

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1988—2023

代替 SN/T 1988—2007

出口动物源食品中头孢类抗生素残留量
的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of cephalisporins residues in foodstuffs of animal origin for
export—LC-MS/MS Method

2023-11-01 发布

2024-05-01 实施

中华人民共和国海关总署 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 SN/T 1988—2007《进出口动物源食品中头孢氨苄、头孢匹林和头孢唑啉残留量检测方法液相色谱-质谱/质谱法》，与 SN/T 1988—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术内容变化如下：

——更改了文件名称为“出口动物源食品中头孢类抗生素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法”；

——更改了“范围”，增加了肠衣和脂肪，检测药物增加了头孢哌酮、头孢喹肟、头孢洛宁、头孢呋辛、头孢乙腈和去乙酰基头孢匹林（见第 1 章；2007 版的第 1 章）；

——更改了“测定步骤”的内容（见第 8 章；2007 版的第 7 章）；

——更改了“检出限和定量限”的内容（见第 10 章；2007 版的第 9 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本文件起草单位：中国海关科学技术研究中心、大连海关技术中心、中国肉类食品综合研究中心、北京中认检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：崔风云、齐鹤鸣、韩深、张朝晖、张雷、苏明明、李妍、梁娜娜、古瑾、刘扬。

本文件于 2007 年首次发布，本次为第一次修订。

出口动物源食品中头孢类抗生素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本文件规定了动物源食品中头孢氨苄、头孢唑啉、头孢哌酮、头孢唑肟、头孢洛宁、头孢呋辛、头孢乙腈、头孢匹林和头孢匹林代谢物去乙酰基头孢匹林的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本文件适用于动物肌肉、肝脏、肾脏、肠衣、脂肪、鸡蛋和牛奶中头孢氨苄、头孢唑啉、头孢哌酮、头孢唑肟、头孢洛宁、头孢呋辛、头孢乙腈、头孢匹林和头孢匹林代谢物去乙酰基头孢匹林的液相色谱-质谱/质谱测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中残留的头孢类药物，经乙腈-水溶液提取，固相萃取柱净化，液相色谱-质谱/质谱仪测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除特殊注明外，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 5.1 乙腈：色谱纯。
- 5.2 甲醇：色谱纯。
- 5.3 甲酸：色谱纯。
- 5.4 乙酸铵：色谱纯。
- 5.5 磷酸二氢钾。
- 5.6 氢氧化钠。
- 5.7 氯化钠。
- 5.8 乙腈-水溶液（15：2，体积比）：量取 150 mL 乙腈和 20 mL 水，混匀。
- 5.9 乙腈-水溶液（3：7，体积比）：量取 30 mL 乙腈和 70 mL 水，混匀。
- 5.10 甲醇-水溶液（1：9，体积比）：量取 10 mL 甲醇和 90 mL 水，混匀。

- 5.11 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 4 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 5.12 饱和氯化钠溶液:称取 40 g 氯化钠,加入 100 mL 水,搅拌,混匀。
- 5.13 0.05 mol/L 磷酸盐缓冲溶液(pH=8.5):称取 8.7 g 磷酸二氢钾,加水溶解并稀释至 1 000 mL,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 8.5±0.1。
- 5.14 5 mmol/L 乙酸铵水溶液(含 0.01%甲酸):称取 0.385 g 乙酸铵于 1 L 水中,加入 0.1 mL 甲酸,混匀。
- 5.15 头孢类药物标准物质:头孢氨苄、头孢唑啉、头孢哌酮、头孢唑肟、头孢洛宁、头孢呋辛、头孢乙腈、头孢匹林和去乙酰基头孢匹林 9 种头孢类化合物的中英文名、CAS 号、分子式和分子量见附录 A 中表 A.1,纯度均大于 95%。
- 5.16 头孢类药物标准储备液:分别称取头孢类药物标准物质(5.15)各 10 mg(精确至 0.1 mg),分别用乙腈-水溶液(5.9)溶解并稀释定容至 25 mL 容量瓶中,配制成浓度为 400 μg/mL 的标准储备液。于 -18℃ 避光保存,有效期 3 个月。
- 5.17 头孢类药物混合标准中间液:分别准确移取各头孢类药物标准储备液(5.16)0.25 mL 于 10 mL 容量瓶中,用乙腈-水溶液(5.9)稀释至刻度,配制成浓度为 10 μg/mL 的混合标准中间液。于 -18℃ 避光保存,有效期 1 个月。
- 5.18 头孢类药物基质混合标准工作液:准确移取头孢类药物混合标准中间液(5.17)适量,用空白基质溶液逐级稀释成浓度为 5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL、200.0 ng/mL 的基质混合标准工作液,现用现配。
- 5.19 固相萃取小柱:HLB(填料为:N-乙基吡咯烷酮-二乙烯苯共聚物),500 mg/6mL,或相当者;使用前依次用 5 mL 甲醇、5 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.13)活化。
- 5.20 微孔滤膜:0.2 μm,聚丙烯、聚四氟乙烯或聚偏二氟乙烯材质。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱-质谱/质谱仪:配电喷雾离子源(ESI)。
- 6.2 分析天平:感量分别为 0.000 1 g 和 0.01 g。
- 6.3 离心机:10 000 r/min。
- 6.4 肉类组织粉碎机。
- 6.5 减压旋转蒸发器。
- 6.6 氮吹浓缩仪。
- 6.7 涡旋混匀器。
- 6.8 均质器:≥10 000 r/min

7 试样制备与保存

7.1 试样的制备

7.1.1 动物肌肉、肝脏、肾脏、脂肪

取代表性样品约 500 g,用组织粉碎机粉碎,装入洁净容器作为试样,密封并标明标记。

7.1.2 肠衣

取代表性样品约 300 g,用剪刀剪碎,装入洁净容器作为试样,密封并标明标记。

7.1.3 鸡蛋

取代表性样品约 500 g,去壳,将蛋液搅匀,装入洁净容器,密封并标明标记。

7.1.4 牛奶

将牛奶从冰箱中取出,放置至室温、摇匀,备用。

7.2 试样的保存

动物肌肉、肝脏、肾脏、肠衣、脂肪、鸡蛋试样于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下条件下保存;牛奶试样置于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下保存。在抽样及制样的操作过程中,应防止试样受到污染或发生残留物含量的变化。

8 测定步骤

8.1 提取

8.1.1 动物肌肉、肝脏、肾脏、肠衣、脂肪、鸡蛋

称取试样 2 g(精确至 0.01 g)至 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙腈-水溶液(5.8),均质提取 1 min,10 000 r/min 离心 5 min,上清液转移至鸡心瓶中,残渣中加入 10 mL 乙腈-水溶液(5.8),涡旋振荡使残渣分散后,重复均质提取 1 min,10 000 r/min 离心 5 min,上清液合并至鸡心瓶中。鸡心瓶置于旋转蒸发器上($40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴)蒸发至除去乙腈(易起沫试样可加入 4 mL 饱和氯化钠溶液),立即加入 20 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.13),涡旋混匀后待净化。

8.1.2 牛奶

称取试样 2 g(精确至 0.01 g)至 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙腈,均质提取 1 min,10 000 r/min 离心 5 min,上清液转移至鸡心瓶中,残渣中加入 10 mL 乙腈,涡旋振荡使残渣分散后,重复均质提取 1 min,10 000 r/min 离心 5 min,上清液合并至鸡心瓶中。鸡心瓶置于旋转蒸发器上($40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴)蒸发至除去乙腈(易起沫试样可加入 4 mL 饱和氯化钠溶液)。立即加入 20 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.13),涡旋混匀后待净化。

8.2 净化

待净化液移至已活化的固相萃取柱(5.19)中,流速维持在 1 mL/min,依次用 3 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.13),2 mL 水淋洗,5 mL 甲醇洗脱于离心管中。将洗脱液于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 氮气吹干,用甲醇-水溶液(5.10)定容至 1 mL,涡旋混匀,经 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤后,供液相色谱-质谱/质谱测定。

8.3 测定

8.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下。

- 色谱柱: C_{18} 柱,100 mm \times 2.1 mm,1.9 μm 或相当者。
- 流动相:A 为 5 mmol/L 乙酸铵水溶液(含 0.01% 甲酸),B 为甲醇,梯度洗脱,洗脱程序见表 1。
- 流速:0.25 mL/min。
- 柱温: $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 进样量:10 μL 。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	90	10
1	90	10
6	50	50
10	10	90
13	10	90
13.1	90	10
15	90	10

8.3.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 离子源：电喷雾离子源；
- b) 扫描方式：正离子；
- c) 检测方式：多反应监测(MRM)；
- d) 其他参考质谱条件见附录 B。

8.3.3 液相色谱-质谱/质谱测定

8.3.3.1 定性测定

按照液相色谱-质谱/质谱条件测定试样和基质混合标准工作溶液，如果检测的质量色谱峰保留时间与标准物质保留时间相差不超过 $\pm 2.5\%$ ，定性离子对的相对丰度(是用相对于最强离子丰度的强度百分比表示)与浓度相当基质标准工作溶液的相对丰度一致，相对丰度允许偏差不超过表 2 规定的范围，则可判断试样中存在对应的被测物。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤ 10
允许的最大偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

8.3.3.2 定量测定

根据试样中头孢类药物的含量情况，选取响应值相近的基质标准工作液一起进行色谱分析。基质标准工作液和待测液中头孢类药物的响应值应在仪器线性响应范围内。在上述色谱条件下头孢类药物的多反应监测(MRM)色谱图见附录 C。

8.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

9 结果计算与表述

采用基质匹配标准曲线定量，试样中 9 种头孢类药物的含量由液相色谱-质谱/质谱仪的数据处理

软件或按公式(1)计算,计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中待测组分含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

c ——由基质匹配标准曲线得到的样液中待测组分的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样溶液最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样溶液所代表最终试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留 3 位有效数字。

10 检出限、定量限和回收率

10.1 检出限和定量限

猪肉、鸡肉、猪肝、猪肾、肠衣、脂肪、鸡蛋、牛奶中头孢氨苄、头孢唑啉、头孢哌酮、头孢喹肟、头孢洛宁、头孢呋辛、头孢乙腈、头孢匹林、去乙酰基头孢匹林的检出限为 $2.0 \mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为 $5.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 回收率

猪肉、鸡肉、猪肝、猪肾、肠衣、脂肪、鸡蛋、牛奶中 9 种头孢类药物的添加水平和回收率数据见附录 D。

附 录 A
(资料性)
头孢类药物的化合物信息

头孢类药物的化合物信息见表 A.1。

表 A.1 9 种头孢类药物的化合物信息

化合物中文名称	英文名称	CAS 号	分子量 (MW)	分子式
头孢氨苄	Cefalexin	15686-71-2	347.39	$C_{16}H_{17}N_3O_4S$
头孢唑啉	Cefazolin	25953-19-9	454.51	$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$
头孢哌酮	Cefoperazone	62893-19-0	645.67	$C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$
头孢喹肟	Cefquinome	84957-30-2	528.60	$C_{23}H_{24}N_6O_5S_2$
头孢洛宁	Cefalonium	5575-21-3	458.51	$C_{20}H_{18}N_4O_5S_2$
头孢呋辛	Cefuroxime	55268-75-2	424.39	$C_{16}H_{16}N_4O_8S$
头孢乙腈	Cefacetrile	10206-21-0	339.32	$C_{13}H_{13}N_3O_6S$
头孢匹林	Cefapirin	21593-23-7	423.47	$C_{17}H_{17}N_3O_6S_2$
去乙酰基头孢匹林	Desacetyl Cefapirin	38115-21-8	381.43	$C_{15}H_{15}N_3O_5S_2$

附录 B
(资料性)
参考质谱条件

参考质谱条件:

- a) 电喷雾电压:4 500 V;
- b) 离子源温度:300 ℃;
- c) 毛细管温度:327 ℃;
- d) 碰撞气:高纯氩气,0.2 Pa;
- e) 鞘气:高纯氮气,5.2 L/min;
- f) 辅助气:高纯氮气,3.0 L/min。
- g) 多反应监测条件见表 B.1。

表 B.1 多反应监测条件

名称	母离子/(m/z)	子离子/(m/z)	管状透镜电压/V	碰撞能量/eV
头孢氨苄 (Cefalexin)	348.0	158.2 * 173.9	115	7 13
头孢唑啉 (Cefazolin)	455.0	323.1 * 156.0	85	11 17
头孢哌酮 (Cefoperazone)	646.0	530.1 * 143.1	122	11 34
头孢呋辛 (Cefuroxime)	442.1	336.1 * 179.1	75	16 21
头孢喹肟 (Cefquinome)	529.0	134.07 * 396.06	77	18 12
头孢匹林 (Cefapirin)	423.9	292.0 * 152.1	74	27 19
头孢洛宁 (Cefalonium)	459.0	336.7 * 152.0	70	10 21
头孢乙腈 (Cefacetrole)	362.2	178.0 * 258.1	72	14 12
去乙酰基头孢匹林 (Desacetyl Cefapirin)	382.2	151.9 * 292.0	70	23 14
注: * 表示定量离子。				

附录 C

(资料性)

头孢类药物标准物质多反应监测(MRM)色谱图

头孢类药物标准物质多反应监测(MRM)色谱图见图 C.1~图 C.9。

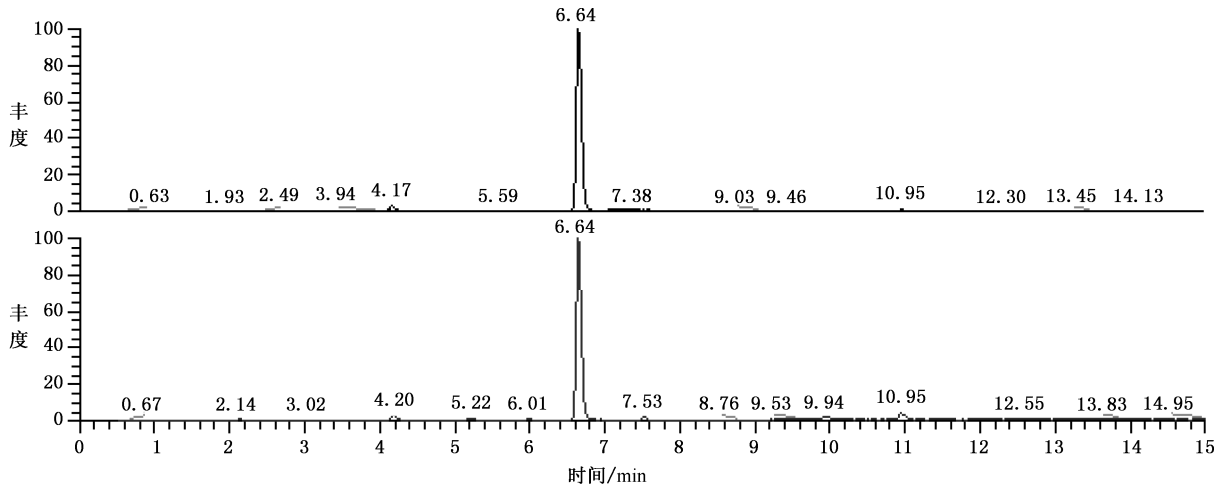


图 C.1 猪肉基质中头孢氨苄标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

(10 ng/mL, 上: 348.0 > 158.2; 下: 348.0 > 173.9)

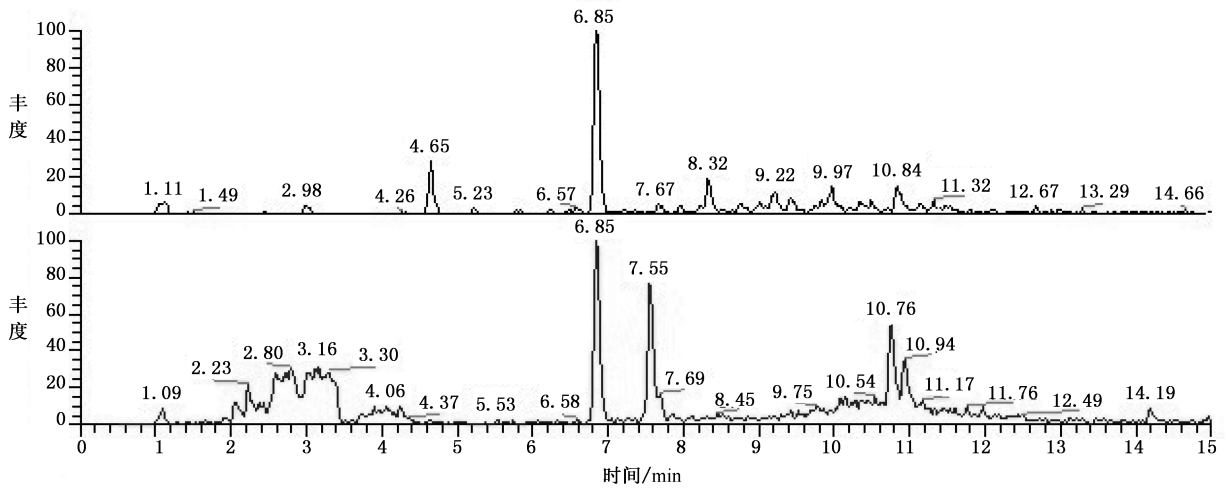


图 C.2 猪肉基质中头孢唑啉标准物质的多反应监测(MRM)色谱图

(10 ng/mL, 上: 455.0 > 156.0; 下: 455.0 > 323.1)

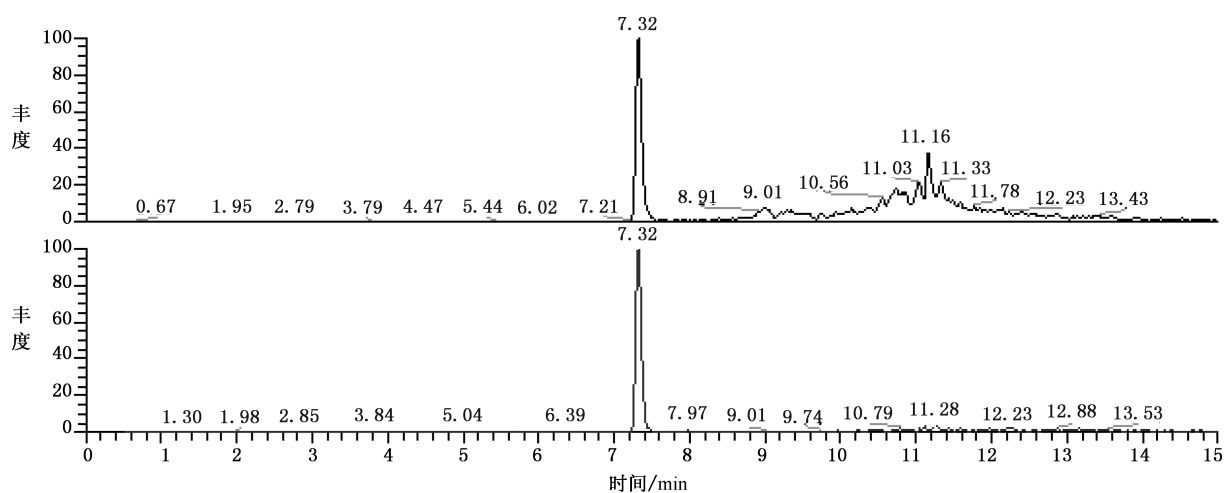


图 C.3 猪肉基质中头孢哌酮标准物质的多反应监测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上:646.0>143.1;下:646.0>530.1)

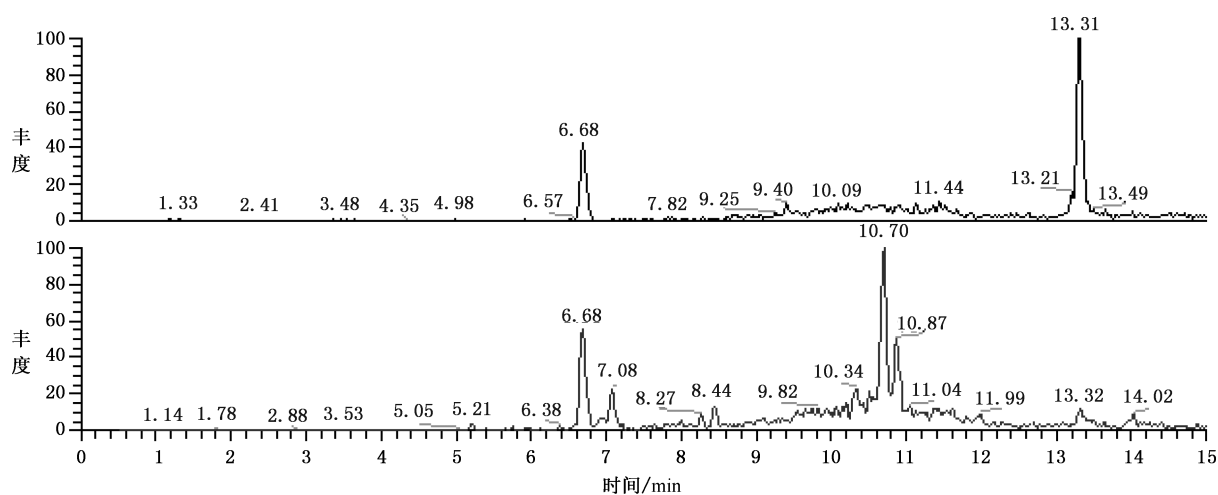


图 C.4 猪肉基质中头孢呋辛标准物质的多反应监测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上:442.1>179.1;下:442.1>336.1)

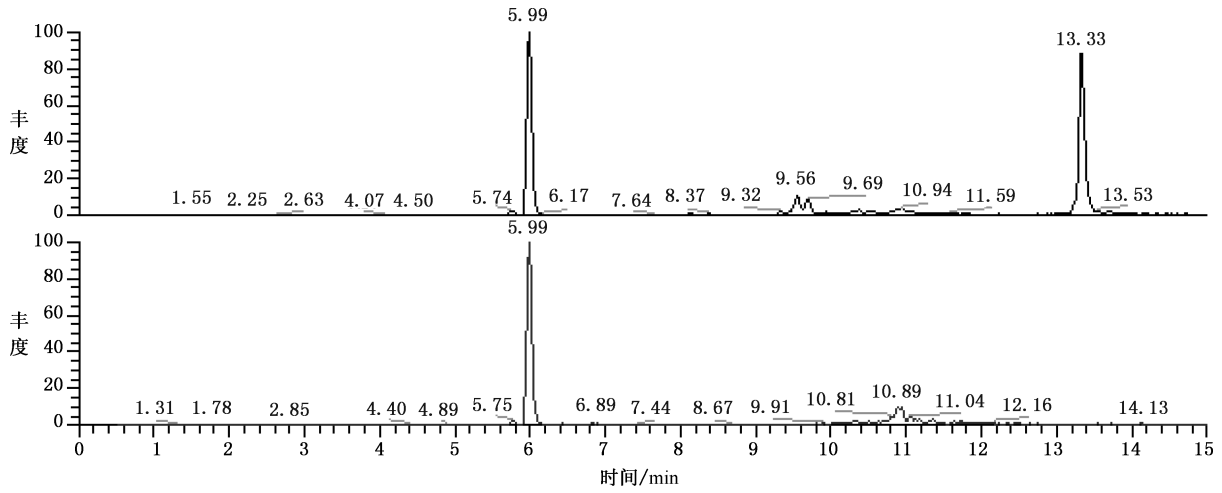


图 C.5 猪肉基质中头孢唑肟标准物质的多反应监测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上: 529.0 > 134.07; 下: 529.0 > 396.06)

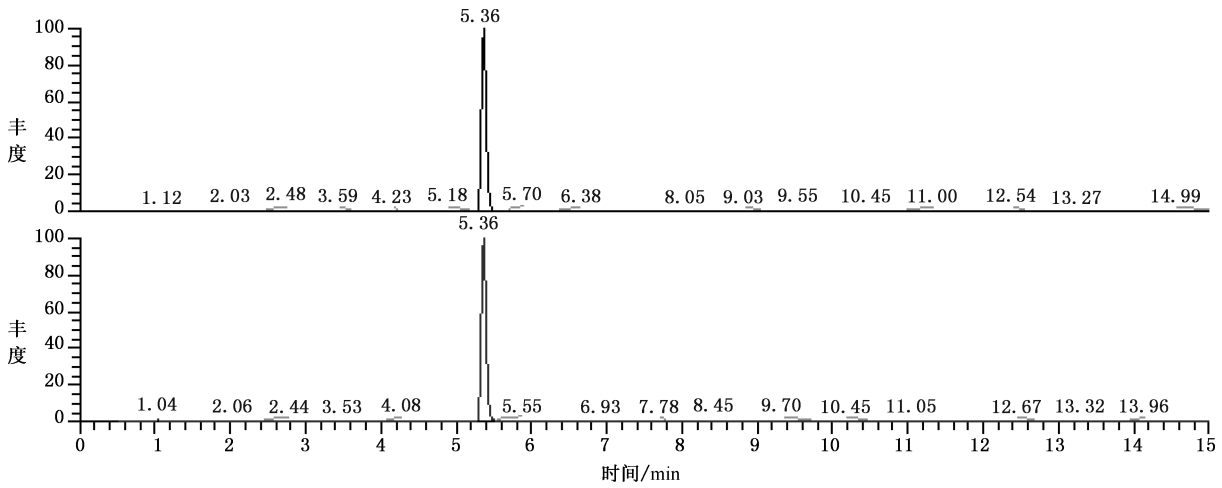


图 C.6 猪肉基质中头孢匹林标准物质的多反应检测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上: 423.9 > 152.1; 下: 423.9 > 292.0)

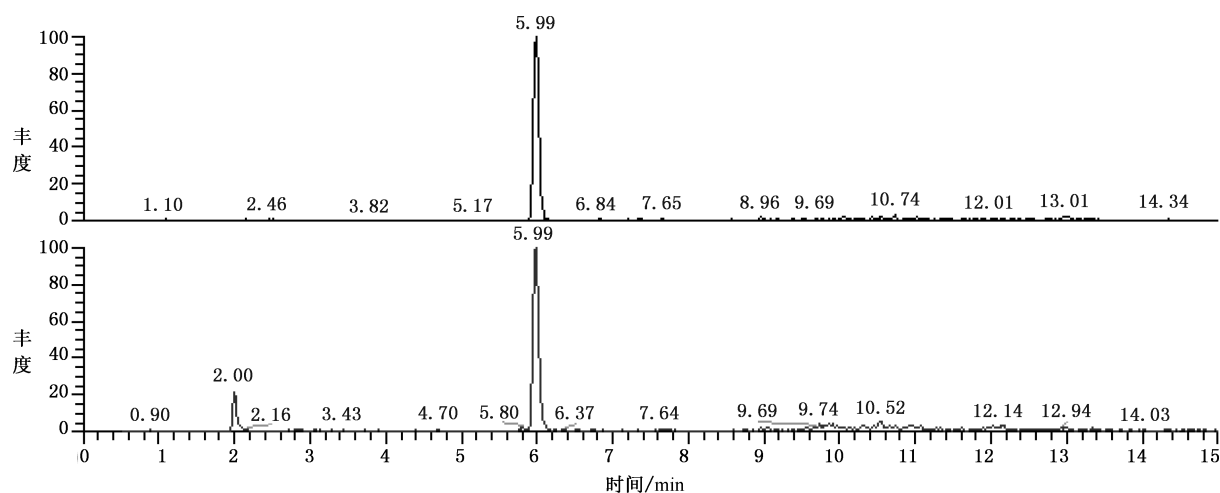


图 C.7 猪肉基质中头孢洛宁标准物质的多反应检测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上:459.0>152.0; 下:459.0>336.7)

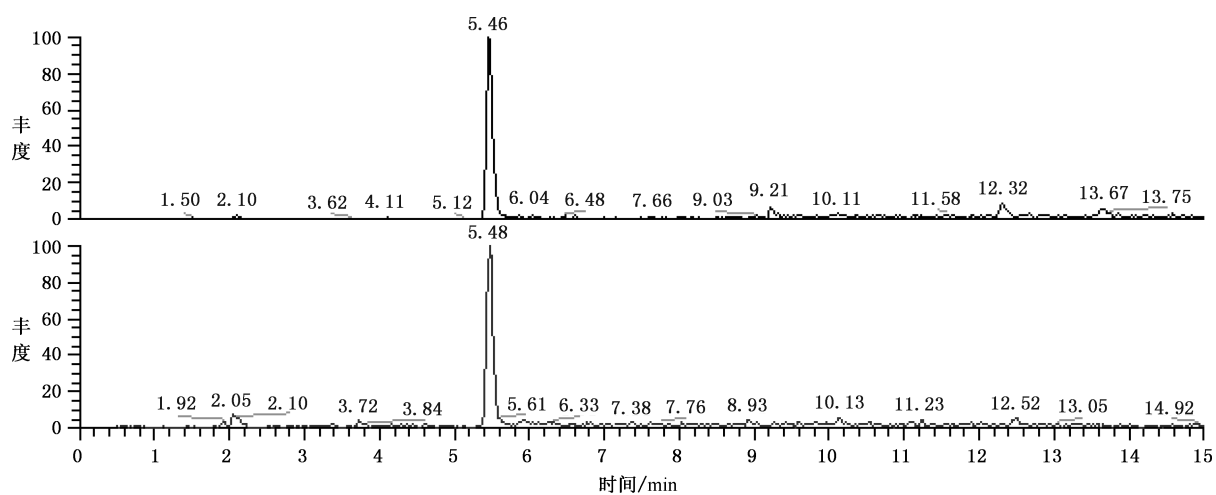


图 C.8 猪肉基质中头孢乙腈标准物质的多反应检测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上:362.2>178.0; 下:362.2>258.1)

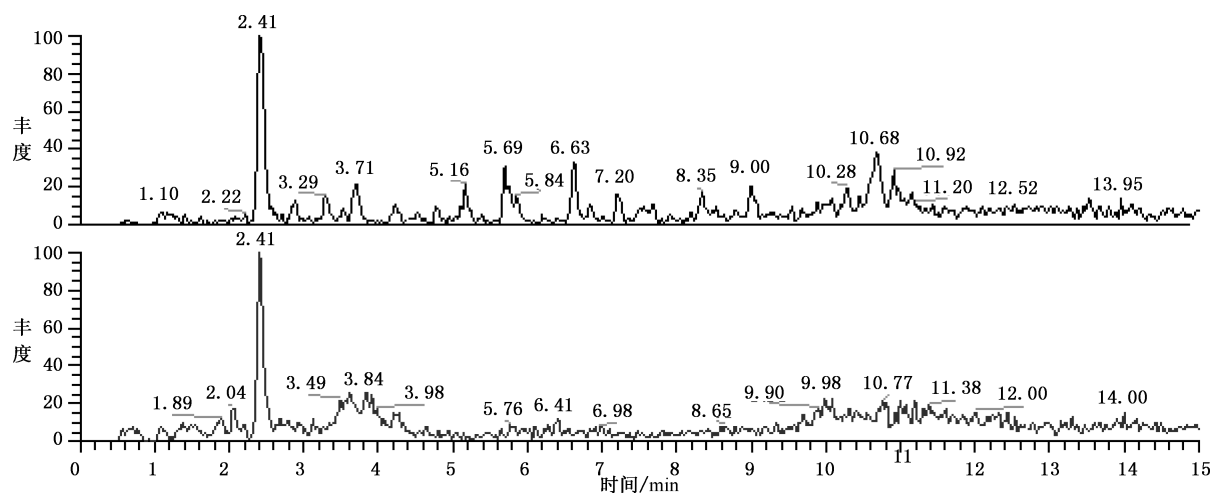


图 C.9 猪肉基质中去乙酰基头孢匹林标准物质的多反应检测(MRM)色谱图
(10 ng/mL, 上: 382.2 > 151.9; 下: 382.2 > 292.0)

以正式出版文本为准

附录 D

(资料性)

9 种头孢类药物的添加水平和回收率

9 种头孢类药物的添加水平和回收率见表 D.1~D.9。

表 D.1 猪肉中头孢类药物的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	87.0~103	6.45
	10	84.9~111	10.1
	50	81.8~96.4	6.16
头孢唑啉	5.0	79.0~102	9.41
	10	82.1~94.9	5.77
	50	85.4~98.2	5.92
头孢哌酮	5.0	82.2~102.8	8.76
	10	82.6~92.6	10.4
	50	87.6~105	6.45
头孢喹肟	5.0	85.6~98.6	5.17
	10	86.7~98.5	6.46
	50	92.6~102	4.03
头孢洛宁	5.0	81.4~107	9.41
	10	83.6~97.2	5.33
	50	90.4~102	4.02
头孢呋辛	5.0	83.2~95.4	5.88
	10	74.2~97.9	9.45
	50	82.2~99.0	6.81
头孢乙腈	5.0	86.8~103	6.16
	10	83.6~103	8.16
	50	94.6~105	3.38
头孢匹林	5.0	79.6~87.4	3.15
	10	85.5~103	7.63
	50	88.4~96.6	2.85
去乙酰基头孢匹林	5.0	65.2~90.6	12.5
	10	75.8~86.5	5.58
	50	72.4~92.6	8.93

表 D.2 鸡肉中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	83.6~96.2	5.78
	10	92.2~103	5.06
	50	79.8~103	8.80
头孢唑啉	5.0	82.2~101	8.33
	10	86.7~97.5	4.66
	50	82.4~103	7.77
头孢哌酮	5.0	85.0~104	7.68
	10	87.2~109	8.06
	50	82.6~110	10.2
头孢唑肟	5.0	88.6~99.8	4.84
	10	92.8~96.6	1.55
	50	94.4~108	4.87
头孢洛宁	5.0	82.4~99.8	8.08
	10	89.5~97.6	2.90
	50	87.8~106	6.52
头孢呋辛	5.0	73.8~98.8	9.68
	10	82.0~104	7.82
	50	82.8~98.4	6.59
头孢乙腈	5.0	85.6~105	7.69
	10	85.7~94.9	3.44
	50	93.2~101	2.73
头孢匹林	5.0	77.8~91.0	5.34
	10	82.3~94.6	5.73
	50	84.6~101	5.62
去乙酰基头孢匹林	5.0	73.4~96.6	8.95
	10	79.1~94.7	6.09
	50	77.8~96.8	8.58

表 D.3 猪肝中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	76.2~96.8	10.4
	10	76.8~91.3	6.06
	50	77.2~101	12.0
头孢唑啉	5.0	83.8~107	7.90
	10	83.2~98.2	5.99
	50	80.4~91.8	4.70
头孢哌酮	5.0	79.2~88.4	4.40
	10	82.9~94.2	4.29
	50	82.8~92.6	4.42
头孢噻肟	5.0	86.4~97.8	5.30
	10	77.6~93.2	6.87
	50	85.2~96.2	4.33
头孢洛宁	5.0	72.8~89.2	8.18
	10	78.9~94.6	7.80
	50	80.8~100	7.57
头孢呋辛	5.0	78.6~97.4	9.31
	10	81.6~96.2	6.44
	50	77.8~96.8	9.39
头孢乙腈	5.0	74.4~97.8	9.50
	10	79.3~98.6	9.43
	50	88.6~98.6	4.34
头孢匹林	5.0	78.6~93.6	6.37
	10	75.8~94.6	8.78
	50	77.6~101	11.6
去乙酰基头孢匹林	5.0	67.8~88.6	12.6
	10	79.3~96.2	7.92
	50	72.6~87.8	8.22

表 D.4 鸡肝中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	78.4~96.4	6.70
	10	81.6~98.4	7.09
	50	75.8~101	10.4
头孢唑啉	5.0	76.4~99.6	9.98
	10	83.2~98.7	7.00
	50	89.6~105	6.14
头孢哌酮	5.0	86.4~103	6.70
	10	83.3~103	8.85
	50	78.2~99.6	8.07
头孢唑肟	5.0	78.8~106	9.80
	10	86.8~97.3	4.37
	50	86.4~101	5.24
头孢洛宁	5.0	83.6~94.6	5.72
	10	86.8~98.7	4.89
	50	84.8~95.6	5.69
头孢呋辛	5.0	85.0~95.2	4.95
	10	82.8~99.1	6.78
	50	77.6~101	8.94
头孢乙腈	5.0	87.6~97.2	4.43
	10	77.9~89.2	4.57
	50	87.8~101	6.71
头孢匹林	5.0	73.8~96.4	9.26
	10	87.2~96.2	4.08
	50	79.6~96.6	7.79
去乙酰基头孢匹林	5.0	72.8~88.6	7.46
	10	72.8~89.6	7.87
	50	79.0~94.4	6.24

表 D.5 猪肾中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	73.8~92.2	8.41
	10	74.8~97.2	10.3
	50	80.6~103	8.14
头孢唑啉	5.0	76.6~96.2	9.92
	10	88.9~103	5.26
	50	84.6~102.8	6.73
头孢哌酮	5.0	84.6~98.8	5.64
	10	81.8~99.6	7.70
	50	80.8~99.2	6.91
头孢噻肟	5.0	75.2~85.2	6.76
	10	86.9~92.3	4.44
	50	86.6~101	5.85
头孢洛宁	5.0	78.6~97.8	8.31
	10	82.7~95.9	5.09
	50	81.0~95.2	6.32
头孢呋辛	5.0	75.4~90.8	6.53
	10	75.2~87.8	5.39
	50	83.6~91.2	3.61
头孢乙腈	5.0	74.8~85.8	5.43
	10	78.6~87.1	4.07
	50	77.8~99.6	8.46
头孢匹林	5.0	71.2~83.2	5.80
	10	73.2~79.2	2.73
	50	75.2~90.6	7.79
去乙酰基头孢匹林	5.0	68.6~87.6	8.74
	10	73.8~81.6	3.56
	50	76.0~89.2	6.11

表 D.6 羊肠衣中头孢类抗生素的回收率和精密度数据 ($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	75.2~87.4	5.58
	10	77.6~88.4	4.40
	50	78.4~90.4	6.64
头孢唑啉	5.0	87.0~91.6	5.06
	10	83.9~90.2	2.39
	50	86.8~99.4	4.58
头孢哌酮	5.0	84.2~98.4	5.49
	10	86.8~94.2	2.87
	50	81.0~99.8	7.32
头孢唑肟	5.0	83.6~97.2	5.67
	10	91.8~99.3	2.75
	50	83.2~97.6	7.35
头孢洛宁	5.0	82.6~99.6	7.80
	10	85.6~95.6	4.85
	50	82.2~101	9.06
头孢呋辛	5.0	85.0~95.4	4.93
	10	86.4~98.2	4.35
	50	82.8~93.6	4.66
头孢乙腈	5.0	88.6~97.8	4.18
	10	88.7~96.5	4.25
	50	84.6~97.2	5.34
头孢匹林	5.0	69.6~75.2	2.79
	10	72.8~78.6	2.74
	50	74.8~89.6	7.22
去乙酰基头孢匹林	5.0	69.0~87.0	10.4
	10	72.3~91.4	9.46
	50	71.4~86.6	8.47

表 D.7 鸡蛋中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	81.4~92.8	5.06
	10	72.5~86.2	6.93
	50	83.0~101	7.88
头孢唑啉	5.0	79.2~95.6	8.44
	10	83.3~99.1	6.03
	50	82.8~97.6	5.94
头孢哌酮	5.0	85.4~96.4	4.87
	10	90.6~98.8	2.94
	50	85.4~98.4	5.80
头孢噻肟	5.0	88.2~96.8	3.46
	10	91.3~98.6	2.66
	50	81.6~95.2	6.49
头孢洛宁	5.0	88.0~99.0	4.00
	10	89.9~98.8	3.46
	50	85.0~98.2	5.21
头孢呋辛	5.0	78.6~89.0	4.63
	10	74.9~95.3	9.77
	50	77.6~90.8	5.40
头孢乙腈	5.0	82.8~93.6	4.49
	10	87.9~94.1	3.58
	50	84.8~98.4	6.25
头孢匹林	5.0	72.4~88.2	6.86
	10	76.5~88.5	5.02
	50	79.2~91.0	5.16
去乙酰基头孢匹林	5.0	76~95.2	8.94
	10	76.5~104	3.98
	50	77.8~87.6	4.00

表 D.8 牛奶中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	79.4~87.6	3.21
	10	78.7~100	8.55
	50	84.6~98.4	5.23
头孢唑啉	5.0	85.2~99.0	5.76
	10	84.6~97.5	4.80
	50	82.4~98.6	6.52
头孢哌酮	5.0	82.4~93.4	5.10
	10	88.9~102	4.93
	50	91.6~97.0	1.98
头孢唑肟	5.0	80.4~99.4	8.72
	10	82.8~95.4	4.96
	50	81.0~99.0	8.65
头孢洛宁	5.0	80.4~98.6	8.07
	10	85.6~95.8	4.49
	50	79.0~101	10.0
头孢呋辛	5.0	77.2~91.2	6.71
	10	82.6~88.5	2.66
	50	77.0~98.4	8.50
头孢乙腈	5.0	82.6~98.2	6.01
	10	82.6~89.8	3.03
	50	86.4~99.2	5.38
头孢匹林	5.0	79.2~91.6	5.56
	10	83.1~93.6	4.97
	50	74.4~94.6	9.57
去乙酰基头孢匹林	5.0	72.4~89.0	8.04
	10	73.9~84.8	5.33
	50	72.4~88.6	7.64

表 D.9 羊脂肪中头孢类抗生素的回收率和精密度数据($n=6$)

化合物	浓度水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围/%	相对标准偏差/%
头孢氨苄	5.0	77.2~97.0	8.63
	10	78.5~90.5	5.19
	50	79.6~101	9.01
头孢唑啉	5.0	83.0~93.6	4.60
	10	82.4~96.5	6.06
	50	81.0~89.0	3.30
头孢哌酮	5.0	77.4~91.6	6.22
	10	85.2~96.2	4.39
	50	79.0~88.4	4.39
头孢噻肟	5.0	81.4~96.8	6.42
	10	82.5~95.5	4.94
	50	77.0~92.8	6.94
头孢洛宁	5.0	79.4~95.6	6.57
	10	84.3~95.5	4.76
	50	87.4~103	6.73
头孢呋辛	5.0	80.8~97.0	7.29
	10	75.2~89.5	5.80
	50	81.0~94.4	5.33
头孢乙腈	5.0	82.4~97.2	6.01
	10	78.8~95.4	7.76
	50	81.2~95.8	5.82
头孢匹林	5.0	73.6~90.6	6.91
	10	80.5~85.7	2.05
	50	76.4~95.0	8.13
去乙酰基头孢匹林	5.0	72.4~91.0	8.60
	10	76.8~85.6	3.98
	50	68.8~85.0	7.63