25	0.247	0.249	0.251	99.5	0.87
	5.00	5.50	5.78	5.43	111.4	3.29
	0.005	0.00469	0.00470	0.00483	94.8	1.65
呋喃它酮	0.0250	0.0235	0.0256	0.0234	96.7	5.21
	0.5	0.453	0.506	0.505	97.6	6.18
	0.05	0.0647	0.0591	0.0539	118.5	9.09
硝呋醛肟	0.25	0.253	0.268	0.228	99.8	8.10
	5.00	4.67	4.93	4.87	96.5	2.75
	0.005	0.00548	0.00493	0.00537	105.1	5.53
呋喃妥因	0.0250	0.0250	0.0242	0.0228	95.9	4.56
	0.5	0.492	0.518	0.466	98.3	5.32
	0.05	0.0477	0.0474	0.0492	96.2	1.94
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.237	0.247	0.252	98.1	3.10
	5.00	4.81	4.64	4.97	96.1	3.48

表 30 鸡浓缩料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

化合物	添加水平(mg/kg)	检测结果(mg/kg)					
		1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)	
	0.05	0.0362	0.0322	0.0392	71.8	9.80	
呋喃西林	0.25	0.211	0.218	0.236	88.7	5.71	
	5.00	5.12	4.82	4.84	98.5	3.45	

	0.05	0.0511	0.0471	0.0496	98.6	4.13
呋喃唑酮	0.25	0.238	0.234	0.256	97.2	4.68
	5.00	4.55	4.87	4.76	94.6	3.45
	0.005	0.00494	0.00483	0.00532	100.6	5.07
硝呋吡醇	0.025	0.0234	0.0222	0.0247	93.7	5.43
	0.5	0.515	0.518	0.541	104.9	2.70
	0.005	0.00443	0.00413	0.00437	86.3	3.68
硝呋齐特	0.025	0.0229	0.0227	0.0251	94.2	5.71
	0.5	0.530	0.476	0.523	101.9	5.78
	0.05	0.0369	0.0386	0.0388	76.2	2.84
硝呋索尔	0.25	0.249	0.238	0.266	100.4	5.75
	5.00	5.10	4.49	4.95	96.9	6.48
	0.05	0.0546	0.0473	0.0528	103.1	7.37
硝呋烯腙	0.25	0.230	0.249	0.260	98.5	6.16
	5.00	4.69	5.05	5.35	100.6	6.64
	0.005	0.00506	0.00499	0.00506	100.8	0.75
呋喃它酮	0.0250	0.0249	0.0236	0.0241	96.8	2.57
	0.5	0.463	0.465	0.531	97.2	8.02
	0.05	0.0445	0.0518	0.0538	100.0	9.79
硝呋醛肟	0.25	0.223	0.224	0.252	93.1	7.03
	5.00	4.81	5.06	4.74	97.4	3.37
	0.005	0.00535	0.00507	0.00487	101.9	4.75
呋喃妥因	0.0250	0.0240	0.0238	0.0232	94.7	1.78
	0.5	0.501	0.492	0.552	103.0	6.20
	0.05	0.0504	0.0494	0.0470	97.9	3.57
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.236	0.242	0.259	98.3	4.88
	5.00	4.88	4.82	5.19	99.2	3.99

表 31 鸡预混料料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

			检测结果(mg/kg)					
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)		
	0.05	0.0380	0.0339	0.0405	74.9	8.92		
呋喃西林	0.25	0.233	0.251	0.238	96.3	3.97		
	5.00	4.72	4.69	4.86	95.1	2.00		
	0.05	0.0432	0.0372	0.0397	80.1	7.57		
呋喃唑酮	0.25	0.222	0.237	0.222	90.9	3.70		
	5.00	4.87	4.98	5.03	99.2	1.60		
硝呋吡醇	0.005	0.00451	0.00447	0.00477	91.6	3.56		
1475人的	0.025	0.0258	0.0236	0.0270	101.8	6.83		

	0.5	0.537	0.461	0.529	101.8	8.27
	0.005	0.00397	0.00427	0.00427	83.4	4.15
硝呋齐特	0.025	0.0235	0.0236	0.0254	96.7	4.53
	0.5	0.447	0.502	0.487	95.7	5.92
	0.05	0.0370	0.0360	0.0399	75.3	5.35
硝呋索尔	0.25	0.243	0.252	0.276	102.9	6.69
	5.00	5.22	4.96	4.81	99.9	4.11
	0.05	0.0368	0.0347	0.0381	73.1	4.75
硝呋烯腙	0.25	0.258	0.265	0.248	102.9	3.24
	5.00	5.40	4.67	4.64	98.1	8.81
	0.005	0.00474	0.00498	0.00497	97.9	2.84
呋喃它酮	0.0250	0.0226	0.0230	0.0256	95.1	6.93
	0.5	0.476	0.471	0.522	97.9	5.67
	0.05	0.0514	0.0459	0.0482	97.0	5.77
硝呋醛肟	0.25	0.234	0.223	0.231	91.8	2.37
	5.00	5.15	4.97	4.46	97.2	7.32
	0.005	0.00490	0.00477	0.00509	98.4	3.27
呋喃妥因	0.0250	0.0228	0.0253	0.0258	98.5	6.31
	0.5	0.483	0.483	0.539	100.3	6.41
	0.05	0.0476	0.0479	0.0453	93.9	3.08
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.233	0.218	0.245	92.9	5.78
	5.00	5.08	4.93	5.70	104.7	7.81

表 32 鸡配合料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

			检测结果(mg/kg)						
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)			
	0.05	0.0350	0.0362	0.0431	76.2	11.43			
呋喃西林	0.25	0.229	0.237	0.256	96.2	5.64			
	5.00	4.84	5.13	5.20	101.1	3.71			
	0.05	0.0434	0.0423	0.0515	91.4	11.05			
呋喃唑酮	0.25	0.228	0.236	0.257	96.2	6.28			
	5.00	5.17	4.80	5.61	103.9	7.83			
	0.005	0.00474	0.00499	0.00506	98.6	3.35			
硝呋吡醇	0.025	0.0231	0.0239	0.0248	95.6	3.62			
	0.5	0.501	0.482	0.482	97.7	2.25			
	0.005	0.00421	0.00458	0.00395	84.9	7.40			
硝呋齐特	0.025	0.0237	0.0245	0.0241	96.4	1.70			
	0.5	0.466	0.486	0.525	98.5	6.17			
硝呋索尔	0.05	0.0348	0.0338	0.0358	69.6	2.75			
明大条外	0.25	0.228	0.232	0.231	92.1	0.77			

	5.00	5.18	4.87	5.19	101.6	3.52
	0.05	0.0428	0.0380	0.0408	81.1	5.89
硝呋烯腙	0.25	0.240	0.241	0.281	101.7	9.13
	5.00	5.65	5.05	4.73	102.9	9.10
	0.005	0.00477	0.00512	0.00501	99.4	3.60
呋喃它酮	0.0250	0.0225	0.0221	0.0236	90.9	3.46
	0.5	0.480	0.523	0.490	99.6	4.58
	0.05	0.0478	0.0480	0.0502	97.3	2.73
硝呋醛肟	0.25	0.223	0.219	0.237	90.4	4.27
	5.00	4.53	4.93	5.38	98.9	8.55
	0.005	0.00448	0.00484	0.00527	97.2	8.16
呋喃妥因	0.0250	0.0235	0.0245	0.0267	99.6	6.69
	0.5	0.520	0.499	0.551	104.7	5.02
	0.05	0.0486	0.0507	0.0494	99.1	2.13
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.212	0.223	0.235	89.2	5.17
	5.00	4.95	5.26	4.82	100.2	4.46

表 33 牛精料补充料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

			检测结果(mg/kg)						
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)			
	0.05	0.0401	0.0423	0.0438	84.2	4.36			
呋喃西林	0.25	0.227	0.228	0.250	93.9	5.49			
	5.00	4.69	4.50	4.91	94.0	4.35			
	0.05	0.0430	0.0443	0.0472	89.7	4.78			
呋喃唑酮	0.25	0.224	0.224	0.243	92.2	4.80			
	5.00	5.03	4.56	4.64	94.9	5.32			
	0.005	0.00492	0.00503	0.00523	101.2	3.09			
硝呋吡醇	0.025	0.0245	0.0237	0.0265	99.7	5.72			
	0.5	0.533	0.499	0.554	105.8	5.20			
	0.005	0.00406	0.00397	0.00485	85.9	11.24			
硝呋齐特	0.025	0.0247	0.0236	0.0260	99.0	4.77			
	0.5	0.469	0.507	0.501	98.4	4.19			
	0.05	0.0388	0.0415	0.0411	80.9	3.64			
硝呋索尔	0.25	0.271	0.247	0.258	103.5	4.74			
	5.00	4.65	4.82	5.27	98.3	6.62			
	0.05	0.0417	0.0387	0.0365	77.9	6.69			
硝呋烯腙	0.25	0.221	0.238	0.258	95.6	7.86			
	5.00	4.81	4.95	4.66	96.2	3.03			
바바라스페티	0.005	0.00479	0.00476	0.00469	94.9	1.07			
呋喃它酮	0.0250	0.0247	0.0220	0.0237	93.9	5.97			

	0.5	0.460	0.498	0.480	95.9	3.96
	0.05	0.0442	0.0488	0.0468	93.2	4.92
硝呋醛肟	0.25	0.236	0.222	0.243	93.5	4.40
	5.00	5.37	4.66	5.12	101.0	7.09
	0.005	0.00511	0.00499	0.00547	103.8	4.82
呋喃妥因	0.0250	0.0242	0.0233	0.0260	98.0	5.47
	0.5	0.479	0.503	0.544	101.7	6.44
	0.05	0.0465	0.0458	0.0483	93.7	2.76
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.251	0.221	0.239	94.7	6.36
	5.00	4.68	4.74	5.15	97.2	5.24

表 34 混合型饲料添加剂 (酶) 中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

				检测结	果(mg/kg)	
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0362	0.0331	0.0389	72.1	7.98
呋喃西林	0.25	0.245	0.234	0.250	97.3	3.39
	5.00	4.93	4.43	5.01	95.8	6.60
	0.05	0.0479	0.0447	0.0488	94.3	4.50
呋喃唑酮	0.25	0.245	0.255	0.257	101.0	2.62
	5.00	4.90	4.50	4.95	95.7	5.21
	0.005	0.00486	0.00463	0.00463	94.2	2.83
硝呋吡醇	0.025	0.0264	0.0241	0.0246	100.0	4.97
	0.5	0.500	0.497	0.501	99.9	0.43
	0.005	0.00437	0.00432	0.00462	88.7	3.63
硝呋齐特	0.025	0.0230	0.0220	0.0227	90.4	2.25
	0.5	0.490	0.496	0.479	97.7	1.82
	0.05	0.0431	0.0427	0.0445	86.9	2.09
硝呋索尔	0.25	0.252	0.286	0.294	110.9	8.01
	5.00	4.71	4.70	5.14	97.0	5.25
	0.05	0.0349	0.0310	0.0306	64.3	7.49
硝呋烯腙	0.25	0.206	0.222	0.207	84.6	4.29
	5.00	5.18	5.58	5.13	105.9	4.65
	0.005	0.00502	0.00490	0.00511	100.2	2.08
呋喃它酮	0.0250	0.0238	0.0273	0.0239	100.0	7.93
	0.5	0.459	0.521	0.498	98.6	6.33
	0.05	0.0518	0.0444	0.0521	98.9	8.81
硝呋醛肟	0.25	0.251	0.268	0.252	102.8	3.58
	5.00	4.94	4.81	4.91	97.7	1.33
计阵页回	0.005	0.00506	0.00449	0.00553	100.5	10.33
呋喃妥因	0.0250	0.0235	0.0223	0.0233	92.1	2.68

	0.5	0.491	0.448	0.497	95.7	5.64
呋喃苯烯酸钠	0.05	0.0511	0.0495	0.0505	100.7	1.57
	0.25	0.240	0.264	0.261	102.0	5.04
	5.00	4.87	4.77	5.06	98.0	2.96

表 35 混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物) 中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定批间精密度结果

				检测结果	果(mg/kg)	
化合物	添加水平(mg/kg)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	0.0374	0.0341	0.0358	71.5	4.57
呋喃西林	0.25	0.226	0.241	0.240	94.2	3.57
	5.00	4.76	5.08	4.97	98.7	3.30
	0.05	0.0395	0.0417	0.0470	85.5	8.95
呋喃唑酮	0.25	0.224	0.237	0.248	94.5	5.19
	5.00	4.71	4.95	3 0.0358 0.240 4.97 0.0470	97.5	2.93
	0.005	0.00507	0.00488	0.00543	102.5	5.47
硝呋吡醇	0.025	0.0235	0.0236	0.0246	95.5	2.57
	0.5	0.534	0.520	0.568	108.1	4.58
	0.005	0.00474	0.00484	0.00436	93.0	5.38
硝呋齐特	0.025	0.0247	0.0221	0.0227	92.8	5.89
	0.5	0.512	0.522	3 0.0358 0.240 4.97 0.0470 0.248 4.97 0.00543 0.0246 0.568 0.00436 0.0227 0.543 0.0412 0.274 5.26 0.0338 0.253 4.74 0.00507 0.0230 0.488 0.00443 0.237 4.80 0.00441 0.0243 0.462 0.0490 0.246	105.1	2.99
	0.05	0.0391	0.0423	0.0412	81.7	3.95
硝呋索尔	0.25	0.271	0.263	0.274	107.6	2.16
	5.00	5.37	5.81	5.26	109.6	5.32
	0.05	0.0360	0.0324	0.0338	68.1	5.35
硝呋烯腙	0.25	0.234	0.237	0.253	96.6	4.22
	5.00	4.72	4.82	4.74	95.2	1.05
	0.005	0.00452	0.00434	0.00507	92.9	8.18
呋喃它酮	0.0250	0.0220	0.0218	0.0230	89.0	2.78
	0.5	0.494	0.482	0.488	97.6	1.29
	0.05	0.0466	0.0475	0.0443	92.3	3.52
硝呋醛肟	0.25	0.212	0.224	0.237	89.7	5.54
	5.00	4.94	4.68	4.80	96.1	2.74
	0.005	0.00461	0.00462	0.00441	91.0	2.61
呋喃妥因	0.0250	0.0214	0.0221	0.0243	90.3	6.65
	0.5	0.516	0.512	0.462	99.4	6.04
	0.05	0.0456	0.0432	0.0490	91.8	6.38
呋喃苯烯酸钠	0.25	0.223	0.219	0.246	91.7	6.25
	5.00	5.03	4.71	5.53	101.8	8.11

2.1.3.12 方法的准确度

称取饲料基质样品 2 g,按照样品处理方法,进行加标回收实验,添加水平按定量限、5 倍定量限和 100 倍定量限进行(各浓度水平 n=7)添加回收试验与精密度试验,计算平均回收率,考察方法的准确度和精密度。回收率和相对标准偏差均满足 GB/T 23182-2008。结果详见表 36~表 44。

表 36 猪预混料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	61.1	5.22
呋喃西林	0.25	94.6	3.54
	5.00	91.7	4.40
	0.05	90.5	3.78
呋喃唑酮	0.25	91.0	3.75
	5.00	91.3	2.85
	0.005	91.9	6.49
硝呋吡醇	0.025	94.8	4.54
	0.5	96.6	2.73
	0.005	86.9	6.90
硝呋齐特	0.025	92.2	4.14
	0.5	94.8	5.43
	0.05	79.5	3.81
硝呋索尔	0.25	105.5	8.11
	5.00	102.1	5.11
	0.05	91.4	6.71
硝呋烯腙	0.25	98.1	6.75
	5.00	104.4	4.46
	0.005	91.6	3.38
呋喃它酮	0.0250	85.4	3.10
	0.5	92.3	3.96
	0.05	97.4	6.78
硝呋醛肟	0.25	88.0	4.71
	5.00	91.8	3.53
	0.005	99.9	8.13
呋喃妥因	0.0250	91.4	3.74
	0.5	93.6	4.06
呋喃苯烯酸钠	0.05	92.8	2.89

0.25	86.3	4.49
5.00	92.1	3.70

表 37 猪浓缩料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	70.4	7.66
呋喃西林	0.25	101.7	3.17
	5.00	96.9	6.39
	0.05	93.8	4.88
呋喃唑酮	0.25	96.7	3.59
	5.00	93.7	3.46
	0.005	93.9	3.33
硝呋吡醇	0.025	96.7	2.69
	0.5	97.6	3.80
	0.005	89.0	3.36
硝呋齐特	0.025	96.6	2.15
	0.5	95.9	4.97
	0.05	82.5	5.31
硝呋索尔	0.25	100.6	3.75
	5.00	101.4	3.33
	0.05	104.2	2.60
硝呋烯腙	0.25	104.4	6.63
	5.00	105.2	4.22
	0.005	98.2	7.04
呋喃它酮	0.0250	93.4	2.94
	0.5	92.4	3.14
	0.05	103.1	9.67
硝呋醛肟	0.25	94.4	2.66
	5.00	92.8	3.11
	0.005	98.1	6.45
呋喃妥因	0.0250	92.8	3.01
	0.5	92.6	5.91
	0.05	98.8	6.56
呋喃苯烯酸钠	0.25	93.7	2.91
	5.00	92.7	3.28

表 38 猪配合料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

	0.05	69.6	4.49
呋喃西林	0.25	104.0	4.19
	5.00	94.4	3.54
	0.05	94.2	6.10
呋喃唑酮	0.25	93.7	2.86
	5.00	93.9	3.72
	0.005	94.2	6.37
硝呋吡醇	0.025	97.3	3.69
	0.5	96.9	3.44
	0.005	91.0	4.65
硝呋齐特	0.025	92.9	4.14
	0.5	96.6	3.35
	0.05	88.1	4.96
硝呋索尔	0.25	104.4	4.54
	5.00	99.2	3.15
	0.05	98.4	7.02
硝呋烯腙	0.25	96.0	7.31
	5.00	106.4	3.83
	0.005	100.3	3.74
呋喃它酮	0.0250	94.0	3.05
	0.5	94.6	2.69
	0.05	94.6	5.60
硝呋醛肟	0.25	92.2	5.95
	5.00	92.5	2.38
	0.005	97.3	5.92
呋喃妥因	0.0250	94.7	6.10
	0.5	94.1	2.50
	0.05	99.5	4.26
呋喃苯烯酸钠	0.25	94.1	2.67
<u> </u>	5.00	94.4	2.41

表 39 鸡预混料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	75.2	7.31
呋喃西林	0.25	92.3	3.94
	5.00	92.2	2.64
	0.05	84.3	6.22
呋喃唑酮	0.25	89.4	6.58
	5.00	92.4	5.34

	0.005	89.9	2.96
硝呋吡醇	0.025	91.6	4.89
	0.5	95.8	4.33
	0.005	81.5	4.16
硝呋齐特	0.025	90.0	3.98
	0.5	91.8	4.77
	0.05	70.7	5.26
硝呋索尔	0.25	92.7	3.25
	5.00	95.8	3.42
	0.05	68.2	4.40
硝呋烯腙	0.25	92.3	6.75
	5.00	93.6	6.15
	0.005	89.2	2.03
呋喃它酮	0.0250	86.8	4.79
	0.5	94.7	6.17
	0.05	97.5	5.27
硝呋醛肟	0.25	86.9	2.61
	5.00	91.7	5.33
	0.005	96.2	5.36
呋喃妥因	0.0250	90.1	4.03
	0.5	92.8	5.00
	0.05	89.5	2.31
呋喃苯烯酸钠	0.25	87.7	6.83
	5.00	94.5	5.77

表 40 鸡浓缩料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	70.3	10.82
呋喃西林	0.25	88.8	3.31
	5.00	93.1	4.39
	0.05	89.9	5.98
呋喃唑酮	0.25	91.7	4.29
	5.00	91.2	2.31
	0.005	93.3	1.78
硝呋吡醇	0.025	89.5	2.67
	0.5	94.2	3.92
	0.005	83.3	4.36
硝呋齐特	0.025	89.8	5.51
	0.5	92.4	3.99

	0.05	76.5	5.74
硝呋索尔	0.25	96.1	3.44
	5.00	92.6	4.51
	0.05	97.9	4.23
硝呋烯腙	0.25	90.2	6.72
	5.00	97.4	7.16
	0.005	92.0	1.94
呋喃它酮	0.0250	89.3	4.25
	0.5	91.8	2.57
	0.05	98.4	7.71
硝呋醛肟	0.25	91.3	4.31
	5.00	92.6	4.83
	0.005	96.2	5.60
呋喃妥因	0.0250	93.3	2.89
	0.5	95.6	2.39
	0.05	92.2	2.06
呋喃苯烯酸钠	0.25	88.5	2.60
	5.00	92.6	3.50

表 41 鸡配合料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	72.9	5.15
呋喃西林	0.25	89.4	5.82
	5.00	94.3	7.11
	0.05	89.8	7.04
呋喃唑酮	0.25	90.6	5.51
	5.00	97.1	8.63
	0.005	91.5	2.80
硝呋吡醇	0.025	91.4	3.49
	0.5	90.8	3.50
	0.005	81.5	4.04
硝呋齐特	0.025	88.6	3.13
	0.5	89.9	4.40
	0.05	70.4	6.69
硝呋索尔	0.25	88.4	2.74
	5.00	95.1	2.97
	0.05	74.8	4.76
硝呋烯腙	0.25	98.0	5.94
	5.00	96.7	6.30
呋喃它酮	0.005	91.7	5.69

	0.0250	86.8	4.29
	0.5	90.8	4.60
	0.05	93.8	4.06
硝呋醛肟	0.25	85.4	3.40
	5.00	93.8	7.83
	0.005	91.7	3.47
呋喃妥因	0.0250	94.9	4.88
	0.5	95.0	4.70
	0.05	91.0	4.53
呋喃苯烯酸钠	0.25	87.3	5.40
	5.00	90.8	4.63

表 42 牛精料补充料中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差 (RSD) (n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	72.8	5.31
呋喃西林	0.25	90.7	2.57
	5.00	91.6	3.77
	0.05	86.3	3.97
呋喃唑酮	0.25	87.3	4.92
	5.00	92.2	5.45
	0.005	95.3	4.26
硝呋吡醇	0.025	93.5	4.06
	0.5	97.8	3.47
	0.005	83.0	5.31
硝呋齐特	0.025	91.1	2.89
	0.5	90.7	3.12
	0.05	78.7	3.05
硝呋索尔	0.25	98.5	4.04
	5.00	95.6	6.82
	0.05	77.4	10.56
硝呋烯腙	0.25	90.5	9.01
	5.00	92.8	8.10
	0.005	89.3	3.17
呋喃它酮	0.0250	87.1	4.28
	0.5	93.6	3.95
	0.05	87.1	3.95
硝呋醛肟	0.25	84.9	2.22
	5.00	93.4	4.35
呋喃妥因	0.005	98.5	5.06

	0.0250	93.0	6.39
	0.5	93.8	5.08
	0.05	89.5	3.35
呋喃苯烯酸钠	0.25	87.5	4.65
	5.00	93.4	3.53

表 43 混合型饲料添加剂(板蓝根提取物)中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差(RSD)(n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)
	0.05	74.6	9.70
呋喃西林	0.25	91.4	2.28
	5.00	91.6	5.43
	0.05	81.6	6.01
呋喃唑酮	0.25	87.4	2.96
	5.00	92.2	4.00
	0.005	94.9	6.18
硝呋吡醇	0.025	94.2	3.86
	0.5	99.5	2.86
	0.005	86.1	3.86
硝呋齐特	0.025	90.0	2.97
	0.5	94.8	5.38
	0.05	79.6	4.36
硝呋索尔	0.25	98.5	1.71
	5.00	103.5	4.91
	0.05	68.7	9.17
硝呋烯腙	0.25	84.9	6.54
	5.00	91.0	7.91
	0.005	86.9	3.85
呋喃它酮	0.0250	86.9	4.19
	0.5	94.4	4.59
	0.05	83.6	4.91
硝呋醛肟	0.25	82.1	4.89
	5.00	94.3	4.96
	0.005	82.9	5.70
呋喃妥因	0.0250	87.3	3.33
	0.5	93.4	4.95
	0.05	86.4	3.08
呋喃苯烯酸钠	0.25	86.8	3.93
	5.00	94.1	4.33

表 44 混合型饲料添加剂(酶)中 10 种硝基呋喃类化合物加标测定回收率和相对标准偏差(RSD)(n=7)

化合物	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD (%)	
	0.05	64.6	8.65	
呋喃西林	0.25	93.9	2.87	
	5.00	91.0	3.42	
	0.05	87.7	4.27	
呋喃唑酮	0.25	93.9	2.83	
	5.00	92.3	2.98	
	0.005	94.5	3.75	
硝呋吡醇	0.025	94.4	2.97	
	0.5	94.7	1.18	
	0.005	83.8	1.60	
硝呋齐特	0.025	89.3	2.93	
	0.5	94.9	1.87	
	0.05	85.4	4.68	
硝呋索尔	0.25	98.5	6.17	
	5.00	95.1	2.57	
	0.05	67.6	12.54	
硝呋烯腙	0.25	81.8	7.12	
	5.00	101.1	4.82	
	0.005	95.2	4.30	
呋喃它酮	0.0250	93.3	4.60	
	0.5	94.9	3.89	
	0.05	86.2	9.26	
硝呋醛肟	0.25	95.5	5.62	
	5.00	94.7	2.88	
	0.005	91.9	7.80	
呋喃妥因	0.0250	89.8	2.76	
	0.5	90.4	4.13	
	0.05	95.4	4.43	
呋喃苯烯酸钠	0.25	93.8	4.96	
	5.00	95.6	3.51	

2.1.3.13 样品溶液的稳定性

将制备好的加标样品溶液(5倍定量限加标水平样品),在12小时内连续进样测定,结果显示试液基质中10种硝基呋喃类化合物的稳定性较好,峰面积的相对标准偏差(RSD)均小于10%。结果详见表45~表53。

表 45 猪预混料试样溶液稳定性结果表

化合物		峰面积						
化合物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)	
呋喃西林	375881	382051	388736	368796	376253	378343.4	1.97	
呋喃唑酮	286515	298171	294587	299921	279702	291779.2	2.91	
硝呋吡醇	1056798	1030310	1039835	1031681	1074009	1046526.6	1.78	
硝呋齐特	1468172	1489484	1504447	1482815	1527728	1494529.2	1.52	
硝呋索尔	1797105	1788888	1770489	1809907	1797551	1792788	0.81	
硝呋烯腙	37852	39157	38729	38798	38180	38543.2	1.35	
呋喃它酮	586368	604772	600731	606708	583002	596316.2	1.83	
硝呋醛肟	83091	71998	76871	77557	76227	77148.8	5.14	
呋喃妥因	70785	71276	72343	73023	66925	70870.4	3.35	
呋喃苯烯酸钠	492178	501981	506974	484060	495886	496215.8	1.78	

表 46 猪配合料试样溶液稳定性结果表

化合物				峰面积	峰面积				
化合物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)		
呋喃西林	385231	368758	380059	396067	362157	378454.4	3.54		
呋喃唑酮	288969	280374	290860	297427	297326	290991.2	2.42		
硝呋吡醇	1051853	1019793	1047270	1017466	1049237	1037123.8	1.64		
硝呋齐特	1531577	1493530	1499870	1540070	1539666	1520942.6	1.48		
硝呋索尔	1825495	1822903	1815885	1815762	1789332	1813875.4	0.79		
硝呋烯腙	25488	24773	26132	24294	25890	25315.4	3.04		
呋喃它酮	601510	611432	601748	637673	578858	606244.2	3.51		
硝呋醛肟	76127	81675	75781	77320	80917	78364	3.51		
呋喃妥因	70878	69240	69575	71141	73815	70929.8	2.55		
呋喃苯烯酸钠	501577	496445	516406	515141	509987	507911.2	1.71		

表 47 猪预混料试样溶液稳定性结果表

化合物							
化合物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)
呋喃西林	374954	392358	398985	402239	390825	391872.2	2.69
呋喃唑酮	287511	289703	288833	287190	286101	287867.6	0.49
硝呋吡醇	1039198	995450	1073126	1024944	1029226	1032388.8	2.71
硝呋齐特	1540546	1547594	1519224	1538348	1533219	1535786.2	0.69
硝呋索尔	1864409	1782555	1785788	1800053	1851875	1816936	2.12
硝呋烯腙	20581	22067	24128	23533	25309	23123.6	7.95
呋喃它酮	573684	617204	578777	634602	583771	597607.6	4.48
硝呋醛肟	74646	76631	79673	74787	78398	76827	2.88
呋喃妥因	70684	72320	69992	71115	69176	70657.4	1.68

呋喃苯烯酸钠 493469 501063 521199 501884 518212 507165.4	2.36
--	------

表 48 鸡浓缩料试样溶液稳定性结果表

化合物		峰面积						
/L_/b=/初	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)	
呋喃西林	375677	372702	369261	382019	390043	377940.4	2.18	
呋喃唑酮	283281	281717	286872	290709	289488	286413.4	1.35	
硝呋吡醇	1044051	967120	1039728	989587	1047855	1017668.2	3.62	
硝呋齐特	1527758	1556002	1596490	1510825	1543194	1546853.8	2.10	
硝呋索尔	1764659	1792903	1852930	1813935	1869885	1818862.4	2.36	
硝呋烯腙	20155	21404	20580	20787	21794	20944	3.13	
呋喃它酮	562356	576735	589841	595093	594232	583651.4	2.40	
硝呋醛肟	76511	74187	75598	75977	74165	75287.6	1.42	
呋喃妥因	67990	69630	70839	67658	69665	69156.4	1.90	
呋喃苯烯酸钠	491129	487138	505356	498433	497325	495876.2	1.42	

表 49 鸡配合料试样溶液稳定性结果表

化合物		峰面积							
化冶化	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)		
呋喃西林	401092	367511	386626	396371	404050	391130	3.77		
呋喃唑酮	287160	282043	292109	288933	291732	288395.4	1.42		
硝呋吡醇	1036865	969429	1032609	973391	1015359	1005530.6	3.20		
硝呋齐特	1569987	1545773	1546614	1575563	1617968	1571181	1.87		
硝呋索尔	1852403	1842445	1911006	1897035	1914199	1883417.6	1.79		
硝呋烯腙	18308	22766	19655	20507	18489	19945	9.09		
呋喃它酮	597992	600869	588921	607095	590796	597134.6	1.25		
硝呋醛肟	72895	74583	75514	71891	74688	73914.2	2.00		
呋喃妥因	69433	69575	69097	69053	70538	69539.2	0.86		
呋喃苯烯酸钠	502589	495986	504608	499225	511129	502707.4	1.14		

表 50 鸡预混料试样溶液稳定性结果表

化合物				峰面积			
化合物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)
呋喃西林	400787	408988	396010	404878	394076	400947.8	1.54
呋喃唑酮	280015	285403	276410	282152	272364	279268.8	1.81
硝呋吡醇	1057435	967001	1009511	956373	1044496	1006963.2	4.47
硝呋齐特	1586117	1555454	1606937	1580981	1504512	1566800.2	2.51
硝呋索尔	1841231	1900228	1878335	1863250	1880245	1872657.8	1.17
硝呋烯腙	16653	16910	16473	16668	16017	16544.2	2.01
呋喃它酮	580260	609074	595901	606478	598146	597971.8	1.90
硝呋醛肟	72849	75146	75282	71982	71765	73404.8	2.32

呋喃妥因	68574	70239	69766	70320	68502	69480.2	1.28
呋喃苯烯酸钠	499913	501190	504639	509054	499950	502949.2	0.78

表 51 牛精料补充料试样溶液稳定性结果表

化合物				峰面积			
化石物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)
呋喃西林	410479	390124	404039	396516	399576	400146.8	1.92
呋喃唑酮	277825	276457	284821	280765	279327	279839	1.15
硝呋吡醇	1061711	977549	1033319	941418	1028046	1008408.6	4.78
硝呋齐特	1600955	1582304	1622603	1616713	1538091	1592133.2	2.14
硝呋索尔	1838764	1814041	1859759	1878063	1921363	1862398	2.19
硝呋烯腙	15764	15654	15398	16187	15041	15608.8	2.73
呋喃它酮	592636	608622	592660	621293	588619	600766	2.30
硝呋醛肟	74491	70360	72035	72862	71532	72256	2.14
呋喃妥因	69310	70580	70541	72848	73034	71262.6	2.27
呋喃苯烯酸钠	524446	530166	535013	527739	520494	527571.6	1.05

表 52 混合型饲料添加剂 (板蓝根提取物) 试样溶液稳定性结果表

化合物	峰面积								
化合物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)		
呋喃西林	415087	401887	420288	429944	409277	415296.6	2.57		
呋喃唑酮	274569	280002	269188	282109	269995	275172.6	2.11		
硝呋吡醇	1024236	902076	1021983	907941	1024829	976213	6.66		
硝呋齐特	1574557	1568395	1557952	1640197	1608954	1590011	2.14		
硝呋索尔	1731035	1811301	1815363	1849479	1856897	1812815	2.76		
硝呋烯腙	12656	12090	12259	12036	12578	12323.8	2.28		
呋喃它酮	592172	622555	576237	626058	597729	602950.2	3.49		
硝呋醛肟	70420	68764	69263	70587	71048	70016.4	1.37		
呋喃妥因	71834	72123	73536	73620	74019	73026.4	1.34		
呋喃苯烯酸钠	533039	540444	546407	553968	559773	546726.2	1.94		

表 53 混合型饲料添加剂 (酶) 试样溶液稳定性结果表

化合物	峰面积							
化石物	0 h	3 h	6 h	9 h	12 h	平均	RSD(%)	
呋喃西林	394192	384359	389303	412801	385263	393183.6	2.96	
呋喃唑酮	251893	259431	252703	267663	255737	257485.4	2.49	
硝呋吡醇	967986	824073	999524	823158	979773	918902.8	9.55	
硝呋齐特	1539203	1504040	1570245	1598128	1536280	1549579.2	2.31	
硝呋索尔	1816511	1762890	1790725	1812041	1780238	1792481	1.24	
硝呋烯腙	11316	11615	10535	10035	10448	10789.8	6.06	
呋喃它酮	548674	611718	569281	597308	565135	578423.2	4.42	

硝呋醛肟	69023	71556	72689	68827	70418	70502.6	2.34
呋喃妥因	69137	69650	72122	70747	69679	70267	1.70
呋喃苯烯酸钠	529432	529996	543470	518451	540348	532339.4	1.87

2.1.3.14 标准储备溶液的稳定性

2.1.3.14.1 单标标准溶液的配制

呋喃西林、呋喃妥因、呋喃它酮和呋喃唑酮的配制参考《农业部 1486 号公告-8-2010》(饲料中硝基咪唑类、硝基呋喃类和喹噁啉类药物的测定 液相色谱-串联质谱法)中 4.13 章节中使用乙腈配制并稀释至刻度。呋喃苯烯酸钠参考《GB 29703-2013》(食品安全标准 动物性食品呋喃苯烯酸钠残留量的测定 液相色谱串联质谱法)4.10中所述使用二甲亚砜溶解并稀释至刻度。硝呋烯腙的配制参考湖南省地方标准《DB43/T701-2012》(饲料中硝呋烯腙的测定 高效液相色谱法)4.9中所述使用适量的二甲亚砜溶解并用乙腈定容。硝呋吡醇,硝呋齐特,硝呋喹肟和硝呋索尔通过查阅其化学性质,再结合实际的储备液配制实验确定使用乙腈溶解并定容。

2.1.3.14.2 单标储备溶液的稳定性

将配制好的 10 种硝基呋喃类化合物单标标准储备溶液(1.0 mg/mL)置-18℃条件下避光密封保存,将上述标准储备溶液在一定时间(1 个月、2 个月、3 个月、4 个月、5 个月、6 个月)后,各稀释成浓度为 100 ng/mL 的上机溶液,与新制备单标标准储备溶液稀释成的同样浓度上机溶液在相同的仪器分析条件下进行比较,试验结果见表 54 所示(0 月代表新制备单标标准储备溶液):

标准品名称	储存时间: 月							
你在	0	1	2	3	4	5	6	偏差: %
呋喃西林	511550	551031	525222	518261	521646	512565	522089	2.54
呋喃唑酮	133146	136184	137375	133264	133162	130524	131049	1.87
硝呋吡醇	549361	563050	552937	564384	564340	533908	532457	2.50

硝呋齐特	742816	743617	749930	786488	775126	753914	773395	2.28
硝呋索尔	728040	738745	715136	725893	725336	748084	717038	1.60
硝呋烯腙	346415	355445	360345	381759	376052	375458	373668	3.55
呋喃它酮	603041	609641	611404	645862	649713	610508	619174	3.01
硝呋醛肟	66184	64464	71441	70757	70888	67838	63470	4.81
呋喃妥因	79047	74610	78788	79795	77897	75774	72032	3.67
呋喃苯烯酸钠	424787	425715	423758	404563	446724	432581	443737	3.29

表 54 可见,浓度为 1.0 mg/mL 的 10 种单标标准储备液在-18℃避光条件下储存 6个月,其稳定性较好,浓度没有发生明显变化,故确定 10 种单标标准储备溶液(浓度: 1.0 mg/mL)的有效期为 6 个月。

2.1.3.14.3 混合标准中间液的稳定性

将配制好的 10 种硝基呋喃类化合物混合标准储备溶液(10/100 μg/mL)置-18℃条件下避光密封保存,将上述混合标准储备溶液在一定时间(1 个月、2 个月、3 个月、4 个月、5 个月、6 个月)后,各稀释成浓度为 100 ng/mL 的上机溶液,与新制备混合标准储备溶液稀释成的同样浓度上机溶液在相同的仪器分析条件下进行比较,试验结果见表 54 所示(0 月代表新制备混合标准储备溶液):

表 55 储备液稳定性实验表

上小日白红		储存时间:月							
标准品名称	0	1	2	3	4	5	6	偏差: %	
呋喃西林	510519	551988	521268	515247	522657	511541	523125	2.69	
呋喃唑酮	132115	137141	133421	130250	134173	129500	132085	1.93	
硝呋吡醇	548330	564007	548983	561370	565351	532884	533493	2.49	
硝呋齐特	741785	744574	745976	783474	776137	752890	774431	2.30	
硝呋索尔	727009	739702	711182	722879	726347	747060	718074	1.69	
硝呋烯腙	345384	356402	356391	378745	377063	374434	374704	3.60	
呋喃它酮	602010	610598	607450	642848	650724	609484	620210	3.05	
硝呋醛肟	65153	65421	67487	67743	71899	66814	64506	3.70	
呋喃妥因	78016	75567	74834	76781	78908	74750	73068	2.68	
呋喃苯烯酸钠	423756	426672	419804	401549	447735	431557	444773	3.66	

由表 55 可见,浓度为 10/100 μg/mL 的混合标准储备液在-18℃避光条件下储存 6个月,其稳定性较好,浓度没有发生明显变化,故确定混合标准储备溶液(浓度: 100μg/mL)的有效期为 6 个月。

2.1.3.15 实际样品检测

为广泛了解硝基呋喃类化合物在我国饲料中的使用情况,本标准起草组检测了 630 批次饲料样品,共检测出阳性样品 4 批次,阳性率为 0.6%,检出化合物均为硝呋齐特。 阳性样品中共有添加剂预混合饲料 2 批次,浓缩饲料 2 批次。

三、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

本标准在制定过程中,分别委托上海市农业科学院、上海海关动植物与食品检验检疫技术中心和南京海关动植物与食品检验检疫技术中心三个单位进行了复核试验,平均回收率均在 60%~120%范围内,批内批间变异系数小于 20%,线性范围、检测限及定量限也与标准文本一致。本标准建立了饲料中 10 种硝基呋喃化合物的测定 液相色谱-串联质谱测定方法,明确规定了适用范围、确定了检测条件、提取净化等方法,具有较好的灵敏度、准确度和精密度。标准的制定和实施将大幅度提高饲料产品的安全性,把好饲料关口,提高相关农畜产品的安全性。也将为国家饲料质量安全监控提供有效的技术支撑,实现饲料工业和畜牧业绿色可持续发展。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

目前我国有关 10 种硝基呋喃化合物的标准有: 吉林省地方标准《DB22/T 1697-2012》(饲料中硝呋烯腙的测定 液相色谱-质谱/质谱法),安徽省地方标准《DB 34/T 1766-2012》(饲料中硝呋烯腙的测定 液相色谱串联质谱法),湖南省地方标准《DB 43/T 701-2012》(饲料中硝呋烯腙的测定 高效液相色谱法),农业行业标准《NY/T

727-2003》(饲料中呋喃唑酮的测定 高效液相色谱法),出入境行业标准《SN/T 3648-2013》(饲料中呋喃唑酮、呋喃妥因、呋喃它酮和呋喃西林含量的检测方法 液相色谱法),出入境行业标准《SN/T 5113-2019》(进出口食用动物、饲料和呋喃测定 液相色谱-质谱/质谱法和液相色谱法),《农业部 1486 号公告-8-2010》(饲料中硝基呋喃类药物的测定 高效液相色谱法)。《农业部 2349 号公告-6-2015》(饲料中硝基咪唑类、硝基呋喃类和喹噁啉类药物的测定 液相色谱-串联质谱法)。以上方法可供行业人员进行检测与监管。起草组收集了国内相关行业标准,并结合国内外相关文献资料和产品申请材料中的相关内容,对上述标准、文献进行分析和总结的基础上,通过实验室试验研究,完成了标准文本的起草。

五、以国际标准为基础的起草情况

本标准未采用国内外标准,不涉及采标内容。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

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

七、重大分歧意见的处理经过和依据

标准在制定过程中,标准编制组收集了国内外相关信息资料,组织技术专家对标准内容的制定,进行了详细研讨,并达成统一制定方案。标准编制过程中没有重大意见分歧。

八、涉及专利的有关说明

未识别到与本标准技术内容有关的专利。

九、实施标准的要求和措施建议

- (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。这是保证新标准贯彻实施的基础。
 - (2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传。
 - (3) 实施的过渡期宜定为6个月。

十、其他应予说明的事项

无。

附件

附件1 征求意见汇总处理表

附件2 标准论证意见

附件3 标准预审意见

附件4 标准验证报告

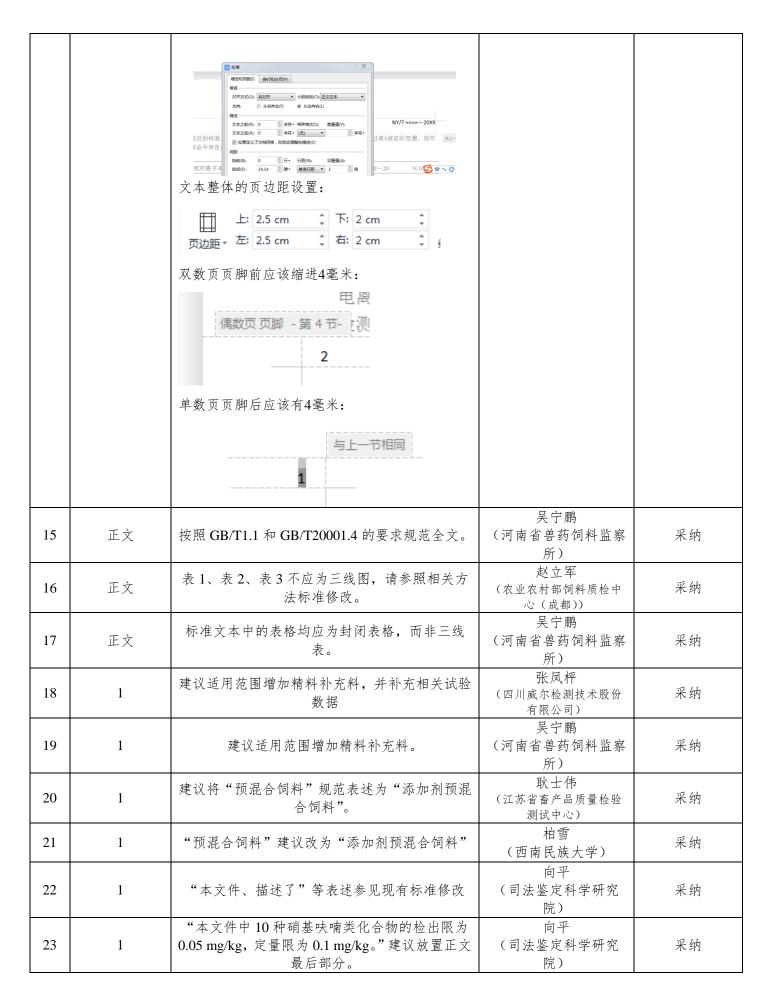
附件1《征求意见汇总处理表》:

标准项目名称:《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》共 22 页 负责起草单位:上海市质量监督检验技术研究院;承办人:虞成华、王承平电话:13671669762、 18501605830 2022 年 8 月 1 日填写

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》征求意见汇总处理表

序号	标准章条编 号	意见内容	提出单位 (单位及专家)	处理意见及 理由 (凡不采纳或 部分采纳的意 见需说明理由)
1	封面	建议:征求意见稿修改为定向征求意见稿,文件 英文译名字体修改为黑体。 理由: GB/T 1.1-2020 附录 F 规定	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
2	封面	英文中增加 tandem	向平 (司法鉴定科学研究 院)	采纳
3	封面	增加"tandem"。	彭丽 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
4	封面	专 用 美 术 字 体 : • • \ \ \ \ \	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
5	封面	参考: GB/T 1.1—2020 中第 51 页调整封面格式, 位置与间距都没有对。 CCS\$\text{CCS\$\text{46}} \text{PMY} 中华人民共和国农业行业标准	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
6	封面	专用字体: 中华人民共和国农业行业标准 中华人民共和国农业农村部。	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
7	封面	GB/T 1.1-2020 第 58 页, 附录 F, 表 F.1 中 09	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳

		规定英文译名用四号黑体。		
		Determination of 10 Nitrofurans in feeds Liquid chromatography-Mass spectrometry		
		Enquid emoniatography viass spectrometry		
8	封面	"Nitrofurans"修改为"nitrofurans"	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
		建议将"饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定"		
		 改为"饲料中10种硝基呋喃类药物的测定"。标		
9	封面	准英文名称为 Determination of 10 nitrofurans in	常碧影(中国农科院质 标所)	不采纳。合同已 明确标准名称。
		feeds — Liquid chromatography-tandem mass		
		spectrometry		
10	封面	注意规范一下"液相色谱-串联质谱法"的英文。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
11	前言	建议:在起草人后另起一行,增加"本文件首次 发布。" 理由: GB/T 1.1-2020 中 8.3 h)规定。	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
12	前言	增加:本文件系首次发布。	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
13	盲	前言的段前与段后设置建议:	李芳 (成都蜀星饲料有限公司)	采纳
14	正文	页眉页脚参考 GB/T 1.1—2020 中 46、47 页,包括页边距也应规范。例子: 页眉的段后间距是 5 毫米,对应为 14.14 磅	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳



24	1	建议修改为"添加剂预混合饲料";并增加"精料补充料"。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
25	1	1)"本文件描述"建议改为"本标准规定"; 2) "本文件适用"建议改为"本标准适用"; 3)"本 文件中"建议改为"本标准中"。	金玉娥 (上海市疾病预防控制 中心)	不采纳,按照 GB/T 1.1 的要 求编写
26	1	定量限按保留三位有效数字表示。	宋荣 (中国农业科学院农业 质量标准与检测技术研 究所)	不采纳。课题组 核查 GB/T 1.1 的要求,确定定 量限的表述。
27	1	建议修改为: 本文件规定了饲料中呋喃西林等 10 种硝基呋喃类化合物的液相色谱-串联质谱法测定方法。本文件适用于预混合饲料、浓缩饲料和配合饲料中呋喃西林、呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、呋喃它酮、硝呋烯腙、硝呋索尔、硝呋醛肟、二硝托胺和呋喃妥因的测定。 本文件 10 种硝基呋喃类化合物的检出限为0.05mg/kg,定量限为0.1 mg/kg。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
28	1	范围中建议增加精料补充料。 删除药物的英文名称及缩写。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
29	1	范围第一段:应写为:本文件描述了饲料中10 中硝基呋喃类药物:呋喃西林、***和呋喃妥因的 测定。:适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料 和添加剂预混合饲料中上述硝基呋喃类药物测 定。	常碧影(中国农科院质 标所)	采纳
30	2	建议:"该日期对应的版本适用于本文件;"修改为"仅该日期对应的版本适用于本文件;" 理由: GB/T 1.1-2020 中 8.6.2	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
31	2	GB/T 6682 应增加发布年份 2008。理由:正文明确指出是引用该标准的一级水要求,属涉及标准 具体条文内容,应采用注日期引用。	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
32	4	建议修改为: 试样中的硝基呋喃类化合物用乙腈提取,经中性 氧化铝粉末净化后,用液相色谱-串联质谱仪测 定,外标法定量。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
33	5	悬置段建议按按 GB1.1-2020 中 7.4 关于段的章节 规范编写。	耿士伟 (江苏省畜产品质量检验 测试中心)	采纳
34	5	5.5 应为 50% 乙腈溶液, 5.6 各种药物应给出 CAS 号。5.7 浓度应为 1mg/mL; 5.8 最好为 10 μg/mL, 否则 5.9 不易操作。	常碧影(中国农科院质 标所)	采纳
35	5 和 5.1 之间	"除非另有规定,仅使用分析纯试剂。"——本句为悬置段,应改成条目。GB/T 1.1-2020 7.4 要求不能有悬置段	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
36	5.1	GB/T 6682 应增加发布年份 2008。理由:正文明确指出是引用该标准的一级水要求,属涉及标准具体条文内容,应采用注日期引用。	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
		<u> </u>		

37	5.2	补充化合物的分子式	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
38	5.3	补充化合物的分子式	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
39	5.5	"取水 (5.1) 500 mL, 乙腈 (5.3) 500 mL"括 号内部分删除,并检查全文。	向平 (司法鉴定科学研究 院)	不采纳。按 GB/T 1.1 的要 求撰写。
40	5.5	"50%乙腈水溶液"建议改为"50%乙腈溶液", 后同	柏雪 (西南民族大学)	采纳
41	5.5	建议将"50%乙腈水溶液"修改为"50%乙腈溶液"	田晓玲 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
42	5.5	"50%乙腈水溶液"改为"50%乙腈溶液",且配制改为用水稀释至1000 mL。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
43	5.6	各化合物的中文、英文、缩写在1 范围中已做介绍,以后的表述中仅出现一种,并全文统一	向平 (司法鉴定科学研究 院)	采纳
44	5.6	附录 B 中给出了英文名,建议此处删除各物质的 英文名。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
45	5.6	建议删除 5.6。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳。
46	5.6	标准物质建议直接写见附录 B 即可。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
47	5.6	将 5.6 的内容揉和进 5.7 中。	李俊玲 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
48	5.7	增加"各"和"分别"具体见文本批注。	潘蕨 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
49	5.7	"标准储备溶液 (1.0 mg/mL)"中浓度建议保留 3 位有效位数。	金玉娥 (上海市疾病预防控制 中心)	采纳
50	5.7	"分别准确称取标准物质 10 mg (精确至 0.01 mg)"与"6.2 分析天平,感量 0.01 g 和 0.0001g。" 描述不匹配,建议根据实际情况更改其一	吴仕辉 (广东海大集团股份有 限公司)	采纳
51	5.7	建议修改为: 标准储备溶液(1.0 mg/mL): 准确称取标准品呋喃西林(Nitrofurazone, NFZ, CAS: ,纯度≥ %)、呋喃唑酮(Furazolidone, FZD, CAS: ,纯度≥ %)、硝呋吡醇(Nifurprinol ,NFP, CAS: ,纯度≥ %)、	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	不采纳。此部分 内容在附录 A 中。

		硝呋齐特 (Nifuroxazide, NFX, CAS:		
52	5.8	"适量"——应明确多少量	潘蕨 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
53	5.8	准确移取标准储备溶液 (5.7) 适量于 50 mL 棕色容量瓶中,用乙腈 (5.3) 定容。 建议改为: 分别准确移取标准储备溶液 (5.7) 各 5 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中,混匀。	柏雪 (西南民族大学)	采纳
54	5.8	呋喃西林等标准品的储存条件为冷藏,混合标准 储备溶液是否可以冷藏保存,缩短效期。	张晓 (山东晟华检测技术有 限公司)	不采纳。混合标 准储备溶液溶 剂为有机溶剂, 冷冻保存较为 合适,且有效期 经过验证。
55	5.8	应明确标准储备溶液的移取量。	彭丽 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
56	5.8	建议修改为: 混合标准储备溶液 (100 μg/mL): 准确移取适量体积的标准储备溶液 (5.7) 于 50 mL 棕色容量瓶中,用乙腈 (5.3) 稀释定容,混匀。于-18℃下避光保存,有效期为 6 个月。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
57	5.9	建议"混合标准曲线"修改为"混合标准系列溶液"	张凤枰 (四川威尔检测技术股份 有限公司)	采纳
58	5.9	这里应是描述溶液的配制	向平 (司法鉴定科学研究 院)	采纳
59	5.9	建议将修改为"混合标准工作溶液"。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
60	5.9	混合标准工作曲线中各浓度点的有效位数建议 统一为3位。	金玉娥 (上海市疾病预防控制 中心)	采纳

	1	T	T	
61	5.9	增加"临用现配"。	彭丽 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
62	5.9	建议修改为: 混合标准系列溶液:准确移取适量体积的混合标准储备溶液(5.8)分别于25mL容量瓶中,用50% 乙腈溶液(5.5)稀释定容,混匀。配制成浓度为5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL 和100 ng/mL 的混合标准系列溶液。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
63	5.11	建议补充滤膜"有机系"的具体型号。	金玉娥 (上海市疾病预防控制 中心)	采纳
64	6	建议:增加分析筛,并标明孔径要求,增加氮吹 仪。 理由:样品制备中使用该设备。	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
65	6	缺少氮吹仪	曾勇 (湖北省兽药监察所)	采纳
66	6	仪器和设备,应改为"仪器设备"。	李祥明 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
67	6	标题为仪器设备。	常碧影(中国农科院质 标所)	采纳
68	6.2	建议增加感量 0.00001g 分析天平, 用于称量标准品	张凤枰 (四川威尔检测技术股份 有限公司)	采纳
69	6.2	应为: 感量 0.01 g 和 0.00001g。	曾勇 (湖北省兽药监察所)	采纳
70	6.2	感量 0.01 g 和 0.0001g。 应为感量 0.01 g 和 0.00001g。	吕伟军	采纳
71	6.2	应配有感量为 0.01mg 的天平用于标准品的称量。	彭丽 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
72	6.2	标准物质称量要求精确至 0.01 mg, 分析天平应 有一个感量为 0.01 mg。	杨海锋 (上海市农业科学院农 产品质量标准与检测技 术研究所)	采纳
73	6.4	建议"超声波发生器"修改为"超声波清洗机"	岳秀英 (四川省兽药监 察所)	采纳
74	6.4	注意规范一下名称"超声波发生器"。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
75	6.6	增加"6.6 氮吹仪"	岳秀英(四川省兽药监 察所)	采纳
76	7	"粉碎使其粒径小于 0.42mm"考虑到实际操作人员的能力水平检验修改为"使其过 40 目筛"	张晓 (山东晟华检测技术有 限公司)	不采纳。标准须 明确样品制备 的要求。
77	7	"充分混匀,装入磨口瓶中",目前饲料行业以样品袋封装为主,如无特殊验证实验结果提示的必要性,建议表述为"密闭容器"即可,以免加重企业负担。	吴仕辉 (广东海大集团股份有 限公司)	采纳

78	7	"粉碎使其粒径小于 0.42 mm"改为"粉碎使其全部通过 0.42 mm 孔径的分析筛"。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
79	8	标准溶液需要-18℃避光保存,样品保存也要避 光,那么第8章试验步骤的提取净化不需要避光 操作吗?	李祥明 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
80	8	8.1, 2g 试样应准确到 0.001g,。8.2.1 应写柱长、 内径不用 x 号。	常碧影(中国农科院质 标所)	采纳
81	8.1	文中"准确吸取上清液 1.00 mL 在室温下用氮气吹干,"移取至哪里没有交代清楚; "加入 0.40 mL 50%乙腈水溶液 (5.5),涡旋混匀,"与编制说明中的表述不完全一致:吸取 1 mL提取液氮气吹干,用 0.40 mL 50%乙腈水溶液溶解定容。	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
82	8.1	准确吸取提取液 2.00 mL 建议改为: 准确吸取提取液 2 mL 其他准确移取同,均取整数	柏雪 (西南民族大学)	采纳
83	8.1	标准物质需要避光保存,试样提取用的容量瓶是否应为棕色容量瓶?	曾勇 (湖北省兽药监察所)	采纳
84	8.1	建议按照全国饲料标委会模板进一步修改。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
85	8.1	建议修改为: 8.1 提取 称取 2 g (精确至 0.01 g) 试样于 50 mL 具塞塑料 离心管中,加入 15 mL 乙腈 (5.3) 涡旋混匀。超 声提取 20 min,于 9000 r/min 离心 1 min,将上 清液转移至 50 mL 容量瓶中。重复提取两次,合并上清液,用乙腈 (5.3) 定容,混匀。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
86	8.1	1、按照标准编制说明提取 2 次和提取 3 次无显著差异,"再重复提取两次", 建议修改成"重复提取一次"。 2、准确吸取提取液 2.00 mL 未参与计算,建议修改为"量取提取液 5 mL",准确吸取上清液2.00 mL,最后加入 0.50 mL50% 乙腈水溶液。	谭美英 (湖南省兽药饲料监察 所)	采纳
87	8.1	补充"平行做两份试验。","吸取"改为"移取"。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
88	8.1	增加"平行做两份试验"。	李俊玲 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
89	8.2	建议修改为: 8.2 净化 准确移取 2 mL 提取液于 10mL 离心管中, 加入 0.20g 中性氧化铝粉末 (5.10), 涡旋 1 min, 于 9000 r/min 离心 1 min, 准确移取 1mL 用氮气吹 干, 加入 0.40 mL 50% 乙腈水溶液 (5.5), 涡旋混 匀, 过膜 (5.11), 待测。	李宏(陕西省畜牧技术推广总站)	采纳
90	8.2	表 2 中正离子可不在表中表述,改为在检测方式中描述。	吴银良 (农业农村部农产品质	采纳

			量安全监督检验测试中	
			心 (宁波))	
91	8.2.1	"色谱柱: C18 柱, 2.1 mm × 100 mm, 粒径 1.9 μm, 或性能相当者;"表述方法参考现行有 效的标准	向平 (司法鉴定科学研究 院)	采纳
92	8.2.1	确认"流动相:A 相为水(5.1),B 相为乙腈(5.3),"	向平 (司法鉴定科学研究 院)	采纳
93	8.2.1	建议修改为: 8.3.1 液相色谱参考条件	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
94	8.2.2	建议将单位统一为"H"或"Hr"	陈玉艳 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
95	8.2.2	1 将表 2 移到附录 A, 改成表 A.1 2 多反应监测 (MRM) 离子对、锥孔电压及碰撞能量见表 2。——其中"表 2"改成"表 A.1"。	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
96	8.2.2	建议修改为: 8.3.2 质谱参考条件	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
97	8.2.3	"附录 A"改成"附录 B"	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
98	8.2.3	建议修改为: 8.4.1 标准系列工作溶液和试样溶液测定	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
99	8.2.4	表 3 中">"建议修改为"≥"	向平 (司法鉴定科学研究 院)	采纳
100	8.2.4	建议修改为: 8.2.4 定性	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
101	8.2.5	50%乙腈水溶液 (5.6), 为"(5.5)"	吕伟军	采纳
102	8.2.5	50%乙腈水溶液(5.6)改为50%乙腈水溶液(5.5)	杨海锋 (上海市农业科学院农 产品质量标准与检测技 术研究所)	采纳
103	8.2.5	"50%乙腈水溶液 (5.6)"应为"50%乙腈水溶液 (5.5)"	岳秀英 (四川省兽药监 察所)	采纳
104	8.2.5	补充"单点校准定量时,试样溶液中待测物的浓度与标准溶液的浓度相差不超过 30%。"	吴宁鹏 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
105	8.2.5	建议修改为: 8.2.5 定量	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
106	8.2.6	1 该条目改成: 9 结果计算和表述 2 "含量"改成"残留量" 3 删除"数值以毫克每千克 (mg/kg)表示。"增加:"按下式计算:"	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳

		4 "保留三位有效数字。"改成:"当检测结果大		
		等于 1.0 mg/kg 时,保留 3 位有效数字;当检测结果小于 1.0 mg/kg 时,保留到小数点后第 2 位。理由:本方法检出限为 0.05mg/kg,小数点第 3		
		位及之后的数值没有意义。"		
107	8.2.6	建议补充单点校准计算公式	柏雪 (西南民族大学)	采纳
108	8.2.6	8.2.6 应改为"9"。 公式中,计算的是每一个被测试物的含量,所以 W 右下角应用 i 来表述, 计 Wi。式中其他相应部 分也应增加 i。	李祥明 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
109	8.2.6	8.2.6 应改为 "9"。 计算公式中,应删除 X,把横线延伸;在分子上 用 X。	李祥明 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
110	8.2.6	应该单独列为 9, 结果计算的公式建议分单点和 多点定量两个公式进行表述。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
111	8.2.6	1 、"试样中硝基呋喃类化合物含量以质量分数 ω 计"其中 ω 应该是 Bell MT 字体; 2 、"数值以毫克每千克(mg/kg)表示。" 建议:是否应该表述为单位为毫克每千克(mg/kg); 3 、公式右边单位计算结果为 ng/g 与左边要求的 mg/kg 是可以通过单位换算而得,不应该直接加入换算系数,ng/g=ug/kg=mg/kg*1000,因此公式中换算系数需要进一步核对,	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
112	8.2.6	建议修改为: 8.5 试验数据处理	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
113	8.2.6	删除公式下面的第一项ω的说明。	宋荣 (中国农业科学院农业 质量标准与检测技术研 究所)	采纳

		_	T	
114	8.2.6	物理量的符号用斜体字母表示。	宋荣 (中国农业科学院农业 质量标准与检测技术研 究所)	采纳
115	8.2.6	补充单点校准计算公式。	吴宁鹏 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
116	8.2.6	"ω试样中被测组分的含量(mg/kg)"改为"ω 试样中被测组分的含量,单位为毫克每千克 (mg/kg)",下同	杨海锋 (上海市农业科学院农 产品质量标准与检测技 术研究所)	采纳
117	8.2.7	8.2.7 应改为"10"。	李祥明 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
118	8.2.7	建议补充批间精密度要求	吴仕辉 (广东海大集团股份有 限公司)	采纳
119	8.3	建议修改为: 8.3 仪器参考条件	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
120	8.4	建议修改为: 8.4 测定	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
121	10	注意精密度的描述,四个标准之间要规范统一。	李祥明 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
122	10	增加: 10 检测方法的灵敏度、准确度、精密度 10.1 灵敏度 4 方法的检测限为? , 定量限为? 。 10.2 准确度 本方法在? mg/kg~? mg/kg 浓度水平的加标回 收率应在?%~?%之间。 10.3 精密度	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
123	附录 A	建议: 附录正文内容字体修改为宋体, 排版格式 为左对齐, 首行空 2 个字符。 理由: GB/T 1.1-2020 中 10.4 和附录 F。	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
124	附录A	附录 A 图注中标液浓度均为 50ng/mL,建议合并, 不用分开描述。	耿士伟 (江苏省畜产品质量检验 测试中心)	采纳
125	附录 A	"图 A"改为"图 A.1"	杨海锋 (上海市农业科学院农 产品质量标准与检测技 术研究所)	采纳
126	附录 A	建议把"50ng/mL10种硝基呋喃类化合物混合标准溶液选择离子质量色谱图"改为定量限经前处理后上机测定浓度	岳秀英(四川省兽药监 察所)	不采纳。附录中 定量离子对色 谱图为资料性 材料,主要作为 参考。
127	附录 A	图谱中每一种化合物应清晰标注,同时浓度表示 写一个 50ng/mL 即可。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中	采纳

			心 (宁波))	
			,4 (1 1/1/2)	
128	附录 A	标题下,给出条题: A.1 黄霉素标准溶液选择离子色谱图见图 A.1。且在图和其标题间,加写"说明": 1.呋喃西林 50ng/mL; 2.呋喃唑酮50ng/mL…。	常碧影(中国农科院质 标所)	采纳
129	附录	建议附录 A 调整为"10 种硝基呋喃类化合物中文名、英文名、分子式、分子量、CAS 号和结构式",附录 B 调整为"10 种硝基呋喃类化合物混合标准溶液选择离子质量色谱图"	张凤枰 (四川威尔检测技术股份 有限公司)	采纳
130	附录	建议:文件结尾增加终止线删除一条。	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
131	附录	有两条终结线	杨海锋 (上海市农业科学院农 产品质量标准与检测技 术研究所)	采纳
132	附录	原附录 A 改成附录 B 原附录 B 改成附录 C	潘葳 (福建省农科院农业质 量标准与检测技术研究 所)	采纳
133	附录	根据在文中出现的顺序,调整附录 A 和附录 B 顺序。	李俊玲 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳
134	附录	格式有问题: ?? NV/Fxxxx-2000	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
135	附录	按照 GB/T 1.1-2020 对格式和表述进一步规范。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
136	附录B	附录 B 在文本正文应有引导语。	吴宁鹏 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
137	附录B	"表B"改为"表B.1"	杨海锋 (上海市农业科学院农 产品质量标准与检测技 术研究所)	采纳
138	附录B	标题下,给出条题: B.1 10 种硝基呋喃类化合物的中文名、英文名、分子式、分子量、CAS 号和结构式见表 B.1。	常碧影(中国农科院质 标所)	采纳
139	标准文本和编 制说明	建议按照 GB/T 1.1-2020 和 GB/T 20001.4-2015 进一步规范标准文本,完善编制说明	张凤枰 (四川威尔检测技术股份 有限公司)	采纳
140	标准文本和编 制说明	呋喃妥因的英文应为 Nitrofurantoin	陈玉艳 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
141	编制说明	请按照《国家标准管理办法》规定的十个部分重 新编写	张凤枰 (四川威尔检测技术股份 有限公司)	采纳
142	编制说明	封面应为"征求意见稿"。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳

143	编制说明	建议在文中给出待测物的理化性质,以对应优化确定的提取溶剂条件。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
144	编制说明	补充试样测定的数据。	高云峰 (黑龙江省农产品和兽 药饲料技术鉴定站)	采纳
145	编制说明	一、标准制定背景及任务来源 在"中华人民共和国农业部第193号公告"后增 加"和农业农村部公告第250号"或只体现农业 农村部公告第250号。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
146	编制说明	二、主要工作过程中(七)组织方法验证中"配合饲料中黄霉素的测定要求"应改为"饲料中 10中硝基呋喃类化合物的测定要求"	陈玉艳 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
147	编制说明	(七)组织方法验证 液相色谱-串联质谱法的检出限、定量限、标准曲 线范围、准确度与精确度均能满足配合饲料中黄 霉素的测定要求。 本编制说明在讲述硝基呋喃类化合物。 验证报告应该附在文末,而不是仅有列表。	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
148	编制说明	三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据 "GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分: 标准的结构和编写规则》"改为"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》"。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
149	编制说明	2.1.5.3 "算术平均值的的 20%。" 应改为"算术平均值的 20%。"	陈玉艳 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
150	编制说明	2.2.3 提取溶剂的确定 注意六种饲料基质的名称的规范、统一。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
151	编制说明	2.2.4 提取次数的确定 1、"吸取 1 mL 提取液氮气吹干,用 0.40 mL 50% 乙腈水溶液溶解定容。加标水平 0.5 mg/kg"表述不够清楚,定容至多少? 2、"从表 5 和图 8~图 13 可以看出,用乙腈提取三次,结果比提取一次有所改善,与提取两次差异不大,所有化合物回收率可以达到 60%以上,大部分化合物回收率可以达到 80%以上,故确定提取次数为三次。" 此处分析表述不是妥当,由表格可知:提取三次相比与提取 2 次大约有 40%的试验是有改善提高回收率作用的。	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
152	编制说明	2.2.4 中"用乙腈提取三次,结果比提取一次有所改善,与提取两次差异不大,…,故确定提取次数为三次",请进一步核实。	田晓玲 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
153	编制说明	2.2.5 净化方式的确定 "从表 6 和图 14~图 19 可以看出,中性氧化铝粉末的净化效果最好。中性氧化铝粉末的净化原理主要是物理吸附,可以有效除去样品中的色素等杂质,且目标化合物回收率没有明显下降。故本实验最终选用中性氧化铝粉末作为净化方式。"	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	不采纳。中性氧 化原理吸附,之中性 物理吸净化,之,之 的一种,之,之, 一种, 一种, 一种, 一种, 一种, 一种, 一种, 一种, 一种, 一种

		实验数据显示净化后回收普遍低于未净化者,说明净化材料有吸附标的物的作用,原本基地质对标的物无干扰回收率良好,增加净化程序不仅没有改善回收率反而有降低回收率的趋势,这个步骤增加的意义何在?		仪而质合没某些收升使铝液聚免大大的明基合还综中末行是受部部回显质物有合性对净必污分分收下中的所考氧样化要杂基化率降某回上虑化品的的。
154	编制说明	2.2.6 基质效应 "当 ME 在 80%~120% 之间时,表明基质效应 在可接受范围内,在实际检测中可以忽略基质效 应", 建议:表7中全部采用%表示,更加清晰。	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
155	编制说明	2.2.7 为了更准确的反映标准曲线实际测定情况,建议曲线不要采用强制过原点。	彭丽 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
156	编制说明	2.2.8 检出限和定量限 "综合考虑,暂定检出限为 0.05 mg/kg, 定量限 为 0.1 mg/kg。"这个应该是检测数据通过计算得 出的。	李芳 (成都蜀星饲料有限公 司)	采纳
157	编制说明	2.2.8 检出限和定量限 建议将文中的"暂定"修改为"确定"。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
158	编制说明	2.2.9 饲料中待测物的添加量通常较高,建议提高加标浓度,以保证高浓度阳性样品测定结果的准确性。 补充不同添加浓度 3 个批次的批间相对标准偏差数据。	吴宁鹏 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
159	编制说明	三、标准编写原则 GB/T 1.1 现行有效为 2020 年版,请修改。	耿士伟 (江苏省畜产品质量检验 测试中心)	采纳
160	编制说明	建议增加"参考文献",并在文中适当位置标注。	赵立军 (农业农村部饲料质检中 心(成都))	采纳
161	编制说明	图 30~图 47 图谱压缩严重,太模糊,建议重新提供图谱。	彭丽 (河南省兽药饲料监察 所)	采纳
162	编制说明	"试验结果见图 48~图 57"改为"试验结果见图 48~图 57 (0 月代表新制备混合标准储备溶液)"。	李俊 (中国农业科学院饲料 研究所)	采纳
163	编制说明	补充批间精密度数据。	宋荣 (中国农业科学院农业 质量标准与检测技术研 究所)	采纳
164	编制说明	补充氧化铝用量的考察。	宋荣 (中国农业科学院农业 质量标准与检测技术研 究所)	采纳

165	编制说明	建议在标准制定背景中补充 10 种硝基呋喃类化合物可能非法添加的浓度水平	田晓玲 (辽宁省农产品及兽药 饲料产品检验检测院)	采纳
166	编制说明	待测化合物的稳定? 给出混合标准溶液在6个月期内面积效价无影响,彼此之间不存在降解或增加现象。请用试验数据说明。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
167	编制说明	与国内外相关标准的对比情况并未说明不同方 法的优缺点及新制定方法的创新点。请补充。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
168	编制说明	请说明 10 种化合物在不同饲料中不存在基质干扰的实验数据,用以证明使用单纯外标定量的依据。请补充方法适用范围中所有产品基质干扰的大小数据,来充分说明本标准使用基质匹配标准曲线的定性和定量的依据。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
169	编制说明	请说明确定 10 种化合物定性与定量离子的依据,或者使用参考文献说明的文献资料。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
170	编制说明	色谱柱选择缺乏充分的论证依据和数据。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
171	编制说明	流动相的确定缺乏大量数据支持,请补充。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
172	编制说明	检出限和定量限的确定缺乏充分依据,请补充完善。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
173	编制说明	请选择市场上的高含量和低含量实际样品来验 证方法的可行性。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
174	编制说明	请按照国标委要求的编制说明格式重新编排编制说明。	李宏 (陕西省畜牧技术推广 总站)	采纳
175	编制说明	农业部 2349 号公告-6-2015 中提取仅为 1 次,而该方法提取为 3 次,建议进行比较和说明。	吴银良 (农业农村部农产品质 量安全监督检验测试中 心(宁波))	采纳
176	编制说明	与农业部 2349 号公告-6-2015 相比较,标准的适用范围少了精料补充料。建议补充精料补充料的试验数据,如可能,在标准的适用范围中增加精料补充料。	李俊玲 (山东省畜产品质量安 全中心)	采纳

农业行业标准《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相 色谱-串联质谱法》(预审稿) 审查意见

2023 年 4 月 21 日,上海市兽药饲料检测所组织专家对上海市质量监督检验技术研究院、上海市兽药饲料检测所起草的农业行业标准《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》(预审稿)进行了认真审查。专家组由杨秀玉、李俊玲、程林丽、李宏、吴银良、张凤枰、耿士伟、张育润组成。在听取起草专家汇报的基础上,专家组审查了标准文本及编制说明,提出如下修改意见:

- 1. 标准曲线:根据各化合物响应情况确定合适的线性范围。
- 2. 建议删除二硝托胺, 考察加入呋喃苯烯酸钠的可行性, 并在编制说明中补充相关内容。
 - 3. 进一步优化前处理条件:
 - (1) 建议补充与商品化固相萃取柱净化比较的数据:
 - (2) 考察净化后即上机测定的可行性;
 - (3) 考察基质匹配标准曲线定量的可行性:
- (4) 列出不同样品溶解溶剂对各化合物响应影响的数据;
 - (5) 补充超声提取温度对测定结果影响的数据。
 - 4. 进一步补充完善编制说明:

- (1) 考察适当增大复溶溶剂体积的可行性;
- (2) 补充高浓度水平加标回收率的数据:
- (3) 列出混合标准储备溶液稳定性考察的峰面积及 偏差数据:
- (4) 增加前处理过程中避光的要求,并进一步完善标准制定背景内容。
- (5) 按照《国家标准管理办法》第二十七条进行调整 完善。

与会专家一致同意标准起草单位按照上述意见修改形成公开征求意见稿,报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处。

组长: 下房か

2023年4月21日

农业行业标准《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》(预审稿)

审查意见

2024年6月13日,上海市质量监督检验技术研究院组织专家对上海市质量监督检验技术研究院、上海市动物疫病预防控制中心起草的农业行业标准《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》(预审稿)进行了认真审查。专家组由杨曙明、张凤枰、朱聪英、吴宁鹏、吴银良、王凤芹、杨海锋、周炜组成。专家组在听取起草专家汇报的基础上,审查了标准文本及编制说明的预审稿。经审查,提出以下修改意见:

- 1. 在第7章中增加基质空白样品制备、第8章中增加基质 匹配混合标准系列溶液的制备及相应的内容。
 - 2. 编制说明中补充混合标准储备溶液溶剂选择的依据。
- 3. 编制说明中增加中性氧化铝分散净化方式与商品化氧化铝萃取柱净化的比较数据。
- 4. 编制说明中补充针对呋喃苯烯酸钠的提取净化条件优化 数据。
- 按 GB/T 1.1-2020 和 GB/T 20001.4-2015 的要求规范标准 文本及编制说明。

专家组一致同意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。

组长: **大小** 2024年6月13日

预审会议审查意见汇总处理表

标准名称:《饲料中10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-单联质谱法》共 3 页 标准起草单位: 上海市质量监督检验技术研究院、上海市动物疫病预防控制中心 2024 年 6 月 13 日填写

序号	标准查条 编号	意见内容。	提出单位	处理意见及理由	各注
1	1	(1) "饲料添加剂"修文为"混合型饲料添加剂"; (2) 规范 10 种硝基呋喃化含物表述顺序。	专家组	采佑	
2	4	"基质外标法"修改为"基质匹配外标法"。	专家组	承纳	
3	5.8, 5.9,	删除"10/100ng/mt"。 报范条文表述。	专家组	采纳	

1	6.2	*0.00001g*特改为*0.01mg*。	专家组	果納
5	6.4	制能"超声波消洗机"。	专家组	采纳
6	7	明知空白样品制备要求表述。	专家组	采纳
7	8.1	·組典提取 20min 修改方 海旋接取 20min"。	专家组	采纳
8	r	增加条。提及匹配混合标准系列洛液的制备"及相应的内容。	专家组	未功
9	8.2.2	投点质谱参考条件表述。	卡家祖	采纳
10	8.2.5	修改为'空白越信匹配帛液稀释后重新测定。与基质匹配标准消波的质量 浓度相差不疑过 30W'。	专家组	采纳

1	刑录B	(2) 定量离子对修改为定量离子。 (3) 进一步级改定量离子色谱图。	专家组	果的
12	编制进明	 (1) 补充混合标准储备溶液溶剂选择的依据。 (2) 增加中性氧化铝分散净化方式与商品化氧化铝萃取柱净化的比较数据。 (3) 补充针对呋喃苯烯酸钠的混取净化多种优化效据。使 10 种硝基呋喃化合物与斯伦测目标的一致。 (4) 补充单标储备溶液的稳定性数据。 (5) 债实加标间收实验浓度与定量限的对应性。 	专家组	未的
13	标准文本 及编制说 明	接 GB/T 11-2020 和 GB/T 20001.4-2015 的要求规范标准文本及编制误明。	专家组	未 佐

附件4《标准验证报告》

中华人民共和国农业行业标准

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》

验证报告

委托单位:上海市质量监督检验技术研究院

验证单位:南京海关动植物与食品检测中心

验证时间: 2024年5月6日至2024年5月30日

验证报告

受上海市质量监督检验技术研究院委托,我单位根据其提供的《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准征求意见稿,对标准的技术指标进行了验证。

1. 验证的方法及材料

1.1 验证的方法

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》标准征求意见稿及编制说明。

1.2 验证的样品

牛精料补充料、禽配合饲料、禽预混饲料、禽浓缩饲料、猪预混饲料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、饲料添加剂(植物提取物)和饲料添加剂(生物发酵)。

1.3 仪器设备品牌

AB 6500+液相色谱-串联质谱仪。

1.4 液相色谱-串联质谱条件

1.4.1 液相色谱参考条件

色谱柱: C18柱, 100 mm× 2.1 mm, 粒径1.9 μm;

柱温: 40℃;

进样量: 2 µL;

流动相: A相为水, B相为乙腈, 梯度洗脱程序见表1:

流速: 0.35 mL/min。

表 1 梯度洗脱程序

	时间	A	В
	(min)	(%)	(%)
-	0.00	90	10
	1.00	90	10
	2.50	10	90
	4.00	10	90
	4.10	90	10
	7.00	90	10

1.4.2 质谱参考条件

电离方式: 电喷雾电离 (ESI);

检测方式: 多反应监测 (MRM);

喷雾气: 50psi;

辅助加热气: 50psi;

气帘气: 35psi;

碰撞气: 9;

离子源温度: 500℃;

离子化电压: 5500V。

多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量见表2。

表 2 10 种硝基呋喃类化合物的多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量的参考值

被测物名称	监测离子对	锥孔电压	碰撞能量	
100 100 100 100	(m/z)	(Db)	(CE)	扫描方式
呋喃西林	199.1 >182.0a	40	10	工成了
以人 明初 产马 化下	199.1 > 136.0	40	15	正离子
呋喃唑酮	226.0 > 122.1 ^a	40	20	工家乙
·八·阳·土丽	226.0 > 139.0	40	15	正离子
硝呋吡醇	$247.0 > 154.1^{a}$	40	15	正离子
和日代和北田子	247.0> 229.0	40	30	正离丁
硝呋齐特	276.0 > 121.1 ^a	40	20	正离子
4月12人フト15	276.0> 93.0	40	40	正呙丁
呋喃它酮	$325.1 > 252.1^{a}$	40	15	正离子
	325.1>281.0	40	25	正两丁
硝呋烯腙	$361.1 > 180.0^{a}$	40	20	工家で
おけっとくとはいか	361.1> 302.0	40	20	正离子
硝呋索尔	$366.0 > 211.0^{a}$	40	20	正离子
門の無ハ	366.0 > 156.0	40	35	正為丁
硝呋醛肟	$155.0 > 95.1^a$	20	10	各文艺
おは、人人はまり	155.0 > 81.0	20	10	负离子
 卡喃苯烯酸钠	$258.1 > 214.1^{a}$	20	10	名文マ
	258.1> 184.1	20	20	负离子
呋喃妥因	237.1 > 152.1 ^a	20	10	名文マ
八州 久四	237.1 > 194.0	20	15	负离子

2. 验证的内容与结果

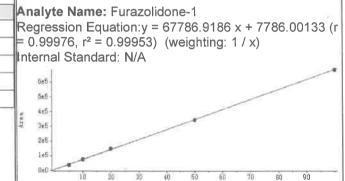
2.1 标准曲线

将十种硝基呋喃类药物用各种空白基质液稀释成混合标准系列溶液,其中呋喃西林,硝呋索尔,硝呋醛肟,呋喃妥因,硝呋烯腙,呋喃苯烯酸钠的浓度为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL,呋喃唑酮,硝呋吡醇,硝呋齐特,呋喃它酮的浓度为 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL 供液相色谱-串联质谱仪测定。标准曲线回归方程及相关系数见表 3-表 11。

Sample Name Area Conc Analyte Name: Nitrofurazone-1 Regression Equation:y = 22504.29121 x + -4.26540e4 6.159e4 5.00 牛精料补充料-5 $(r = 0.99838, r^2 = 0.99677)$ (weighting: 1 / x) 1.747e5 10.00 牛精料补充料-10 Internal Standard: N/A 牛精料补充料-20 4.637e5 20.00 2. De6 -50.00 牛精料补充料-50 1.084e6 牛精料补充料-100 2.166e6 100.00 L.5e6 1. De6 5. De5

表 3 牛精料补充料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	
牛精料补充料-5	3.993e4	0.50	
牛精料补充料-10	7.724e4	1.00	
牛精料补充料-20	1.487e5	2.00	
牛精料补充料-50	3.435e5	5.00	
牛精料补充料-100	6.836e5	10.00	

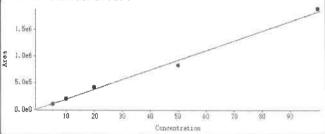


Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurpirinol-1
牛精料补充料-5	3.533e4	0.50	Regression Equation:y = 70770.6240 x + 4395.83311 (r
牛精料补充料-10	7.825e4	1.00	$= 0.99823$, $r^2 = 0.99647$) (weighting: 1 / x)
牛精料补充料-20	1.626e5	2.00	Internal Standard: N/A
牛精料补充料-50	3.482e5	5.00	7e5 - 6e5 -
牛精料补充料-100	7.068e5	10.00	565-
			3e5 2e5 1e5 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90

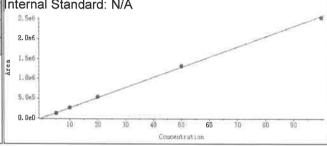
Sample Name	Area	Conc
牛精料补充料-5	1.055e5	0.50
牛精料补充料-10	2.079e5	1.00
牛精料补充料-20	4.179e5	2.00
牛精料补充料-50	8.309e5	5.00
牛精料补充料-100	1.894e6	10.00

Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = 181359.0079 x + 20147.27578 (r = 0.99630, r^2 = 0.99261) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A



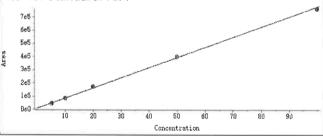
Sample Name	Area	Conc
牛精料补充料-5	1.268e5	5.00
牛精料补充料-10	2.664e5	10.00
牛精料补充料-20	5.348e5	20.00
牛精料补充料-50	1.313e6	50.00
牛精料补充料-100	2.535e6	100.00

Analyte Name: Nifursol-1
Regression Equation:y = 25678.62524 x + 5178.47409
(r = 0.99969, r² = 0.99937) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc
牛精料补充料-5	4.630e4	5.00
牛精料补充料-10	8.625e4	10.00
牛精料补充料-20	1.739e5	20.00
牛精料补充料-50	4.022e5	50.00
牛精料补充料-100	7.645e5	100.00

Analyte Name: Nitrovin-1
Regression Equation:y = 7691.79310 x + 10019.22655
(r = 0.99934, r² = 0.99868) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furaltadone-1
牛精料补充料-5	7.966e4	0.50	Regression Equation:y = 171503.4925 x + -5583.093
牛精料补充料-10	1.711e5	1.00	$(r = 0.99924, r^2 = 0.99847)$ (weighting: 1 / x)
牛精料补充料-20	3.390e5	2.00	Internal Standard: N/A
牛精料补充料-50	8.088e5	5.00	1.566
牛精料补充料-100	1.746e6	10.00	
			6 1.066-
			5.0e5-
			A Property of the second of th
			0,040

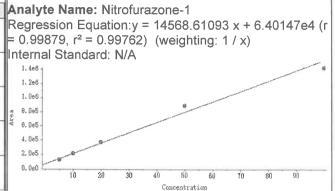
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
牛精料补充料-5	1.017e4	5.00	Regression Equation:y = 1968.39159 x + 1546.47373 (
牛精料补充料-10	2.270e4	10.00	$= 0.99881, r^2 = 0.99762)$ (weighting: 1 / x)
牛精料补充料-20	4.398e4	20.00	Internal Standard: N/A
牛精料补充料-50	9.759e4	50.00	
牛精料补充料-100	1.975e5	100.00	1. SeS -
			5. 0e4
			0, Ue0 10 20 36 40 50 90 70 90 90 Consentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
牛精料补充料-5	1.805e4	5.00	Regression Equation:y = 2998.31399 x + 1651.96997
牛精料补充料-10	3.182e4	10.00	= 0.99844, r ² = 0.99689) (weighting: 1 / x)
牛精料补充料-20	5.565e4	20.00	Internal Standard: N/A
牛精料补充料-50	1.471e5	50.00	3, De5 4
牛精料补充料-100	3.103e5	100.00	2, 565 - 2, 065 -
			1.565
			1.0e5
			5.0e4
			0. De6 10 20 30 40 50 60 70 60 90
			Concentration

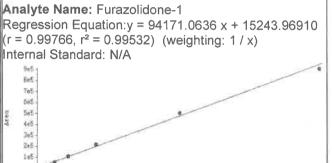
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
牛精料补充料-5	6.007e4	5.00	Regression Equation:y = 8016.96352 x + 23958.41433
牛精料补充料-10	1.059e5	10.00	$(r = 0.99867, r^2 = 0.99734)$ (weighting: 1 / x)
牛精料补充料-20	2.016e5	20.00	Internal Standard: N/A
牛精料补充料-50	4.156e5	50.00	965 765
牛精料补充料-100	8.199e5	100.00	6e5
		'	5e5 4e5 3e5 2e6 1e5 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90

表 4 饲料添加剂(植物提取物)中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.264e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.149e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	3.697e5	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	8.863e5	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.418e6	100.00



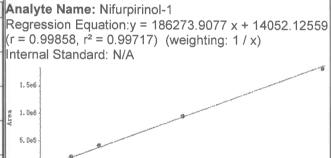
Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(植物提 取物)-5	5.636e4	0.50
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.124e5	1.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	2.183e5	2.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	5.138e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	9.175e5	10.00



50

7B 80

Sample Name	Area	Conc	
饲料添加剂(植物提取物)-5	9.440e4	0.50	
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.119e5	1.00	
饲料添加剂(植物提取物)-20	4.181e5	2.00	
饲料添加剂(植物提取物)-50	9.582e5	5.00	
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.834e6	10.00	

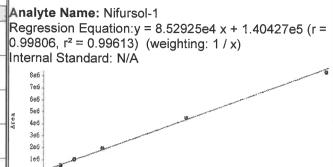


Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
饲料添加剂(植物提取物)-5	3.488e5	0.50	Regression Equation:y = 6.2252 0.99902, r² = 0.99804) (weightii
饲料添加剂(植物提取物)-10	6.943e5	1.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提取物)-20	1.394e6	2.00	5e6 - 4e6 - 5 3e6 -
饲料添加剂(植物提取物)-50	3.265e6	5.00	296
饲料添加剂(植物提取物)_100	6.134e6	10.00	0e0 10 20 30 40 50

Regression Equation:y = 6.22526e5 x + 6.38808e4 (r = 0.99902, $r^2 = 0.99804$) (weighting: 1/x) Internal Standard: N/A 5e6 4e6 3e6 2e8 70 80 90

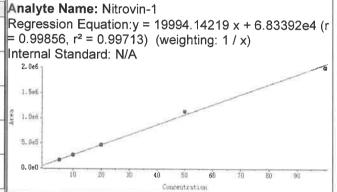
Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(植物提取物)-5	5.021e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.050e6	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	1.993e6	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	4.543e6	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	8.394e6	100.00



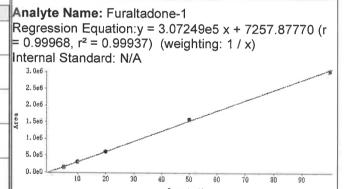
50

60

Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.644e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.705e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	4.649e5	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.136e6	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	2.005e6	100.00



Sample Name	Area	Cone
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.572e5	0.50
饲料添加剂(植物提取物)-10	3.157e5	1.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	6.248e5	2.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.591e6	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	3.032e6	10.00



Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(植物提 取物)-5	1.041e4	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.173e4	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	4.387e4	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	9.746e4	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.909e5	100.00

Regression Equation:y = 1918.67883 x + 1876.66135 (r = 0.99885, r² = 0.99771) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

Concentration

Analyte Name: Nifuroxime-1

Sample Name	Area	Conc	
饲料添加剂(植物提取物)-5	2.223e4	5.00	
饲料添加剂(植物提取物)-10	3.585e4	10.00	
饲料添加剂(植物提取物)-20	7.767e4	20.00	
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.763e5	50.00	
饲料添加剂(植物提取物)-100	3.572e5	100.00	

Analyte Name: Nitrofurantoin-1
Regression Equation:y = 3515.61489 x + 3777.16887 (r = 0.99932, r² = 0.99865) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(植物提取物)-5	6.301e4	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.172e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	2.209e5	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	4.859e5	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	8.965e5	100.00

Analyte Name: Nifurstylenate-1
Regression Equation:y = 8995.18159 x + 23868.70735
(r = 0.99831, r² = 0.99662) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

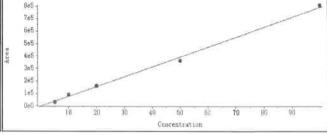
表 5 禽配合饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
禽配合饲料-5	1.368e5	5.00	Regression Equation:y = 24810.59716 x + 23149.69146
禽配合饲料-10	2.887e5	10.00	$(r = 0.99959, r^2 = 0.99917)$ (weighting: 1 / x)
禽配合饲料-20	5.279e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	1.270e6	50.00	
禽配合饲料-100	2.483e6	100.00	2, 9e6
			1. 0e6 6. 0e5 0. 0e0

Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
4.274e4	0.50	Regression Equation:y = 77113.7650 x + 4558.00788
8.145e4	1.00	$= 0.99996$, $r^2 = 0.99992$) (weighting: 1 / x)
1.617e5	2.00	Internal Standard: N/A
3.876e5	5.00	7e5
7.759e5	10.00	6e5 - 5e5
		4e5 3e5 1e5 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 80
	4.274e4 8.145e4 1.617e5 3.876e5	4.274e4 0.50 8.145e4 1.00 1.617e5 2.00 3.876e5 5.00

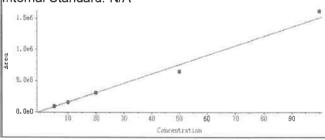
Sample Name	Area	Conc
禽配合饲料-5	3.171e4	0.50
禽配合饲料-10	8.813e4	1.00
禽配合饲料-20	1.632e5	2.00
禽配合饲料-50	3.637e5	5.00
禽配合饲料-100	8.072e5	10.00

Analyte Name: Nifurpirinol-1
Regression Equation:y = 79291.3089 x + -2595.80865
(r = 0.99718, r² = 0.99437) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc
禽配合饲料-5	9.225e4	0.50
禽配合饲料-10	1.516e5	1.00
禽配合饲料-20	3.103e5	2.00
禽配合饲料-50	6.478e5	5.00
禽配合饲料-100	1.619e6	10.00

Analyte Name: Nifuroxazide-1
Regression Equation:y = 150250.1234 x + 8272.17582
(r = 0.99288, r² = 0.98581) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Cone	Analyte Name: Nifursol-1
禽配合饲料-5	1.228e5	5.00	Regression Equation:y = 24647.64903 x + -
禽配合饲料-10	2.293e5	10.00	12287.89066 ($r = 0.99676$, $r^2 = 0.99352$) (weighting
禽配合饲料-20	4.643e5	20.00	X)
禽配合饲料-50	1.104e6	50.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-100	2.578e6	100.00	2, 9e6
			1.566
			1.0e6
. FA			5. De5

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrovin-1
禽配合饲料-5	5.600e4	5.00	Regression Equation:y = 9628.80959 x + -568.90838 (r
禽配合饲料-10	8.558e4	10.00	$= 0.99549$, $r^2 = 0.99101$) (weighting: 1 / x)
禽配合饲料-20	1.866e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	4.336e5	50.00	
禽配合饲料-100	1.017e6	100.00	8.0e5
\$ = #			2.0e5 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furaltadone-1
禽配合饲料-5	7.905e4	0.50	Regression Equation:y = 170086.7224 x + -4913.0944
禽配合饲料-10	1.702e5	1.00	$(r = 0.99962, r^2 = 0.99924)$ (weighting: 1 / x)
禽配合饲料-20	3.364e5	2.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	8.161e5	5.00	1.5e6
禽配合饲料-100	1.720e6	10.00	
10 10 10		·	5. Be5

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
禽配合饲料-5	9.772e3	5.00	Regression Equation:y = 2036.30791 x + 250.987
禽配合饲料-10	2.149e4	10.00	$= 0.99974$, $r^2 = 0.99949$) (weighting: 1 / x)
禽配合饲料-20	4.218e4	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	1.020e5	50.00	2.0e5
禽配合饲料-100	2.026e5	100.00	1, 5e5
			5. 0e4 - 0, 9e0
			18 20 30 40 50 60 70 80 :

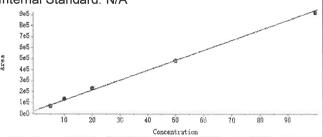
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
禽配合饲料-5	1.550e4	5.00	Regression Equation:y = 3172.60691 x + -3.31738 (r =
禽配合饲料-10	3.316e4	10.00	0.99983, r ² = 0.99966) (weighting: 1 / x)
禽配合饲料-20	6.171e4	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	1.596e5	50.00	3.0e5
禽配合饲料-100	3.169e5	100.00	2, 5e5
			1, 565
			1. 0e5 - 5. 0e4 -
			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration

Sample Name	Area	Cone	Analyte Name: Nifurstylenate-1
禽配合饲料-5	6.548e4	5.00	Regression Equation:y = 9622.92838 x + 18135.81785
禽配合饲料-10	1.120e5	10.00	$(r = 0.99955, r^2 = 0.99910)$ (weighting: 1 / x)
禽配合饲料-20	2.222e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	4.882e5	50.00	
禽配合饲料-100	9.829e5	100.00	865
			Ge5 4e5 2e5 Be0 10 20 30 40 50 65 70 80 90
			Concentration

表 6 禽预混饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

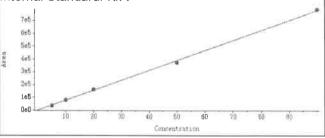
Sample Name	Area	Conc
禽预混饲料-5	6.663e4	5.00
禽预混饲料-10	1.343e5	10.00
禽预混饲料-20	2.334e5	20.00
禽预混饲料-50	4.807e5	50.00
禽预混饲料-100	9.185e5	100.00

Analyte Name: Nitrofurazone-1
Regression Equation:y = 9064.52822 x + 3.13230e4 (r = 0.99691, r² = 0.99382) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



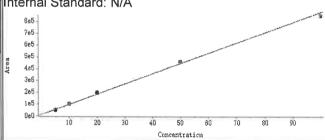
Sample Name	Area	Conc
禽预混饲料-5	3.740e4	0.50
禽预混饲料-10	7.933e4	1.00
禽预混饲料-20	1.645e5	2.00
禽预混饲料-50	3.744e5	5.00
禽预混饲料-100	7.877e5	10.00

Analyte Name: Furazolidone-1 Regression Equation:y = $78024.5076 \times + -22.42052$ (r = 0.99933, r² = 0.99866) (weighting: 1/x) Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc
禽预混饲料-5	5.022e4	0.50
禽预混饲料-10	1.055e5	1.00
禽预混饲料-20	2.001e5	2.00
禽预混饲料-50	4.616e5	5.00
禽预混饲料-100	8.522e5	10.00

Analyte Name: Nifurpirinol-1
Regression Equation:y = 86682.9064 x + 13194.83380
(r = 0.99818, r² = 0.99637) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
禽预混饲料-5	1.063e5	0.50	Regression Equation:y = 161941.4527 x + 3.09532e4 (r
禽预混饲料-10	1.861e5	1.00	$= 0.99829$, $r^2 = 0.99658$) (weighting: 1 / x)
禽预泥饲料-20	3.964e5	2.00	Internal Standard: N/A
禽预混饲料-50	8.432e5	5.00	1,566
禽预混饲料-100	1.619e6	10.00	
			1.066
			5.0e5
			0.000
			18 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

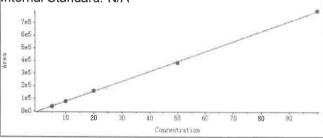
Sample Name	Area	Conc
禽预混饲料-5	1.364e5	5.00
禽预混饲料-10	2.790e5	10.00
禽预混饲料-20	5.635e5	20.00
禽预混饲料-50	1.266e6	50.00
禽预混饲料-100	2.606e6	100.00

Analyte Name: Nifursol-1
Regression Equation:y = 25823.79214 x + 14786.28059
(r = 0.99938, r² = 0.99876) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

2.5e6
2.0e6
1.5e6
5.0e6
1.0e6
1.0e6
5.0e6
1.0e6
1.0e6
1.0e6

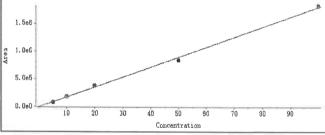
Sample Name	Area	Conc
禽预混饲料-5	4.113e4	5.00
禽预混饲料-10	7.825e4	10.00
禽预混饲料-20	1.652e5	20.00
禽预混饲料-50	3.840e5	50.00
禽预混饲料-100	7.932e5	100.00

Analyte Name: Nitrovin-1
Regression Equation:y = 7856.23005 x + 1695.16411 (r = 0.99966, r² = 0.99932) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc
禽预混饲料-5	8.064e4	0.50
禽预混饲料-10	1.788e5	1.00
禽预混饲料-20	3.849e5	2.00
禽预混饲料-50	8.447e5	5.00
禽预混饲料-100	1.824e6	10.00

Analyte Name: Furaltadone-1
Regression Equation:y = 180368.2546 x + -4714.59704
(r = 0.99860, r² = 0.99720) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
禽预混饲料-5	9.672e3	5.00	Regression Equation:y = 2036.97030 x + 845.68928 (r
禽预混饲料-10	2.294e4	10.00	$= 0.99891$, $r^2 = 0.99782$) (weighting: 1 / x)
禽预混饲料-20	4.406e4	20.00	Internal Standard: N/A
禽预混饲料-50	1.030e5	50.00	2. 065
禽预混饲料-100	2.013e5	100.00	1.565
			8 1. De5
			5, 0e4
			8. DeG 10 20 36 40 50 60 70 80 90
			Concentration

Sample Name	Area	Cone
禽预混饲料-5	1.622e4	5.00
禽预混饲料-10	3.101e4	10.00
禽预混饲料-20	6.105e4	20.00
禽预混饲料-50	1.434e5	50.00
禽预混饲料-100	3.189e5	100.00

Analyte Name: Nitrofurantoin-1
Regression Equation:y = 3081.04577 x + 133.18795 (r = 0.99843, r² = 0.99686) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

3.065
2.565
1.565
1.065
5.064

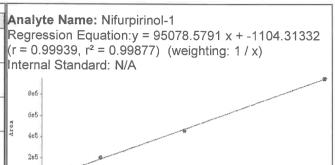
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
禽预混饲料-5	7.185e4	5.00	Regression Equation:y = 9225.94514 x + 3.74389e4
禽预混饲料-10	1.416e5	10.00	$= 0.99552$, $r^2 = 0.99107$) (weighting: 1 / x)
禽预混饲料-20	2.486e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽预混饲料-50	5.074e5	50.00	965 4 865 -
禽预混饲料-100	9.245e5	100.00	7e5 - 9e5 -
		d .	55 565 465 365 265 165 165 165 165 165 165 165 165 165 1
			Concentration

表 7 饲料添加剂 (生物发酵) 中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
饲料添加剂(生物发 酵)-5	1.057e5	5.00	Regression Equation:y = 12093.53975 x + 5.46818e4 = 0.99749, r ² = 0.99498) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.801e5	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	3.300e5	20.00	1. 0e6 - 3. 0e5 - 2. 6. fre5 -
饲料添加剂(生物发酵)-50	6.649e5	50.00	4.0e5. 2.0e5.
饲料添加剂(生物发 酵). -100	1.230e6	100.00	U. 0e0 18 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

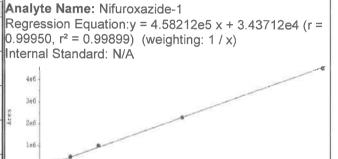
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
饲料添加剂(生物发 酵)-5	4.386e4	0.50	Regression Equation:y = 74094.9157 x + 9200.65428 (= 0.99939, r² = 0.99879) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(生物发 酵)-10	8.361e4	1.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	1.686e5	2.00	565 - 565 - 8 445 -
饲料添加剂(生物发 酵)-50	3.775e5	5.00	3e5 - 2e5 -
饲料添加剂(生物发酵)-100	7.432e5	10.00	10 20 30 40 50 66 70 80 90 Consentration

Sample Name	Area	Conc	
饲料添加剂(生物发 酵)-5	4.532e4	0.50	
饲料添加剂(生物发酵)-10	9.132e4	1.00	
饲料添加剂(生物发酵)-20	2.031e5	2.00	
饲料添加剂(生物发酵)-50	4.632e5	5.00	
饲料添加剂(生物发酵)-100	9.505e5	10.00	



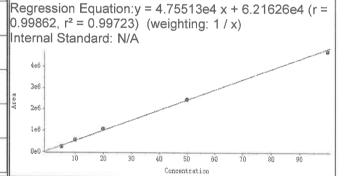
50

Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂(生物发酵)-5点点	2.483e5	0.50
饲料添加剂(生物发酵)-10	4.985e5	1.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	1.011e6	2.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	2.317e6	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	4.573e6	10.00



Concentration

Sample Name	Area	Conc
饲料添加剂 (生物发	2.671e5	5.00
酵)-5		
饲料添加剂(生物发	5.698e5	10.00
酵)-10		
饲料添加剂(生物发	1.087e6	20.00
酵)-20		
饲料添加剂(生物发	2.478e6	50.00
酵)-50		
饲料添加剂 (生物发	4.706e6	100.00
酵)-100		



Analyte Name: Nifursol-1

Sample Name	Area	Cone
饲料添加剂(生物发酵)-5	8.148e4	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.445e5	10.00
饲料添加剂(生物发 酵)-20	2.683e5	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	6.560e5	50.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.185e6	100.00

Analyte Name: Nitrovin-1
Regression Equation:y = 11960.39348 x + 24567.45698
(r = 0.99890, r² = 0.99780) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

-(φ₁)**

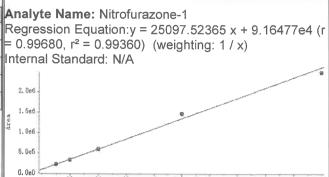
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
饲料添加剂(生物发酵)-5	9.359e3	5.00	Regression Equation:y = 1898.61271 x + 249.76791 (r = 0.99961, r² = 0.99923) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.911e4	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	3.984e4	20.00	1. Se5 -
饲料添加剂(生物发 酵)-50	9.713e4	50.00	5,004
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.871e5	100.00	0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

Sample Name	Area	Сопс	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
饲料添加剂(生物发酵)-5	1.467e4	5.00	Regression Equation:y = $2878.23289 x + -808.91703 (r = 0.99966, r^2 = 0.99931)$ (weighting: $1/x$)
饲料添加剂(生物发酵)-10	2.609e4	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	5.597e4	20.00	2. De5 - 2 1. 5e5 -
饲料添加剂(生物发酵)-50	1.424e5	50.00	1.9e5
饲料添加剂(生物发酵)-100	2.893e5	100.00	0.8e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

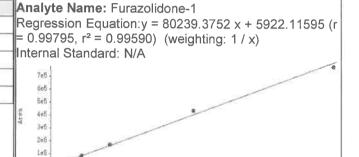
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
饲料添加剂(生物发酵)-5.	6.776e4	5.00	Regression Equation:y = 9380.28171 x + 28089.13347 $(r = 0.99617, r^2 = 0.99236)$ (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.212e5	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	2.493e5	20.00	7e5 6e5 5 5e6
饲料添加剂(生物发酵)-50	5.061e5	50.00	4e5- 3e5- 2e5-
饲料添加剂(生物发酵)-100	9.314e5	100.00	165 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

表 8 猪预混饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc
猪预混饲料-5	2.153e5	5.00
猪预混饲料-10	3.290e5	10.00
猪预混饲料-20	6.011e5	20.00
猪预混饲料-50	1.473e6	50.00
猪预混饲料-100	2.483e6	100.00



Sample Name	Area	Conc
猪预混饲料-5	4.390e4	0.50
猪预混饲料-10	8.510e4	1.00
猪预混饲料-20	1.713e5	2.00
猪预混饲料-50	4.378e5	5.00
猪预混饲料-100	7.759e5	10.00



Concentration

Concentration

Sample Name	Area	Conc
猪预混饲料-5	4.493e4	0.50
猪预润饲料-10	1.175e5	1.00
猪预混饲料-20	2.327e5	2.00
猪预混饲料-50	5.405e5	5.00
猪预混饲料-100	1.044e6	10.00

Analyte Name: Nifurpirinol-1
Regression Equation:y = 106839.9354 x + 523.79193 (r = 0.99814, r² = 0.99628) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

1.0e6
8.0e5
6.0e5

Concentration

Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
猪预混饲料-5	1.511e5	0.50	Regression Equation:y = 170441.8430 x + 6.20136e4 (r
猪预混饲料-10	2.151e5	1.00	= 0.99810, r ² = 0.99619) (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	4.347e5	2.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	8.688e5	5.00	1,566
猪预混饲料-100	料-100 1.793e6 10.00		1,000
	,		8 1,0e6
			5. 0e5 -
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90

2.0e5

20

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifursol-1
猪预混饲料-5	1.555e5	5.00	Regression Equation:y = 25389.35281 x + 3.42739e4
猪预混饲料-10	2.938e5	10.00	$= 0.99971$, $r^2 = 0.99941$) (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	5.630e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	1.278e6	50.00	2.566
猪预混饲料-100	2.578e6	100.00	2. 0e6
			1.5e6
			1.0e6
			5. 0e5 -
			0,000

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrovin-1
猪预混饲料-5	8.316e4	5.00	Regression Equation:y = 9821.12937 x + 3.215466
猪预混饲料-10	1.260e5	10.00	= 0.99988, r ² = 0.99975) (weighting: 1 / x)
猪预湿饲料-20	2.297e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪预混词料-50	5.221e5	50.00	1.066
猪预混饲料-100	1.017e6	100.00	8. De5
		·	6, 0e5 - 4, 0e5 - 2, 0e5 - 0, 0e6 -
			10 20 38 40 50 60 70 80 90 Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furaltadone-1
猪预混饲料-5	1.074e5	0.50	Regression Equation:y = 222731.0591 x + 910.01549 (r
猪预混饲料-10	2.338e5	1.00	= 0.99987, r ² = 0.99974) (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	4.476e5	2.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	1.110e6	5.00	2. De6
猪预混饲料-100	2.226e6	10.00	1,5e6
			5. Qe5
-12-11 77-29			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
猪预泥饲料-5	9.197e3	5.00	Regression Equation:y = 2057.38870 x + -520.81849 (
猪预混饲料-10	1.920e4	10.00	$= 0.99863$, $r^2 = 0.99727$) (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	4.545e4	20.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	1.016e5	50.00	2. 9e5
猪预混饲料-100	2.026e5	100.00	1.5e5
and a greater and grow highlights.			1.0e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90

Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
1.306e4	5.00	Regression Equation:y = 3228.26920 x + -567.04477
3.589e4	10.00	$= 0.99857$, $r^2 = 0.99713$) (weighting: 1 / x)
6.615e4	20.00	Internal Standard: N/A
1.624e5	50.00	3.0e5
3.169e5	100.00	2, 5e5
		2. 0e5 1. 5e5 1. 0e6 5. 0e4 0. 0e0 10 20 30 40 50 60 70 89 90
	1.306e4 3.589e4 6.615e4 1.624e5	1.306e4 5.00 3.589e4 10.00 6.615e4 20.00 1.624e5 50.00

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
猪预混饲料-5	6.133e4	5.00	Regression Equation:y = 9720.89958 x + 19181.16631
猪预混饲料-10	1.243e5	10.00	$(r = 0.99878, r^2 = 0.99756)$ (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	2.284e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	4.973e5	50.00	865
猪预混饲料-100	9.829e5	100.00	
			8e5 4e5 - 2e5 - 10 20 30 40 50 68 70 60 90 Concentration

表 9 禽浓缩饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
禽浓缩饲料-5	8.166e4	5.00	Regression Equation:y = 11812.23634 x + 27127.2718
禽浓缩饲料-10	1.466e5	10.00	$(r = 0.99919, r^2 = 0.99838)$ (weighting: 1 / x)
禽浓缩饲料-20	2.779e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽浓缩饲料-50	6.333e5	50.00	1.000
禽浓缩饲料-100	1.181e6	100.00	8, 0e5
			6.005
			4. 8a5
			2. 9e5 -
			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
禽浓缩饲料-5	3.274e4	0.50	Regression Equation:y = 58352.4711 x + 7762.55054 (i
禽浓缩饲料-10	7.157e4	1.00	$= 0.99869, r^2 = 0.99739)$ (weighting: 1 / x)
禽浓缩饲料-20	1.328e5	2.00	Internal Standard: N/A
禽浓缩饲料-50	2.967e5	5.00	565
禽浓缩饲料-100	5.845e5	10.00	465
			2e5 1e6 1e0 10 20 36 40 50 60 70 80 90 Concentration

Sample Name	Area	Conc
禽浓缩饲料-5	5.550e4	0.50
禽浓缩饲料-10	1.412e5	1.00
禽浓缩饲料-20	2.841e5	2.00
禽浓缩饲料-50	6.811e5	5.00
禽浓缩饲料-100	1.277e6	10.00

Analyte Name: Nifurpirinol-1
Regression Equation:y = 131964.4338 x + -425.76037
(r = 0.99813, r² = 0.99627) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

1.2e6
1.0e6
8.0e5
4.0e5
2.0e5

Sample Name	Area	Conc
禽浓缩饲料-5	2.418e5	0.50
禽浓缩饲料-10	4.496e5	1.00
禽浓缩饲料-20	8.818e5	2.00
禽浓缩饲料-50	2.048e6	5.00
禽浓缩饲料-100	3.979e6	10.00

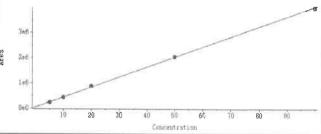
Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = $3.96706e5 \times + 5.20897e4$ (r = 0.99973, r² = 0.99947) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

50

70

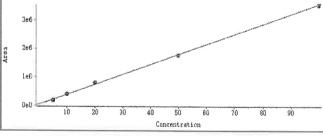
80

0.0e0



Sample Name	Area	Conc
禽浓缩饲料-5	2.045e5	5.00
禽浓缩饲料-10	4.234e5	10.00
禽浓缩饲料-20	8.108e5	20.00
禽浓缩饲料-50	1.784e6	50.00
禽浓缩词料-100	3.537e6	100.00

Analyte Name: Nifursol-1
Regression Equation:y = 3.51962e4 x + 4.95582e4 (r = 0.99890, r² = 0.99781) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrovin-1
禽浓缩饲料-5	8.612e4	5.00	Regression Equation:y = 1
禽浓缩饲料-10	1.306e5	10.00	(r = 0.99929, r ² = 0.99858)
禽浓缩饲料-20	2.781e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽浓华词料-50	6.603e5	50.00	1. 2e6
禽浓维饲料-100	1.294e6	100.00	1.006
Car Manager Control			8. 0e5
			\$ 6.0e5

Regression Equation:y = 12778.00640 x + 16942.09983 (r = 0.99929, r² = 0.99858) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

1.2e6
1.0e6
8.0e5
4.0e5
0.0e0
10 20 30 40 50 60 70 80 90
Concentration

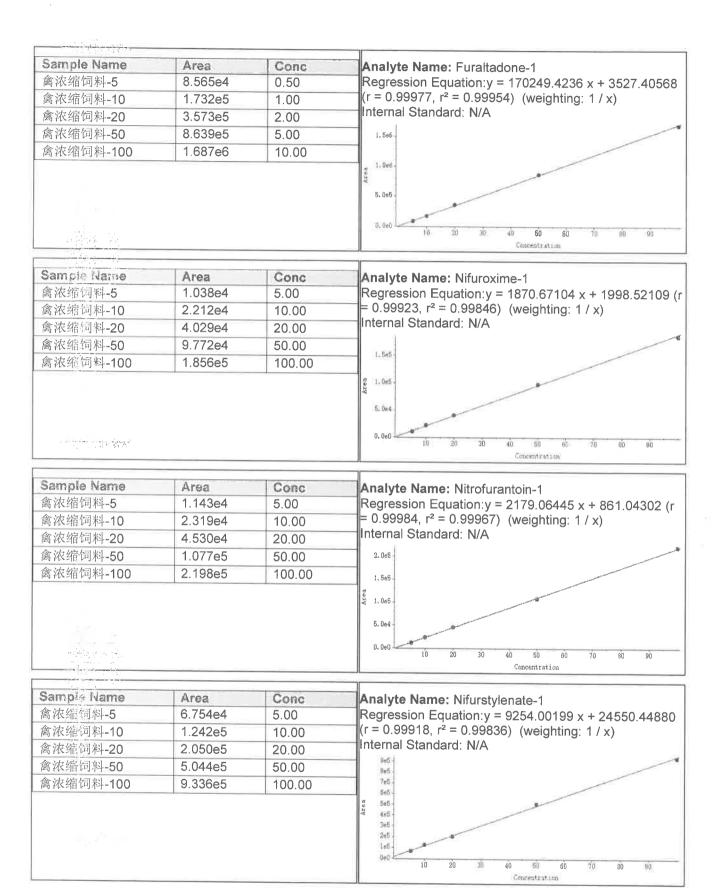


表 10 猪浓缩饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc
猪浓缩饲料-5	1.707e5	5.00
猪浓缩饲料-10	2.978e5	10.00
猪浓缩饲料-20	5.776e5	20.00
猪浓缩饲料-50	1.181e6	50.00
猪浓缩饲料-100	2.279e6	100.00

Sample Name

猪浓缩饲料-5

猪浓缩饲料-10

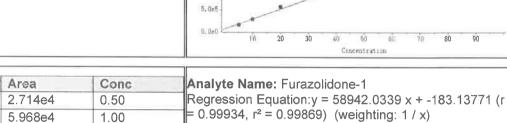
猪浓缩饲料-20 猪浓缩饲料-50

猪浓缩饲料-100

Analyte Name: Nitrofurazone-1 Regression Equation:y = 22431.40597 x + 7.11372e4 (r $= 0.99821, r^2 = 0.99643)$ (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6

50

80

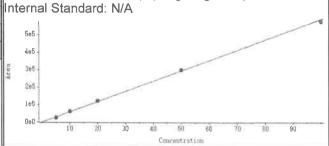


2.00

5.00

10.00

1.0ef



Sample Name	Area	Conc
猪浓缩饲料-5	2.618e4	0.50
猪浓缩饲料-10	8.663e4	1.00
猪浓缩饲料-20	1.704e5	2.00
猪浓缩饲料-50	3.980e5	5.00
猪浓缩饲料-100	8.094e5	10.00

1.241e5

3.013e5

5.772e5

Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation:y = 82570.1691 x + -7408.27435 $(r = 0.99786, r^2 = 0.99572)$ (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 7e5 ĉe5 5e5 4e5 3e5 2e5 le5

Concentration

70

80

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
猪浓缩词料-5	1.264e5	0.50	Regression Equation:y = 255746.3628 x + 12410.9452
猪浓缩饲料-10	2.887e5	1.00	$(r = 0.99929, r^2 = 0.99859)$ (weighting: 1 / x)
猪浓缩饲料-20	5.407e5	2.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-50	1.303e6	5.00	2,566
猪浓缩饲料-100	2.534e6	10.00	2. De6 -
			1.5e6 1.0e6 5.0e5 0.0e0 10 20 30 40 50 68 70 80 90

SeD

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifursol-1
猪浓缩饲料-5	1.313e5	5.00	Regression Equation:y = 25236.88755 x + 5693.629
猪浓缩饲料-10	2.604e5	10.00	$(r = 0.99985, r^2 = 0.99971)$ (weighting: 1 / x)
猪浓缩饲料-20	5.148e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-50	1.239e6	50.00	2,566
猪浓缩饲料-100	2.551e6	100.00	2, 0e6
days to a service and a servic			1.5e6
			1.066
			5. 0eS
			0, 0e0
			9, 000 - 10 20 30 40 50 50 70 80 93

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrovin-1
猪浓缩饲料-5	3.858e4	5.00	Regression Equation:y = 8495.54144 x + 2187.73152
猪浓缩饲料-10	9.416e4	10.00	= 0.99864, r ² = 0.99727) (weighting: 1 / x)
猪浓缩饲料-20	1.859e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-50	4.241e5	50.00	8e6 - 7e5 -
猪浓缩饲料-100	8.398e5	100.00	665
		·	Set 445 3e5 1e5 0e0 10 20 30 40 50 65 70 50 00

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furaltadone-1
猪浓缩饲料-5	6.443e4	0.50	Regression Equation:y = 152281.2266 x + -
猪浓缩饲料-10	1.467e5	1.00	10896.06979 (r = 0.99947, r ² = 0.99895) (weighting: 1 /
猪浓缩饲料-20	2.932e5	2.00	(x)
猪浓缩污染-50	7.197e5	5.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-100	1.539e6	10.00	1,560
			1. 0e6
			5. 9e5
			0,000

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
猪浓缩饲料-5	1.023e4	5.00	Regression Equation:y = 1855.53166 x + 1742.69719 (
猪浓缩饲料-10	2.140e4	10.00	$= 0.99955$, $r^2 = 0.99910$) (weighting: 1 / x)
猪浓缩饲料-20	4.028e4	20.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-50	9.398e4	50.00	
猪浓华饲料-100	1.861e5	100.00	1.5e5
			1.065
			5.0e4
Osmorpa			and the second s
			0.0e0 10 20 30 40 50 69 70 80 90
			Concentration

Sample Name Area Conc 猪浓缩饲料-5 1.150e4 5.00 2.371e4 10.00 猪浓缩饲料-10 4.991e4 猪浓缩饲料-20 20.00 猪浓缩饲料-50 1.102e5 50.00 猪浓缩饲料-100 2.455e5 100.00

Analyte Name: Nitrofurantoin-1
Regression Equation:y = 2392.55450 x + -361.13083 (r = 0.99826, r² = 0.99652) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A

2.0e5
1.5e6
5.0e4
0.0e0
10 20 30 40 50 60 78 80 90

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
猪浓缩饲料-5	4.761e4	5.00	Regression Equation:y = 8069.91635 x + 11455.1593
猪浓缩饲料-10	9.737e4	10.00	$(r = 0.99931, r^2 = 0.99861)$ (weighting: 1 / x)
猪浓缩饲料-20	1.816e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-50	4.126e5	50.00	705 -
猪浓缩饲料-100	8.110e5	100.00	6e5.
inglant so			5e5 3e5 2e5 1e6 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

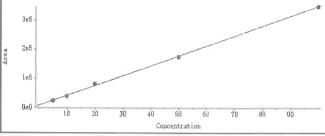
表 11 猪配合饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
猪配合饲料-5	1.076e5	5.00	Regression Equation:y = 13421.41261 x + 4.03972e4 (
猪配合饲料-10	1.671e5	10.00	$= 0.99953$, $r^2 = 0.99906$) (weighting: 1 / x)
猪配合饲料-20	3.222e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪配合饲料-50	7.228e5	50.00	1. 2e6
猪配合饲料-100	1.365e6	100.00	1.0e6 -
	1/		8, 0e5 - 8, 0e5 -
teritoria de la companya de la compa			4.045
			2, 0e6
			10 20 30 40 50 50 70 80 90 Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
猪配合饲料-5	2.622e4	0.50	Regression Equation:y = 41035.4198 x + 6505.10086 (
猪配合饲料-10	5.233e4	1.00	= 0.99878, r ² = 0.99755) (weighting: 1 / x)
猪配合饲料-20	8.164e4	2.00	Internal Standard: N/A
猪配合饲料-50	2.116e5	5.00	4e5
猪配合饲料-100	4.199e5	10.00	3e5
猪配合饲料-100			Dec 18 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

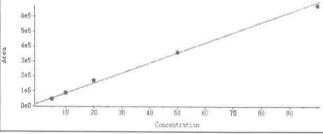
Sample Name	Area	Conc
猪配合饲料-5	2.412e4	0.50
猪配合饲料-10	3.861e4	1.00
猪配合饲料-20	8.196e4	2.00
猪配合饲料-50	1.743e5	5.00
猪配合饲料-100	3.472e5	10.00

Analyte Name: Nifurpirinol-1
Regression Equation:y = 34089.9744 x + 7089.50371 (r = 0.99888, r² = 0.99775) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



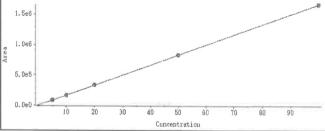
Sample Name	Area	Conc
猪配合饲料-5	4.804e4	0.50
猪配合饲料-10	8.926e4	1.00
猪配合饲料-20	1.724e5	2.00
猪配合饲料-50	3.624e5	5.00
猪配合饲料-100	6.733e5	10.00

Analyte Name: Nifuroxazide-1
Regression Equation:y = 67453.7663 x + 19493.59853
(r = 0.99752, r² = 0.99504) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc	
猪配合饲料-5	8.982e4	5.00	
猪配合饲料-10	1.642e5	10.00	
猪配合饲料-20	3.468e5	20.00	
猪配合饲料-50	8.379e5	50.00	
猪配合饲料-100	1.667e6	100.00	

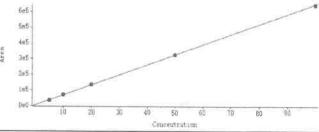
Analyte Name: Nifursol-1
Regression Equation:y = 16656.07739 x + 4928.77153
(r = 0.99985, r² = 0.99970) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc
猪配合饲料-5	3.592e4	5.00
猪配合饲料-10	7.061e4	10.00
猪配合饲料-20	1.376e5	20.00
猪配合饲料-50	3.272e5	50.00
猪配合饲料-100	6.425e5	100.00

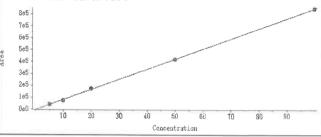
PARTY.

Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation:y = 6419.06372 x + 5265.84074 (r = 0.99984, r² = 0.99968) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A



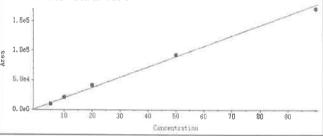
Sample Name	Area	Conc	
猪配合饲料-5	4.099e4	0.50	
猪配合饲料-10	7.757e4	1.00	
猪配合饲料-20	1.734e5	2.00	
猪配合饲料-50	4.194e5	5.00	
猪配合饲料-100	8.467e5	10.00	

Analyte Name: Furaltadone-1
Regression Equation:y = 84912.0892 x + -2568.31074
(r = 0.99974, r² = 0.99947) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



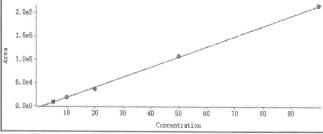
Sample Name	Area	Conc	
猪配合饲料-5	9.145e3	5.00	
猪配合饲料-10	2.060e4	10.00	
猪配合饲料-20	4.123e4	20.00	
猪配合饲料-50	9.242e4	50.00	
猪配合饲料-100	1.710e5	100.00	

Analyte Name: Nifuroxime-1
Regression Equation:y = 1755.68438 x + 1923.60423 (r = 0.99721, r² = 0.99443) (weighting: 1 / x)
Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc
猪配合饲料-5	9.575e3	5.00
猪配合饲料-10	1.886e4	10.00
猪配合饲料-20	3.777e4	20.00
猪配合饲料-50	1.089e5	50.00
猪配合饲料-100	2.158e5	100.00

Analyte Name: Nitrofurantoin-1 Regression Equation:y = $2172.53356 \times + -2204.78329$ (r = 0.99917, r² = 0.99833) (weighting: 1/x) Internal Standard: N/A



Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
猪配合饲料-5	5.241e4	5.00	Regression Equation:y = 5804.26328 x + 23440.70499
猪配合詞料-10	7.538e4	10.00	$(r = 0.99789, r^2 = 0.99579)$ (weighting: 1 / x)
猪配合针科-20	1.498e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪配合 同科-50	3.285e5	50.00	5 ₈ 5.
猪配合饲料-100	5.849e5	100.00	465
			3e5 - 2e5 - 1e5 - 1e5 - 1e5 - 2e0 30 40 50 60 70 60 90

从表 $3\sim$ 表 11 可以看出,在 5.0 ng/mL \sim 100 ng/mL 和 0.5ng/mL \sim 10.0 ng/mL 范围内,10 种硝基呋喃类化合物标准溶液浓度与峰面积的响应值线性关系良好,相关系数大于 0.99,能够满足检测分析的要求。

2.2 方法检出限、定量限及色谱图

按标准文本,添加适量标准溶液于 2.0g 空白饲料中(添加水平为 0.05 mg/kg 和 0.005 mg/kg , 经提取后测定, 10 种硝基呋喃类化合物的信噪比(S/N)均大于 10。因此,将呋喃西林、硝呋索尔、硝呋烯腙、硝呋醛肟、呋喃妥因、呋喃苯烯酸钠的检出限定为 0.02 mg/kg,定量限定为 0.05 mg/kg; 呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、呋喃它酮的检出限定为 0.002 mg/kg,定量限定为 0.005 mg/kg,可以满足日常测定的要求。色谱图见图 1~图 18。

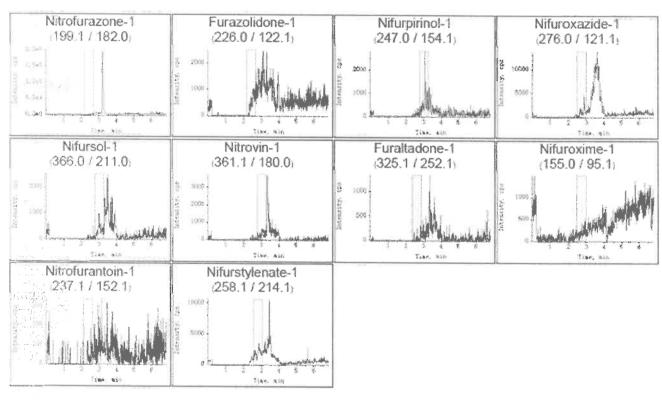


图 1 牛精料补充料空白基质色谱图

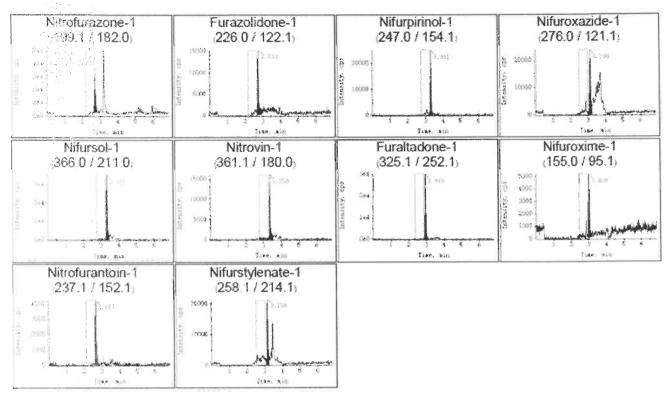


图 2 牛精料补充料定量限加标色谱图

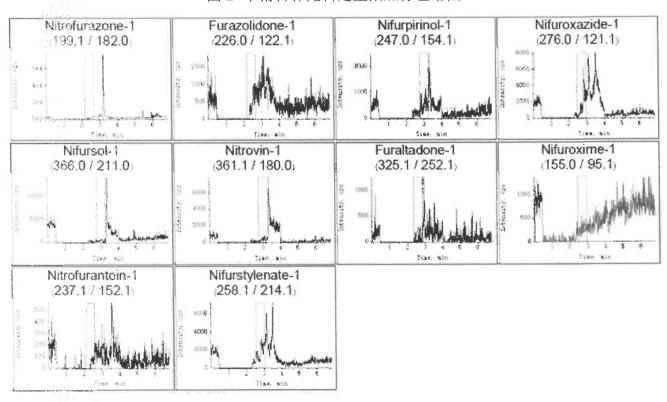


图 3 禽预混饲料空白基质色谱图

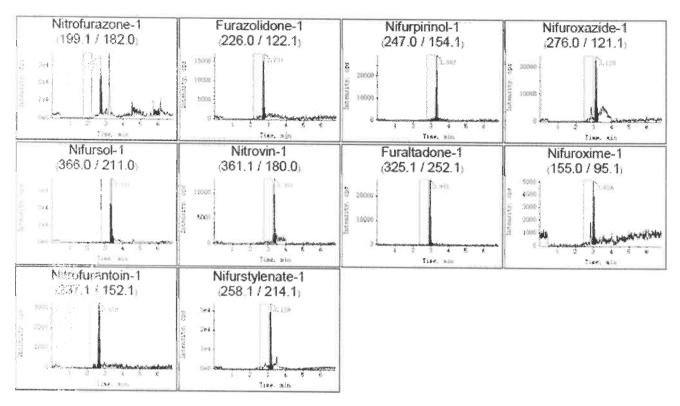


图 4 禽预混饲料定量限加标色谱图

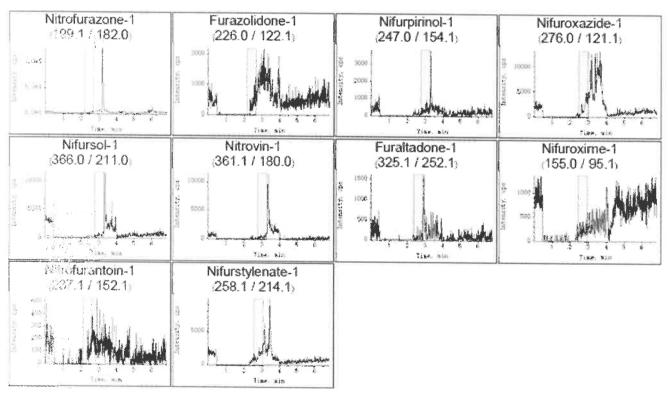


图 5 禽浓缩饲料空白基质色谱图

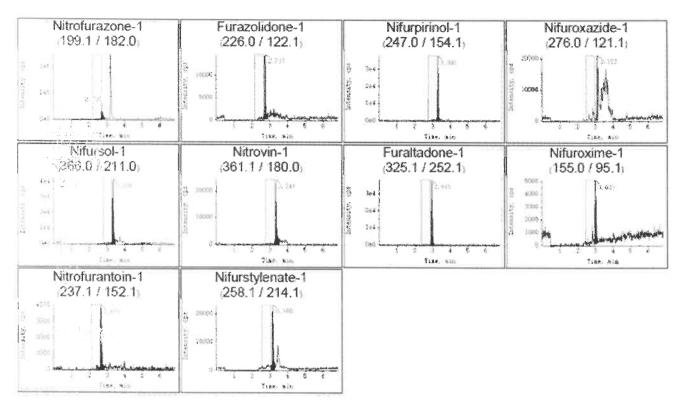


图 6 禽浓缩饲料定量限加标色谱图

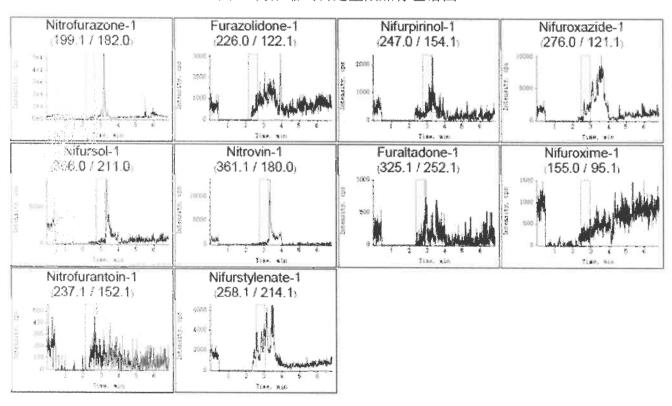


图 7 禽配合饲料空白基质色谱图

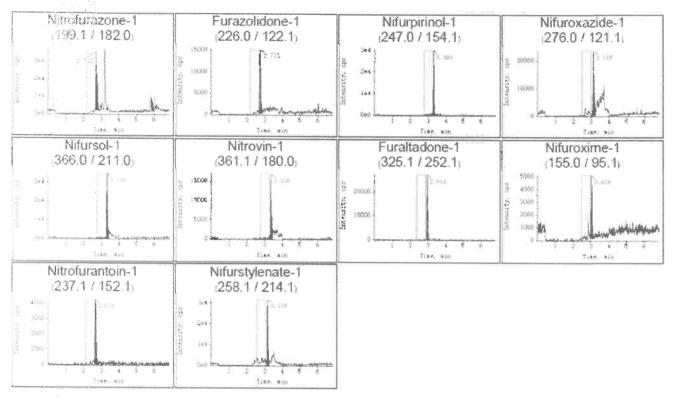


图 8 禽配合饲料定量限加标色谱图

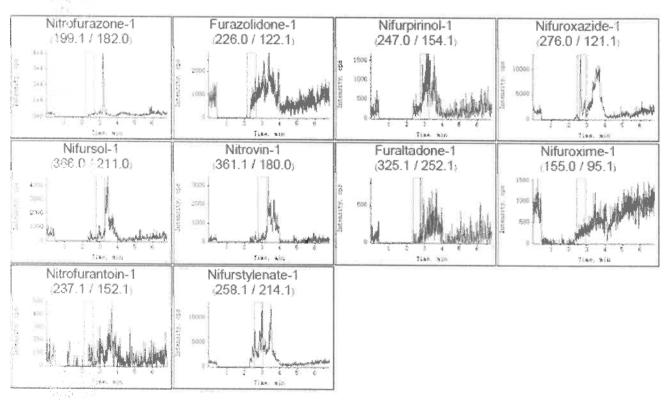


图 9 猪配合饲料空白基质色谱图

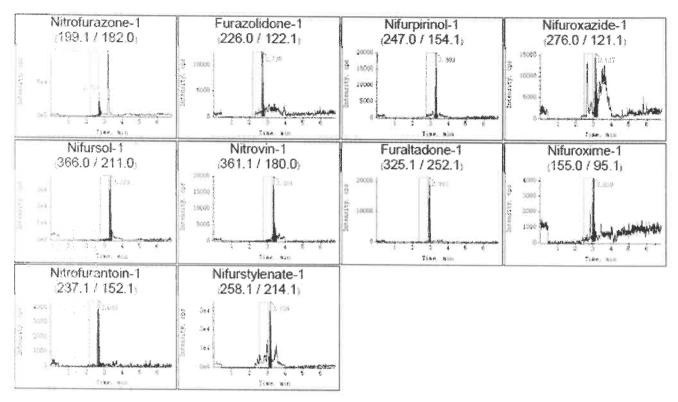


图 10 猪配合饲料定量限加标色谱图

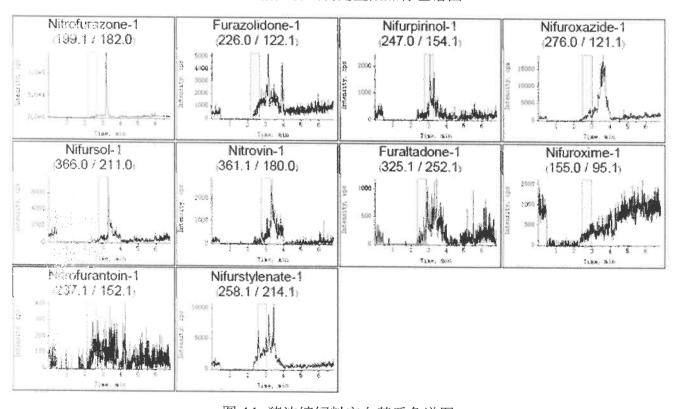


图 11 猪浓缩饲料空白基质色谱图

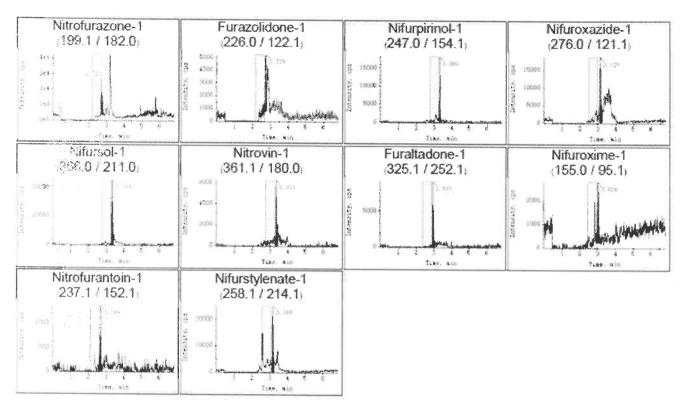


图 12 猪浓缩饲料定量限加标色谱图

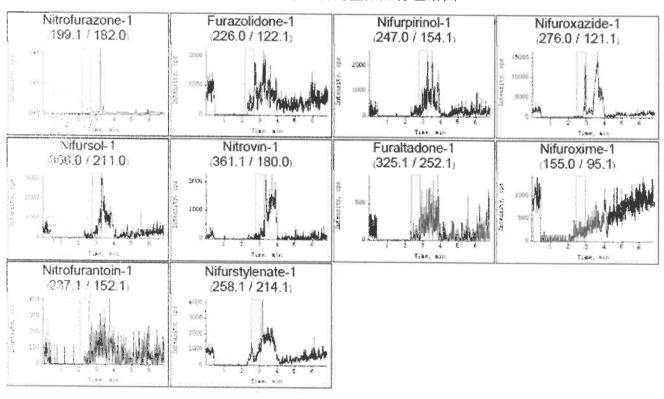


图 13 饲料添加剂(生物发酵)空白基质色谱图

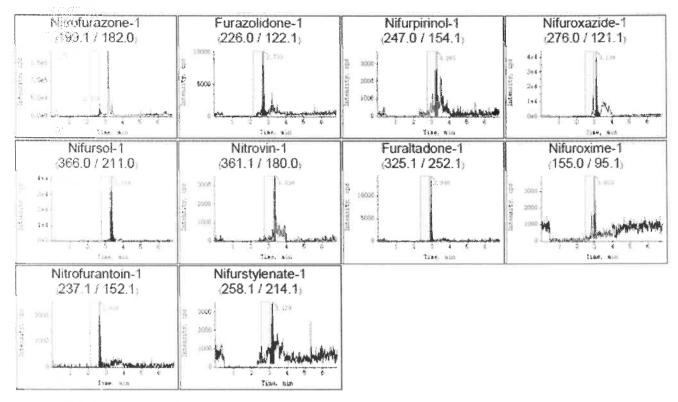


图 14 饲料添加剂 (生物发酵) 定量限加标色谱图

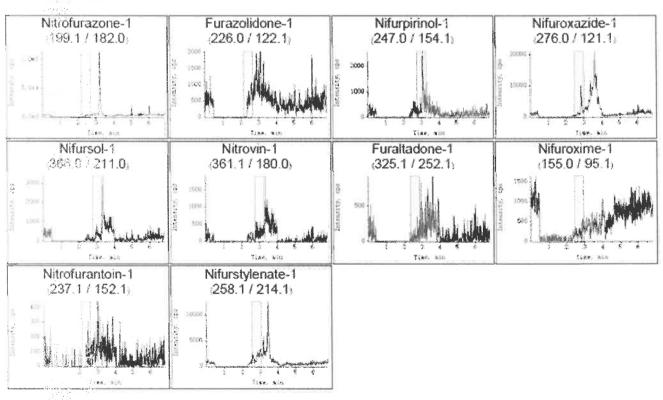


图 15 禽浓缩饲料空白基质色谱图

v.)

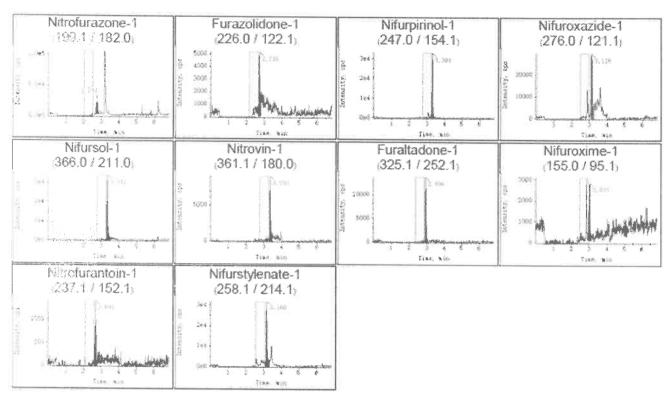


图 16 禽浓缩饲料定量限加标色谱图

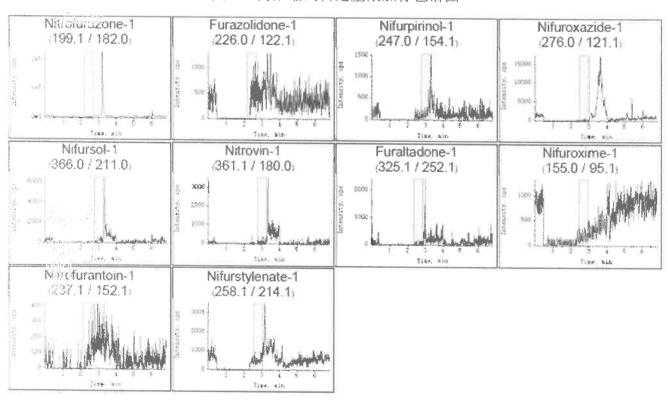


图 17 饲料添加剂 (植物提取物) 空白基质色谱图

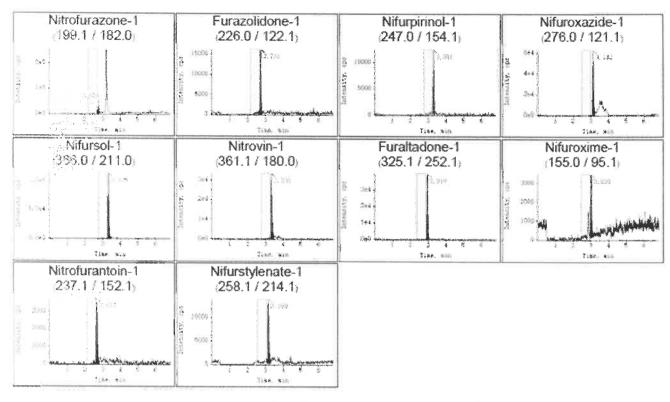


图 18 饲料添加剂(植物提取物)定量限加标色谱图

2.3 准确度(回收率)和精密度

以9种饲料样品为基础进行空白添加实验,验证该方法的准确度和精密度。每种饲料中添加3个水平的10种硝基呋喃类化合物,每个添加水平重复7次,计算回收率和变异系数,结果见表12~表20。

	添加水平		检测结果(mg/kg)								
化合物 (mg/kg)		1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSD
	(86)	(,	1 23	(%)	(%)	
	0.05	0.0347	0.0353	0.0319	0.0367	0.0341	0.0393	0.0393	0.0359	71.8	7.58
呋喃西林	0.25	0.258	0.253	0.256	0.254	0.262	0.226	0.261	0.253	101	4.91
	- 5	4.63	4.82	4.58	4.73	4.79	5.48	5.18	4.89	97.7	6.66
呋喃唑酮	0.005	0.00423	0.00464	0.00467	0.00478	0.00465	0.00465	0.00502	0.00466	93.3	4.99
	0.025	0.0238	0.0243	0.0230	0.0238	0.0241	0.0244	0.0239	0.0239	95.6	1.90
	0.5	0.449	0.438	0.465	0.473	0.449	0.489	0.513	0.468	93.6	5.62
	0.005	0.00477	0.00497	0.00477	0.00473	0.00478	0.00496	0.00503	0.00486	97.2	2.51
硝呋吡醇	0.025	0.0234	0.0242	0.0246	0.0228	0.0228	0.0231	0.0242	0.0236	94.4	3.08
	0.5	0.466	0.474	0.481	0.507	0.510	0.497	0.508	0.492	98.4	3.67
硝呋齐特	0.005	0.00436	0.00440	0.00412	0.00446	0.00443	0.00458	0.00481	0.00445	89.0	4.72
	0.025	0.0237	0.0234	0.0223	0.0237	0.0245	0.0242	0.0249	0.0238	95.2	3.64
	0.5	0.482	0.477	0.480	0.475	0.472	0.506	0.505	0.485	97.0	2.92
	.0.005	0.00504	0.00504	0.00530	0.00501	0.00497	0.00512	0.00522	0.00510	102.0	2.40

表 12 猪浓缩饲料回收率和精密度试验结果(n=7)

呋喃它酮	0.025	0.0245	0.0254	0.0237	0.0252	0.0238	0.0239	0.0274	0.0248	99.3	5.29
77,13 (21,1,1)	0.5	0.432	0.457	0.467	0.459	0.479	0.459	0.497	0.464	92.9	4.36
, V	0.05	0.0627	0.0598	0.0576	0.0541	0.0551	0.0525	0.0582	0.0571	114.0	6.17
硝呋烯腙	0.25	0.256	0.284	0.234	0.289	0.229	0.263	0.304	0.266	106.0	10.7
	5	4.52	4.43	4.35	4.86	4.35	4.58	5.19	4.61	92.2	6.72
	0.05	0.0421	0.0447	0.0425	0.0408	0.0390	0.0403	0.0409	0.0415	82.9	4.42
硝呋索尔	0.25	0.247	0.248	0.257	0.246	0.252	0.238	0.266	0.251	100.0	3.62
	5	4.71	4.88	5.12	5.08	5.26	5.10	5.46	5.09	102.0	4.75
,	0.05	0.0463	0.0537	0.0539	0.0506	0.0569	0.0555	0.0546	0.0531	106.0	6.75
硝呋醛肟	0.25	0.226	0.223	0.235	0.235	0.231	0.238	0.251	0.234	93.6	3.85
	5	4.56	4.82	4.39	4.59	4.54	4.75	4.77	4.63	92.6	3.27
呋喃苯烯酸	0.05	0.0494	0.0507	0.0496	0.0523	0.0479	0.0494	0.0575	0.0510	102	6.25
钠	0.25	0.244	0.230	0.221	0.228	0.232	0.236	0.247	0.234	93.5	3.89
11/7	5	4.58	5.05	4.95	4.96	4.74	4.84	5.23	4.91	98.1	4.35
	0.05	0.0417	0.0505	0.0518	0.0467	0.0495	0.0534	0.0512	0.0493	98.5	7.97
呋喃妥因	0.25	0.230	0.230	0.244	0.220	0.232	0.238	0.234	0.233	93.0	3.32
	5	4.88	4.30	4.45	4.59	4.82	4.76	4.66	4.64	92.9 114.0 106.0 92.2 82.9 100.0 102.0 106.0 93.6 92.6 102 93.5 98.1	4.49

表 13 猪配合饲料回收率和精密度试验结果(n=7)

	添加水					检测	结果(mg	/kg)			
化合物	平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD
	0.05	0.0388	0.0352	0.0369	0.0299	0.0365	0.0344	0.0328	0.0349	69.8	8.38
呋喃西林	0.25	0.266	0.265	0.257	0.257	0.243	0.239	0.267	0.256	102.0	4.42
	5	4.99	5.00	4.71	4.37	4.64	4.86	4.68	4.75	95.0	4.67
	0.005	0.00479	0.00498	0.00494	0.00470	0.00466	0.00489	0.00489	0.00483	96.7	2.53
呋喃唑酮	0.025	0.0244	0.0250	0.0236	0.0238	0.0238	0.0239	0.0239	0.0241	96.2	1.99
	0.5	0.474	0.455	0.449	0.457	0.428	0.469	0.496	0.461	92.2	4.62
	0.005	0.00515	0.00502	0.00465	0.00466	0.00483	0.00470	0.00509	0.00487	97.4	4.40
硝呋吡醇 「	0.025	0.0244	0.0236	0.0252	0.0239	0.0237	0.0241	0.0240	0.0241	96.5	2.25
	0.5	0.470	0.506	0.446	0.463	0.491	0.506	0.475	0.480	95.9	4.69
	0.005	0.00435	0.00450	0.00454	0.00443	0.00409	0.00444	0.00458	0.00442	88.4	3.71
硝呋齐特	0.025	0.0252	0.0241	0.0243	0.0251	0.0226	0.0241	0.0260	0.0245	97.9	4.44
	0.5	0.482	0.468	0.457	0.497	0.460	0.496	0.509	0.481	96.3	4.23
	0.005	0.00510	0.00503	0.00510	0.00473	0.00510	0.00477	0.00478	0.00494	98.9	3.54
呋喃它酮	0.025	0.0246	0.0248	0.0250	0.0243	0.0230	0.0252	0.0248	0.0245	98.1	2.95
	0.5	0.478	0.485	0.454	0.467	0.436	0.468	0.503	0.470	94.0	4.57
	0.05	0.0576	0.0499	0.0533	0.0475	0.0530	0.0440	0.0478	0.0504	101.0	8.98
硝呋烯腙	0.25	0.212	0.278	0.220	0.250	0.228	0.266	0.264	0.246	98.2	10.5
	5	4.30	4.60	4.13	4.60	4.60	4.77	5.01	4.57	91.5	6.34
	0.05	0.0468	0.0404	0.0435	0.0474	0.0421	0.0422	0.0506	0.0447	89.4	8.14
硝呋索尔	0.25	0.256	0.274	0.242	0.247	0.264	0.247	0.250	0.254	102	4.44
	5	5.20	5.12	4.83	5.10	5.21	5.00	5.39	5.12	102.5	3.44
	0.05	0.0461	0.0512	0.0448	0.0443	0.0463	0.0440	0.0474	0.0463	92.6	5.38
硝呋醛肟	0.25	0.233	0.242	0.228	0.218	0.216	0.236	0.236	0.230	92.0	4.20
	5	4.40	4.48	4.49	4.73	4.65	4.61	4.78	4.59	91.9	3.04
	0.05	0.0484	0.0495	0.0463	0.0524	0.0488	0.0494	0.0530	0.0497	99.3	4.68

7.00 .

呋喃苯烯酸	0.25	0.247	0.235	0.243	0.224	0.239	0.226	0.240	0.236	94.6	3.67
钠	5	4.79	4.69	4.69	4.47	4.37	4.90	4.58	4.64	92.9	3.97
	0.05	0.0522	0.0447	0.0503	0.0470	0.0448	0.0461	0.0474	0.0475	95.0	5.89
呋喃妥因	0.25	0.237	0.247	0.245	0.242	0.227	0.248	0.259	0.243	97.4	4.06
	5	4.80	4.64	4.57	4.75	4.52	4.81	5.15	4.75	95.0	4.40

表 14 猪预混饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	添加水					检测	1结果(mg	/kg)			
化合物	可 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	- 0.05	0.0345	0.0328	0.0325	0.0316	0.0280	0.0299	0.0324	0.0217		
呋喃西林	0.25	0.245	0.0328	0.0323	0.0310	0.0280			0.0317	63.3	6.67
N. M. F. Frie	5	4.48	4.44	4.55			0.222	0.220	0.232	92.6	6.64
	0.005	0.00477			4.67	4.37	4.41	4.78	4.53	90.6	3.26
呋喃唑酮			0.00431	0.00479	0.00472	0.00463	0.00444	0.00514	0.00469	93.7	5.70
大明空網	0.025	0.0224	0.0225	0.0220	0.0233	0.0217	0.0219	0.0236	0.0225	89.9	3.20
	0.5	0.447	0.487	0.469	0.456	0.423	0.440	0.479	0.457	91.4	4.92
	0.005	0.00496	0.00443	0.00465	0.00492	0.00505	0.00469	0.00496	0.00481	96.2	4.62
硝呋吡醇	0.025	0.0237	0.0237	0.0223	0.0230	0.0243	0.0239	0.0234	0.0235	93.8	2.81
	0.5	0.461	0.468	0.467	0.471	0.476	0.450	0.477	0.467	93.4	1.98
300	0.005	0.00450	0.00466	0.00416	0.00419	0.00415	0.00418	0.00436	0.00431	86.3	4.61
硝呋齐特	0.025	0.0231	0.0233	0.0227	0.0231	0.0238	0.0239	0.0252	0.0236	94.4	3.47
	0.5	0.461	0.452	0.466	0.468	0.441	0.479	0.470	0.462	92.4	2.72
nderslee News	0.005	0.00511	0.00482	0.00531	0.00427	0.00507	0.00474	0.00435	0.00481	96.2	8.12
呋喃它酮	0.025	0.0239	0.0225	0.0216	0.0228	0.0238	0.0232	0.0238	0.0231	92.4	3.73
	0.5	0.467	0.438	0.437	0.466	0.440	0.431	0.501	0.454	90.9	5.55
	0.05	0.0605	0.0478	0.0504	0.0446	0.0478	0.0421	0.0482	0.0488	97.5	11.98
硝呋烯腙	0.25	0.195	0.219	0.182	0.208	0.183	0.226	0.209	0.203	81.3	8.42
	5	4.31	4.53	4.32	4.79	4.69	4.43	5.01	4.58	91.7	5.67
	0.05	0.0440	0.0396	0.0408	0.0403	0.0393	0.0407	0.0438	0.0412	82.4	4.59
硝呋索尔	0.25	0.235	0.234	0.247	0.248	0.275	0.276	0.261	0.254	101.5	6.92
	- 5	5.39	5.32	4.85	4.93	5.03	4.97	5.32	5.11	102.3	4.32
	0.05	0.0464	0.0480	0.0497	0.0509	0.0465	0.0446	0.0536	0.0485	97.0	6.40
码呋醛质	0.25	0.228	0.213	0.214	0.233	0.206	0.218	0.245	0.222	88.9	6.04
	5	4.30	4.31	4.83	4.66	4.47	4.61	4.68	4.55	91.1	4.40
talla professible hot pers	0.05	0.0465	0.0470	0.0469	0.0481	0.0468	0.0494	0.0511			
庆喃苯烯酸	0.25	0.198	0.0470	0.0409	0.0481	0.0468			0.0480	95.9	3.60
钠	5	4.37	4.68	4.53			0.222	0.237	0.222	88.6	5.45
	0.05				4.66	4.67	4.30	4.87	4.58	91.7	4.29
呋喃妥因		0.0507	0.0556	0.0519	0.0448	0.0450	0.0448	0.0477	0.0487	97.3	8.70
小州女囚	0.25	0.226	0.211	0.227	0.239	0.239	0.222	0.260	0.232	92.7	6.76
	5	4.60	4.91	4.80	4.62	4.81	4.81	4.88	4.77	95.5	2.53

表 15 鸡浓缩饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

化合物	添加水		检测结果(mg/kg)										
	. 77.	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSD		

	(mg/kg)									(%)	(%)
	0.05	0.0271	0.0254	0.0276	0.0321	0.0339	0.0334	0.0326	0.0303	60.6	11.5
呋喃西林	0.25	0.224	0.218	0.236	0.227	0.221	0.207	0.247	0.226	90.3	5.70
	5	4.66	4.55	4.37	4.53	4.48	4.41	4.78	4.54	90.8	3.13
	0.005	0.00470	0.00455	0.00448	0.00425	0.00465	0.00419	0.00463	0.00449	89.9	4.44
呋喃唑酮	0.025	0.0228	0.0215	0.0216	0.0224	0.0220	0.0225	0.0234	0.0223	89.2	3.05
	0.5	0.433	0.443	0.410	0.437	0.443	0.427	0.465	0.437	87.4	3.84
	0.005	0.00459	0.00467	0.00443	0.00473	0.00457	0.00471	0.00502	0.00468	93.5	3.92
硝呋吡醇	0.025	0.0241	0.0232	0.0234	0.0230	0.0219	0.0223	0.0245	0.0232	92.8	4.10
	0.5	0.471	0.463	0.483	0.452	0.479	0.449	0.458	0.465	93.0	2.80
	0.005	0.00422	0.00430	0.00414	0.00388	0.00444	0.00421	0.00400	0.00417	83.4	4.46
硝呋齐特	0.025	0.0238	0.0224	0.0238	0.0236	0.0226	0.0222	0.0248	0.0233	93.2	4.05
	0.5	0.445	0.469	0.457	0.472	0.460	0.460	0.496	0.466	93.1	3.40
	0.005	0.00466	0.00434	0.00488	0.00490	0.00458	0.00483	0.00537	0.00479	95.9	6.67
呋喃它酮	0.025	0.0233	0.0221	0.0225	0.0220	0.0220	0.0215	0.0223	0.0222	88.9	2.59
	0.5	0.447	0.440	0.441	0.456	0.419	0.440	0.488	0.447	89.5	4.76
	0.05	0.0496	0.0397	0.0465	0.0373	0.0401	0.0374	0.0385	0.0413	82.6	11.7
硝呋烯腙	0.25	0.213	0.218	0.219	0.204	0.216	0.198	0.218	0.212	84.9	3.77
	5	4.58	5.25	4.95	5.34	4.83	5.36	5.37	5.10	102	6.11
	0.05	0.0419	0.0389	0.0393	0.0352	0.0378	0.0348	0.0368	0.0378	75.6	6.58
硝呋索尔	0.25	0.232	0.234	0.232	0.233	0.243	0.218	0.240	0.233	93.3	3.46
~ .	5	4.41	4.59	4.64	4.51	4.51	4.62	4.56	4.55	91.0	1.70
	0.05	0.0459	0.0468	0.0458	0.0544	0.0455	0.0494	0.0546	0.0489	97.8	8.23
硝呋醛肟	0.25	0.226	0.209	0.234	0.234	0.232	0.232	0.252	0.231	92.5	5.50
	5	4.68	4.58	4.62	4.47	4.52	4.30	4.88	4.58	91.6	3.89
呋喃苯烯酸	0.05	0.0442	0.0471	0.0456	0.0480	0.0457	0.0446	0.0492	0.0463	92.7	3.93
44.5	0.25	0.205	0.220	0.223	0.212	0.223	0.216	0.220	0.217	86.8	2.94
纳	5	4.58	4.69	4.34	4.77	4.58	4.56	5.07	4.66	93.1	4.87
	0.05	0.0511	0.0506	0.0466	0.0456	0.0456	0.0447	0.0486	0.0475	95.0	5.42
呋喃妥因	0.25	0.237	0.221	0.231	0.237	0.235	0.223	0.254	0.234	93.7	4.68
	5	4.50	4.42	4.65	4.76	4.51	4.78	4.96	4.65	93.1	4.15

表 16 鸡配合饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	添加水					检测	结果(mg	/kg)			
化合物	平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	0.05	0.0303	0.0329	0.0341	0.0296	0.0408	0.0312	0.0314	0.0329	65.8	11.6
呋喃西林	0.25	0.219	0.228	0.233	0.248	0.215	0.210	0.272	0.232	92.9	9.33
	5	4.63	4.52	4.74	4.42	4.76	5.12	4.56	4.68	93.6	4.90
	0.005	0.00444	0.00464	0.00451	0.00473	0.00453	0.00418	0.00506	0.00458	91.7	5.93
呋喃唑酮	0.025	0.0240	0.0229	0.0220	0.0225	0.0203	0.0209	0.0227	0.0222	88.8	5.65
	0.5	0.433	0.438	0.438	0.430	0.419	0.445	0.444	0.435	87.1	2.02
	0.005	0.00468	0.00472	0.00429	0.00452	0.00462	0.00456	0.00467	0.00458	91.6	3.22
硝呋吡醇	0.025	0.0232	0.0236	0.0234	0.0225	0.0229	0.0229	0.0236	0.0231	92.6	1.75
	0.5	0.471	0.461	0.460	0.458	0.450	0.470	0.474	0.464	92.7	1.85

	0.005	0.00419	0.00396	0.00414	0.00393	0.00405	0.00391	0.00419	0.00405	81.0	2.99
硝呋齐特	0.025	0.0226	0.0219	0.0235	0.0209	0.0223	0.0219	0.0226	0.0223	89.0	3.57
	0.5	0.447	0.428	0.440	0.456	0.445	0.430	0.490	0.448	89.6	4.67
ni-	0.005	0.00482	0.00456	0.00477	0.00458	0.00453	0.00437	0.00504	0.00467	93.4	4.79
呋喃它酮	0.025	0.0235	0.0232	0.0222	0.0221	0.0208	0.0216	0.0236	0.0224	89.8	4.74
	0.5	0.402	0.413	0.429	0.431	0.407	0.436	0.432	0.421	84.3	3.25
	0.05	0.0424	0.0355	0.0367	0.0353	0.0388	0.0297	0.0386	0.0367	73.4	10.8
硝呋烯腙	0.25	0.218	0.251	0.217	0.254	0.203	0.229	0.266	0.234	93.6	9.94
	5	4.71	4.35	4.68	4.57	4.65	4.40	4.98	4.62	92.4	4.57
	0.05	0.0377	0.0375	0.0364	0.0353	0.0339	0.0360	0.0356	0.0360	72.1	3.63
硝呋索尔	0.25	0.225	0.218	0.223	0.212	0.219	0.203	0.222	0.218	87.0	3.50
	5	4.51	4.67	4.51	4.71	4.82	4.64	5.01	4.69	93.9	3.77
	0.05	0.0540	0.0484	0.0438	0.0453	0.0439	0.0496	0.0488	0.0477	95.4	7.67
硝呋醛肟	0.25	0.219	0.231	0.212	0.224	0.210	0.210	0.243	0.221	88.5	5.62
	5	4.24	4.49	4.67	4.56	4.50	4.35	4.87	4.53	90.5	4.56
呋喃苯烯酸	0.05	0.0428	0.0455	0.0467	0.0463	0.0455	0.0449	0.0502	0.0460	92.0	4.86
钠	0.25	0.205	0.214	0.226	0.216	0.213	0.209	0.222	0.215	86.0	3.35
11/3	5	4.67	4.75	4.65	4.46	4.68	4.41	4.51	4.59	91.8	2.81
	0.05	0.0464	0.0470	0.0481	0.0525	0.0460	0.0461	0.0545	0.0487	97.3	7.03
呋喃妥因	0.25	0.237	0.233	0.240	0.227	0.229	0.244	0.230	0.234	93.6	2.63
	5	4.80	4.47	4.41	4.67	4.49	4.57	5.06	4.64	89.0 89.6 93.4 89.8 84.3 73.4 93.6 92.4 72.1 87.0 93.9 95.4 88.5 90.5 92.0 86.0 91.8 97.3	4.90

表 17 鸡预混饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	添加水					检测	结果(mg/	kg)			
化合物	म् (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
1.2.7 1.3.7	0.05	0.0345	0.0328	0.0325	0.0316	0.0280	0.0299	0.0337	0.0319	63.7	7.03
呋喃西林	0.25	0.245	0.239	0.219	0.219	0.257	0.222	0.220	0.231	92.6	6.66
	- 5	4.48	4.44	4.55	4.67	4.37	4.41	5.14	4.58	91.6	5.77
	0.005	0.00477	0.00431	0.00479	0.00472	0.00463	0.00444	0.00472	0.00463	92.5	3.93
呋喃唑酮	0.025	0.0224	0.0225	0.0220	0.0233	0.0217	0.0219	0.0243	0.0226	90.3	4.08
	0.5	0.447	0.487	0.469	0.456	0.423	0.440	0.487	0.458	91.7	5.24
	0.005	0.00496	0.00443	0.00465	0.00492	0.00505	0.00469	0.00541	0.00487	97.5	6.53
硝呋吡醇	0.025	0.0237	0.0237	0.0223	0.0230	0.0243	0.0239	0.0230	0.0234	93.6	2.93
	0.5	0.461	0.468	0.467	0.471	0.476	0.450	0.506	0.471	94.2	3.70
	0.005	0.00450	0.00466	0.00416	0.00419	0.00415	0.00418	0.00448	0.00433	86.6	4.81
硝呋齐特	0.025	0.0231	0.0233	0.0227	0.0231	0.0238	0.0239	0.0237	0.0234	93.5	1.94
	0.5	0.461	0.452	0.466	0.468	0.441	0.479	0.498	0.466	93.3	3.99
100	0.005	0.00511	0.00482	0.00531	0.00427	0.00507	0.00474	0.00435	0.00481	96.2	8.13
呋喃它酮	0.025	0.0239	0.0225	0.0216	0.0228	0.0238	0.0232	0.0235	0.0230	92.1	3.55
	0.5	0.467	0.438	0.437	0.466	0.440	0.431	0.486	0.452	90.4	4.61
	0.05	0.0605	0.0478	0.0504	0.0446	0.0478	0.0421	0.0468	0.0486	97.1	12.1
硝呋烯腙	0.25	0.175	0.219	0.182	0.208	0.183	0.226	0.218	0.201	80.6	10.4
	5	4.63	4.83	4.63	4.73	4.26	4.89	5.13	4.73	94.6	5.70
	0.05	0.0440	0.0396	0.0408	0.0403	0.0393	0.0407	0.0405	0.0407	81.5	3.74

硝呋索尔	0.25	0.235	0.234	0.247	0.248	0.275	0.276	0.267	0.255	102.0	7.12
.,,,,,,,,,	5	5.39	5.32	4.85	4.93	5.03	4.97	5.10	5.08	102.0	3.96
	0.05	0.0464	0.0480	0.0497	0.0509	0.0465	0.0446	0.0512	0.0482	96.3	5.23
硝呋醛肟	0.25	0.228	0.213	0.214	0.233	0.206	0.218	0.244	0.222	88.9	5.93
	5	4.30	4.31	4.83	4.66	4.47	4.61	4.67	4.55	91.0	4.37
呋喃苯烯酸	0.05	0.0465	0.0470	0.0469	0.0481	0.0468	0.0494	0.0518	0.0481	96.1	4.03
钠	0.25	0.198	0.226	0.226	0.225	0.217	0.222	0.245	0.223	89.1	6.27
t/3	5	4.37	4.68	4.53	4.66	4.67	4.30	5.11	4.62	92.4	5.76
	0.05	0.0507	0.0556	0.0519	0.0448	0.0450	0.0448	0.0487	0.0488	97.6	8.64
呋喃妥因	0.25	0.226	0.211	0.227	0.239	0.239	0.222	0.252	0.231	92.3	5.81
	5	4.60	4.91	4.80	4.62	4.81	4.81	4.77	4.76	95.2	2.36

表 18 牛精料补充料回收率和精密度试验结果(n=7)

	添加水					检测	J结果(mg.	/kg)			
化合物	平.	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSD
	(mg/kg)							,	1 20	(%)	(%)
	0.05	0.0332	0.0323	0.0389	0.0313	0.0356	0.0320	0.0314	0.0335	67.1	8.26
呋喃西林	0.25	0.226	0.218	0.219	0.256	0.230	0.234	0.259	0.234	93.8	7.06
	5	4.93	4.33	4.47	4.56	4.30	4.65	4.95	4.60	92.0	5.70
	0.005	0.00424	0.00408	0.00430	0.00423	0.00419	0.00430	0.00460	0.00428	85.6	3.74
呋喃唑酮	0.025	0.0213	0.0235	0.0220	0.0232	0.0226	0.0213	0.0248	0.0227	90.7	5.64
	0.5	0.417	0.448	0.445	0.437	0.423	0.446	0.479	0.442	88.4	4.54
	0.005	0.00472	0.00482	0.00458	0.00481	0.00431	0.00484	0.00529	0.00477	95.4	6.23
硝呋吡醇	0.025	0.0231	0.0239	0.0240	0.0240	0.0248	0.0233	0.0240	0.0239	95.5	2.31
	0.5	0.471	0.466	0.460	0.490	0.459	0.492	0.502	0.477	95.4	3.58
	0.005	0.00442	0.00424	0.00395	0.00403	0.00376	0.00427	0.00438	0.00415	83.0	5.84
硝呋齐特	0.025	0.0227	0.0235	0.0229	0.0215	0.0242	0.0215	0.0227	0.0227	90.8	4.29
	0.5	0.455	0.474	0.472	0.468	0.454	0.458	0.496	0.468	93.6	3.17
1.	.0.005	0.00482	0.00492	0.00468	0.00439	0.00477	0.00447	0.00476	0.00469	93.8	4.03
呋喃它酮	0.025	0.0212	0.0215	0.0218	0.0214	0.0212	0.0215	0.0218	0.0215	86.0	1.09
	0.5	0.391	0.419	0.446	0.462	0.412	0.437	0.496	0.437	87.5	7.98
	0.05	0.0335	0.0315	0.0303	0.0269	0.0328	0.0306	0.0271	0.0304	60.7	8.46
硝呋烯腙	0.25	0.220	0.235	0.214	0.240	0.209	0.226	0.254	0.229	91.4	6.87
	5	4.36	4.58	4.38	4.51	4.36	4.51	4.88	4.51	90.2	4.10
	0.05	0.0376	0.0406	0.0368	0.0383	0.0381	0.0385	0.0401	0.0386	77.1	3.43
硝呋索尔	0.25	0.229	0.252	0.244	0.237	0.250	0.235	0.251	0.242	96.9	3.76
	5	4.50	5.06	4.68	5.16	4.77	4.89	5.21	4.90	97.9	5.35
	0.05	0.0403	0.0440	0.0422	0.0436	0.0446	0.0424	0.0463	0.0433	86.7	4.42
硝呋醛肟	0.25	0.199	0.209	0.216	0.205	0.215	0.219	0.223	0.212	84.9	3.86
	5	4.69	4.48	4.57	4.62	4.39	4.50	4.69	4.56	91.3	2.45
呋喃苯烯酸	0.05	0.0454	0.0453	0.0420	0.0440	0.0435	0.0446	0.0453	0.0443	88.6	2.82
納	0.25	0.209	0.218	0.220	0.213	0.229	0.219	0.227	0.219	87.7	3.15
th)	5	4.61	4.42	4.58	4.56	4.38	4.51	4.97	4.57	91.5	4.25
呋喃妥因	0.05	0.0513	0.0442	0.0499	0.0499	0.0458	0.0487	0.0548	0.0492	98.5	7.12
"八門 女囚	0.25	0.234	0.223	0.220	0.228	0.217	0.215	0.235	0.225	89.8	3.54

	5	4.37	4.67	4.50	4.55	4.60	4.40	4.77	4.55	91.0	3.16
Ц											

表 19 混合型饲料添加剂(生物发酵)回收率和精密度试验结果(n=7)

	添加水					检测	l结果(mg/	kg)			
化合物	mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	0.05	0.0326	0.0271	0.0287	0.0346	0.0326	0.0302	0.0372	0.0319	63.7	10.9
呋喃西林	0.25	0.235	0.236	0.223	0.237	0.232	0.231	0.248	0.234	93.8	3.21
	5	4.41	4.55	4.52	4.74	4.55	4.45	4.74	4.57	91.3	2.82
	0.005	0.00415	0.00440	0.00435	0.00402	0.00429	0.00416	0.00433	0.00424	84.9	3.18
呋喃唑酮	0.025	0.0230	0.0222	0.0226	0.0232	0.0231	0.0222	0.0253	0.0231	92.4	4.62
	0.5	0.455	0.484	0.440	0.447	0.439	0.467	0.478	0.459	91.7	3.95
	0.005	0.00482	0.00486	0.00478	0.00455	0.00465	0.00476	0.00496	0.00477	95.3	2.81
硝呋吡醇	0.025	0.0227	0.0234	0.0240	0.0226	0.0252	0.0244	0.0234	0.0237	94.7	3.91
	0.5	0.481	0.495	0.487	0.484	0.487	0.500	0.494	0.490	97.9	1.40
	0.005	0.00455	0.00411	0.00435	0.00438	0.00411	0.00401	0.00457	0.00430	85.9	5.20
硝呋齐特	0.025	0.0236	0.0225	0.0232	0.0215	0.0240	0.0233	0.0234	0.0231	92.3	3.60
	0.5	0.447	0.460	0.461	0.445	0.451	0.446	0.476	0.455	91.0	2.51
	0.005	0.00469	0.00452	0.00460	0.00437	0.00494	0.00416	0.00472	0.00457	91.5	5.54
呋喃它酮	0.025	0.0208	0.0222	0.0234	0.0232	0.0225	0.0218	0.0248	0.0227	90.7	5.69
	0.5	0.419	0.447	0.434	0.469	0.416	0.447	0.511	0.449	89.8	7.32
	0.05	0.0391	0.0326	0.0310	0.0356	0.0295	0.0388	0.0362	0.0347	69.3	10.9
硝呋烯腙	. 0.25	0.245	0.204	0.219	0.229	0.203	0.212	0.233	0.221	88.4	7.07
	5	4.29	4.91	4.44	4.75	4.75	5.12	5.07	4.76	95.2	6.51
	0.05	0.0462	0.0459	0.0436	0.0433	0.0418	0.0399	0.0471	0.0440	87.9	5.87
硝呋索尔	0.25	0.234	0.232	0.254	0.236	0.235	0.261	0.238	0.241	96.5	4.71
	- 5	4.71	4.51	4.95	4.96	4.44	4.68	5.33	4.80	95.9	6.40
	0.05	0.0412	0.0389	0.0442	0.0406	0.0457	0.0452	0.0433	0.0427	85.5	5.91
硝呋醛肟	0.25	0.247	0.233	0.221	0.244	0.232	0.253	0.254	0.241	96.2	5.15
	5	4.53	4.80	4.50	4.77	4.55	4.63	5.16	4.71	94.1	4.89
呋喃苯烯酸	0.05	0.0476	0.0467	0.0448	0.0468	0.0484	0.0486	0.0471	0.0471	94.3	2.67
钠	.0.25	0.241	0.226	0.233	0.237	0.238	0.231	0.239	0.235	94.0	2.31
	5	4.75	4.66	4.78	4.70	4.70	4.52	5.02	4.73	94.6	3.18
	0.05	0.0445	0.0444	0.0426	0.0455	0.0459	0.0450	0.0470	0.0450	90.0	3.02
呋喃妥因	0.25	0.223	0.226	0.235	0.217	0.235	0.224	0.222	0.226	90.4	3.00
	5	4.27	4.39	4.44	4.61	4.62	4.80	4.62	4.54	90.7	3.94

表 20 混合型饲料添加剂(植物提取)回收率和精密度试验结果(n=7)

	添加水					检测	结果(mg/	kg)			
化合物	平	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSD
	(mg/kg)	•	2	3	7	3	0	/	120	(%)	(%)
	0.05	0.0306	0.0327	0.0317	0.0337	0.0375	0.0317	0.0344	0.0332	66.4	6.95
呋喃西林	0.25	0.229	0.243	0.199	0.227	0.227	0.236	0.247	0.230	91.9	6.81
1.79	- 5	4.22	4.71	4.45	4.56	4.38	5.05	4.61	4.57	91.4	5.77

	0.005	0.00391	0.00441	0.00402	0.00444	0.00373	0.00408	0.00482	0.00420	84.0	8.90
呋喃唑酮	0.025	0.0231	0.0228	0.0216	0.0201	0.0226	0.0214	0.0210	0.0218	87.2	4.93
	0.5	0.440	0.443	0.414	0.448	0.421	0.489	0.465	0.446	89.2	5.70
	0.005	0.00467	0.00452	0.00481	0.00480	0.00440	0.00455	0.00504	0.00468	93.7	4.61
硝呋吡醇	0.025	0.0244	0.0246	0.0245	0.0233	0.0242	0.0217	0.0254	0.0240	96.1	5.02
	0.5	0.494	0.513	0.507	0.494	0.489	0.482	0.504	0.498	99.5	2.21
	0.005	0.00444	0.00396	0.00416	0.00389	0.00440	0.00415	0.00414	0.00416	83.3	4.95
硝呋齐特	0.025	0.0219	0.0225	0.0229	0.0217	0.0216	0.0215	0.0222	0.0220	88.2	2.36
	0.5	0.463	0.498	0.459	0.488	0.478	0.474	0.522	0.483	96.7	4.51
	0.005	0.00472	0.00435	0.00460	0.00442	0.00467	0.00424	0.00467	0.00452	90.5	4.15
呋喃它酮	0.025	0.0215	0.0229	0.0206	0.0214	0.0216	0.0225	0.0234	0.0220	87.9	4.46
	0.5	0.394	0.449	0.409	0.455	0.425	0.444	0.489	0.438	87.6	7.19
	0.05	0.0380	0.0302	0.0321	0.0345	0.0305	0.0360	0.0360	0.0339	67.8	8.87
硝呋烯腙	0.25	0.224	0.199	0.216	0.203	0.172	0.215	0.218	0.207	82.7	8.59
	5	4.68	5.24	4.57	5.18	4.88	5.12	5.43	5.01	100.0	6.27
	0.05	0.0408	0.0393	0.0373	0.0405	0.0389	0.0422	0.0423	0.0402	80.4	4.53
硝呋索尔	0.25	0.245	0.241	0.257	0.241	0.248	0.259	0.242	0.248	99.1	3.09
	5	5.03	5.11	4.88	4.99	5.14	5.17	5.23	5.08	102.0	2.39
	0.05	0.0408	0.0431	0.0426	0.0397	0.0406	0.0444	0.0422	0.0419	83.8	3.91
硝呋醛肟	0.25	0.211	0.207	0.206	0.199	0.202	0.196	0.213	0.205	82.0	2.94
	5	4.48	4.39	4.59	4.34	4.59	4.69	4.64	4.53	90.6	2.88
呋喃苯烯酸	0.05	0.0443	0.0451	0.0421	0.0430	0.0431	0.0424	0.0430	0.0433	86.6	2.45
钠	0.25	0.216	0.214	0.215	0.217	0.203	0.218	0.217	0.214	85.7	2.39
N.1	5	4.65	4.38	4.25	4.74	4.72	4.78	4.95	4.64	92.8	5.22
	0.05	0.0417	0.0434	0.0422	0.0398	0.0470	0.0438	0.0399	0.0426	85.1	5.89
呋喃妥因	0.25	0.225	0.224	0.231	0.208	0.206	0.230	0.209	0.219	87.6	4.86
	5	4.59	4.20	4.40	4.48	4.49	4.80	4.56	4.50	90.0	4.09

结果表明:在不同添加水平下,10种硝基呋喃类化合物平均回收率均在60%~120%之间,变异系数小于21%,方法的准确度和精密度均满足检测要求。

3、验证结论

"南京海关动植物与食品检测中心"对上海市质量监督检验技术研究院提供的《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准方法征求意见稿,从方法的线性、灵敏度、准确度和精密度等几个方面进行了考察,结果表明:检测方法原理合理,操作步骤有效,具有较好的可操作性,方法呈现良好的线性关系,检出限和定量限能够达到标准规定的要求,加标回收的具体试验考察发现方法的平均回收率均在 60% ~ 120%之间,变异系数小于 21%,符合检测方法的要求。该方法可作为饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的检测方法推广使用。

验证单位:

中华人民共和国农业行业标准

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》

验证报告

委托单位:上海市质量监督检验技术研究院

验证单位:上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所

验证时间: 2024年5月6日至2024年5月30日

验证报告

受上海市质量监督检验技术研究院委托,我单位根据其提供的《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准征求意见稿,对标准的技术指标进行了验证。

1. 验证的方法及材料

1.1 验证的方法

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》标准征求意见稿及编制说明。

1.2 验证的样品

牛精料补充料、饲料添加剂(植物提取物)、禽配合饲料、禽预混饲料、饲料添加剂(生物发酵)、猪预混饲料、禽浓缩饲料、猪浓缩饲料、猪配合饲料。

1.3 仪器设备品牌

液相色谱-串联质谱仪 Waters TQ-XS。

1.4 液相色谱-串联质谱条件

1.4.1 液相色谱参考条件

色谱柱: C₁₈柱, 100 mm× 2.1 mm, 粒径1.9 μm;

柱温: 40℃;

进样量: 2 μL;

流动相: A相为水, B相为乙腈, 梯度洗脱程序见表1;

流速: 0.35 mL/min。

表 1 梯度洗脱程序

时间	Α .	В
(min)	(%)	(%)
0.00	90	10
1.00	90	10
2.50	10	90
4.00	10	90
4.10	90	10
7.00	90	10

1.4.2 质谱参考条件

电离方式: 电喷雾电离 (ESI);

检测方式: 多反应监测 (MRM);

鞘气: 800 L/Hr;

反吹气: 150 L/Hr;

雾化器温度: 500 ℃;

电离电压: 3.0 kV;

源温度: 150℃。

多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量见表2。

表 2 10 种硝基呋喃类化合物的多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量的参考值

被测物名称	监测离子对 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)	扫描方式
呋喃西林	199.32 >182.07a	40	10	エネフ
24-14-11	199.32 > 135.93	40	15	正离子
呋喃唑酮	$226.22 > 122.02^a$	40	20	
八十八十二十二	226.22 > 139.04	40	15	正离子
硝呋吡醇	$247.15 > 154.06^{a}$	40	15	
W1 NO.MINI	247.15> 229.02	40	30	正离子
硝呋齐特	276.12 > 121.11 ^a	40	.20	
H11-7(7) 110	276.12> 93.06	40	40	正离子
呋喃它酮	$325.42 > 252.06^a$	40	15	
OCH LIN	325.42>281.04	40	25 .	正离子
硝呋烯腙	361.36 > 180.01a	40	20	
111 プレットリング	361.36> 302.02	40	20	·正离子
硝呋索尔	$366 > 210.88^a$	40	20	
M1 XXXX	366 > 155.80	40	35	正离子
硝呋醛肟	$155.09 > 95.02^a$	20	10	A
HA NORTH	155.09 > 81.06	20	10	负离子
呋喃苯烯酸钠	257.6> 213.8ª	20	10	/z → →
N. 10-T-WHEN MI	257.6> 183.8	20	20	负离子
呋喃妥因	236.99> 152.07a	20	10	<i>h</i> → →
	236.99> 193.86	20	15	负离子
为定量离子。				

2. 验证的内容与结果

2.1 标准曲线

将十种硝基呋喃类药物用各种空白基质液稀释成混合标准系列溶液,其中呋喃西林,硝呋索尔,硝呋醛肟,呋喃妥因,硝呋烯腙,呋喃苯烯酸钠的浓度为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL,呋喃唑酮,硝呋吡醇,硝呋齐特,呋喃它酮的浓度为 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL 供液相色谱-串联质谱仪测定。标准曲线回归方程及相关系数见表 3-表 11。

表 3 牛精料补充料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	1.955e5	5.00
牛精料补充料-10	2.959e5	10.00
牛精料补充料-20	5.239e5	20.00
牛精料补充料-50	1.103e6	50.00
牛精料补充料-100	2.091e6	100.00
	y = 20094.07846 x + 9.83648e4(r = 0.99965, r ² = 0.99929)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	3.185e4	0.50
牛精料补充料-10	6.421e4	1.00
牛精料补充料-20	1.206e5	2.00
牛精料补充料-50	3.226e5	5.00
牛精料补充料-100	6.255e5	10.00
	y = 6.29067e4 x + 203.39792(r)	$= 0.99969, r^2 = 0.99937)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	4.128e4	0.50
牛精料补充料-10	8.929e4	1.00
牛精料补充料-20	1.706e5	2.00
牛精料补充料-50	3.774e5	5.00
牛精料补充料-100	7.442e5	10.00
	y = 7.44216e4 x + 9192.14531 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	1.087e5	0.50
牛精料补充料-10	1.932e5	1.00
牛精料补充料-20	3.895e5	2.00
牛精料补充料-50	9.097e5	5.00
牛精料补充料-100	1.842e6	10.00
	y = 1.81634e5 x + 16665.03224 (
基质标准曲线浓度点	峰面积	
牛精料补充料-5	1.321e5	5.00
牛精料补充料-10	2.685e5	10.00
	5.093e5	20.00
牛精料补充料-20	1.218e6	50.00
牛精料补充料-50	2.433e6	100.00
牛精料补充料-100	= 24192.67290 x + 16973.83882(r	
基质标准曲线浓度点 牛精料补充料-5	<u>峰面积</u> 5.175e4	浓度: ng/mL 5.00
	1.008e5	10.00
牛精料补充料-10		20.00
牛精料补充料-20	1.774e5	
牛精料补充料-50	4.104e5	50.00
牛精料补充料-100	8.215e5	100.00
	= 8054.80167 x + 14346.83988(r =	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	7.078e4	0.50
牛精料补充料-10	1.483e5	1.00
牛精料补充料-20	2.929e5	2.00
牛精料补充料-50	7.105e5	5.00
牛精料补充料-100	1.457e6	10.00

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	1.108e4	5.00
牛精料补充料-10	2.216e4	10.00
牛精料补充料-20	4.235e4	20.00
牛精料补充料-50	9.633e4	50.00
牛精料补充料-100	1.922e5	100.00
硝呋醛肟(Nifuroxime):	y = 1906.71244 x + 2275.26297 (r	$= 0.99954, r^2 = 0.99907)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	1.429e4	5.00
牛精料补充料-10	2.989e4	10.00
牛精料补充料-20	5.626e4	20.00
牛精料补充料-50	1.455e5	50.00
牛精料补充料-100	2.832e5	100.00
硝呋妥因(Nitrofurantoin)	:y = 2849.11812 x + 411.93218 ($r = 0.99981, r^2 = 0.99961$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
牛精料补充料-5	6.382e4	5.00
牛精料补充料-10	1.059e5	10.00
牛精料补充料-20	2.066e5	20.00
牛精料补充料-50	4.416e5	50.00
牛精料补充料-100	8.053e5	100.00

表 4 饲料添加剂 (植物提取物) 中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.513e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.914e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	4.881e5	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.386e6	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	2.772e6	100.00
呋喃西林(Nitrofurazone) y =	27318.53845 x + 6981.89173	$(r = 0.99859, r^2 = 0.99718)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	5.982e4	0.50
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.035e5	1.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	2.050e5	2.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	4.996e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	8.445e5	10.00
呋喃唑酮(Furazolidone) y =	= 8.73525e4 x + 19278.37405	$(r = 0.99616, r^2 = 0.99234)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	9.549e4	0.50
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.985e5	1.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	3.917e5	2.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	9.651e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.880e6	10.00
呋喃吡醇(Nifurpirinol) y =	1.89527e5 x + 4919.90272 (r	= 0.99982, r ² = 0.99964)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	3.773e5	0.50
饲料添加剂(植物提取物)-10	6.736e5	1.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	1.332e6	2.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	3.114e6	

饲料添加剂(植物提取物)-100	6.239e6	10.00
	= 6.15720e5 x + 6.90338e4 (r	= 0.99991, r ² = 0.99981)
·基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	5.703e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	9.764e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	1.775e6	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	4.195e6	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	7.843e6	100.00
呋喃索尔(Nifursol)y =	7.77692e4 x + 1.94562e5 (r =	0.99967, r ² = 0.99933)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.668e5	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.759e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	4.614e5	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.048e6	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.821e6	100.00
硝呋烯腙(Nitrovin) y = 1	8057.11140 x + 8.65977e4 (r =	= 0.99798, r ² = 0.99597)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.482e5	0.50
饲料添加剂(植物提取物)-10	2.719e5	1.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	5.931e5	2.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.488e6	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	2.938e6	10.00
呋喃它酮(Furaltadone): y	= 2.95544e5 x + -5634.68044 (r = 0.99976, r ² = 0.99952)
基质标准曲线浓度点	峰面积 .	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	7.704e3	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.853e4	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	3.982e4	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	9.942e4	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.872e5	100.00
硝呋醛肟(Nifuroxime): y =	1938.10635 x + -1172.64973 (r = 0.99893, r ² = 0.99787)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.912e4	5.00
饲料添加剂(植物提取物)-10	3.790e4	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	7.004e4	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.762e5	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	3.305e5	100.00
	= 3335.86491 x + 3334.35294	$(r = 0.99945, r^2 = 0.99890)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(植物提取物)-5	6.889e4	5.00
饲料添加剂 (植物提取物) -10	1.217e5	10.00
饲料添加剂(植物提取物)-20	2.033e5	20.00
饲料添加剂(植物提取物)-50	4.651e5	50.00
饲料添加剂(植物提取物)-100	9.043e5	100.00

烯酸钠 (Nifurstylenate): y = 8780.79060 x + 27771.86792 (r = 0.99971, r² = 0.99942) 表 5 禽配合饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	1.604e5	5.00
禽配合饲料-10	2.695e5	10.00
禽配合饲料-20	5.151e5	20.00
禽配合饲料-50	1.237e6	50.00
禽配合饲料-100	2.471e6	100.00
呋喃西林(Nitrofurazone)	y = 24209.81506 x + 3.46932e4	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	3.649e4	0.50
禽配合饲料-10	7.746e4	1.00
禽配合饲料-20	1.543e5	2.00
禽配合饲料-50	3.792e5	5.00
禽配合饲料-100	7.119e5	10.00
呋喃唑酮 (Furazolidone)	y = 7.26832e4 x + 2954.58167 (r	$r = 0.99919$ $r^2 = 0.99838$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	3.233e4	0.50
禽配合饲料-10	6.905e4	1.00
禽配合饲料-20	1.406e5	2.00
禽配合饲料-50	3.596e5	5.00
禽配合饲料-100	7.298e5	10.00
呋喃吡醇(Nifurpirinol)	y = 7.31718e4 x + -4466.60620 (r	= 0.99998, r ² = 0.99996)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	5.372e4	0.50
禽配合饲料-10	1.137e5	1.00
禽配合饲料-20	2.617e5	2.00
禽配合饲料-50	6.393e5	5.00
禽配合饲料-100	1.500e6	10.00
呋喃齐特 (Nifuroxazide)	y=1.45964e5 x + -26300.81116 (r	$r = 0.99722, r^2 = 0.99445$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	1.224e5	5.00
禽配合饲料-10	2.633e5	10.00
禽配合饲料-20	4.834e5	20.00
禽配合饲料-50	1.147e6	50.00
禽配合饲料-100	2.546e6	100.00
呋喃索尔(Nifursol)y =	= 24648.50325 x + 309.59626 (r =	$0.99831, r^2 = 0.99662)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	5.363e4	5.00
禽配合饲料-10	1.014e5	10.00
禽配合饲料-20	1.859e5	20.00
禽配合饲料-50	4.543e5	50.00
禽配合饲料-100	1.083e6	100.00
硝呋烯腙(Nitrovin) y =	10230.36030 x + -2828.96376 (r =	= 0.99533, r ² = 0.99068)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	5.363e4	5.00
禽配合饲料-10	1.014e5	10.00
禽配合饲料-20	1.859e5	20.00
禽配合饲料-50	4.543e5	50.00
禽配合饲料-100	1.083e6	100.00
呋喃它酮(Furaltadone): ハ	y = 1.54593e5 x + -12099.78269 (
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度; ng/mL

禽配合饲料-5	1.005e4	5.00
禽配合饲料-10	2.168e4	10.00
禽配合饲料-20	4.242e4	20.00
禽配合饲料-50	1.064e5	50.00
禽配合饲料-100	1.980e5	100.00
硝呋醛肟(Nifuroxime):	y = 2027.17862 x + 713.37246 (r	= 0.99907, r ² = 0.99813)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	1.172e4	5.00
禽配合饲料-10	2.805e4	10.00
禽配合饲料-20	5.648e4	20.00
禽配合饲料-50	1.584e5	50.00
禽配合饲料-100	3.253e5	100.00
硝呋妥因(Nitrofurantoin):	y = 3276.15949 x + -5228.09494	$(r = 0.99965, r^2 = 0.99929)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽配合饲料-5	7.346e4	5.00
禽配合饲料-10	1.259e5	10.00
禽配合饲料-20	2.045e5	20.00
禽配合饲料-50	4.703e5	50.00
禽配合饲料-100	9.812e5	100.00

表 6 禽预混饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	7.514e4	5.00
禽预混饲料-10	1.138e5	10.00
禽预混饲料-20	2.295e5	20.00
禽预混饲料-50	5.324e5	50.00
禽预混饲料-100	1.055e6	100.00
呋喃西林 (Nitrofurazone)	y = 10305.81740 x + 19865.95488	$(r = 0.99952, r^2 = 0.99904)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	3.185e4	0.50
禽预混饲料-10	6.883e4	1.00
禽预混饲料-20	1.389e5	2.00
禽预混饲料-50	3.094e5	5.00
禽预混饲料-100	6.538e5	10.00
呋喃唑酮(Furazolidone	y = 6.45492e4 x + 1702.08537 (1)	$r = 0.99901, r^2 = 0.99803$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	4.883e4	0.50
禽预混饲料-10	1.114e5	1.00
禽预混饲料-20	2.115e5	2.00
禽预混饲料-50	4.532e5	5.00
禽预混饲料-100	9.447e5	10.00
呋喃吡醇(Nifurpirinol)	y = 9.32649e4 x + 8853.03747 (r	= 0.99806, r ² = 0.99612)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	9.447e4	0.50
禽预混饲料-10	1.923e5	1.00
禽预混饲料-20	3.444e5	2.00
禽预混饲料-50	7.889e5	5.00
禽预混饲料-100	1.694e6	10.00

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	1.323e5	5.00
禽预混饲料-10	2.623e5	10.00
禽预混饲料-20	5.456e5	20.00
禽预混饲料-50	1.230e6	50.00
禽预混饲料-100	2.431e6	100.00
呋喃索尔(Nifursol)y=	24366.02230 x + 18508.38057 (r	$= 0.99930, r^2 = 0.99860)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	3.970e4	5.00
禽预混饲料-10	8.534e4	10.00
禽预混饲料-20	1.611e5	20.00
禽预混饲料-50	3.979e5	50.00
禽预混饲料-100	8.020e5	100.00
硝呋烯腙(Nitrovin) y =	= 7994.44365 x + 1411.76253 (r =	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	6.769e4	0.50
禽预混饲料-10	1.468e5	1.00
禽预混饲料-20	3.130e5	2.00
禽预混饲料-50	7.629e5	5.00
禽预混饲料-100	1.454e6	10.00
呋喃它酮(Furaltadone)	y= 1.48888e5 x + -2056.89590 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	8.196e3	5.00
禽预混饲料-10	2.059e4	10.00
禽预混饲料-20	4.019e4	20.00
禽预混饲料-50	1.018e5	50.00
禽预混饲料-100	2.037e5	100.00
硝呋醛肟(Nifuroxime): y	= 2061.50065 x + -1386.12888 ($r = 0.99969$ $r^2 = 0.99939$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	1.498e4	5.00
禽预混饲料-10	3.020e4	10.00
禽预混饲料-20	5.448e4	20.00
禽预混饲料-50	1.245e5	50.00
禽预混饲料-100	2.995e5	100.00
硝呋妥因(Nitrofurantoin)	: y = 2822.33905 x + 294.73490 ($r = 0.99520, r^2 = 0.99042$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽预混饲料-5	7.181e4	5.00
禽预混饲料-10	1.286e5	10.00
禽预混饲料-20	2.232e5	20.00
禽预混饲料-50	4.861e5	50.00
禽预混饲料-100	1.002e6	100.00

表 7 饲料添加剂 (生物发酵) 中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	9.346e4	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.487e5	10.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	3.027e5	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	7.172e5	50.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.327e6	100.00

	y = 13297.35041 x + 25848.61123	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL 0.50
饲料添加剂(生物发酵)-5	3.964e4	1.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	8.076e4	2.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	1.597e5	
饲料添加剂(生物发酵)-50	4.036e5	5.00
同料添加剂(生物发酵)-100	7.313e5	10.00
	y = 7.52428e4 x + 4613.69461 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	4.195e4	0.50
饲料添加剂(生物发酵)-10	9.076e4	1.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	1.928e5	2.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	5.055e5	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	9.341e5	10.00
呋喃吡醇(Nifurpirinol)	y = 9.66818e4 x + -4685.03268 (r =	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂 (生物发酵)-5	2.525e5	0.50
饲料添加剂(生物发酵)-10	4.993e5	1.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	9.876e5	2.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	2.363e6	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	4.655e6	10.00
呋喃齐特(Nifuroxazide)	y=4.65672e5 x + 28382.15182 (r	= 0.99987, r ² = 0.99974)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	2.587e5	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	5.429e5	10.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	9.893e5	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	2.453e6	50.00
饲料添加剂 (生物发酵) -100	4.429e6	100.00
	y = 4.52881e4 x + 5.89626e4 (r = 0)	$0.99825, r^2 = 0.99651$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	8.042e4	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.511e5	10.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	2.728e5	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	6.813e5	50.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.268e6	100.00
	= 12732.72190 x + 19697.91393 (r	= 0.99943, r ² = 0.99886)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	8.859e4	0.50
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.843e5	1.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	3.703e5	2.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	8.846e5	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.631e6	10.00
) :y= 1.67087e5 x + 13473.94788 (r	
基质标准曲线浓度点	<u>峰面积</u>	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	9.520e3	5.00 V
	1.735e4	10.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	3.738e4	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-20		50.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	9.776e4	
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.817e5	100.00

.

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	1.364e4	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	2.635e4	10.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	5.066e4	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	1.308e5	50.00
同料添加剂(生物发酵)-100	2.559e5	100.00
硝呋妥因(Nitrofurantoin): y	= 2561.54361 x + 691.14670 ($(r = 0.99989, r^2 = 0.99978)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
饲料添加剂(生物发酵)-5	6.836e4	5.00
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.282e5	10.00
饲料添加剂(生物发酵)-20	2.197e5	20.00
饲料添加剂(生物发酵)-50	5.084e5	
同料添加剂(生物发酵)-100	9.569e5	100.00
	y = 9468.62027 x + 25977.297	

表 8 猪预混饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	2.226e5	5.00
猪预混饲料-10	3.275e5	10.00
猪预混饲料-20	5.805e5	20.00
猪预混饲料-50	1.371e6	50.00
猪预混饲料-100	2.413e6	100.00
呋喃西林 (Nitrofurazone)	y = 23809.77181 x + 1.02153e5	$(r = 0.99860, r^2 = 0.99720)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	4.341e4	0.50
猪预混饲料-10	8.079e4	1.00
猪预混饲料-20	1.602e5	2.00
猪预混饲料-50	. 3.775e5	5.00
猪预混饲料-100	7.288e5	10.00
呋喃唑酮(Furazolidone)	y =7.29417e4 x + 8262.04347 (r	= 0.99973, r ² = 0.99946)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	4.273e4	0.50
猪预混饲料-10	1.049e5	1.00
猪预混饲料-20	1.999e5	2.00
猪预混饲料-50	5.315e5	5.00
猪预混饲料-100	1.048e6	10.00
呋喃吡醇(Nifurpirinol)	y = 1.06319e5 x + -7936.65153 (r	$= 0.99969, r^2 = 0.99938)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	1.404e5	0.50
猪预混饲料-10	2.223e5	1.00
猪预混饲料-20	4.195e5	2.00
猪预混饲料-50	8.969e5	5.00
猪预混饲料-100	1.776e6	10.00
呋喃齐特(Nifuroxazide)	y=1.71783e5 x + 5.55286e4 (r =	$0.99958, r^2 = 0.99915$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	1.414e5	5.00
猪预混饲料-10	2.728e5	10.00
猪预混饲料-20	5.533e5	20.00
猪预混饲料-50	1.295e6	50.00
猪预混饲料-100	2.552e6	100.00

	25526.17424 x + 18478.98770 (i	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	8.918e4	5.00
猪预混饲料-10	1.406e5	10.00
猪预混饲料-20	2.419e5	20.00
猪预混饲料-50	5.389e5	50.00
猪预混饲料-100	1.036e6	100.00
硝呋烯腙(Nitrovin) y	= 9976.67915 x + 4.00960e4 (r =	= 0.99998, r ² = 0.99996)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	8.305e4	0.50
猪预混饲料-10	1.903e5	1.00
猪预混饲料-20	3.805e5	2.00
猪预混饲料-50	1.005e6	5.00
猪预混饲料-100	1.931e6	10.00
呋喃它酮(Furaltadone):	y= 1.97331e5 x + -12051.49179	$(r = 0.99964, r^2 = 0.99929)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	9.316e3	5.00
猪预混饲料-10	2.104e4	10.00
猪预混饲料-20	4.197e4	20.00
猪预混饲料-50	1.029e5	50.00
猪预混饲料-100	2.079e5	100.00
硝呋醛肟(Nifuroxime):	y = 2088.16663 x + -622.91517	$r = 0.99984, r^2 = 0.99969$
基质标准曲线浓度点	峰面积	、 浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	1.313e4	5.00
猪预混饲料-10	3.334e4	10.00
猪预混饲料-20	6.677e4	20.00
猪预混饲料-50	1.672e5	50.00
猪预混饲料-100	3.153e5	100.00
硝呋妥因(Nitrofurantoin):	y = 3254.30861 x + -1251.4086	$7 (r = 0.99881, r^2 = 0.99762)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪预混饲料-5	6.412e4	5.00
猪预混饲料-10	1.196e5	10.00
猪预混饲料-20	2.269e5	20.00
猪预混饲料-50	5.140e5	50.00
猪预混饲料-100	9.312e5	100.00

表 9 禽浓缩饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	8.008e4	5.00
禽浓缩饲料-10	1.565e5	10.00
禽浓缩饲料-20	2.589e5	20.00
禽浓缩饲料-50	6.421e5	50.00
禽浓缩饲料-100	1.170e6	100.00
呋喃西林(Nitrofurazon	e) y=11722.47318 x + 27734.16049	$(r = 0.99857, r^2 = 0.99715)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	3.214e4	0.50
禽浓缩饲料-10	5.284e4	1.00
禽浓缩饲料-20	1.130e5	2,190
禽浓缩饲料-50	2.487e5	5.00

禽浓缩饲料-100	5.185e5	10.00
	y =5.05859e4 x + 5860.19780 (i	$r = 0.99906 r^2 = 0.99812$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	5.813e4	0.50
禽浓缩饲料-10	1.364e5	1.00
禽浓缩饲料-20	2.687e5	2.00
禽浓缩饲料-50	7.108e5	5.00
禽浓缩饲料-100	1.333e6	10.00
	y = 1.37152e5 x + -6140.02921 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	
禽浓缩饲料-5	2.472e5	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-10	4.465e5	0.50
禽浓缩饲料-20		1.00
	8.140e5	2.00
禽浓缩饲料-50	1.971e6	5.00
禽浓缩饲料-100	3.942e6	10.00
大幅介符(Nituroxazide) y=3.86698e5 x + 5.33809e4 (r =	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	2.083e5	5.00
禽浓缩饲料-10	3.786e5	10.00
禽浓缩饲料-20	6.867e5	20.00
禽浓缩饲料-50	1.755e6	50.00
禽浓缩饲料-100	3.392e6	100.00
呋喃索尔 (Nifursol) y	= 1.46665e5 x + -3220.54099 (r =	$0.99957, r^2 = 0.99915)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	8.253e4	5.00
禽浓缩饲料-10	1.541e5	10.00
禽浓缩饲料-20	2.853e5	20.00
禽浓缩饲料-50	6.794e5	50.00
禽浓缩饲料-100	1.234e6	100.00
	12473.54482 x + 25636.21086 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5		
禽浓缩饲料-10	6.483e4	0.50
禽浓缩饲料-20	. 1.485e5	1.00
	3.056e5	2.00
禽浓缩饲料-50	7.228e5	5.00
禽浓缩饲料-100	1.455e6	10.00
大闸上闸(Furaltadone)	:y= 1.46665e5 x + -3220.54099 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	0.40364	0.50
禽浓缩饲料-10	1.485e5	1.00
禽浓缩饲料-20	3.056e5	2.00
禽浓缩饲料-50	7.228e5	5.00
禽浓缩饲料-100	1.455e6	10.00
硝呋醛肟(Nifuroxime):	y = 1731.76220 x + -148.42057 (r	= 0.99931, r ² = 0.99863)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
禽浓缩饲料-5	8.361e3	5.00
禽浓缩饲料-10	1.850e4	10.00
禽浓缩饲料-20	3.205e4	20.00
禽浓缩饲料-50	8.707e4	50.00
禽浓缩饲料-100	1.737e5	100.00

:

浓度: ng/mL	峰面积	基质标准曲线浓度点
5.00	5.892e4	禽浓缩饲料-5
10.00	1.064e5	禽浓缩饲料-10
20.00	2.091e5	禽浓缩饲料-20
50.00	4.999e5	禽浓缩饲料-50
100.00	9.304e5	禽浓缩饲料-100

表 10 猪浓缩饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	1.847e5	5.00
猪浓缩饲料-10	2.535e5	10.00
猪浓缩饲料-20	5.006e5	20.00
猪浓缩饲料-50	1.154e6	50.00
猪浓缩饲料-100	2.190e6	100.00
呋喃西林(Nitrofurazone)	y =21326.25311 x + 6.75508e4 ($r = 0.99901, r^2 = 0.99801$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	2.450e4	0.50
猪浓缩饲料-10	5.183e4	1.00
猪浓缩饲料-20	1.102e5	2.00
猪浓缩饲料-50	2.581e5	5.00
猪浓缩饲料-100	5.141e5	10.00
	y =5.18414e4 x + -70.62497 (r =	$= 0.99958$, $r^2 = 0.99916$)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	3.545e4	0.50
猪浓缩饲料-10	8.408e4	1.00
猪浓缩饲料-20	1.627e5	2.00
猪浓缩饲料-50	4.041e5	5.00
猪浓缩饲料-100	8.000e5	10.00
	$y = 8.08496e4 \times + -1869.11973$ (r	= 0.99965, r ² = 0.99930)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	1.371e5	0.50
猪浓缩饲料-10	2.900e5	1.00
猪浓缩饲料-20	5.401e5	2.00
猪浓缩饲料-50	1.201e6	5.00
猪浓缩饲料-100	2.632e6	10.00
	y=2.54993e5 x + 16467.47195 (r	$r = 0.99832, r^2 = 0.99664$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	1.328e5	5.00
猪浓缩饲料-10	2.620e5	10.00
猪浓缩饲料-20	5.126e5	20.00
猪浓缩饲料-50	1.181e6	50.00
猪浓缩饲料-100	2.452e6	100.00
	24117.94989 x + 15594.36329 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	4.003e4	5.00
猪浓缩饲料-10	8.595e4	10.00
猪浓缩饲料-20	1.677e5	20.00
猪浓缩饲料-50	4.366e5	50.00

猪浓缩饲料-100	8.286e5	100.00
硝呋烯腙(Nitrovin) y:	= 8440.73262 x + -518.82532 (r =	$0.99954, r^2 = 0.99909)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	4.841e4	0.50
猪浓缩饲料-10	1.118e5	1.00
猪浓缩饲料-20	2.252e5	2.00
猪浓缩饲料-50	5.523e5	5.00
猪浓缩饲料-100	1.146e6	10.00
呋喃它酮(Furaltadone):	y= 1.14508e5 x + -6900.96967 (r	$= 0.99977, r^2 = 0.99954)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	9.844e3	5.00
猪浓缩饲料-10	2.072e4	10.00
猪浓缩饲料-20	3.937e4	20.00
猪浓缩饲料-50	9.574e4	50.00
猪浓缩饲料-100	1.918e5	100.00
硝呋醛肟(Nifuroxime):	y = 1912.07086 x + 741.36178 (r	$= 0.99985, r^2 = 0.99970)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	1.006e4	5.00
猪浓缩饲料-10	2.006e4	10.00
猪浓缩饲料-20	3.655e4	20.00
猪浓缩饲料-50	9.786e4	50.00
猪浓缩饲料-100	1.940e5	100.00
. 硝呋妥因(Nitrofurantoin)	: y = 1931.90269 x + 216.20836 ($r = 0.99964, r^2 = 0.99927$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪浓缩饲料-5	5.239e4	5.00
猪浓缩饲料-10	9.210e4	10.00
猪浓缩饲料-20	1.886e5	20.00
猪浓缩饲料-50	4.241e5	50.00
猪浓缩饲料-100	7.888e5	100.00

表 11 猪配合饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	8.616e4	5.00
猪配合饲料-10	1.541e5	10.00
猪配合饲料-20	2.606e5	20.00
猪配合饲料-50	7.012e5	50.00
猪配合饲料-100	1.241e6	100.00
呋喃西林(Nitrofurazo	ne) y =12537.50918 x + 24801.27698	$(r = 0.99798, r^2 = 0.99597)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	1.985e4	0.50
猪配合饲料-10	3.602e4	1.00
猪配合饲料-20	6.796e4	2.00
猪配合饲料-50	1.784e5	5.00
猪配合饲料-100	3.449e5	10.00
呋喃唑酮(Furazolid	one) y =3.44280e4 x + 2029.49775 (r	
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	2.467e4	0.50
猪配合饲料-10	4.012e4	1.00

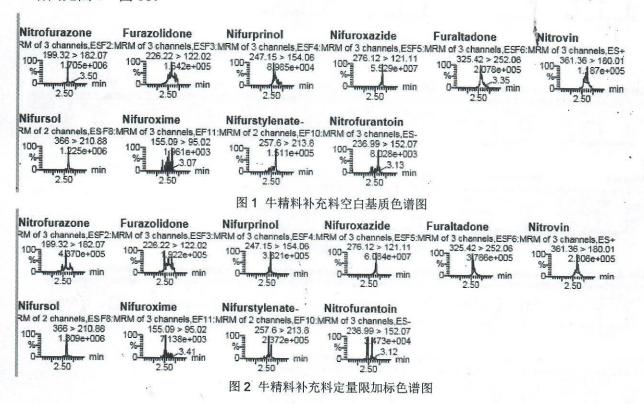
猪配合饲料-20	7.626e4	2.00
猪配合饲料-50	1.851e5	5.00
猪配合饲料-100	3.467e5	10.00
	y = 3.44437e4 x + 7123.15748 (r	$= 0.99960, r^2 = 0.99920)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	6.599e4	0.50
猪配合饲料-10	9.085e4	1.00
猪配合饲料-20	1.506e5	2.00
猪配合饲料-50	3.498e5	5.00
猪配合饲料-100	6.621e5	10.00
呋喃齐特(Nifuroxazid	e) y= 6.27338e4 x + 3.17445e4 (r =	= 0.99940, r ² = 0.99880)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	8.047e4	5.00
猪配合饲料-10	1.858e5	10.00
猪配合饲料-20	3.512e5	20.00
猪配合饲料-50	8.292e5	50.00
猪配合饲料-100	1.604e6	100.00
	y = 16223.18162 x + 9854.00465 (r =	$= 0.99897, r^2 = 0.99794)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	3.255e4	5.00
猪配合饲料-10	6.616e4	10.00
猪配合饲料-20	1.303e5	20.00
猪配合饲料-50	3.395e5	50.00
猪配合饲料-100	6.836e5	100.00
硝呋烯腙 (Nitrovin)	y = 6831.33366 x + -2339.26293 (r =	= 0.99991, r ² = 0.99982)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	3.665e4	0.50
猪配合饲料-10	7.482e4	1.00
猪配合饲料-20	1.492e5	2.00
猪配合饲料-50	3.903e5	5.00
猪配合饲料-100	7.384e5	10.00
	e) :y= 7.51981e4 x + -364.85144 (r	= 0.99954, r ² = 0.99909)
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	6.599e4	0.50
猪配合饲料-10	9.085e4	1.00
猪配合饲料-20	1.506e5	2.00
猪配合饲料-50	3.498e5	5.00
猪配合饲料-100	6.621e5	10.00
硝呋醛肟 (Nifuroxime)	y = 1758.61224 x + 530.15818 (r	$= 0.99925, r^2 = 0.99849)$
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	8.680e3	5.00
猪配合饲料-10	1.543e4	10.00
猪配合饲料-20	3.325e4	20.00
猪配合饲料-50	9.382e4	50.00
猪配合饲料-100	1.793e5	100.00
) : y = 1821.53953 x + -1310.30330	A STATE OF THE STA
基质标准曲线浓度点	峰面积	浓度: ng/mL
猪配合饲料-5	4.567e4	5.00
猪配合饲料-10	7.818e4	10.00
猪配合饲料-20	1.367e5	20.00

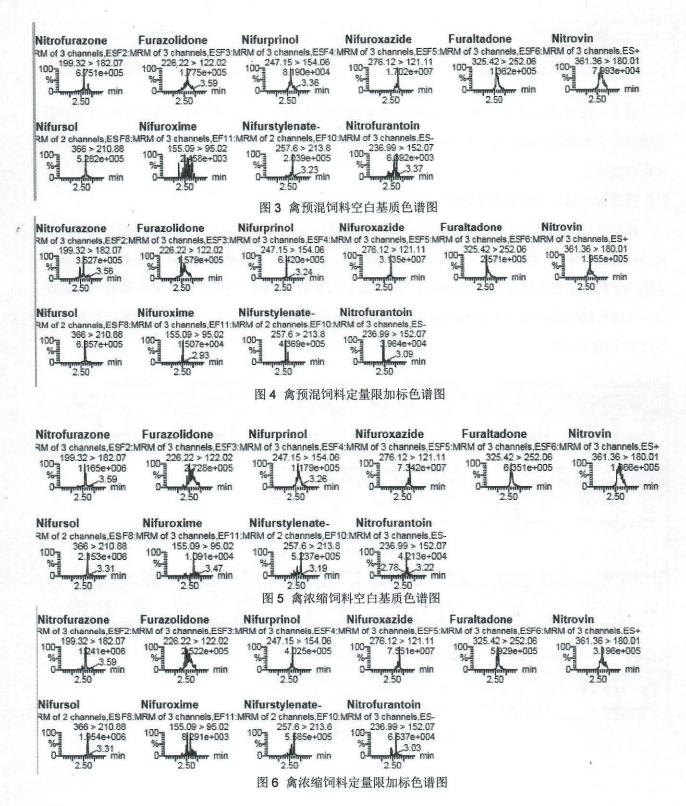
猪配合饲料-50	3.298e5	50.00
猪配合饲料-100	5.872e5	100.00

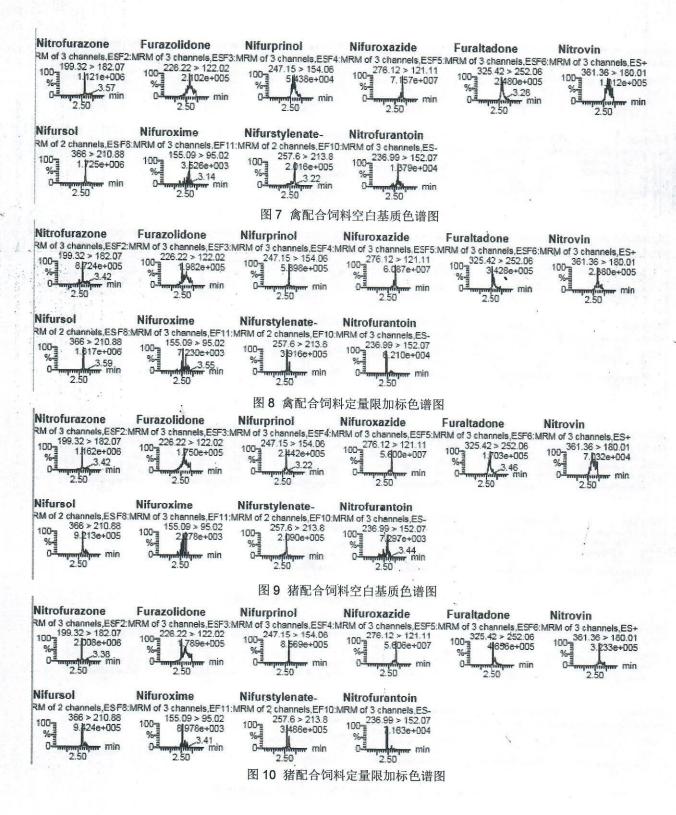
表 3~表 11 可以看出,在 5.0 ng/mL~100 ng/mL 范围内,在 9 种不同饲料基质中 10 种硝基 呋喃类化合物标准溶液浓度与峰面积的响应值线性关系良好,相关系数大于 0.99,能够满足检测分析的要求。

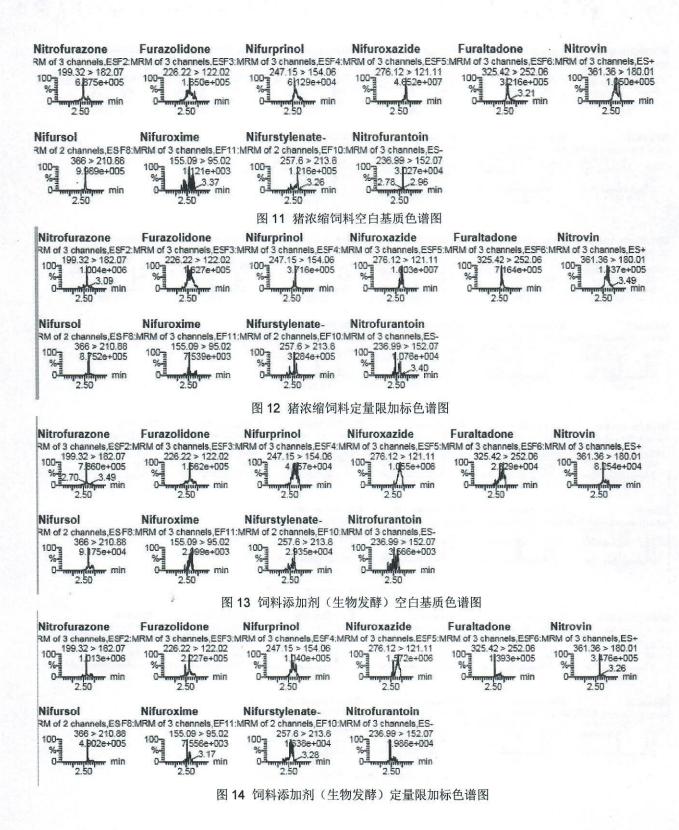
2.2 方法检出限、定量限及色谱图

按标准文本,添加适量标准溶液于 2.0g 空白饲料中,经提取后测定,10 种硝基呋喃类化合物的信噪比 (S/N) 均大于 10。因此,将呋喃西林、硝呋索尔、硝呋烯腙、硝呋醛肟、呋喃妥因、呋喃苯烯酸钠的检出限定为 0.02 mg/kg,定量限定为 0.05 mg/kg,呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、呋喃它酮的检出限定为 0.002 mg/kg,定量限定为 0.005 mg/kg,可以满足日常测定的要求。色谱图见图 1~图 18。









THE RESERVE



图 18 饲料添加剂 (植物提取物) 定量限加标色谱图

以9种饲料样品为基础进行空白添加实验,验证该方法的准确度和精密度。每种饲料中添加3个水平的10种硝基呋喃类化合物,每个添加水平重复7次,计算回收率和变异系数,结果见表13~表21。

表 13 猪浓缩饲料回收率和精密度试验结果(n=7)

	海加東が					检测	」结果(mg	/kg)			-19547
化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	0.05	0.0339	0.0371	0.0312	0.0361	0.0326	0.0404	0.0374	0.0356	71.1	8.88
呋喃西林	0.25	0.255	0.250	0.247	0.275	0.251	0.231	0.276	0.255	102	6.28
CONTRACTOR CONTRACTOR	5	4.42	4.90	4.87	5.05	4.88	5.48	5.39	5.00	100	7.16
	0.005	0.00433	0.00476	0.00468	0.00486	0.00509	0.00467	0.00486	0.00475	95.0	4.87
呋喃唑酮	0.025	0.0243	0.0246	0.0227	0.0253	0.0227	0.0240	0.0271	0.0244	97.5	6.21
toda section today	0.5	0.465	0.437	0.474	0.474	0.473	0.487	0.519	0.475	95.1	5.13
	0.005	0.00449	0.00456	0.00447	0.00447	0.00473	0.00463	0.00483	0.00460	92.0	3.04
硝呋吡醇	0.025	0.0244	0.0251	0.0230	0.0247	0.0241	0.0234	0.0264	0.0244	97.7	4.65
	0.5	0.477	0.495	0.464	0.500	0.505	0.484	0.545	0.496	99.1	5.22
	0.005	0.00429	0.00457	0.00443	0.00451	0.00444	0.00458	0.00459	0.00449	89.8	2.45
硝呋齐特	0.025	0.0234	0.0250	0.0240	0.0230	0.0248	0.0226	0.0251	0.0240	95.9	4.25
	0.5	0.487	0.456	0.478	0.505	0.512	0.482	0.544	0.495	99.0	5.73
	0.005	0.00499	0.00520	0.00520	0.00498	0.00505	0.00505	0.00520	0.00510	102	1.98
呋喃它酮	0.025	0.0255	0.0256	0.0242	0.0247	0.0236	0.0236	0.0261	0.0248	99.0	4.12
	0.5	0.472	0.441	0.476	0.479	0.447	0.494	0.525	0.476	95.2	5.99
	0.05	0.0622	0.0587	0.0620	0.0554	0.0528	0.0525	0.0578	0.0573	115	6.95
硝呋烯腙	0.25	0.255	0.283	0.249	0.271	0.231	0.270	0.297	0.265	106	8.34
	5	4.49	4.46	4.51	4.45	4.56	4.48	4.65	4.51	90.3	1.57
	0.05	0.0411	0.0427	0.0433	0.0414	0.0402	0.0386	0.0447	0.0417	83.4	4.87
硝呋索尔	0.25	0.255	0.246	0.277	0.261	0.254	0.236	0.271	0.257	103	5.42
	5	4.92	5.06	5.23	5.08	5.12	5.47	5.55	5.21	104	4.40
	0.05	0.0457	0.0527	0.0556	0.0512	0.0542	0.0551	0.0543	0.0527	105	6.47
硝呋醛肟	0.25	0.234	0.225	0.222	0.229	0.231	0.243	0.231	0.231	92.3	2.88
	5	4.47	4.49	4.29	4.57	4.59	4.64	4.88	4.56	91.2	3.94
· · · · · · · · · · · · · ·	0.05	0.0520	0.0512	0.0494	0.0554	0.0459	0.0488	0.0596	0.0518	103.5	8.78
	0.25	0.234	0.227	0.229	0.228	0.233	0.229	0.244	0.232	92.8	2.49
钠	5	4.81	4.67	4.97	4.78	4.63	4.92	5.11	4.84	96.8	3.52
	0.05	0.0417	0.0515	0.0541	0.0477	0.0485	0.0506	0.0483	0.0489	97.8	7.92
呋喃妥因	0.25	0.237	0.233	0.247	0.234	0.227	0.218	0.241	0.234	93.5	3.99
	5	4.75	4.45	4.84	4.70	4.55	5.08	4.86	4.75	95.0	4.39

表 14 猪配合饲料回收率和精密度试验结果(n=7)

	SE book SV					检测	l结果 (mg	/kg)			
化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
1	0.05	0.0385	0.0347	0.0362	0.0297	0.0280	0.0363	0.0301	0.0334	66.7	12.1
呋喃西林	0.25	0.262	0.249	0.265	0.269	0.247	0.245	0.280	0.259	104	4.95
	5	4.96	5.16	4.35	4.66	4.75	4.98	5.00	4.84	96.8	5.63
	0.005	0.00495	0.00465	0.00470	0.00479	0.00443	0.00459	0.00482	0.00470	94.1	3.59
呋喃唑酮	0.025	0.0248	0.0239	0.0242	0.0255	0.0250	0.0238	0.0259	0.0247	98.9	3.24
	0.5	0.499	0.452	0.442	0.438	0.461	0.458	0.444	0.456	91.2	4.55
	0.005	0.00509	0.00468	0.00449	0.00477	0.00495	0.00482	0.00520	0.00486	97.1	4.98
硝呋吡醇	0.025	0.0260	0.0235	0.0247	0.0243	0.0234	0.0242	0.0255	0.0245	98.0	4.01
	0.5	0.504	0.509	0.484	0.503	0.469	0.494	0.522	0.498	99.6	3.50
	0.005	0.00443	0.00422	0.00466	0.00434	0.00419	0.00432	0.00468	0.00441	88.1	4.45
硝呋齐特	0.025	0.0253	0.0255	0.0245	0.0251	0.0233	0.0247	0.0274	0.0251	101	5.00
	0.5	0.465	0.481	0.446	0.496	0.465	0.490	0.514	0.480	95.9	4.72
呋喃它酮	0.005	0.00524	0.00474	0.00475	0.00480	0.00505	0.00484	0.00483	0.00489	97.9	3.78
沙門口門	0.025	0.0238	0.0237	0.0233	0.0245	0.0239	0.0245	0.0259	0.0242	97.0	3.62

4 1 1064 14	0.5	0.484	0.474	0.464	0.476	0.436	0.459	0.511	0.472	94.4	4.93
	0.05	0.0640	0.0480	0.0549	0.0466	0.0551	0.0474	0.0506	0.0524	105	11.83
硝呋烯腙	0.25	0.220	0.219	0.213	0.219	0.217	0.217	0.220	0.218	87.2	1.00
I - PARTY	5	4.54	4.58	4.50	4.56	4.62	4.53	5.01	4.62	92.4	3.83
	0.05	0.0467	0.0427	0.0411	0.0472	0.0444	0.0414	0.0519	0.0451	90.2	8.58
硝呋索尔	0.25	0.264	0.272	0.249	0.267	0.246	0.270	0.277	0.264	106	4.46
	5	4.89	.5.07	5.23	5.07	4.85	4.73	5.36	5.03	101	4.41
7 CH2 - 1	0.05	0.0484	0.0557	0.0480	0.0470	0.0463	0.0442	0.0513	0.0487	97.4	7.74
硝呋醛肟	0.25	0.240	0.255	0.230	0.227	0.216	0.238	0.245	0.236	94.3	5.32
\$1.54E-113	5	4.78	4.81	4.73	4.76	4.47	4.60	5.17	4.76	95.2	4.54
呋喃苯烯酸	0.05	0.0499	0.0501	0.0453	0.0493	0.0504	0.0499	0.0532	0.0497	99.4	4.68
纳	0.25	0.23.1	0.224	0:234	0.229	0.224	0:222	0.243	0.230	91.8	3.15
N.1	5	4.48	·4.46	4.67	4.70	4.60	4.72	4.74	4.62	92.5	2.50
	0.05	0.0527	0.0472	0.0495	0.0467	0.0493	0.0454	0.0484	0.0485	96.9	4.88
呋喃妥因	0.25	0.230	0.249	0.234	0.225	0.227	0.228	0.229	0.232	92.7	3.49
Liver Francis	5	5.05	4.74	4.66	4.84	4.68	4.66	5.23	4.84	96.8	4.60

	添加水平						验结果(则结果(mg				
化合物	(mg/kg)	1	:2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
W1 - C - C 1	0.05	0.0332	0.0310	0.0314	0.0288	0.0285	0.0295	0.0288	0.0302	60.3	5.79
呋喃西林	0.25	0.246	0.241	0.234	0.237	0.246	0.230	0.251	0.241	96.3	3.11
	5	4.68	4.56	4.82	4.65	4.28	4.58	5.04	4.66	93.2	5.06
	0.005	0.00462	0.00430	0.00468	0.00461	0.00447	0.00463	0.00485	0.00460	91.9	3.73
呋喃唑酮	0.025	0.0221	0.0225	0.0225	0.0232	0.0215	0.0222	0.0236	0.0225	90.0	3.15
	0.5	0.433	0.445	0.453	0.476	0.425	0.449	0.488	0.453	90.5	4.95
The second second	0.005	0.00512	0.00473	0.00467	0.00450	0.00485	0.00466	0.00494	0.00478	95.6	4.31
硝呋吡醇	0.025	0.0238	0.0235	0.0237	0.0237	0.0233	0.0246	0.0252	0.0240	95.9	2.86
	0.5	0.485	0.492	0.477	0.472	0.467	0.485	0.487	0.481	96.2	1.88
	0.005	0.00460	0.00445	0.00413	0.00424	0.00409	0.00398	0.00439	0.00427	85.4	5.15
硝呋齐特	0.025	0.0219	0.0226	0.0231	0.0238	0.0227	0.0243	0.0261	0.0235	94.0	5.98
	0.5	0.469	0.465	0.465	0.448	0.441	0.459	0.470	0.460	91.9	2.41
	0.005	0.00522	0.00499	0.00493	0.00447	0.00480	0.00504	0:00487	0.00490	98.0	4.74
呋喃它酮	0.025	0.0234	0.0232	0.0220	0.0236	0.0245	0.0227	0.0256	0.0236	94.2	4.98
	0.5	0.460	0.460	0.449	0.492	0.465	0.431	0.528	0.469	93.9	6.73
	0.05	0.0563	0.0483	0.0504	0.0416	0.0485	0.0400	0.0453	0.0472	94.4	11.7
硝呋烯腙	0.25	0.203	0.219	0.201	0.223	0.204	0.209	0.235	0.213	. 85.4	5.87
	5	4.69	4.58	4.55	4.55	4.57	4.57	4.81	4.62	92.3	2.14
	0.05	0.0413	0.0386	0.0386	0.0421	0.0379	0.0406	0.0460	0.0407	81.5	6.84
硝呋索尔	0.25	0.239	0.246	0.246	0.249	0.301	0.269	0.266	0.259	104	8.23
and the second	5	5.28	5.28	4.99	5.06	4.82	4.69	5.32	5.06	101	4.86
	0.05	0.0450	0.0491	0.0498	0.0536	0.0450	0.0480	0.0543	0.0492	98.5	7.51
硝呋醛肟	0.25	0.224	0.218	0.222	0.236	0.219	0.211	0.259	0.227	90.9	6.94
191	5	4.45	4.42	4.52	4.51	4.57	4.55	4.81	4.55	90.9	2.79
 快喃苯烯酸	0.05	0.0451	0.0473	0.0478	0.0484	0.0460	10.0479	0.0485	0.0473	94.5	2.68
納	0.25	0.202	0.218	0.223	0.222	0.197	0.219	0.243	0.218	87.2	6.90
TYJ	5	4.35	4.76	4.73	4.97	4.78	4.47	5.23	4.75	95.1	6.18
	0.05	0.0516	0.0538	0.0495	0.0439	0.0472	0.0471	0.0442	0.0482	96.4	7.59
呋喃妥因	0.25	0.241	0.213	0.234	0.237	0.232	0.229	0.257	0.0462	93.9	5.61
	5	4.81	4.56	4.71	5.07	4.48	4.73	5.26	4.80	96.1	5.74

表 16 禽预混合饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	添加水平					检测	则结果(mg	/kg)			
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	0.05	0.0380	0.0320	0.0388	0.0332	0.0380	0.0343	0.0339	0.0355	70.9	7.76
呋喃西林	0.25	0.221	0.229	0.234	0.225	0.217	0.227	0.245	0.228	91.3	4.00
	5	4.39	4.80	4.73	4.64	4.65	4.40	4.73	4.62	92.4	3.53

3 4 6 7 4	0.005	0.00435	0.00432	0.00423	0.00443	0.00434	0.00370	0.00445	0.00426	85.2	6.00
呋喃唑酮	0.025	0.0217	0.0230	0.0217	0.0227	0.0232	0.0224	0.0243	0.0227	90.9	4.03
	0.5	0.445	0.426	0.428	0.468	0.410	0.418	0.495	0.441	88.3	6.87
13.50	0.005	0.00482	0.00434	0.00433	0.00482	0.00455	0.00444	0.00487	0.00460	91.9	5.13
硝呋吡醇	0.025	0.0233	0.0227	0.0223	0.0222	0.0250	0.0234	0.0239	0.0233	93.1	4.23
F	0.5	0.472	0.471	0.460	0.465	0.483	0.452	0.467	0.467	93.4	2.05
1000	0.005	0.00414	0.00407	0.00428	0.00413	0.00397	0.00393	0.00447	0.00414	82.8	4.44
硝呋齐特	0.025	0.0218	0.0218	0.0217	0.0213	0.0224	0.0226	0.0216	0.0219	87.4	2.06
	0.5	0.452	0.434	0.449	0.483	0.437	0.466	0.529	0.464	92.9	7.10
100	0.005	0.00488	0.00435	0.00457	0.00403	0.00480	0.00443	0.00412	0.00445	89.1	7.17
呋喃它酮	0.025	0.0212	0.0229	0.0211	0.0218	0.0218	0.0216	0.0225	0.0219	87.4	3.02
	0.5	0.398	0.421	0.418	0.423	0.409	0.417	0.446	0.419	83.7	3.52
	0.05	0.0408	0.0409	0.0430	0.0465	0.0437	0.0431	0.0484	0.0438	87.5	6.40
硝呋烯腙	0.25	0.221	0.214	0.218	0.216	0.223	0.220	0.235	0.221	88.3	3.14
	5	4.57	4.64	4.58	4.52	4.60	4.58	4.88	4.62	92.5	2.56
T This I	0.05	0.0399	0.0338	0.0335	0.0330	0.0372	0.0327	0.0349	0.0350	70.0	7.55
硝呋索尔	0.25	0.225	0.224	0.226	0.232	0.237	0.241	0.245	0.233	93.2	3.60
	5	4.75	4.82	5.04	4.75	4.97	4.80	4.79	4.85	96.9	2.28
	0.05	0.0420	0.0492	0.0481	0.0455	0.0408	0.0435	0.0479	0.0453	90.6	7.22
硝呋醛肟	0.25	0.220	0.207	0.212	0.209	0.219	0.219	0.213	0.214	85.7	2.46
	5	4.43	4.58	4.50	4.59	4.58	4.48	5.04	4.60	92.0	4.44
呋喃苯烯酸	0.05	0.0402	0.0430	0.0465	0.0439	0.0428	0.0461	0.0471	0.0442	88.5	5.56
7.5	0.25	0.219	0.218	0.221	0.219	0.219	0.207	0.220	0.218	87.0	2.25
钠	5	4.67	4.50	4.51	4.44	4.57	4.54	4.60	4.55	90.9	1.63
	0.05	0.0494	0.0430	0.0492	0.0491	0.0466	0.0500	0.0493	0.0481	96.2	5.17
呋喃妥因	0.25	0.213	0.223	0.228	0.236	0.223	0.225	0.249	0.228	91.3	5.05
	5	4.58	4.62	4.63	4.46	4.65	4.53	4.79	4.61	92.2	2.23

表 17 禽浓缩饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	SE to al VI			acust inflorence store		检测	J结果 (mg	/kg)			
化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
TO BE LEVE	0.05	0.0282	0.0269	0.0276	0.0318	0.0338	0.0336	0.0339	0.0308	61.7	10.2
呋喃西林	0.25	0.224	0.213	0.216	0.215	0.228	0.216	0.222	0.219	87.7	2.60
	5	4.56	4.54	4.55	4.49	4.64	4.60	4.86	4.61	92.1	2.66
Total I	0.005	0.00480	0.00432	0.00416	0.00444	0.00444	0.00451	0.00465	0.00447	89.5	4.66
呋喃唑酮	0.025	0.0218	0.0224	0.0215	0.0222	0.0221	0.0221	0.0238	0.0223	89.0	3.33
	0.5	0.417	0.444	0.395	0.424	0.444	0.465	0.458	0.435	87.0	5.69
	0.005	0.00476	0.00474	0.00455	0.00454	0.00448	0.00462	0.00459	0.00461	92.2	2.28
硝呋吡醇	0.025	0.0232	0.0228	0.0242	0.0228	0.0234	0.0212	0.0239	0.0231	. 92.3	4.21
	0.5	0.487	0.448	0.475	0.493	0.477	0.465	0.516	0.480	96.0	4.49
689	0.005	0.00405	0.00434	0.00408	0.00386	0.00428	0.00404	0.00424	0.00413	82.6	4.02
硝呋齐特	0.025	0.0232	0.0229	0.0223	0.0232	0.0218	0.0208	0.0251	0.0228	91.1	5.84
	0.5	0.422	0.432	0.451	0.433	0.451	0.468	0.475	0.447	89.5	4.38
	0.005	0.00496	0.00451	0.00503	0.00510	0.00481	0.00484	0.00552	0.00496	99.3	6.25
呋喃它酮	0.025	0.0222	0.0221	0.0225	0.0221	0.0205	0.0203	0.0243	0.0220	87.9	6.07
	0.5	0.446	0.429	0.422	0.456	0.447	0.438	0.466	0.443	88.7	3.44
417	0.05	0.0491	0.0417	0.0472	0.0389	0.0387	0.0382	0.0405	0.0421	84.1	10.40
硝呋烯腙	0.25	0.216	0.207	0.209	0.210	0.218	0.208	0.225	0.213	85.4	3.15
	5	4.58	4.61	4.69	4.58	4.63	4.65	4.66	4.63	92.6	0.89
	0.05	0.0386	0.0422	0.0395	0.0385	0.0359	0.0340	0.0389	0.0382	76.4	6.93
硝呋索尔	0.25	0.237	0.233	0.231	0.234	0.231	0.235	0.247	0.235	94.1	2.45
	5	4.54	4.59	4.58	4.74	4.72	4.82	5.20	4.74	94.8	4.82
	0.05	0.0459	0.0454	0.0488	0.0543	0.0459	0.0496	0.0553	0.0493	98.6	8.29
硝呋醛肟	0.25	0.226	0.213	0.233	0.231	0.218	0.219	0.239	0.225	90.2	4.23
	5	4.54	4.61	4.60	4.61	4.54	4.63	5.05	4.65	93.1	3.80
呋喃苯烯酸	0.05	0.0434	0.0445	0.0488	0.0476	0.0455	0.0447	0.0483	0.0461	92.2	4.59
纳	0.25	0.208	0.210	0.216	0.210	0.227	0.214	0.226	0.216	86.3	3.63
TYJ	5	4.67	4.57	4.70	4.59	4.52	4.50	4.74	4.61	92.2	2.03

73-75-	0.05	0.0552	0.0508	0.0430	0.0461	0.0499	0.0455	0.0499	0.0486	97.2	8.39
呋喃妥因	0.25	0.241	0.218	0.232	0.232	0.240	0.222	0.252	0.234	93.6	4.97
	5	4.78	4.79	4.79	4.69	4.76	4.62	4.88	4.76	95.2	1.76

表 18 禽配合饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	SE to all W					1精密度记 检测	J结果 (mg				
化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD
	0.05	0.0354	0.0394	0.0384	0.0348	0.0345	0.0262	0.0374	0.0352	70.3	12.3
呋喃西林	0.25	0.216	0.215	0.219	0.248	0.220	0.209	0.258	0.226	90.5	8.21
	5	4.52	4.52	4.67	4.59	4.48	4.63	4.63	4.58	91.5	1.59
	0.005	0.00433	0.00468	0.00426	0.00470	0.00415	0.00429	0.00516	0.00451	90.2	7.90
呋喃唑酮	0.025	0.0218	0.0215	0.0215	0.0226	0.0211	0.0220	0.0232	0.0220	87.8	3.23
	0.5	0.425	0.441	0.447	0.430	0.446	0.442	0.464	0.442	88.4	2.87
	0.005	0.00476	0.00486	0.00461	0.00436	0.00433	0.00456	0.00460	0.00458	91.6	4.20
硝呋吡醇	0.025	0.0236	0.0233	0.0241	0.0229	0.0226	0.0234	0.0234	0.0233	93.3	1.97
	0.5	0.474	0.441	0.471	0.470	0.446	0.489	0.516	0.472	94.5	5.34
	0.005	0.00425	0.00408	0.00414	0.00387	0.00398	0.00400	0.00415	0.00407	81.3	3.13
硝呋齐特	0.025	0.0221	0.0228	0.0225	0.0208	0.0222	0.0209	0.0221	0.0219	87.6	3.50
	0.5	0.450	0.453	0.433	0.459	0.428	0.461	0.470	0.451	90.1	3.40
land the	0.005	0.00514	0.00424	0.00488	0.00472	0.00470	0.00422	0.00493	0.00469	93.8	7.38
呋喃它酮	0.025	0.0215	0.0226	0.0236	0.0242	0.0222	0.0220	0.0263	0.0232	92.8	7.04
the same of	0.5	0.404	0.448	0.407	0.442	0.416	0.446	0.462	0.432	86.4	5.24
	0.05	0.0437	0.0340	0.0375	0.0370	0.0398	0.0288	0.0386	0.0370	74.1	12.62
硝呋烯腙	0.25	0.211	0.221	0.218	0.207	0.214	0.203	0.226	0.214	85.7	3.66
	5	4.57	4.66	4.62	4.52	4.52	4.60	4.64	4.59	91.8	1.18
	0.05	0.0387	0.0378	0.0366	0.0333	0.0312	0.0356	0.0349	0.0354	70.9	7.32
硝呋索尔	0.25	0.209	0.227	0.229	0.207	0.218	0.197	0.211	0.214	85.6	5.35
	5	4.58	4.52	4.56	4.51	4.60	4.52	4.69	4.57	91.4	1.41
	0.05	0.0547	0.0489	0.0446	0.0463	0.0434	0.0492	0.0506	0.0483	96.5	8.01
硝呋醛肟	0.25	0.223	0.224	0.217	0.207	0.214	0.222	0.217	0.218	87.1	2.74
	5.	4.59	4.64	4.55	4.40	4.42	4.54	4.67	4.54	90.9	2.27
呋喃苯烯酸	0.05	0.0463	0.0444	0.0433	0.0465	0.0437	0.0485	0.0509	0.0462	92.5	5.94
纳	0.25	0.205	0.232	0.229	0.211	0.212	0.218	0.212	0.217	86.9	4.57
TY3	5	4.52	4.50	4.59	4.51	4.44	4.60	4.73	4.55	91.1	2.08
	0.05	0.0477	0.0493	0.0484	0.0529	0.0476	0.0466	0.0547	0.0496	99.2	6.08
呋喃妥因	0.25	0.233	0.236	. 0.260	0.227	0.233	0.230	0.245	0.238	95.0	4.77
	5	4.83	4.49	4.46	4.45	4.50	4.83	4.49	4.58	91.6	3.73

表 19 牛精料补充料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	添加水平					检测	则结果(mg	/kg)			27656
化合物	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	0.05	0.0382	0.0369	0.0311	0.0357	0.0384	0.0389	0.0358	0.0364	72.9	7.28
呋喃西林	0.25	0.228	0.233	0.233	0.250	0.232	0.234	0.253	0.237	95.0	4.16
	5	4.93	4.47	4.52	4.62	4.47	4.43	4.63	4.58	91.6	3.74
	0.005	0.00435	0.00417	0.00433	0.00421	0.00400	0.00450	0.00438	0.00428	85.6	3.84
呋喃唑酮	0.025	0.0222	0.0213	0.0218	0.0218	0.0221	0.0211	0.0223	0.0218	87.2	1.98
•	0.5	0.431	0.454	0.460	0.433	0.401	0.424	0.442	0.435	87.0	4.53
	0.005	0.00487	0.00492	0.00489	0.00478	0.00445	0.00459	0.00480	0.00476	95.2	3.62
硝呋吡醇	0.025	0.0227	0.0243	0.0233	0.0222	0.0241	0.0233	0.0238	0.0234	93.6	3.21
	0.5	0.499	0.485	0.470	0.469	0.489	0.493	0.498	0.486	97.2	2.54
	0.005	0.00455	0.00406	0.00425	0.00439	0.00401	0.00393	0.00459	0.00425	85.1	6.20
硝呋齐特	0.025	0.0222	0.0230	0.0223	0.0234	0.0228	0.0213	0.0254	0.0229	91.7	5.62
	0.5	0.462	0.457	0.455	0.434	0.435	0.477	0.471	0.456	91.2	3.61
	0.005	0.00467	0.00484	0.00446	0.00462	0.00458	0.00431	0.00498	0.00464	92.7	4.81
呋喃它酮	0.025	0.0220	0.0218	0.0205	0.0220	0.0220	0.0208	0.0225	0.0216	86.5	3.40
	0.5	0.401	0.426	0.440	0.426	0.402	0.439	0.449	0.426	85.2	4.38
硝呋烯腙	0.05	0.0384	0.0380	0.0382	0.0353	0.0309	0.0377	0.0379	0.0366	73.3	7.46

	0.25	0.210	0.215	0.209	0.210	0.224	0.213	0.227	0.216	86.2	3.37
	- 5	4.61	4.55	4.61	4.60	4.62	4.58	4.97	4.65	93.0	3.10
	0.05	0.0397	0.0415	0.0362	0.0382	0.0387	0.0371	0.0411	0.0389	77.9	5.07
硝呋索尔	0.25	0.243	0.238	0.236	0.244	0.242	0.228	0.258	0.241	96.5	3.90
	5	4.79	4.98	4.69	4.71	4.82	4.90	4.81	4.81	96.3	2.07
	0.05	0.0402	0.0437	0.0430	0.0468	0.0422	0.0436	0.0498	0.0442	88.3	7.16
硝呋醛肟	0.25	0.205	0.211	0.204	0.211	0.233	0.227	0.228	0.217	86.8	5.51
	5	4.44	4.53	4.62	4.59	4.60	4.62	4.75	4.59	91.9	2.04
n+ n+ + 水平	0.05	0.0444	0.0439	0.0446	0.0453	0.0449	0.0439	0.0487	0.0451	90.2	3.70
呋喃苯烯酸	0.25	0.219	0.203	0.229	0.219	0.217	0.208	0.235	0.219	87.5	5.15
钠	5	4.60	4.66	4.58	4.64	. 4.58	4.68	4.86	4.66	93.1	2.10
Same Language	0.05	0.0482	0.0463	0.0528	0.0464	0.0452	0.0472	0.0477	0.0477	95.4	5.16
呋喃妥因	0.25	0.223	0.218	0.211	0.228	0.219	0.218	0.239	0.222	89.0	4.08
	5	4.67	4.48	4.57	4.38	4.36	4.31	4.79	4.51	90.2	3.92

表 20 饲料添加剂(植物提取物)回收率和精密度试验结果(n=7)

	海 hn ab 亚	NAME OF TAXABLE PARTY.				检测	」 结果(mg	/kg)			
化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
	0.05	0.0311	0.0315	0.0370	0.0366	0.0375	0.0311	0.0371	0.0346	69.1	8.97
呋喃西林	0.25	0.220	0.237	0.202	0.242	0.231	0.236	0.249	0.231	92.4	6.69
	5	4.26	4.76	4.30	4.45	4.66	4.78	4.79	4.57	91.5	5.08
	0.005	0.00405	0.00424	0.00396	0.00428	0.00398	0.00415	0.00463	0.00419	83.7	5.59
呋喃唑酮	0.025.	0.0223	0.0228	0.0208	0.0203	0.0210	0.0215	0.0208	0.0214	85.4	4.19
	0.5	0.422	0.433	0.419	0.462	0.456	0.477	0.502	0.453	90.6	6.74
	0.005	0.00475	0.00450	0.00494	0.00460	0.00461	0.00462	0.00471	0.00467	93.5	3.04
硝呋吡醇	0.025	0.0230	0.0231	0.0229	0.0223	0.0227	- 0.0236	0.0226	0.0229	91.5	1.85
	0.5	0.489	0.478	0.475	0.482	0.476	0.502	0.511	0.487	97.5	2.83
	0.005	0.00419	0.00395	0.00403	0.00407	0.00419	0.00436	0.00411	0.00413	82.5	3.25
硝呋齐特	0.025	0.0216	0.0219	0.0241	0.0230	0.0221	0.0213	0.0243	0.0226	90.4	5.36
0.5	0.5	0.472	0.468	0.458	0.485	0.464	0.478	0.516	0.477	95.5	4.0
	0.005	0.00446	0.00415	0.00469	0.00456	0.00477	0.00431	0.00488	0.00455	90.9	5.69
呋喃它酮	0.025	0.0206	0.0230	0.0203	0.0226	0.0209	0.0205	0.0238	0.0217	86.7	6.49
	0.5	0.392	0.433	0.392	0.429	0.408	0.446	0.457	0.422	84.5	6.07
	0.05	0.0325	0.0372	0.0359	0.0308	0.0374	0.0390	0.0318	0.0349	69.9	9.13
硝呋烯腙	0.25	0.202	0.217	0.204	0.224	0.200	0.215	0.235	0.214	85.5	6.01
	5	4.53	4.63	4.57	4.62	4.69	4.62	4.62	4.61	92.2	1.07
	0.05	0.0408	0.0380	0.0368	0.0424	0.0377	0.0392	0.0454	0.0401	80.1	7.59
硝呋索尔	0.25	0.250	0.254	0.254	0.247	0.244	0.252	0.260	0.251	101	2.00
	5	5.37	5.01	4.93	4.80	5.12	4.97	4.89	5.01	100.	3.7
	0.05	0.0404	0.0438	0.0442	0.0409	0.0395	0.0454	0.0410	0.0422	84.3	5.32
硝呋醛肟	0.25	0.216	0.208	0.202	0.203	0.205	0.208	0.216	0.208	83.3	2.68
	5	4.51	4.56	4.53	4.66	4.57	4.84	4.88	4.65	93.0	3.29
呋喃苯烯酸	0.05	0.0445	0.0427	0.0430	0.0452	0.0430	0.0421	0.0471	0.0440	87.9	4.03
大哨本施設	0.25	0.222	0.218	0.206	0.209	0.204	0.212	0.212	0.212	84.8	2.98
try	5	4.62	4.66	4.59	4.43	4.56	4.61	4.51	4.57	91.4	1.73
	0.05	0.0431	0.0402	0.0427	0.0401	0.0484	0.0427	0.0439	0.0430	86.0	6.50
呋喃妥因	0.25	0.237	0.222	0.220	0.205	0.219	0.227	0.215	0.221	88.3	4.63
	5	4.44	4.69	4.52	4.52	4.65	4.51	4.64	4.57	91.3	2.0

表 21 饲料添加剂(生物发酵)回收率和精密度试验结果(n=7)

N. L. 1. 77		检测结果(mg/kg)									
化合物	添加水平 (mg/kg) 1	2	3	4	1 5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)	
	0.05	0.0326	0.0277	0.0290	0.0362	0.0343	0.0302	0.0362	0.0323	64.7	10.6
呋喃西林	0.25	0.229	0.221	0.228	0.230	0.237	0.218	0.239	0.229	91.6	3.31
	5	4.43	4.44	4.57	4.60	4.60	4.64	4.61	4.56	91.1	1.85
n+ n+ n/t == 0.005	0.00431	0.00454	0.00430	0.00431	0.00449	0.00443	0.00451	0.00441	88.3	2.35	
呋喃唑酮	0.025	0.0236	0.0244	0.0239	0.0244	0.0225	0.0231	0.0261	0.0240	96.0	4.88

		12 2									- 32
	0.5	0.439	0.488	0.457	0.465	0.436	0.438	0.466	0.455	91.1	4.18
	0.005	0.00485	0.00496	0.00463	0.00469	0.00468	0.00458	0.00504	0.00478	95.5 -	3.72
硝呋吡醇	0.025	0.0232	0.0223	0.0247	0.0224	0.0244	0.0225	0.0227	0.0232	92.8	4.32
	0.5	0.463	0.504	0.497	0.498	0.476	0.467	0.530	0.491	98.1	4.78
	0.005	0.00457	0.00426	0.00418	0.00432	0.00432	0.00397	0.00470	0.00433	86.6	5.63
硝呋齐特	0.025	.0.0223	0.0227	0.0234	0.0229	0.0228	0.0235	0.0246	0.0232	92.7	3:27
	0.5	0.434	0.474	0.473	0.439	0.456	0.466	0.468	0.459	·91.7	. 3.55
	0.005	0.00473	0.00442	0.00455	0.00455	0.00470	0.00435	0.00483	0.00459	91.8	3.83
呋喃它酮	0.025	.0.0221	0.0233	0.0231	0.0245	0.0237	0.0233	0.0264	0.0238	95.0	5.75
	0.5	0.416	0.437	0.407	0.477	0.436	0.464	0.504	0.449	89.8	7.70
	0.05	0.0311	0.0350	0.0357	0.0311	0.0352	0.0391	0.0334	0.0344	68.7	8.21
硝呋烯腙	0.25	0.218	0.222	0.216	0.205	0.220	0.220	0.210	0.216	86.3	2.79
	5	4.54	4.69	4.61	4.52	4.66	4.53	4.92	4.64	92.8	3.03
	0.05	0.0449	0.0447	0.0452	0.0445	0.0432	0.0396	0.0469	0.0442	88.3	5.20
硝呋索尔	0.25	0.241	0.241	0.238	0.250	0.233	0.250	0.262	0.245	98.1	4.00
The second	5	4.69	4.51	5.05	4.99	4.57	4.55	5.23	4.80	96.0	6.02
	0.05	0.0398	0.0411	0.0439	0.0417	0.0467	0.0453	0.0456	0.0434	86.9	5.97
硝呋醛肟	0.25	0.238	0.216	0.235	0.243	0.237	0.260	0.260	0.241	96.6	6.33
	5	4.73	4.98	4.56	4.83	4.91	4.73	5.25	4.86	97.1	4.53
呋喃苯烯酸	0.05	0.0465	0.0457	0.0445	0.0435	0.0479	0.0471	0.0444	0.0457	91.3	3.48
钠	0.25	0.241	0.231	0.227	0.234	0.224	0.241	0.247	0.235	94.0	3.55
TYJ	5	5.10	4.82	4.69	4.78	4.70	4.78	4.80	4.81	96.2	2.84
	0.05	0.0443	0.0457	0.0406	0.0444	0.0460	0.0421	0.0445	0.0440	87.9	4.46
呋喃妥因	0.25	0.226	0.238	0.230	0.221	0.232	0.215	0.230	0.227	91.0	3.22
	5	4.54	4.40	4.45	4.62	4.60	4.47	4.82	4.56	91.2	3.09

结果表明:在不同添加水平下,10种硝基呋喃类化合物平均回收率均在60%~120%之间,变异系数小于21%,方法的准确度和精密度均满足检测要求。

3、验证结论

"上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所"对上海市质量监督检验技术研究院提供的《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准方法征求意见稿,从方法的线性、灵敏度、准确度和精密度等几个方面进行了考察,结果表明:检测方法原理合理,操作步骤有效,具有较好的可操作性,方法呈现良好的线性关系,检出限和定量限能够达到标准规定的要求,加标回收的具体试验考察发现方法的平均回收率均在 60% ~ 120%之间,变异系数小于 21%,符合检测方法的要求。该方法可作为饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的检测方法推广使用。

验证单位:

EL BUAL

中华人民共和国农业行业标准

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》

验证报告

委托单位:上海市质量监督检验技术研究院

验证单位:上海海关动植物食品单心

验证时间: 2024年5月6日至2024年5月30日

验证报告

受上海市质量监督检验技术研究院委托,我单位根据其提供的《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》标准征求意见稿,对标准的技术指标进行了验证。

1. 验证的方法及材料

1.1 验证的方法

《饲料中10种硝基呋喃类化合物的测定液相色谱-串联质谱法》标准征求意见稿及编制说明。

1.2 验证的样品

牛精料补充料、饲料添加剂(植物提取物)、饲料添加剂(生物发酵)、猪预混饲料、猪浓缩饲料、猪配合饲料、禽浓缩饲料、禽配合饲料和禽预混饲料。

1.3 仪器设备品牌

AB 5500+液相色谱-串联质谱仪。

1.4 液相色谱-串联质谱条件

1.4.1 液相色谱参考条件

色谱柱: C₁₈柱, 100 mm× 2.1 mm, 粒径1.9 μm;

柱温: 40℃:

进样量: 2 µL;

流动相: A相为水, B相为乙腈, 梯度洗脱程序见表1;

流速: 0.35 mL/min。

表 1	梯度洗脱精	210
12	12010 TO 17 HT M	= 1-4-

	衣!	
时间	Α	В
(min)	(%)	(%)
0.00	90	10
1.00	90	10
2.50	10	90
4.00	10	
4.10	90	90
7.00	90	10
夕 44	90	10

1.4.2 质谱参考条件

电离方式: 电喷雾电离 (ESI);

检测方式: 多反应监测 (MRM):

喷雾气: 50psi;

辅助加热气: 50psi;

气帘气: 35psi;

碰撞气: 9:

离子源温度: 500℃:

离子化电压: 5500V。

多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量见表2。

表 2 10 种硝基呋喃类化合物的多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量的参考值

被测物名称	监测离子对	又应监测(MRM)离子 锥孔电压	碰撞能量	撞能量的参考值
24 to 12 to 12.	(m/z)	(DP)	(CE)	扫描方式
呋喃西林	199.1 >182.0 ^a	40	10	
	199.1 > 136.0	40	15	正离子
呋喃唑酮	$226.0 > 122.1^{a}$	40	20	
1	226.0 > 139.0	40	15	正离子
硝呋吡醇	$247.0 > 154.1^{a}$	40	15	
	247.0> 229.0	40	30	正离子
硝呋齐特	$276.0 > 121.1^{a}$	40	20	
•	276.0> 93.0	40	40	正离子
呋喃它酮	$325.1 > 252.1^a$	40	15	
	325.1>281.0	40	25	正离子
硝呋烯腙	$361.1 > 180.0^{a}$	40	20	
	361.1>302.0	40	20	正离子
硝呋索尔	$366.0 > 211.0^a$	40	20	
	366.0 > 156.0	40	35	正离子
硝呋醛肟	$155.0 > 95.1^{a}$	20	10	
	155.0 > 81.0	20	10	负离子
呋喃苯烯酸钠	$258.1 > 214.1^{a}$	20	10	•
	258.1> 184.1	20	20	负离子
呋喃妥因	$237.1 > 152.1^{a}$	20	10	
4. 白見☆マ	237.1 > 194.0	20	15	负离子
为定量离子。				

2. 验证的内容与结果

2.1 标准曲线

将十种硝基呋喃类药物用各种空白基质液稀释成混合标准系列溶液,其中呋喃西林,硝呋索尔,硝呋醛肟,呋喃妥因,硝呋烯腙,呋喃苯烯酸钠的浓度为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL,呋喃唑酮,硝呋吡醇,硝呋齐特,呋喃它酮的浓度为 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL 供液相色谱-串联质谱仪测定。标准曲线回归方程及相关系数见表 3-表 11。

表 3 牛精料补充料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1 Regression Equation:y = 6.80220e4 x + 5379.72989 (= 0.99912, r² = 0.99824) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
牛精料补充料-5	3.696e4	0.50	
牛精料补充料-10	8.086e4	1.00	
牛精料补充料-20	1.387e5	2.00	
牛精料补充料-50	3.354e5	5.00	
牛精料补充料-100	6.934e5	10.00	
字	Area 3.587e4 8.416e4 1.682e5 3.684e5 7.566e5	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation:y = 7.55740e4 x + 3018.09362 (regression = 0.99846, r² = 0.99693) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 7e5 6e5 5e6 8 4e6 3e5 2e6 1e5 1e6 Concentration
字	Area 1.041e5 2.011e5 3.936e5 8.965e5 1.916e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = 1.86716e5 x + 11398.42823 (= 0.99921, r² = 0.99842) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 23202.12957 x + 28670.92278 (r = 0.99929, r² = 0.99859) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
牛精料补充料-5	1.356e5	5.00	
牛精料补充料-10	2.680e5	10.00	
牛精料补充料-20	5.259e5	20.00	
牛精料补充料-50	1.163e6	50.00	
牛精料补充料-100	2.343e6	100.00	

字標料补充料-5 生精料补充料-10 生精料补充料-20 生精料补充料-50 生精料补充料-100	Area 4.715e4 9.756e4 1.833e5 4.109e5 8.104e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation: y = 8065.51010 x + 11431.9920 (r = 0.99912, r² = 0.99824) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 865 765 865 9865 9865 9865 9865 9865 9865 986
\$ample Name 牛精料补充料-5 牛精料补充料-10 牛精料补充料-20 牛精料补充料-50 牛精料补充料-100	Area 6.988e4 1.710e5 3.271e5 7.909e5 1.646e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 1.64088e5 x + -6153.00008 = 0.99941, r² = 0.99883) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name 中精料补充料-5 中精料补充料-10 中精料补充料-20 中精料补充料-50 中精料补充料-100	Area 8.237e3 2.089e4 4.226e4 9.939e4 1.982e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation:y = 2011.00615 x + -621.13455 (= 0.99907, r² = 0.99814) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90

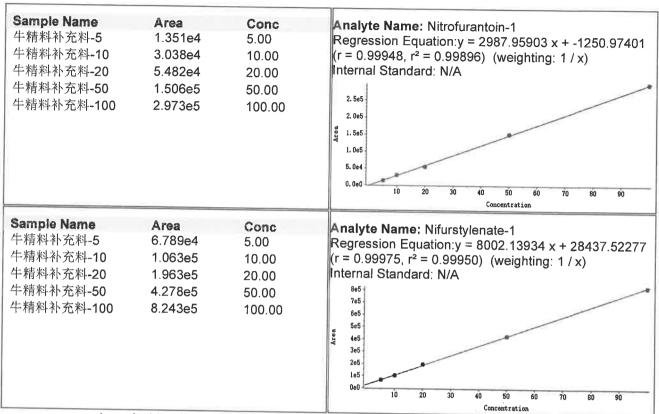


表 4 饲料添加剂 (植物提取物) 中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.013e5	5.00	Regression Equation:y = 11900.55520 x + 5.22722e4 (1 = 0.99631, r ² = 0.99264) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.810e5	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提 取物)-20	3.069e5	20.00	1. Qe6 - 8. Qe5 -
饲料添加剂(植物提取物)-50	6.930e5	50.00	6. 0e5 - 4. 0e5 -
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.181e6	100.00	2.0e5 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
饲料添加剂(植物提 取物)- 5	3.714e4	0.50	Regression Equation:y = $6.47234e4 \times + 8088.06937$ (r = 0.99855 , r ² = 0.99710) (weighting: $1/x$)
饲料添加剂(植物提 取物) -10	7.678e4	1.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提	1.399e5	2.00	5e5 4e5
取物)- 20 饲料添加剂(植物提	3.493e5	5.00	₹ 3e5 2e5
取物)-20	3.493e5 6.347e5	5.00 10.00	3e5 -

Sample Name	Area	Conc	Amphito No. 117
饲料添加剂(植物提取物)-5	8.572e4	0.50	Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation:y = 1.75726e5 x + 8485.01589 (
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.927e5	1.00	= 0.99882, r ² = 0.99764) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提取物)-20	3.887e5	2.00	1, 5e6.
饲料添加剂(植物提取物)-50	8.976e5	5.00	1.006
饲料添加剂(植物提取物)-100	1.729e6	10.00	0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name	Area	0	Concentration
饲料添加剂(植物提取物)-5	3.721e5	Conc 0.50	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = 6.04629e5 x + 7.51333e4 (r:
饲料添加剂(植物提取物)-10	6.896e5	1.00	0.99998, r² = 0.99996) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提取物)- 20	1.286e6	2.00	5e6 - 4e6 -
饲料添加剂(植物提取物)-50	3.105e6	5.00	766 - 366 -
同料添加剂(植物提 収物)-100	6.108e6	10.00	1e6 0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name	Area	Conc	Concentration
可料添加剂(植物提 又物)-5	5.127e5	5.00	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 8.05125e4 x + 1.51038e5 (r =
同料添加剂(植物提 又物)- 10	1.006e6	10.00	0.99904, r ² = 0.99809) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
同料添加剂(植物提 又物)- 20	1.808e6	20.00	7e6 - 6e6 - 5e6 -
列料添加剂(植物提 以物)-50	4.318e6	50.00	9 4e6 3e6
引料添加剂(植物提 以物)-100	8.005e6	100.00	2e6 1e6 10 20 30 40 50 60 70 00 00
es sun un Em. B.S.			10 28 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
ample Name]料添加剂(植物提	Area 1.416e5	Conc	Analyte Name: Nitrovin-1
(物)-5	1.41060	5.00	Regression Equation:y = $18372.27347 \times + 5.82340e4$ (r = 0.99797 , r ² = 0.99595) (weighting: $1/x$)
料添加剂(植物提物) -10	2.489e5	10.00	Internal Standard: N/A
料添加剂(植物提 物)- 20	4.341e5	20.00	1.5e6 -
料添加剂(植物提物)-50	1.043e6	50.00	5.0e5
料添加剂(植物提物)-100	1.823e6	100.00	0.0e0

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furaltadone-1
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.367e5	0.50	Regression Equation:y = $2.82636e5 \times + 6273.65176$ (r = 0.99952 , r ² = 0.99904) (weighting: $1 / x$)
饲料添加剂(植物提取物)-10	3.060e5	1.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提取物)-20	5.772e5	2.00	2. 0e6
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.450e6	5.00	1. 0e6
饲料添加剂(植物提取物)-100	2.790e6	10.00	5, 0e5
取物 / - 100			1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
饲料添加剂(植物提取物)-5	1.067e4	5.00	Regression Equation:y = 1882.07199 x + 1012.70185 (= 0.99967, r ² = 0.99933) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.896e4	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提取物)-20	3.875e4	20.00	1. 5e5
饲料添加剂(植物提取物)-50	9.782e4	50.00	5.0e4
饲料添加剂(植物提	1.870e5	100.00	
取物)- 100			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
饲料添加剂(植物提取物)-5	2.239e4	5.00	Regression Equation:y = 3388.69612 x + 6966.55142 ($= 0.99860, r^2 = 0.99719$) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(植物提取物)-10	4.307e4	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(植物提取物)-20	7.456e4	20.00	2. 5e5 . 2. 0e5 9
饲料添加剂(植物提取物)-50	1.861e5	50.00	병 성 1,5e5 1,0e5
饲料添加剂(植物提	3.357e5	100.00	5. 0e4
取物)-100			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
饲料添加剂(植物提 取物)- 5	6.622e4	5.00	Regression Equation:y = $7781.74064 \times + 27952.13184$ (r = 0.99960, r ² = 0.99920) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(植物提取物)-10	1.070e5	10.00	Internal Standard: N/A
词料添加剂(植物提取物)-20	1.804e5	20.00	7e5 - 6e5 - 5e5 -
饲料添加剂 (植物提	4.308e5	50.00	95 465 465 365
取物)-50 饲料添加剂(植物提	7.950e5	100.00	2e5 1e5
权物)-100			0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 00

表 5 禽配合饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Names Nill
禽配合饲料-5	1.324e5	5.00	Analyte Name: Nitrofurazone-1 Regression Equation:y = 24344.63709 x + 19411.049 (r = 0.99928, r² = 0.99856) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6 1.0e6
禽配合饲料-10	2.758e5	10.00	
禽配合饲料-20	5.296e5	20.00	
禽配合饲料-50	1.192e6	50.00	
禽配合饲料-100	2.471e6	100.00	
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1 Regression Equation:y = 7.16010e4 x + 8986.20308 (r = 0.99803, r² = 0.99606) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
禽配合饲料-5	4.700e4	0.50	
禽配合饲料-10	6.948e4	1.00	
禽配合饲料-20	1.641e5	2.00	
禽配合饲料-50	3.770e5	5.00	
禽配合饲料-100	7.119e5	10.00	
			4e5 3e5 2e5 1e5 0e0 1. 2 3 5 6 7 8 9 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation:y = 7.02542e4 x + 192.68846 (r = 0.99943, r² = 0.99887) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
禽配合饲料-5	3.307e4	0.50	
禽配合饲料-10	7.093e4	1.00	
禽配合饲料-20	1.487e5	2.00	
禽配合饲料-50	3.580e5	5.00	
禽配合饲料-100	6.900e5	10.00	
ample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = 1.26602e5 x + 23037.08673 (r = 0.99993, r² = 0.99987) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.2e6 1.0e6 8.0e5 4.0e5 2.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
部配合饲料-5	8.442e4	0.50	
部配合饲料-10	1.525e5	1.00	
部配合饲料-20	2.779e5	2.00	
部配合饲料-50	6.605e5	5.00	
可配合饲料-100	1.282e6	10.00	

Sample Name 禽配合饲料-5 禽配合饲料-10 禽配合饲料-20 禽配合饲料-50 禽配合饲料-100	Area 1.176e5 2.490e5 4.775e5 1.092e6 2.546e6	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 24400.17244 x + -6321.5865 (r = 0.99695, r² = 0.99392) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.5e6 2.0e6 1.5e6 5.0e6 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name 禽配合饲料-5 禽配合饲料-10 禽配合饲料-20 禽配合饲料-50 禽配合饲料-100	Area 5.529e4 1.059e5 2.007e5 4.449e5 1.083e6	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation: y = 10179.83987 x + 1338.32926 (r = 0.99478, r² = 0.98959) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.0e6 8.0e5 4.0e5 2.0e5 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name 禽配合饲料-5 禽配合饲料-10 禽配合饲料-20 禽配合饲料-50 禽配合饲料-100	Area 6.467e4 1.640e5 3.229e5 8.310e5 2.113e6	Cone 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 2.01367e5 x + -4.59243e4 (r = 0.99351, r² = 0.98707) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 6
Sample Name 禽配合饲料-5 禽配合饲料-10 禽配合饲料-20 禽配合饲料-50 禽配合饲料-100	Area 1.018e4 2.243e4 4.315e4 9.571e4 1.980e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation:y = 1959.26497 x + 1403.43283 (r = 0.99889, r² = 0.99779) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

1 1

Sample Name 禽配合饲料-5	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
禽配合饲料-10	1.572e4	5.00	Regression Equation: v = 3164 39968 v + -963 57520 /
	3.100e4	10.00	F 0.99000, F = 0.99/60) (weighting: 1 / v)
禽配合饲料-20	5.960e4	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	1.490e5	50.00	3, 0e5
禽配合饲料-100	3.253e5	100.00	2.5e5
			2. 0e5
			¥ 1.5e5
			1, 0e5
**			5.0e4
			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Nemes Nife 11 II
禽配合饲料-5	6.598e4	5.00	Analyte Name: Nifurstylenate-1
禽配合饲料-10	1.090e5	10.00	Regression Equation:y = $9339.83213 \times + 18448.31014$ (r = 0.99775 , r ² = 0.99550) (weighting: $1/x$)
禽配合饲料-20	2.174e5	20.00	Internal Standard: N/A
禽配合饲料-50	4.465e5	50.00	The standard. WA
禽配合饲料-100	9.812e5	100.00	805
	0.01200	100.00	6e5
			8 9
			115
			4e5
			2e5

表 6 禽预混饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analytic Name at Nitra
禽预混饲料-5	7.184e4	5.00	Analyte Name: Nitrofurazone-1
禽预混饲料-10	1.259e5	10.00	Regression Equation:y = 10112.74507 x + 25123.668
禽预混饲料-20	2.449e5		(r = 0.99906, r² = 0.99813) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
禽预混饲料-50		20.00	1.0e6 (
	5.369e5	50.00	
禽预混饲料-100	1.017e6	100.00	8. 0e5
			6.065
			4.065
			2. 0e5
			0.9e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Come	A. 1.4. A
Sample Name 含预混饲料-5	Area 3 689e4	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
禽预混饲料-5	3.689e4	0.50	Regression Equation: v = 6.51101e4 v + 6789.50850 /
禽预混饲料-5 禽预混饲料-10	3.689e4 7.570e4	0.50 1.00	Regression Equation:y = $6.51101e4 \times + 6789.50850$ (i = 0.99962 , r ² = 0.99924) (weighting: $1/2$)
為预混饲料-5 含预混饲料-10 含预混饲料-20	3.689e4 7.570e4 1.391e5	0.50 1.00 2.00	Regression Equation: v = 6.51101e4 v + 6789.50850 /
寫预混饲料-5 寫预混饲料-10 言预混饲料-20 言预混饲料-50	3.689e4 7.570e4 1.391e5 3.366e5	0.50 1.00 2.00 5.00	Regression Equation:y = $6.51101e4 \times + 6789.50850$ (i = 0.99962 , r ² = 0.99924) (weighting: $1/2$)
禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50	3.689e4 7.570e4 1.391e5	0.50 1.00 2.00	Regression Equation:y = $6.51101e4 \times + 6789.50850$ (r = 0.99962 , r ² = 0.99924) (weighting: $1/x$) Internal Standard: N/A
禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50	3.689e4 7.570e4 1.391e5 3.366e5	0.50 1.00 2.00 5.00	Regression Equation:y = 6.51101e4 x + 6789.50850 (r = 0.99962, r² = 0.99924) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50	3.689e4 7.570e4 1.391e5 3.366e5	0.50 1.00 2.00 5.00	Regression Equation:y = 6.51101e4 x + 6789.50850 (r = 0.99962, r² = 0.99924) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50	3.689e4 7.570e4 1.391e5 3.366e5	0.50 1.00 2.00 5.00	Regression Equation:y = 6.51101e4 x + 6789.50850 (r = 0.99962, r² = 0.99924) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
Sample Name 含预混饲料-5 含预混饲料-10 含预混饲料-20 含预混饲料-50 含预混饲料-100	3.689e4 7.570e4 1.391e5 3.366e5	0.50 1.00 2.00 5.00	Regression Equation:y = 6.51101e4 x + 6789.50850 (r = 0.99962, r² = 0.99924) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50	3.689e4 7.570e4 1.391e5 3.366e5	0.50 1.00 2.00 5.00	Regression Equation:y = 6.51101e4 x + 6789.50850 (r = 0.99962, r² = 0.99924) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

Sample Name 含预混饲料-5 含预混饲料-10 含预混饲料-20 含预混饲料-50 含预混饲料-100	Area 4.945e4 1.077e5 2.025e5 4.828e5 9.207e5	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation:y = 9.30973e4 x + 8159.17030 (= 0.99913, r² = 0.99825) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 9e5 7e5 6e5 8e5 7e6 6e5 1e6
Sample Name 禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50 禽预混饲料-100	Area 1.013e5 1.972e5 3.507e5 8.471e5 1.687e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = 1.66256e5 x + 21565.24777 = 0.99981, r² = 0.99962) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e6 6.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name 禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50 禽预混饲料-100	Area 1.294e5 2.744e5 5.316e5 1.243e6 2.434e6	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 24443.19246 x + 18152.3545 (r = 0.99947, r² = 0.99893) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
\$ample Name 禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50 禽预混饲料-100	Area 4.046e4 9.056e4 1.734e5 4.038e5 8.720e5	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation: y = 8552.79793 x + -386.68492 (r = 0.99897, r² = 0.99795) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 865 765 665 665 665 665 665 666 Concentration

Sample Name 禽预混饲料-5 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50 禽预混饲料-100	Area 7.638e4 1.659e5 3.472e5 7.883e5 1.726e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 1.69586e5 x + -6671.68847 (regression Equation:y = 1.696
Sample Name 禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50 禽预混饲料-100	Area 8.880e3 1.970e4 4.251e4 1.026e5 2.038e5	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation:y = 2066.93921 x + -982.20248 (r = 0.99969, r² = 0.99939) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e5 1.5e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name 禽预混饲料-5 禽预混饲料-10 禽预混饲料-20 禽预混饲料-50 禽预混饲料-100	Area 3.840e3 2.356e4 5.239e4 1.381e5 2.937e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrofurantoin-1 Regression Equation:y = 3028.28134 x + -9734.67226 (r = 0.99918, r² = 0.99837) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.5e5 2.0e5 1.5e5 1.0e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name 為预混饲料-5 為预混饲料-10 為预混饲料-20 。 可混饲料-50 。 高预混饲料-100	Area 7.271e4 1.304e5 2.352e5 4.930e5 9.773e5	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifurstylenate-1 Regression Equation:y = 9500.91898 x + 3.01765e4 (r = 0.99898, r² = 0.99796) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

表 7 饲料添加剂 (生物发酵) 中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

表	何料添加剂	(生物发酵)	中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
饲料添加剂(生物发	9.085e4	5.00	Regression Equation:y = 11442 26518 y + 3 3729204
酵)-5			0.33720, 7 = 0.99456 (Weighting: 1/v)
饲料添加剂(生物发	1.369e5	10.00	Internal Standard: N/A
酵)-10			1.0e6
饲料添加剂(生物发	2.773e5	20.00	8.0e5
酵)-20			d 6,0e5
饲料添加剂(生物发	6.501e5	50.00	4.0e5
酵)-50			2.0e5
饲料添加剂(生物发酵)-100	1.130e6	100.00	0,000
(P) -100			10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name			Concentration
饲料添加剂(生物发	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
酵)-5	4.019e4	0.50	Regression Equation v = 5.8850764 v + 12760 12000
饲料添加剂(生物发	7 460-4	4.00	$\parallel 0.99700, \Gamma = 0.99576$ (weighting 1/v)
酵)-10	7.460e4	1.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发	1 204-5	0.00	5e5 ·
酵)-20	1.361e5	2.00	4e5
饲料添加剂(生物发	3 300 - 5		8 3e5
酵)-50	3.286e5	5.00	2e5
饲料添加剂(生物发	E 704 E		1e5
酵)-100	5.781e5	10.00	000
 			1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name	Area	0	Concentration
饲料添加剂(生物发	4.255e4	Conc 0.50	Analyte Name: Nifurpirinol-1
酵)-5	000 ;	0.50	Regression Equation:y = 9.05406e4 x + 1533.95618 (r
饲料添加剂(生物发	1.003e5	1.00	= 0.99903, r ² = 0.99805) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
酵)-10		1.00	9e5 4
饲料添加剂(生物发	1.888e5	2.00	9e5 7e5
酵)-20		2.00	665
饲料添加剂(生物发	4.366e5	5.00	\$ 5e5 4 4e5
酵)-50		0.00	3e5
饲料添加剂(生物发	9.145e5	10.00	2e5 . 1e5 .
酵)-100		10.00	0e0
			1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
饲料添加剂(生物发	2.415e5	0.50	Regression Equation v = 4 60004-7
酵)-5			Regression Equation:y = $4.68921e5 \times + 21315.23004$ (r = 0.99931 , r ² = 0.99863) (weighting: $1 / x$)
饲料添加剂(生物发	4.980e5	1.00	Internal Standard: N/A
酵)-10			
饲料添加剂(生物发	9.875e5	2.00	4e6
酵)-20			386
词料添加剂(生物发	2.454e6	5.00	266
孝)-50			
同料添加剂(生物发	4.601e6	10.00	166
孝)-100			OeO
F) -100			1 2 3 4 5 6 7 8 9

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifursol-1
饲料添加剂(生物发	2.748e5	5.00	Regression Equation 1 4 07000
酵)-5			Regression Equation:y = 4.97308e4 x + 5.17733e4 (r
饲料添加剂(生物发	5.691e5	10.00	0.99867, r ² = 0.99735) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
酵)-10		10.00	mornar standard, N/A
饲料添加剂(生物发	1.095e6	20.00	466.
酵)-20		20.00	
饲料添加剂(生物发	2.651e6	50 o -	3e6
酵)-50	2.03166	50.00	₹ 2e6
饲料添加剂(生物发	1.000		1e6
酵)-100	4.869e6	100.00	
FF7 = 100			0e0 10 20 30 40 50 60 70 60 60
			20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte News All
饲料添加剂(生物发	8.287e4	5.00	Analyte Name: Nitrovin-1
酵)-5			Regression Equation:y = 13279.82978 x + 18868.6956
饲料添加剂(生物发	1.495e5	10.00	$(r = 0.99830, r^2 = 0.99661)$ (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
酵)-10	10000	10.00	mornal Standard, N/A
饲料添加剂(生物发	2.888e5	00.01	1.2e6
酵)-20	4.00000	20.00	1.0e6
饲料添加剂(生物发	7.000 -		8.0e5
酵)-50	7.309e5	50.00	& 6.0e5
			4. 0e5
饲料添加剂(生物发	1.299e6	100.00	2. 0e5
酵)-100			0.0e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Conc	
饲料添加剂(生物发	7.621e4	0.50	Analyte Name: Furaltadone-1
酵)-5		0.00	Regression Equation:y = 1.89105e5 x + -11228.64973
饲料添加剂(生物发	1.861e5	1.00	III
酵)-10	1.00100	1.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发	3.788e5	0.00	1.5e6
撃)-20	3.70003	2.00	1. 760
词料添加剂(生物发	0.405.5		1. De6
馨)-50	9.485e5	5.00	¥ V
			5.0e5
同料添加剂(生物发	1.853e6	10.00	
孝)-100			0.000
			Concentration 9
ample Name	Area	Conc	
同料添加剂(生物发	9.804e3	5.00	Analyte Name: Nifuroxime-1
孝)-5		0.00	Regression Equation:y = 1791.29575 x + 560.49079 (r
同料添加剂(生物发	1.878e4	10.00	*******
学) -10		10.00	Internal Standard: N/A
月料添加剂 (生物发	3 452-4	00.55	1.565
差)-20	3.453e4	20.00	41.460
	0.000		g 1.0e5
料添加剂(生物发	8.933e4	50.00	AK.
(1) -50			5. 0e4 -
料添加剂(生物发	1.817e5	100.00	4
-100		- · - ·	0, 9e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
			CUDEENT FREE TON

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurantoin-1
饲料添加剂(生物发酵)-5	1.522e4	5.00	Regression Equation: $y = 2622.65831 \times + 2736.70163 $ (= 0.99984, $r^2 = 0.99969$) (weighting: 1 / x)
饲料添加剂(生物发酵)-10	2.963e4	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	5.665e4	20.00	2. 0e5
饲料添加剂(生物发酵)-50	1.340e5	50.00	1.0e5
饲料添加剂(生物发酵)-100	2.634e5	100.00	5. 0e4 0. 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
饲料添加剂(生物发 酵)-5	7.520e4	5.00	Regression Equation:y = $8715.28093 \times + 3.75700e4$ (r = 0.99862 , r ² = 0.99724) (weighting: $1/x$)
饲料添加剂(生物发酵)-10	1.320e5	10.00	Internal Standard: N/A
饲料添加剂(生物发酵)-20	2.205e5	20.00	8e5 7e5 6e5
饲料添加剂(生物发	4.868e5	50.00	8 5e5 -
擊)-50			2e5

表 8 猪预混饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrofurazone-1
猪预混饲料-5	1.639e5	5.00	Regression Equation: 7 = 24262 82067 4 04445
猪预混饲料-10	3.100e5	10.00	Regression Equation: $y = 24363.82967 \times + 4.94145e4 = 0.99967$, $r^2 = 0.99934$) (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	5.303e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	1.279e6	50.00	The Standard, 1974
猪预混饲料-100	2.471e6		2,0e6
2H 37(19F 5-14-1 100	2.47 160	100.00	
			1. 5e6
			₹ 1.0e6
			5. 0e5
			0,0e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
者预混饲料-5	4.480e4	0.50	Regression Equation: 7 7 19670-4 44407 50000
者预混饲料-10	9.185e4	1.00	Regression Equation:y = $7.18672e4 \times + 14407.59223$ = 0.99821 , $r^2 = 0.99643$) (weighting: $1/x$)
者预混饲料-20	1.695e5	2.00	Internal Standard: N/A
者预混饲料-50	3.836e5	5.00	7e5 +
者预混饲料-100	7.119e5	10.00	6e5 ·
	7.11000	10.00	5e5 -
			8 4e5
			3e5
			2e5 1e5
			0.60
			1 2 3 4 5 6 7 8 9
			Concentration

Sample Name	Area	Conc	Analysis News (AIV 1997)
猪预混饲料-5	4.323e4	0.50	Analyte Name: Nifurpirinol-1
猪预混饲料-10	1.100e5		Regression Equation:y = 1.06331e5 x + -4433.89730
猪预混饲料-20		1.00	$\parallel 0.99933, \Gamma = 0.99865$) (weighting 1 / y)
	2.142e5	2.00	Internal Standard: N/A
猪预混饲料-50	5.347e5	5.00	1. Qe6 -
猪预混饲料-100	1.043e6	10.00	8. 0e5
			6.005
			4.0e5
			2, 0e5
E .			0.0e0
A			Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
猪预混饲料-5	1.552e5	0.50	Regression Equation:y = 1.64997e5 x + 7.11968e4 (r
猪预混饲料-10	2.259e5	1.00	0.99920 , $r^2 = 0.99839$) (weighting: 1 / x)
猪预混饲料-20	4.239e5	2.00	Internal Standard: N/A
诸预混饲料-50	8.699e5		mornal otalidard, N/A
		5.00	1.5e6
猪预混饲料-100	1.734e6	10.00	
			s 1.0e6
			8 1.0e6
			5, 0e5
			0.000
			1 2 3 4 5 6 7 8 9
			Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifursol-1
诸预混饲料-5	1.567e5	5.00	Regression Equation:y = 25168.93209 x + 3.18393e4
者预混饲料-10	2.789e5	10.00	$= 0.99988$, $r^2 = 0.99975$) (weighting: 1 / x)
者预混饲料-20	5.525e5	20.00	Internal Standard: N/A
者预混饲料-50			2.5e64
	1.281e6	50.00	2.300
者预混饲料-100	2.546e6	100.00	2. 0e6
			1.5e6
			1. 0e6
			5. 9e5
			0.00
			0. 0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			Concentration
ample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nitrovin-1
预混饲料-5	6.762e4	5.00	Regression Equation v = 10827 12332 v + 15300 7640
预混饲料-10	1.270e5	10.00	$(r = 0.99967, r^2 = 0.99933)$ (weighting: 1 / x)
预混饲料-20	2.295e5	20.00	Internal Standard: N/A
预混饲料-50	5.726e5		
预混饲料-100		50.00	1.066
1火化1川不計-100	1.083e6	100.00	8.005
			g 6.0e5
			× ×
			4. 0e5
			2. 0e5
			0.000
			0.000 10 20 30 40 50 60 70 80 90

Sample Name 猪预混饲料-5 猪预混饲料-10 猪预混饲料-20 猪预混饲料-50 猪预混饲料-100	Area 9.848e4 2.244e5 4.368e5 1.026e6 2.113e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 2.10454e5 x + 1038.81869 (r = 0.99948, r² = 0.99895) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
Sample Name 猪预混饲料-5 猪预混饲料-10 猪预混饲料-20 猪预混饲料-50 猪预混饲料-100	Area 7.128e3 1.998e4 4.151e4 9.790e4 1.980e5	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation:y = 2016.32025 x + -1694.18194 (r = 0.99894, r² = 0.99788) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.565 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name 猪预混饲料-5 猪预混饲料-10 猪预混饲料-20 猪预混饲料-50 猪预混饲料-100	Area 1.677e4 3.378e4 6.548e4 1.594e5 3.253e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrofurantoin-1 Regression Equation: y = 3224.39898 x + 856.82254 (r = 0.99991, r² = 0.99981) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 3.0e5 2.5e5 2.0e5 3.1.5e5 1.0e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name 猪预混饲料-5 猪预混饲料-10 猪预混饲料-20 猪预混饲料-50 猪预混饲料-100	Area 7.099e4 1.170e5 2.280e5 5.001e5 9.812e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifurstylenate-1 Regression Equation:y = 9612.30322 x + 23823.25767 (r = 0.99960, r² = 0.99921) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

表 9 禽浓缩饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Samula M			
Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 7.189e4 1.054e5 2.020e5 4.849e5 8.643e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrofurazone-1 Regression Equation:y = 8609.47938 x + 27141.40078 (r = 0.99844, r² = 0.99689) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-10 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 2.080e4 3.486e4 6.821e4 1.528e5 2.950e5	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furazolidone-1 Regression Equation: y = 29121.29732 x + 6584.81372 (r = 0.99963, r² = 0.99926) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.565 2.065 5.064 0.060
Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-10 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 5.722e4 1.355e5 2.674e5 6.334e5 1.248e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation: y = 1.26326e5 x + 936.39282 (r = 0.99925, r² = 0.99851) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.2e6 1.0e6 8.0e5 4.0e5 2.0e5 0.0e0
ample Name 家浓缩饲料-5 家浓缩饲料-10 家浓缩饲料-20 5浓缩饲料-50 5浓缩饲料-100	Area 2.622e5 4.452e5 8.350e5 1.991e6 3.905e6	1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation:y = 3.83847e5 x + 6.75368e4 (r = 0.99998, r² = 0.99997) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A

Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-10 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 2.187e5 3.982e5 7.587e5 1.913e6 3.577e6	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 3.60083e4 x + 4.07197e4 (r = 0.99953, r² = 0.99906) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-10 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 8.354e4 1.410e5 2.650e5 6.425e5 1.174e6	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation: y = 11767.02505 x + 25814.10708 (r = 0.99922, r² = 0.99843) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.0e6 8.0e5 4.0e5 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-10 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 7.031e4 1.512e5 3.114e5 7.242e5 1.467e6	0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation:y = 1.46953e5 x + 1138.54994 (r = 0.99959, r² = 0.99919) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
Sample Name 禽浓缩饲料-5 禽浓缩饲料-20 禽浓缩饲料-50 禽浓缩饲料-100	Area 7.411e3 1.990e4 3.908e4 9.484e4 1.930e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifuroxime-1 Regression Equation:y = 1950.21808 x + -1310.26701 (r = 0.99929, r² = 0.99859) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e5 5.0e4 0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration

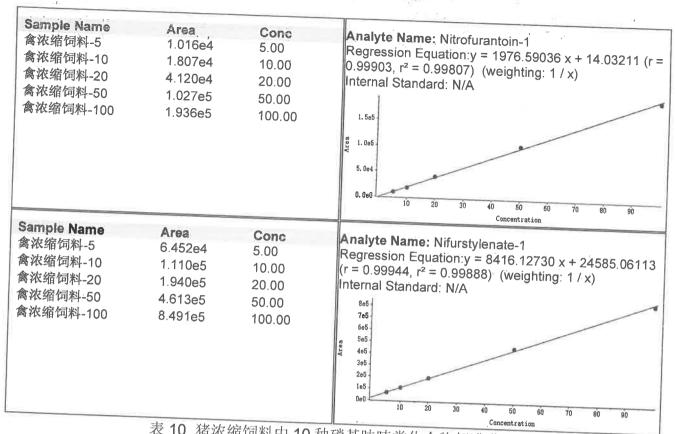


表 10 猪浓缩饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name 猪浓缩饲料-5 猪浓缩饲料-10 猪浓缩饲料-20 猪浓缩饲料-50 猪浓缩饲料-100	Area 1.861e5 2.794e5 5.163e5 1.188e6 2.313e6	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrofurazone-1 Regression Equation:y = 22385.18326 x + 6.82568e4 = 0.99980, r² = 0.99961) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1 Regression Equation: y = 5.65991e4 x + -1660.24194 (regression Equation: y = 0.99952, r² = 0.99905) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-5	2.667e4	0.50	
猪浓缩饲料-10	5.229e4	1.00	
猪浓缩饲料-20	1.153e5	2.00	
猪浓缩饲料-50	2.896e5	5.00	
猪浓缩饲料-100	5.549e5	10.00	

Sample Name 猪浓缩饲料-5 猪浓缩饲料-10 猪浓缩饲料-20 猪浓缩饲料-50 猪浓缩饲料-100	Area 2.742e4 7.882e4 1.650e5 3.919e5 8.376e5	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifurpirinol-1 Regression Equation:y = 8.41329e4 x + -11153.0333 (r = 0.99907, r² = 0.99814) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 8e5 7e5 6e5 9e5 1e5 1e5 1e6 1e6 1e6 1e6 1e7 1e8
Sample Name 猪浓缩饲料-5 猪浓缩饲料-20 猪浓缩饲料-50 猪浓缩饲料-100	Area 1.345e5 2.873e5 5.505e5 1.306e6 2.650e6	Conc 0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Nifuroxazide-1 Regression Equation: y = 2.63500e5 x + 10572.94280 = 0.99971, r ² = 0.99942) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.5e6 2.0e6 1.5e6 5.0e5 0.0e0 1 2 3 4 5 6 7 8 9
Sample Name 猪浓缩饲料-5 猪浓缩饲料-10 猪浓缩饲料-20 猪浓缩饲料-50 猪浓缩饲料-100	Area 1.295e5 2.654e5 5.525e5 1.241e6 2.620e6	Conc 5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 25866.80996 x + 4588.52970 (r = 0.99923, r² = 0.99845) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 2.666 1.066 1.066 5.065 0.060 10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name 緒浓缩饲料-5 緒浓缩饲料-10 绪浓缩饲料-20 猪浓缩饲料-50 猪浓缩饲料-100	Area 3.797e4 8.622e4 1.886e5 4.389e5 8.955e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation: y = 9029.84748 x + -4656.64210 (r = 0.99945, r² = 0.99891) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 0e5

ř

4			
Sample Name	Area	Conc	Anglyta Nova E
猪浓缩饲料-5	5.400e4	0.50	Analyte Name: Furaltadone-1
猪浓缩饲料-10	1.172e5	1.00	Regression Equation:y = 1.24628e5 x + -7325.23698
猪浓缩饲料-20	2.482e5	= =	0.33335, [- 0.3998b) (Weighting: 1 / v)
猪浓缩饲料-50		2.00	internal Standard: N/A
	6.109e5	5.00	1. 2e6
猪浓缩饲料-100	1.239e6	10.00	1. 0e6
			8. 0e5
			8 6.0e5
			4.0e5
			2. 0e5
			0. 0e0
			1 2 3 4 5 6 7 8 9 Concentration
Sample Name	Area	Conc	
猪浓缩饲料-5	8.692e3	5.00	Analyte Name: Nifuroxime-1
猪浓缩饲料-10	1.829e4		Regression Equation:y = $1790.40679 \times + -129.79370$
猪浓缩饲料-20		10.00	(Weighting: 1 / v)
	3.588e4	20.00	Internal Standard: N/A
猪浓缩饲料-50	8.639e4	50.00	
猪浓缩饲料-100	1.813e5	100.00	1. 5e5
	(8) - 3,	100.00	
			e 1.0e5
			Y V
			5. 0e4
			0. 0e0
	- I		10 20 30 40 50 60 70 80 90
Sample Name	Area	Conc	Concentration
猪浓缩饲料-5	9.192e3		Analyte Name: Nitrofurantoin-1
猪浓缩饲料-10		5.00	Regression Equation v = 2236 36835 v + 2402 20440
	2.004e4	10.00	$\ (1 - 0.9900), \ ^2 = 0.99/34$) (weighting: 1/v)
者浓缩饲料-20	4.119e4	20.00	Internal Standard: N/A
者浓缩饲料-50	1.024e5	50.00	
者浓缩饲料-100	2.284e5	-	2. 0e5
H (MAIN MAINT 100	2.20463	100.00	1.565
			4 1.0e5
			5. Oe4
			0, 0e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90
ample Name	A		Concentration
資浓缩饲料-5	Area 5.594e4	Conc	Analyte Name: Nifurstylenate-1
		5.00	Regression Equation v = 7807 66045 v 1 45444 04000
音浓缩饲料-10	8.914e4	10.00	$(r = 0.99980, r^2 = 0.99960)$ (weighting: 1/x)
f浓缩饲料 -20	1.732e5	20.00	Internal Standard: N/A
资浓缩饲料-50	4.100e5	50.00	
旅缩饲料-100	7.932e5		7e5
1402日 四74-100	7.33ZED	100.00	Ge6 -
			5e5
			465
			3e5 2e5
			1e5
			9e0
			10 20 30 40 50 60 70 80 90

表 11 猪配合饲料中 10 种硝基呋喃类化合物标准曲线

Sample Name	Area	Conc	Analyta Names Nitration
猪配合饲料-5	8.096e4	5.00	Analyte Name: Nitrofurazone-1
猪配合饲料-10	1.555e5		Regression Equation:y = 13637.05322 x + 17951.60
		10.00	$(r = 0.99921, r^2 = 0.99842)$ (weighting: 1 / x)
猪配合饲料-20	3.088e5	20.00	Internal Standard: N/A
猪配合饲料-50	7.148e5	50.00	1.2e6
猪配合饲料-100	1.352e6	100.00	1.066
			8.0e5
			6.065
			4.0e5
			2. 0e5
			0.0e0 10 20 30 40 50 60 70 80 90
			20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name	Area	Conc	Analyte Name: Furazolidone-1
猪配合饲料-5	1.826e4	0.50	Regression Equation:y = 3.94192e4 x + -1128.28563
猪配合饲料-10	3.851e4	1.00	$= 0.99995, r^2 = 0.99990)$ (weighting: 1/x)
猪配合饲料-20	7.826e4	2.00	Internal Standard: N/A
猪配合饲料-50			momar otanuaru. N/A
	1.980e5	5.00	
偖配合饲料-100	3.906e5	10.00	3e5
			V Ze5
			1e5
			QeO .
			1 2 3 4 5 6 7 8 9
			Concentration
ample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifurpirinol-1
者配合饲料-5	2.432e4	0.50	Regression Equation:y = 3.45404e4 x + 7273.89995 (
者配合饲料-10	3.968e4	1.00	= 0.99913, r^2 = 0.99826) (weighting: 1/x)
者配合饲料-20	8.255e4		Internal Standard: N/A
者配合饲料-50		2.00	internal Standard, N/A
	1.787e5	5.00	3e5
督配合饲料-100	3.501e5	10.00	
			285
			W W W W W W W W W W W W W W W W W W W
			1e5
			000
			1 2 3 4 5 6 7 8 9
			Concentration
ample Name	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxazide-1
配合饲料-5	5.131e4	0.50	Regression Equations = 6.71643e4 x + 20334.07514
配合饲料-10	8.352e4	1.00	= 0.9945 , $r^2 = 0.99491$) (weighting: $1/x$)
配合饲料-20	1.757e5	2.00	Internal Standard: N/A
配合饲料-50	3.572e5		The standard N/A
		5.00	6e5
皆配合饲料-100	6.765e5	10.00	5e5
			e 4e5
			365
			2e5
			1e5
			nen -
			0e0 1 2 3 4 5 6 7 8

Sample Name	Area	Como	
猪配合饲料-5 猪配合饲料-10 猪配合饲料-20 猪配合饲料-50 猪配合饲料-100	1.059e5 1.756e5 3.279e5 8.256e5 1.587e6	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nifursol-1 Regression Equation:y = 15692.80995 x + 23818.8632 (r = 0.99972, r² = 0.99945) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.5e6 0.0e6
Sample Name			10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
猪配合饲料-5 猪配合饲料-10 猪配合饲料-20 猪配合饲料-50 猪配合饲料-100	Area 3.691e4 7.421e4 1.521e5 3.668e5 6.536e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Analyte Name: Nitrovin-1 Regression Equation:y = 6763.30310 x + 6482.15983 (= 0.99763, r² = 0.99526) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 685 265 165 100 10 20 30 40 50 60 70 80 90 Concentration
Sample Name 猪配合饲料-5 猪配合饲料-10 猪配合饲料-20 猪配合饲料-50 者配合饲料-100	Area 3.787e4 6.858e4 1.460e5 4.012e5 7.623e5	0.50 1.00 2.00 5.00 10.00	Analyte Name: Furaltadone-1 Regression Equation: y = 7.75200e4 x + -3628.18228 (r = 0.99912, r² = 0.99825) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A
ample Name 皆配合饲料-5	Area	Conc	Analyte Name: Nifuroxime-1
配合饲料-10 育配合饲料-20 育配合饲料-50 作配合饲料-100	1.124e4 1.775e4 3.846e4 9.147e4 1.753e5	5.00 10.00 20.00 50.00 100.00	Regression Equation:y = 1752.06085 x + 2020.93021 (r = 0.99923, r² = 0.99846) (weighting: 1 / x) Internal Standard: N/A 1.565 5.064 0.960 10 20 30 40 50 60 70 80 90

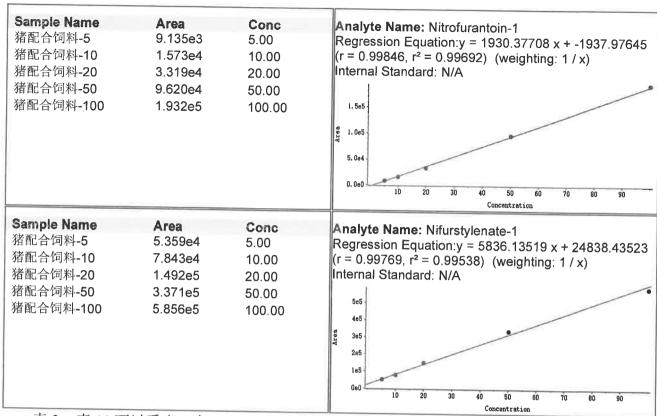


表 $3 \sim$ 表 11 可以看出,在 5.0 ng/mL ~ 100 ng/mL 和 0.5ng/mL ~ 10.0 ng/mL 范围内,在 9 种不同饲料基质中 10 种硝基呋喃类化合物标准溶液浓度与峰面积的响应值线性关系良好,相关系数大于 0.99,能够满足检测分析的要求。

2.2 方法检出限、定量限及色谱图

按标准文本,添加适量标准溶液于 2.0g 空白饲料中,经提取后测定,10 种硝基呋喃类化合物的信噪比(S/N)均大于 10。因此,将呋喃西林、硝呋索尔、硝呋烯腙、硝呋醛肟、呋喃妥因、呋喃苯烯酸钠的检出限定为 0.02 mg/kg,定量限定为 0.05 mg/kg;呋喃唑酮、硝呋吡醇、硝呋齐特、呋喃它酮的检出限定为 0.002 mg/kg,定量限定为 0.005 mg/kg,可以满足日常测定的要求。色谱图见图 1~图 18。

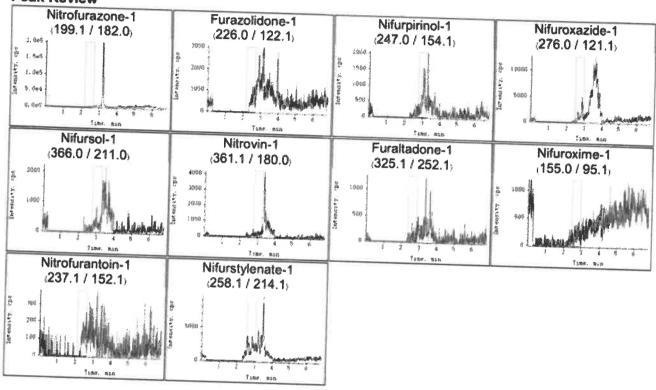


图 1 牛精料补充料空白基质色谱图

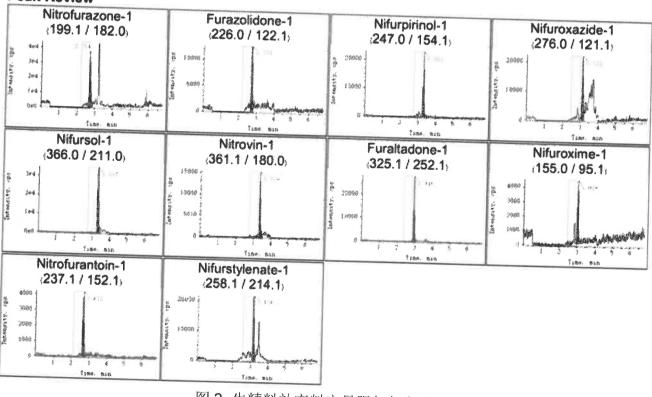


图 2 牛精料补充料定量限加标色谱图

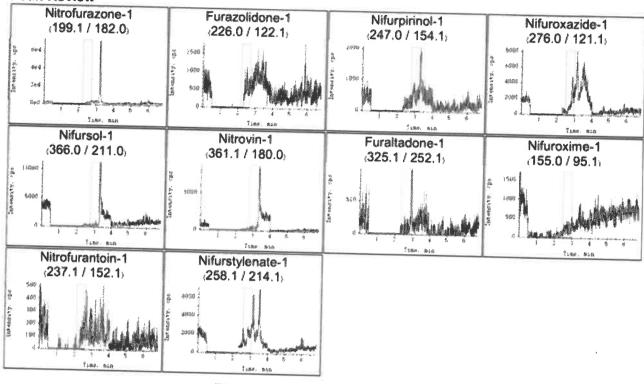


图 3 禽预混饲料空白基质色谱图

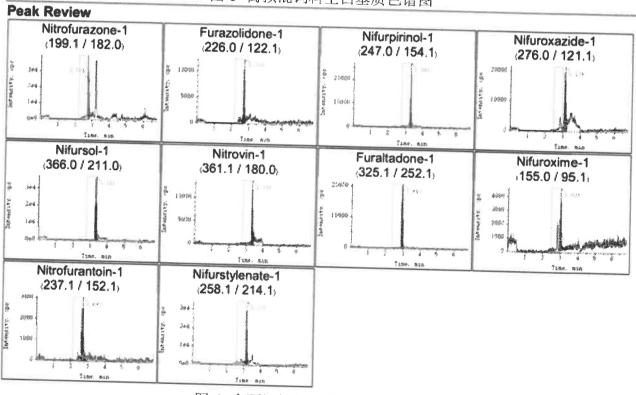


图 4 禽预混饲料定量限加标色谱图

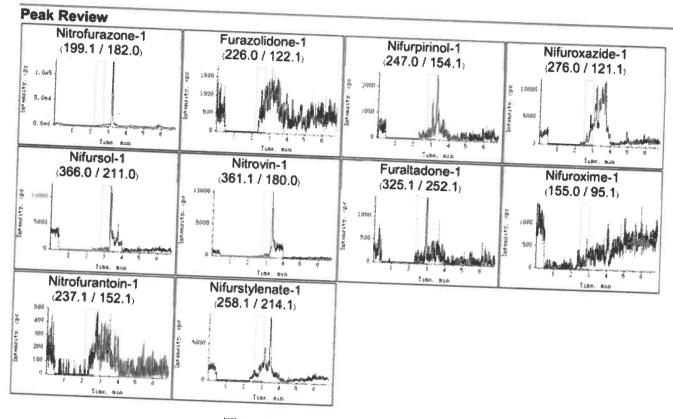


图 5 禽浓缩饲料空白基质色谱图

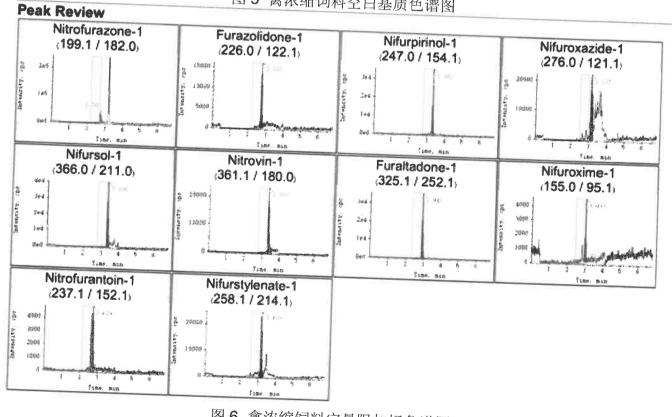


图 6 禽浓缩饲料定量限加标色谱图

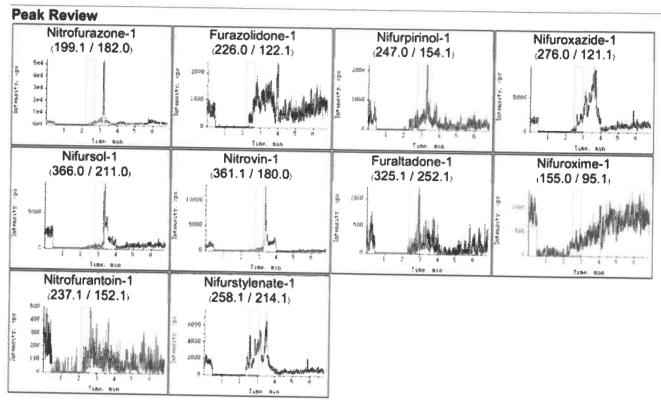


图 7 禽配合饲料空白基质色谱图

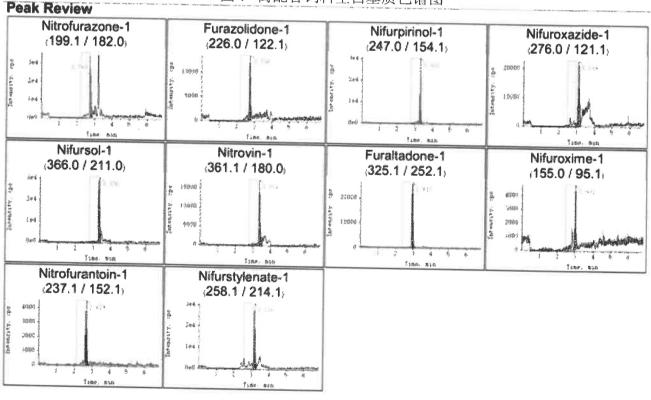


图 8 禽配合饲料定量限加标色谱图

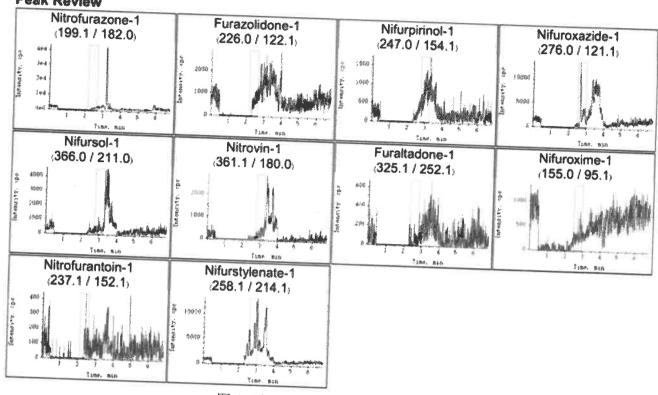


图 9 猪配合饲料空白基质色谱图

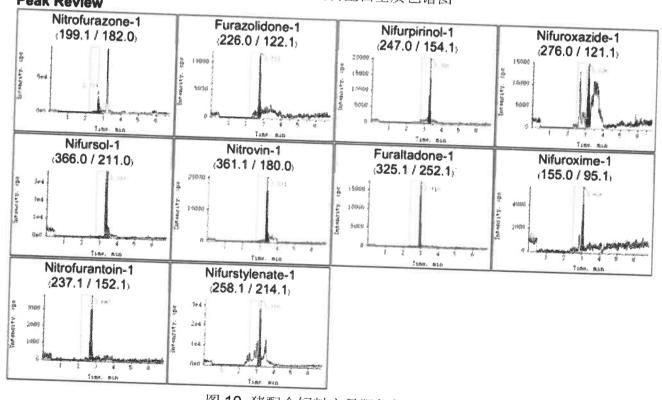


图 10 猪配合饲料定量限加标色谱图

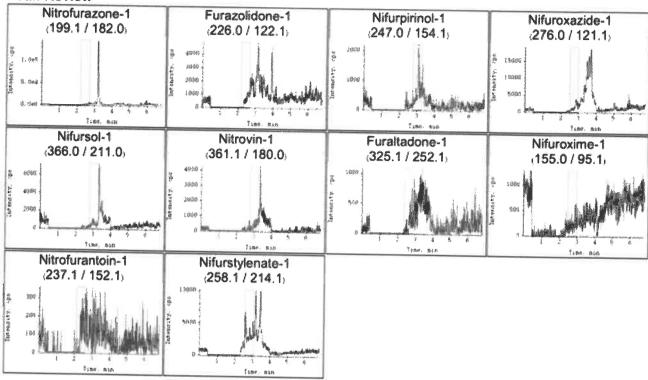


图 11 猪浓缩饲料空白基质色谱图

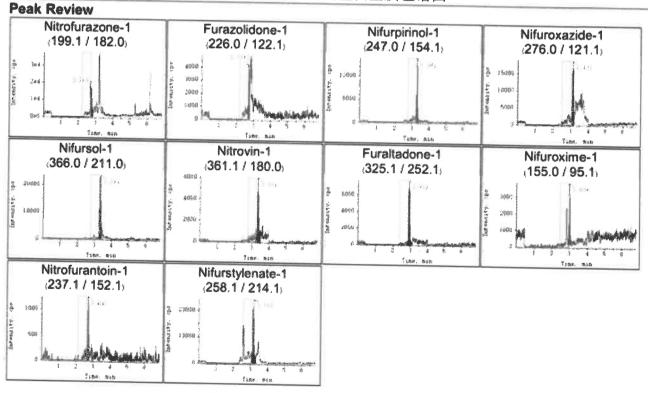


图 12 猪浓缩饲料定量限加标色谱图



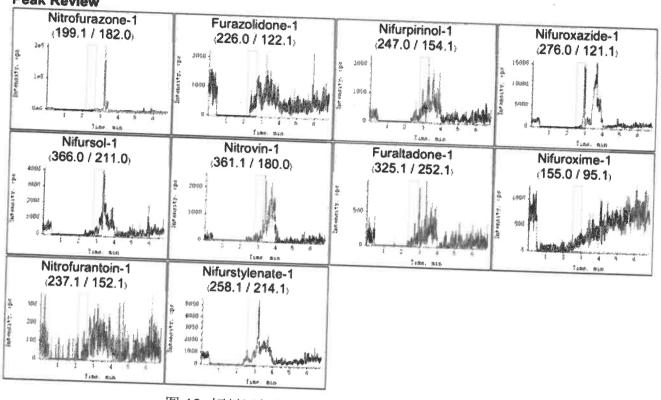


图 13 饲料添加剂 (生物发酵) 空白基质色谱图

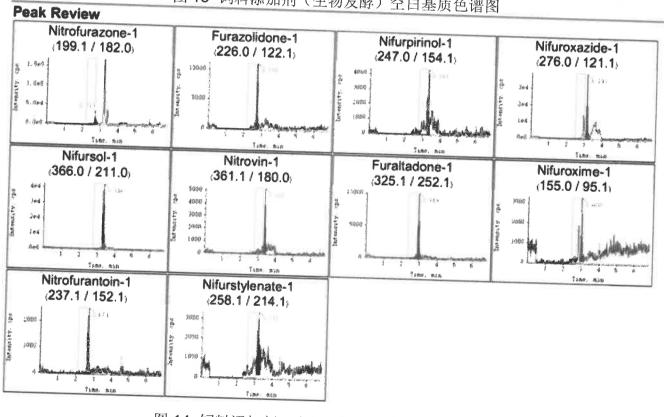


图 14 饲料添加剂 (生物发酵) 定量限加标色谱图

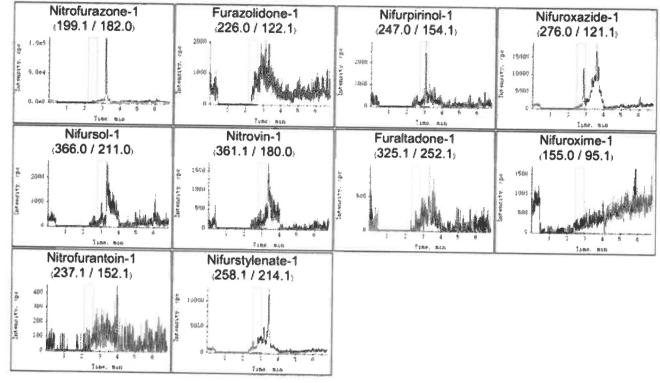


图 15 禽浓缩饲料空白基质色谱图

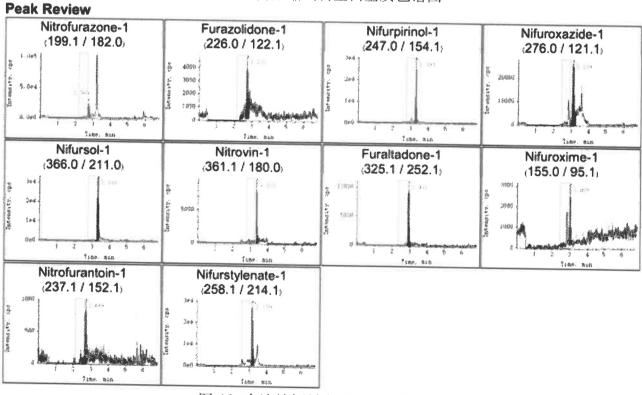


图 16 禽浓缩饲料定量限加标色谱图

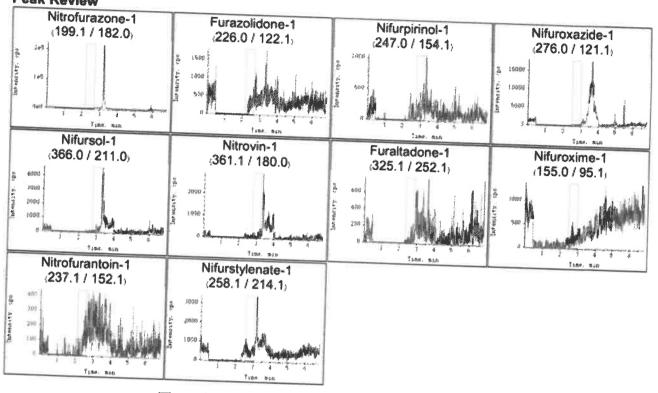


图 17 饲料添加剂 (植物提取物) 空白基质色谱图

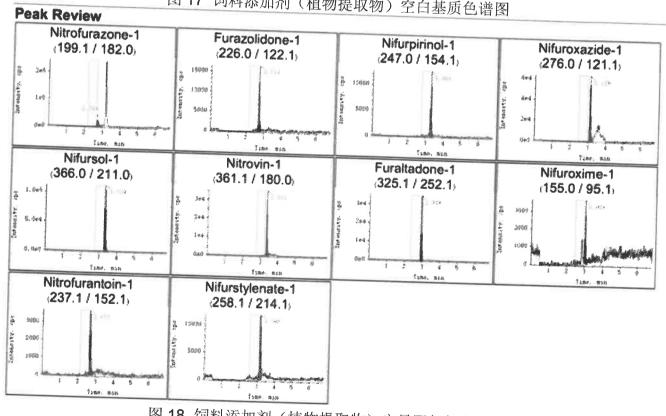


图 18 饲料添加剂(植物提取物)定量限加标色谱图

2.3 准确度(回收率)和精密度

以 9 种饲料样品为基础进行空白添加实验,验证该方法的准确度和精密度。每种饲料中添加 3 个水平的 10 种硝基呋喃类化合物,每个添加水平重复 7 次,计算回收率和变异系数,结果见表 13 ~表 21。

表 13 猪浓缩饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

			表 13 猪	水ű饲料	回收率和						
化合物	添加水平					检测	则结果(m	g/kg)			
K-170	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSD (%)
呋喃西林	0.05	0.0345	0.0369	0.0324	0.0355	0.0334	0.0394	0.0388	0.0358	71.7	6.90
"八明 四 小	0.25	0.265	0.258	0.257	0.263	0.262	0.234	0.235	0.254	101	4.80
	5	4.59	4.84	4.78	4.86	4.84	5.35	4.98	4.89	97.8	4.42
呋喃唑酮	0.005	0.00442	0.00473	0.00469	0.00468	0.00489	0.00485	0.00499	0.00475	95.0	3.59
大明空門	0.025	0.0243	0.0247	0.0238	0.0243	0.0232	0.0239	0.0238	0.0240	95.9	1.84
	0.5	0.453	0.449	0.458	0.481	0.460	0.492	0.495	0.470	94.0	3.79
Till not not not	0.005	0.00472	0.00476	0.00465	0.00471	0.00477	0.00482	0.00488	0.00476	95.1	1.49
硝呋吡醇	0.025	0.0245	0.0245	0.0239	0.0239	0.0239	0.0240	0.0246	0.0242	96.7	
	0.5	0.476	0.489	0.486	0.483	0.490	0.500	0.500	0.0242		1.23
-ot-1. S. D.	0.005	0.00440	0.00445	0.00432	0.00443	0.00449	0.00454	0.00448	0.00444	97.8	1.65
硝呋齐特	0.025	0.0240	0.0238	0.0232	0.0237	0.0237	0.0237	0.00448	0.00444	88.9	1.49
	0.5	0.468	0.467	0.464	0.485	0.491	0.495	0.499		94.8	0.987
	0.005	0.00498	0.00500	0.00517	0.00497	0.00501	0.00509	0.00498	0.481	96.3	2.80
呋喃它酮	0.025	0.0249	0.0250	0.0243	0.0246	0.00301	0.00309		0.00503	101	1.36
	0.5	0.450	0.463	0.470	0.467	0.461	0.0230	0.0238	0.0242	96.8	2.37
	0.05	0.0653	0.0608	0.0602	0.0528	0.0530	0.482	0.481	0.468	93.5	2.23
硝呋烯腙	0.25	0.255	0.279	0.241	0.277			0.0522	0.0565	113	9.02
	5	4.57	4.79	4.58	4.58	0.236	0.273	0.277	0.263	105	6.42
	0.05	0.0421	0.0436	0.0414	0.0409	4.82	4.77	5.13	4.75	95.0	4.19
硝呋索尔	0.25	0.251	0.247	0.266		0.0393	0.0405	0.0411	0.0413	82.5	3.01
	5	4.80	5.13	5.11	0.255	0.260	0.244	0.266	0.255	102	3.20
	0.05	0.0459	0.0515		5.21	5.17	5.22	5.17	5.11	102	2.63
硝呋醛肟	0.25	0.233	0.0313	0.0535	0.0504	0.0565	0.0543	0.0545	0.0524	105	6.19
,	5	4.65		0.230	0.233	0.227	0.240	0.241	0.233	93.4	2.02
	0.05	0.0499	4.64	4.50	4.61	4.75	4.74	4.71	4.66	93.1	1.71
夫喃苯烯酸	0.25		0.0501	0.0499	0.0530	0.0475	0.0479	0.0455	0.0491	98.2	4.53
钠	5	0.240	0.230	0.232	0.231	0.224	0.229	0.234	0.231	92.5	2.00
	0.05	4.64	4.84	4.73	4.79	4.72	4.78	4.77	4.75	95.0	1.21
呋喃妥因		0.0429	0.0518	0.0519	0.0461	0.0510	0.0509	0.0512	0.0494	98.8	6.53
八冊女囚	0.25	0.233	0.232	0.241	0.227	0.239	0.228	0.236	0.234	93.5	2.09
	5	4.75	4.45	4.64	4.78	4.71	4.84	4.77	4.71	94.1	2.53

表 14 猪配合饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

化合物	添加水平					检测	则结果(mg	g/kg)		回收率 (%) 68.6 102 95.1 95.0 97.9 90.6 96.6 97.5 94.5 89.6 96.6 95.2	
	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均		RSD
ndonder or dele	0.05	0.0383	0.0356	0.0351	0.0306	0.0272	0.0354	0.0379	0.0343		(%)
呋喃西林	0.25	0.253	0.253	0.266	0.267	0.251	0.245	0.0579	0.0343		10.9
	5	4.90	4.97	4.54	4.52	4.65	4.88	4.83	4.76	(%) 68.6 102 95.1 95.0 97.9 90.6 96.6 97.5 94.5 89.6 96.6 95.2	2.92
마는 마는 마나 포다	0.005	0.00504	0.00487	0.00488	0.00480	0.00447	0.00465	0.00453	0.00475		3.59
呋喃唑酮	0.025	0.0247	0.0246	0.0243	0.0246	0.0241	0.0240	0.0251	0.00473		3.98
	0.5	0.482	0.464	0.461	0.455	0.442	0.465	0.404	0.453		1.45
TEN+ oll, We	0.005	0.00509	0.00483	0.00467	0.00466	0.00493	0.00494	0.00471	0.00483		5.06 3.10
硝呋吡醇	0.025	0.0248	0.0240	0.0244	0.0246	0.0243	0.0240	0.0246	0.0244		1.22
	0.5	0.492	0.486	0.462	0.486	0.485	0.487	0.409	0.473		5.80
硝呋齐特	0.005	0.00440	0.00441	0.00475	0.00455	0.00428	0.00442	0.00456	0.00448		3.13
明吹か特	0.025	0.0243	0.0246	0.0238	0.0245	0.0234	0.0243	0.0242	0.0242		1.59
	0.5	0.488	0.480	0.465	0.485	0.470	0.484	0.459	0.476		2.18
呋喃它酮	0.005	0.00528	0.00496	0.00492	0.00478	0.00511	0.00474	0.00547	0.00503		4.92
	0.025	0.0241	0.0246	0.0240	0.0235	0.0241	0.0245	0.0251	0.0243		1.93

	0.5	0.472	0.472	0.458	0.463	0.445	0.477	1 0 4==	r s		
-true to air	0.05	0.0650	0.0483	0.0533	0.0473		0.477	0.457	0.463	92.6	2.21
硝呋烯腙	0.25	0.219	0.266	0.224	0.252	0.0554	0.0458	0.03505	0.0500	100	14.2
	5	4.59	4.98	4.55		0.208	0.254	0.257	0.240	95.9	8.71
	0.05	0.0454	0.0418	0.0417	4.91	4.34	4.94	4.99	4.76	95.2	6.38
硝呋索尔	0.25	0.262	0.266		0.0460	0.0428	0.0428	0.04282	0.0433	86.6	3.62
	5	5.11	5.03	0.252	0.258	0.253	0.257	0.253	0.257	103	1.91
	0.05	0.0474	0.0531	5.00	4.90	5.01	4.95	5.15	5.02	100	1.60
硝呋醛肟	0.25	0.238		0.0466	0.0462	0.0482	0.0428	0.04682	0.0473	94.6	
	5	4.63	0.244	0.236	0.227	0.215	0.230	0.246	0.234	93.5	6.01
the made about the con-	0.05		4.61	4.65	4.59	4.50	4.75	4.97	4.67		4.30
呋喃苯烯酸	0.05	0.0493	0.0512	0.0461	0.0499	0.0508	0.0483	0.05071	0.0495	93.4	3.02
钠		0.237	0.234	0.238	0.235	0.232	0.230	0.03071		98.9	3.36
	5	4.67	4.69	4.56	4.66	4.51	4.75		0.237	94.8	3.27
11+ mds 557 FT1	0.05	0.0509	0.0450	0.0492	0.0475	0.0470		4.7	4.65	93.0	1.68
呋喃妥因	0.25	0.234	0.237	0.242	0.235		0.0472	0.04469	0.0473	94.7	4.29
	5	4.88	4.75	4.80	4.65	0.236	0.239	0.241	0.238	95.2	1.19
				1.00	4.05	4.62	4.74	5.11	4.79	95.8	3.20

表 15 猪预混饲料回收率和精密度试验结果(n=7)

			なり始	贝庇问科	凹收率和	精密度证	式验结果	(n=7)			
化合物	添加水平				1	检验	则结果(m	g/kg)			
	(mg/kg)	1	2	3	4	, 5	6	7	平均	回收率	RSI
呋喃西林	0.05	0.0344	0.0317	0.0311	0.0301	0.0272	0.0302	0.0321	0.0210	(%)	(%)
7八門 四7	0.25	0.236	0.230	0.228	0.226	0.249	0.227		0.0310	62.0	6.58
	5	4.65	4.52	4.68	4.58	4.47	4.44	0.253 5.12	0.236	94.2	4.38
呋喃唑酮	0.005	0.00456	0.00449	0.00458	0.00454	0.00454	0.00460	0.00536	4.64	92.7	4.59
吹嚼空酮	0.025	0.0228	0.0224	0.0225	0.0229	0.0224	0.0226		0.00467	93.3	6.12
	0.5	0.442	0.464	0.451	0.466	0.440	0.0226	0.0248	0.0229	91.6	3.46
THE HALL SHIP. SHIPS	0.005	0.00472	0.00476	0.00465	0.00471	0.00477	0.00482	0.562	0.468	93.6	8.41
硝呋吡醇	0.025	0.0245	0.0245	0.0239	0.0239	0.0239		0.0045	0.00470	94.1	2.06
	0.5	0.476	0.489	0.486	0.483	0.0239	0.0240	0.0252	0.0243	97.1	1.86
male = 1	0.005	0.00440	0.00445	0.00432	0.00443	0.00449	0.500	0.407	0.476	95.1	6.06
硝呋齐特	0.025	0.0240	0.0238	0.0232	0.00443		0.00454	0.00501	0.00452	90.4	4.66
	0.5	0.468	0.467	0.464	0.0237	0.0237	0.0237	0.0252	0.0239	95.6	2.41
	0.005	0.00498	0.00500	0.00517	0.00497	0.491	0.495	0.495	0.481	96.2	2.66
呋喃它酮	0.025	0.0249	0.0250	0.0243	0.00497	0.00501	0.00509	0.00518	0.00506	101	1.62
	0.5	0.450	0.463	0.470		0.0234	0.0236	0.025	0.0244	97.5	2.48
	0.05	0.0653	0.0608	0.0602	0.467	0.461	0.482	0.565	0.480	95.9	7.49
硝呋烯腙	0.25	0.255	0.279	0.0002	0.0528	0.0530	0.0512	0.0501	0.0501	100	10.8
	5	4.10	4.26	4.09	0.277	0.236	0.273	0.26	0.260	104	6.08
	0.05	0.0421	0.0436	0.0414	4.62	4.21	4.44	4.42	4.51	90.1	4.19
硝呋索尔	0.25	0.251	0.0430		0.0409	0.0393	0.0405	0.04247	0.0415	82.9	3.16
	5	4.80	5.13	0.266	0.255	0.260	0.244	0.247	0.253	101	2.90
	0.05	0.0459	0.0515	5.11	5.21	.5.17	5.22	4.85	5.07	101	3.15
硝呋醛肟	0.25	0.233	0.0313	0.0535	0.0504	0.0565	0.0543	0.03585	0.0497	99.4	13.0
	5	4.65		0.230	0.233	0.227	0.240	0.252	0.235	94.0	3.32
the pair the lost more	0.05	0.0499	4.64	4.50	4.61	4.75	4.74	4.65	4.65	93.0	1.65
	0.05	0.240	0.0501	0.0499	0.0530	0.0475	0.0479	0.0519	0.0500	100	3.65
钠	5	4.64	0.230	0.232	0.231	0.224	0.229	0.245	0.233	93.2	2.87
	0.05	0.0429	4.84	4.73	4.79	4.72	4.78	4.67	4.74	94.8	1.34
呋喃妥因	0.05		0.0518	0.0519	0.0461	0.0510	0.0509	0.0444	0.0484	96.9	7.34
\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	5	0.233	0.232	0.241	0.227	0.239	0.228	0.254	0.236	94.5	
	3	4.75	4.45	4.64	4.78	4.71	4.84	5.03	4.74	94.9	3.68

表 16 禽预混合饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

化合物	添加水平					检测	则结果(mg	g/kg)		回收率 (%) 67.4 90.9 91.5	
	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均		RSD
	0.05	0.0322	0.0307	0.0300	0.0365	0.0289	0.0266	0.0444		(%)	(%)
呋喃西林	0.25	0.222	0.219	0.230			0.0366	0.0411	0.0337	67.4	12.2
	5	4.49	4.71		0.222	0.218	0.233	0.246	0.227	90.9	4.03
		7.77	4./1	4.70	4.47	4.45	4.42	4.77	4.57	91.5	2.99

	-										
呋喃唑酮	0.005	0.00421	0.00434	0.00427	0.00425	0.00417	0.00382	0.00464	0.00424	84.8	5.32
吹嘴空門	0.025	0.0214	0.0225	0.0210	0.0223	0.0222	0.0219	0.0256	0.0224	89.7	6.21
	0.5	0.435	0.435	0.437	0.462	0.429	0.413	0.408	0.431	86.2	3.81
TOR HALL HIT TOOL	0.005	0.00472	0.00476	0.00465	0.00471	0.00477	0.00482	0.0046	0.00472	94.3	
硝呋吡醇	0.025	0.0245	0.0245	0.0239	0.0239	0.0239	0.0240	0.0242	0.0241	96.5	1.46
	0.5	0.476	0.489	0.486	0.483	0.490	0.500	0.517	0.491	98.3	1.02
rolenda ->- data	0.005	0.00440	0.00445	0.00432	0.00443	0.00449	0.00454	0.00488	0.00450	90.0	2.52
硝呋齐特	0.025	0.0240	0.0238	0.0232	0.0237	0.0237	0.0237	0.025	0.00430		3.73
	0.5	0.468	0.467	0.464	0.485	0.491	0.495	0.483	0.0239	95.5	2.14
	0.005	0.00498	0.00500	0.00517	0.00497	0.00501	0.00509	0.00538	0.479	95.8	2.40
呋喃它酮	0.025	0.0249	0.0250	0.0243	0.0246	0.0234	0.0036	0.00558		102	2.68
	0.5	0.450	0.463	0.470	0.467	0.461	0.482	0.0239	0.0245	98.0	3.22
	0.05	0.0553	0.0608	0.0602	0.0528	0.0530	0.482		0.470	94.0	2.96
硝呋烯腙	0.25	0.255	0.279	0.241	0.277	0.236	0.0312	0.0365	0.0502	100	14.9
	5	5.10	4.26	4.09	4.62	4.21		0.251	0.259	104	6.24
	0.05	0.0421	0.0436	0.0414	0.0409	0.0393	4.44	5.03	4.53	90.1	7.13
硝呋索尔	0.25	0.251	0.247	0.266	0.255	0.0393	0.0405	0.04752	0.0422	84.3	5.95
	5	4.80	5.13	5.11	5.21	5.17	0.244	0.258	0.254	102	2.79
	0.05	0.0459	0.0515	0.0535	0.0504		5.22	4.82	5.06	101	3.28
硝呋醛肟	0.25	0.233	0.230	0.0333	0.0304	0.0565	0.0543	0.04493	0.0510	102	7.82
	5	4.65	4.64	4.50		0.227	0.240	0.243	0.234	93.5	2.23
마는 마는 나는 나서 교수	0.05	0.0499	0.0501	0.0499	4.61	4.75	4.74	4.97	4.69	93.9	2.90
呋喃苯烯酸 -	0.25	0.240	0.0301		0.0530	0.0475	0.0479	0.04061	0.0484	96.9	7.43
钠	5	4.64	4.84	0.232	0.231	0.224	0.229	0.249	0.233	93.4	3.33
	0.05	0.0429	0.0518	4.73	4.79	4.72	4.78	5.11	4.80	96.0	2.88
呋喃妥因	0.25	0.0429		0.0519	0.0461	0.0510	0.0509	0.04433	0.0484	96.8	7.35
	5	4.75	0.232	0.241	0.227	0.239	0.228	0.250	0.236	94.3	3.21
	J	4./3	4.45	4.64	4.78	4.71	4.84	4.69	4.69	93.9	2.47

表 17 禽浓缩饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

	T		区 17	水细印	t凹収率和						
化合物	添加水平				1	检测	则结果(m	g/kg)			
ru ti 100	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSE
Hala parle time I I	0.05	0.0280	0.0258	0.0282	0.0315	0.0333	0.0321	0.0335	0.0304	(%)	(%)
呋喃西林	0.25	0.226	0.223	0.227	0.225	0.217	0.214	0.249	0.0304	60.7	9.09
	5	4.26	4.58	4.42	4.41	4.58	4.52	4.52	4.50	90.4	4.62
nd advantant	0.005	0.00463	0.00446	0.00429	0.00445	0.00463	0.00430	0.005		90.0	3.54
呋喃唑酮	0.025	0.0224	0.0225	0.0225	0.0225	0.0218	0.0220	0.003	0.00454	90.8	5.01
	0.5	0.415	0.436	0.413	0.444	0.439	0.447	0.023	0.0227	90.7	4.35
water to the way	0.005	0.00470	0.00478	0.00460	0.00465	0.00467	0.00473	0.00474	0.441	88.2	5.60
硝呋吡醇	0.025	0.0231	0.0222	0.0230	0.0230	0.0227	0.0222		0.00469	93.9	1.19
	0.5	0.465	0.461	0.462	0.471	0.465	0.0222	0.026	0.0232	92.7	5.21
	0.005	0.00423	0.00421	0.00416	0.00385	0.00425	0.00402	0.406	0.458	91.5	4.68
硝呋齐特	0.025	0.0230	0.0221	0.0230	0.0228	0.00423	0.00402	0.00496	0.00424	84.8	7.59
	0.5	0.442	0.450	0.452	0.455	0.461		0.0253	0.0229	91.4	4.81
	0.005	0.00488	0.00445	0.00495	0.00496	0.00474	0.455	0.435	0.450	90.0	1.80
呋喃它酮	0.025	0.0229	0.0230	0.0223	0.00436	0.00474	0.00471	0.00529	0.00485	97.0	4.97
	0.5	0.427	0.431	0.422	0.0228		0.0213	0.0246	0.0226	90.4	4.56
	0.05	0.0513	0.0409	0.0488	0.0384	0.430	0.451	0.541	0.450	89.9	8.56
硝呋烯腙	0.25	0.209	0.209	0.206	0.0384	0.0403	0.0373	0.0452	0.0502	100	9.89
	5	4.32	5.65	4.63		0.215	0.231	0.256	0.220	88.1	7.32
	0.05	0.0402	0.0406	0.0401	4.66	4.53	4.94	4.35	4.58	90.4	5.44
硝呋索尔	0.25	0.241	0.234	0.0401	0.0367	0.0362	0.0352	0.04935	0.0398	79.5	11.1
	5	4.57	4.58		0.239	0.236	0.228	0.241	0.236	94.2	1.97
	0.05	0.0477	0.0461	4.71	4.69	4.62	4.63	5.13	4.70	94.1	3.83
硝呋醛肟	0.25	0.229	0.0401	0.0480	0.0529	0.0450	0.0501	0.03903	0.0470	94.0	8.61
	5	4.37	4.49		0.224	0.226	0.224	0.248	0.229	91.6	4.05
H 113 - H- LX 324	0.05	0.0456	0.0452	4.26	4.41	4.41	4.45	5.17	4.51	90.1	6.18
呋喃苯烯酸 ***	0.25	0.215	0.0432	0.0467	0.0476	0.0469	0.0464	0.0352	0.0448	89.6	8.90
钠	5	4.27		0.226	0.219	0.219	0.217	0.249	0.223	89.3	4.89
		7.41	4.27	4.81	4.48	4.49	4.87	4.76	4.62	90.6	3.63

呋喃妥因	0.05	0.0529	0.0503	0.0445	0.0447	0.0479	0.0465	0.04666	0.0476	95.3	5.89
	5	4.63	4.58	4.64	4.69	0.230	0.227	0.255	0.235	93.9	3.89
					7.09	4.65	4.90	4.99	4.72	94.5	3.03

表 18 禽配合饲料回收率和精密度试验结果 (n=7)

			表 18 禽	配合饲料	斗回收率	和精密度·	试验结果	(n=7)			
化合物	添加水平					检	则结果(m	g/kg)			
	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSE
呋喃西林	0.05	0.0336	0.0381	0.0341	0.0342	0.0332	0.0353	0.0398	0.002.5	(%)	('%)
沙門四孙	0.25	0.221	0.219	0.229	0.241	0.210	0.207		0.0355	71.0	6.54
	5	4.99	4.38	4.47	4.17	4.38	4.56	0.256	0.226	90.5	7.20
11十 115 114 高日	0.005	0.00443	0.00447	0.00433	0.00451	0.00436	0.00439	5.02	4.68	90.9	7.14
呋喃唑酮	0.025	0.0229	0.0226	0.0225	0.0227	0.0207	0.00439	0.00511	0.00451	90.3	5.54
	0.5	0.418	0.423	0.428	0.422	0.429	0.0216	0.0244	0.0225	90.0	4.67
718 84. 41. 344	0.005	0.00460	0.00467	0.00445	0.00442	0.00444		0.504	0.437	87.4	6.37
硝呋吡醇	0.025	0.0233	0.0231	0.0235	0.0226	0.0227	0.00453	0.00479	0.00456	91.1	2.80
	0.5	0.452	0.450	0.454	0.451	0.0227	0.0225	0.0245	0.0232	92.6	2.79
	0.005	0.00422	0.00415	0.00403	0.00387		0.469	0.484	0.459	91.8	2.58
硝呋齐特	0.025	0.0223	0.0221	0.0227	0.00387	0.00405	0.00406	0.00525	0.00423	84.7	10.1
	0.5	0.429	0.440	0.445	0.440	0.0215	0.0217	0.0244	0.0224	89.4	4.10
	0.005	0.00502	0.00437	0.00473	0.00460	0.441	0.452	0.481	0.447	89.4	3.42
呋喃它酮	0.025	0.0225	0.0226	0.0226	0.00460	0.00463	0.00443	0.00522	0.00471	94.3	6.05
	0.5	0.406	0.429	0.409		0.0212	0.0219	0.0254	0.0228	91.1	5.39
	0.05	0.0419	0.0349	0.0379	0.436	0.421	0.433	0.520	0.436	87.2	8.20
硝呋烯腙	0.25	0.241	0.213	0.0379	0.0362	0.0383	0.0283	0.0454	0.0502	100	9.96
	5	4.99	4.57	4.16	0.199	0.212	0.251	0.244	0.223	89.0	9.25
	0.05	0.0380	0.0364		4.65	4.28	4.66	5.17	4.64	92.8	7.14
硝呋索尔	0.25	0.217	0.0304	0.0355	0.0337	0.0324	0.0347	0.0379	0.0355	71.0	5.43
	5	4.98	4.26	0.224	0.217	0.219	0.205	0.260	0.223	89.1	7.24
	0.05	0.0540	0.0471	4.25	5.22	4.36	4.41	4.86	4.56	90.2	5.10
硝呋醛肟	0.25	0.223	0.0471	0.0452	0.0465	0.0439	0.0508	0.0353	0.0461	92.2	11.8
	5	4.25		0.219	0.215	0.211	0.213	0.257	0.224	89.5	6.52
+ n+ ++ b× =0	0.05	0.0447	4.44	4.27	4.28	4.33	4.99	4.92	4.52	90.0	5.29
大喃苯烯酸 -	0.25	0.215	0.0442	0.0449	0.0448	0.0447	0.0464	0.0508	0.0458	91.6	4.67
钠	5		0.222	0.221	0.218	0.216	0.210	0.247	0.221	88.5	5.03
	0.05	4.80	4.89	4.86	4.73	4.81	4.84	5.00	4.92	98.4	5.47
呋喃妥因		0.0471	0.0493	0.0469	0.0517	0.0458	0.0467	0.0457	0.0476	95.2	
/ m × m	0.25	0.230	0.229	0.249	0.227	0.223	0.237	0.254	0.235	94.2	4.19
	3	4.68	4.59	4.61	4.66	4.61	4.62	4.55	4.62	92.4	4.62 0.857

表 19 牛精料补充料回收率和精密度试验结果 (n=7)

化合物	添加水平		-		1	检测	则结果(m	g/kg)			
	(mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSD
	0.05	0.0369	0.0360	0.0324	0.0358	0.0289	0.0277	0.000		(%)	(%)
呋喃西林	0.25	0.237	0.229	0.227	0.246		0.0377	0.0398	0.0353	70.7	10.23
	5	4.73	4.51	4.59	4.56	0.225	0.226	0.256	0.235	94.1	5.04
	0.005	0.00435	0.00417	0.00440		4.42	4.62	5.02	4.64	92.7	4.20
呋喃唑酮	0.025	0.0216	0.0224	0.00440	0.00420	0.00411	0.00436	0.00511	0.00439	87.7	7.67
	0.5	0.434	0.446		0.0226	0.0221	0.0217	0.0244	0.0224	89.5	4.33
	0.005	0.00470	0.00472	0.442	0.450	0.421	0.445	0.504	0.449	89.8	5.83
硝呋吡醇	0.025	0.0232	0.00472	0.00465	0.00467	0.00450	0.00463	0.00479	0.00466	93.3	1.94
	0.5	0.476	0.0234	0.0242	0.0232	0.0238	0.0229	0.0245	0.0236	94.3	2.53
	0.005	0.00436		0.478	0.482	0.475	0.474	0.484	0.479	95.8	1.04
硝呋齐特	0.025	0.00430	0.00425	0.00408	0.00419	0.00391	0.00408	0.00525	0.00430	86.1	10.24
	0.5	0.0221	0.0226	0.0224	0.0223	0.0232	0.0217	0.0244	0.0227	90.6	3.92
	0.005	0.439	0.460	0.459	0.457	0.446	0.461	0.481	0.460	92.1	2.28
呋喃它酮	0.025		0.00471	0.00461	0.00443	0.00455	0.00453	0.00522	0.00468	93.6	5.50
Z M CHIN	0.023	0.0219	0.0222	0.0212	0.0224	0.0219	0.0217	0.0254	0.0224	89.6	6.15
		0.407	0.435	0.427	0.442	0.410	0.451	0.520	0.442	88.3	8.62
	0.05	0.0378	0.0294	0.0285	0.0356	0.0302	0.0388	0.0412	0.0345	69.0	14.8

硝呋烯腙	0.25	0.285	0.270	0.215	0.278	0.228	0.263	0.269	0.258	103	10.2
	5	5.18	4.53	5.17	4.52	4.88	5.45	5.17	4.99		10.2
	0.05	0.0385	0.0400	0.0374	0.0387	0.0382	0.0377	0.0379		99.7	7.09
硝呋索尔	0.25	0.236	0.248	0.240	0.245	0.245	0.0377		0.0383	76.7	2.26
	5	4.67	4.93	4.72	4.95			0.260	0.243	97.3	4.02
	0.05	0.0398	0.0433	0.0434		4.70	4.77	4.86	4.80	96.0	2.34
硝呋醛肟	0.25	0.208	0.208		0.0446	0.0431	0.0432	0.0353	0.0418	83.7	7.69
	5	-		0.208	0.213	0.223	0.217	0.257	0.219	87.6	8.09
		4.35	4.39	4.39	4.36	4.92	4.38	4.92	4.53	90.6	5.88
呋喃苯烯酸	0.05	0.0450	0.0436	0.0439	0.0448	0.0452	0.0430	0.0508	0.0452	90.3	5.79
钠	0.25	0.212	0.211	0.222	0.214	0.226	0.218	0.247	0.221		
	5	4.38	4.42	4.28	4.35	4.58	4.66			88.6	5.65
	0.05	0.0499	0.0462	0.0508	0.0487	0.0471		5.00	4.52	90.5	5.48
呋喃妥因	0.25	0.228	0.222	0.219			0.0476	0.0457	0.0480	96.0	3.96
	5	4.56			0.230	0.227	0.222	0.254	0.229	91.6	5.12
<u> </u>		7.30	4.54	4.52	4.56	4.50	4.53	4.55	4.54	90.7	0.486

表 20 饲料添加剂(植物提取物)回收率和精密度试验结果(n=7)

	1	表 20 省	可料添加剂	剂(植物	提取物)	回收率和	精密度证	忧验结果	(n=7)		
化合物	添加水平		-	T		检测	则结果(m	g/kg)			
	(mg/kg) 0.05	1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率 (%)	RSI
呋喃西林	0.05	0.0402	0.0329	0.0399	0.0451	0.0405	0.0312	0.0437	0.0391	78.1	13.3
->C-HI E3 44	5	0.222	0.241	0.208	0.232	0.232	0.238	0.249	0.232	92.6	5.88
		4.33	4.68	4.46	4.64	4.48	4.86	4.79	4.60	92.1	4.13
呋喃唑酮	0.005	0.00405	0.00420	0.00388	0.00433	0.00381	0.00412	0.0055	0.00427	85.4	13.3
"八明"王刚	0.025	0.0221	0.0222	0.0216	0.0209	0.0216	0.0214	0.0249	0.0221	88.5	5.92
	0.5	0.424	0.444	0.432	0.450	0.436	0.467	0.49	0.449	89.8	
工出口十四人至今	0.005	0.00468	0.00447	0.00473	0.00472	0.00457	0.00458	0.00501	0.00468	93.6	5.11
硝呋吡醇	0.025	0.0240	0.0238	0.0240	0.0229	0.0236	0.0227	0.0248	0.0237		3.70
	0.5	0.492	0.495	0.489	0.485	0.484	0.483	0.579	0.501	94.8	3.03
TW n4 -> 14	0.005	0.00425	0.00408	0.00419	0.00405	0.00420	0.00433	0.00501	0.00430	100	6.93
硝呋齐特	0.025	0.0220	0.0229	0.0230	0.0226	0.0226	0.0224	0.00301		86.0	7.59
	0.5	0.452	0.477	0.456	0.469	0.467	0.477	0.0233	0.0230	91.8	4.74
at at a min	0.005	0.00457	0.00418	0.00469	0.00435	0.00457	0.00439	0.00544	0.461	92.2	3.85
呋喃它酮	0.025	0.0214	0.0224	0.0205	0.0218	0.0214	0.00439		0.00460	91.9	8.89
	0.5	0.405	0.446	0.413	0.434	0.425	0.0213	0.0247	0.0219	87.8	6.09
	0.05	0.0502	0.0543	0.0562	0.0412	0.0542	0.448	0.501	0.439	87.8	7.24
硝呋烯腙	0.25	0.241	0.227	0.208	0.235	0.206		0.0451	0.0487	97.4	13.8
	5	5.11	5.85	5.08	5.06	4.69	0.239	0.256	0.230	92.1	7.90
	0.05	0.0406	0.0390	0.0386	0.0407	0.0397	5.04	5.13	5.14	103	6.80
硝呋索尔	0.25	0.247	0.247	0.254	0.0407		0.0408	0.0351	0.0392	78.4	5.13
	5	5.16	5.21	4.98	5.02	0.251	0.251	0.254	0.251	100.4	1.18
	0.05	0.0402	0.0450	0.0428	0.0397	5.15	5.20	4.57	5.04	100.8	4.48
硝呋醛肟	0.25	0.217	0.208	0.198		0.0410	0.0433	0.0419	0.0420	83.9	4.44
	5	4.34	4.32	4.30	0.199	0.205	0.200	0.245	0.210	84.1	7.93
土市立大区高台	0.05	0.0448	0.0437	0.0442	4.51	4.80	4.64	4.80	4.53	90.6	4.87
夫喃苯烯酸	0.25	0.214	0.214		0.0444	0.0424	0.0427	0.03928	0.0431	86.2	4.39
钠	5	4.46	4.30	0.209	0.214	0.210	0.212	0.258	0.219	87.5	7.98
	0.05	0.0415	0.0419	4.48	4.48	4.90	4.57	4.85	4.58	91.5	4.80
呋喃妥因	0.25	0.229		0.0417	0.0407	0.0475	0.0438	0.0369	0.0420	83.9	7.64
72.1	5	4.44	0.216	0.220	0.211	0.215	0.220	0.247	0.223	89.0	5.49
	J	4.44	4.38	4.45	4.44	4.53	4.57	5.19	4.57	91.4	6.12

表 21 饲料添加剂(生物发酵)回收率和精密度试验结果(n=7)

化合物	添加水平 (mg/kg)		检测结果(mg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	7	平均	回收率	RSD
呋喃西林	0.05	0.0317	0.0278	0.0291	0.0364	0.0336	0.0211	0.00.00		(%)	(%)
	0.25	0.227	0.231	0.231			0.0311	0.0358	0.0322	64.4	10.0
	5				0.226	0.237	0.224	0.249	0.232	92.9	3.67
呋喃唑酮	0.007	4.61	4.51	4.43	4.52	4.55	4.54	4.79	4.56	91.2	
	0.005	0.00434	0.00450	0.00421	0.00422	0.00434	0.00426				2.51
	0.025	0.0226	0.0233	0.0233				0.0055	0.00448	89.6	10.3
			0.0233	0.0233	0.0237	0.0228	0.0230	0.0249	0.0234	93.4	3.34

	0.5	0.454	0.468	0.444	0.462	0.444	0.454	0.49	0.450	0.1.0	ř
硝呋吡醇	0.005	0.00483	0.00483	0.00485	0.00469	0.00455	0.00470	0.00501	0.459	91.9	3.52
	0.025	0.0238	0.0231	0.0240	0.0233	0.0242	0.00470		0.00478	95.6	3.09
	0.5	0.482	0.483	0.484	0.478	0.0242		0.0248	0.0238	95.3	2.42
硝呋齐特	0.005	0.00442	0.00424	0.00433	0.00426	0.00431	0.488	0.579	0.498	100	7.22
	0.025	0.0230	0.0225	0.0227	0.00420	0.00431	0.00415	0.00501	0.00439	87.7	6.54
	0.5	0.454	0.466	0.461	0.453	0.0231	0.0226	0.0253	0.0231	92.5	4.27
呋喃它酮	0.005	0.00491	0.00449	0.00470	0.00439	0.462	0.455	0.427	0.454	90.8	2.82
	0.025	0.0215	0.0227	0.0228	0.00439		0.00431	0.00544	0.00473	94.5	8.22
	0.5	0.436	0.436	0.428	0.0234	0.0226	0.0225	0.0247	0.0229	91.5	4.30
硝呋烯腙	0.05	0.0465	0.0353	0.0368	0.400	0.426	0.452	0.501	0.449	89.9	5.96
	0.25	0.209	0.231	0.0308	0.0328	0.0378	0.0405	0.0451	0.0393	78.5	12.9
	5	4.57	4.79	4.58		0.215	0.231	0.256	0.224	89.6	7.48
硝呋索尔	0.05	0.0453	0.0443	0.0431	4.58	4.82	4.77	5.13	4.75	95.0	4.22
	0.25	0.240	0.241	0.0431	0.0447	0.0418	0.0416	0.0351	0.0423	84.5	8.20
	5	4.86	4.74	4.82	0.248	0.245	0.250	0.254	0.246	98.4	2.05
硝呋醛肟	0.05	0.0417	0.0405	0.0421	4.91	4.63	4.75	4.57	4.75	95.1	2.61
	0.25	0.236	0.0403	0.0421	0.0410	0.0462	0.0441	0.0419	0.0425	85.0	4.66
	5	4.67	4.78		0.247	0.234	0.254	0.245	0.239	95.5	4.28
呋喃苯烯酸 钠	0.05	0.0476	0.0458	4.54	4.77	4.77	4.65	4.80	4.71	94.2	1.97
	0.25	0.0470		0.0457	0.0454	0.0482	0.0482	0.03928	0.0457	91.5	6.74
	5	4.89	0.223	0.228	0.235	0.232	0.240	0.258	0.235	94.1	4.79
呋喃妥因	0.05	0.0438	4.86	4.76	4.78	4.77	4.75	4.85	4.81	96.1	1.18
	0.25		0.0439	0.0427	0.0454	0.0468	0.0439	0.0369	0.0433	86.6	7.27
	5	0.231	0.229	0.235	0.227	0.231	0.223	0.247	0.232	92.7	3.30
	3	4.45	4.58	4.60	4.58	4.50	4.58	5.19	4.64	92.8	5.36

结果表明:在不同添加水平下,10种硝基呋喃类化合物平均回收率均在60%~120%之间,变异系数小于21%,方法的准确度和精密度均满足检测要求。

3、验证结论

"上海海关动植物食品中心"对上海市质量监督检验技术研究院提供的《饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的测定 液相色谱-串联质谱法》标准方法征求意见稿,从方法的线性、灵敏度、准确度和精密度等几个方面进行了考察,结果表明:检测方法原理合理,操作步骤有效,具有较好的可操作性,方法呈现良好的线性关系,检出限和定量限能够达到标准规定的要求,加标回收的具体试验考察发现方法的平均回收率均在 60% ~ 120%之间,变异系数小于 21%,符合检测方法的要求。该方法可作为饲料中 10 种硝基呋喃类化合物的检测方法推广使用。

验证的

