火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的测定
液相色谱-串联质谱法

编制说明

目录

1 工作简况 4
1.1 标准制定的任务来源 4
1.2 主要工作过程 4
1.3 标准起草单位和编制组成员 4
2 标准制定的必要性和预期效果 5
2.1 标准编制的必要性 5
2.2 标准编制的预期效果 6
3 标准制定的原则和依据 6
4 主要技术内容的论据 6
5 主要内容和主要试验 7
5.1 试验试剂与材料 7
5.2 仪器与设备 7
5.3 标准溶液的配制 7
5.3.1 标准储备液的配制 7
5.3.2 混合标准储备液的配制 8
5.3.3 外标混合标准中间液的配制 8
5.3.4 内标混合标准中间溶液的配制 8
5.3.5 标准工作曲线的配制 8
5.4 试验样品的处理 8
5.4.1 提取 8
5.4.2 净化 8
5.4.3 空白试验 8
5.5 仪器分析条件 9
5.5.1 液相色谱条件 9
5.5.2 质谱条件 9

5.6 结果与结论.....9
5.6.1 仪器条件选择.....9
5.6.2 提取溶剂的选择.....11
5.6.3 线性范围、基质效应以及定量限的考察.....12
5.6.4 方法准确度和精密度.....13
5.7 实际样品的测定.....15
5.8 实验室间验证结果.....15
6 采用国际标准的程度与水平的简要说明.....18
7 标准涉及的专利及相关知识产权说明.....18
8 重大意见分歧的处理经过和依据.....18
9 与现行法律法规和强制性标准的关系.....18

1 工作简况

1.1 标准制定的任务来源

为了调查调味品中食源性兴奋剂的含量以评估运动员食品的风险，北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）（原北京市理化分析测试中心，以下简称“分析测试所”）自立改革与发展课题《调味品中食源性兴奋剂定量及确证方法研究》（课题编号：2021ZL0115），执行期为2021年3月-2022年2月。

1.2 主要工作过程

2023 年 2 月立项申请书提交至北京预防医学会；3 月 27 日，参加了北京预防医学会团体标准立项论证会，学术委员会专家听取了立项报告，审阅了相关申报材料，经质询和讨论，学术委员会建议将立项标准名称改为“火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的测定液相色谱-串联质谱法”，并一致同意通过了该课题的立项评审。本项目按照以下技术路线开展工作，见图 1。

2021年3月到2022年3月，课题组经过大量的实验研究，完成了“液相色谱质谱法调味品中去甲乌药碱和曲托喹酚”的方法开发，2022年2月，北京市疾病预防控制中心对该方法进行了验证，并于当月收回了验证报告，在此基础上进行了数据的汇总和分析整理工作，完成了项目技术报告，制定了方法的操作规程。分析测试所于2022年3月对该项目进行的验收，专家对操作规程提出建议，最终形成团体标准草案。2023年3月立项论证会结束后，项目组成员又对火锅底料基质进行细化，于2023年7-9月邀请2家单位对不同火锅底料基质进行方法验证，进一步完善了标准文本和团标草案。

1.3 标准起草单位和编制组成员

本团体标准由分析测试所项目研究团队起草，起草人王建凤（高级工程师），冯月超（副研究员）、刘艳（研究员），编制组成员还包括北京市疾病预防控制中心的郭巧珍（副研究员）、姚凯（助理研究员）、张晶（研究员），北京市延庆区疾病预防控制中心林强（副研究员）。

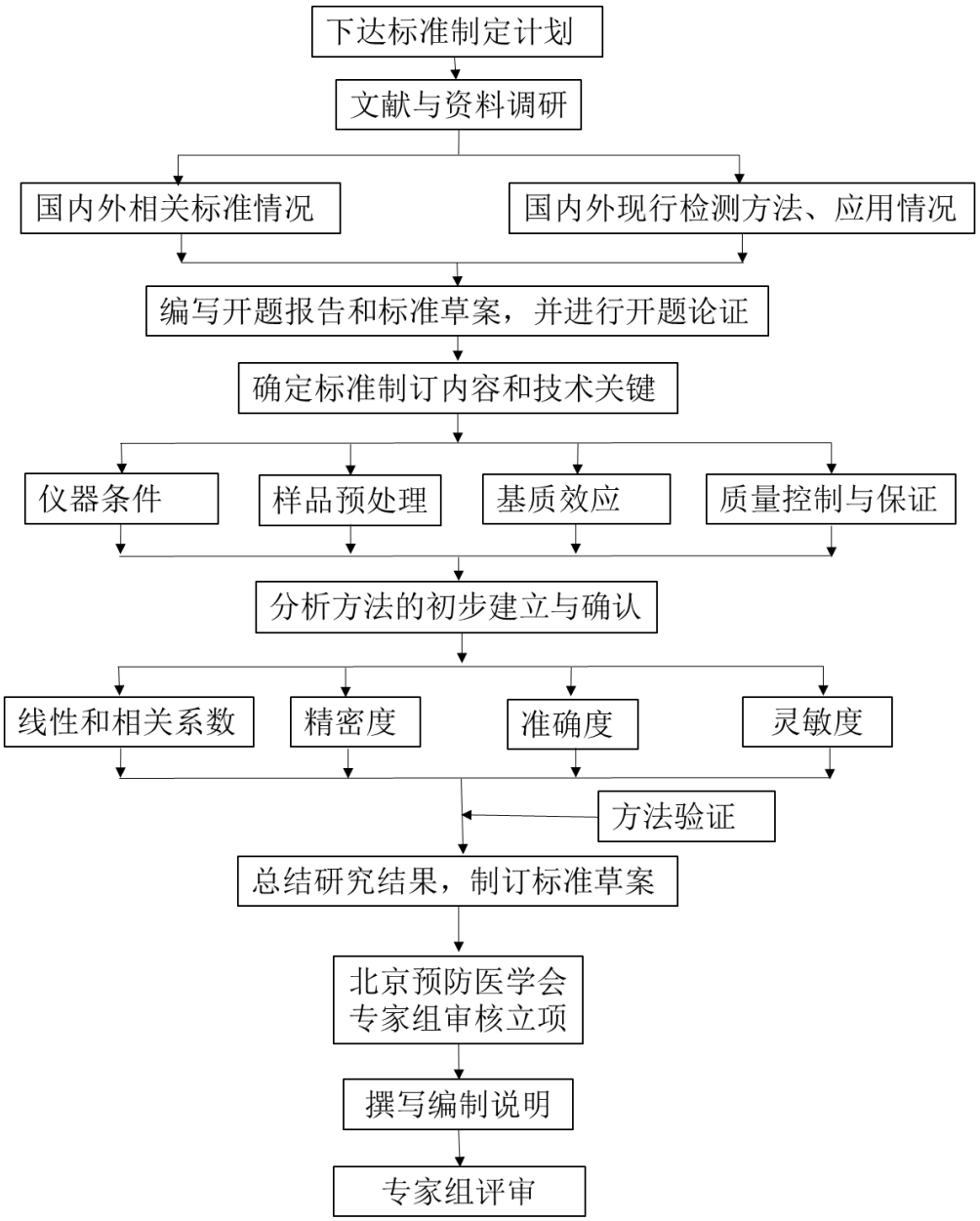

图 1 技术路线图

2 标准制定的必要性和预期效果

2.1 标准编制的必要性

兴奋剂的使用在现在体育赛事中时有发生，严重困扰和阻碍着竞技体育的健康发展。常有报道运动员被动摄入食源性兴奋剂，导致其兴奋剂检测呈阳性，被迫中断运动生涯，因此检测并杜绝食源性兴奋剂不仅是运动员日常管理服务的重要内容，更是大型体育赛事活动食品安全保障的重要任务。

曲托喹酚具有罂粟碱样解痉作用，作用与沙丁胺醇相似；去甲乌药碱（HG）属于苄基异喹啉类生物碱，是一种天然的生物碱，能够刺激β受体，常被用作强心剂、利尿剂等，广泛存在于花椒、胡椒、桂皮、八角等天然植物中，而这些植物是日常使用调味品的组成成分，因此可能导致运动员误食这些植物而出现兴奋剂事件。在《2017年禁用清单国际标准》和《2019年禁用清单国际标准》中，世界反兴奋剂机构（WADA）分别将去甲乌药碱和曲托喹酚明确列为新增禁用物质。上述2种物质均被国家体育总局办公厅列入《2020年兴奋剂目录》中，目前火锅底料中甲乌药碱和曲托喹酚的测定尚无标准方法。

2.2 标准编制的预期效果

结合 WADA 的《禁用清单国际标准》，以及国内相关法规，以曲托喹酚和去甲乌药碱为研究对象，结合 QuEChERS 样品前处理技术，完成了《火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的测定液相色谱-串联质谱法》团体标准草案征集，所开发的方法具有灵敏度高、分析速度快、稳定性好和通用性强的特点，适合于火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的分析。该标准方法的建立能够为火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的残留现状调研提供方法支撑，同时为大型体育赛事运动员的食品安全提供数据参考，弥补现有国标的不足。

3 标准制定的原则和依据

在实施过程中，本项目组按照《实验室质量控制规范食品理化检测》（GB/T 27404-2008）对方法学进行了考察，并选择食品检测机构对该方法进行了验证。兼顾国内监测分析实际情况，确保本标准的先进性、可操作性和实用性。

（1）先进性：其准确度、精密度和灵敏度达到国外同类方法的同等水平。

（2）可操作性：符合我国目前检测仪器设备和试剂、材料的供应条件。

（3）实用性：符合检测从业人员的技术水平，能被国内分析实验室所使用并达到所规定的要求。

4 主要技术内容的论据

无

5 主要内容和主要试验

5.1 试验试剂与材料

除另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

甲醇、乙醇、乙腈(色谱纯)；甲酸(色谱纯)；石墨化碳黑(Graphitizedcarbon black, GCB, 120~400 μm)、十八烷基键合硅胶(octadecylsilane chemically bonded silica, C18, 40~60 μm)、EMR(1g, 6cc, 美国 Waters 公司)；甲酸铵、乙酸铵(色谱纯)；实验室用水为 Milli-Q 超纯水制备系统制备。针筒式滤膜（有机系，0.22 μm）；FaVEx-NM50 兽药残留快速柱。

标准品：去甲乌药碱(纯度 99.2%, CAS: 5843-65-2, 上海安谱实验科技股份有限公司); 曲托喹酚盐酸盐(纯度 99.07%, CAS: 18559-59-6, 加拿大 Toronto research chemicals 公司); 去甲乌药碱-D_4(纯度 99.1%, 100μg/mL, CAS: 2249814-83-1)、曲托喹酚盐酸盐-D_9(纯度 99.6%, 100μg/mL, CAS: 18559-63-2)(天津阿尔塔科技有限公司);

5.2 仪器与设备

Xevo TQ-S 超高效液相色谱仪串联三重四极杆质谱仪(美国 Waters 公司); GR22G Ⅲ高速冷冻离心机(日本 HITACHI 公司); N-EVAP™ 112 恒温水浴氮吹仪配备 OA-SYS™ 水浴加热装置 (美国 Organomation 公司); MS200 多管涡旋混匀仪(杭州瑞诚仪器有限公司); 多管涡旋混匀仪 MS200(杭州瑞诚仪器有限公司)；Vortex-genie 2 涡旋混合器(美国 Scientific Industries 公司); KQ-500DE 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)；纯水仪 Milli-Q Integral 5(德国默克公司)。色谱柱 Acquity UPLC BEHC18(100mm×2.1 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); 色谱柱 Acquity UPLC HSS T3(100mm×2.1 mm, 1.8 μm)(美国 Waters 公司); 色谱柱 Acquity UPLC BEHHILIC (100mm×2.1 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); 色谱柱 AcquityUPLC BEH Amide(100mm×3.0 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司)。

5.3 标准溶液的配制

5.3.1 标准储备液的配制

分别准确称取按其纯度折算为 100%的去甲乌药碱、曲托喹酚盐酸盐标准物质 10 mg，用甲醇溶解并定容于 10 mL 容量瓶，得到 1000 mg/L 标准储备液，-20℃避光保

存。

5.3.2 混合标准储备液的配制

分别准确移取去甲乌药碱、曲托喹酚盐酸盐标准储备液各 100 μL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，配制成 10 μg/mL 的混合标准储备溶液。

准确移取去甲乌药碱-D_4和曲托喹酚盐酸盐-D_9标准溶液各 100 μL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，得到 10 mg/L 混合内标标准储备溶液。

5.3.3 外标混合标准中间液的配制

混合标准中间溶液（100ng/mL）：分别准确移取两种标准储备液各 100 μL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，配制成 100 ng/mL 的混合标准储备溶液。

混合标准中间溶液（10ng/mL）：分别准确移取两种标准储备液各 1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，配制成 10ng/mL 的混合标准储备溶液。

5.3.4 内标混合标准中间溶液的配制

混合内标中间溶液（1 mg/L）：准确移取 10 mg/L 混合内标标准储备溶液 1.0mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，得到 1 mg/L 混合内标工作溶液。

混合内标中间溶液（100ng/mL）：准确移取 10 mg/L 混合内标标准储备溶液 100 μL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，得到 100ng/mL 混合内标工作溶液。

5.3.5 标准工作曲线的配制

移取一定量外标混合标准中间液用甲醇+10mmol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)（1+1）逐级稀释，并向其中添加等量的内标中间溶液。

5.4 试验样品的处理

5.4.1 提取

称取试样 2g(精确到 0.01g)于 50 mL 的具塞螺旋盖聚丙烯离心管中，准确加入 100μL1 mg/L 混合内标工作溶液，加入 20 mL 含 5%甲酸的乙醇溶液，涡旋混匀，振荡提取 3 0min，8000 r/min 离心 5 min。

5.4.2 净化

移取上清液 2.0 mL 于另一事先装入 65 mg GCB、65 mg C_{18}和 65 mg EMR 的 10mL 螺盖离心管中，2500 r/min 振荡混匀 10 min，8000 r/min 离心 5 min，移取 1.0 mL 上清液，氮气吹至近干，用 1.0 mL 甲醇+10mmol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)（1+1）定容，涡旋 30s，用 0.22 μm 微孔滤膜过滤，待上机测定。

5.4.3 空白试验

不称取试样，按上述步骤做空白实验。

5.5 仪器分析条件

5.5.1 液相色谱条件

色谱条件：ACQUITY UPLC HSS T3 色谱柱(100mm×2.1 mm, 1.8 μm); 流动相: 甲醇(A), 10mmol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)(B), 流速: 0.3 mL/min; 进样量: 5 μL; 柱温: 30 ℃, 梯度洗脱程序: 0~1.5min, 3% A; 1.5~5.5min, 3%~95% A; 5.5~5.6min, 95%~3% A; 5.6~7.5min, 3% A。

5.5.2 质谱条件

电离源：电喷雾正离子模式（ESI+）；检测方式：多重反应监测（MRM）；毛细管电压：3.0 kV；离子源温度：150℃；脱溶剂气流速度：800 L/h；脱溶剂气温度：500 ℃；锥孔反吹气流速：50 L/h。其它主要参数等见表 1。

表 1 去甲乌药碱和曲托喹酚的 MRM 参数

被测物	定量离子对(*m/z*)	CV/CE	定性离子对(*m/z*)	CV/CE
去甲乌药碱	272.4>107.2	40/20	272.4>161.2	40/18
去甲乌药碱-D_4	276.5>108.3	40/20	276.5>164.3	40/18
曲托喹酚	346.5>164.2	6/14	346.5>149.1	6/5
曲托喹酚-D_9	355.6>164.1	12/16	355.6>137.1	12/46

注:锥孔电压(cone voltage, CV), V;碰撞能量(collision energy, CE), eV。

5.6 结果与结论

5.6.1 仪器条件选择

5.6.1.1 质谱条件优化

采用流动注射泵连续进样，对 2 种目标化合物的质谱条件进行优化调谐。采用电喷雾离子源，2 种目标物在正离子模式下有较好的响应。所有被测物均选定$[M+H]^+$为母离子，进一步进行二级质谱扫描，寻找子离子碎片。选择响应较高的 2 个子离子分别作为定性和定量离子，并优化其相应的碰撞能量，建立质谱方法。

5.6.1.2 色谱条件优化

色谱柱的选择：由于兴奋剂种类较多, 选择一种通用的色谱柱对于将来建立高通量兴奋剂检测技术尤为重要, 本研究考察了 C_{18}(100mm×2.1 mm, 1.7 μm)、HSS T3(100mm×2.1 mm, 1.8 μm)、HILIC (100mm×2.1 mm, 1.7 μm)和 Amide(100mm×3.0 mm, 1.7 μm)4 种不同极性的超高效液相色谱柱对 2 种物质的保留行为。

采用 C_{18} 色谱柱分离时，去甲乌药碱和曲托喹酚峰形对称性和分离效果好; 当采用极性较强的 HILIC 色谱柱分离时, 两种物质分离度差, 峰形严重拖尾；采用 Amide 色谱柱分离时，曲托喹酚和去甲乌药碱的色谱峰出现峰展宽现象，且当运用于实际样品的测定时，物质的色谱峰保留时间会出现前移，怀疑可能由于样品中存在部分净化不完全的极性小分子，在通过色谱柱时与本身具有极性的 Amide 填料发生相互作用，短时间范围内遮挡了填料表面的活性位点，从而减小待测物与填料的接触面积，降低色谱保留行为，进而导致出峰时间提前；而考察 HSS T3 柱时，两种物质的色谱峰峰形对称性好、分离度好，与 C_{18} 色谱柱比较，该色谱柱对于曲托喹酚和去甲乌药碱的响应较强，同时对于强极性的化合物也有一定的保留效果。因此，为了与高通量兴奋剂的分析方法兼容，本研究选择了 HSS T3(100mm×2.1 mm, 1.8 μm)作为最佳色谱柱。

流动相的选择：对不同体系的流动相进行优化，结果见图 3。当甲醇和乙腈分别作为流动相的有机相时，曲托喹酚和去甲乌药碱的峰形对称性较好，但在甲醇中两种物质的响应明显增强；缓冲盐体系作为流动相时，可以改善物质的峰形，而加入酸则可以增强化合物的电离，通过比较甲醇-水溶液体系、甲醇-水(含 0.1%甲酸)体系和甲醇-10mmol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)体系，结果发现，甲醇-10mmol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)体系下 2 种物质的响应最高，峰形最好，在此基础上优化洗脱条件，得到 2 种物质的最佳色谱图，其 MRM 色谱图见附录。

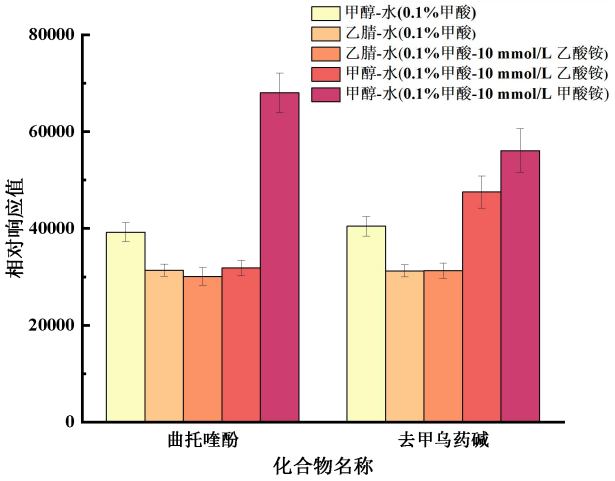

图 2 不同流动相体系对曲托喹酚和去甲乌药碱响应的影响(n=3)。

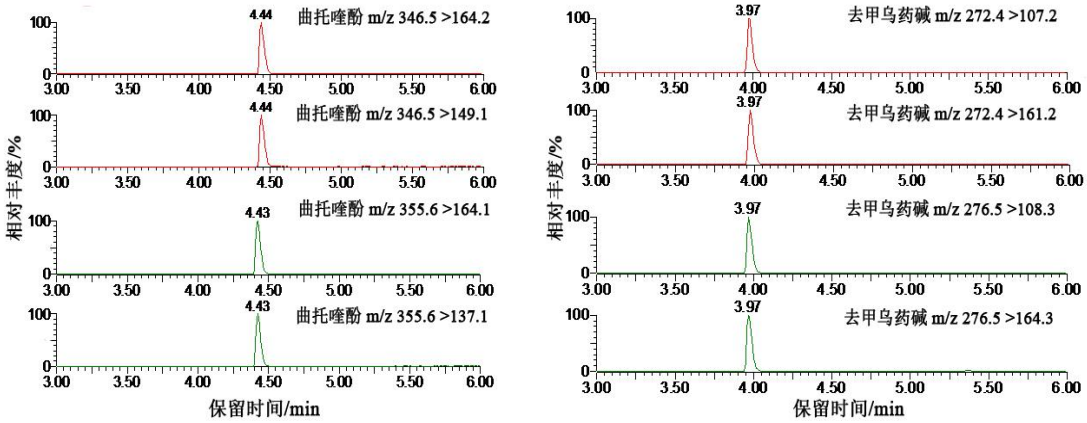

图 3 去甲乌药碱和曲托喹酚以及内标的 MRM 选择离子流色谱图

5.6.2 提取溶剂的选择

待测物的结构式中均含有酚羟基，酸性条件可以抑制酚羟基的电离，使化合物呈现分子状态，更容易被有机物提取出来。项目组前期分别采用 0.5%甲酸-甲醇(FM)、0.5%甲酸-乙醇(FE)、0.5%乙酸-甲醇(HM)、0.5%乙酸-乙腈(HA)、0.5%乙酸-乙醇(HE)5 种不同提取溶剂对辣椒中去甲乌药碱和曲托喹酚进行提取，结果如图 3 所示，5 种提取液均能将待测物质提取出来，FE 提取溶剂中，曲托喹酚和去甲乌药碱的提取效率最高，同时《SN/T 5171-2019 出口植物源性食品中去甲乌药碱的测定液相色谱-质谱/质谱法》中也采用了 FE 的提取液，因此，本标准方法中选择 FE 为提取溶液。

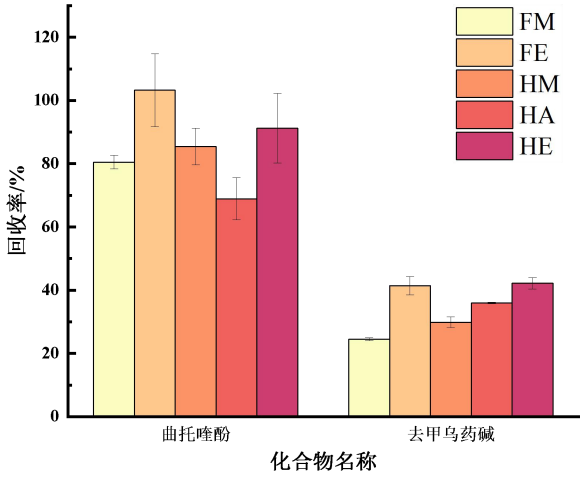

图 3 提取溶剂对曲托喹酚和去甲乌药碱回收率的影响(n=3)

5.6.3 线性范围、基质效应以及定量限的考察

分别用甲醇+10mmol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)（1+1）和基质空白液对标准溶液逐级稀释，配置成标准系列工作液。注入质谱仪后记录峰面积值，以被测物定量离子对的峰面积与内标定量离子对峰面积比为纵坐标（y），以被测物的浓度（x，ng/mL）为横坐标绘制标准工作曲线。在试验线性浓度 0.1~10 ng/mL 范围内，去甲乌药碱和曲托喹酚线性关系良好，线性相关系数（R^2）均大于 0.99。

参照《SN/T 5171-2019 出口植物源性食品中去甲乌药碱的测定 液相色谱-质谱/质谱法》以及研究团队前期研究成果，在此基础上考察基质效应，本研究依据火锅底料的分类，分别考察清汤、清油、牛油三种不同基质对目标分析的影响。采用基质标准曲线斜率与溶剂标准曲线斜率的比值考察了目标物在火锅底料基质中的信号增强或抑制的程度 (signal suppression/enhancement, SSE)。SSE 值 70%~120%之间表明基质效应影响不大，当其高于 120%时显示基质增强效应，当其低于 70%时显示基质抑制效应，实验结果见表 2。

表 2 三种火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的基质效应

基质	待测物	溶剂标准曲线	基质标准曲线	基质效应（%）
清汤	曲托喹酚	y=1.7542x-0.0692	y=1.8224x-0.0659	104
	去甲乌药碱	y=1.9961x-0.0532	y=2.0757x+0.0283	103
清油	曲托喹酚	y=1.6565x-0.0337	y=1.5579x-0.0543	94.0

牛油	去甲乌药碱	y=1.7759x-0.0140	y=1.9334x+0.0050	109
	曲托喹酚	y=1.6565x-0.0337	y=1.7393x-0.1038	105
	去甲乌药碱	y=1.7759x-0.0140	y=1.5806x-0.0673	89.0

结果表明，去甲乌药碱和曲托喹酚受基质影响不大，SSE 均分布在 89.0%~109%。因此本研究采用溶剂标准曲线法。

制备不同浓度的添加样品，以能够准确定量的最小浓度作为定量限，采用本方法测定后，去甲乌药碱和曲托喹酚的定量限均为 1.0 μg/kg。

5.6.4 方法准确度和精密度

方法准确度由回收率来评价，在进行添加回收实验中，加标量过大或过小均会对回收率的结果产生较大的影响，参照 GB/T 27404-2008，对回收率试验的添加水平规定，对于禁用物质，回收率应在方法定量限、两倍方法定量限和十倍方法定量限进行三水平试验，本项目中被测物为禁用物质，因此本试验的添加水平按照上述三个加标水平进行。分别向清汤、清油、牛油样品中加入被测物质的混合标准溶液，使其含量分别为 1.0 μg/kg、2.0μg/kg、10 μg/kg，按照本实验方法测定（$n = 6$），计算测定结果的回收率和精密度，见表 5 至表 7。所有被测物在线性范围内的加标回收率的结果范围是 86.2~117%，精密度范围是 1.9~11.6%。

表 5 清汤火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的回收率、精密度结果（n=6）

曲托喹酚					去甲乌药碱				
添加量（μg/kg）	测得值（μg/kg）	平均值（μg/kg）	平均回收率（%）	RSD (%)	添加量（μg/kg）	测得值（μg/kg）	平均值（μg/kg）	平均回收率（%）	RSD (%)
1.0	1.14	1.16	116	2.0	1.0	1.10	1.06	106	7.2
	1.19					0.96			
	1.16					1.13			
	1.12					1.11			
	1.16					1.08			
	1.16					0.96			
2.0	2.11	2.02	101	4.2	2.0	2.03	2.04	102	8.1
	2.10					2.04			
	1.93					1.93			
	1.91					2.33			

	2.04					1.84			
	2.02					2.08			
10	10.34	10.07	101	11.6	10	10.27	10.04	100	10.9
	10.40					10.68			
	8.46					8.59			
	8.94					8.74			
	11.65					11.00			
	10.61					10.96			

表6清油火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的回收率、精密度结果（n=6）

曲托喹酚					去甲乌药碱				
添加量（μg/kg）	测得值（μg/kg）	平均值（μg/kg）	平均回收率（%）	RSD (%)	添加量（μg/kg）	测得值（μg/kg）	平均值（μg/kg）	平均回收率（%）	RSD (%)
1.0	1.19	1.17	117	1.9	1.0	1.15	1.13	113	3.8
	1.13					1.07			
	1.19					1.18			
	1.17					1.10			
	1.16					1.11			
	1.17					1.17			
2.0	2.23	2.19	110	2.0	2.0	2.00	2.00	99.8	3.5
	2.16					1.89			
	2.19					1.99			
	2.16					2.11			
	2.16					1.98			
	2.26					2.00			
10	10.35	10.56	106	7.1	10	9.11	9.59	96.0	6.7
	10.57					9.66			
	11.40					10.68			
	11.47					9.92			
	9.70					9.16			
	9.84					8.98			

表 7 牛油火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的回收率、精密度结果（n=6）

曲托喹酚					去甲乌药碱				
添加量	测得值	平均值	平均回	RSD	添加量	测得值	平均值	平均回	RSD

（μg/kg）	（μg/kg）	（μg/kg）	收率（%）	(%)	（μg/kg）	（μg/kg）	（μg/kg）	收率（%）	(%)
1.0	1.19	1.11	111	4.4	1.0	1.12	1.04	104	4.4
	1.10					1.04			
	1.05					0.99			
	1.09					1.03			
	1.09					1.01			
	1.14					1.06			
2.0	1.82	1.74	87.1	4.8	2.0	1.82	1.72	86.2	6.8
	1.77					1.82			
	1.63					1.57			
	1.64					1.58			
	1.80					1.75			
	1.79					1.80			
10	9.34	9.10	91.0	3.7	10	8.92	8.82	88.2	5.6
	9.07					8.93			
	9.12					9.47			
	9.48					9.07			
	9.06					8.10			
	8.50					8.40			

5.7 实际样品的测定

采用本方法测定了市售的清汤、清油、牛油的火锅底料样品各 1 份，采用本方法检测了 2 种被测化合物，曲托喹酚均未检出，去甲乌药碱均有不同程度的检出，该结果表明所测的三个样品中均未有非法添加的曲托喹酚，而去甲乌药碱存在于花椒、胡椒等香辛料中，在火锅底料的制作过程中可能会有添加，因此有阳性检出。

5.8 实验室间验证结果

本课题邀请了 2 家与食品检测相关的机构对所建立的方法进行了实验室间方法验证，2 家参与验证的监测机构分别为北京市疾病预防控制中心和北京市延庆区疾病预防控制中心。

2 家验证单位均在规定的时间完成了验证报告，表 9-表 11 所列数据，是将分析

测试所的方法学结果与 2 家的验证报告数据进行了比对。在低、中、高三个浓度水平的加标回收率和精密度均符合《GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范食品理化检测》中附录 F 的要求，表明本方法在实验室间得到了重现，本方法可靠。进一步对重复性限 r 和再现性限 R 进行考察。

表 9 三家机构的清汤基质实验结果数据统计

被测物	加标水平 (μg/kg)	实验室	平均值（μg/kg）	S_i	$\sum Si^2$	S_r^2	重复性限 r	$\sum X^2$	$(\sum Xi)^2$	S_L^2	再现性限 R
曲托喹酚	1.0	A	1.15	0.01	0.0016	0.0005	0.06	3.98	11.93	-0.0001	0.06
		B	1.16	0.02							
		C	1.15	0.03							
	2.0	A	2.12	0.05	0.0190	0.0063	0.22	13.11	39.29	0.0009	0.24
		B	2.02	0.08							
		C	2.14	0.1							
	10	A	10.39	1.23	4.4600	1.4867	3.41	313.4	940.0	-0.2346	3.13
		B	10.07	1.17							
		C	10.2	1.26							
去甲乌药碱	1.0	A	1.05	0.06	0.0139	0.0046	0.19	3.49	10.47	0.0002	0.20
		B	1.06	0.08							
		C	1.13	0.07							
	2.0	A	2.08	0.11	0.0422	0.0141	0.33	13.18	39.52	-0.0002	0.33
		B	2.04	0.17							
		C	2.17	0.05							
	10	A	9.71	1.66	6.6760	2.2253	4.18	290.7	871.9	-0.3557	3.83
		B	10.04	1.10							
		C	9.78	1.65							

表 10 三家机构的清油基质实验结果数据统计

被测物	加标水平 (μg/kg)	实验室	平均值（μg/kg）	S_i	$\sum Si^2$	S_r^2	重复性限 r	$\sum X^2$	$(\sum Xi)^2$	S_L^2	再现性限 R
曲托喹酚	1.0	A	1.17	0.02	0.0015	0.0005	0.06	4.06	12.17	0	0.06
		B	1.17	0.02							

		C	1.15	0.03							
	2.0	A	2.25	0.09	0.0122	0.0041	0.18	14.97	44.91	-0.0001	0.18
		B	2.19	0.04							
		C	2.26	0.05							
	10	A	11.08	0.75	1.4977	0.4992	1.98	350.67	1051.6	-0.0487	1.88
		B	10.56	0.75							
		C	10.79	0.6							
去甲乌药碱	1.0	A	0.67	0.04	0.0078	0.0026	0.14	2.9	8.32	0.031	0.51
		B	1.13	0.04							
		C	1.08	0.06							
	2.0	A	1.4	0.08	0.0166	0.0055	0.21	9.8	28.73	0.0543	0.68
		B	2	0.07							
		C	1.96	0.08							
	10	A	7.6	0.49	1.2148	0.4049	1.78	232.5	691.08	0.4685	2.62
		B	9.59	0.65							
		C	9.1	0.75							

表 11 三家机构的牛油基质实验结果数据统计

被测物	加标水平 (μg/kg)	实验室	平均值	S_i	$\sum Si^2$	S_r^2	重复性限 r	$\sum X^2$	$(\sum Xi)^2$	S_L^2	再现性限 R
曲托喹酚	1.0	A	1.02	0.03	0.0047	0.0016	0.11	3.53	10.57	0.0014	0.15
		B	1.11	0.05							
		C	1.12	0.04							
	2.0	A	1.67	0.12	0.0328	0.0109	0.29	9.05	27.13	0	0.29
		B	1.74	0.08							
		C	1.79	0.10							
	10	A	9.65	0.49	0.6527	0.2176	1.31	272.14	815.58	0.0344	1.41
		B	9.10	0.34							
		C	9.81	0.54							
去甲乌药碱	1.0	A	0.66	0.04	0.0073	0.0024	0.14	2.31	6.73	0.0179	0.40
		B	1.04	0.05							
		C	0.89	0.06							
	2.0	A	1.32	0.04	0.0355	0.0118	0.30	7.04	20.88	0.0184	0.49
		B	1.72	0.12							

		C	1.53	0.14							
	10	A	7.16	0.34	0.6032	0.2011	1.26	190.99	568.82	0.3110	2.00
		B	8.82	0.49							
		C	7.88	0.50							

6 采用国际标准的程度与水平的简要说明

无。

7 标准涉及的专利及相关知识产权说明

无。

8 重大意见分歧的处理经过和依据

无。

9 与现行法律法规和强制性标准的关系

去甲乌药碱和曲托喹酚均被国家体育总局办公厅列入《2020 年兴奋剂目录》中，目前对于火锅底料中去甲乌药碱和曲托喹酚的限量尚未确定，本标准方法较为灵敏，可以弥补目前尚无标准方法的不足。