《动物源性食品中氟雷拉纳、洛替拉纳、沙罗拉纳和阿福拉纳残留量的测定液相色谱-串联质谱法》中国标准化协会标准

编制说明

内部讨论资料，严禁非授权使用

四川省食品检验研究院

2022 年 3 月 20 日

一、研制背景和目的意义

氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳是一类作用于γ-氨基丁酸（GABA）受体的新型异噁唑啉类兽药，该类化合物表观分布容积高，吸收迅速，半衰期长（2 周左右），代谢率低，容易在肉及肉制品中残留。欧盟、澳大利亚农兽药局以及中国台湾卫生福利部已相继制定了家禽、牛羊、鸡的肌肉、肝脏、肾脏等靶组织中氟雷拉纳的最大残留限量（见表 1）。但是，国内外尚无同时检测动物源食品中氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳这 4 种异噁唑啉类药物的检测方法，为了保障食品安全，保护进出口贸易，迫切需要制定动物源食品中异噁唑啉类药物残留量检测标准。

另一方面，现行食品安全国家标准中一般仅对标准使用范围、样品制备、样品前处理、仪器分析条件、定性定量判定、结果表达等进行了规定，但缺少检验过程质量控制的相关规定。虽然《GB/T 32465-2015 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求》、《GB/T 35655-2017 化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南色谱分析》等标准中对化学分析方法的内部质量控制要求进行了规定，但该标准是一个通用性的、指导性的标准，实际工作中，许多一线工作人员仍不是很清楚如何选择适宜的质量控制方式。因此，根据检测实际，制定检验过程质量控制相关规定具有十分重要的意义。

内部讨论资料，严禁非授权使用

表 1 国内外权威机构规定部分食品中氟雷拉纳的最大残留限量

国家	食品	最大残留限量（mg/kg）
澳大利亚	牛肉，绵羊肉	0.005
	羊肝，绵羊肝	0.05
巴西	禽肉	65
	禽类肝脏脂肪	650
	禽类肾脏	420
	禽蛋	1300
	牛肉	75
	牛肝脏	575

	牛肾脏	240
	牛脂肪	600
欧盟	家禽肌肉	0.065
	家禽皮和脂肪	0.65
	家禽肝脏	0.65
	家禽肾脏	0.42
	家禽蛋	1.3
台湾	鸡肉	0.06
	鸡肝	0.6
	鸡肾	0.4
	鸡皮	0.6
	鸡蛋	1.0

二、标准研制依据

本标准的编写制定以提高检测方法的准确性、可操作性和分析效率为总原则，同时反映科学技术的先进成果和先进经验，在标准的制定过程中严格遵循国家有关方针、政策、法规和规章。标准的编写规则及表述按照 GB/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 5009.1-2003《食品卫生检验方法理化部分总则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》和 T/CAS 1.1-2017《团体标准的结构和编写指南》的要求编写。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。本标准质量控制部分的起草过程中主要参考了以下标准：

[1] GB/T 35655《化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南-色谱分析》

[2] GB/T 32464《化学分析方法验证确认和内部质量控制要求》

[3] GB/T 27417《合格评定化分析方法确认和验证指南》

[4] GB/T 27404《实验室质量控制规范食品理化检测》

[5] SN/T 0001《出口食品、化妆品理化测定方法标准编写的基本规定》

内部讨论资料，严禁非授权使用

[6] Guidlines for Single-Laboratory Validation of Analytical Methods for Trace-Level Concentrations of Organic Chemicals.

三、研制过程

标准的制定分五个阶段完成。

第一阶段：制定实施方案，四川省食品检验研究院接到中国标准化协会下达的关于《畜禽肉中异噁唑啉类兽药残留含量测定》中国标准化协会立项的通知（中国标协【2021】33 号）标准制定任务后，立即成立了标准起草工作小组，在仪器设备、试验用品方面做了充分准备，在此基础上经过反复讨论制定出了标准的实施方案。

第二阶段：2021 年 5 月~2021 年 11 月，标准起草工作小组开展实验研究，通过查阅国内外文献，综合分析，建立了前处理方法、仪器分析方法，对方法的适用性、线性、精密度、正确度、检出限和定量限等性能指标进行了验证。

第三阶段，2021 年 12 月，根据前期实验的结果，制定使用该标准的检验过程质量控制措施。

第四阶段，完成标准征求意见稿并征求意见，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》和 T/CAS 1.1-2017《团体标准的结构和编写指南》的要求编写了标准文本。完成了标准征求意见稿，并向海南省食品检验检测中心、兰州市食品药品检验检测研究院等 6 家单位征求意见，标准起草工作小组对返回的修改意见认真的进行归纳整理、分析研究和处理，于 2022 年 3 月完

内部讨论资料，严禁非授权使用

成了标准送审稿和编制说明。

第五阶段，2022 年 3 月 25 日，中国标准化协会组织召开了标准审定会，来自科研机构、标准化研究、检验检疫、农业等领域的专家对四川省食品检验研究院起草的《动物源食品中氟雷拉纳、洛替拉纳、沙罗拉纳和阿福拉纳残留量的测定液相色谱-串联质谱法》标准进行了审查。

第六阶段，2022 年 6 月底前，标准起草工作小组根据专家组技术审查意见和现行国家标准格式对标准文本和编制说明进行补充、修改和完善，最终形成“标准报批稿”、“编制说明（报批稿）”，审核后将相关材料报送中国标准化协会报批。

四、主要技术内容

本标准研制过中所有数据都是由安捷伦公司的仪器采集得到（Agilent 1200-6460QQQ）。在实际工作中，鼓励标准使用者根据自己实验室的仪器情况，对液相色谱条件和质谱条件进行优化，使仪器分析参数达到最佳状态。

1. 标准适用范围的说明

本标准适用于猪、牛、鸡、鸭的肌肉、肝脏及禽蛋中氟雷拉纳、洛替拉纳、沙罗拉纳和阿福拉纳残留量的测定。

2. 方法原理

试样中异噁唑啉类药物经乙腈提取、固相萃取净化，液相色谱-串联质谱测定，基质匹配校准曲线校正，外标法定量。

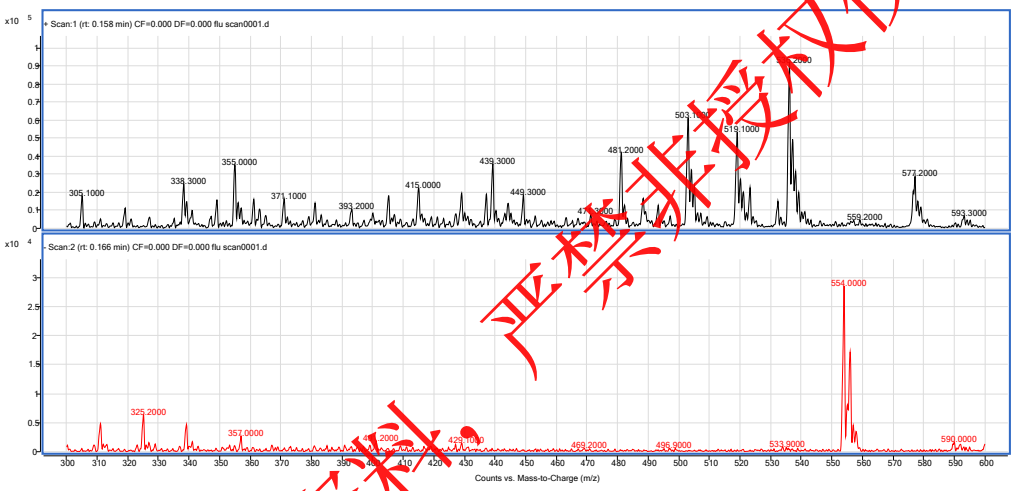
3. 主要方法参数及实验条件的确定

3.1 质谱条件的确定

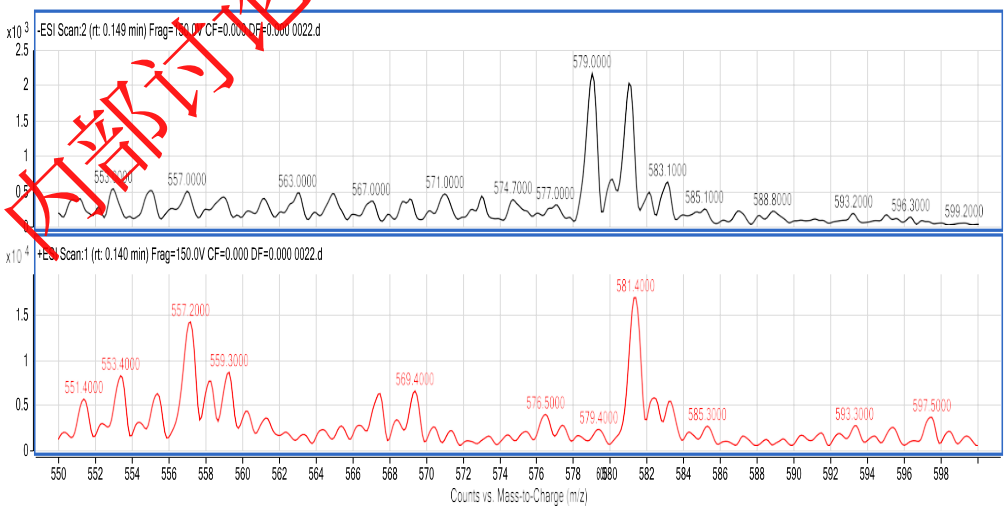
异噁唑啉类化合物极性较弱，单从化合物的结构上无法判定其离

内部讨论资料，严禁非授权使用

子化方式。因此，本标准首先以水/甲醇（*v*:*v*= 5:5）为流动相，在电喷雾离子源（ESI）的正、负模式下对氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳进行全扫描。实验发现，氟雷拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳在负离子模式下，沙罗拉纳在正离子模式下能获得最佳响应、背景干扰更小。离子源参数经过优化后，干燥气温度：350℃；干燥气流量：5L/min；雾化气压力：45psi；鞘气温度：300℃；鞘气流量：11L/min；毛细管电压：3.5kV；喷嘴电压：500V；增益电压：300V。四个化合物在 ESI（+/-）条件下的全扫图谱见图 1 所示。

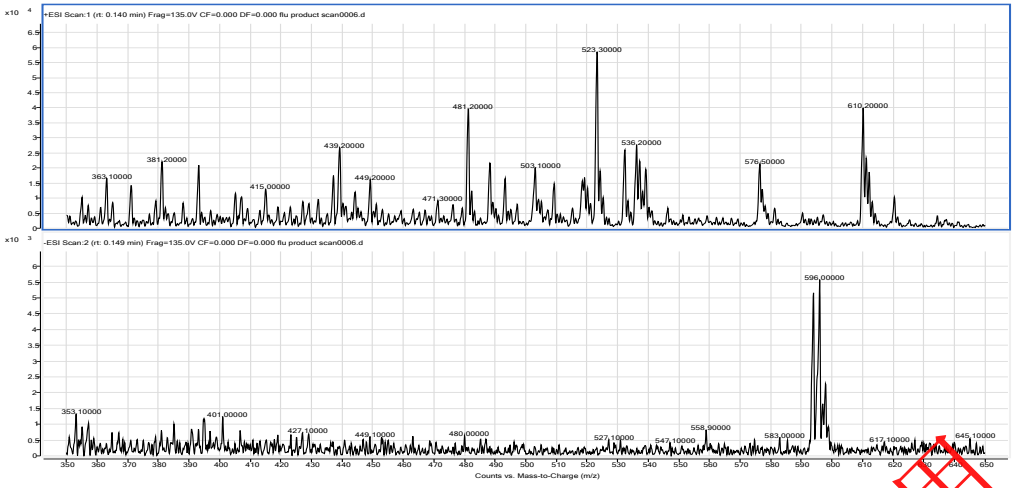


氟雷拉纳的全扫描图谱（100ng/mL）

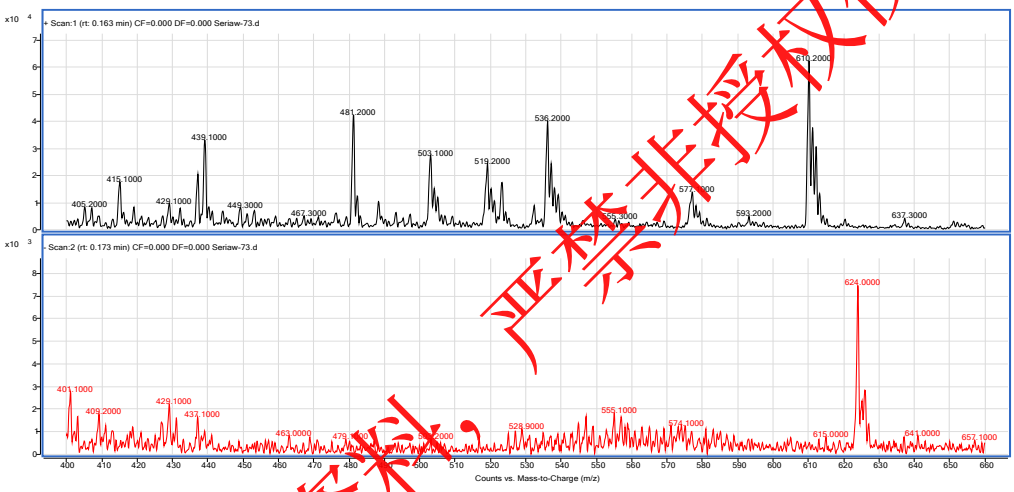


沙罗拉纳的全扫描图谱（100ng/mL）

内部讨论资料，严禁非授权使用



洛替拉纳全扫描图谱（100 ng/mL）



阿福拉纳的全扫描图谱（100 ng/mL）

图 1 氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳的全扫描图谱

通过子离子扫描，分别确定了氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳的定量/定性离子对，对碎裂电压和碰撞能量进行了优化。相关数据见表 1 所示。

表 1 定量/定性离子对、碎裂电压、碰撞能量

化合物名称	离子对（m/z）	碎裂电压（*V*）	碰撞能量（*eV*）
氟雷拉纳	554/534*	135	10
	554/424	135	15
沙罗拉纳	581/444*	150	15
	581/416	150	15
洛替拉纳	596/181*	135	20
	596/161	135	25

内部讨论资料，严禁非授权使用

阿福拉纳	624/604*	135	10
	624/564	135	20

注：*定量离子对

3.2 液相色谱条件的优化

在完成了质谱条件的优化后，需要考察液相色谱的分离条件，由于电喷雾质谱的电离是在溶液状态下完成，因此流动相的组成和配比不但影响目标化合物的色谱行为，还会影响到目标化合物的离子化效率，从而影响灵敏度。

3.2.1 色谱柱的选择

由于氟雷拉纳等异噁唑啉类化合物的极性较小，分子内缺少有效的电离部位，初次选用流动相时未在水相中加入任何的流动相改进剂。以甲醇/水作为流动相组合，比较了实验室常用的三种色谱柱，**column1**：Agilent ZORBAX Eclipse plus C18（2.1mm×100mm, 1.8μm）；**column2**：Waters ACQUITY HSS T3（2.1mm×100mm, 1.8μm）；**column3**：Waters ACQUITY BEH C18（2.1mm× 100mm, 1.7μm）的分离效果，四种化合物分离效果见图 2 所示，从图中可以看出，虽然四种化合物未完全实现基线分离，但 **column1** 的出峰时间和峰形均优于 **column2** 和 **column3**，最终选择 ZORBAX Eclipse plus C18（2.1mm×100mm，1.8μm）作为实验分析用色谱柱。

内部讨论资料，严禁非授权使用

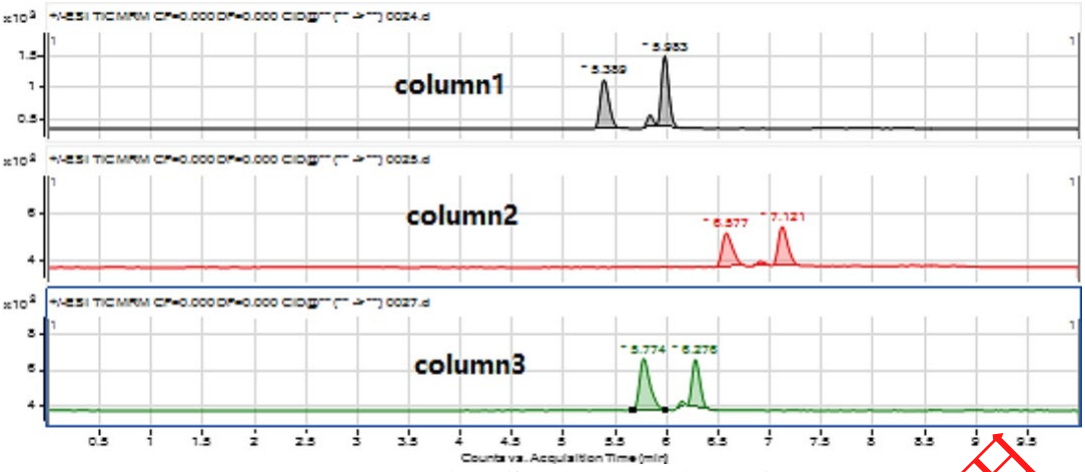


图 2 不同色谱柱对氟雷拉纳等四种异噁唑啉类化合物的分离情况

3.2.2 流动相的选择

实验证实，有机相选择甲醇的响应比乙腈好，水相比较了超纯水、0.1%甲酸水、5mmol/L 甲酸铵水和 5mmol/L 乙酸铵水的分离和响应。与超纯水相比，0.1%甲酸水作为水相时，虽然各化合物有较好的分离效果，但对氟雷拉纳、洛替拉纳、阿福拉纳的响应有抑制。

5mmol/L 甲酸铵和 5mmol/L 乙酸铵对四种化合物响应均有不同程度的增强作用，但甲酸铵对各组分的分离效果优于乙酸铵。因此根据四种化合物的分离效果以及响应情况，最终选择甲醇和 5mmol/L 甲酸铵水作为流动相。

3.2.3 进样量的确定

分别比较了进样体积为 1μL，2μL 和 5μL 时，对目标分析物峰形和分离的影响。当进样量为 1μL 时，沙罗拉纳的定性离子对 581/416 和阿福拉纳的定性离子对 624/564 响应较差；当进样量为 2μL 时，四种化合物的各个离子对均有较好的信噪比，当进样量体积为 5μL 时，目标分析物的峰形有一定程度地展宽，峰形较差。通过比较，最终将进样体积定为 2μL。

3.2.4 最终的色谱条件

通过实验，提出的最终色谱条件如下：C18 柱（100 mm×2.1 mm，

内部讨论资料，严禁非授权使用

1.8μm)，或相当者；进样体积：2μL；柱温：30 ℃；流速：0.3mL/min；流动相：A 相为 5mmol/L 甲酸铵水溶液，B 相为甲醇；梯度洗脱，洗脱条件见表 2。

表 2 流动相组成和梯度洗脱条件

时间（min）	5%甲酸铵水溶液（%）	甲醇（%）
0.00	30.0	70.0
2.00	30.0	70.0
5.00	10.0	90.0
7.00	10.0	90.0
7.10	30.0	70.0
10.00	30.0	70.0

3. 样品前处理方法的确定

由于动物源食品中干扰物主要为蛋白质、脂肪和磷脂，其中脂肪和磷脂是影响定量分析的最主要因素，采用正己烷，结合低温高速离心可以较好的除去脂肪，但去除磷脂的效果较差。

样品前处理应尽量采用简单的方法，在本标准的研制过程中，研究小组参考了 Waters 公司《Oasis PRiMe HLB 食品应用文集》中关于多兽残的前处理方法，优先选择 Oasis PRiMe HLB（3cc，150mg）作为样品前处理净化用固相萃取柱，该净化柱采用“通过式”净化方式，即目标分析物流过净化柱时不被保留，样品中的脂肪和磷脂等干扰物被净化柱填料吸附。该净化方式操作简单，损失小，可以有效减小基质效应对定量分析的影响。

以 Water 公司提供的标准化操作为基础，研究小组对提取和净化稍作优化得到了适用于本标准的提取净化条件：准确称取 2g（精确至 0.01g）试样，置于 50mL 具塞聚丙烯离心管中，加入 10mL 乙腈

内部讨论资料，严禁非授权使用

涡旋 1min，再超声提取 15min，5000r/min 离心 5min，收集上清液于一具刻度离心管中，40℃氮吹至约 1mL，待净化。

固相萃取小柱无需预先活化和平衡，取所得全部提取液加入固相萃取小柱，以 1 滴/秒的流速通过小柱，收集全部流出液，40℃氮吹至近干，用 1.0mL 初始流动相溶解残渣，混匀，过 0.22μm 尼龙微孔滤膜，供液相色谱-串联质谱测定。

4.主要性能指标的验证

4.1 基质标准曲线的制备与线性范围

使用前根据需要用空白样品基质溶液配制浓度为5ng/mL、10ng/mL、50ng/mL、100ng/mL、200ng/mL的基质标准溶液，在已优化的条件下进行LC-MS/MS分析，以峰面积Y对浓度X（ng/mL）作标准曲线，得出的回归方程和相关系数*r*见表3所示，从表中数据可以看出，在不同基质中，氟雷拉纳、沙罗拉钠、洛替拉钠和阿福拉钠在5ng/mL-200ng/mL浓度范围内均呈现良好的线性关系，*r*均大于0.99。

表3. 不同基质中氟雷拉纳、沙罗拉钠、洛替拉钠和阿福拉钠的回归方程、相关系数和线性范围

样品基质	药物名称	回归方程	*R*	线性范围（ng/mL）
猪肉	氟雷拉纳	y=33.87x-57.14	0.996	5-200
	沙罗拉钠	y=38.25x-12.70	0.999	5-200
	洛替拉钠	y=43.30x-16..21	0.999	5-200
	阿福拉钠	y=12.72x-60.36	0.999	5-200
牛肉	氟雷拉纳	y=72.51x-17.41	0.998	5-200
	沙罗拉钠	y=32.88x-68.55	0.997	5-200
	洛替拉钠	y=13.14x-12.71	0.998	5-200
	阿福拉钠	y=28.65x+41.35	0.998	5-200
鸡肉	氟雷拉纳	y=23.43x-17.30	0.998	5-200

内部讨论资料，严禁非授权使用

	沙罗拉纳	y=39.10x-47.13	0.999	5-200
	洛替拉纳	y=13.93x-59.14	0.999	5-200
	阿福拉纳	y=16.40x-85.53	0.998	5-200
鸭肉	氟雷拉纳	y=24.56x-47.02	0.999	5-200
	沙罗拉纳	y=38.38x-79.36	0.999	5-200
	洛替拉纳	y=47.42x-98.69	0.999	5-200
	阿福拉纳	y=13.71x-19.44	0.999	5-200
猪肝	氟雷拉纳	y=26.39x-31.42	0.9962	5-200
	沙罗拉纳	y=31.32x-77.34	0.998	5-200
	洛替拉纳	y=17.83x-48.62	0.998	5-200
	阿福拉纳	y=39.12x-72.44	0.997	5-200
鸡蛋	氟雷拉纳	y=22.54x-43.94	0.995	5-200
	沙罗拉纳	y=34.34x-58.85	0.999	5-200
	洛替拉纳	y=16.42x+97.25	0.997	5-200
	阿福拉纳	y=29.34x-73.86	0.995	5-200

4.2 检出限与定量限的确定

根据欧盟2002/657/EC标准，用MS/MS对样品的确证应满足三个条件。首先，所有待测组分的保留时间应小于或等于外标标准样品的保留时间的±2.5%；第二，所选择的定性离子对和定量离子对的信噪比均应大于3（S/N>3）；第三，与外标标准品相比，待测组分定性离子的相对丰度比应在许可的范围内。

经计算，5μg/kg添加浓度下，四个化合物的相对离子丰度比均能满足最大偏差要求，从实验结果分析，在5μg/kg添加浓度下，可以完全满足定量确证，所以确定定量限为5μg/kg。而该方法的检测限则根据S/N=3，确定的检测限为2μg/kg。

4.3 方法的正确度（回收率）和精密度

4.3.1 空白样品的筛选

在确定了样品的前处理和仪器分析方法后，首先进行了空白样品的筛选，分别对猪肉、牛肉、鸡肉、鸭肉、猪肝和鸡蛋的空白样品进

内部讨论资料，严禁非授权使用

行检测，均未检出4种异噁唑啉类兽药，同时在优化的色谱-质谱条件下也未发现干扰峰。

4.3.2 添加浓度的确定

根据本标准编制过程中能够达到的最低定量限，按低、中、高三个浓度水平加标，确定该方法的添加浓度为5μg/kg、10μg/kg和20μg/kg。

4.3.3基质效应

采用标准曲线斜率法计算氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳在猪肉、牛肉、鸡肉、鸭肉、猪肝及鸡蛋等六种基质中的基质效应。

计算方法为：$ME=(S_m/S_s-1)*100\%$，其中，S_m为空白基质曲线斜率，S_s为纯溶剂配制的标准曲线斜率。通过计算可知，在上述基质中，除猪肝中氟雷拉纳的ME绝对值大于20% 属于中等强度基质效应外，在其他几种基质中，四个化合物均表现出弱基质效应。所以本标准采用基质标准曲线外标法定量。

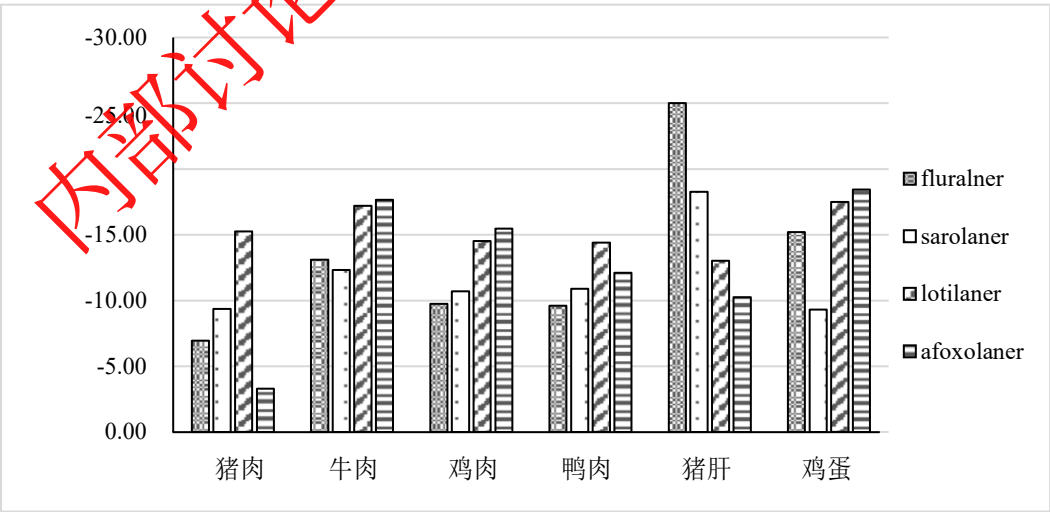


图3. 基质效应的评估

4.3.4 方法回收率和精密度实验结果

内部讨论资料，严禁非授权使用

按照4.3.2的添加浓度，在猪肉等6个空白基质中进行添加回收实验，同一浓度做6次平行实验，考察方法的回收率和精密度。当样品的上机液浓度超过校准曲线的线性范围时，需要根据测定浓度，稀释后重新测定，直至上机液浓度在校准曲线的线性范围内。实验结果表明：猪肉中，四个化合物的回收率为 73.55%~89.75%，相对标准偏差为 1.49%~7.12%；牛肉中，四个化合物的回收率为 71.57%~89.51%，相对标准偏差为1.70%~6.92%；鸡肉中，四个化合物的回收率为72.96%~92.69%，相对标准偏差为 1.95%~7.21% ；鸭肉中，四个化合物的回收率为76.47%~88.67%，相对标准偏差为 3.41%~7.50%；鸡蛋中，四个化合物的回收率为 70.36%~90.87%，相对标准偏差为 4.28%~9.13%；猪肝中，四个化合物的回收率为 61.40%~83.66%，相对标准偏差为 1.93%~11.60%。

方法准确度和精密度均较好，说明本方法能满足动物性食品中氟雷拉纳、沙罗拉纳、洛替拉纳和阿福拉纳残留的定量测定的要求。

表4 猪肉中 4 种异噁唑啉药物的添加回收率和精密度测定结果（*n*=6）

化合物	添加量 (μg/kg)	测得值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	回收率（%）	相对标准偏差（%）
		1	2	3	4	5	6			
氟雷拉纳	5	3.88	4.37	4.23	4.32	3.87	3.93	4.10	82.00	5.65
	10	8.53	8.54	8.13	8.58	7.96	8.78	8.42	84.20	3.66
	20	17.92	16.44	17.34	17.68	17.85	17.23	17.41	87.05	3.14
沙罗拉纳	5	3.69	3.57	4.08	4.16	3.87	3.67	3.84	76.81	6.17
	10	8.43	7.72	7.93	8.41	8.41	8.06	8.16	81.60	3.69
	20	16.84	17.22	16.60	16.18	16.96	17.06	16.81	84.05	2.22
洛替拉纳	5	4.35	4.20	3.98	4.29	4.39	3.61	4.14	82.74	7.12
	10	8.87	9.06	8.64	8.76	8.13	8.58	8.67	86.74	3.65
	20	17.84	18.11	18.07	18.03	17.46	18.19	17.95	89.75	1.49
阿福拉纳	5	3.90	3.33	3.74	3.74	3.54	3.81	3.68	73.55	5.65
	10	8.33	8.23	8.16	8.49	8.03	8.40	8.27	82.73	2.01
	20	17.50	17.99	16.72	17.49	18.12	17.54	17.56	87.80	2.80

内部讨论资料，严禁非授权使用

表 5 牛肉中 4 种异噁唑啉药物的添加回收率和精密度测定结果（*n*=6）

化合物	添加值 (μg/kg)	测得值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
氟雷拉纳	5	4.34	4.21	4.36	3.93	4.30	3.92	4.18	83.52	4.88
	10	8.85	9.00	8.68	8.57	9.13	8.96	8.86	88.64	2.37
	25	22.40	21.89	22.12	22.32	23.00	22.53	22.38	89.51	1.70
沙罗拉纳	5	3.58	3.87	3.74	3.64	3.96	4.08	3.81	76.25	5.09
	10	8.50	8.35	8.37	8.79	8.67	9.26	8.66	86.57	3.93
	25	20.97	20.72	21.50	22.03	21.81	22.85	21.64	86.58	3.56
洛替拉纳	5	3.60	3.71	3.87	3.43	3.85	3.65	3.68	73.69	4.40
	10	8.84	8.49	7.86	8.84	8.76	8.33	8.52	85.19	4.52
	25	22.37	21.93	20.12	22.06	22.13	22.22	21.81	87.22	3.85
阿福拉纳	5	3.39	3.77	3.43	3.56	3.98	3.35	3.58	71.57	6.92
	10	8.12	7.74	8.31	8.16	8.79	7.89	8.17	81.68	4.47
	25	22.43	22.73	21.69	22.51	22.02	19.52	21.82	87.27	5.43

表 6 鸡肉中 4 种异噁唑啉药物的添加回收率和精密度测定结果（*n*=6）

化合物	添加值 (μg/kg)	测得值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
氟雷拉纳	5	4.34	4.13	4.17	4.24	4.29	3.97	4.19	83.78	3.11
	10	7.62	7.81	7.79	7.76	7.88	8.08	7.82	78.24	1.95
	25	23.53	23.11	22.98	22.15	22.65	21.72	22.69	90.75	2.92
沙罗拉纳	5	3.52	3.60	3.71	3.78	3.89	3.97	3.75	74.94	4.53
	10	7.08	7.30	7.67	6.81	7.05	7.99	7.32	73.19	6.00
	25	19.23	21.52	20.77	23.06	20.17	21.82	21.10	84.39	6.36
洛替拉纳	5	3.88	3.79	3.30	3.73	4.11	3.65	3.74	74.85	7.21
	10	7.35	6.71	7.54	7.26	7.77	7.64	7.38	73.80	5.13
	25	24.56	23.29	20.96	23.73	22.65	23.84	23.17	92.69	5.41
阿福拉纳	5	3.33	3.66	3.86	3.65	3.83	4.12	3.74	74.79	7.05
	10	7.13	7.40	7.42	6.80	7.62	7.41	7.30	72.96	3.96
	25	24.85	23.74	21.47	23.34	22.41	22.31	23.02	92.08	5.23

表 7 鸭肉中 4 种异噁唑啉药物的添加回收率和精密度测定结果（*n*=6）

化合物	添加值（μg/kg）	测得值（μg/kg）						平均值（μg/kg）	回收率（%）	相对标准偏差（%）
		1	2	3	4	5	6			
氟雷拉纳	5	3.99	4.21	4.04	3.97	4.17	3.83	4.03	80.69	3.41
	10	7.85	8.21	7.50	8.12	7.94	8.35	7.99	79.94	3.78
	25	21.54	23.71	20.57	22.81	22.51	21.88	22.17	88.67	4.91
沙罗拉纳	5	4.00	3.80	3.89	4.35	4.02	4.20	4.04	80.88	5.00
	10	8.15	8.27	7.84	7.48	8.34	7.96	8.01	80.08	3.99

内部讨论资料，严禁非授权使用

	25	20.45	19.67	19.92	22.19	21.10	20.98	20.72	82.88	4.42
洛替拉纳	5	3.79	4.17	3.39	3.87	4.08	3.64	3.82	76.47	7.50
	10	8.43	7.76	8.65	8.20	7.69	7.99	8.12	81.19	4.66
	25	20.95	21.34	23.38	22.00	20.32	21.51	21.58	86.34	4.84
阿福拉纳	5	3.56	3.87	4.05	4.03	3.66	3.93	3.85	77.00	5.12
	10	8.29	7.80	7.71	8.01	7.30	7.41	7.76	77.56	4.74
	25	20.69	22.08	21.78	19.91	21.39	21.99	21.31	85.23	4.00

表 8 鸡蛋中 4 种异噁唑啉药物的添加回收率和精密度测定结果（*n*=6）

化合物	添加值（μg/kg）	测得值（μg/kg）						平均值（μg/kg）	回收率（%）	相对标准偏差（%）
		1	2	3	4	5	6			
氟雷拉纳	5	3.47	3.53	3.64	3.99	3.62	3.30	3.59	71.86	6.42
	10	7.01	7.34	7.22	6.84	7.65	6.90	7.16	71.60	4.28
	20	17.50	17.35	19.23	18.49	19.04	17.43	18.17	90.87	4.72
沙罗拉纳	5	3.83	3.98	3.65	3.47	3.31	3.11	3.56	71.18	9.13
	10	7.62	8.03	6.62	6.73	7.04	8.05	7.35	73.47	8.68
	20	16.49	17.13	15.72	16.88	15.53	17.92	16.61	83.06	5.40
洛替拉纳	5	3.46	3.63	3.07	3.54	4.04	3.36	3.52	70.36	9.13
	10	6.94	6.75	7.42	6.84	7.43	6.94	7.06	70.56	4.28
	20	15.72	16.44	18.05	15.97	16.03	17.61	16.64	83.19	5.78
阿福拉纳	5	3.89	3.71	3.60	3.98	3.96	3.53	3.78	75.56	5.00
	10	6.97	7.38	7.05	7.40	7.74	8.10	7.44	74.38	5.71
	20	16.48	17.08	16.78	15.01	17.24	16.82	16.57	82.84	4.86

表 9 猪肝中 4 种异噁唑啉药物的添加回收率和精密度测定结果（*n*=6）

化合物	添加值（μg/kg）	测得值（μg/kg）						平均值（μg/kg）	回收率（%）	相对标准偏差（%）
		1	2	3	4	5	6			
氟雷拉纳	5	3.28	2.71	3.49	3.36	3.64	3.16	3.27	65.44	9.86
	10	6.79	6.95	7.38	6.72	6.96	6.18	6.83	68.31	5.77
	20	16.59	17.90	15.17	16.05	14.33	15.51	15.92	79.62	7.75
沙罗拉纳	5	3.36	3.53	3.16	3.14	2.89	4.01	3.35	66.99	11.60
	10	6.95	7.79	7.26	7.23	6.42	8.38	7.34	73.37	9.26
	20	16.19	15.59	14.29	15.26	18.05	16.29	15.94	79.72	7.92
洛替拉纳	5	3.91	3.35	3.34	3.75	3.03	3.44	3.47	69.40	9.13
	10	7.29	6.95	7.08	6.57	6.77	6.23	6.82	68.15	5.57
	20	15.08	16.54	18.10	17.84	16.27	16.55	16.73	83.66	6.62
阿福拉纳	5	3.29	3.12	3.21	3.00	2.77	3.02	3.07	61.40	5.98
	10	6.42	6.20	7.09	5.98	6.44	7.05	6.53	65.30	6.91

5. 内部质量控制要求

5.1 实验室应识别检测过程中的试剂溶剂、温度、人员、时间等

内部讨论资料，严禁非授权使用

微小改变对检测结果准确度的影响，通过耐用性试验，确认对检测结果是否有重要影响，确定有较大影响的因素，提出有效控制措施，写入 SOP 中，并要求检验人员在检测中严格执行。

5.2 每批检测样品均应附带空白（或阴性样品）、加标回收（或已知值样品）、待分析样品，检测顺序为：空白（或阴性样品）、加标回收（或已知值样品）、待分析样品；每间隔 20 个样品附带一组质量控制样品，如果样品批量不足 20 批次，也视为一批，实施完整的检测过程质量控制，若分析系统处于稳定状态，则可在其后的检测中适当加大批量，若分析系统处于不稳定状态，则应减小批量。

5.3 样品经过前处理并定容后，其中目标组分的浓度至少应处于校准曲线工作范围内，最好处于校准曲线工作范围的中部，如果超出校准曲线最高浓度时可以稀释样品后再测定；若低于校准曲线最低浓度时，可加大称样量后重新测定，直到满足上述要求。

5.4 一般情况下，应使用回收率校正检测结果。

五、主要试验验证分析

无

六、与现行法律、法规和强制性国家标准的关系

目前国内尚无动物源性食品中氟雷拉纳、洛替拉纳、沙罗拉纳和阿福拉纳残留量测定的液相色谱-串联质谱法，本标准在起草过程中，样品前处理方法主要参考美国 Waters 公司的《Oasis PRiMe HLB 食品应用文集》，内部质量控制主要参考了 GB/T 35655《化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南-色谱分析》、GB/T 32464《化学分析

内部讨论资料，严禁非授权使用

方法验证确认和内部质量控制要求》、GB/T 27427《合格评定化分析方法确认和验证指南》、GB/T 27404《实验室质量控制规范食品理化检测》、SN/T 0001《出口食品、化妆品理化测定方法标准编写的基本规定》的部分内容和做法。

七、采用国际标准或国外先进标准的情况

本标准的制定未采用国际标准

八、重大分歧意见的处理情况

本标准制定实验过程、征求意见、审定会上均无重大分歧。

九、作为强制性标准或推荐性标准的建议

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

十、贯彻标准的要求和建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

本标准颁布和实施后，建议相关部门开展该标准的技术培训。

十一、其他应予说明的事项

无

内部讨论资料，严禁非授权使用