中华人民共和国农业行业标准

《饲料中吉他霉素的测定》

编制说明

（公开征求意见稿）

目 录

一、工作简况 4
1.1 任务来源 4
1.2 制定背景 4
1.3 工作过程 5
1.4 主要起草人及所做的工作 7
二、标准编制原则、主要内容及其确定依据 7
2.1 标准编制原则 7
2.2 主要内容及其确定依据 7
2.2.1 测定组分的确定 7
2.2.2 样品前处理方法的确定 8
2.2.2.1 样品提取条件的确定 8
2.2.2.2 样品净化条件的确定 11
2.2.2.2.1 液相色谱串联质谱法净化条件确定 11
2.2.2.2.2 液相色谱法净化条件确定 13
2.2.3 液相色谱法中液相色谱条件的确定 14
2.2.4 液相色谱串联质谱法仪器条件的确定 17
2.2.4.1 质谱条件的优化 17
2.2.4.2 色谱条件的优化 20
2.2.5 定量方法的确定 22
2.2.6 标准溶液稳定性试验 23
三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期经济效果 24
3.1 试验验证的分析 24
3.1.1 液相色谱法（高效液相色谱法） 24
3.1.1.1 线性实验 24
3.1.1.3 方法的回收率和重现性 25
3.1.1.3.1 空白样品的筛选和定义 25
3.1.1.3.2 添加回收率实验结果 25
3.1.2 液相色谱串联质谱法 51

3.1.2.1 线性实验 51
3.1.2.2 检测限和定量限的确定 52
3.1.2.3 方法的回收率和重现性 55
3.1.2.3.1 空白样品的筛选和定义 55
3.1.2.3.2 基质效应 55
3.2.3.3 添加回收率实验结果 55
3.2 综述报告 79
3.3 技术经济论证 81
3.4 预期经济效果 81
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况 81
五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准 81
六、与有关法律、法规的关系 81
七、重大分歧意见的处理经过和依据 82
八、涉及专利的有关说明 82
九、贯彻国家标准的要求和措施建议 82
十、其他应予说明的事项 82
附图 83

《饲料中吉他霉素的测定》编制说明

（公开征求意见稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

本标准制定任务来源于农业农村部农产品质量安全监管司，购买服务合同事项名称“《饲料中吉他霉素的测定 高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法》等 2 项农业行业标准制修订”，合同签订时间 2020 年 8 月 12 日，编号：14202179。本标准有 2 个方法，标准名称保留主体元素，无需补充元素，符合饲料行业的标准，为了标准的一致性和协调性，根据标准预审会专家意见修改为《饲料中吉他霉素的测定》。

制标单位（宁波市农产品质量检测中心、浙江正明检测有限公司）在参考国内外有关吉他霉素及目前饲料中药物分析方法趋势的基础上结合前期研究基础以及在我国生产中的实际情况起草本标准。

1.2 制定背景

饲料是人类的间接食品，饲料质量的好坏以及是否安全，直接影响畜禽的正常发育、健康成长，生态环境的可持续发展和人类健康。当前饲料安全及畜产品安全问题已经引起全社会的关注。而饲料中违规以及超剂量添加药物是饲料安全的隐患之一，因此有必要建立饲料中相关药物分析方法标准为饲料安全保驾护航。

吉他霉素 (kitasamycin)，又称柱晶白霉素（leucomycin）发现于 1953 年，是由北里链霉菌（*Streptomyces Kitasatoensis*）产生的多组分十六元环类抗生素，以 A 族组分为主，其中最主要的成分为 A1、A4、A5、A13。在动物生产中主要用于治疗猪、禽革兰氏阳性菌（包括耐青霉素金黄色葡萄球菌）、支原体及钩端螺旋体等感染，也用于治疗猪的弧菌性痢疾。原农业部 168 号公告中规定了吉他霉素预混剂质量标准与说明书范本，其中规定该预混剂用于猪、鸡促生长时每 1000 kg 配合饲料，猪添加 5-55 g，鸡 5-11g，用于防治疾病，猪 80-330g，鸡 100-330g，连用 5-7 天，同时有文献报道当饲料中添加吉他霉素 200 mg/kg 时，对调节猪肠胃菌群及增重方面有明显的效果。但使用该药物可能引起消化道不适，如恶心、腹泻，并可能有皮疹、瘙痒等不良反应。因此，我国国家标准 GB 31650-2019 规定了吉他霉素的最大残留限量，猪、家禽肌肉、肝、肾和可食下水中均为 200 μg/kg。同时由于抗生素滥用所导致的细菌耐药性、

耐药基因、生态环境污染，以及食品安全等问题，已经严重影响到畜牧行业健康发展，2019 年 7 月 9 日农业农村部第 194 号公告的正式发布，标志着包括吉他霉素在内的 12 种促生长药物饲料添加剂退出饲料产品之列，但畜禽治疗使用抗生素不受影响。因此在此背景下，为保障人类用药和食品安全，有必要建立饲料中吉他霉素的测定方法标准。

1.3 工作过程

本标准主要工作过程如下：

2020 年 05-08 月，标准编制工作小组检索了有关饲料和食品中吉他霉素检测方法的国内外文献，发现目前吉他霉素分析方法较少，分析对象主要集中在动物性食品，少量为饲料；根据当前饲料中药物分析的检测技术现状、饲料中吉他霉素使用浓度和液相色谱串联质谱法和液相色谱法的匹配，制定了该标准检测方法试验草案，拟订工作计划和工作进度。

2020 年 08 月 12 日，签订合同，购买服务合同事项名称“《饲料中吉他霉素的测定 高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法》等 2 项农业行业标准制修订”。

2020 年 09 月-2021 年 10 月，按照拟定的试验草案进行了饲料中吉他霉素的前处理方法和仪器方法的研究，并确定了最终的前处理条件和仪器条件。并进行了线性、检测限和定量限、添加回收率等相关试验以确定方法最终是否具有可操作性和科学性。

2021 年 11-2022 年 01 月，编制工作小组根据试验情况完成了该方法标准的征求意见稿和编制说明。征求意见稿的方法名称为《饲料中吉他霉素的测定 高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法》。

2022 年 02 月编制工作小组将形成的征求意见稿，以电子邮件或微信发送的方式发送到各单位专家进行了征求意见。

2022 年 06 月编制工作小组对征求到的意见共 24 份进行了整理，共 65 条意见，其中 46 条采纳，19 条不采纳。

2022 年 07-10 月，由上海市兽药饲料检测所、河南省兽药饲料监察所和农业农村部农产品及加工品质量安全监督检验测试中心（北京）三家单位对该标准进行了复核验证，验证结果良好。

2023 年 5 月 25 日，召开专家预审会，专家组就标准文本和编制说明进行了讨论，

并提出修改意见，标准通过预审。提出以下修改意见：（1）建议标准名称修改为“饲料中吉他霉素的测定”，并在编制说明中补充理由；（2）建议进一步考察方法检出限和定量限，分别以各组分的检出限和定量限在附录 A（规范性）中表述；（3）建议“液相色谱-串联质谱法”为仲裁法，并在编制说明中说明理由；（4）进一步核实精密度要求，并在编制说明中说明；（5）按照 GB/T 1.1－2020、GB/T 20001.4－2015 的要求规范标准文本。

审查意见处理情况：

意见 1：建议标准名称修改为“饲料中吉他霉素的测定”，并在编制说明中补充理由。

处理：本标准有 2 个方法，标准名称保留主体元素，无需补充元素，符合饲料行业的标准，为了标准的一致性和协调性，专家组建议标准名称修改为“饲料中吉他霉素的测定”。

意见 2：建议进一步考察方法检出限和定量限，分别以各组分的检出限和定量限在附录 A（规范性）中表述。

处理：已进一步考察方法检出限和定量限，将高效液相法吉他霉素 A1、吉他霉素 A4 和吉他霉素 A5 检出限修改为 0.5 mg/kg，定量限为 1 mg/kg，并在文本中已附录 A（规范性） 中表述。

意见 3：建议“液相色谱-串联质谱法”为仲裁法，并在编制说明中说明理由。

处理：在标准文本中第 4 章标题更改为“液相色谱-串联质谱法（仲裁法）”。由于标准文本中液相色谱-串联质谱法测定方法是国际公认的确定方法，定性能力强，灵敏度比高效液相色谱法更高。故液相色谱-串联质谱法为仲裁法是适宜的。

意见 4：进一步核实精密度要求，并在编制说明中说明。

处理：已进一步核实精密度要求，并在编制说明“3.2 综述报告”中，最终确定高效液相色谱法的精密度为在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 15%。

意见 5：按照 GB/T 1.1－2020、GB/T 20001.4－2015 的要求规范标准文本。

处理：已按照 GB/T 1.1－2020、GB/T 20001.4－2015 的要求规范标准文本。

2023 年 6 月-7 月，标准编制小组根据专家意见，对标准文本和编制说明进行了修改。再次发送专家审核后形成公开征求意见稿。

1.4 主要起草人及所做的工作

人员	职称	任务分工
吴银良	正高级工程师	项目负责人，方案设计，制定工作总体协调
徐 峰	工程师	试验方法研究，标准文本和编制说明编写
王全胜	工程师	方法学验证
付 岩	副研究员	试验方法研究
张 亮	工程师	试验方法的研究，试样测定
朱 勇	高级农艺师	样品收集和测定
马 艳	工程师	样品收集和测定
吴市学	工程师	样品测定
史西志	教授	方法学验证

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 标准编制原则

本标准的编写制定过程中以提高测试方法的选择性、准确度、精密度、检测限和分析效率为总原则，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：标准的结构和编写规则的要求》、GB/T 5009.1-2003 《食品卫生检验方法 理化部分 总则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》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。

2.2 主要内容及其确定依据

2.2.1 测定组分的确定

目前相关文献报道以及吉他霉素的残留检测标准（GB/T 20762-2006、GB/T 22941-2008 、GB/T 22946-2008 和 GB/T 22964-2008）等中对于吉他霉素的分析均只分析吉他霉素 A_5，然而兽药典中规定 A_1、A_4、A_5、A_{13} 均为吉他霉素主要成分，且吉他霉素原药中 A_5 仅占 44.6%-52.2%，A_1+A_4+A_5+A_{13} 占 75.4%-79.1%，根据目前单成分标准物质情况以及吉他霉素主要成分，本实验选择吉他霉素 A_1、A_4、A_5 和 A_{13} 作为被测组分进行饲料中吉他霉素含量的测定。吉他霉素 A_1、A_4、A_5 和 A_{13} 均购买自 TOKU-

E。

2.2.2 样品前处理方法的确定

2.2.2.1 样品提取条件的确定

吉他霉素易溶于甲醇、乙腈等有机溶剂，结合目前发表的文献提取所用溶剂情况本实验尝试乙腈、氨水乙腈、乙酸乙腈及甲醇对不同饲料（鸡配合饲料、鸡浓缩饲料及鸡复合预混合饲料）在不同浓度（250 mg/kg、25 mg/kg和1.0 mg/kg）添加下的回收率进行了研究。其中鸡配合饲料称样量5 g，提取溶液用量每次为20 mL；其余饲料称样量2 g，提取溶液用量每次为10 mL，均进行1次提取，振荡提取15 min，提取液进行液相色谱分析，同时进行空白样品试验，结果详见表1-4。

表 1 不同提取溶剂对吉他霉素 A_1 提取效率的影响

添加浓度	溶液种类	鸡配合饲料%	鸡浓缩饲料%	鸡复合预混合饲料%
1.0 mg/kg	乙腈	93.3	90.9	103.6
	甲醇	72.8	81.4	84.6
	0.5%甲酸乙腈	68.1	70.3	92.5
	0.5%氨水乙腈	32.8	49.2	78.4
25.0 mg/kg	乙腈	94.6	92.3	98.2
	甲醇	75.7	82.4	85.6
	0.5%甲酸乙腈	70.3	71.2	88.6
	0.5%氨水乙腈	40.9	50.3	78.9
250 mg/kg	乙腈	95.8	92.5	103.9
	甲醇	80.3	83.6	84.6
	0.5%甲酸乙腈	75.3	75.7	84.2
	0.5%氨水乙腈	46.2	54.1	84.5

表 2 不同提取溶剂对吉他霉素 A_4 提取效率的影响

添加浓度	溶液种类	鸡配合饲料%	鸡浓缩饲料%	鸡复合预混合饲料%
1.0 mg/kg	乙腈	91.8	90.2	102.0
	甲醇	82.1	80.8	86.2
	0.5%甲酸乙腈	71.0	70.7	96.3
	0.5%氨水乙腈	38.5	51.3	85.5
25.0 mg/kg	乙腈	90.9	91.4	99.4
	甲醇	80.3	82.6	85.9

	0.5%甲酸乙腈	70.3	71.6	98.5
	0.5%氨水乙腈	40.2	50.7	83.9
250 mg/kg	乙腈	92.4	93.7	105.4
	甲醇	85.3	84.6	85.9
	0.5%甲酸乙腈	75.9	75.3	94.2
	0.5%氨水乙腈	44.2	55.7	84.1

表 3 不同提取溶剂对吉他霉素 A_5 提取效率的影响

添加浓度	溶液种类	鸡配合饲料%	鸡浓缩饲料%	鸡复合预混合饲料%
1.0 mg/kg	乙腈	92.8	89.1	102.7
	甲醇	77.8	78.8	81.5
	0.5%甲酸乙腈	65.6	66.9	92.4
	0.5%氨水乙腈	34.2	44.1	85.8
25.0 mg/kg	乙腈	93.1	90.4	98.6
	甲醇	79.3	84.1	83.6
	0.5%甲酸乙腈	70.2	69.3	91.7
	0.5%氨水乙腈	44.1	48.9	86.1
250 mg/kg	乙腈	94.6	92.9	101.8
	甲醇	83.5	85.1	84.7
	0.5%甲酸乙腈	73.6	72.5	93.7
	0.5%氨水乙腈	48.2	52.8	87.3

表 4 不同提取溶剂对吉他霉素 A_{13} 提取效率的影响

添加浓度	溶液种类	鸡配合饲料%	鸡浓缩饲料%	鸡复合预混合饲料%
1.0 mg/kg	乙腈	93.3	93.9	96.8
	甲醇	79.3	88.3	77.3
	0.5%甲酸乙腈	68.7	72.7	87.6
	0.5%氨水乙腈	32.7	55.8	69.8
25.0 mg/kg	乙腈	92.6	95.7	98.1
	甲醇	81.5	90.2	80.4
	0.5%甲酸乙腈	71.2	71.6	88.7
	0.5%氨水乙腈	36.9	57.8	71.3
250 mg/kg	乙腈	93.9	96.2	102.5

	甲醇	85.2	93.2	84.8
	0.5%甲酸乙腈	74.7	76.2	91.6
	0.5%氨水乙腈	41.5	60.2	74.3

从表中数据可知，4种提取溶液提取效果比较，0.5%甲酸乙腈和0.5%氨水乙腈的提取效果相对较差，乙腈和甲醇提取效果相对较好；甲醇对鸡预混合饲料和鸡配合饲料不同添加浓度的提取效果在72.8%-86.2%范围内，而乙腈对鸡浓缩饲料，鸡复合预混合饲料和鸡配合饲料不同添加浓度的提取效果均高于89.1%。因此选择乙腈进行下一步优化实验。

进一步考察乙腈提取体积、提取次数以及提取方式对提取效果的影响。对不同饲料（鸡配合饲料、鸡浓缩饲料及鸡预混合饲料）在10 mg/kg浓度添加下的回收率进行了研究。尝试乙腈提取体积10 mL 1次振荡提取，10 mL 2次振荡提取，20 mL 1次振荡提取，10 mL 1次超声提取（鸡配合饲料提取体积为20 mL 1次振荡提取，20 mL 2次振荡提取，40 mL 1次振荡提取，20 mL 1次超声提取）。从表5中数据可知，3种振荡提取方式下，10 mL 1次，10 mL 2次和20 mL 1次回收率范围分别为91.4%～101.7%、93.1%～103.9%和92.5%～104.6%，差异不明显且均能满足分析要求。考虑到经济环保要求，选择10 mL 1次提取（配合饲料提取体积为20 mL 1次提取）进行实验。

表 5 不同提取体积和提取次数对吉他霉素的提取效果

饲料种类	目标化合物	不同提取方式的结果（%, *n*=3）		
		10 mL 1次（振荡）	10 mL 2次（振荡）	20 mL 1次（振荡）
鸡配合饲料	A_1	95.4	94.6	95.4
	A_4	92.5	93.1	94.6
	A_5	95.3	95.1	94.5
	A_{13}	94.2	95.5	96.3
鸡预混合饲料	A_1	101.5	103.9	104.6
	A_4	101.7	101.0	101.3
	A_5	100.4	102.4	101.9
	A_{13}	95.9	98.5	98.4
鸡浓缩饲料	A_1	92.3	95.2	95.0
	A_4	91.4	93.2	92.5
	A_5	91.7	94.3	95.7
	A_{13}	96.4	97.5	95.3

尝试乙腈提取体积10 mL 1次振荡提取和10 mL 1次超声提取（鸡配合饲料提取体积为20 mL 1次振荡提取和20 mL 1次超声提取）。从表6中数据可知，10 mL 1次振荡提取和超声提取相比，差异不明显，振荡提取应用更方便，更普遍。因此选择300 r/min振荡提取15min进行实验。

表 6 不同提取方式对吉他霉素的提取效果

饲料种类	目标化合物	不同提取方式的结果（%, *n*=3）	
		10 mL 1次（振荡）	10 mL 1次（超声）
鸡配合饲料	A_1	96.5	93.3
	A_4	94.1	91.2
	A_5	95.8	92.5
	A_{13}	95.1	94.1
鸡预混合饲料	A_1	96.8	90.5
	A_4	91.7	91.9
	A_5	98.5	95.6
	A_{13}	97.3	96.2
鸡浓缩饲料	A_1	94.9	91.4
	A_4	93.6	89.6
	A_5	92.9	89.2
	A_{13}	94.7	92.9

2.2.2.2 样品净化条件的确定

2.2.2.2.1 液相色谱串联质谱法净化条件确定

已有大环内酯类药物提取后净化方式主要有：QuEChERS和固相萃取净化方法，因此本实验也采用QuEChERS（PSA-C18吸附剂规格100 mg+100 mg、Z-Sep吸附剂）和固相萃取方法（Prime HLB、中性氧化铝和Agilent EMR小柱）进行了净化效果和回收的试验，其中Prime HLB柱规格为200 mg，6 mL，Al_2O_3-N柱规格1 g，6 mL，Agilent EMR柱规格300 mg，3 mL，Z-Sep吸附剂规格200 mg。加标提取液浓度均为0.1 mg/L。

具体净化方法如下：

Prime HLB小柱净化方法：吸取2.5 mL提取液，全部过柱，抽干后2 mL甲醇洗脱，收集全部洗脱液后定容至5 mL，混匀，吸取0.1 mL净化液和0.9 mL超纯水混合，过滤膜后进样分析。

中性氧化铝小柱（Al_2O_3-N）净化方法：取2.5 mL提取液过已经5 mL甲醇活化的中性氧化铝小柱，等提取液全部过柱后用2 mL甲醇洗脱，收集全部洗脱液后定容至5 mL，混匀，吸取0.1 mL净化液和0.9 mL超纯水混合，过滤膜后进样分析。

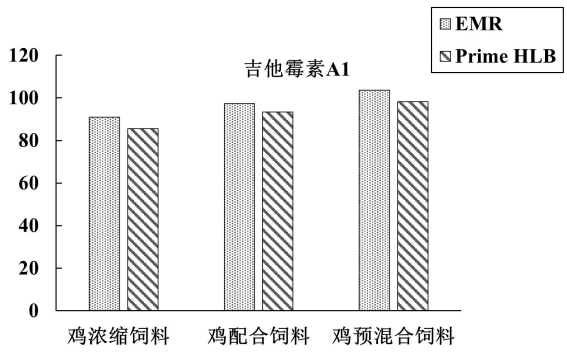
EMR柱净化方法：同Prime HLB小柱净化方法。

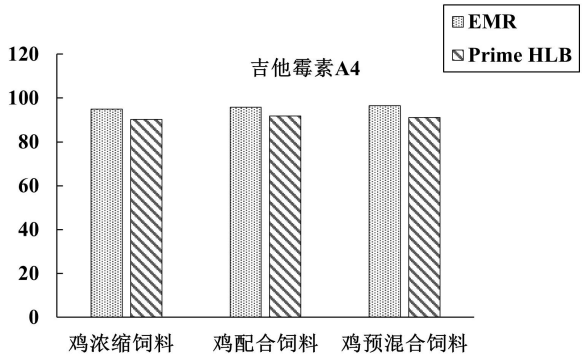
Z-Sep吸附剂净化方法：取2 mL提取液，与Z-Sep吸附剂涡旋混合，离心后吸取0.1 mL净化液和0.9 mL超纯水混合，过滤膜后进样分析。

PSA-C18吸附剂净化方法：同Z-Sep吸附剂净化方法。

EMR柱和Prime HLB均属于通过模式的净化柱，实验分别收集了两种净化柱流出液，进样分析流出液中均未检测到目标化合物，Z-Sep 和 PSA-C18吸附剂净化方式在不同饲料中得到的吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}回收率均低于50%，中性氧化铝小柱净化方式在洗脱液中只检测到吉他霉素A_4。结合上述结果分析，吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}在Z-Sep吸附剂，PSA-C18吸附剂和中性氧化铝小柱中均有部分吸附，不适合用来净化乙腈提取液中的吉他霉素。

进一步研究发现，甲醇可以将吸附在EMR和Prime HLB小柱上的吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}完全洗脱下来。当甲醇作为洗脱液，体积为2 mL时结果见图1，从图中可知，EMR和Prime HLB小柱过柱净化回收分别高于90%和82%。除了A_5在鸡配合饲料中Prime HLB小柱净化回收率稍高于EMR，吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}在鸡配合饲料、鸡浓缩饲料及鸡复合预混合饲料中EMR净化的回收率高于Prime HLB。





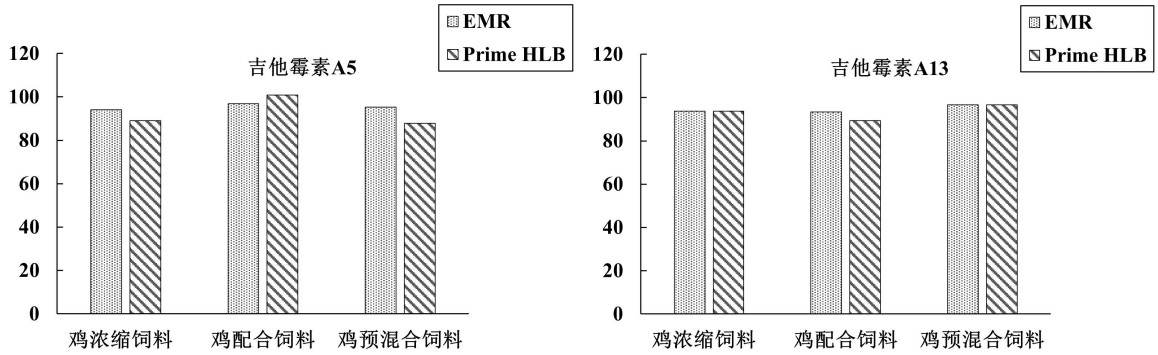


图1 鸡配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料不同净化方式的回收效果比较（EMR小柱净化方法和Prime HLB小柱净化方法）

使用重量法计算净化效果，比较净化前与净化后的杂质去除效率，从表7可知，EMR-保留模式比EMR-通过模式杂质去除效果好，稍高于Prime HLB-保留模式净化效率。总体而言，从净化效果和回收率情况看，EMR优于Prime HLB小柱。

表 7 不同净化方式的杂质去除效率

饲料种类	净化方式	净化效率%
鸡配合饲料	EMR-保留模式	68.5
	EMR-通过模式	34.2
	Prime HLB-保留模式	64.8
鸡浓缩饲料	EMR-保留模式	70.2
	EMR-通过模式	31.7
	Prime HLB-保留模式	65.1
鸡预混合饲料	EMR-保留模式	57.4
	EMR-通过模式	44.6
	Prime HLB-保留模式	54.3

进一步对洗脱液甲醇的溶液体积进行比较，比较了洗脱液甲醇的溶液体积1 mL，2 mL，3 mL和4 mL，洗脱液体积达到2 mL以上时，目标化合物的回收效率无明显差异，因此确定洗脱液甲醇体积为2 mL。

2.2.2.2.2 液相色谱法净化条件确定

由于高效液相色谱灵敏度低，稀释进样无法达到要求，因此考虑在使用EMR小柱情况下考虑浓缩，洗脱液氮气吹干后复溶后进样。对鸡配合饲料、鸡浓缩饲料和鸡预混合饲料的提取液进行加标净化回收，加标提取液浓度均为10 mg/L。

具体净化步骤如下：吸取5 mL提取液，全部过柱后3 mL甲醇洗脱，收集全部洗脱液后45℃下氮气吹干，用0.5 mL 60%甲醇溶液溶解残渣，混匀，过滤膜后进样分析，

回收率见表8。

表 8 液相色谱法 EMR 小柱净化回收率

饲料种类	目标化合物	回收率%
鸡配合饲料	A_1	95.6
	A_4	93.5
	A_5	92.4
	A_{13}	98.5
鸡浓缩饲料	A_1	98.4
	A_4	91.2
	A_5	93.6
	A_{13}	96.5
鸡预混合饲料	A_1	90.5
	A_4	92.4
	A_5	96.8
	A_{13}	94.7

2.2.3 液相色谱法中液相色谱条件的确定

采用高效液相色谱仪Waters2695，检测器为PDA，得到四种吉他霉素组分的光谱图见图2，最大吸收波长为232 nm（图2）。考虑到分析灵敏度主要不但与信号强弱有关，并与噪音的强弱也有关，因此比较了四种吉他霉素组分在232nm，238nm，245nm下的信噪比（图3），从图中可以看出238nm下信噪比最好，因此检测波长设定为238 nm。

试验选取Kromasil 100-5C_{18}（4.6×250 mm，5 μm）、Welch Ultimate XB-C_{18}(4.6×250 mm, 5 μm)、Agilent ZORABX SB-C_{18} (4.6×250 mm, 5 μm) 3种C_{18}色谱柱利用药典中的流动相比例乙腈：甲醇：100 mM乙酸铵（5:55:40，v/v，pH=4.5）进行分析，结果见图4，从图4可知吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}峰形及分离均较好。为使用方便，实验研究过程中利用Kromasil 100-5C_{18} (4.6×250 mm, 5 μm)对不同比例甲醇：100mM乙酸铵（70:30，60:40，50:50，pH=4.5）进行分析，进样体积为20 μL，结果详见图5，结果表明甲醇：100mM乙酸铵比例为70:30时，出峰太快，不能达到基线分离，比例为50:50时，出峰太慢，分析时间太长，且梯度条件下基线难以走平；同时不同的pH（4.5，5.0，5.5）进行分析表明（图6）当pH为5.0和5.5时，吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}均无法较好分离，因此最终本研究选择甲醇：100 mM乙酸铵（60:40，v/v，

pH=4.5）作为高效液相色谱法流动相进行分析。

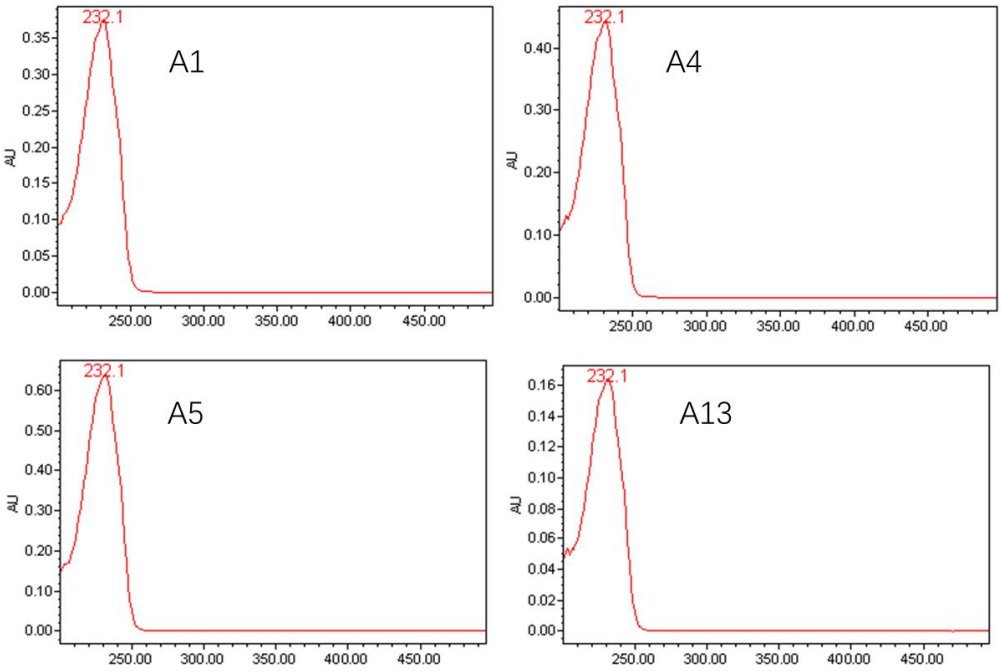


图 2 吉他霉素 A_1、A_4、A_5 和 A_{13} 波长 200-500 nm 的光谱图

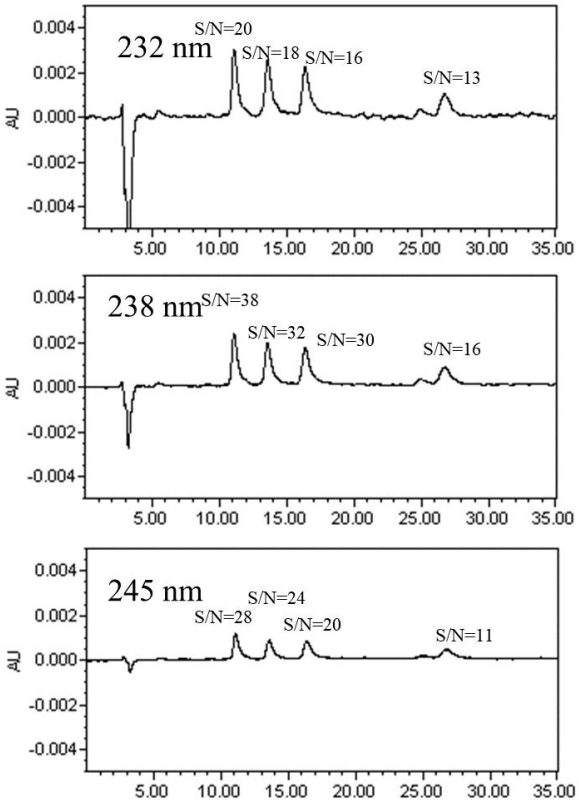


图 3 吉他霉素不同波长的光谱图（从上而下分别为 232nm，238nm，245nm）

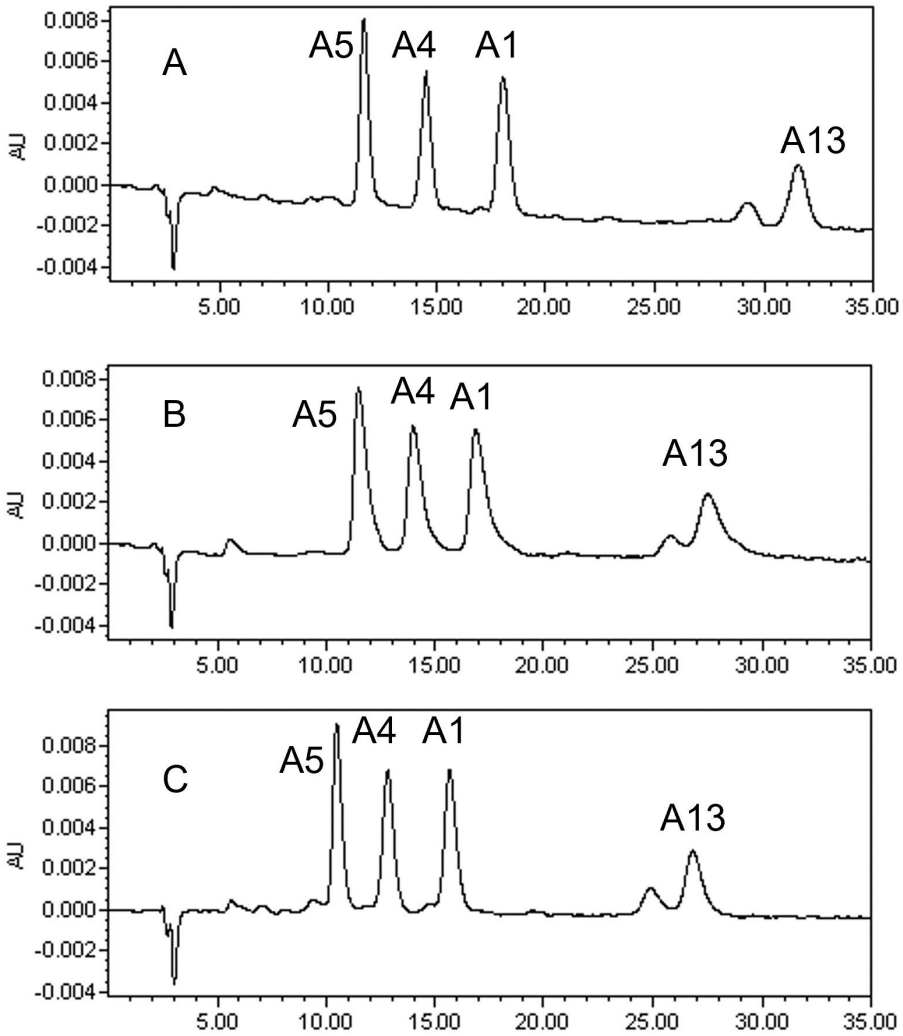


图 4 不同色谱柱分离的高效液相色谱图（A. Agilent ZORABX SB-C_{18}；B. Welch Ultimate XB-C18；C. Kromasil 100-5C18）

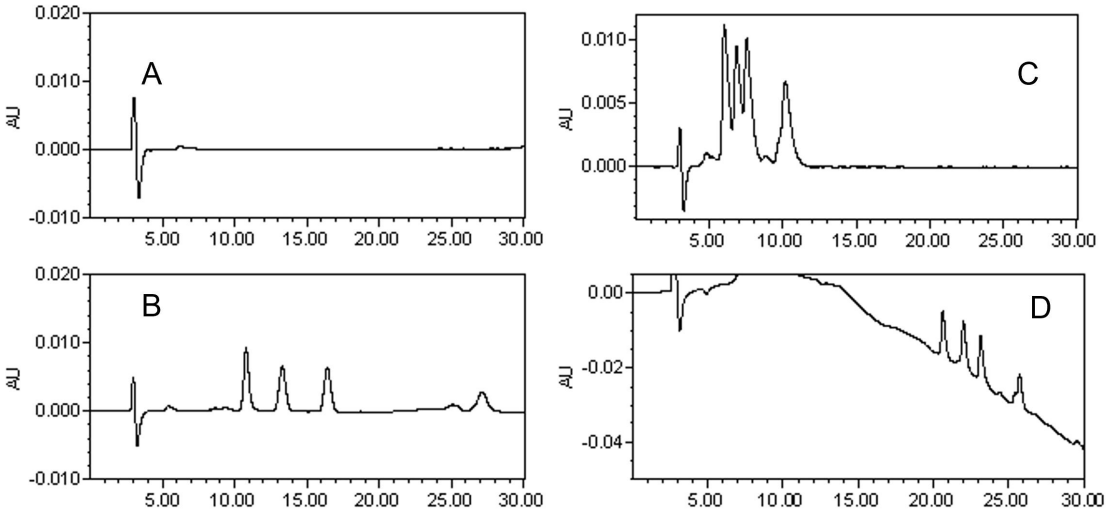


图 5 不同甲醇和 100 mM 乙酸铵比例分离的高效液相色谱图（A. 50:50；B. 60:40；C.70:30；D.梯度洗脱）

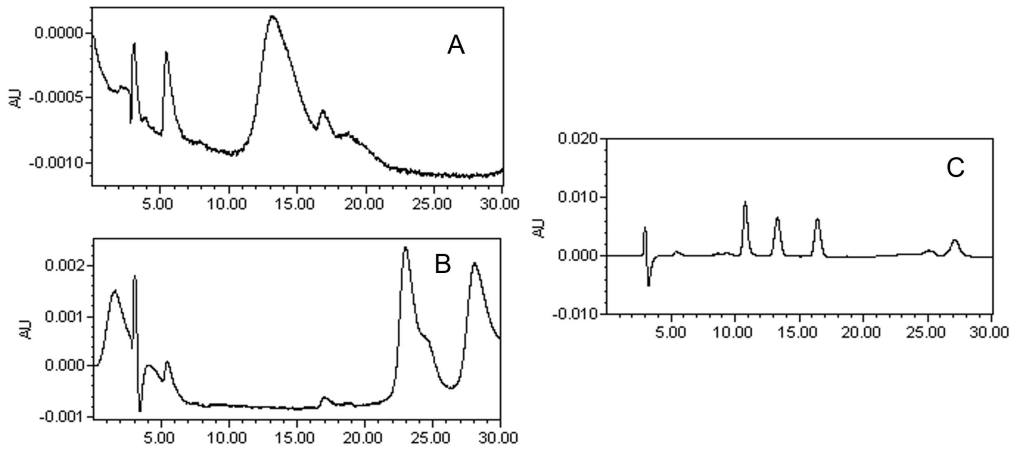


图 6 不同 pH 条件下分离的高效液相色谱图（A. 5.5；B. 5.0；C. 4.5）

此外，对该液相色谱分析条件的抗干扰情况进行了研究。选取了目前常用的7种大环内酯类药物红霉素A、泰乐菌素、替米考星、螺旋霉素、罗红霉素、克拉霉素、阿奇霉素以及37种其他药物（磺胺嘧啶、磺胺噻唑等21种磺胺类、氧氟沙星、恩诺沙星、诺氟沙星等16种沙星类）进行干扰试验。分别配制不含和含有吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}的混合溶液，各组分浓度均为2.0 mg/L，进样检测。结果表明，在该液相色谱条件下，238 nm能出峰的所有化合物出峰时间均早于吉他霉素A_5，其中氟甲喹出峰最晚，6 min左右出峰，因此吉他霉素和所有药物均有较好的色谱分离，色谱图详见图7。

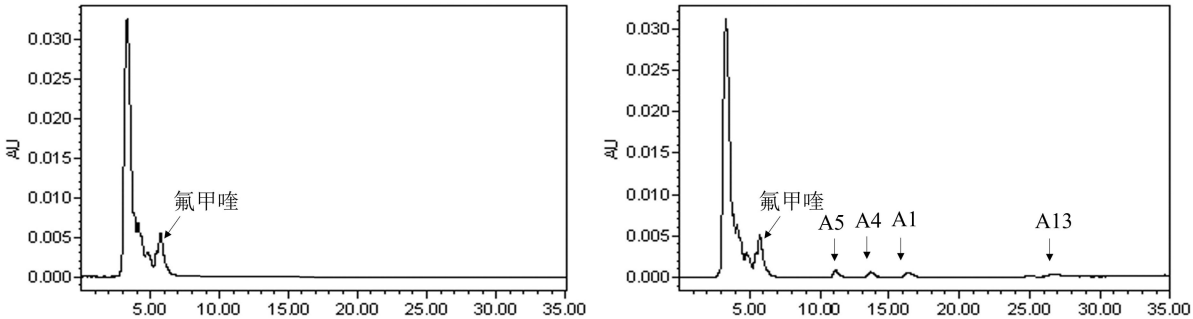


图 7 液相色谱分析干扰试验色谱图（左图：不含吉他霉素；右图：含吉他霉素）

2.2.4 液相色谱串联质谱法仪器条件的确定

2.2.4.1 质谱条件的优化

吉他霉素的化学结构式详见图8。实验采用“T”三通方式在ESI正离子模式下，对吉他霉素（0.1 mg/L）在m/z为700-900进行全扫，流动相条件为0.1%甲酸溶液/乙腈，体积比为9:1，得到4种化合物的全扫描图（图9）。从图中可知吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}均产生$[M+H]^+$，$[M+NH4]^+$，$[M+Na]^+$和$[M+K]^+$4种加合离子。其中$[M+H]^+$离子丰

度均最强，因此本实验选择[M＋H]$^{+}$作为母离子。通过IntelliStart软件优化吉他霉素的质谱参数：毛细管电压：3.0 KV；离子源温度：150℃；脱溶剂气温度：600℃；锥孔气流速：50 L/h；脱溶剂气流速：1000 L/h。其它条件详见表9。

表 9 吉他霉素的多反应监测（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）
吉他霉素 A_1	786.5>109.1	22	36
	786.5>174.2[a]	22	30
吉他霉素 A_4	814.5>109.1	66	42
	814.5>174.2[a]	66	30
吉他霉素 A_5	772.5>109.1	86	36
	772.5>174.2[a]	86	30
吉他霉素 A_{13}	800.5>109.1	10	40
	800.5>174.2[a]	10	32
[a]为定量离子对。			

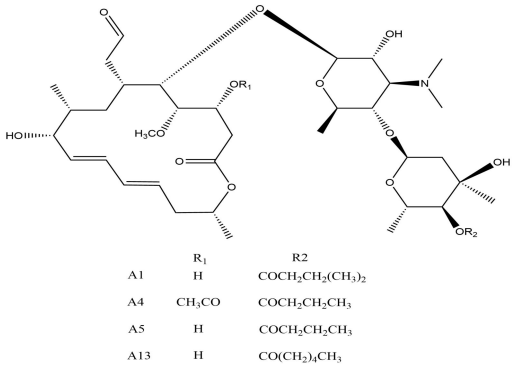
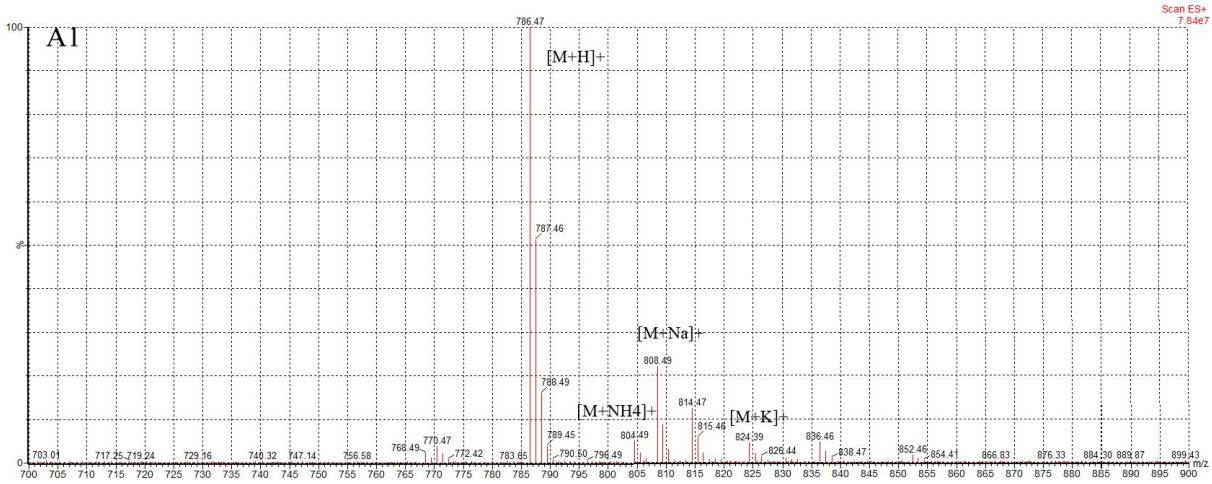
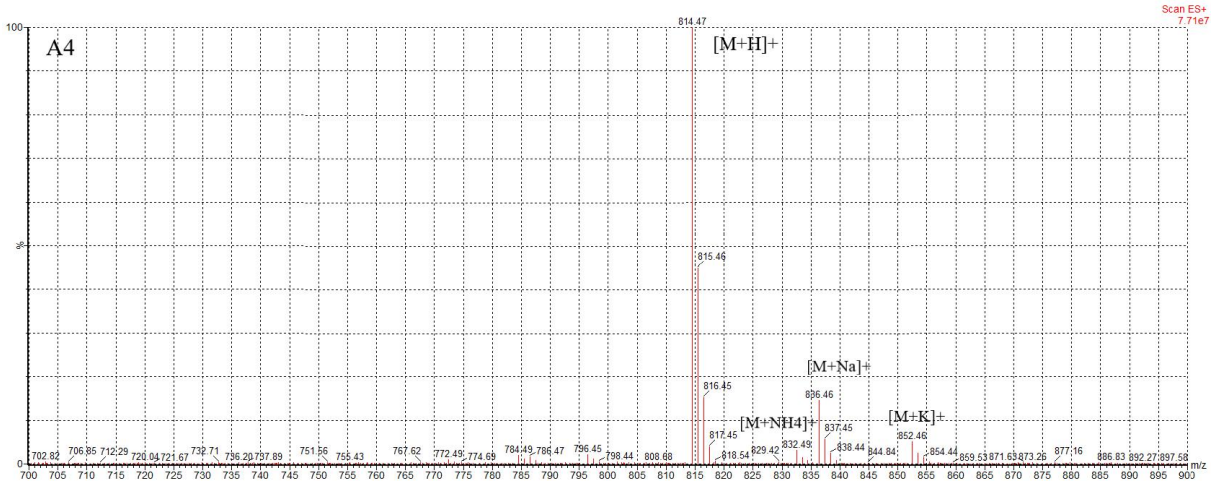
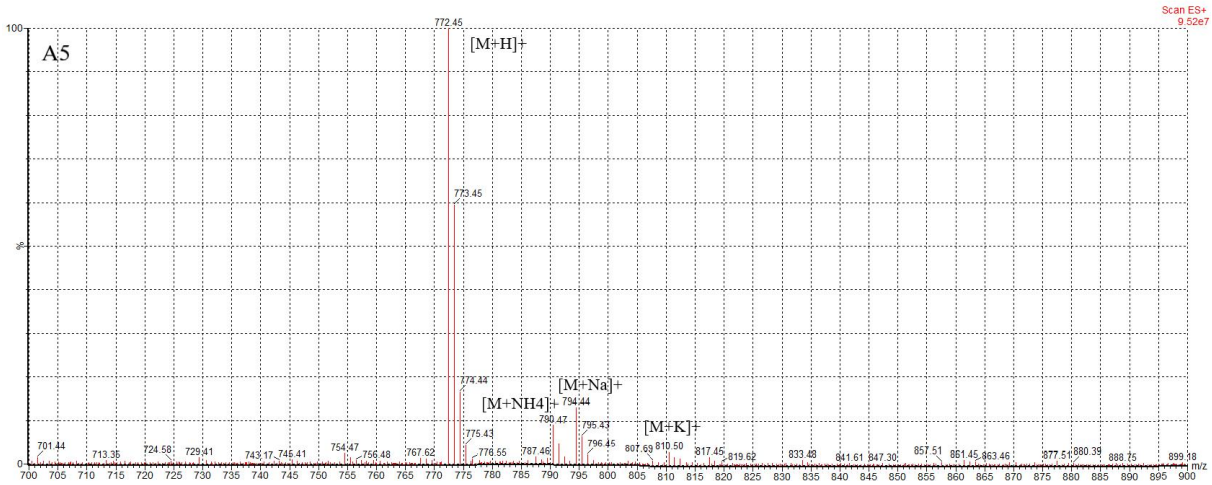


图 8 吉他霉素的化学结构式


A1
Scan ES+
7.84e7
[M+H]+
[M+Na]+
[M+NH4]+
[M+K]+
m/z


A4
Scan ES+
7.71e7
[M+H]+
[M+Na]+
[M+NH4]+
[M+K]+
m/z


A5
Scan ES+
9.52e7
[M+H]+
[M+Na]+
[M+NH4]+
[M+K]+
m/z

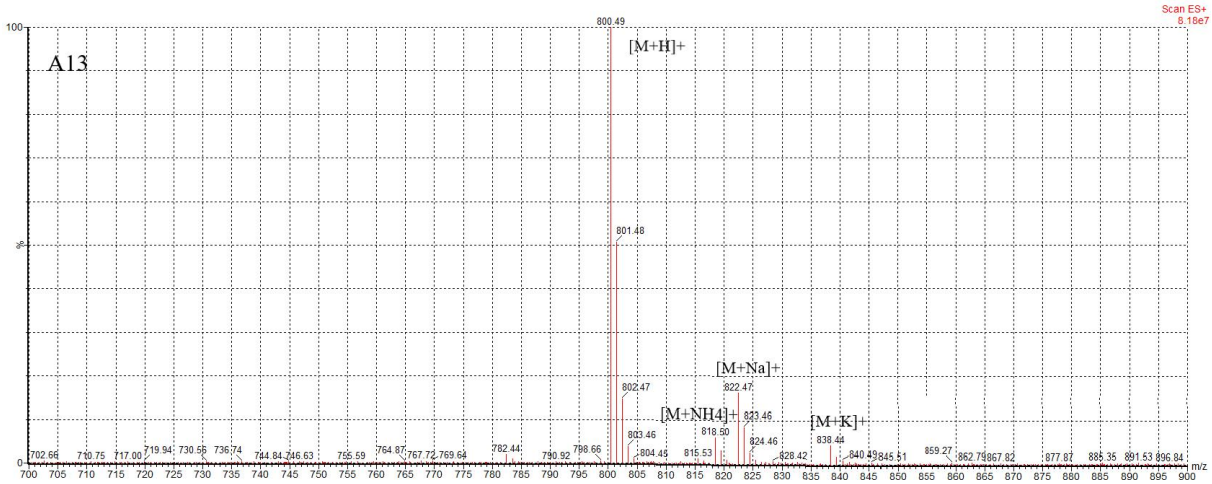


图 9 吉他霉素 A_1、A_4、A_5 和 A_{13} 的 Full-scan 扫描图

2.2.4.2 色谱条件的优化

本研究比较了 4 种色谱柱的分离效果，分别是 welch ultimate UHPLC polar-RP 柱(100 × 2.1 mm, 1.8 μm), waters BEH C_{18} 柱(100 × 2.1 mm, 1.7 μm), Agilent Zorbax Eclipse Plus C_{18} 柱(100 × 2.1 mm, 1.7 μm)和 Agilent Zorbax SB-Aq 柱(100 ×3.0 mm, 1.8 μm)，结果见图 10。从图中可知，吉他霉素 A_1、A_4 和 A_5 在四种色谱柱上峰形均较好，但 A_{13} 在除 Agilent Zorbax SB-Aq 和 welch ultimate UHPLC polar-RP 外的色谱柱上峰形均不对称，因此从实验选择 welch ultimate UHPLC polar-RP 柱作为分析色谱柱。

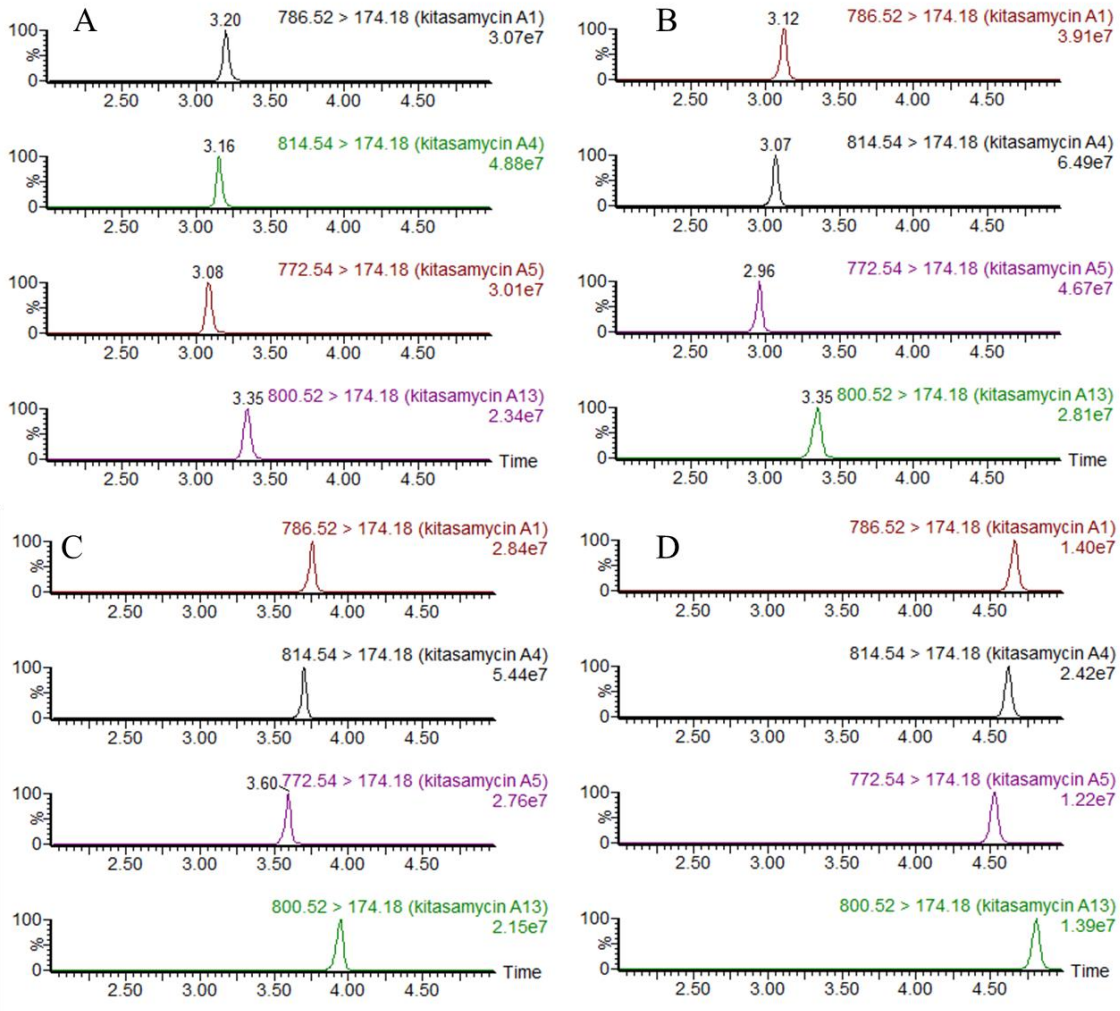


图 10 不同色谱柱对吉他霉素 A_{13} 的分离效果（A: welch ultimate UHPLC polar-RP;B: waters BEH C18;C: Agilent Zorbax Eclipse Plus C18;D: Agilent Zorbax SB-Aq）

由于电喷雾质谱的电离是在溶液状态电离，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。增加流动相中氢离子的浓度，可以提高目标化合物的响应，然而当流动相 pH<4 时，吉他霉素糖苷键容易水解，因此考虑用甲酸铵作为流动相。实验比较了不同浓度的甲酸铵(1 mmol/L，5 mmol/L，10 mmol/L，15 mmol/L 和 20 mmol/L)对响应的影响，结果表明从 1 mmol/到 10 mmol/L 区间内随着甲酸铵浓度的升高，化合物的响应逐渐升高，当甲酸铵浓度大于 10 mmol/L 时，响应逐渐下降（图 11）。最终优化后的梯度洗脱条件详见表 10，A 为 10 mmol/L 甲酸铵，B 为乙腈，其他条件如下：进样量：10 μL；柱温：35℃。

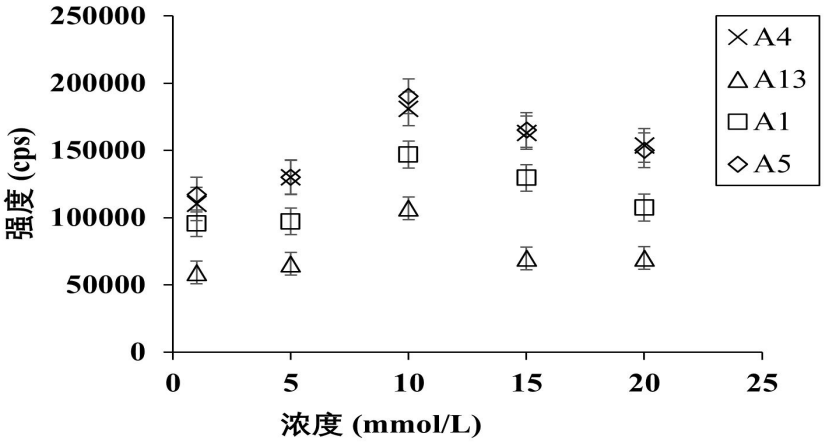


图 11 不同甲酸铵浓度的吉他霉素化合物响应强度

表 10 液相色谱串联质谱法梯度洗脱程序

时间（min）	流速（mL/min）	A（%）	B（%）
0	0.3	90	10
4.0	0.3	10	90
4.5	0.3	10	90
4.6	0.3	90	10
6.0	0.3	90	10

2.2.5 定量方法的确定

对于液相色谱法，定量采用外标法定量；而对于液相色谱串联质谱法，分别比较了外标法和基质匹配外标法两种条件下的定量情况。饲料种类为鸡配合饲料、鸡浓缩饲料及鸡复合预混合饲料，添加浓度为125 mg/kg、25 mg/kg和1.0 mg/kg。

外标法：准确移取适量标准中间溶液（100 mg/L），用乙腈稀释先配制浓度分别为0.005 μg/mL、0.01 μg/mL、0.10 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL和5.0 μg/mL标准系列溶液，然后分别准确移取各标准系列溶液50 μL，用甲醇：超纯水（1:9，v/v）定容至5 mL，配制浓度分别为0.05 ng/mL、0.1 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10 ng/mL和50.0 ng/mL标准系列工作溶液，进行液相色谱串联质谱分析。

基质匹配外标法：准确移取适量标准中间溶液（100 mg/L），用乙腈稀释先配制浓度分别为0.005 μg/mL、0.01 μg/mL、0.10 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL和5.0 μg/mL标准系列溶液，然后分别准确移取各标准系列溶液50 μL，用空白基质溶液：超纯水（1:9，v/v）定容至5 mL，配制浓度分别为0.05 ng/mL、0.1 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10 ng/mL和50.0 ng/mL标准系列基质匹配工作溶液，进行液相色谱串联质谱分析。

通过结果可知，利用外标法绘制标准曲线，其中溶剂标准曲线分别为y = 135302x – 8798（A_1），y = 130493x + 42494（A_4），y = 158325x + 14101（A_5），y = 130341x - 44135（A_{13}），利用基质匹配外标法绘制标准曲线，其中基质匹配标准曲线见表11，斜率比范围为0.95-1.52，表明不同饲料基质对目标化合物存在基质增强或基质减弱的影响。因此，综合考虑方法可靠性因素后决定液相色谱串联质谱法采用基质匹配外标法定量。

表11 基质匹配标准曲线和斜率比

饲料种类	化合物	线性回归方程	相关系数 R^2	斜率比值
鸡浓缩饲料	A_1	y = 159887x + 26554	0.9998	1.18
	A_4	y = 142005x - 18933	0.9998	1.09
	A_5	y = 172326x + 28750	0.9997	1.09
	A_{13}	y = 199221x + 8361	0.9999	1.52
鸡配合饲料	A_1	y = 139464x + 34539	0.9995	1.03
	A_4	y = 142478x + 32523	0.9996	1.09
	A_5	y = 149745x + 63707	0.9984	0.95
	A_{13}	y = 147880x + 15617	0.9999	1.13
鸡预混合饲料	A_1	y = 150817x + 26299	0.9997	1.11
	A_4	y = 147881x + 34776	0.9995	1.13
	A_5	y = 150997x + 47975	0.9989	0.95
	A_{13}	y = 132202x + 26142	0.9997	1.01

2.2.6 标准溶液稳定性试验

对吉他霉素 A_1、A_4、A_5 和 A_{13} 的标准储备液和标准中间液进行了稳定性考察，结果详见图 12。同时根据欧盟 Commission recommendation 1999/333/EC 的规定（欧盟规定测定结果与 0 d 结果相比比例为 95-105%具有稳定性）来进行判定是否稳定。

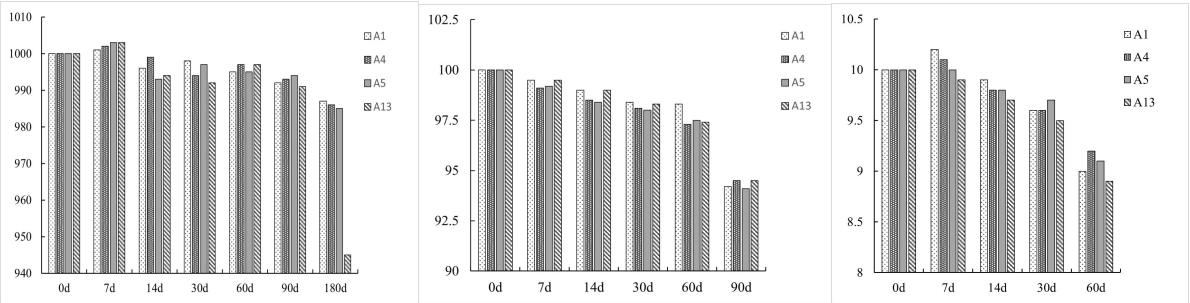


图 12 吉他霉素标准储备液（左）、混合标准储备液（中）和混合标准中间液（右）浓度随时间变化图（*n*=2）

从图12可见，吉他霉素A_1，A_4和A_5标准储备液在180 d的时间内，A_{13}标准储备液在90 d的时间内，浓度随时间变化范围均在95-105%范围内；混合标准储备液在60 d的时间内，浓度随时间变化范围均在95-105%范围内，但在90 d时超出了该范围；混合标准中间液在30 d的时间内，浓度随时间变化范围均在95-105%范围内，但在60 d时超出了该范围；实验考虑到实验数据、经济成本，将标准储备液A_1，A_4和A_5有效期限确定为6个月，A_{13}有效期为3个月，4种化合物混合储备液的有效期限确定为2个月，4种化合物混合中间液的有效期限确定为1个月。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期经济效果

3.1 试验验证的分析

3.1.1 液相色谱法（高效液相色谱法）

3.1.1.1线性实验

准确移取适量混合标准储备溶液（100.0 mg/L），用适量甲醇溶液（甲醇：水=3：2）稀释配制浓度分别为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100.0 mg/L 标准系列工作溶液，进行色谱分析，以吉他霉素 A_1、A_4、A_5和 A_{13}的浓度为横坐标，色谱峰面积（响应值）为纵坐标，绘制标准曲线，所得标准曲线方程见表 12。说明吉他霉素 A_1、A_4和 A_5在 0.5-100 mg/L 浓度范围内线性良好，吉他霉素 A_{13}在 1.0-100 mg/L 浓度范围内线性良好能用于吉他霉素 A_1、A_4、A_5和 A_{13}液相色谱定量分析。

表 12 高效液相法标准曲线方程和相关系数

目标化合物	标准曲线方程	相关系数（r^2）
A_1	y = 17847x+5504.5	0.9999
A_4	y = 18059x+11075	0.9996
A_5	y = 26900x+13487	0.9997
A_{13}	y = 15476x+3790	0.9999

3.1.1.2 检测限和定量限的确定

高效液相色谱分析以保留时间定性，试样溶液中吉他霉素保留时间应与标准系列溶液（浓度相当）中吉他霉素的保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内，而本方法标准在试验过程中试样溶液中吉他霉素 A_1、A_4、A_5和 A_{13}保留时间应与标准系列溶液中吉他霉素 A_1、A_4、A_5和 A_{13}相对偏差均小于 0.5%。

方法的检测限和定量限的信噪比应高于 S/N=3：1 和 10：1，经计算所有添加 2.0

mg/kg 的样品的 S/N（表 13）在 13-39 之间，因此确定吉他霉素 A_{13} 方法的定量限为 2 mg/kg，检测限为 1 mg/kg，吉他霉素 A_1、A_4 和 A_5 方法的定量限为 1 mg/kg，检测限为 0.5 mg/kg。

表 13 饲料中添加 2 mg/kg 吉他霉素高效液相色谱分析信噪比

饲料种类	A_1 信噪比	A_4 信噪比	A_5 信噪比	A_{13} 信噪比
猪配合饲料	29	34	39	15
猪浓缩饲料	27	31	37	14
猪预混合饲料	26	32	36	15
鸡配合饲料	28	33	37	16
鸡浓缩饲料	26	34	38	14
鸡预混合饲料	27	32	36	13
鱼配合饲料	29	35	36	15
鱼预混合饲料	25	33	35	16
牛预混合饲料	24	33	34	14
牛浓缩饲料	25	31	36	13
鸭预混合饲料	23	32	35	14
牛精料补充料	25	30	34	13

3.1.1.3 方法的回收率和重现性

3.1.1.3.1 空白样品的筛选和定义

在确定了样品的前处理和仪器方法后，先进行了猪、鸡和鱼配合饲料，猪、鸡、鱼、牛和鸭预混合饲料，猪、牛和鸡的浓缩饲料，牛精料补充料空白样品的筛选，其中12种饲料空白样品数量均为2个。

3.1.1.3.2 添加回收率实验结果

添加回收实验每批次内同一浓度做5次平行实验，进行3次重复，其中低于100 mg/kg的样品用单标标准溶液添加，高于等于100 mg/kg的样品用吉他霉素混合标准品添加（吉他霉素混合标准品含量为A_1为8.9%，A_4为11%，A_5为48%，A_{13}为8.4%），回收实验中，当样品的上机液浓度超过回收率线性范围时，需根据测定浓度，用定容溶液（甲醇：纯水=60:40,v/v）进行稀释后重新测定，直至上机液浓度在标准曲线的线性范围内。具体添加浓度见表14。

表14 饲料样品添加浓度汇总表

饲料种类	添加方式	总添加浓	4种化合物实际总	各化合物实际添加浓度

		度mg/kg	添加浓度mg/kg	A_1	A_4	A_5	A_{13}
配合饲料、精料补充料	标准溶液添加	3.0	3.0	1.0	1.0	1.0	/
		8.0	8.0	2.0	2.0	2.0	2.0
		20.0	20.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	原药添加	100	76.3	8.9	11	48	8.4
		250	190.75	22.25	27.5	120	21
浓缩饲料	标准溶液添加	3.0	3.0	1.0	1.0	1.0	/
		8.0	8.0	2.0	2.0	2.0	2.0
		20.0	20.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	原药添加	100	76.3	8.9	11	48	8.4
		625	476.875	55.625	68.75	300	52.5
预混合饲料	标准溶液添加	3.0	3.0	1.0	1.0	1.0	/
		8.0	8.0	2.0	2.0	2.0	2.0
		20.0	20.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	原药添加	100	76.3	8.9	11	48	8.4
		2500	1907.5	222.5	275	1200	210

从回收率结果（表15～26）看出，12种饲料在3.0~2500 mg/kg总添加浓度范围内，回收率在73.4%~113.2%之间，批内平均回收率在78.7%~106.7%之间，批间平均回收率在80.8%~98.5%之间，批内RSD在0.6%~13.9%之间，批间RSD在3.0%~11.3%之间。由此可见回收率和精密度均在药物残留分析规定要求内，说明本方法能满足饲料中吉他霉素测定的需要。高效液相色谱法添加回收实验图谱详见附图1-4。

表15 高效液相色谱法猪配合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	76.5	79.0	86.6	86.5	87.2	83.2	6.0	82.7	4.7
			85.8	76.6	80.5	84.7	78.3	81.2	4.9		
			81.5	85.0	80.8	87.8	84.3	83.9	3.4		
	1.0	A_4	85.9	78.8	88.2	93.6	90.7	87.4	6.4	86	5.8
			87.5	85.4	83.4	94.6	89.2	88.0	4.9		
			87.8	76.8	82.5	83.8	82.4	82.7	4.8		
	1.0	A_5	90.5	90.6	91.7	77.9	79.4	86.0	7.9	86.7	5.5
			84.2	81.9	82.6	85.2	84.7	83.7	1.7		
			88.3	90.6	93.1	89.2	90.4	90.3	2.0		
	3.0	之和计	84.3	82.8	88.8	86.0	85.8	85.5	2.3	85.2	2.4
			85.8	81.3	82.2	88.2	84.1	84.3	2.9		
			85.9	84.1	85.5	86.9	85.7	85.6	1.1		
8.0	2.0	A_1	84.0	81.0	86.0	87.0	103.0	88.2	9.7	87.4	6.7
			93.6	81.9	80.2	83.8	87.1	85.3	6.2		
			90.0	92.2	83.1	89.2	88.6	88.6	3.8		
	2.0	A_4	86.5	85.4	91.4	87.3	86.8	87.5	2.6	88.5	4.2
			89.1	89.1	92.6	95.6	92.9	91.9	3.0		
			84.4	82.8	84.2	87.7	91.3	86.1	4.0		
	2.0	A_5	98.9	86.6	97.7	99.3	97.2	95.9	5.5	92.0	7.6
			97.1	97.9	95.7	96.0	95.1	96.4	1.2		
			88.9	83.1	80.2	83.2	82.6	83.6	3.8		
	2.0	A_{13}	84.2	86.7	85.8	85.1	77.6	83.9	4.3	83.8	4.4
			76.3	77.6	89.2	83.4	83.6	82.0	6.3		
			85.5	87.1	84.5	84.8	85.0	85.4	1.2		
	8.0	之和计	89.8	84.3	91.7	91.2	95.7	90.5	4.1	89.3	3.8
			93.3	89.6	89.5	91.8	91.7	91.2	1.6		
			87.8	86.0	82.5	86.7	87.5	86.1	2.2		
20	5.0	A_1	81.1	81.4	82.1	89.3	83.2	83.4	4.1	91.7	7.7
			100.0	99.3	101.0	94.0	100.0	98.9	2.8		
			91.2	93.4	91.3	94.0	94.5	92.9	1.7		
	5.0	A_4	89.5	83.3	81.7	82.7	89.7	85.4	4.6	83.1	3.7
			80.2	80.7	85.0	81.9	81.1	81.8	2.3		
			84.9	83.3	80.5	79.7	81.7	82.0	2.6		
	5.0	A_5	82.4	88.8	80.9	73.4	85.1	82.1	7.0	84.7	4.7
			86.5	87.2	84.3	87.0	88.0	86.6	1.6		

			85.0	82.2	83.4	88.2	87.8	85.3	3.1		
	5.0	A_{13}	92.0	98.0	90.0	95.3	96.4	94.3	3.5	95.6	5.8
			94.0	96.0	104.0	90.0	93.0	95.4	5.5		
			103.0	103.0	89.4	103.0	87.6	97.2	8.2		
	20	之和计	86.3	87.9	83.7	85.2	88.6	86.3	2.1	88.8	2.9
			90.2	90.8	93.6	88.2	90.5	90.7	1.9		
			91.0	90.5	86.2	91.2	87.9	89.4	2.2		
100	8.9	A_1	97.9	105.0	88.0	105.0	87.8	96.7	8.9	98.1	7.4
			89.0	104.0	88.3	107.0	101.0	97.9	8.9		
			92.7	106.0	96.2	103.0	100.0	99.6	5.3		
	11	A_4	94.1	88.5	89.8	87.2	80.9	88.1	5.4	88.5	4.8
			92.6	92.5	85.4	90.0	84.2	88.9	4.4		
			93.3	94.4	85.1	83.5	86.6	88.6	5.6		
	48	A_5	86.0	98.6	83.0	84.0	85.0	87.3	7.3	88.9	6.7
			87.5	87.9	89.8	90.8	83.0	87.8	3.4		
			98.8	83.0	96.8	96.0	82.8	91.5	8.6		
	8.4	A_{13}	93.7	99.3	86.8	86.0	84.1	90.0	7.1	90.4	6.1
			81.2	89.1	90.8	90.8	98.4	90.1	6.8		
			87.0	96.4	88.3	86.8	96.9	91.1	5.6		
	76.3	之和计	89.4	98.0	85.0	87.1	84.6	88.8	5.5	90.1	4.3
			87.7	90.6	89.1	92.6	87.0	89.4	2.3		
			96.0	88.8	94.1	94.0	86.9	92.0	3.8		
250	22.25	A_1	89.0	80.3	81.4	91.7	82.4	85.0	6.0	89.9	6.9
			87.7	97.7	87.6	98.3	97.0	93.7	5.9		
			95.7	88.3	98.2	88.9	85.0	91.2	6.0		
	27.5	A_4	89.8	80.8	88.8	88.3	83.8	86.3	4.5	86.0	7.3
			81.1	89.9	81.3	78.2	81.0	82.3	5.4		
			97.4	97.7	80.3	90.8	80.6	89.4	9.6		
	120	A_5	99.2	98.8	99.7	82.1	87.8	93.5	8.6	88.3	8.7
			89.8	99.0	90.4	88.2	78.6	89.2	8.1		
			81.8	79.8	81.1	83.5	84.5	82.1	2.3		
	21	A_{13}	103.0	88.3	91.1	83.8	85.3	90.3	8.5	92.3	5.7
			88.8	88.8	88.7	94.9	96.2	91.5	4.1		
			97.2	90.6	95.1	97.8	94.3	95.0	3.0		
	190.75	之和计	97.1	92.9	95.0	84.3	86.3	91.1	5.5	88.6	5.0
			88.2	96.4	88.6	88.7	83.0	89.0	4.8		
			87.4	84.6	84.5	86.8	85.1	85.7	1.4		

表16 高效液相色谱法猪浓缩饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	88.9	79.7	88.4	81.6	87.5	85.2	5.0	84.8	5.3
			90.5	77.7	86.1	90.8	83.4	85.7	6.4		
			77.0	87.8	81.7	86.7	84.4	83.5	5.2		
	1.0	A_4	94.6	85.7	78.5	85.0	77.6	84.3	8.1	85.3	5.2
			85.8	90.1	87.8	86.2	86.4	87.3	2.0		
			87.0	80.9	81.2	84.1	88.1	84.3	3.9		
	1.0	A_5	92.6	81.4	86.6	92.1	86.6	87.9	5.3	86.4	4.4
			90.9	83.3	90.2	87.3	79.6	86.3	5.5		
			86.5	86.1	85.3	83.9	84.2	85.2	1.3		
	3.0	之和计	92.0	82.3	84.5	86.2	83.9	85.8	3.9	85.5	3.1
			89.1	83.7	88.0	88.1	83.1	86.4	2.9		
			83.5	84.9	82.7	84.9	85.6	84.3	1.3		
8.0	2.0	A_1	92.1	86.0	87.2	96.0	85.5	89.4	5.1	91.1	6.0
			87.6	97.2	91.0	85.7	84.3	89.2	5.8		
			98.0	85.3	99.8	96.8	93.3	94.6	6.1		
	2.0	A_4	89.8	100.8	98.8	101.3	92.7	96.7	5.4	95.2	6.1
			90.8	91.0	87.9	104.5	103.3	95.5	8.1		
			94.5	95.1	99.8	91.3	86.8	93.5	5.2		
	2.0	A_5	111.9	85.5	85.6	80.2	87.2	90.1	13.9	88.8	8.8
			89.9	96.4	89.0	83.0	84.6	88.6	5.9		
			82.4	93.5	85.1	84.3	93.1	87.7	6.0		
	2.0	A_{13}	95.9	88.7	83.4	89.7	103.3	92.2	8.3	92.3	7.3
			86.8	97.8	83.5	106.1	90.4	92.9	9.8		
			90.3	97.9	88.4	88.6	93.2	91.7	4.3		
	8.0	之和计	97.4	90.3	88.8	91.8	92.2	92.1	3.2	91.9	2.8
			88.8	95.6	87.9	94.8	90.7	91.6	3.4		
			91.3	93.0	93.3	90.3	91.6	91.9	1.2		
20	5.0	A_1	85.9	90.6	94.2	106.3	93.7	94.1	8.0	95.3	6.9
			93.7	107.5	90.5	98.4	89.6	95.9	7.6		
			99.6	103.7	93.6	87.3	95.2	95.9	6.5		
	5.0	A_4	92.7	85.1	88.7	82.2	84.7	86.7	4.7	88.3	4.9
			89.7	83.4	90.4	98.8	84.8	89.4	6.8		
			91.8	88.8	88.7	85.0	89.6	88.8	2.8		
	5.0	A_5	85.4	93.9	85.8	88.2	84.6	87.6	4.3	90.9	7.6
			79.8	91.8	101.8	96.2	94.3	92.8	8.7		

			80.0	90.3	100.7	93.5	98.1	92.5	8.7		
	5.0	A_{13}	97.5	103.7	93.1	83.0	102.4	95.9	8.7	92.9	7.0
			93.7	96.2	102.4	91.6	88.1	94.4	5.7		
			92.2	84.5	85.8	90.2	89.0	88.3	3.6		
	20	之和计	90.4	93.3	90.5	89.9	91.4	91.1	1.3	91.9	2.5
			89.2	94.7	96.3	96.3	89.2	93.1	3.5		
			90.9	91.8	92.2	89.0	93.0	91.4	1.5		
100	8.9	A_1	89.4	91.0	90.7	91.8	93.9	91.4	1.8	92.9	4.2
			97.7	86.6	90.0	91.7	92.1	91.6	4.4		
			97.7	91.2	93.4	102.3	93.2	95.6	4.6		
	11	A_4	91.5	92.3	98.3	99.0	90.5	94.3	4.3	90.9	5.2
			85.1	85.0	88.6	88.5	90.1	87.5	2.6		
			86.3	84.9	96.7	94.5	92.8	91.0	5.7		
	48	A_5	84.9	105.1	98.3	94.3	96.3	95.8	7.6	93.7	7.0
			95.1	97.1	91.5	94.3	85.1	92.6	5.0		
			106.0	90.5	86.2	86.4	94.3	92.7	8.8		
	8.4	A_{13}	86.8	98.7	101.5	96.6	96.2	96.0	5.8	91.1	5.8
			87.3	86.3	91.3	87.0	87.9	87.9	2.2		
			94.6	92.6	86.4	87.8	84.9	89.3	4.7		
	76.3	之和计	86.6	100.9	97.8	94.9	95.2	95.1	5.0	92.9	4.6
			93.1	92.9	90.9	92.4	86.9	91.2	2.5		
			100.9	90.0	88.6	89.6	92.9	92.4	4.9		
625	55.625	A_1	88.2	88.6	90.8	94.0	88.6	90.0	2.7	94.1	7.1
			99.2	104.0	93.2	96.6	93.1	97.2	4.7		
			102.3	82.8	86.2	104.2	99.6	95.0	10.3		
	68.75	A_4	99.7	93.8	90.7	101.7	93.3	95.8	4.9	98.8	5.5
			97.9	99.1	96.5	98.1	107.4	99.8	4.3		
			106.8	95.0	109.6	95.9	96.7	100.8	6.8		
	300	A_5	96.1	87.0	96.6	93.0	95.5	93.6	4.2	92.0	6.8
			79.9	88.6	99.8	91.2	92.1	90.3	7.9		
			85.5	85.7	102.5	88.1	98.7	92.1	8.6		
	52.5	A_{13}	98.8	90.3	96.0	91.4	90.6	93.4	4.1	98.3	6.1
			105.0	95.5	97.6	92.8	96.8	97.5	4.7		
			111.0	100.1	103.9	103.6	101.3	104.0	4.1		
	476.875	之和计	96.0	88.5	95.0	94.2	93.8	93.5	2.8	93.9	4.1
			87.5	92.7	98.3	93.0	94.9	93.3	3.8		
			93.3	88.3	101.8	92.8	98.8	95.0	5.0		

表17 高效液相色谱法猪预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	82.6	86.9	79.0	83.1	89.6	84.2	4.9	84.9	3.4
			82.0	85.4	89.8	85.7	87.4	86.1	3.3		
			84.4	84.0	83.4	85.9	84.2	84.4	1.1		
	1.0	A_4	80.0	78.4	84.8	93.2	84.2	84.1	6.8	86.0	5.3
			92.1	92.1	81.8	86.2	80.7	86.6	6.3		
			89.5	86.0	87.6	84.5	88.9	87.3	2.4		
	1.0	A_5	81.3	90.4	87.7	89.1	84.3	86.6	4.3	84.9	5.7
			75.6	87.8	83.2	87.4	78.2	82.4	6.6		
			80.7	89.8	80.3	90.9	87.5	85.8	5.9		
	3.0	之和计	81.3	85.2	83.8	88.5	86.0	85.0	2.8	85.3	2.4
			83.2	88.4	84.9	86.4	82.1	85.0	2.6		
			84.9	86.6	83.8	87.1	86.9	85.9	1.5		
8.0	2.0	A_1	82.7	81.5	81.1	87.7	82.6	83.1	3.2	85.7	3.9
			86.6	83.6	81.9	91.6	87.6	86.2	4.4		
			89.5	87.1	85.0	89.0	88.4	87.8	2.1		
	2.0	A_4	83.5	98.8	96.2	83.8	96.8	91.8	8.2	91.4	5.6
			94.0	90.3	85.3	86.6	93.9	90.0	4.5		
			96.8	86.1	93.8	93.9	90.9	92.3	4.4		
	2.0	A_5	85.6	92.9	91.0	92.0	105.0	93.3	7.6	88.2	7.7
			84.1	93.3	87.3	81.2	93.7	87.9	6.3		
			87.0	80.6	89.3	79.8	80.3	83.4	5.3		
	2.0	A_{13}	88.7	87.9	84.3	90.0	83.8	86.9	3.2	87.3	4.5
			86.9	85.8	82.1	80.0	88.6	84.7	4.1		
			92.7	95.3	85.9	88.9	88.9	90.3	4.1		
	8.0	之和计	85.1	90.3	88.2	88.4	92.1	88.8	2.6	88.2	2.6
			87.9	88.3	84.2	84.9	91.0	87.3	2.8		
			91.5	87.3	88.5	87.9	87.1	88.5	1.8		
20	5.0	A_1	88.1	85.3	84.8	81.2	91.6	86.2	4.5	89.9	6.3
			104.5	91.3	91.0	95.4	86.6	93.8	7.2		
			88.7	89.7	89.2	85.6	96.0	89.8	4.2		
	5.0	A_4	97.6	100.0	81.5	102.3	89.1	94.1	9.2	88.4	8.5
			78.5	90.7	83.8	76.7	88.5	83.6	7.3		
			86.5	81.9	92.1	86.1	90.3	87.4	4.5		
	5.0	A_5	87.0	87.3	91.9	86.6	87.7	88.1	2.5	92.2	5.8
			91.5	90.1	84.3	98.2	95.6	91.9	5.8		

			91.7	91.0	99.4	101.8	98.6	96.5	5.1		
	5.0	A_{13}	92.0	93.1	96.7	94.7	90.3	93.4	2.6	96.3	7.2
			104.6	94.4	90.7	108.2	97.5	99.1	7.3		
			94.1	104.3	108.1	87.9	87.7	96.4	9.7		
	20	之和计	91.2	91.4	88.7	91.2	89.7	90.4	1.2	91.7	2.6
			94.8	91.6	87.5	94.6	92.1	92.1	2.9		
			90.3	91.7	97.2	90.4	93.2	92.6	2.8		
100	8.9	A_1	81.9	79.2	98.4	80.9	93.3	86.8	9.9	91.3	8.2
			88.7	85.2	88.7	97.3	92.9	90.6	5.1		
			101.4	100.2	97.1	85.5	98.1	96.4	6.6		
	11	A_4	80.1	78.3	86.3	97.7	80.1	84.5	9.4	84.1	6.5
			82.4	81.2	85.8	90.1	81.6	84.2	4.4		
			89.4	86.6	75.8	82.7	83.2	83.6	6.1		
	48	A_5	92.1	90.4	97.0	91.7	85.5	91.3	4.5	88.7	7.2
			82.3	100.2	97.6	92.1	89.5	92.3	7.6		
			83.4	85.8	82.7	79.0	82.0	82.6	3.0		
	8.4	A_{13}	82.4	94.7	85.3	87.5	89.2	87.8	5.2	89.0	6.0
			90.2	81.2	87.0	87.3	87.6	86.6	3.8		
			97.7	95.8	90.8	96.8	82.1	92.6	7.0		
	76.3	之和计	88.1	87.8	94.3	90.8	86.0	89.4	3.2	88.4	4.2
			83.9	93.6	93.7	91.9	88.5	90.3	4.1		
			87.9	88.7	84.3	82.3	84.1	85.5	2.8		
2500	222.5	A_1	89.0	82.1	91.8	81.4	98.2	88.5	7.9	90.4	6.6
			89.7	89.0	83.7	96.3	98.1	91.4	6.4		
			88.7	95.6	82.6	96.4	93.8	91.4	6.3		
	275	A_4	94.0	103.1	100.2	100.6	90.1	97.6	5.5	96.8	6.6
			92.7	97.5	83.2	98.6	93.0	93.0	6.5		
			93.9	90.8	103.4	105.9	105.1	99.8	7.0		
	1200	A_5	99.6	92.2	101.3	91.6	101.8	97.3	5.1	96.9	5.5
			101.4	99.3	102.0	94.8	101.5	99.8	3.0		
			94.6	89.8	99.2	99.7	84.9	93.6	6.7		
	210	A_{13}	94.0	92.3	94.1	87.3	82.9	90.1	5.4	91.5	7.2
			80.2	99.3	94.5	86.0	94.9	91.0	8.5		
			87.2	99.0	89.0	87.2	104.4	93.4	8.4		
	1907.5	之和计	96.9	92.6	99.2	91.2	97.6	95.5	3.2	95.5	3.0
			96.4	97.8	96.3	94.6	99.2	96.9	1.6		
			93.0	91.6	96.7	98.8	91.0	94.2	3.2		

表18 高效液相色谱法鸡配合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	87.5	83.5	83.7	84.7	80.5	84.0	3.0	84.2	4.6
			77.2	82.7	82.3	87.3	92.1	84.3	6.7		
			83.3	90.8	80.5	83.3	83.2	84.2	4.6		
	1.0	A_4	80.0	86.3	88.7	90.8	90.7	87.3	5.1	85.9	5.2
			85.7	87.9	83.4	94.0	84.7	87.1	4.8		
			82.9	80.8	90.1	78.9	83.1	83.2	5.1		
	1.0	A_5	86.4	85.7	80.5	84.8	80.4	83.6	3.5	83.6	4.3
			81.4	82.1	77.6	83.7	82.0	81.4	2.8		
			90.4	88.9	81.8	87.1	80.7	85.8	5.0		
	3.0	之和计	84.6	85.2	84.3	86.8	83.9	85.0	1.2	84.5	2.3
			81.4	84.2	81.1	88.3	86.3	84.3	3.3		
			85.5	86.8	84.1	83.1	82.3	84.4	1.9		
8.0	2.0	A_1	98.6	96.4	100.6	97.3	102.3	99.1	2.4	97.0	7.2
			99.1	100.7	108.1	108.1	91.0	101.4	7.1		
			88.5	81.8	95.9	92.3	94.4	90.6	6.2		
	2.0	A_4	96.9	83.6	98.7	93.5	100.0	94.5	7.0	91.2	8.0
			83.2	102.3	97.5	95.8	84.4	92.6	9.1		
			80.3	86.9	92.4	82.3	90.0	86.4	5.9		
	2.0	A_5	103.2	82.8	79.9	84.6	84.9	87.1	10.6	87.6	8.0
			82.8	76.2	91.1	94.7	89.4	86.8	8.5		
			93.2	95.8	82.7	85.9	86.2	88.7	6.2		
	2.0	A_{13}	90.3	87.7	92.5	81.2	91.7	88.7	5.2	90.7	5.8
			92.0	86.9	100.9	93.6	83.1	91.3	7.4		
			95.3	85.0	90.5	96.3	93.3	92.1	4.9		
	8.0	之和计	97.3	87.6	92.9	89.2	94.7	92.3	3.8	91.6	4.2
			89.3	91.5	99.4	98.1	87.0	93.1	5.2		
			89.3	87.4	90.4	89.2	91.0	89.5	1.4		
20	5.0	A_1	87.9	92.9	95.8	94.3	80.1	90.2	7.1	90.6	6.1
			88.0	89.7	87.8	81.2	95.1	88.3	5.7		
			99.8	94.3	90.9	95.9	86.1	93.4	5.6		
	5.0	A_4	78.8	100.4	91.5	92.8	92.4	91.2	8.6	96.4	8.2
			109.5	104.7	102.1	89.5	91.2	99.4	8.7		
			92.0	103.5	104.7	99.4	93.7	98.7	5.8		
	5.0	A_5	96.5	92.9	95.2	106.7	102.5	98.8	5.8	94.5	9.0
			92.6	93.8	82.2	79.8	89.6	87.6	7.2		

			94.5	107.8	106.1	89.5	87.4	97.1	9.7		
	5.0	A_{13}	94.2	102.7	90.3	84.2	87.3	91.8	7.8	89.9	7.4
			76.5	85.2	91.3	92.2	89.7	87.0	7.4		
			96.6	96.9	83.6	93.9	83.5	90.9	7.5		
	20	之和计	89.4	97.2	93.2	94.5	90.6	93.0	3.0	92.9	4.0
			91.7	93.4	90.9	85.7	91.4	90.6	2.9		
			95.7	100.6	96.3	94.7	87.7	95.0	4.4		
100	8.9	A_1	89.8	87.1	87.0	85.7	91.7	88.3	2.8	89.9	4.9
			96.1	84.9	87.1	94.0	86.4	89.7	5.6		
			91.8	94.2	98.8	89.8	84.2	91.8	5.9		
	11	A_4	91.6	92.4	101.8	92.0	85.5	92.7	6.3	91.9	5.0
			88.8	90.4	87.5	96.8	86.5	90.0	4.5		
			96.0	91.9	91.7	87.9	98.0	93.1	4.3		
	48	A_5	99.6	95.7	93.0	90.9	90.6	93.9	4.0	92.5	5.5
			88.7	82.9	95.1	85.6	99.7	90.4	7.6		
			96.5	90.4	87.1	98.6	93.3	93.2	4.9		
	8.4	A_{13}	79.3	84.2	85.4	92.2	99.1	88.0	8.8	89.7	6.6
			86.5	96.4	89.5	84.1	96.8	90.7	6.4		
			85.3	89.4	91.0	98.5	87.4	90.3	5.6		
	76.3	之和计	95.1	93.0	92.7	90.6	90.9	92.5	1.8	91.8	3.1
			89.3	85.7	92.5	88.0	95.9	90.3	4.0		
			94.6	90.9	89.6	96.0	92.3	92.7	2.5		
250	22.25	A_1	92.8	99.2	88.4	103.0	83.1	93.3	8.6	93.9	8.2
			96.5	85.6	84.2	106.3	88.0	92.1	10.0		
			99.6	89.5	91.1	94.2	106.5	96.2	7.2		
	27.5	A_4	85.3	83.7	98.0	89.5	81.9	87.7	7.3	92.7	7.6
			90.8	89.1	95.1	97.7	106.8	95.9	7.3		
			99.2	92.2	88.1	101.8	90.4	94.4	6.2		
	120	A_5	100.9	89.2	90.7	99.4	97.3	95.5	5.5	91.5	7.0
			89.0	87.4	93.5	86.2	97.8	90.8	5.3		
			90.9	82.9	84.7	100.8	81.9	88.3	8.9		
	21	A_{13}	92.1	90.2	102.7	91.5	93.3	94.0	5.4	97.8	6.9
			96.8	107.8	109.1	109.5	100.7	104.8	5.4		
			98.1	90.7	97.9	94.5	92.9	94.8	3.4		
	190.75	之和计	96.7	89.7	92.8	97.5	93.0	93.9	3.0	92.7	4.4
			91.0	89.7	94.4	92.8	98.3	93.2	3.2		
			93.9	85.9	87.4	99.5	87.2	90.8	5.7		

表19 高效液相色谱法鸡浓缩饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	86.0	78.5	86.4	83.2	81.7	83.2	3.9	84.5	4.1
			83.7	82.5	88.8	83.9	83.3	84.4	3.0		
			88.1	87.2	78.8	85.1	90.8	86.0	5.2		
	1.0	A_4	81.2	85.6	86.3	89.4	83.4	85.2	3.6	83.1	6.0
			83.0	85.3	81.2	76.5	78.2	80.8	4.4		
			81.2	75.2	79.5	94.3	85.9	83.2	8.8		
	1.0	A_5	85.6	80.2	91.3	82.8	84.3	84.8	4.9	83.6	4.2
			81.2	88.6	84.5	83.2	83.8	84.3	3.2		
			84.2	77.9	83.4	78.1	85.3	81.8	4.3		
	3.0	之和计	84.3	81.4	88.0	85.1	83.1	84.4	2.6	83.7	2.8
			82.6	85.5	84.8	81.2	81.8	83.2	2.0		
			84.5	80.1	80.6	85.8	87.3	83.7	3.4		
8.0	2.0	A_1	82.3	75.6	82.2	87.8	75.5	80.7	6.4	80.8	4.5
			81.2	81.1	78.4	83.1	87.8	82.3	4.3		
			78.9	82.1	78.4	78.8	78.7	79.4	1.9		
	2.0	A_4	89.4	91.6	83.6	89.8	87.5	88.4	3.4	87.8	5.2
			95.6	85.2	84.4	81.0	78.0	84.8	7.9		
			90.4	90.7	90.2	90.5	89.3	90.2	0.6		
	2.0	A_5	84.9	97.1	85.3	87.3	90.4	89.0	5.6	89.8	5.1
			94.5	81.3	90.6	89.2	95.5	90.2	6.2		
			93.9	88.8	93.7	90.2	84.8	90.3	4.2		
	2.0	A_{13}	88.6	85.3	89.3	94.6	81.8	87.9	5.5	88.1	4.5
			85.0	84.8	85.9	89.0	95.7	88.1	5.2		
			93.3	86.7	88.6	84.7	87.9	88.2	3.6		
	8.0	之和计	86.3	87.4	85.1	89.9	83.8	86.5	2.4	86.6	2.3
			89.1	83.1	84.8	85.6	89.3	86.4	2.8		
			89.1	87.1	87.7	86.1	85.2	87.0	1.5		
20	5.0	A_1	82.0	91.8	82.8	93.3	104.7	90.9	10.2	92.8	8.5
			102.7	97.7	84.7	87.7	97.2	94.0	8.0		
			86.0	93.4	84.9	104.3	98.2	93.4	8.8		
	5.0	A_4	97.1	92.6	95.3	87.0	93.3	93.1	4.1	92.2	6.3
			86.2	96.6	84.9	97.2	83.9	89.8	7.3		
			98.6	95.3	99.3	94.6	81.8	93.9	7.5		
	5.0	A_5	84.7	84.4	94.4	86.6	85.1	87.0	4.8	88.0	5.3
			82.4	86.6	83.2	92.2	89.5	86.8	4.8		

			87.5	92.4	93.0	96.3	81.6	90.2	6.4		
	5.0	A_{13}	105.0	100.6	101.9	98.5	93.7	99.9	4.2	93.4	7.5
			85.1	95.9	82.1	88.1	88.3	87.9	5.8		
			97.9	89.9	91.9	84.0	97.7	92.3	6.3		
	20	之和计	92.2	92.4	93.6	91.4	94.2	92.8	1.1	91.6	2.9
			89.1	94.2	83.7	91.3	89.7	89.6	3.8		
			92.5	92.8	92.3	94.8	89.8	92.4	1.7		
100	8.9	A_1	97.5	100.8	98.8	96.8	102.9	99.4	2.5	93.8	6.4
			85.6	83.9	86.4	88.2	90.4	86.9	2.9		
			93.5	93.0	99.8	98.2	91.1	95.1	3.9		
	11	A_4	83.8	80.4	91.0	102.6	88.4	89.2	9.5	86.8	6.4
			85.4	86.6	81.6	87.7	90.8	86.4	3.9		
			82.4	86.6	83.2	82.2	89.5	84.8	3.7		
	48	A_5	87.5	92.4	83.0	96.3	81.6	88.2	7.1	88.2	5.8
			82.0	91.5	89.3	87.3	92.2	88.5	4.6		
			90.0	83.2	96.1	81.1	89.7	88.0	6.8		
	8.4	A_{13}	98.5	86.7	96.9	100.3	90.0	94.5	6.2	90.3	6.5
			95.4	81.7	85.3	91.0	83.0	87.3	6.6		
			92.2	88.8	82.4	92.7	89.8	89.2	4.6		
	76.3	之和计	89.3	91.0	87.5	97.7	86.0	90.3	4.5	88.9	3.8
			84.4	88.8	87.4	87.9	90.8	87.9	2.4		
			89.6	85.4	93.2	84.5	89.8	88.5	3.6		
625	55.625	A_1	86.1	100.7	91.7	85.1	88.2	90.4	7.0	91.3	6.9
			84.0	82.1	89.1	87.0	87.7	86.0	3.3		
			96.8	96.5	94.5	98.1	101.7	97.5	2.7		
	68.75	A_4	90.5	97.9	102.4	107.1	99.9	99.6	6.1	95.5	7.2
			95.2	89.4	84.7	82.8	98.8	90.2	7.6		
			101.2	97.1	92.1	91.9	101.4	96.7	4.8		
	300	A_5	99.9	96.2	103.1	88.7	102.3	98.0	6.0	95.9	6.2
			84.4	97.9	93.7	94.5	86.2	91.3	6.3		
			99.5	103.1	92.8	99.8	95.8	98.2	4.1		
	52.5	A_{13}	92.3	93.4	86.4	86.2	93.7	90.4	4.2	89.5	5.7
			85.4	90.3	86.4	99.2	89.0	90.0	6.1		
			96.7	80.6	89.4	82.4	90.5	87.9	7.4		
	476.875	之和计	96.1	96.7	99.8	90.7	99.4	96.5	3.4	94.6	4.3
			86.0	94.0	91.1	92.5	88.5	90.4	3.2		
			99.1	99.0	92.5	96.5	96.7	96.8	2.5		

表20 高效液相色谱法鸡预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	84.8	89.2	85.7	87.2	84.4	86.3	2.3	85.2	3.5
			82.4	91.8	88.5	85.4	85.3	86.7	4.1		
			83.4	83.2	81.4	81.0	84.9	82.8	1.9		
	1.0	A_4	87.1	80.1	93.1	89.2	85.5	87.0	5.5	87.4	4.6
			85.5	87.2	93.9	92.4	88.6	89.5	3.9		
			90.9	85.2	87.2	81.8	83.3	85.7	4.1		
	1.0	A_5	87.8	84.9	82.5	80.7	81.4	83.5	3.5	83.4	4.3
			77.9	80.9	84.7	85.8	82.9	82.4	3.8		
			83.9	91.1	77.2	85.2	84.0	84.3	5.9		
	3.0	之和计	86.6	84.7	87.1	85.7	83.8	85.6	1.4	85.3	2.4
			81.9	86.6	89.0	87.9	85.6	86.2	2.8		
			86.1	86.5	81.9	82.7	84.1	84.3	2.2		
8.0	2.0	A_1	91.6	90.2	87.4	92.9	98.7	92.1	4.5	90.6	6.3
			94.4	98.1	88.9	84.0	88.3	90.7	6.1		
			94.3	92.7	81.5	96.5	79.7	89.0	8.7		
	2.0	A_4	94.5	85.3	93.9	96.3	96.7	93.3	5.0	95.4	4.5
			93.6	101.3	97.5	103.2	93.9	97.9	4.4		
			97.1	90.7	98.9	96.3	91.8	95.0	3.7		
	2.0	A_5	102.7	80.3	78.6	84.4	83.9	86.0	11.2	85.6	7.6
			88.2	82.3	95.0	84.9	87.7	87.6	5.4		
			77.3	89.6	80.6	83.9	84.9	83.3	5.6		
	2.0	A_{13}	86.8	90.7	89.0	97.6	87.7	90.4	4.7	90.9	6.7
			81.1	98.4	89.9	97.7	82.9	90.0	8.9		
			94.6	95.6	99.9	83.9	87.5	92.3	7.0		
	8.0	之和计	93.9	86.6	87.2	92.8	91.8	90.5	3.3	90.6	2.9
			89.3	95.0	92.8	92.5	88.2	91.6	2.7		
			90.8	92.2	90.2	90.2	86.0	89.9	2.3		
20	5.0	A_1	82.4	80.5	94.6	93.3	81.4	86.4	8.0	89.4	6.0
			95.1	89.4	90.9	87.4	89.1	90.4	3.2		
			92.9	97.1	86.3	94.7	85.7	91.4	5.6		
	5.0	A_4	102.7	82.3	85.6	89.4	84.9	89.0	9.1	86.9	7.3
			81.2	85.3	85.0	84.9	79.7	83.2	3.1		
			89.6	83.2	95.1	94.2	80.3	88.5	7.4		
	5.0	A_5	87.0	91.1	88.2	92.2	90.7	89.8	2.4	90.7	4.5
			87.1	88.3	84.3	96.2	95.6	90.3	5.9		

			96.8	88.6	90.1	87.1	96.9	91.9	5.1		
	5.0	A_{13}	96.8	98.6	90.5	88.1	80.6	90.9	7.9	91.0	5.8
			96.3	85.2	89.2	89.0	96.1	91.1	5.4		
			89.4	97.9	84.7	91.8	90.7	90.9	5.3		
	20	之和计	92.2	88.1	89.7	90.8	84.4	89.0	3.0	89.5	2.4
			89.9	87.1	87.4	89.4	90.1	88.8	1.4		
			92.2	91.7	89.1	92.0	88.4	90.7	1.8		
100	8.9	A_1	96.7	95.7	94.5	89.8	94.3	94.2	2.8	92.3	5.8
			103.1	87.9	99.6	81.1	88.5	92.0	9.9		
			90.5	89.9	92.1	89.8	90.3	90.5	1.0		
	11	A_4	86.2	90.7	83.5	97.1	98.0	91.1	7.1	90.9	6.6
			96.8	98.4	90.9	78.2	95.7	92.0	8.9		
			95.7	87.2	89.5	90.3	85.6	89.7	4.3		
	48	A_5	87.2	99.8	88.8	95.6	98.1	93.9	6.0	93.0	5.3
			100.7	91.9	89.2	90.9	92.1	93.0	4.8		
			86.4	98.8	93.8	95.0	86.3	92.1	6.0		
	8.4	A_{13}	80.8	92.9	85.1	96.8	85.9	88.3	7.3	90.2	5.9
			90.5	89.5	89.3	98.0	99.4	93.3	5.3		
			84.1	91.1	92.7	90.6	85.7	88.8	4.2		
	76.3	之和计	87.5	97.3	88.3	95.3	96.3	92.9	4.5	92.3	4.1
			99.3	92.1	90.7	88.7	93.0	92.8	3.9		
			88.0	95.2	92.9	93.2	86.6	91.2	3.6		
2500	222.5	A_1	88.9	97.3	89.9	91.6	92.5	92.0	3.5	92.7	5.8
			87.5	91.1	98.3	86.2	85.4	89.7	5.9		
			93.1	102.6	93.9	102.1	89.4	96.2	6.1		
	275	A_4	102.3	100.4	100.1	97.0	92.2	98.4	4.0	94.0	7.5
			85.3	99.4	89.2	85.9	90.3	90.0	6.3		
			88.4	80.9	104.1	99.0	95.1	93.5	9.7		
	1200	A_5	100.9	102.3	96.0	84.3	94.6	95.6	7.4	94.2	6.4
			95.6	97.9	99.9	94.1	90.4	95.6	3.8		
			100.2	96.3	87.3	91.7	82.2	91.6	7.8		
	210	A_{13}	95.3	105.1	96.3	84.8	90.1	94.3	8.0	94.5	5.3
			96.9	86.7	92.2	93.6	96.1	93.1	4.4		
			93.4	96.5	92.8	97.1	100.1	96.0	3.1		
	1907.5	之和计	99.1	101.8	95.9	87.0	93.5	95.5	5.3	94.0	4.3
			93.3	96.1	97.3	91.9	90.4	93.8	2.7		
			96.9	94.8	91.1	94.6	86.9	92.9	3.8		

表21 高效液相色谱法鱼配合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	89.7	84.0	83.3	85.4	81.8	84.8	3.6	84.5	4.3
			81.0	81.6	90.7	89.8	78.0	84.2	6.7		
			84.6	84.0	87.6	81.4	84.7	84.5	2.6		
	1.0	A_4	87.0	92.5	90.0	84.9	85.0	87.9	3.8	85.2	4.4
			85.7	86.1	87.1	86.6	86.5	86.4	0.6		
			85.7	79.8	82.1	77.2	82.1	81.4	3.9		
	1.0	A_5	81.0	82.3	86.5	85.6	86.3	84.3	3.0	84.3	5.2
			83.7	83.1	90.0	82.8	78.5	83.6	4.9		
			91.4	77.0	88.0	78.6	89.4	84.9	7.8		
	3.0	之和计	85.9	86.3	86.6	85.3	84.4	85.7	0.9	84.7	5.2
			83.5	83.6	89.3	86.4	81.0	84.8	3.4		
			87.2	80.3	85.9	79.1	85.4	83.6	3.9		
8.0	2.0	A_1	97.0	93.5	82.7	84.1	88.7	89.2	6.8	90.4	6.0
			97.3	86.4	89.0	80.5	97.2	90.1	8.0		
			88.3	93.3	91.0	90.8	96.3	91.9	3.3		
	2.0	A_4	96.2	81.7	94.3	85.6	92.5	90.1	6.8	92.9	5.9
			94.1	94.4	87.6	91.3	91.8	91.9	3.0		
			96.1	91.9	91.2	101.6	102.9	96.7	5.6		
	2.0	A_5	84.5	95.3	93.9	86.3	96.7	91.3	6.1	95.4	5.4
			93.6	101.3	97.5	103.2	93.9	97.9	4.4		
			97.1	100.7	98.9	96.3	91.8	97.0	3.5		
	2.0	A_{13}	80.0	87.1	74.4	77.5	83.2	80.4	6.1	83.4	6.7
			90.8	79.0	89.7	75.3	88.6	84.7	8.3		
			87.6	78.2	89.0	83.9	87.1	85.1	5.1		
	8.0	之和计	89.4	89.4	86.3	83.4	90.3	87.8	2.9	90.5	3.2
			94.0	90.3	91.0	87.6	92.9	91.2	2.4		
			92.3	91.0	92.5	93.2	94.5	92.7	1.2		
20	5.0	A_1	91.0	90.0	80.6	94.0	84.7	88.1	6.0	87.9	6.1
			82.5	87.8	90.2	96.9	95.6	90.6	6.5		
			87.6	78.2	89.0	83.9	87.1	85.1	5.1		
	5.0	A_4	93.8	101.1	84.1	88.7	94.4	92.4	6.9	90.3	7.4
			95.6	96.0	98.6	86.9	87.5	92.9	5.8		
			85.7	90.7	84.7	75.2	92.0	85.6	7.8		
	5.0	A_5	87.2	78.9	83.6	82.0	94.5	85.2	7.0	87.0	5.7
			83.2	87.3	95.2	91.8	88.5	89.2	5.1		

			86.4	94.6	84.8	84.3	83.3	86.7	5.3		
	5.0	A_{13}	101.9	105.2	84.6	94.9	100.6	97.4	8.3	92.0	7.9
			86.3	88.9	91.2	80.3	93.1	88.0	5.6		
			85.2	98.8	94.4	91.2	84.2	90.7	6.8		
	20	之和计	93.5	93.8	83.2	89.9	93.6	90.8	4.5	89.4	3.8
			86.9	90.0	93.8	89.0	91.2	90.2	2.5		
			86.2	90.6	88.2	83.7	86.7	87.1	2.6		
100	8.9	A_1	99.6	95.5	94.1	95.0	88.4	94.5	4.2	94.7	3.9
			95.0	93.0	102.0	98.0	90.4	95.7	4.7		
			97.6	94.0	91.9	95.4	90.4	93.9	3.0		
	11	A_4	107.0	91.7	80.9	90.9	88.0	91.7	10.4	90.4	8.8
			89.9	82.3	99.8	84.7	83.8	88.1	8.1		
			81.2	90.5	86.4	96.9	102.3	91.5	9.1		
	48	A_5	97.1	101.1	83.3	99.4	97.4	95.7	7.4	92.1	7.8
			92.5	91.8	83.1	97.2	84.2	89.7	6.7		
			80.2	98.3	100.4	86.1	89.8	91.0	9.3		
	8.4	A_{13}	89.8	101.3	100.4	86.9	99.8	95.7	7.1	92.3	8.0
			81.2	95.9	87.7	97.0	102.2	92.8	9.0		
			82.2	83.4	91.7	98.1	86.8	88.4	7.4		
	76.3	之和计	98.0	99.1	86.1	96.3	95.3	95.0	4.9	92.2	5.1
			91.2	91.0	88.2	95.5	86.8	90.5	3.3		
			82.6	95.0	96.4	90.1	91.3	91.1	5.3		
250	22.25	A_1	78.2	92.6	86.5	93.5	88.4	87.8	6.9	88.7	5.7
			81.4	86.2	92.1	91.9	90.6	88.4	5.2		
			89.6	91.7	86.2	97.7	84.5	90.0	5.8		
	27.5	A_4	88.6	89.7	105.7	97.1	80.3	92.3	10.4	90.2	7.2
			80.3	85.3	85.5	92.7	92.1	87.2	6.0		
			89.3	91.8	95.9	87.3	92.2	91.3	3.5		
	120	A_5	86.4	95.2	94.9	99.1	87.8	92.7	5.8	92.5	7.3
			92.3	96.6	81.3	85.1	89.7	89.0	6.7		
			87.7	97.5	105.8	100.7	87.6	95.9	8.4		
	21	A_{13}	99.2	80.9	86.5	87.8	88.7	88.6	7.5	88.7	5.7
			84.2	84.8	85.8	89.9	91.4	87.2	3.7		
			90.5	85.5	90.2	99.0	86.0	90.2	6.0		
	190.75	之和计	87.2	92.5	94.6	96.9	86.9	91.6	4.3	91.3	5.1
			88.4	92.5	83.7	87.5	90.3	88.5	3.3		
			88.5	94.7	100.4	98.2	87.7	93.9	5.4		

表22 高效液相色谱法鱼预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	85.8	82.7	82.9	81.2	90.5	84.6	4.4	85.6	5.2
			93.3	91.8	79.7	90.1	83.6	87.7	6.6		
			86.5	80.1	88.4	85.7	81.4	84.4	4.2		
	1.0	A_4	85.3	89.7	89.8	87.7	82.8	87.1	3.5	85.7	4.4
			84.7	84.9	81.8	90.8	82.6	85.0	4.1		
			87.5	80.9	91.8	79.5	85.1	85.0	5.9		
	1.0	A_5	85.1	81.8	89.3	90.7	80.8	85.5	5.1	84.5	5.2
			83.1	80.8	76.1	85.7	86.1	82.4	5.0		
			78.4	86.6	86.6	91.4	84.3	85.5	5.5		
	3.0	之和计	85.4	84.7	87.3	86.5	84.7	85.7	1.2	85.2	2.8
			87.0	85.8	79.2	88.9	84.1	85.0	3.9		
			84.1	82.5	88.9	85.5	83.6	84.9	2.6		
8.0	2.0	A_1	97.9	97.4	91.0	94.4	88.9	93.9	4.2	92.5	6.0
			100.6	100.3	95.7	88.6	93.3	95.7	5.3		
			87.0	81.0	92.5	85.4	93.8	88.0	6.0		
	2.0	A_4	89.3	93.7	93.2	100.4	101.2	95.6	5.3	92.5	5.9
			89.5	99.8	86.7	93.9	91.2	92.2	5.4		
			92.7	96.1	92.3	84.5	83.0	89.7	6.3		
	2.0	A_5	104.9	88.3	84.9	97.3	82.6	91.6	10.1	91.2	6.9
			95.4	86.8	92.4	96.2	86.0	91.3	5.2		
			92.5	96.2	93.4	82.3	89.1	90.7	5.9		
	2.0	A_{13}	92.8	100.7	99.7	92.7	91.7	95.5	4.5	92.5	6.3
			95.9	81.6	88.5	90.8	93.5	90.1	6.1		
			91.0	104.7	89.5	87.4	87.6	92.1	7.9		
	8.0	之和计	96.2	95.0	92.2	96.2	91.1	94.1	2.2	92.2	3.2
			95.4	92.1	90.8	92.4	91.0	92.3	1.8		
			90.8	94.5	91.9	84.9	88.4	90.1	3.6		
20	5.0	A_1	83.0	97.3	86.8	103.9	89.4	92.1	9.2	93.0	6.8
			84.6	92.4	106.5	93.1	94.2	94.1	8.4		
			91.9	92.8	95.5	93.4	90.9	92.9	1.9		
	5.0	A_4	89.6	83.3	89.7	92.5	103.1	91.6	7.9	92.1	5.7
			97.6	94.7	87.4	86.8	92.4	91.8	5.1		
			92.0	96.2	95.5	85.2	95.4	92.9	4.9		
	5.0	A_5	90.3	99.5	96.1	98.2	96.8	96.2	3.7	95.0	4.7
			98.2	88.0	103.2	93.7	92.5	95.1	6.1		

			87.1	97.3	93.8	98.0	93.1	93.8	4.6		
	5.0	A_{13}	98.0	91.2	93.2	91.1	96.0	93.9	3.3	94.1	4.8
			100.8	92.2	92.5	96.9	102.6	97.0	4.9		
			89.6	98.0	90.2	85.8	92.9	91.3	4.9		
	20	之和计	90.2	92.8	91.5	96.4	96.3	93.4	2.7	93.6	2.5
			95.3	91.8	97.4	92.6	95.4	94.5	2.2		
			90.2	96.1	93.8	90.6	93.1	92.8	2.3		
100	8.9	A_1	83.7	88.7	77.6	80.5	87.5	83.6	5.5	86.8	6.5
			97.2	83.0	85.4	88.3	84.4	87.6	6.5		
			91.1	80.8	86.7	97.3	90.1	89.2	6.8		
	11	A_4	89.9	90.9	81.3	97.8	83.5	88.7	7.4	90.3	7.7
			80.7	99.8	98.2	96.5	83.3	91.7	9.8		
			92.9	79.8	95.9	93.1	91.0	90.5	6.9		
	48	A_5	96.0	89.9	88.3	95.3	87.8	91.4	4.3	93.0	6.1
			96.0	105.9	90.2	101.3	94.2	97.5	6.3		
			90.2	94.7	88.3	93.9	83.5	90.1	5.1		
	8.4	A_{13}	104.0	96.4	86.6	87.3	89.8	92.8	7.9	99.1	7.2
			101.2	98.9	109.4	104.7	100.6	103.0	4.1		
			93.2	101.1	101.2	108.6	104.0	101.6	5.5		
	76.3	之和计	94.6	90.6	85.9	93.1	87.4	90.3	3.6	92.6	4.5
			94.5	101.6	92.9	99.5	92.2	96.1	3.9		
			91.0	91.6	90.6	95.8	87.6	91.3	2.9		
2500	222.5	A_1	98.5	93.8	108.0	104.9	100.2	101.1	5.5	95.7	6.5
			91.3	93.3	92.3	89.7	89.4	91.2	1.8		
			86.4	93.4	98.9	102.8	93.4	95.0	6.6		
	275	A_4	105.2	94.0	100.2	81.1	92.1	94.5	9.7	94.1	7.9
			90.7	90.1	89.8	85.2	87.0	88.6	2.7		
			98.3	106.3	98.5	91.0	102.1	99.2	5.7		
	1200	A_5	77.1	89.0	93.8	92.3	88.0	88.0	7.4	87.5	6.1
			84.0	87.6	82.3	83.8	89.5	85.4	3.5		
			92.0	86.7	92.9	94.5	79.2	89.0	7.0		
	210	A_{13}	96.7	86.8	92.0	90.8	90.5	91.4	3.9	95.2	7.3
			91.4	93.9	80.3	102.6	100.4	93.7	9.4		
			107.9	102.6	96.0	99.2	96.5	100.4	4.9		
	1907.5	之和计	85.8	90.0	96.2	92.0	90.3	90.9	3.7	90.3	4.1
			86.6	89.3	84.3	86.8	90.3	87.5	2.4		
			94.0	92.1	94.7	95.5	86.1	92.5	3.7		

表23 高效液相色谱法牛预混合中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	83.1	80.4	95.1	85.9	86.6	86.2	6.4	86.8	5.8
			78.6	89.7	82.9	84.1	83.3	83.7	4.7		
			96.6	89.0	87.5	91.1	88.4	90.5	4.0		
	1.0	A_4	85.9	90.1	98.5	90.1	94.6	91.8	5.3	87.0	5.9
			80.3	84.7	88.3	92.3	83.7	85.9	5.3		
			84.0	83.5	85.1	81.8	82.6	83.4	1.5		
	1.0	A_5	82.9	90.3	88.3	87.4	93.1	88.4	4.3	86.7	5.0
			79.2	82.7	92.0	90.6	82.3	85.4	6.6		
			87.8	85.2	80.7	87.2	91.0	86.4	4.4		
	3.0	之和计	84.0	86.9	94.0	87.8	91.4	88.8	3.9	86.9	3.9
			79.4	85.7	87.7	89.0	83.1	85.0	4.0		
			89.5	85.9	84.4	86.7	87.3	86.8	1.9		
8.0	2.0	A_1	86.7	89.3	86.6	91.7	84.0	87.7	3.3	89.2	3.8
			85.0	93.6	86.9	92.0	85.3	88.6	4.5		
			89.2	89.3	92.9	94.4	91.5	91.5	2.5		
	2.0	A_4	82.9	87.6	89.6	91.4	94.4	89.2	4.8	94.0	11.3
			108.9	105.9	111.1	100.3	107.5	106.7	3.8		
			86.4	95.5	83.7	76.3	88.8	86.1	8.2		
	2.0	A_5	93.5	104.7	108.1	107.0	108.0	104.3	5.9	96.6	9.0
			92.5	106.4	100.6	88.9	99.3	97.5	7.1		
			90.0	85.0	86.5	92.7	85.4	87.9	3.8		
	2.0	A_{13}	104.2	99.3	94.9	94.2	92.5	97.0	4.9	98.5	4.5
			98.8	101.0	101.1	100.8	100.6	100.5	0.9		
			91.2	107.1	101.2	95.0	96.0	98.1	6.3		
	8.0	之和计	91.8	95.2	94.8	96.1	94.7	94.5	1.5	94.6	3.8
			96.3	101.7	99.9	95.5	98.2	98.3	2.3		
			89.2	94.2	91.1	89.6	90.4	90.9	2.0		
20	5.0	A_1	87.6	97.0	95.9	87.7	87.0	91.0	5.5	90.8	6.3
			81.3	81.6	93.0	93.5	88.3	87.5	6.8		
			93.8	90.3	95.9	101.8	87.8	93.9	5.7		
	5.0	A_4	105.5	87.6	90.2	105.4	90.9	95.9	9.2	93.3	7.5
			86.8	87.2	81.1	93.1	87.4	87.1	4.9		
			96.5	97.0	97.3	99.5	94.6	97.0	1.8		
	5.0	A_5	92.5	83.1	90.0	83.9	87.8	87.5	4.6	92.1	9.2

			84.0	92.3	83.9	93.3	84.5	87.6	5.4		
			101.9	97.1	112.7	102.4	92.1	101.2	7.6		
	5.0	A_{13}	85.7	89.0	101.4	96.6	88.6	92.3	7.1	94.6	6.5
			94.1	100.0	84.7	95.1	97.4	94.3	6.2		
			91.0	99.5	105.7	90.5	99.1	97.2	6.6		
	20	之和计	92.8	89.2	94.4	93.4	88.6	91.7	2.5	92.7	4.8
			86.6	90.3	85.7	93.8	89.4	89.2	3.2		
			95.8	96.0	102.9	98.6	93.4	97.3	3.3		
100	8.9	A_1	87.3	86.6	90.2	96.8	88.6	89.9	4.6	95.1	6.3
			90.2	97.4	97.1	104.7	95.8	97.0	5.3		
			107.6	99.1	94.0	95.7	94.9	98.3	5.7		
	11	A_4	97.9	97.2	101.5	85.9	86.9	93.9	7.5	91.7	6.4
			91.8	98.8	94.2	91.1	88.6	92.9	4.1		
			85.2	87.1	83.5	98.6	86.9	88.3	6.8		
	48	A_5	90.4	87.3	92.4	90.1	91.2	90.3	2.1	90.7	6.5
			85.9	105.1	94.8	96.5	87.4	93.9	8.2		
			92.4	84.1	91.8	91.4	79.5	87.8	6.6		
	8.4	A_{13}	100.6	89.8	97.3	89.8	77.7	91.0	9.7	89.6	5.9
			90.4	91.9	90.6	82.6	89.6	89.0	4.1		
			90.1	87.4	86.4	89.3	90.5	88.7	2.0		
	76.3	之和计	92.2	88.9	94.0	90.2	88.8	90.8	2.2	91.2	4.6
			87.7	101.8	94.5	95.1	88.8	93.6	5.4		
			92.9	86.6	90.3	92.7	83.6	89.2	4.1		
2500	222.5	A_1	104.7	106.1	102.7	109.4	102.6	105.1	2.7	97.9	7.8
			97.7	93.2	86.1	87.0	88.4	90.5	5.4		
			93.9	103.1	106.6	91.7	95.3	98.1	6.5		
	275	A_4	93.7	92.8	97.7	87.2	97.4	93.8	4.5	95.8	10.1
			89.4	90.7	90.4	86.6	78.5	87.1	5.8		
			102.7	98.1	113.2	112.1	106.8	106.6	6.0		
	1200	A_5	100.3	93.7	95.4	109.1	88.5	97.4	8.0	95.3	6.2
			98.8	88.3	95.7	96.2	98.9	95.6	4.5		
			87.4	91.2	94.1	90.3	101.4	92.9	5.7		
	210	A_{13}	81.2	85.7	95.6	100.0	90.6	90.6	8.3	90.7	7.0
			90.6	94.2	81.8	85.3	86.5	87.7	5.5		
			89.5	87.0	103.5	94.2	94.2	93.7	6.7		
	1907.5	之和计	97.8	94.1	96.6	105.0	91.7	97.0	4.6	95.2	4.2
			96.4	89.9	92.3	92.5	93.4	92.9	2.3		
			90.6	93.1	99.3	94.0	100.7	95.5	4.0		

表24 高效液相色谱法牛浓缩中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	86.9	82.9	82.6	91.0	86.8	86.0	4.0	87.3	6.4
			90.6	87.3	91.2	80.3	80.3	85.9	6.2		
			95.7	81.5	95.6	94.3	81.9	89.8	8.3		
	1.0	A_4	91.0	94.8	92.8	94.3	88.1	92.2	3.0	86.4	6.7
			77.1	92.6	85.5	76.9	84.3	83.3	7.9		
			83.7	82.2	87.4	82.3	82.9	83.7	2.6		
	1.0	A_5	85.6	85.8	81.6	86.7	88.1	85.6	2.8	86.4	3.4
			83.7	84.1	84.3	88.7	84.7	85.1	2.4		
			92.7	85.4	91.4	85.4	87.3	88.4	3.9		
	3.0	之和计	87.8	87.8	85.7	90.7	87.7	87.9	1.8	86.7	3.3
			83.8	88.0	87.0	82.0	83.1	84.8	2.7		
			90.7	83.0	91.5	87.3	84.0	87.3	3.9		
8.0	2.0	A_1	95.5	94.3	93.0	97.3	92.0	94.4	2.2	88.5	6.1
			82.8	86.2	82.5	87.1	82.5	84.2	2.7		
			82.8	81.4	92.4	87.7	89.5	86.8	5.3		
	2.0	A_4	98.9	85.2	99.6	98.0	88.5	94.0	7.1	93.2	8.7
			97.0	88.7	96.2	113.0	95.7	98.1	9.1		
			81.3	82.1	88.6	91.3	94.0	87.5	6.4		
	2.0	A_5	82.8	85.4	87.4	88.2	90.7	86.9	3.4	89.7	6.7
			102.1	89.7	96.2	93.1	93.4	94.9	4.9		
			89.4	83.7	92.3	93.9	77.7	87.4	7.6		
	2.0	A_{13}	100.7	84.6	97.1	103.3	92.7	95.7	7.7	94.2	6.6
			92.8	101.3	92.5	96.2	93.5	95.3	3.9		
			97.1	101.4	89.4	88.4	82.5	91.8	8.2		
	8.0	之和计	94.5	87.4	94.3	96.7	91.0	92.8	3.5	91.4	3.7
			93.7	91.5	91.9	97.4	91.3	93.2	2.5		
			87.7	87.2	90.7	90.3	85.9	88.4	2.1		
20	5.0	A_1	101.7	86.1	93.2	94.7	96.3	94.4	6.0	91.9	4.9
			92.5	88.2	93.3	90.7	82.8	89.5	4.7		
			88.5	93.3	90.9	95.3	90.3	91.7	2.9		
	5.0	A_4	95.8	88.8	99.1	94.7	100.3	95.7	4.7	90.4	7.1
			91.5	87.8	96.7	92.3	87.8	91.2	4.1		
			90.1	84.4	78.8	79.1	88.9	84.3	6.3		
	5.0	A_5	88.7	85.1	89.5	90.4	92.3	89.2	3.0	95.5	9.1

			91.7	91.7	86.6	96.6	90.6	91.4	3.9		
			102.2	108.4	110.5	96.8	111.5	105.9	5.9		
	5.0	A_{13}	88.0	88.4	87.4	87.0	94.7	89.1	3.6	90.5	7.1
			82.3	91.9	97.7	78.0	96.9	89.4	9.9		
			91.8	99.2	95.4	82.2	96.1	92.9	7.1		
	20	之和计	93.6	87.1	92.3	91.7	95.9	92.1	3.1	92.1	3.2
			89.5	89.9	93.6	89.4	89.5	90.4	1.8		
			93.2	96.3	93.9	88.4	96.7	93.7	3.2		
100	8.9	A_1	82.3	96.8	92.5	84.3	91.5	89.5	6.7	94.5	6.9
			100.0	97.4	87.4	101.2	103.3	97.9	6.4		
			99.1	95.1	87.7	97.9	100.6	96.1	5.3		
	11	A_4	86.0	99.7	90.2	88.7	90.6	91.0	5.7	89.6	7.7
			92.0	81.0	81.2	97.3	103.9	91.1	11.0		
			91.0	79.9	85.8	84.8	92.3	86.8	5.8		
	48	A_5	103.7	89.7	85.4	103.9	88.3	94.2	9.4	92.4	6.4
			94.0	94.9	95.2	89.5	92.8	93.3	2.5		
			84.3	95.3	86.0	93.8	89.4	89.8	5.3		
	8.4	A_{13}	82.4	95.8	90.7	89.0	81.4	87.9	6.8	88.9	5.2
			90.4	86.1	94.2	89.2	83.3	88.6	4.7		
			87.1	95.1	90.0	93.8	85.1	90.2	4.7		
	76.3	之和计	96.3	92.6	87.5	97.8	88.2	92.5	4.5	91.9	3.5
			94.0	92.2	92.2	92.0	94.6	93.0	1.2		
			87.3	93.0	86.6	93.0	90.7	90.1	3.0		
625	55.625	A_1	96.7	99.5	89.1	100.4	100.4	97.2	4.9	94.2	5.9
			90.9	98.4	89.8	92.7	98.0	94.0	4.3		
			88.1	88.5	103.4	91.2	85.7	91.4	7.7		
	68.75	A_4	96.9	81.3	94.3	100.5	94.5	93.5	7.8	89.4	10.4
			76.4	83.4	74.4	77.9	87.4	79.9	6.7		
			94.4	105.2	84.3	94.3	95.2	94.7	7.8		
	300	A_5	108.5	101.7	94.7	97.8	95.4	99.6	5.7	93.8	8.9
			85.0	97.4	91.7	77.7	103.1	91.0	11.0		
			95.0	97.3	94.2	87.9	80.2	90.9	7.6		
	52.5	A_{13}	93.4	79.5	85.7	91.8	94.9	89.1	7.2	89.8	7.2
			92.4	79.4	88.5	100.7	85.9	89.4	8.8		
			96.2	85.1	90.4	84.5	98.4	90.9	6.9		
	476.875	之和计	103.8	96.1	93.0	97.8	95.8	97.3	3.7	92.8	6.1
			85.3	93.5	88.6	82.0	98.3	89.5	6.5		
			94.2	96.1	93.4	88.8	85.0	91.5	4.4		

表25 高效液相色谱法鸭预混合中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	92.3	81.7	88.8	80.5	83.8	85.4	5.8	87.4	5.7
			81.3	84.1	85.5	90.7	83.6	85.0	4.1		
			89.6	94.7	90.5	87.7	96.4	91.8	4.0		
	1.0	A_4	90.9	99.8	88.2	89.6	90.4	91.8	5.0	87.6	4.9
			84.3	88.2	85.8	85.2	90.4	86.8	2.9		
			82.2	83.9	84.6	85.1	85.4	84.2	1.5		
	1.0	A_5	82.7	78.7	77.1	80.2	84.7	80.7	3.8	86.2	6.3
			88.5	92.5	85.0	87.0	90.8	88.8	3.4		
			93.2	89.9	80.0	90.5	92.2	89.2	5.9		
	3.0	之和计	88.6	86.7	84.7	83.4	86.3	85.9	2.1	87.1	2.4
			84.7	88.3	85.4	87.6	88.3	86.9	1.7		
			88.3	89.5	85.0	87.8	91.3	88.4	2.3		
8.0	2.0	A_1	89.4	88.0	89.9	87.2	96.3	90.2	4.0	88.0	5.
			76.2	84.1	87.0	88.4	89.2	85.0	6.2		
			92.2	88.1	88.7	97.3	89.2	91.1	4.2		
	2.0	A_4	93.1	91.9	90.7	85.9	99.2	92.2	5.2	92.0	7.8
			88.1	102.1	106.0	105.1	90.6	98.4	8.6		
			80.6	90.8	93.9	87.9	87.3	88.1	5.6		
	2.0	A_5	91.9	82.8	87.9	95.4	83.7	88.3	6.1	87.5	6.0
			82.0	88.5	87.1	84.9	101.4	88.8	8.4		
			84.0	87.3	86.4	83.1	85.5	85.3	2.0		
	2.0	A_{13}	92.5	84.1	87.7	85.7	83.5	86.7	4.2	91.4	7.3
			96.4	103.3	101.1	89.7	100.7	98.2	5.5		
			93.9	86.1	93.5	82.9	89.5	89.2	5.3		
	8.0	之和计	91.7	86.7	89.1	88.6	90.7	89.4	1.9	90.1	3.3
			85.7	94.5	95.3	92.0	95.5	92.6	4.0		
			87.7	88.1	90.6	87.8	87.9	88.4	1.2		
20	5.0	A_1	85.8	94.4	87.9	84.2	87.3	87.9	4.4	89.2	6.6
			84.5	93.6	93.9	78.2	86.3	87.3	7.6		
			101.3	85.8	95.0	93.6	86.3	92.4	7.0		
	5.0	A_4	78.4	78.7	86.7	78.6	86.0	81.7	5.2	84.6	5.5
			84.3	87.1	87.6	86.0	96.0	88.2	5.1		
			87.9	79.9	84.0	82.8	85.1	83.9	3.5		
	5.0	A_5	92.4	89.3	87.1	89.0	90.2	89.6	2.2	93.1	4.7

			94.5	90.8	95.0	85.3	95.3	92.2	4.6		
			101.0	96.9	96.8	95.4	97.7	97.6	2.1		
	5.0	A_{13}	85.8	84.1	88.9	98.2	92.4	89.9	6.3	89.5	7.0
			89.0	99.3	90.2	81.2	78.6	87.7	9.3		
			87.9	88.7	100.2	91.1	86.3	90.8	6.1		
	20	之和计	85.6	86.6	87.7	87.5	89.0	87.3	1.3	89.1	3.5
			88.1	92.7	91.7	82.7	89.1	88.9	3.9		
			94.5	87.8	94.0	90.7	88.9	91.2	2.9		
100	8.9	A_1	82.0	86.2	81.7	73.8	87.9	82.3	6.6	89.4	9.2
			101.0	88.3	83.1	98.8	101.7	94.6	8.9		
			91.7	87.4	95.1	98.9	83.8	91.4	6.6		
	11	A_4	93.8	84.2	96.8	83.8	91.3	90.0	6.4	89.0	7.4
			83.9	93.6	103.8	87.9	88.3	91.5	8.4		
			78.7	90.1	88.7	79.5	90.4	85.5	6.9		
	48	A_5	88.9	92.0	96.1	94.9	94.9	93.4	3.1	90.0	6.3
			88.7	95.3	87.5	74.2	82.6	85.7	9.2		
			92.5	89.5	88.0	92.2	92.1	90.9	2.2		
	8.4	A_{13}	78.8	83.5	88.0	90.9	76.6	83.6	7.2	87.2	6.1
			93.1	90.1	84.9	88.7	82.0	87.8	5.0		
			91.4	92.1	86.3	86.9	95.1	90.4	4.1		
	76.3	之和计	87.7	89.3	93.6	90.4	91.5	90.5	2.2	89.5	3.4
			89.9	93.7	89.1	80.6	85.6	87.8	5.0		
			90.3	89.6	88.7	90.6	91.2	90.1	1.0		
2500	222.5	A_1	100.6	88.8	110.4	107.7	94.9	100.5	8.9	90.7	11.2
			81.9	84.3	77.0	86.0	84.1	82.7	4.2		
			94.9	92.0	80.3	80.7	97.0	89.0	8.9		
	275	A_4	93.1	94.2	85.6	91.1	89.0	90.6	3.8	90.7	8.3
			81.1	82.0	82.5	89.4	80.7	83.1	4.3		
			103.9	90.7	103.2	95.4	98.2	98.3	5.6		
	1200	A_5	83.7	95.5	95.9	99.8	105.3	96.0	8.3	93.7	6.4
			95.0	96.3	94.1	95.2	91.3	94.4	2.0		
			100.8	89.6	87.9	83.4	91.7	90.7	7.1		
	210	A_{13}	92.7	101.4	96.9	87.1	84.4	92.5	7.5	87.9	7.7
			93.0	83.7	82.6	91.5	89.1	88.0	5.3		
			89.9	86.0	76.4	77.5	86.3	83.2	7.1		
	1907.5	之和计	88.0	95.2	96.2	98.1	99.4	95.4	4.2	92.3	4.8
			91.2	91.5	89.2	92.9	88.7	90.7	1.7		
			99.4	89.6	88.0	84.2	92.7	90.8	5.6		

表26 高效液相色谱法牛精料补充料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
3.0	1.0	A_1	80.6	90.1	93.9	89.2	85.7	87.9	5.7	87.0	6.7
			86.9	76.1	86.5	81.3	78.5	81.9	5.8		
			96.2	87.3	94.7	89.0	89.3	91.3	4.3		
	1.0	A_4	84.1	98.4	97.1	88.3	97.1	93.0	6.9	89.3	6.8
			88.4	93.8	80.1	88.2	80.2	86.1	6.9		
			94.3	86.1	90.5	91.8	81.7	88.9	5.6		
	1.0	A_5	84.8	89.8	84.4	82.5	78.1	83.9	5.0	85.1	4.9
			87.9	90.2	87.1	88.8	81.9	87.2	3.6		
			81.5	84.8	91.5	78.0	85.1	84.2	5.9		
	3.0	之和计	83.2	92.8	91.8	86.7	87.0	88.3	4.0	87.2	3.8
			87.7	86.7	84.6	86.1	80.2	85.1	3.1		
			90.7	86.1	92.2	86.3	85.4	88.1	3.1		
8.0	2.0	A_1	79.8	83.2	84.4	82.5	83.8	82.7	2.2	88.1	6.3
			83.4	90.7	91.3	90.0	96.9	90.5	5.3		
			83.3	90.6	91.6	92.3	97.6	91.1	5.6		
	2.0	A_4	87.0	89.2	80.2	86.0	92.5	87.0	5.2	88.6	5.8
			93.4	86.6	89.4	80.8	88.2	87.7	5.2		
			92.0	96.2	83.2	87.0	98.0	91.3	6.8		
	2.0	A_5	87.4	96.2	90.5	93.5	88.2	91.2	4.0	87.5	5.9
			85.3	83.2	97.2	81.8	87.5	87.0	7.0		
			82.8	87.0	87.0	85.2	79.1	84.2	4.0		
	2.0	A_{13}	87.0	93.1	92.6	84.8	85.4	88.6	4.5	91.4	5.2
			91.3	89.3	97.1	94.0	87.8	91.9	4.0		
			97.6	94.0	100.0	91.9	85.6	93.8	5.9		
	8.0	之和计	85.3	90.4	86.9	86.7	87.5	87.4	1.9	88.9	2.5
			88.4	87.5	93.8	86.7	90.1	89.3	2.8		
			88.9	92.0	90.5	89.1	90.1	90.1	1.2		
20	5.0	A_1	95.6	93.0	89.0	91.5	92.4	92.3	2.6	90.6	3.5
			84.8	89.4	94.7	88.3	87.2	88.9	4.1		
			94.2	88.8	92.4	91.4	87.0	90.8	3.2		
	5.0	A_4	90.0	96.0	86.2	83.9	93.3	89.9	5.5	88.0	6.7
			81.1	76.5	87.4	90.4	78.2	82.7	7.2		
			92.8	93.5	87.7	89.1	94.1	91.4	3.1		
	5.0	A_5	88.0	93.1	87.9	92.4	90.7	90.4	2.7	90.7	3.3
			87.5	89.3	94.4	91.4	95.7	91.7	3.7		

			84.5	88.7	90.8	92.4	93.3	89.9	3.9		
	5.0	A_{13}	97.3	90.0	95.2	91.3	92.7	93.3	3.2	91.5	3.0
			89.2	87.9	90.9	90.0	95.4	90.7	3.2		
			89.5	93.6	90.4	90.9	88.8	90.6	2.0		
	20	之和计	92.7	93.0	89.6	89.8	92.3	91.5	1.6	90.2	2.3
			85.7	85.8	91.9	90.0	89.1	88.5	2.7		
			90.3	91.2	90.3	91.0	90.8	90.7	0.4		
100	8.9	A_1	83.5	90.1	89.2	89.1	90.1	88.4	3.1	88.8	5.0
			87.0	90.2	96.4	79.5	84.3	87.5	7.3		
			90.3	88.8	86.1	96.5	90.7	90.5	4.2		
	11	A_4	87.4	95.3	97.7	101.1	95.4	95.4	5.3	89.9	6.7
			83.6	81.0	90.2	86.0	89.1	86.0	4.4		
			93.8	83.5	86.3	94.4	84.1	88.4	6.0		
	48	A_5	88.3	89.7	87.6	99.6	92.4	91.5	5.3	87.6	8.5
			92.5	88.3	93.1	99.0	89.9	92.6	4.4		
			80.7	76.9	82.1	76.6	77.2	78.7	3.2		
	8.4	A_{13}	93.0	91.2	88.7	100.8	93.3	93.4	4.8	91.9	4.6
			90.9	90.6	99.0	89.3	94.3	92.8	4.2		
			85.7	90.2	93.5	85.0	92.5	89.4	4.3		
	76.3	之和计	88.1	90.7	89.4	98.7	92.7	91.9	4.0	88.5	5.6
			90.4	87.7	93.7	93.8	89.6	91.0	2.6		
			84.3	80.7	84.4	82.4	81.5	82.7	1.8		
250	22.25	A_1	84.6	89.1	84.6	85.3	89.4	86.6	2.8	89.9	3.6
			91.1	87.1	92.6	92.8	93.0	91.3	2.7		
			94.0	91.9	93.6	89.8	89.9	91.8	2.2		
	27.5	A_4	89.3	82.3	93.3	96.7	89.4	90.2	6.0	88.4	5.4
			96.3	91.8	81.9	89.2	87.8	89.4	5.9		
			87.3	88.1	86.8	84.0	81.9	85.6	3.0		
	120	A_5	91.3	87.3	90.6	88.6	95.9	90.7	3.6	91.4	3.5
			95.1	91.8	93.4	89.3	94.2	92.8	2.5		
			90.7	91.3	84.6	96.3	91.1	90.8	4.6		
	21	A_{13}	83.5	89.7	92.8	93.4	93.8	90.6	4.8	89.3	4.2
			89.3	91.6	84.7	87.8	87.6	88.2	2.9		
			94.2	89.4	92.2	86.1	82.9	89.0	5.1		
	190.75	之和计	89.4	87.1	90.5	89.9	94.0	90.2	2.5	90.6	2.3
			94.2	91.2	90.7	89.5	92.4	91.6	1.7		
			91.0	90.7	86.8	92.6	88.7	90.0	2.2		

3.1.2 液相色谱串联质谱法

3.1.2.1 线性实验

准确移取适量混合标准中间溶液（10 mg/L），用甲醇稀释先配制浓度分别为0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L和5.0 mg/L标准系列溶液，然后分别准确移取各标准系列溶液10 μL，用空白基质溶液：超纯水（1:9，v/v）定容至1 mL，配制浓度分别为0.05 μg/L、0.1 μg/L、1.0 μg/L、5.0 μg/L、10 μg/L和50.0 μg/L标准系列基质匹配工作溶液，进行液相色谱串联质谱分析。

以吉他霉素基质匹配标准溶液浓度为横坐标，吉他霉素定量离子对色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，所得标准曲线方程见表27，说明吉他霉素在0.05~50.0 μg/L浓度范围内线性良好，能用于吉他霉素液相色谱串联质谱定量分析。

表27 吉他霉素不同饲料中的标准曲线方程、相关系数和基质标线与溶剂标线斜率比值

饲料种类	化合物	线性回归方程	相关系数 R^2	斜率比值
鸡浓缩饲料	A_1	y = 159887x+26554	0.9998	1.18
	A_4	y = 142005x-18933	0.9998	1.09
	A_5	y = 172326x+28750	0.9997	1.09
	A_{13}	y = 199221x+8361	0.9999	1.52
鸡配合饲料	A_1	y = 139464x+34539	0.9995	1.03
	A_4	y = 142478x+32523	0.9996	1.09
	A_5	y = 149745x+63707	0.9984	0.95
	A_{13}	y = 147880x+15617	0.9999	1.13
鸡预混合饲料	A_1	y = 150817x+26299	0.9997	1.11
	A_4	y = 147881x+34776	0.9995	1.13
	A_5	y = 150997x+47975	0.9989	0.95
	A_{13}	y = 132202x+26142	0.9997	1.01
牛浓缩饲料	A_1	y = 159149x+22727	0.9998	1.18
	A_4	y = 160406x+33744	0.9996	1.23
	A_5	y = 189852x+84649	0.9981	1.20
	A_{13}	y = 146563x+33630	0.9995	1.12
牛预混合饲料	A_1	y = 130122x+16230	0.9998	0.96
	A_4	y = 160406x+33744	0.9996	1.23
	A_5	y = 140745x+37708	0.9995	0.89
	A_{13}	y = 146563x+33630	0.9995	1.12
鸭预混合饲料	A_1	y = 158411x+57531	0.9989	1.17
	A_4	y = 190656x+86153	0.9980	1.46

	A_5	y = 152064x+36107	0.9995	0.96
	A_{13}	y = 147499x+41240	0.9993	1.13
鱼配合饲料	A_1	y = 156882x+61198	0.9985	1.16
	A_4	y = 152548x+26131	0.9998	1.17
	A_5	y = 174048x+29280	0.9997	1.10
	A_{13}	y = 150682x+32404	0.9996	1.16
鱼预混合饲料	A_1	y = 155610x+26907	0.9997	1.15
	A_4	y = 153544x+21405	0.9999	1.18
	A_5	y = 190821x+25218	0.9999	1.21
	A_{13}	y = 128286x+24265	0.9996	0.98
猪浓缩饲料	A_1	y = 176562x+16346	0.9999	1.30
	A_4	y = 173863x+25675	0.9998	1.33
	A_5	y = 189151x+88243	0.9981	1.19
	A_{13}	y = 127253x+30003	0.9995	0.98
猪配合饲料	A_1	y = 159996x+57060	0.9988	1.18
	A_4	y = 184044x+67130	0.9987	1.41
	A_5	y = 190495x+86240	0.9980	1.20
	A_{13}	y = 140116x+31818	0.9996	1.07
猪预混合饲料	A_1	y = 126113x+11329	0.9999	0.93
	A_4	y = 151723x+24354	0.9998	1.16
	A_5	y = 174269x+37613	0.9997	1.10
	A_{13}	y = 126797x+27223	0.9997	0.97
牛精料补充料	A_1	y = 156027x+62171	0.9983	1.15
	A_4	y = 163981x+86344	0.9971	1.26
	A_5	y = 186509x+59542	0.9992	1.18
	A_{13}	y = 126265x-1091	1.0000	0.97

3.1.2.2 检测限和定量限的确定

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。首先用LC-MS方法所测定的所有待测样品的保留时间小于或等于外标标准样品的保留时间的±2.5%；与基质匹配标准溶液相比，样品中待测组分的两个定性子离子的相对丰度比在许可的范围内。

各饲料基质标准溶液（0.10 μg/L）及0.01mg/kg添加样品的定量离子对信噪比详见表28，从表中可见在响应较低的一台仪器（waters Xevo TQ-S micro）上，0.01mg/kg添加浓度下饲料中的定量离子对信噪比均大于17，且定量离子对的信噪比均高于定性离

子对的信噪比，而在响应较高的另一台仪器（waters Xevo TQ-S）上，定量限添加浓度下所有添加样品中的定量离子对信噪比均大于100，同样定量离子对的信噪比均高于定性离子对的信噪比，同时经计算12种饲料中吉他霉素在0.010 mg/kg添加浓度下吉他霉素的相对离子丰度比最大偏差为15%，满足最大偏差小于20%的要求。因此，考虑到仪器之间存在的灵敏度差异，确定吉他霉素在各饲料中的定量限为0.01 mg/kg，检测限为0.003 mg/kg。

表 28 基质标准溶液和添加样品定量离子对的信噪比

饲料种类	化合物	0.1 μg/L 基质标准溶液信噪比		0.010 mg/kg 添加信噪比	
		waters Xevo TQ-S micro	waters Xevo TQ-S	waters Xevo TQ-S micro	waters Xevo TQ-S
猪配合饲料	A_1	20	84	38	167
	A_4	16	81	36	166
	A_5	13	75	28	137
	A_{13}	10	72	19	103
猪浓缩饲料	A_1	24	126	48	247
	A_4	26	131	52	268
	A_5	28	142	56	286
	A_{13}	18	93	36	187
猪预混合饲料	A_1	24	127	48	248
	A_4	26	136	52	261
	A_5	33	165	66	334
	A_{13}	18	93	36	188
鸡配合饲料	A_1	12	67	29	155
	A_4	19	93	41	197
	A_5	15	85	30	162
	A_{13}	12	66	28	154
鸡浓缩饲料	A_1	29	143	58	293
	A_4	22	115	44	226

	A_5	29	145	58	298
	A_{13}	16	86	32	167
鸡预混合饲料	A_1	28	141	56	288
	A_4	28	145	56	284
	A_5	33	165	66	331
	A_{13}	16	81	32	166
鱼配合饲料	A_1	31	155	62	315
	A_4	27	137	54	274
	A_5	33	169	66	331
	A_{13}	16	80	32	162
鱼预混合饲料	A_1	29	144	58	295
	A_4	26	131	52	269
	A_5	30	152	60	307
	A_{13}	17	82	34	174
牛预混合饲料	A_1	27	135	54	273
	A_4	21	105	42	215
	A_5	29	145	58	292
	A_{13}	15	72	30	151
牛浓缩饲料	A_1	27	138	54	271
	A_4	20	107	40	209
	A_5	31	155	62	314
	A_{13}	17	86	34	177
鸭预混合饲料	A_1	28	141	56	282
	A_4	21	104	42	212
	A_5	30	155	61	302
	A_{13}	15	76	38	153
牛精料补充料	A_1	18	76	30	147

	A_4	15	78	27	156
	A_5	12	67	21	117
	A_{13}	11	75	17	108

3.1.2.3 方法的回收率和重现性

3.1.2.3.1 空白样品的筛选和定义

所有空白样品同液相色谱法空白样品，在吉他霉素出峰处均无明显干扰（详见附图5-16）。

3.1.2.3.2 基质效应

同线性实验中的方法配制溶剂标准溶液和各空白饲料基质标准溶液，浓度均为0.05 μg/L、0.1 μg/L、1.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L和50.0 μg/L，进行液相色谱串联质谱分析，利用外标法绘制标准曲线，各基质标准曲线的斜率与溶液标准曲线的斜率之比在0.89~1.52之间（表27），差异较小。差异较小的原因是因为经过固相萃取柱净化加上稀释进样，基质效应影响相对较小。

3.2.3.3 添加回收率实验结果

添加回收实验每批次内同一浓度做5次平行实验，进行3次重复，其中低于100 mg/kg的样品用单标标准溶液添加，高于等于100 mg/kg的样品用吉他霉素混合标准品添加（吉他霉素混合标准品含量为A_1为8.9%，A_4为11%，A_5为48%，A_{13}为8.4%），回收实验中，当样品的上机液浓度超过回收率线性范围时，需根据测定浓度，用定容溶液（甲醇：纯水=10:90,v/v）进行稀释后重新测定，直至上机液浓度在标准曲线的线性范围内。具体添加浓度见表29。

表29 液相色谱串联质谱法饲料样品添加浓度汇总表

饲料种类	添加方式	总添加浓度mg/kg	4种化合物实际总添加浓度mg/kg	各化合物实际添加浓度			
				A_1	A_4	A_5	A_{13}
配合饲料、精料补充料	标准溶液添加	0.04	0.04	0.01	0.01	0.01	0.01
		0.8	0.8	0.2	0.2	0.2	0.2
		8	8	2	2	2	2
	原药添加	250	190.75	22.25	27.5	120	21
浓缩饲料	标准溶液添加	0.04	0.04	0.01	0.01	0.01	0.01
		0.8	0.8	0.2	0.2	0.2	0.2
		8	8	2	2	2	2

	原药添加	625	476.875	55.625	68.75	300	52.5
预混合饲料	标准溶液添加	0.04	0.04	0.01	0.01	0.01	0.01
		0.8	0.8	0.2	0.2	0.2	0.2
		40	40	10	10	10	10
	原药添加	2500	1907.5	222.5	275	1200	210

从回收率结果（表30～41）看出，12种饲料在0.040~2500 mg/kg总添加浓度范围内，回收率在76.6%~102.8%之间，批内平均回收率在81.2%~98.4%，批间平均回收率在85.6%~93.4%之间，批内RSD在0.4%~8.9%之间，批间RSD在1.7%~7.9%之间。由此可见回收率和精密度均在药物残留分析规定要求内，说明本方法能满足饲料中吉他霉素测定的需要。添加回收实验图谱详见附图5-16。

表30 液相色谱串联质谱法猪配合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	100.0	93.3	94.7	93.6	92.4	94.8	3.2	91.5	5.4
			94.5	87.3	94.0	87.4	82.9	89.2	5.5		
			90.9	84.9	97.7	93.9	85.6	90.6	6.0		
	0.01	A_4	90.7	90.7	89.5	96	86.5	90.7	3.8	90.8	7.4
			99.2	100.3	97.7	97.8	96.9	98.4	1.4		
			86.5	80.6	81.5	85.6	83.2	83.5	3.0		
	0.01	A_5	82.3	88.2	86	92.9	92.9	88.5	5.2	87.8	6.3
			98.8	91.7	90.8	86.9	93.2	92.3	4.7		
			80.3	82.2	79.9	83.1	87.7	82.6	3.8		
	0.01	A_{13}	93.4	95.2	92.3	94.5	85.5	92.2	4.2	89.3	5.3
			84.3	79.1	91.6	82.5	90.3	85.6	6.2		
			91.3	88.7	93.2	87.2	90.6	90.2	2.6		
	0.04	之和计	91.6	91.9	90.6	94.3	89.3	91.5	1.8	89.9	3.1
			94.2	89.6	93.5	88.7	90.8	91.4	2.4		
			87.3	84.1	88.1	87.5	86.8	86.8	1.6		
0.8	0.2	A_1	89.4	92.6	83	87.8	90.2	88.6	4	91.0	4.1
			92.7	93	85.9	87.6	91.5	90.1	3.6		
			93.3	95.8	96.5	90.6	94.9	94.2	2.5		
	0.2	A_4	86.2	87.4	78.9	89.2	89.5	86.2	5	88.8	4.8
			97.1	86	89.5	94.4	94.3	92.3	4.8		
			89.5	85.5	87.7	88.2	88.4	87.9	1.7		
	0.2	A_5	95.2	92.4	87.7	91.5	93.1	92	3	92.2	4.7

			93.2	93.8	82.7	96.3	85	90.2	6.6		
			97.6	91.6	96.2	97.2	90.1	94.5	3.6		
	0.2	A_{13}	91.6	84.5	91.9	87.6	82.5	87.6	4.8	89.8	3.9
			90.8	95.9	93.8	87.8	89.3	91.5	3.6		
			92.4	89.3	87.4	90	92	90.2	2.3		
	0.8	之和计	90.6	89.2	85.4	89.0	88.8	88.6	1.9	90.5	2.3
			93.5	92.2	88.0	91.5	90.0	91.0	2.1		
			93.2	90.6	92.0	91.5	91.4	91.7	0.9		
8	2	A_1	83.6	78.8	86.9	88.6	89.2	85.4	5	88.8	6.1
			85.8	90.4	95.2	89.7	99.5	92.1	5.8		
			95.6	92.4	82.7	84.6	89.6	89	6		
	2	A_4	91	98.6	92.9	82.5	91.5	91.3	6.3	89.5	5.9
			94	90.9	85.1	89.4	83.2	88.5	4.9		
			95.2	89.2	93.5	80.7	84.3	88.6	6.9		
	2	A_5	92.8	93.1	89.6	95.7	90	92.2	2.7	90.8	4.4
			82.7	89.6	86.7	92	85.9	87.4	4.1		
			87	91.5	92.7	96.7	95.9	92.8	4.2		
	2	A_{13}	81.9	87.3	82.9	86.9	87.3	85.3	3.1	87.7	4.9
			82.3	91.5	87	84.5	87.6	86.6	4		
			89.2	91	98.5	91.7	85.9	91.3	5.1		
	8	之和计	87.3	89.5	88.1	88.4	89.5	88.6	1.0	89.2	1.7
			86.2	90.6	88.5	88.9	89.1	88.7	1.6		
			91.8	91.0	91.9	88.4	88.9	90.4	1.6		
250	22.25	A_1	97.3	98.4	95.3	96.8	87.7	95.1	4.5	89.2	6.3
			88.4	84.8	85.6	83.9	87.7	86.1	2.2		
			82.8	84	92.3	90.9	82.1	86.4	5.6		
	27.5	A_4	86.6	91.4	88.8	89.4	93.9	90	3.1	89.5	3.4
			84.4	88.6	87.4	89.4	85.1	87	2.5		
			93.5	90.4	86.7	93.1	93.1	91.4	3.2		
	120	A_5	90.7	88.5	89.4	85.2	83.1	87.4	3.6	89.3	4.1
			89.3	93.2	91	92.7	91.2	91.5	1.7		
			94.4	89.1	88.7	81.2	91.6	89	5.5		
	21	A_{13}	89.3	84.9	87.3	93.4	84.3	87.8	4.2	90.4	6.7
			102.5	87.2	93.6	96.7	97.2	95.4	5.9		
			80.8	89.6	95.6	83.2	90.6	88	6.8		
	190.75	之和计	90.7	89.7	89.8	88.1	85.3	88.7	2.1	89.4	2.3
			89.9	90.9	90.1	91.6	90.6	90.6	0.7		
			91.4	88.7	89.6	84.3	90.6	88.9	2.8		

表31 液相色谱串联质谱法猪浓缩饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	89.8	87.8	92.2	86.9	94.1	90.2	3.3	88.0	3.0
			86.8	86.7	88.9	85.7	84.9	86.6	1.7		
			87.5	84.5	89.0	88.4	86.1	87.1	2.1		
	0.01	A_4	87.2	91.5	91.5	86.0	94.4	90.1	3.8	90.0	5.0
			97.9	88.2	85.2	96.6	94.0	92.4	5.9		
			89.8	82.7	88.6	92.6	84.5	87.6	4.6		
	0.01	A_5	92.1	84.0	83.5	85.1	90.3	87.0	4.5	89.0	4.4
			97.2	91.4	87.6	85.3	87.2	89.7	5.3		
			86.8	92.7	88.5	93.6	89.9	90.3	3.1		
	0.01	A_{13}	91.8	91.8	93.9	89.5	91.0	91.6	1.7	89.2	4.8
			80.9	85.9	89.5	82.6	89.0	85.6	4.4		
			83.5	90.7	89.0	95.3	93.9	90.5	5.1		
	0.04	之和计	90.2	88.8	90.3	86.9	92.5	89.7	2.1	89.1	2.0
			90.7	88.1	87.8	87.6	88.8	88.6	1.3		
			86.9	87.7	88.8	92.5	88.6	88.9	2.2		
0.8	0.2	A_1	95.3	92.6	94.4	90.4	96.3	93.8	2.5	93.0	4.6
			89.6	90.2	98.1	86.9	89.5	90.9	4.7		
			90.1	90.1	100.5	100.6	91.1	94.5	5.9		
	0.2	A_4	83.3	87.5	86.9	86.9	83.7	85.7	2.3	86.4	5.4
			81.5	94.8	88.7	91.8	93.5	90.1	5.9		
			85.2	77.2	81.9	87.4	85.6	83.5	4.8		
	0.2	A_5	85.7	87.5	88.2	81.1	88.4	86.2	3.5	90.9	5.2
			93.0	96.3	97.4	90.9	88.9	93.3	3.8		
			88.6	93.1	93.6	98.8	92.6	93.3	3.9		
	0.2	A_{13}	86.7	82.6	77.0	91.4	87.6	85.1	6.4	86.9	5.5
			79.3	85.4	93.0	91.9	89.5	87.8	6.4		
			84.8	83.6	88.7	90.7	91.1	87.8	3.9		
	0.8	之和计	87.8	87.6	86.6	87.5	89.0	87.7	0.9	89.3	3.0
			85.9	91.7	94.3	90.4	90.4	90.5	3.0		
			87.2	86.0	91.2	94.4	90.1	89.8	3.3		
8	2	A_1	90.6	81.9	94.0	84.6	83.3	86.9	6.0	88.8	5.8
			89.5	94.9	92.3	97.2	95.0	93.8	3.2		
			85.6	86.5	80.3	87.4	89.5	85.9	4.0		
	2	A_4	93.2	85.8	92.1	93.4	98.6	92.6	4.9	89.9	5.9

			94.8	95.0	87.1	88.7	93.5	91.8	4.0		
			83.8	80.8	91.8	87.5	81.7	85.1	5.3		
	2	A_5	91.9	90.4	94.9	90.9	87.6	91.1	2.9	88.6	4.8
			85.6	86.6	84	82.5	85.9	84.9	1.9		
			86.0	90.3	89.7	85.0	98.1	89.8	5.7		
	2	A_{13}	91.3	85.5	76.6	84.8	90.4	85.7	6.8	89.1	5.6
			89.0	90.1	84.7	94.0	97.6	91.1	5.4		
			92.0	87.6	88.7	94.0	90.7	90.6	2.8		
	8	之和计	91.8	85.9	89.4	88.4	90.0	89.1	2.2	89.1	2.3
			89.7	91.7	87.0	90.6	93.0	90.4	2.2		
			86.9	86.3	87.6	88.5	90.0	87.9	1.5		
625	55.625	A_1	93.8	90.4	92.9	86.4	89.6	90.6	3.2	86.9	5.7
			84.3	86.6	82.8	83.9	76.3	82.8	4.7		
			83.6	86.2	92.8	82	91.9	87.3	5.6		
	68.75	A_4	88.2	89.0	94.7	90.2	92.7	91.0	3.0	90.6	3.4
			90	92.8	85.6	85.8	91.4	89.1	3.7		
			92.9	90.4	87.5	91.8	96.2	91.8	3.5		
	300	A_5	81.4	85	84.1	88.5	95.7	86.9	6.3	89.2	4.9
			86.6	95.1	91.1	93.6	87.6	90.8	4.1		
			86.9	94.7	89.1	92.1	87.0	90.0	3.8		
	52.5	A_{13}	98.1	91	88	88.8	95.7	92.3	4.8	91.8	4.9
			98.3	97.1	93.8	94.5	92.3	95.2	2.6		
			89.6	92.2	82.9	85.8	89.4	88.0	4.1		
	476.875	之和计	85.7	86.9	87.1	88.5	94.6	88.6	3.6	89.4	2.9
			88.1	94.0	89.6	91.4	87.3	90.1	2.7		
			87.7	92.8	88.6	90.2	89.2	89.7	2.0		

表32 液相色谱串联质谱法猪预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	96.3	95.3	93.0	93.4	92.2	94.0	1.8	89.5	5.4
			92.3	82.8	92.0	86.9	79.8	86.8	6.4		
			89.1	91.7	87.5	88.1	82.6	87.8	3.8		
	0.01	A_4	91.3	95.3	88.3	86.9	90.8	90.5	3.6	90.5	5.0
			96.2	93.6	96.5	87.9	98.8	94.6	4.4		
			85.8	83.3	88.1	88.1	87.1	86.5	2.3		
	0.01	A_5	91.1	86.7	80.9	77.3	84.2	84.0	6.3	88.6	6.4
			90.5	94.9	85.0	92.4	88.8	90.3	4.1		
			88.0	85.9	89.5	95.3	98.8	91.5	5.9		
	0.01	A_{13}	98.6	94.2	98.1	100.5	98.4	98.0	2.3	89.4	7.7
			77.2	84.1	88.0	84.7	86.4	84.1	4.9		
			88.8	84.1	83.8	88.7	86.0	86.3	2.8		
	0.04	之和计	94.3	92.9	90.1	89.5	91.4	91.6	1.9	89.5	2.3
			89.1	88.9	90.4	88.0	88.5	89.0	0.9		
			87.9	86.3	87.2	90.1	88.6	88.0	1.5		
0.8	0.2	A_1	95.8	97.8	95.2	91.2	92.3	94.5	2.8	91.1	4.4
			91.7	85.6	88.8	90.3	85.8	88.4	3.1		
			91.2	93.7	94.5	83.8	88.2	90.3	4.8		
	0.2	A_4	78.4	87.5	87.3	85.4	85.1	84.7	4.4	87.2	5.5
			86.7	94.6	86.3	98.0	91.1	91.3	5.5		
			87.4	80.1	86.9	87.3	85.7	85.5	3.6		
	0.2	A_5	82.8	92.5	82.7	79.9	83.6	84.3	5.7	87.5	5.1
			90.1	83.9	89.8	83.3	87.4	86.9	3.7		
			91.5	90.9	89.3	95.2	89.2	91.2	2.7		
	0.2	A_{13}	93.3	95.1	97.4	87.8	87.1	92.1	4.9	88.1	5.7
			83.5	81.0	83.9	82.3	84.6	83.1	1.7		
			86.3	93.1	87.9	92.1	86.0	89.1	3.7		
	0.8	之和计	87.6	93.2	90.7	86.1	87.0	88.9	3.0	88.5	2.1
			88.0	86.3	87.2	88.5	87.2	87.4	0.9		
			89.1	89.5	89.7	89.6	87.3	89.0	1.0		
40	10	A_1	93.7	95.3	88.9	88.9	87.3	90.8	3.8	89.5	6.5
			101.7	92.3	97.3	87.1	86.0	92.9	7.2		
			88.9	87.0	85.2	78.5	84.1	84.7	4.6		
	10	A_4	97.3	87.7	94.4	92.5	86.6	91.7	4.9	91.9	4.6

			95.3	95.1	95.2	99.3	89.9	95	3.5		
			86.1	94.2	88.2	88	89.4	89.2	3.4		
	10	A_5	91.5	98.7	90.3	89.4	92.5	92.5	4.0	89.6	7.1
			83.6	87.1	83.1	82.4	78.4	82.9	3.8		
			95.3	84.7	90.5	97.2	99.0	93.3	6.2		
	10	A_{13}	88.3	83.5	85.5	84.1	83.3	84.9	2.4	86.7	3.7
			84.1	89.9	84.2	83.8	84	85.2	3.1		
			90.9	92.0	89.4	90.8	87.1	90.0	2.1		
	40	之和计	92.7	91.3	89.8	88.7	87.4	90.0	2.1	89.4	2.1
			91.2	91.1	90.0	88.2	84.6	89.0	2.8		
			90.3	89.5	88.3	88.6	89.9	89.3	0.9		
2500	222.5	A_1	86.1	92.2	95.8	88.3	91.5	90.8	4.1	86.6	6.4
			83.7	96.8	83.6	79.9	87.5	86.3	7.5		
			88.3	81.8	81.0	81.1	81.5	82.7	3.8		
	275	A_4	86.8	83.8	90.2	87.3	85.8	86.8	2.7	89.9	5.7
			88.1	88.5	83.1	87.1	92.4	87.8	3.8		
			90.0	90.0	98.6	99.9	97.1	95.1	5		
	1200	A_5	87	83.1	88.5	85.4	77.1	84.2	5.3	88.6	5.9
			83.9	89.5	89.7	88.9	85.9	87.6	2.9		
			92.5	91.7	94.5	93.5	98.1	94.1	2.6		
	210	A_{13}	91.1	84.9	89.7	80.1	84.6	86.1	5.1	88.0	5.1
			90.9	95.2	87.3	94	87.8	91	3.9		
			92.8	80.4	88.4	84.5	87.7	86.8	5.3		
	1907.5	之和计	87.3	84.5	89.7	85.4	80.9	85.6	3.4	88.5	4.0
			85.3	90.8	87.8	88.2	87.2	87.9	2.0		
			91.7	89.1	92.8	92.0	94.9	92.1	2.0		

表33 液相色谱串联质谱法鸡配合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	97.7	92.3	91.7	84.6	83.2	89.9	6.6	88.7	5.0
			82.1	83.7	89.6	83.8	90.6	86.0	4.5		
			90.7	89.1	90.6	92.8	88.3	90.3	1.9		
	0.01	A_4	89.5	83.2	93.3	97.2	93.5	91.3	5.8	89.6	5.8
			89.5	88.7	99.0	85.7	95.3	91.6	5.9		
			82.5	88.5	90.3	83.9	83.8	85.8	4.0		
	0.01	A_5	85.8	84.6	85.0	80.9	83.7	84.0	2.3	88.4	5.3
			94.6	92.1	90.6	88.2	84.0	89.9	4.5		
			91.9	91.6	92.1	96.6	85.0	91.4	4.5		
	0.01	A_{13}	84.2	92.7	80.2	80.9	92.5	86.1	7.1	85.7	5.3
			80.9	82.4	81.1	84.9	88.6	83.6	3.9		
			83.2	89.5	83.2	91.7	88.8	87.3	4.4		
	0.04	之和计	89.3	88.2	87.6	85.9	88.2	87.8	1.3	88.1	1.8
			86.8	86.7	90.1	85.7	89.6	87.8	2.0		
			87.1	89.7	89.1	91.3	86.5	88.7	2.0		
0.8	0.2	A_1	88.4	102.8	101.1	93.0	93.7	95.8	6.3	92.0	7.1
			85.3	88.1	84.5	90.7	82.6	86.2	3.7		
			83.0	97.4	97.3	96.8	95.8	94.1	6.6		
	0.2	A_4	81.7	89.5	81.9	87.6	87.3	85.6	4.2	87.5	5.7
			93.5	88.0	97.4	95.0	90.1	92.8	4.1		
			87.4	82.3	83.8	86.3	80.8	84.1	3.3		
	0.2	A_5	90.3	87.9	88.6	79.1	93.4	87.9	6.1	89.3	5.7
			91.5	89.5	87.3	82.1	81.3	86.3	5.2		
			96.6	90.3	95.2	92.9	92.9	93.6	2.6		
	0.2	A_{13}	85.4	91.8	88.6	90.1	79.8	87.1	5.4	87.1	5.5
			80.6	89.3	82.9	87.4	81.0	84.2	4.6		
			90.8	83.4	95.4	86.9	93.1	89.9	5.4		
	0.8	之和计	86.5	93.0	90.1	87.5	88.6	89.1	2.5	89.0	2.6
			87.7	88.7	88.0	88.8	83.8	87.4	2.1		
			89.5	88.4	92.9	90.7	90.7	90.4	1.7		
8	2	A_1	88.3	90.7	91.0	89.8	88.3	89.6	1.4	86.6	4.6
			81.3	90.6	89.5	90.1	83.1	86.9	5.0		
			77.9	83.8	83.5	85.5	86.3	83.4	3.9		
	2	A_4	84.7	93.0	89.0	85.8	83.9	87.3	4.3	89.7	5.8

			97.0	91.8	92.3	93.5	100.5	95.0	3.9		
			87.8	91.0	88.4	82.3	84.1	86.7	4.0		
	2	A_5	94.0	95.5	91.6	98.5	94.6	94.8	2.6	91.6	4.3
			86.3	88.4	92.3	83.9	93.1	88.8	4.4		
			92.9	94.6	89.2	93.1	86.7	91.3	3.6		
	2	A_{13}	84.1	81.6	88.0	80.4	80.0	82.8	4.0	86.4	5.7
			81.0	81.7	92.7	88.1	89.7	86.6	5.9		
			91.8	83.9	88.6	95.6	88.5	89.7	4.8		
	8	之和计	87.8	90.2	89.9	88.6	86.7	88.6	1.5	88.6	1.8
			86.4	88.1	91.7	88.9	91.6	89.3	2.3		
			87.6	88.3	87.4	89.1	86.4	87.8	1.0		
250	22.25	A_1	95.5	88.9	98.8	101.1	97.2	96.3	4.8	89.0	7.9
			85.6	85.0	86.7	86.7	88.5	86.5	1.5		
			83.1	80.6	94.1	75.9	86.9	84.1	8.2		
	27.5	A_4	91.6	86.3	90.5	95.9	96.3	92.1	4.5	93.0	3.8
			93.9	92.4	98.0	88.7	97.3	94.1	4.0		
			93.2	87.5	94.6	92.6	96.3	92.8	3.6		
	120	A_5	83.9	88.4	79.6	86.5	83.6	84.4	3.9	87.8	6.8
			83.7	86.8	89.9	87.0	79.6	85.4	4.6		
			99.2	91.6	92.8	99.0	85.6	93.6	6.1		
	21	A_{13}	86.9	84	92.7	95.4	86.7	89.1	5.3	89.2	4.9
			89.5	99.1	92.1	83.9	90.1	90.9	6.0		
			92.0	85.6	88.6	86.4	85.5	87.6	3.1		
	190.75	之和计	86.7	87.7	84.9	90.5	87.4	87.4	2.1	88.9	3.6
			86.0	88.8	90.9	86.9	84.3	87.4	2.6		
			95.7	89.1	92.7	94.0	87.3	91.8	3.4		

表34 液相色谱串联质谱法鸡浓缩饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	85.1	88.6	88.8	84.0	88.3	87.0	2.6	86.5	3.2
			90.1	85	85.1	83.3	89	86.5	3.4		
			86.7	87.3	85.9	90.2	80.4	86.1	4.2		
	0.01	A_4	93.7	91.9	93.0	88	86.8	90.7	3.4	92.0	4.6
			89.0	100.2	91.5	98.5	89.6	93.8	5.6		
			85.7	89.3	92.3	93.1	97.4	91.6	4.8		
	0.01	A_5	87.9	85.8	89.0	89.1	94.6	89.3	3.6	88.7	4.2
			92.9	85.3	89.0	83.5	87.5	87.6	4.1		
			82.1	93.1	88.6	94.1	88.4	89.3	5.3		
	0.01	A_{13}	83.4	88.3	91.0	88.6	95.3	89.3	4.9	87.8	4.8
			78.6	82.6	87.3	88.4	83.7	84.1	4.7		
			91.7	88.7	90.4	90.0	88.9	89.9	1.4		
	0.04	之和计	87.5	88.7	90.5	87.4	91.3	89.1	1.8	88.8	1.6
			87.7	88.3	88.2	88.4	87.5	88.0	0.4		
			86.6	89.6	89.3	91.9	88.8	89.2	1.9		
0.8	0.2	A_1	96.5	102.5	95.8	89.7	97.3	96.4	4.7	91.2	6.2
			84.0	83.7	84.9	86.7	93.7	86.6	4.8		
			86.2	94.2	86.6	92.1	93.4	90.5	4.2		
	0.2	A_4	93.4	92.4	81.4	88.4	90.8	89.3	5.4	88.8	4.8
			82.1	87.9	86.6	91.0	84.0	86.3	4.0		
			90.2	94.5	84.8	92.6	92.5	90.9	4.1		
	0.2	A_5	89.1	91.3	89.2	86.8	93.3	89.9	2.7	90.8	4.2
			93.1	82.4	88.4	93.8	94.4	90.4	5.6		
			92.9	87.2	98.4	90.5	90.5	91.9	4.5		
	0.2	A_{13}	91.1	87.2	90.5	84.7	91.2	88.9	3.2	89.3	3.8
			91.7	91.3	89.0	89.6	94.1	91.1	2.2		
			86.4	80.5	88.8	91.1	91.7	87.7	5.2		
	0.8	之和计	92.5	93.4	89.2	87.4	93.2	91.1	2.6	90.0	2.5
			87.7	86.3	87.2	90.3	91.6	88.6	2.3		
			88.9	89.1	89.7	91.6	92.0	90.3	1.4		
8	2	A_1	86.1	91.7	89.2	81.2	84.2	86.5	4.8	86.3	7.5
			96.2	94.9	82.7	97	90.6	92.3	6.4		
			80.6	83.4	80.7	77.2	79.5	80.3	2.8		
	2	A_4	84.7	88.5	95.4	85	94.4	89.6	5.7	90.4	5.8

			91.5	100.6	100	90.7	89.1	94.4	5.8		
			87.7	88.5	89.7	86.0	83.8	87.1	2.6		
	2	A_5	93.9	90.6	89.4	91.9	93.4	91.8	2.1	88.8	3.9
			90.0	85.0	86.2	91.3	86.2	87.7	3.1		
			88.3	86.4	81.6	86.2	91.5	86.8	4.1		
	2	A_{13}	93.6	89.2	80.5	86.1	84.3	86.7	5.7	87.8	5.2
			92.7	87.3	82.4	88.9	84.1	87.1	4.7		
			88.1	83.9	93.2	85.8	96.4	89.5	5.8		
	8	之和计	89.6	90.0	88.6	86.1	89.1	88.7	1.5	88.3	2.8
			92.6	92.0	87.8	92.0	87.5	90.4	2.5		
			86.2	85.6	86.3	83.8	87.8	85.9	1.5		
625	55.625	A_1	88.9	92.7	92.0	89.0	99.6	92.4	4.7	91.8	4.7
			97.6	94.7	97.0	86.0	83.2	91.7	7.2		
			89.6	91.9	92.0	90.6	91.6	91.1	1.1		
	68.75	A_4	81.5	85.7	88.8	92.9	86.2	87.0	4.8	87.4	4.1
			90.3	85.3	86.5	89.7	82.9	86.9	3.6		
			93.2	89.4	89.8	85.9	82.7	88.2	4.6		
	300	A_5	77.3	85.8	89.5	79.2	84.6	83.3	6.0	90.4	8.2
			93.0	90.6	94.8	82.2	90.1	90.1	5.4		
			94.1	101.9	97.6	101.1	94.1	97.8	3.8		
	52.5	A_{13}	84.0	89.5	83.3	90.7	80.5	85.6	5.1	88.5	4.8
			86.6	97.5	86.8	86.3	87.0	88.8	5.5		
			93.6	90.8	90.6	88.5	91.3	91.0	2.0		
	476.875	之和计	80.0	87.0	89.0	83.6	86.1	85.1	3.6	89.9	5.5
			92.4	91.1	93.0	84.2	87.9	89.7	3.7		
			93.4	97.7	95.1	96.3	91.9	94.9	2.2		

表35 液相色谱串联质谱法鸡预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	85.6	88.6	95.2	80.4	88.8	87.7	6.1	85.6	6.1
			80.8	82.0	83.1	82.8	77.1	81.2	3.0		
			88.7	81.8	89.8	84.3	94.7	87.9	5.7		
	0.01	A_4	95.7	86.6	90.7	90.3	83.8	89.4	5.0	89.8	4.4
			86.4	84.5	89.5	93.9	90.5	89.0	4.1		
			87.4	88.1	89.6	97.0	93.6	91.1	4.5		
	0.01	A_5	79.2	91.4	88.6	84.6	86.0	86.0	5.3	87.8	4.3
			88.9	85.5	86.3	88.7	85.1	86.9	2.1		
			91.1	90.3	85.6	92.8	93.5	90.7	3.4		
	0.01	A_{13}	84.9	85.0	95.5	95.0	97.4	91.6	6.7	90.0	5.2
			92.3	88.3	86.4	87.4	85.3	87.9	3.1		
			91.5	82.8	93.0	95.7	90.1	90.6	5.3		
	0.04	之和计	86.4	87.9	92.5	87.6	89.0	88.7	2.3	88.3	3.0
			87.1	85.1	86.3	88.2	84.5	86.2	1.5		
			89.7	85.8	89.5	92.5	93.0	90.1	2.9		
0.8	0.2	A_1	87.4	87.7	90.0	95.5	86.6	89.4	4.0	87.1	4.2
			81.2	84	86.1	82.7	90.2	84.8	4.1		
			83.5	85.4	91.0	88.0	86.5	86.9	3.3		
	0.2	A_4	87.3	85.2	91.8	87.1	81.9	86.7	4.2	87.6	5.5
			89.7	89.0	93.6	93.9	92.8	91.8	2.5		
			92.0	85.6	83.1	81.8	78.6	84.2	6.0		
	0.2	A_5	89.6	91.6	87.7	93.0	81.7	88.7	5.0	90.0	4.7
			87.2	96.7	87.1	92.8	86.5	90.1	5.0		
			87.6	94.3	91.1	97.1	86.7	91.4	4.8		
	0.2	A_{13}	92.5	93.5	91.8	96.1	85.6	91.9	4.2	88.5	4.6
			86.1	88.3	83	91.8	87.6	87.4	3.7		
			84.2	83.2	84.4	87.9	90.9	86.1	3.7		
	0.8	之和计	87.6	93.2	90.7	86.1	87.0	88.9	3.0	88.5	2.1
			88.0	86.3	87.2	88.5	87.2	87.4	0.9		
			89.1	89.5	89.7	89.6	87.3	89.0	1.0		
40	10	A_1	93.9	90.0	95.0	90.1	84.6	90.7	4.5	88.6	5.9
			87.1	85.0	92.9	98.6	87.7	90.3	6.1		
			92.1	81.3	81.4	82.3	86.6	84.7	5.5		
	10	A_4	83.8	93.6	89.4	79.9	85.1	86.4	6.1	88.6	5.0

			89.6	91.0	86.2	87.7	96.1	90.1	4.2		
			88.4	83.9	95.2	88.0	90.9	89.3	4.7		
	10	A_5	96.4	88.6	88.3	94.5	88.2	91.2	4.3	88.9	5.8
			86.6	74.6	87.3	86.6	85	84	6.3		
			94.5	88.6	92.7	91.6	90.6	91.6	2.4		
	10	A_{13}	84.5	88.0	88.2	80.9	81.1	84.5	4.2	86.0	5.1
			85.3	88.0	90.7	87.6	83.7	87.1	3.1		
			96.8	83.2	82.1	88.4	81	86.3	7.6		
	40	之和计	89.7	90.1	90.2	86.4	84.8	88.2	2.5	88.0	2.7
			87.2	84.7	89.3	90.1	88.1	87.9	2.1		
			93.0	84.3	87.9	87.6	87.3	88.0	3.2		
2500	222.5	A_1	82.5	88.7	90.8	95.8	94.5	90.5	5.8	88.9	4.4
			91.7	90.8	85.5	89.3	86.6	88.8	3.0		
			86.8	83.9	84.3	91.0	91.5	87.5	4.1		
	275	A_4	86.7	86.5	85.6	81.8	81.5	84.4	3.0	88.8	6.1
			93.9	89.2	87.9	81.2	88.9	88.2	5.2		
			87.0	98.3	92.2	96.3	95.7	93.9	4.7		
	1200	A_5	89.4	79.1	87.1	83.7	93.0	86.5	6.2	89.2	6.2
			95.9	80.5	94.4	87.8	85.9	88.9	7.1		
			96.7	89.5	96.7	88.8	90.2	92.4	4.3		
	210	A_{13}	84.9	96.5	87.2	88.6	93.7	90.2	5.3	88.6	7.1
			88.9	97.9	94.2	95.4	92.4	93.8	3.6		
			85.4	86.3	81.2	77.2	79.9	82.0	4.6		
	1907.5	之和计	87.7	83.2	87.3	85.4	91.6	87.0	3.2	89.1	3.6
			94.4	84.9	92.4	87.9	87.1	89.3	3.9		
			92.9	89.8	92.9	88.9	90.0	90.9	1.8		

表36 液相色谱中串联质谱法鱼配合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	94.0	86.8	89.4	83.4	97.2	90.2	6.1	91.6	3.9
			91.9	87.6	92.5	93.8	94.3	92.0	2.9		
			89.2	91.8	93.8	93.7	94.1	92.5	2.2		
	0.01	A_4	90.5	84.7	88.7	91.5	91.4	89.4	3.2	86.5	4.2
			80.1	82.4	86.0	86.2	81.4	83.2	3.3		
			83.9	89.5	86.4	89.2	86.1	87.0	2.7		
	0.01	A_5	87.5	82.1	91.2	86.7	86.9	86.9	3.7	89.7	4.9
			89.3	88.0	87.2	94.7	89.0	89.6	3.3		
			88.4	92.0	98.3	97.3	86.3	92.5	5.7		
	0.01	A_{13}	90.3	95.3	94.3	84.1	88.1	90.4	5.1	91.5	5.0
			93.0	93.1	87.8	89.2	91.2	90.9	2.6		
			98.4	83.6	89.5	98.1	96.1	93.1	6.9		
	0.04	之和计	90.6	87.2	90.9	86.4	90.9	89.2	2.2	89.8	2.2
			88.6	87.8	88.4	91.0	89.0	89.0	1.2		
			90.0	89.2	92.0	94.6	90.7	91.3	2.1		
0.8	0.2	A_1	81.7	93.5	89.7	87.6	88.0	88.1	4.8	88.8	4.4
			84.5	85.3	88.4	89.9	90.5	87.7	3.1		
			82.4	92.1	93.7	92.8	91.7	90.5	5.1		
	0.2	A_4	86.2	85.9	82.3	83.5	89.1	85.4	3.1	88.5	5.2
			95.7	94.1	92.7	91.9	91.0	93.1	2.0		
			91.5	81.1	83.4	87.1	91.4	86.9	5.4		
	0.2	A_5	87.3	88.0	87.2	87.9	85.9	87.3	1.0	87.9	5.9
			84.6	82.5	99.1	95.3	90	90.3	7.7		
			84.8	90.6	78.1	84.5	92.2	86.0	6.5		
	0.2	A_{13}	82.9	89.1	89.1	86.8	80.4	85.7	4.5	88.2	5.1
			92.0	89.0	94.0	84.0	87.2	89.2	4.4		
			83.1	96.1	88.6	94	86.8	89.7	5.9		
	0.8	之和计	84.5	89.1	87.1	86.5	85.9	86.6	1.7	88.3	2.7
			89.2	87.7	93.6	90.3	89.7	90.1	2.2		
			85.5	90.0	86.0	89.6	90.5	88.3	2.4		
8	2	A_1	91.0	92.0	99.2	85.6	90.1	91.6	5.4	90.1	4.9
			90.2	92.6	87.3	85.3	98.7	90.8	5.7		
			90.2	89.3	88.3	88.1	83.3	87.8	3.0		
	2	A_4	95.7	96.5	94.4	91.2	87.2	93.0	4.1	90.3	5.8

			86.5	86.0	81.8	93.5	82.0	86.0	5.5		
			91.4	93.4	90.5	99.1	86.0	92.1	5.2		
	2	A_5	90.3	93.0	90.3	90.8	89.1	90.7	1.6	88.8	5.3
			80.7	80.4	84.8	85.9	92.6	84.9	5.8		
			85.4	87.3	93.9	96.8	90.5	90.8	5.1		
	2	A_{13}	89.0	78.6	92.9	86.4	91.5	87.7	6.4	91.3	5.0
			94.6	92.0	88.6	93	91.6	92.0	2.4		
			96	97.1	89.5	95.5	93.1	94.2	3.2		
	8	之和计	91.5	90.0	94.2	88.5	89.5	90.7	2.2	90.1	2.6
			88.0	87.8	85.6	89.4	91.2	88.4	2.1		
			90.8	91.8	90.6	94.9	88.2	91.3	2.4		
250	22.25	A_1	89.6	79.1	85.0	83.1	87.3	84.8	4.7	86.4	5
			90.7	86.8	81.5	78.6	94.1	86.3	7.4		
			86.0	90.0	88.8	88.4	86.5	87.9	1.9		
	27.5	A_4	83.9	87.0	92.3	83.2	86.4	86.6	4.1	89.9	5.4
			85.2	92.9	84.6	96.7	98.7	91.6	7.1		
			92.4	89.9	91.1	88.5	95.8	91.5	3.0		
	120	A_5	85.4	95.3	89.1	87.0	96.4	90.6	5.5	91.6	4.8
			95.7	92.1	95.8	94.2	94.3	94.4	1.6		
			93.7	90.8	80.7	92.1	91.5	89.8	5.8		
	21	A_{13}	87.5	95.6	85.8	85.6	89.5	88.8	4.6	88.7	6.5
			84.4	99.4	94.7	94.1	90.5	92.6	6.0		
			87.8	76.6	85.0	83.3	90.4	84.6	6.2		
	190.75	之和计	85.9	92.2	88.7	85.8	93.1	89.1	3.4	90.4	3.4
			92.4	92.4	92.4	92.7	94.5	92.9	0.9		
			92.0	89.0	83.6	90.2	91.4	89.2	3.4		

表37 液相色谱串联质谱法鱼预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	88.6	91.1	94.1	85.0	85.4	88.8	4.3	88.3	3.8
			86.9	84.6	92.8	82.7	91.8	87.8	5.0		
			89.2	89.2	91.0	85.7	86.8	88.4	2.4		
	0.01	A_4	89.3	93.3	89.8	87.5	87.3	89.4	2.7	89.7	3.7
			90.4	87.2	86.4	93.2	91.9	89.8	3.3		
			91.5	82.0	91.4	94.9	89.3	89.8	5.4		
	0.01	A_5	84.0	91.1	83.7	86.8	86.2	86.4	3.4	90.1	5.1
			90.0	91.0	96.9	92.5	95.4	93.2	3.1		
			94.0	96.6	86.6	84.4	92.3	90.8	5.6		
	0.01	A_{13}	91.2	89.6	89.5	88.4	85.8	88.9	2.2	89.7	4.1
			87.8	94.7	84.3	93.7	87.4	89.6	5.0		
			91.7	85.5	88.2	98.0	90.2	90.7	5.2		
	0.04	之和计	88.3	91.3	89.3	86.9	86.2	88.4	2.0	89.5	1.7
			88.8	89.4	90.1	90.5	91.6	90.1	1.1		
			91.6	88.3	89.3	90.8	89.7	89.9	1.3		
0.8	0.2	A_1	89.1	94.7	91.4	93.9	91.2	92.1	2.4	90.0	4.0
			85.4	83.7	83.3	91.4	87.4	86.2	3.8		
			89.0	91.6	94.6	90.7	92.0	91.6	2.2		
	0.2	A_4	81.8	81.9	86.2	90.8	80.9	84.3	4.9	87.4	5.8
			94.8	86.3	87.9	88.2	79.2	87.3	6.4		
			96.1	91.1	86.8	86.5	92.1	90.5	4.4		
	0.2	A_5	86.0	92.5	91.8	86.2	96.3	90.6	4.9	89.8	4.4
			89.7	88.1	95.8	88.2	92.7	90.9	3.6		
			81.6	89.6	91.2	91.8	85.9	88.0	4.8		
	0.2	A_{13}	92.7	90.4	91.4	86.8	88.5	90.0	2.6	89.0	4.9
			83.8	79.1	87.4	95.2	90.1	87.1	7.0		
			95.4	85.0	90.9	86.3	92.0	89.9	4.7		
	0.8	之和计	87.4	89.9	90.2	89.4	89.2	89.2	1.1	89.0	1.9
			88.4	84.3	88.6	90.8	87.4	87.9	2.4		
			90.5	89.3	90.9	88.8	90.5	90.0	0.9		
40	10	A_1	92.7	89.4	92.6	86.8	98.4	92.0	4.7	90.7	5.7
			86.2	92.5	91.9	92.4	90.5	90.7	2.9		
			98.7	94.1	80.3	82.1	92.2	89.5	8.9		
	10	A_4	86.4	86.5	89.7	91.9	94.2	89.7	3.8	91.7	4

			95.9	92.6	87.8	96.0	92.7	93.0	3.6		
			95.7	94.7	86.6	89.8	95.0	92.4	4.3		
	10	A_5	93.8	97.2	99.1	97.9	91.4	95.9	3.3	90.8	6.5
			86.2	85.8	91.8	90.4	80.1	86.9	5.3		
			83.8	95.2	82.8	91.6	94.8	89.6	6.7		
	10	A_{13}	89.3	88.4	89	82.8	84.8	86.9	3.3	90.2	4.3
			96.6	92.5	91.9	89.5	90.9	92.3	2.9		
			93.3	90.6	97.2	88.3	87.6	91.4	4.3		
	40	之和计	90.6	90.4	92.6	89.9	92.2	91.1	1.2	90.9	2.1
			91.2	90.9	90.9	92.1	88.6	90.7	1.3		
			92.9	93.7	86.7	88.0	92.4	90.7	3.1		
2500	222.5	A_1	84.8	78.3	87.7	93.8	80.7	85.1	7.2	86.6	6
			88.8	91.6	79.5	80.4	95.5	87.2	8.0		
			88.6	86.4	88.8	84.9	88.9	87.5	2.0		
	275	A_4	90.3	93.1	93.3	91.7	92.6	92.2	1.3	93.4	3.6
			94.8	90.9	94.6	97.1	101.2	95.7	4.0		
			95.9	92.6	87.2	90.3	95.0	92.2	3.8		
	1200	A_5	86.8	91.2	82.8	85.6	88.8	87.0	3.7	88.8	4.4
			94.6	96.6	89.3	89.0	91.8	92.3	3.6		
			86.1	84.1	89.6	90.5	84.5	87	3.4		
	210	A_{13}	91.3	86.8	86.7	81.8	87.9	86.9	3.9	89.4	4.2
			93.0	93.3	92.8	91.0	92.7	92.6	1.0		
			86.2	90.1	94.7	84.7	88.3	88.8	4.4		
	1907.5	之和计	87.6	89.5	85.3	87.0	88.3	87.5	1.6	89.2	3.1
			93.8	94.8	89.3	89.4	93.7	92.2	2.6		
			87.8	86.3	89.7	89.2	86.9	88.0	1.5		

表38 液相色谱串联质谱法牛预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	88.8	87.1	82.5	85.6	84.2	85.6	2.9	88.9	4.5
			91.0	90.9	93.4	88.0	90.4	90.7	2.1		
			90.6	98.2	84.1	88.1	89.9	90.2	5.7		
	0.01	A_4	91.3	85.3	91.6	92.8	93.1	90.8	3.5	89.1	4.6
			88.5	86.2	89.4	81.8	85.9	86.4	3.4		
			96.1	93.9	85.4	90.0	84.9	90.1	5.5		
	0.01	A_5	86.6	87.6	88.0	95.8	91.8	90.0	4.2	92.4	4.3
			86.7	96.7	92.7	95.0	87.9	91.8	4.8		
			94.6	94.5	94.0	97.0	96.6	95.3	1.4		
	0.01	A_{13}	89.0	95.3	93.5	90.4	82.4	90.1	5.5	90.8	4.8
			90.3	87.0	85.6	87.5	89.4	88	2.1		
			95.5	95.0	95.7	96.9	88.3	94.3	3.6		
	0.04	之和计	88.9	88.8	88.9	91.2	87.9	89.1	1.2	90.3	2.4
			89.1	90.2	90.3	88.1	88.4	89.2	1.0		
			94.2	95.4	89.8	93.0	89.9	92.5	2.4		
0.8	0.2	A_1	92.1	90.8	89.5	91.6	92.0	91.2	1.2	90.7	3.2
			84.9	91.2	89.1	96.7	93.3	91.0	4.9		
			94.0	90.8	87.0	90.4	87.7	90.0	3.1		
	0.2	A_4	82.7	87.1	85.2	93.6	92.2	88.2	5.2	87.6	4.7
			90.6	87.3	83.3	80.4	92.3	86.8	5.7		
			90.1	82.3	90.4	89.1	87.0	87.8	3.8		
	0.2	A_5	83.8	99.9	93.0	94.6	94.5	93.2	6.3	90.8	5.9
			94.2	89.2	89.0	95.7	83.9	90.4	5.2		
			89.0	88.2	91.3	80.1	95.4	88.8	6.3		
	0.2	A_{13}	96.8	84.6	83.1	90.1	86.8	88.3	6.2	88.9	4.5
			90.6	82.5	87.6	86.6	88.0	87.1	3.4		
			90.1	91.3	88.1	93.3	93.7	91.3	2.5		
	0.8	之和计	88.9	90.6	87.7	92.5	91.4	90.2	1.9	89.5	1.7
			90.1	87.6	87.3	89.9	89.4	88.9	1.3		
			90.8	88.2	89.2	88.2	91.0	89.5	1.4		
40	10	A_1	95.3	91.2	100.1	92.6	100	95.8	4.3	92.2	5.0
			90.9	84.1	88.9	96.2	89.1	89.8	4.9		
			92.2	87.5	91.0	88.1	95.9	90.9	3.7		
	10	A_4	88.5	94.0	90.1	93.6	89.7	91.2	2.7	88.8	3.7

			89.3	88.4	89.2	81.9	84.4	86.6	3.8		
			90.6	85.8	88.0	86.1	91.7	88.4	3.0		
	10	A_5	93.3	89.8	90.4	86.3	94.1	90.8	3.4	89.1	3.5
			85.6	86.8	86.3	84.3	90.3	86.7	2.6		
			88.3	92.7	86.5	92.6	89.9	90.0	3.0		
	10	A_{13}	92.1	90.7	95.4	93.2	85.2	91.3	4.2	91.7	5.1
			91.0	99.3	86.2	97.6	88.3	92.5	6.2		
			95.5	91.0	82.5	92.6	95.1	91.3	5.8		
	40	之和计	92.3	91.4	94.0	91.4	92.3	92.3	1.0	90.5	2.2
			89.2	89.7	87.7	90.0	88.0	88.9	1.0		
			91.7	89.3	87.0	89.9	93.2	90.2	2.3		
2500	222.5	A_1	83.0	88.1	84.4	91.5	92.0	87.8	4.6	87.2	4.3
			81.2	87.7	89.2	88.5	92.8	87.9	4.8		
			85.9	85.5	84.5	91.7	82.5	86.0	4.0		
	275	A_4	94.5	84.5	88.5	90.6	91.2	89.9	4.1	92.8	3.9
			96.5	95.6	90.8	96.4	95.1	94.9	2.5		
			92.1	92.8	97.9	90.2	95.8	93.8	3.3		
	1200	A_5	85.2	86.7	87.1	85.4	93.6	87.6	3.9	90.9	5.1
			95.0	100.8	86.8	97.4	93.2	94.6	5.5		
			89.4	88.1	90.1	93.7	90.7	90.4	2.3		
	210	A_{13}	86.0	86.4	81.7	88.6	90.7	86.7	3.9	88.5	4.0
			91.6	88.2	94.9	94.5	89.9	91.8	3.2		
			87.6	88.1	83.7	86.8	89.4	87.1	2.4		
	1907.5	之和计	86.4	86.5	86.4	87.2	92.7	87.8	2.8	90.5	3.7
			93.2	97.1	88.5	95.9	93.1	93.6	3.2		
			89.2	88.5	89.9	92.2	90.3	90.0	1.4		

表39 液相色谱串联质谱法牛浓缩饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	81.7	79.1	87.0	89.6	82.0	83.9	5.1	87.6	5.1
			90.1	96.3	90.3	86.3	91.2	90.8	3.9		
			89.9	87.6	91.5	88.1	83.5	88.1	3.4		
	0.01	A_4	80.6	86.7	87.1	89.1	94.6	87.6	5.7	88.6	6.1
			85.4	92.0	78.3	84.9	90.6	86.2	6.3		
			96.9	97.5	91.7	87.4	86.8	92.1	5.5		
	0.01	A_5	81.2	91.0	91.1	93.1	86.9	88.7	5.3	88.7	5.4
			87.3	83.2	96.2	83.1	96.2	89.2	7.4		
			85.2	93.3	86.4	90.9	86.1	88.4	4.0		
	0.01	A_{13}	84.8	93.6	87.7	83.3	86.9	87.3	4.5	90.6	5.5
			85.5	87.7	89.4	96.3	86.8	89.1	4.8		
			94.4	95.9	99.6	94.4	92.7	95.4	2.7		
	0.04	之和计	82.1	87.6	88.2	88.8	87.6	86.9	2.8	88.9	3.0
			87.1	89.8	88.6	87.7	91.2	88.9	1.7		
			91.6	93.6	92.3	90.2	87.3	91.0	2.4		
0.8	0.2	A_1	80.8	93.1	89.7	87.5	89.1	88.0	5.2	89.3	4.6
			92.8	90.1	86.8	81.7	88.7	88.0	4.7		
			90.4	90.8	94.6	95.6	88.1	91.9	3.4		
	0.2	A_4	93.1	90.1	91.4	90.2	91.2	91.2	1.3	89.7	4.6
			85.8	89.5	82.4	84.0	84.8	85.3	3.1		
			98.1	92.7	89.8	94.0	87.9	92.5	4.3		
	0.2	A_5	90.9	87.3	89.5	92.7	93.5	90.8	2.7	89.1	3.4
			90.3	89.3	90.7	86.7	87.9	89.0	1.9		
			90.9	86.4	90.2	81.1	89.3	87.6	4.6		
	0.2	A_{13}	93.3	87.2	88.8	93.7	94.9	91.6	3.7	90.3	3.4
			88.5	90.2	88.8	87.4	89.9	89.0	1.3		
			93.6	85.8	95.8	89.0	88.2	90.5	4.5		
	0.8	之和计	89.5	89.4	89.9	91.0	92.2	90.4	1.2	89.6	2.3
			89.4	89.8	87.2	85.0	87.8	87.8	2.0		
			93.3	88.9	92.6	89.9	88.4	90.6	2.2		
8	2	A_1	86.1	82.6	92.0	80.4	90.2	86.3	5.7	88.1	5.6
			92.2	94.5	83.7	81.3	86.1	87.6	6.4		
			89.7	87.9	92.4	96.6	85.8	90.5	4.6		
	2	A_4	99.9	95.1	92.8	92.6	97.5	95.6	3.3	91.3	4.6

			88.5	84.6	89.0	90.0	95.5	89.5	4.4		
			87.7	90.3	88.9	88.5	88.1	88.7	1.1		
	2	A_5	96.3	90.8	93.1	88.1	93.5	92.4	3.3	86.9	6.9
			81.7	88.6	94.1	87.9	84.9	87.4	5.3		
			77.5	76.7	83.4	83.4	83.5	80.9	4.3		
	2	A_{13}	92.6	90.2	94.9	93.1	94.9	93.1	2.1	88.1	5.3
			83.9	84.3	84.8	85.8	89.5	85.7	2.6		
			80.0	88.9	81.7	86.0	90.4	85.4	5.3		
	8	之和计	93.7	89.7	93.2	88.6	94.0	91.8	2.4	88.6	3.3
			86.6	88.0	87.9	86.3	89.0	87.6	1.1		
			83.7	86.0	86.6	88.6	87.0	86.4	1.8		
625	55.625	A_1	94.6	79.5	84.0	88.0	77.6	84.7	8.1	89.9	6.6
			97.0	88.0	96.7	90.8	93.1	93.1	4.1		
			89.4	90.2	88.6	96.6	94.6	91.9	3.8		
	68.75	A_4	98.8	89.8	84.4	91.3	85.0	89.9	6.5	88.3	5.4
			91.9	86.6	89.9	86.9	91.8	89.4	2.9		
			81.6	80.8	86.6	86.0	93.4	85.7	5.9		
	300	A_5	83.2	91.4	96.1	93.4	93.4	91.5	5.4	91.6	5.5
			90.5	100.0	97.3	89.0	99.9	95.3	5.5		
			87.6	89.0	89.2	87.2	86.2	87.8	1.4		
	52.5	A_{13}	84.2	88.5	92.5	89.3	83.8	87.7	4.2	88.0	3.9
			86.2	84.0	86.3	88.1	93.3	87.6	4.0		
			89.1	82.5	90.3	92.7	89.6	88.8	4.3		
	476.875	之和计	86.9	89.5	92.6	92.0	89.3	90.1	2.3	90.5	3.4
			91.0	94.9	95.0	88.8	97.2	93.4	3.3		
			87.1	87.2	88.9	88.7	88.6	88.1	0.9		

表40 液相色谱串联质谱法鸭预混合饲料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	90.7	79.5	87.1	82.4	83.1	84.6	5.2	88.9	6.3
			98.4	92.0	99.4	91.2	94.4	95.1	3.9		
			88.7	89.2	84.9	86.1	86.8	87.1	2.1		
	0.01	A_4	88.6	92.6	90.6	83.3	88.0	88.6	3.9	88.7	4.8
			88.6	87.3	83.4	89.8	78.5	85.5	5.4		
			93.8	95.0	90.4	91.1	89.6	92.0	2.5		
	0.01	A_5	93.8	80.8	92.0	95.5	92.4	90.9	6.4	89.1	5.2
			89.7	86.1	86.1	88.7	92.0	88.5	2.8		
			79.8	88.5	91.7	93.8	86.1	88.0	6.2		
	0.01	A_{13}	88.4	87.6	80.3	84.7	92.9	86.8	5.4	90.5	6.5
			85.3	96.9	83.6	91.0	87.4	88.8	6.0		
			101.9	94.9	91.5	96.0	95.4	95.9	3.9		
	0.04	之和计	90.4	85.1	87.5	86.5	89.1	87.7	2.1	89.3	2.1
			90.5	90.6	88.1	90.2	88.1	89.5	1.3		
			91.1	91.9	89.6	91.8	89.5	90.8	1.1		
0.8	0.2	A_1	88.4	97.0	88.6	92.3	92.8	91.8	3.9	91.4	4.6
			92.4	81.0	87.8	98.1	94.6	90.8	7.3		
			91.2	93.7	88.8	90.4	93.3	91.5	2.2		
	0.2	A_4	84.0	85.4	92.4	84.1	86.3	86.4	4.0	88.3	4.4
			87.1	89.6	83.5	83.9	86.5	86.1	2.9		
			91.1	91.8	94.1	94.3	90.9	92.4	1.8		
	0.2	A_5	87.8	88.8	87.4	92.2	83.2	87.9	3.7	88.3	4.1
			89.1	94.5	88.0	85.9	93.4	90.2	4.0		
			88.3	86.2	91.7	85.5	81.8	86.7	4.2		
	0.2	A_{13}	93.9	85.0	89.6	89.7	91.9	90.0	3.7	90.1	4.0
			85.0	86.8	87.7	88.6	92.8	88.2	3.3		
			88.5	96	92.4	96.2	87.5	92.1	4.4		
	0.8	之和计	88.5	89.1	89.5	89.6	88.6	89.1	0.5	89.5	1.7
			88.4	88.0	86.8	89.1	91.8	88.8	1.9		
			89.8	91.9	91.8	91.6	88.4	90.7	1.5		
40	10	A_1	86.0	82.3	81.3	89.9	88.1	85.5	4.3	87.3	4.7
			93.6	84.4	92.2	87.9	86.1	88.8	4.4		
			84.7	92.3	82.0	86.5	92.7	87.6	5.4		
	10	A_4	92.6	96.0	93.8	93	91.5	93.4	1.8	91.4	4.7

			96.9	90.0	88.4	97.3	93.3	93.2	4.3		
			86.8	80.4	90.5	92.2	88.3	87.6	5.2		
	10	A_5	89.8	92.7	93.4	90.4	88.5	91.0	2.2	89.4	5.8
			87.5	84.7	98.0	91.2	97.4	91.8	6.4		
			90.4	85.5	76.9	87.4	86.8	85.4	5.9		
	10	A_{13}	90.7	94.6	93.9	99.2	88.8	93.4	4.3	90.9	4.9
			89.4	92.2	90.9	96.2	85.6	90.9	4.3		
			93.8	83.7	90.8	89.6	83.5	88.3	5.1		
	40	之和计	89.8	91.4	90.6	93.1	89.2	90.8	1.5	89.7	2.7
			91.9	87.8	92.4	93.2	90.6	91.2	2.1		
			88.9	85.5	85.1	88.9	87.8	87.2	1.9		
2500	222.5	A_1	82.1	85.6	92.7	87.8	93.9	88.4	5.6	88.4	3.9
			85.5	90.3	89.5	89.8	88.5	88.7	2.2		
			90.5	84.7	86.1	85.2	93.2	87.9	4.2		
	275	A_4	90.2	87.5	91.2	91.6	89.7	90.0	1.8	89.8	3.3
			87.7	86.2	91.1	84.8	92.2	88.4	3.6		
			88.1	92.8	92.3	95.4	86.1	90.9	4.1		
	1200	A_5	88.9	90.5	86.5	89.1	90.3	89.1	1.8	90.2	4.7
			95.8	94.1	96.3	87.4	95.8	93.9	4.0		
			85.2	90.2	80.7	90.8	90.7	87.5	5.1		
	210	A_{13}	87.4	80.4	85.9	87.4	90.9	86.4	4.4	89.8	5.6
			88.1	96.4	84.7	90.2	93.6	90.6	5.1		
			91.7	93.6	92.8	99.3	84.2	92.3	5.9		
	1907.5	之和计	88.1	88.4	87.8	89.1	90.7	88.8	1.2	89.8	3.0
			92.6	92.8	93.5	87.6	94.2	92.1	2.5		
			87.0	90.3	84.3	91.7	89.6	88.6	3.0		

表41 液相色谱串联质谱法牛精料补充料中吉他霉素添加回收率测定结果

总添加浓度 mg/kg	实际添加浓度（mg/kg）	化合物	回收率（%）					批内平均回收率（%）	批内 RSD (n=5，%)	批间平均回收率（%）	批间 RSD (n=5，%)
			1	2	3	4	5				
0.04	0.01	A_1	86.6	82.0	87.7	88.4	82.6	85.5	3.5	89.1	5.4
			92.9	90.0	92.7	97.7	89.8	92.6	3.4		
			85.0	88.3	89.9	97.8	84.4	89.1	6.0		
	0.01	A_4	95.7	91.6	88.8	82.7	88.7	89.5	5.3	88.3	4.3
			81.9	89.0	86.5	89.8	90.8	87.6	4.1		
			91.0	87.4	85.3	91.2	83.5	87.7	3.9		
	0.01	A_5	93.5	88.6	87.2	87.7	89.0	89.2	2.8	88.8	4.1
			83.1	89.6	89.8	95.3	92.3	90.0	5.0		
			90.1	88.0	86.0	81.3	90.0	87.1	4.2		
	0.01	A_{13}	83.0	86.0	91.6	93.9	82.6	87.4	5.8	89.0	7.1
			90.5	83.3	80.2	81.3	87.9	84.6	5.2		
			90.1	102.2	94.4	91.7	96.2	94.9	5.0		
	0.04	之和计	89.7	87.1	88.8	88.2	85.7	87.9	1.6	88.8	1.8
			87.1	88.0	87.3	91.0	90.2	88.7	1.8		
			89.1	91.5	88.9	90.5	88.5	89.7	1.3		
0.8	0.2	A_1	87.1	85.4	90.3	90.7	93.8	89.5	3.7	90.4	3.3
			85.3	90.1	92.3	91.5	88.9	89.6	3.1		
			89.7	91.6	92.0	96.6	90.1	92.0	3.0		
	0.2	A_4	89.5	93.3	89.1	92.5	80.4	89	5.8	88.0	6.6
			87.3	77.5	86.5	80.6	81.2	82.6	5.0		
			97.0	92.8	90.5	94.0	88.4	92.5	3.6		
	0.2	A_5	86.7	88.5	93.6	94.1	96.9	92.0	4.6	88.6	6.1
			93.0	91.9	88	83.8	86.3	88.6	4.3		
			79.3	88.9	90.5	77.4	90.4	85.3	7.5		
	0.2	A_{13}	94.7	88.1	85.8	89.6	99.3	91.5	6.0	89.4	4.9
			82.1	85.4	90.1	89.7	92.8	88	4.8		
			86.1	88.7	92	91.6	84.8	88.6	3.6		
	0.8	之和计	89.5	88.8	89.7	91.7	92.6	90.5	1.6	89.1	2.1
			86.9	86.2	89.2	86.4	87.3	87.2	1.2		
			88.0	90.5	91.3	89.9	88.4	89.6	1.4		
8	2	A_1	81.5	80.8	91.3	83	86.5	84.6	5.1	86.6	4.6
			85.0	82.6	91.5	90.0	90.9	88.0	4.5		
			85.5	82.7	91.8	90.2	85.9	87.2	4.3		
	2	A_4	86.4	95.1	91.7	95.1	88.3	91.3	4.3	88.5	5.2

			85.6	81.6	90.0	91.0	95.2	88.7	5.9		
			91.0	82.6	85.3	82.9	86.3	85.6	4.0		
	2	A_5	94.2	93.4	93.9	92.3	84.5	91.7	4.4	89.9	5.7
			94.9	99.1	92.7	86.9	88.3	92.4	5.4		
			82.5	90.7	89.5	82.7	83.2	85.7	4.7		
	2	A_{13}	87.1	90.1	87.0	86.6	82.4	86.6	3.2	87.4	3.4
			91.1	84.1	92.9	85.6	89.0	88.5	4.2		
			84.9	85.6	90.9	89.2	84.5	87.0	3.3		
	8	之和计	87.3	89.9	91.0	89.3	85.4	88.6	2.2	88.1	2.5
			89.2	86.9	91.8	88.4	90.9	89.4	2.0		
			86.0	85.4	89.4	86.3	85.0	86.4	1.8		
250	22.25	A_1	83.1	83.1	86.1	86.3	84.8	84.7	1.8	89.1	5.0
			93.3	92.7	95.2	96.6	89.9	93.5	2.7		
			91.5	93.4	88.5	85.2	86.9	89.1	3.8		
	27.5	A_4	90.2	87.0	87.9	86.4	92.0	88.7	2.6	87.0	3.2
			84.4	85.9	87.5	86.6	92.8	87.4	3.7		
			87.0	84.0	83.6	84.0	85.1	84.7	1.6		
	120	A_5	89.8	84.5	87.5	89.2	81.7	86.5	3.9	91.4	6.1
			99.8	92.2	97.4	97.1	94.3	96.2	3.1		
			82.4	91.4	92.7	95.9	95.3	91.5	5.9		
	21	A_{13}	86.4	91.8	95.6	89.4	82.6	89.2	5.6	90.3	4.7
			85.7	90.2	89.0	91.6	94.8	90.3	3.7		
			90.6	84.5	98.1	91.5	92.0	91.3	5.3		
	190.75	之和计	88.7	85.5	88.3	88.5	83.6	86.9	2.3	90.4	4.0
			95.3	91.1	94.8	94.9	93.6	93.9	1.6		
			85.0	89.8	91.5	92.5	92.5	90.3	3.1		

3.2 综述报告

《饲料中吉他霉素的测定》建立了配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料和精料补充料中吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}的液相色谱串联质谱测定方法和液相色谱测定方法，试样中吉他霉素经乙腈提取，增强型脂肪去除固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱仪/液相色谱仪检测，外标法定量。

方法开发过程中对提取条件、净化条件、液质/液相仪器条件、定量方法等分别进行了研究，并进行了添加回收验证。结果主要内容如下：

提取条件主要对比研究了乙腈、氨水乙腈、乙酸乙腈及甲醇对不同饲料中不同添加浓度下的提取效率，以及提取体积、提取次数等对提取效率的影响。结果显示，采用乙腈振荡提取1次，提取体积分别为配合饲料和精料补充料为20 mL，浓缩饲料和复合预混合饲料为10 mL，提取效率较高。

净化条件的研究中比较了QuEChERS（PSA-C18吸附剂规格100 mg+100 mg、Z-Sep吸附剂）和固相萃取方法（Prime HLB、中性氧化铝和Agilent EMR小柱）对鸡配合饲料、鸡浓缩饲料及鸡复合预混合饲料的净化效果，结果表明吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}在Z-Sep吸附剂，PSA-C18吸附剂和中性氧化铝小柱中均有部分吸附，不适合用来净化乙腈提取液中的吉他霉素。进一步研究发现，甲醇可以将吸附在EMR和Prime HLB小柱上的吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}完全洗脱下来。除了A5在鸡配合饲料中Prime HLB小柱净化回收率稍高于EMR，吉他霉素A_1、A_4、A_5和A_{13}在鸡配合饲料、鸡浓缩饲料及鸡复合预混合饲料中EMR净化的回收率高于Prime HLB。确定采用EMR柱净化法。

分别对液相色谱条件和质谱条件进行了研究，最终确定液相法检测波长为238 nm，流动相为0.1 mol/L乙酸铵溶液和甲醇，采用等度淋洗；液质法中因考虑到灵敏度等因素采用了不同的梯度洗脱条件进行色谱分离，流动相为10 mmol/L甲酸铵溶液和乙腈，采用多重反应监测方式进行检测。

对于定量方法，液相法采用了常规的外标法进行定量，而液质法则对比了外标法、和基质匹配外标法2种定量方法。结果显示，不同饲料基质对目标化合物存在基质增强或基质减弱的影响。因此，综合考虑方法可靠性因素后决定液相色谱串联质谱法采用基质匹配外标法定量。

除此之外，在标准主要内容确定过程中，对标准溶液储藏稳定性等也进行了研究。通过稳定性试验确定了标准储备液，混合标准储备液和混合标准中间液的有效期限分别为3个月，2个月和1个月。

标准主要内容确定后，首先通过添加回收试验对本方法的可靠性进行了验证。结果显示，液相法中，吉他霉素A_1、吉他霉素A_4和吉他霉素A_5在0.5-100 mg/L浓度范围内线性良好，吉他霉素A_{13}在1.0-100 mg/L浓度范围内线性良好，12种饲料在3.0~2500 mg/kg总添加浓度范围内，回收率和精密度均符合分析要求，回收率在73.4%~113.2%之间，批内平均回收率在78.7%~106.7%之间，批间平均回收率在80.8%~98.5%之间，

批内RSD在0.6%~13.9%之间，批间RSD在3.0%~11.3%之间。液相法的吉他霉素A_{13}定量限为2.0 mg/kg，检测限为1.0 mg/kg，吉他霉素A_1、吉他霉素A_4和吉他霉素A_5定量限为1.0 mg/kg，检测限为0.5 mg/kg。液质法中，吉他霉素在0.05~50.0 μg/L浓度范围内线性良好，12种饲料在0.040~2500 mg/kg总添加浓度范围内，回收率在76.6%~102.8%之间，批内平均回收率在81.2%~98.4%，批间平均回收率在85.6%~93.4%之间，批内RSD在0.4%~8.9%之间，批间RSD在1.7%~7.9%之间。不管是以单个化合物计还是以和计，批内批间RSD均小于15%，结合3家不同实验室的验证，高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法中，吉他霉素A_1、吉他霉素A_4、吉他霉素A_5和吉他霉素A_{13}，以及吉他霉素A_1、吉他霉素A_4、吉他霉素A_5和吉他霉素A_{13}之和的最大批内批间RSD分别为13.9%和12.3%，因此最终确定在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的15%。说明回收率和精密度均符合分析要求。液质法定量限和检测限分别为0.01 mg/kg和0.003 mg/kg。综合上述结果可见，本方法可靠，能满足饲料中吉他霉素测定的需要。

总之，《饲料中吉他霉素的测定》方法简便、可靠，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吉他霉素A_1、吉他霉素A_4、吉他霉素A_5和吉他霉素A_{13}的测定。

3.3 技术经济论证

无。

3.4 预期经济效果

为饲料中吉他霉素的合理使用和风险监控提供技术支撑。本标准对前处理过程进行了优化，可大幅度提高吉他霉素的分析效率。本标准有助于强化监管饲料中吉他霉素的违规使用，直接保证了畜禽产品的安全，保障了人民的健康，满足了人们对于“吃的健康”的需求。同时，本标准还为饲料生产者提供技术服务，保障其生产饲料符合要求，避免因不达标遭受损失，提高生产者的经济效益。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

无。

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

本方法标准在制定过程中，未采用国际标准。

六、与有关法律、法规的关系

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。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。

目前我国已建立了食品中的吉他霉素分析方法有：《GB/T 22941-2008 蜂蜜中林可霉素、红霉素、螺旋霉素、替米考星、泰乐霉素、交沙霉素、吉他霉素、竹桃霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》《GB/T 22946-2008 蜂王浆和蜂王浆冻干粉中林可霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、螺旋霉素、克林霉素、吉他霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》《GB/T 22964-2008 河豚鱼、鳗鱼中林可霉素、竹桃霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、螺旋霉素、吉他霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》和《GB 31660.1-2019 食品安全国家标准 水产品中大环内酯类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》，未制定饲料中吉他霉素的测定方法，因此难以满足生产上需要，因此急需要制定该标准。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

在方法研究和征求意见稿形成过程中，暂无重大分歧。

八、涉及专利的有关说明

未涉及专利。

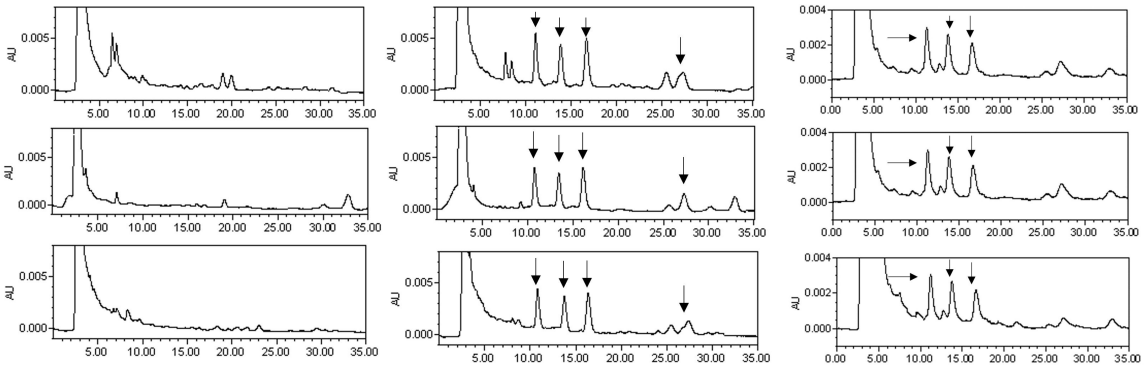
九、贯彻国家标准的要求和措施建议

待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工作。

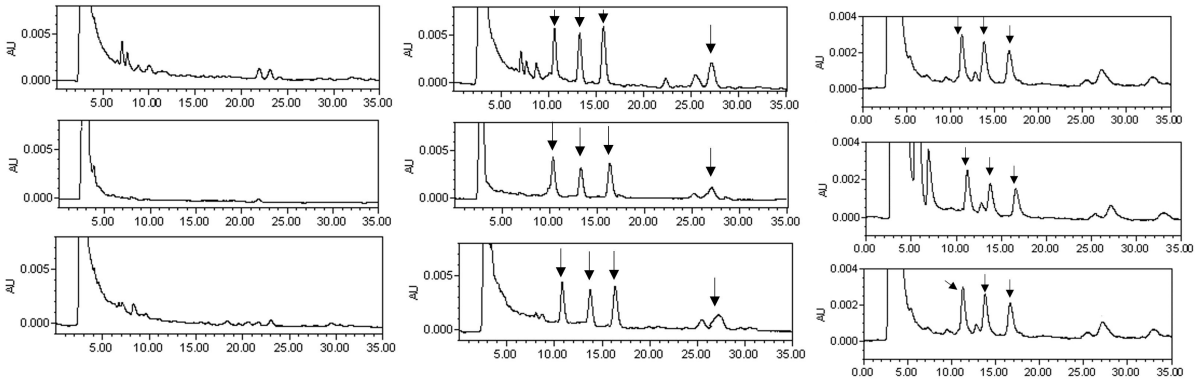
十、其他应予说明的事项

无。

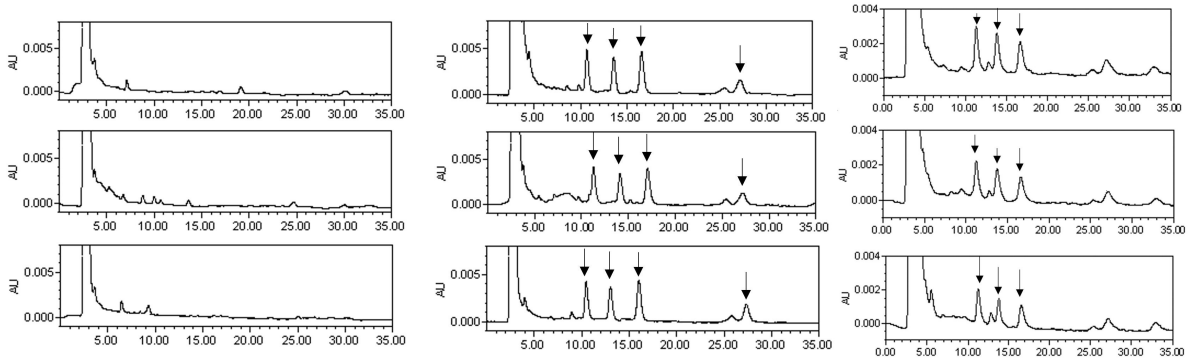
附图



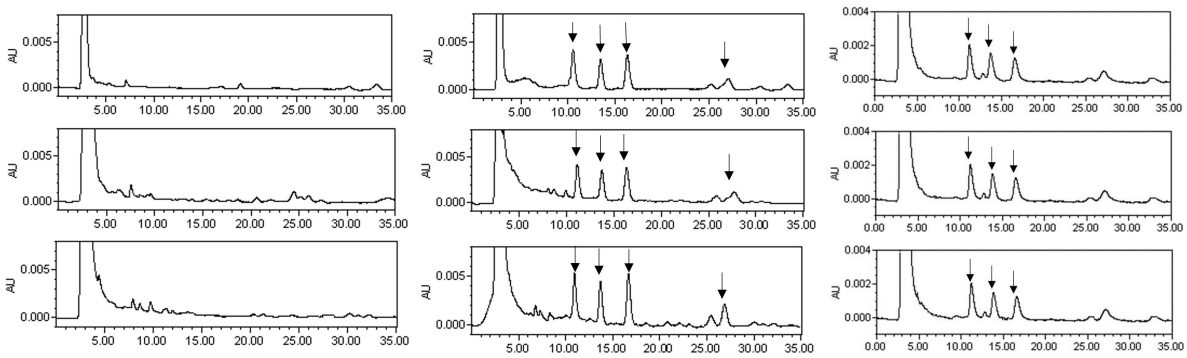
附图1 猪配合、预混合、浓缩饲料（自上而下）空白样品(左)，添加样品（2.0 mg/kg，中）和添加样品（1.0 mg/kg，右）高效液相色谱图



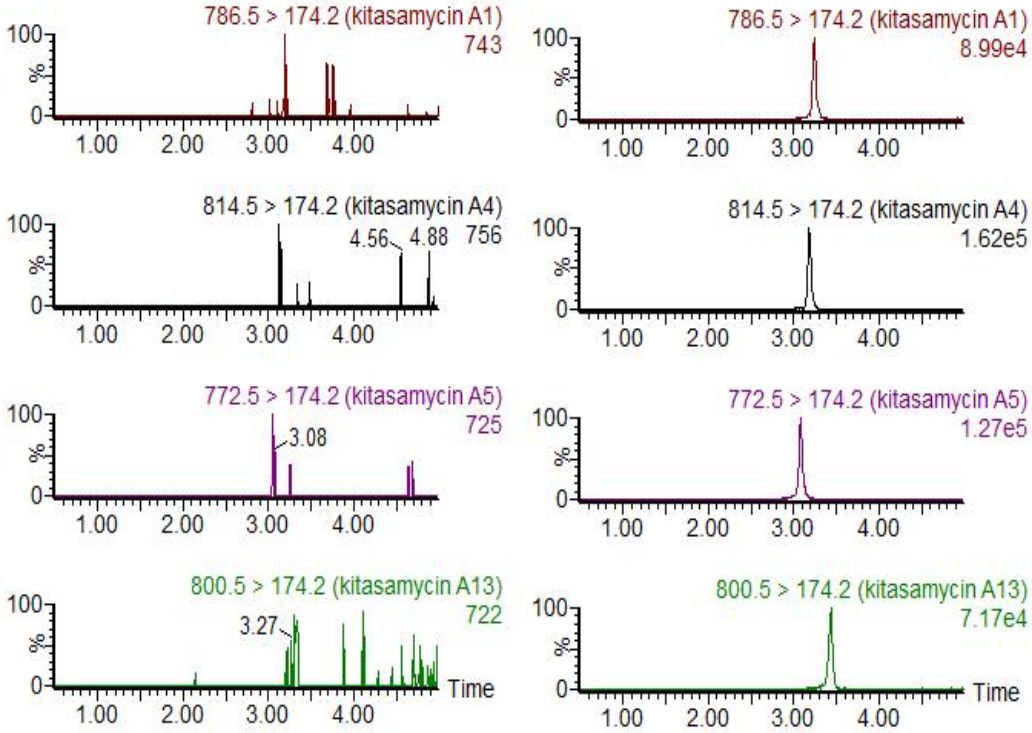
附图2 鸡配合、预混合、浓缩饲料（自上而下）空白样品(左)，添加样品（2.0 mg/kg，中）和添加样品（1.0 mg/kg，右）高效液相色谱图



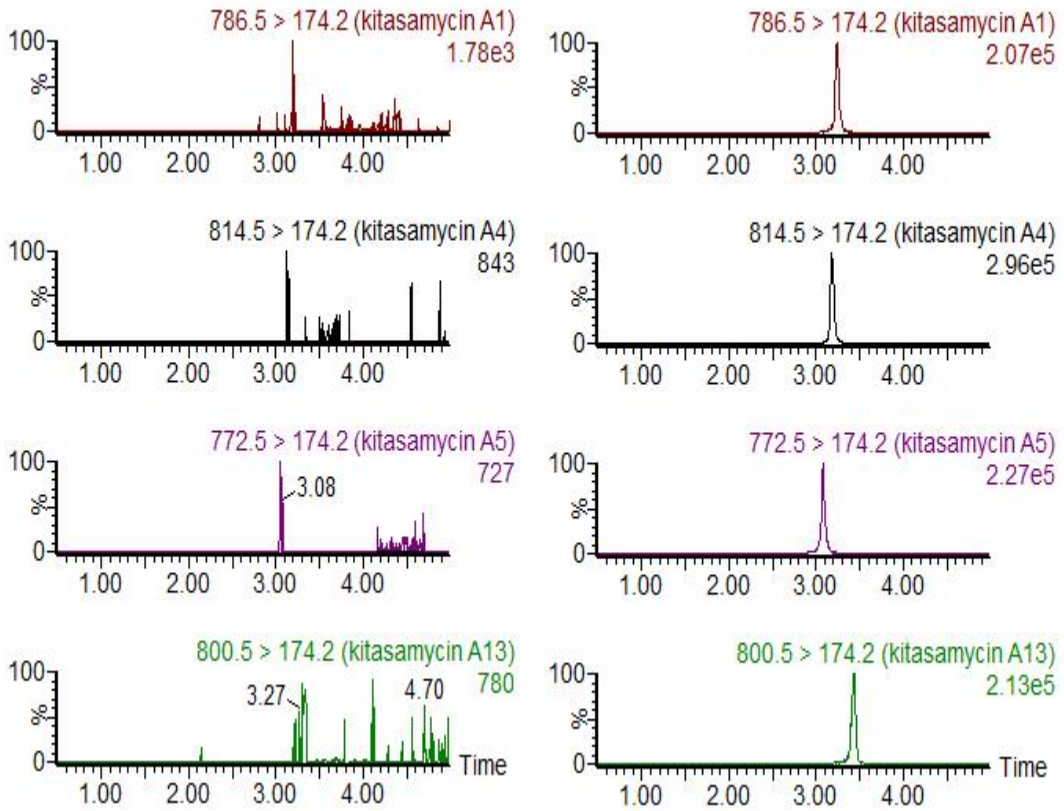
附图3 鱼配合、预混合、鸭预混合饲料（自上而下）空白样品(左)，添加样品（2.0 mg/kg，中）和添加样品（1.0 mg/kg，右）高效液相色谱图



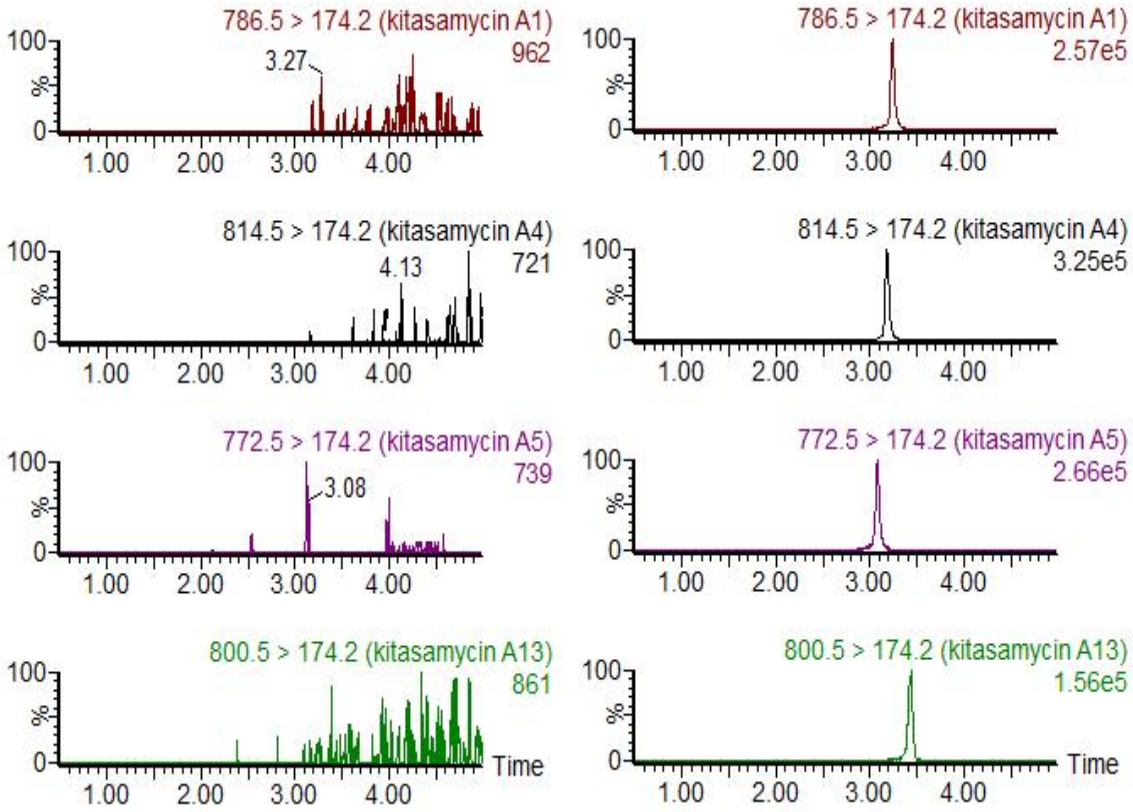
附图4 牛预混合、浓缩饲料、精料补充料（自上而下）空白样品(左)，添加样品（2.0 mg/kg，中）和添加样品（1.0 mg/kg，右）高效液相色谱图



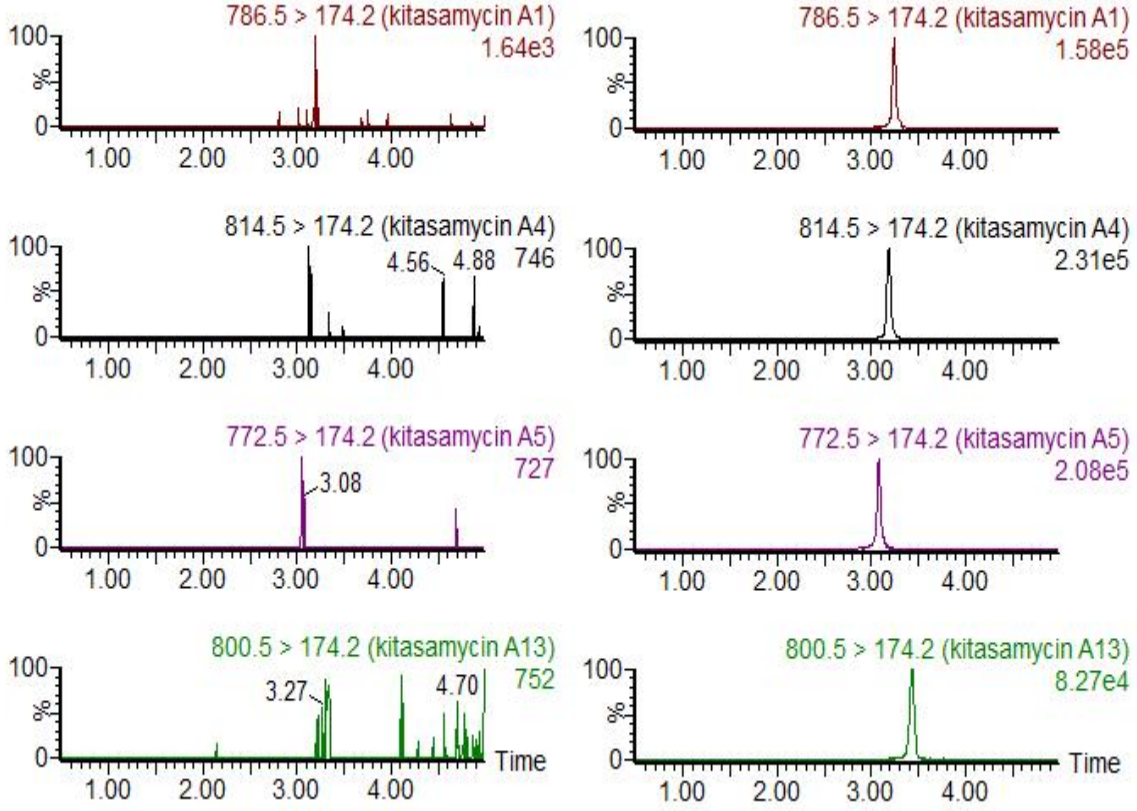
附图5 猪配合饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



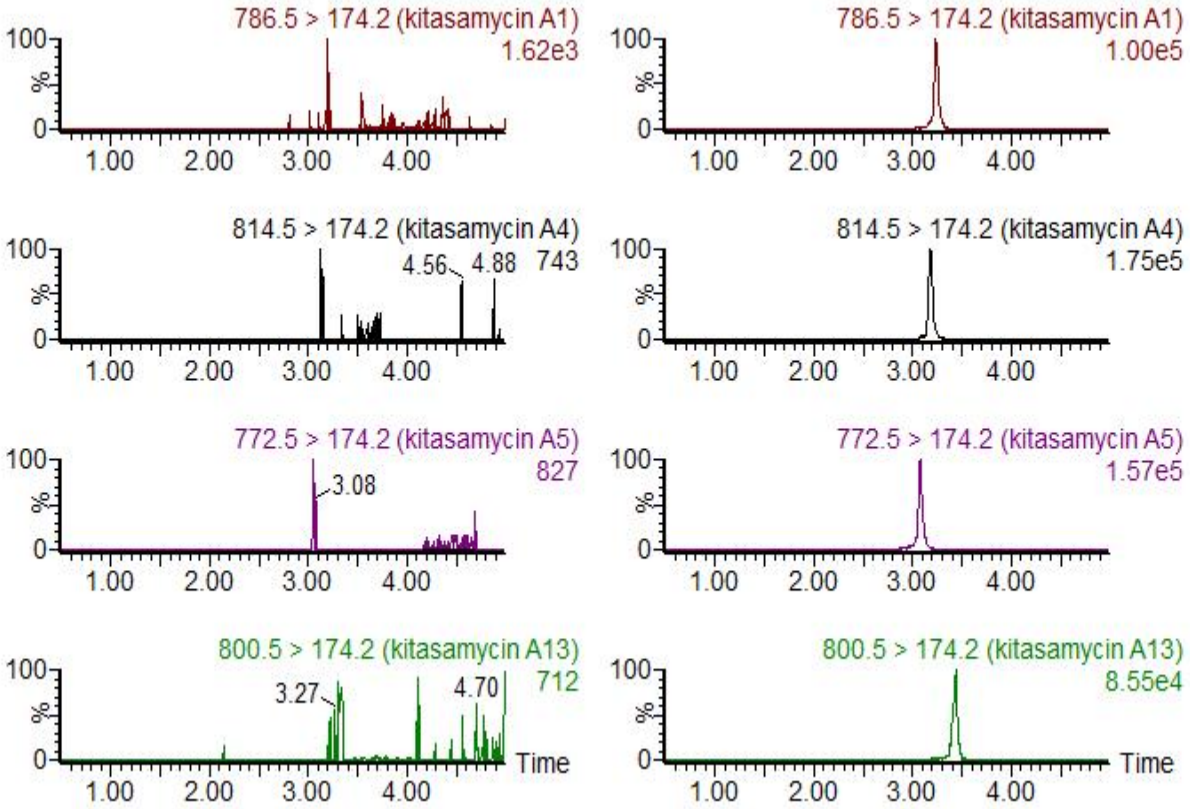
附图6 猪浓缩饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



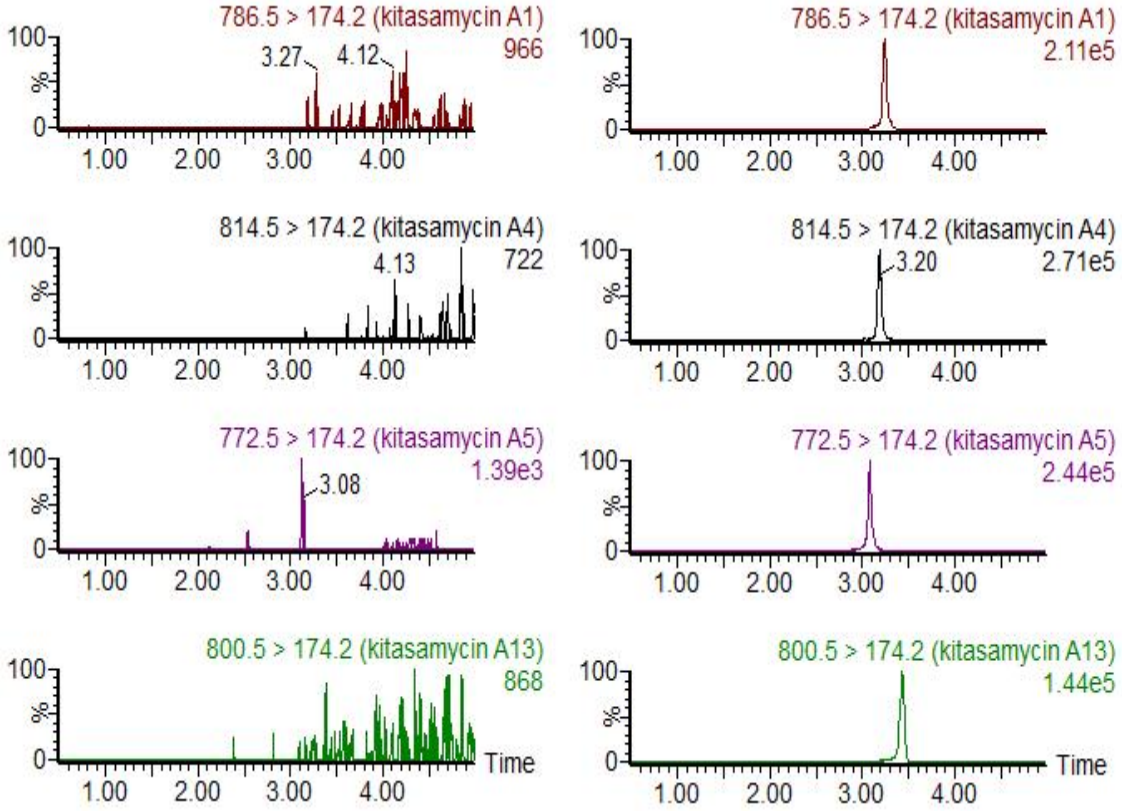
附图7 猪预混合饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



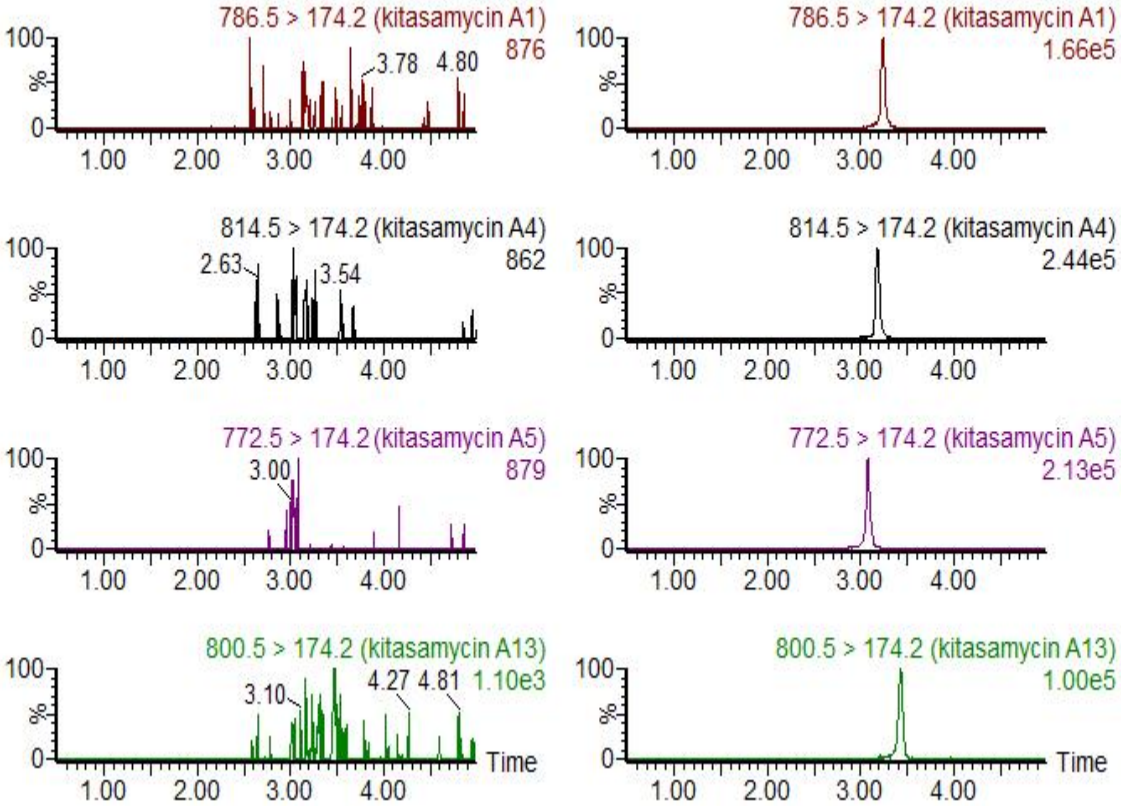
附图8 鸡配合饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



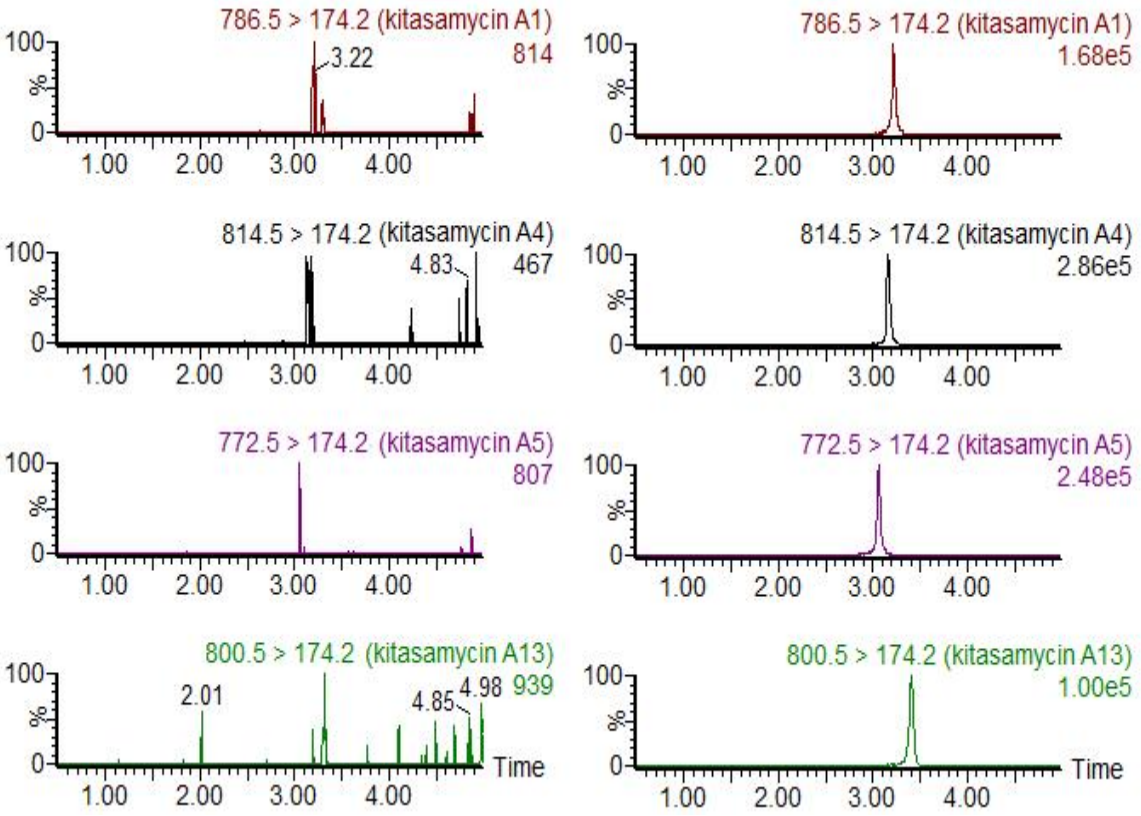
附图9 鸡浓缩饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



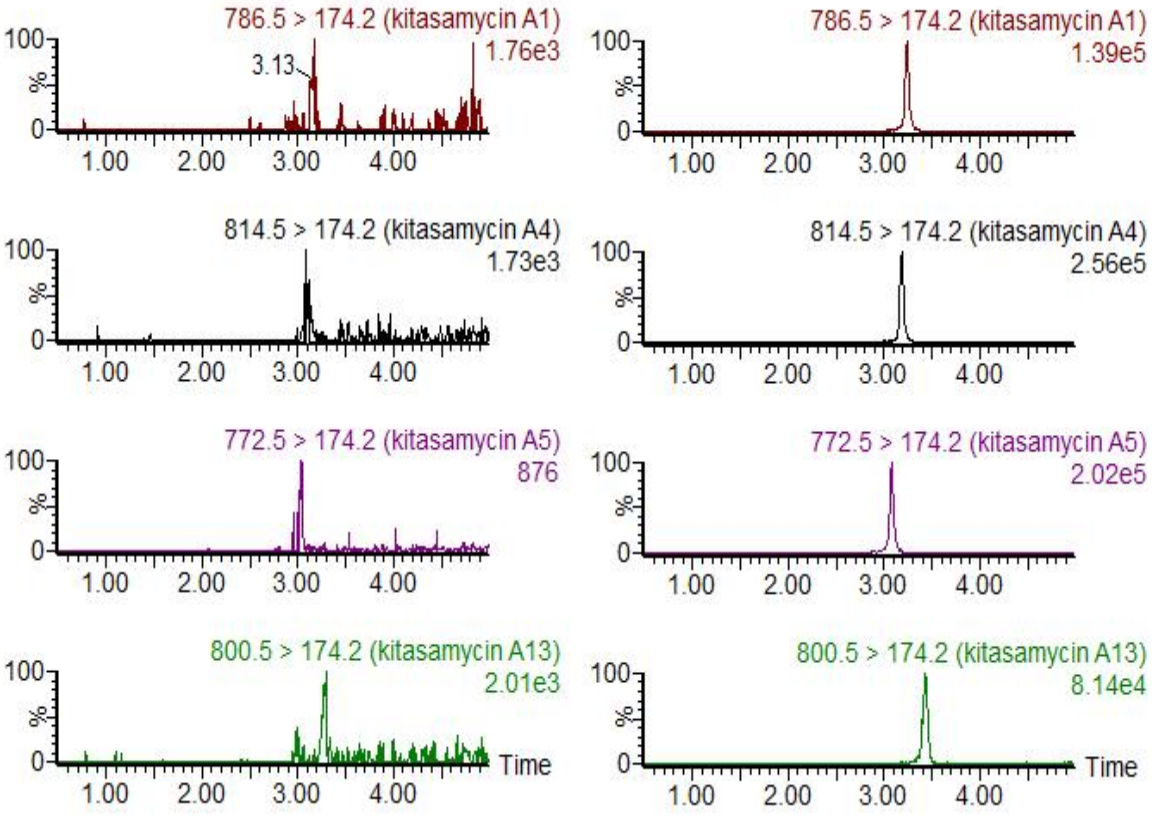
附图10 鸡预混合饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



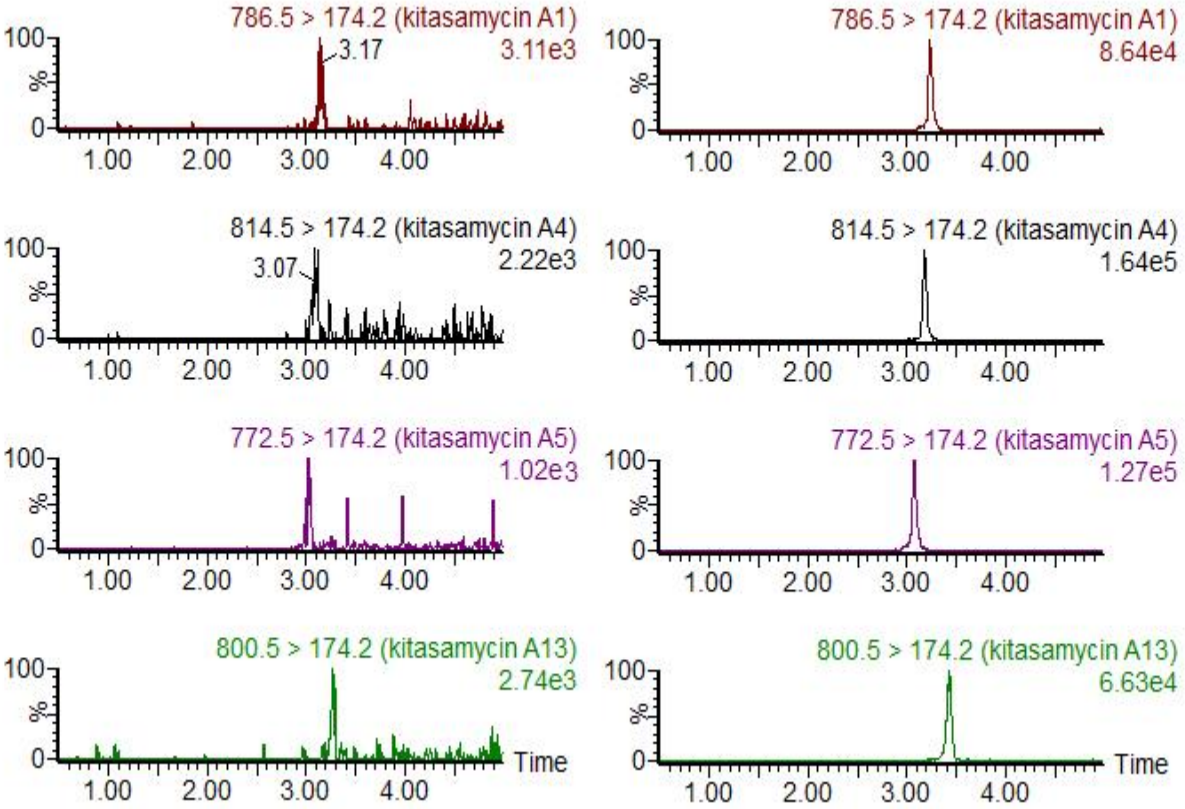
附图11 鱼配合饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



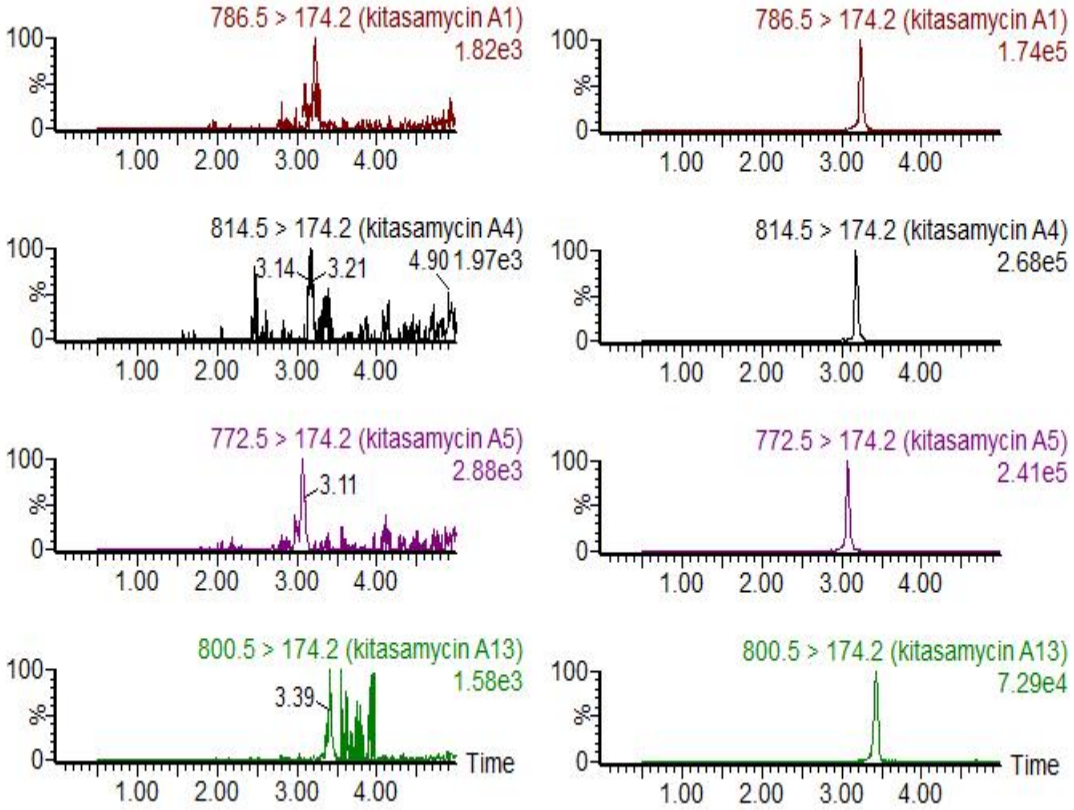
附图12 鱼预混合饲料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



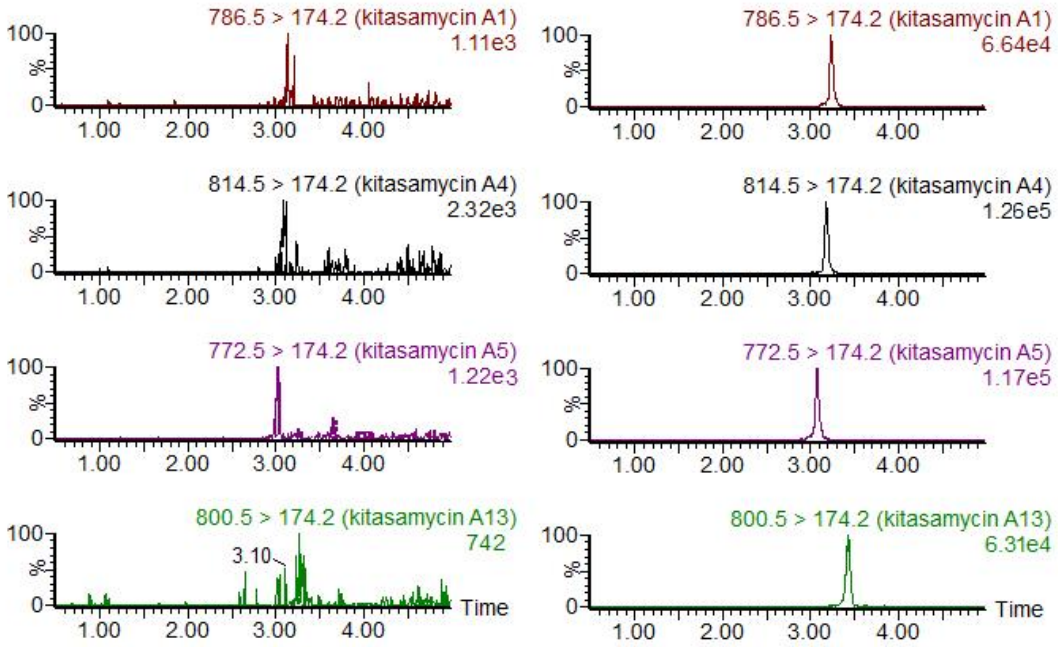
附图13 牛预混合空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



附图14 牛浓缩空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



附图15 鸭预混合空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图



附图16 牛精料补充料空白样品(左)和添加样品（0.010 mg/kg，右）MRM色谱图