

团 体 标 准

T/ZSZJX XXX-2022

水质 磺胺类抗生素的测定 固相萃取-超高效液相色谱-质谱法

(征求意见稿)

2022-XX-XX 发布

2022-XX-XX 实施

中山市质量技术监督协会 发布

目次

前言 III

1 适用范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 2

6 样品 2

7 分析步骤 3

8 结果计算与表示..... 5

9 精密度和准确度 6

10 质量保证和质量控制..... 7

11 废物处理..... 7

附录 A（规范性）方法的检出限和测定下限..... 8

附录 B（资料性）方法的精密度和准确度..... 9

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。

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。

本文件由中山市环境监测站提出。

本文件由中山市质量技术协会归口。

本文件起草单位：广东省中山市环境监测站、广州冠建工程质量检测有限公司等。

本文件主要起草人：张晓淳、曾家源、陈弘丽、彭虹、何蕴琦、陈莉莉、杨满芽、李堃平、张颖姬、刘小珍等。

本文件为首次发布。

水质 磺胺类抗生素的测定

固相萃取-超高效液相色谱-质谱法

1 适用范围

本标准规定了测定水中 16 种磺胺类抗生素的固相萃取-超高效液相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水中磺胺嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲(基)嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲基异恶唑、磺胺噻唑、磺胺氯哒嗪、三甲氧苄胺嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺甲氧哒嗪、磺胺吡啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺二甲异恶唑、苯酰磺胺、磺胺喹恶啉、磺胺苯吡唑 16 种磺胺类抗生素的测定。

当取样量为 1000mL，浓缩定容体积为 1.0mL 时，进样体积为 2.0 μ L 时，目标物检出限为 0.05 ng/L-0.16 ng/L，测定下限为 0.20 ng/L-0.64 ng/L，详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

3 方法原理

水中的磺胺类抗生素经固相萃取富集，洗脱后经无水硫酸钠脱水、氮吹浓缩仪浓缩，定容后经液相色谱-质谱分离检测，保留时间和特征离子定性，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的色谱纯试剂，实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

4.1 硫酸： ρ (H_2SO_4)=1.84 g/mL。

4.2 氢氧化钠 (NaOH)。

4.3 甲酸 (HCOOH)。

4.4 乙腈 (CH_3CN)，色谱纯。

4.5 硫酸溶液：1+1

量取 50mL 浓硫酸 (4.1)，缓慢加入到 50mL 水中。

4.6 氢氧化钠溶液： ρ (NaOH)=0.4 g/mL

称取 40 g 氢氧化钠溶于水中，定容至 100 mL。

4.7 甲酸溶液：1+1000

移取 1 mL 甲酸 (4.3) 于 1000 mL 水中。

4.8 标准溶液

以下所有标准溶液应恢复至室温并摇匀后使用。

4.8.1 磺胺类抗生素标准储备液： $\rho = 100 \text{ mg/L}$

可购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇。参照制造商的产品说明保存。

4.8.2 磺胺类抗生素标准使用液：

取适量磺胺类抗生素储备液（4.8.1）用乙腈（4.4）稀释，使得目标物浓度为 1.0 mg/L 。使用液于 4°C 以下冷藏密封避光保存，保质期为两个月。

4.8.3 内标储备液： $\rho = 100 \text{ mg/L}$

内标物为 IS1：三甲氧苄胺嘧啶- $^3\text{C}13$ 、IS2：磺胺二甲基嘧啶- d_4 ，溶剂为甲醇。参照制造商的产品说明保存。

4.8.4 内标使用液：

取适量内标储备液（4.8.3）用乙腈（4.4）稀释，使得内标物浓度为 10 mg/L 。内标使用液于 4°C 以下冷藏密封避光保存。

4.9 滤膜：材质为 $0.22\mu\text{m}$ 聚四氟乙烯或其他等效材质

5 仪器和设备

5.1 超高校液相色谱/质谱仪：配有电喷雾离子化源（ESI）。

5.2 色谱柱：填料为 $1.7 \mu\text{m}$ ODS C18，柱长 100 mm ，内径 2.1 mm 的反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。

5.3 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

5.4 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 N-乙烯基吡咯烷酮共聚物或等效萃取柱，规格为 $6 \text{ mL}/250 \text{ mg}$ 。

5.5 浓缩装置：氮吹浓缩仪或其他类型的等性能相当的设备。

5.6 微量注射器： $1 \mu\text{L}$ ， $10 \mu\text{L}$ ， $50 \mu\text{L}$ 、 1.0 mL 。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行水样的采集与保存。

用预先洗涤干净并干燥的棕色磨口玻璃瓶（ 2500 mL ）采集水样，采样瓶要完全注满不留气泡。用硫酸溶液（4.5）或氢氧化钠溶液（4.6）调节其为中性，水样 4°C 以下冷藏避光保存。30 天内完成分析。

6.2 试样制备

固相萃取：依次用 6 mL 甲醇和 6 mL 水活化固相萃取柱（5.4），活化过程中确保小柱填料表明不露出液面。量取 1000 mL 水样，以 8 mL/min 的流速通过固相萃取柱，再用 10 mL 超纯水淋洗小柱，去除小柱上保留较弱的杂质，之后用氮气吹干小柱。用 12 mL 甲醇以 1 mL/min 的流速洗脱，收集洗脱液。将上述洗脱液浓缩至 0.5mL，加入 0.5 mL 水及 1.0 μ L 内标液（内标物浓度为 10.0 μ g/L），滤膜过滤，置于样品瓶中待测。

6.3 空白试样制备

以水代替样品，按照试样制备（6.2）相同操作步骤，制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 超高效液相色谱仪参考条件

流动相：流动相 A 甲酸溶液 1+1000（4.7），流动相 B 乙腈溶液（0.1%甲酸），梯度洗脱程序见表 1。

流速：0.4 mL/min

柱温：40°C

进样体积：2.0 μ L

表 1 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间/min	A%	B%
1.0	97	3
1.1	85	15
9.5	25	75
9.6	5	95
11.5	5	95
11.6	97	3
13.5	stop	

7.1.2 质谱仪参考条件

正离子模式：离子化电压：5500V，离子源加热气体温度：500°C。检测方式为多离子反应监测（MRM），具体条件见表 2。

注：对于不同质谱仪器，参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。

表 2 目标化合物的多离子反应监测条件

化合物	Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	去簇电压 /V	碰撞电压 /V	定量内标
磺胺嘧啶(磺胺哒嗪)	251.1	156.0	40	22	IS1

		92.0		38	
磺胺间二甲氧嘧啶	311.1	156.1	70	28	IS2
		218.0		28	
磺胺甲基嘧啶	265.2	156.1	82	25	IS1
		172.1		25	
磺胺二甲(基)嘧啶	279.1	186.1	60	23	IS2
		156.0		27	
磺胺甲噻二唑	271.1	156.1	65	21	IS2
		108.0		36	
磺胺甲基异恶唑	254.1	156.0	65	22	IS2
		108.0		36	
磺胺噻唑	256.0	156.0	40	22	IS1
		108.0		32	
磺胺氯哒嗪	285.1	156	65	22	IS2
		180.1		37	
三甲氧苄胺嘧啶	291.1	230.1	95	33	IS1
		123.1		34	
磺胺甲氧哒嗪	281.0	126.1	75	27	IS2
		156.0		25	
磺胺吡啶	250.1	156.1	40	23	IS1
		108.0		32	
磺胺邻二甲氧嘧啶	311.1	156.1	70	30	IS2
		108.2		37	
磺胺二甲异恶唑	268.1	156.1	82	22	IS2
		113.2		25	
苯酰磺胺.	277.1	156.0	60	19	IS2
		108.0		32	
磺胺喹恶啉	301.1	156.0	80	24	IS2
		108.0		36	
磺胺苯吡唑	315.0	156.0	90	27	IS1
		108.0		40	
三甲氧苄胺嘧啶- ³ C13(IS1)	294.1	231.0	95	33	--
磺胺二甲(基)嘧啶-d4(IS2)	283.1	186.0	60	23	--

7.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书在规定时间和频次内对液相色谱/串联质谱仪进行仪器质量数和分辨率校正，其中仪器质量数偏移在 $\pm 0.5\text{Da}$ 之内，质谱峰半峰宽在 0.6Da - 0.9Da 之间，以确保仪器处于最佳测试状态。

注：Da，道尔顿 Dalton 的缩写，指以人名命名的原子质量单位。

7.2 标准曲线的建立

取一定量磺胺类抗生素标准使用液(4.8.2)，用 1+1 乙腈水溶液配制至少 5 个浓度点的标准系列(参

考质量浓度为 0.2 μg/L、1.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L），分别取 1.0 mL 制备好的标准系列，加入内标标准使用液（4.8.4）1.0 μL，混匀后储存在棕色样品瓶中，待测。

由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，以标准系列溶液中目标组分的浓度与内标物浓度的比值为横坐标，以其对应的峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标，建立标准曲线。

7.3 试样测定

取待测试样（6.2），按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。当水样浓度超出标准曲线线性范围时，应重新取样、适当稀释，按照（6.2）重新制备样品并测定。

7.4 空白试验

按与试样测定相同的条件（7.1）进行空白测试。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

按照表 2 确定的母离子与子离子进行监测，试样中目标组分的保留时间与标准样品中的该组分保留时间的相对偏差绝对值小于 2.5%；且对待测样品中各组分定性离子的相对丰度（ K_{sam} ，见式 1）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度（ K_{std} ，见式 2）进行比较，所得偏差在表 4 规定的最大允许范围内，可判定为样品中存在对应的待测物。16 种磺胺类抗生素及 2 种内标物总离子流图见图 1。

$$K_{sam}=A_2/A_1*100 \tag{1}$$

式中： K_{sam} —样品中组分定性离子的相对丰度；%；

A_2 —样品中某组分二级质谱定性离子的峰面积；

A_1 —样品中某组分二级质谱定量离子的峰面积。

$$K_{std}=A_{std2}/A_{std1}*100 \tag{2}$$

式中： K_{std} —标准样品中某组分定性离子的相对丰度；%；

A_{std2} —标准样品中某组分二级质谱定性离子的峰面积；

A_{std1} ：标准样品中某组分二级质谱定量离子的峰面积。

表 4 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

$K_{std}/\%$	K_{sam} 最大允许偏差/%
$K_{std}>50$	20

$20 < K_{std} \leq 50$	25
$10 < K_{std} \leq 20$	30
$K_{std} \leq 10$	50

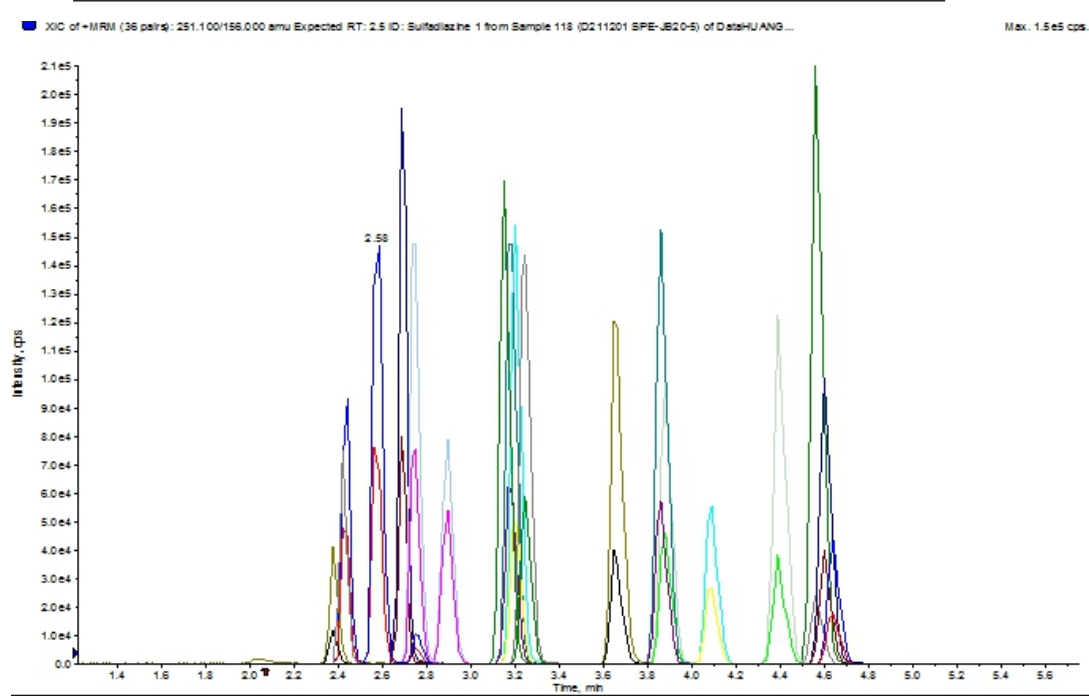


图 1 16 种磺胺类抗生素和 2 种内标物总离子流色谱图

8.2 定量分析

目标物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积，用内标法定量。

8.3 结果计算

样品中的目标物的质量浓度按公式（3）：

$$C=1000C_1*V_1/V*f$$

式中：C—样品中目标物的浓度，ng/L；

C₁—从标准曲线中查得的试样中目标物的浓度，μg/L

V₁—试样的体积，mL；

V—水样体积，mL

F—稀释倍数

8.4 结果表示

当测定结果大于等于 1 ng/L 时，保留 3 位有效数字；当测定结果小于 1 ng/L 时，数据保留至小数点后 2 位。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

对含磺胺类抗生素浓度为 0.5 ng/L、5.0 ng/L、20.0 ng/L 的统一空白加标样品进行了 6 次重复测定，相对标准偏差分别为 3.2%-7.9%，1.4%-9.8%，2.7%-8.9%。

对含磺胺类抗生素浓度为 0.5 ng/L、5.0 ng/L、20.0 ng/L 的实际样品加标样进行了 6 次重复测定，相对标准偏差分别为 3.3%-12.6%，1.4%-4.2%，1.2%-5.4%。

9.2 准确度

对含磺胺类抗生素浓度为 0.5 ng/L、5.0 ng/L、20.0 ng/L 的统一空白加标样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围分别为 92.3%-102%，97.3%-107%，82.7%-109%。

对含磺胺类抗生素浓度为 0.5 ng/L、5.0 ng/L、20.0 ng/L 的实际样品加标样进行了 6 次重复测定，加标回收率范围分别为 81.7%-105%，65.4%-75.9%，74.4%-94.4%。

具体的精密度和准确度结果统计见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白分析

每批样品至少做一个实验室空白，检出浓度不得超过方法检出限。

10.2 校准

每批样品应绘制标准曲线，相关系数 R 应大于等于 0.995，否则应重新绘制。

每批样品（最多 20 个样品）应测试标准曲线中间浓度点，其测定结果与实际浓度值相对标准偏差应小于等于 20%，否则须重新绘制校准曲线。

10.3 平行样测定

每批样品（最多 20 个样品）应分析一个平行样，结果的相对偏差应在 20%以内。

10.4 样品加标回收率测定

每批样品（最多 20 个样品）应分析一个基体加标样，基体加标回收率应控制在 60%-120%之间。

11 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

附录 A

(规范性附录)

方法的检出限和测定下限

表 A.1 给出了本方法中目标物的检出限和测定下限，取样量以 1L，定容体积为 1.0 mL 计。

附录 A.1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物	英文简称	检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)
1	磺胺嘧啶(磺胺哒嗪)	Sulfadiazine	0.09	0.36
2	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	0.05	0.20
3	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	0.12	0.48
4	磺胺二甲(基)嘧啶	Sulfamethazine	0.07	0.28
5	磺胺甲噻二唑	sulfamethizole	0.10	0.40
6	磺胺甲基异恶(新诺明)	Sulfamethoxazole	0.09	0.36
7	磺胺噻唑	Sulfathiazole	0.14	0.56
8	磺胺氯哒嗪	sulfachloropyridazine	0.08	0.32
9	三甲氧苄胺嘧啶(甲氧苄啶)	trimethoprim	0.16	0.64
10	磺胺甲氧哒嗪	sulfamethoxypyridazine	0.15	0.60
11	磺胺吡啶	Sulfapyridine	0.13	0.52
12	磺胺邻二甲氧嘧啶(磺胺多辛)	Sulfadoxine	0.10	0.40
13	磺胺二甲异恶唑(磺胺异噁唑)	Sulfisoxazole	0.08	0.32
14	苯酰磺胺.	sulfabenzamide	0.09	0.36
15	磺胺喹恶啉	sulfaquinoxaline	0.08	0.32
16	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	0.09	0.36

附录 B
(资料性附录)

方法的精密度和准确度

表 B.1 空白水样加标测定的精密度和准确度

编号	化合物	加标量 0.5 ng/L		加标量 5.0 ng/L		加标量 20.0 ng/L	
		平均回收率, %	RSD, %	平均回收率, %	RSD, %	平均回收率, %	RSD, %
1	磺胺嘧啶(磺胺哒嗪)	99.0	4.2	103	4.8	98.7	6.8
2	磺胺间二甲氧嘧啶	99.3	7.5	98.5	3.1	98.4	5.5
3	磺胺甲基嘧啶	93.0	3.3	102	8.0	98.9	8.9
4	磺胺二甲(基)嘧啶	104	4.6	101	1.4	99.4	4.8
5	磺胺甲噻二唑	96.0	5.4	103	6.3	95.5	4.3
6	磺胺甲基异恶唑	92.7	5.9	102	5.3	99.0	4.2
7	磺胺噻唑	109	6.1	105	9.8	96.8	2.7
8	磺胺氯哒嗪	99.7	7.4	101	3.0	101	3.9
9	三甲氧苄胺嘧啶	88.7	7.9	103	6.3	102	6.5
10	磺胺甲氧哒嗪	96.7	3.6	98.0	5.1	94.7	4.2
11	磺胺吡啶	94.3	5.3	107	8.6	99.8	4.3
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	108	6.2	99.1	2.5	98.4	3.4
13	磺胺二甲异恶唑	94.7	5.3	100	3.8	98.1	3.4
14	苯酰磺胺.	89.0	5.8	98.3	6.8	98.5	3.5
15	磺胺喹恶啉	82.7	4.0	97.4	4.6	92.3	5.2
16	磺胺苯吡唑	89.7	6.2	98.4	6.6	95.5	4.7

表 B.2 实际水样加标测定的精密度和准确度

编号	化合物	加标量 0.5 ng/L		加标量 5.0 ng/L		加标量 20.0 ng/L	
		平均回收率, %	RSD, %	平均回收率, %	RSD, %	平均回收率, %	RSD, %
1	磺胺嘧啶(磺胺哒嗪)	88.9	6.2	69.1	3.8	81.1	2.7
2	磺胺间二甲氧嘧啶	90.6	3.3	71.8	3.5	90.0	5.2
3	磺胺甲基嘧啶	101	7.6	69.7	2.6	81.8	4.3
4	磺胺二甲(基)嘧啶	98.3	4.5	75.9	1.8	93.8	2.6

5	磺胺甲噻二唑	90.9	6.5	72.8	1.4	90.2	3.1
6	磺胺甲基异恶唑	103	5.0	73.4	2.8	91.6	3.8
7	磺胺噻唑	104	8.5	72.7	2.5	83.6	1.2
8	磺胺氯哒嗪	94.6	5.3	69.6	4.2	87.5	3.4
9	三甲氧苄胺嘧啶	84.3	11.5	65.4	3.5	74.4	2.9
10	磺胺甲氧哒嗪	89.4	10.1	73.6	2.6	90.8	3.8
11	磺胺吡啶	98.9	7.9	72.5	3.0	83.1	2.0
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	99.4	5.8	72.0	2.6	90.7	3.4
13	磺胺二甲异恶唑	81.7	5.6	67.2	3.3	85.0	4.2
14	苯酰磺胺.	103	5.4	74.4	2.9	94.4	4.1
15	磺胺喹恶啉	91.4	5.0	71.0	2.1	88.2	5.4
16	磺胺苯吡唑	81.4	6.9	70.8	3.9	90.0	4.7

表 B.3 加标浓度为 0.5 ng/L 空白水样加标测定数据

化合物		测定值 (ng/L)						
1	磺胺嘧啶	0.51	0.51	0.48	0.47	0.48	0.52	0.51
2	磺胺间二甲氧嘧啶	0.5	0.46	0.53	0.46	0.48	0.55	0.50
3	磺胺甲基嘧啶	0.46	0.48	0.44	0.48	0.46	0.47	0.46
4	磺胺二甲(基)嘧啶	0.52	0.51	0.51	0.55	0.49	0.55	0.52
5	磺胺甲噻二唑	0.50	0.48	0.46	0.45	0.52	0.47	0.50
6	磺胺甲基异恶唑	0.50	0.46	0.42	0.47	0.45	0.48	0.50
7	磺胺噻唑	0.57	0.55	0.55	0.48	0.57	0.54	0.57
8	磺胺氯哒嗪	0.49	0.45	0.53	0.47	0.50	0.55	0.49
9	三甲氧苄胺嘧啶	0.38	0.44	0.45	0.44	0.47	0.48	0.38
10	磺胺甲氧哒嗪	0.51	0.49	0.48	0.49	0.47	0.46	0.51
11	磺胺吡啶	0.48	0.47	0.45	0.44	0.51	0.48	0.48
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	0.57	0.49	0.56	0.51	0.55	0.57	0.57
13	磺胺二甲异恶唑	0.46	0.43	0.48	0.48	0.49	0.50	0.46

14	苯酰磺胺.	0.45	0.42	0.42	0.44	0.49	0.45	0.45
15	磺胺喹恶啉	0.42	0.39	0.41	0.41	0.41	0.44	0.42
16	磺胺苯吡唑	0.46	0.44	0.43	0.43	0.43	0.50	0.46

表B.4 加标浓度为5.0 ng/L空白水样加标测定数据

化合物		测定值 (ng/L)						
1	磺胺嘧啶	5.18	5.14	5.35	5.39	5.21	4.7	5.18
2	磺胺间二甲氧嘧啶	5.08	4.92	4.68	4.84	5.07	4.97	5.08
3	磺胺甲基嘧啶	4.7	5.62	5.33	5.16	5.12	4.52	4.7
4	磺胺二甲(基)嘧啶	5.18	4.98	5.01	5.03	5.08	5.02	5.18
5	磺胺甲噻二唑	4.84	5.53	5.45	5.14	5.33	4.74	4.84
6	磺胺甲基异恶唑	5.03	5.2	5.47	5.03	5.3	4.68	5.03
7	磺胺噻唑	4.62	5.33	6.09	5.49	5.05	4.9	4.62
8	磺胺氯哒嗪	5.12	4.98	4.87	4.95	5.26	5.2	5.12
9	三甲氧苄胺嘧啶	4.7	5.34	5.62	5.1	5.16	4.91	4.7
10	磺胺甲氧哒嗪	4.88	4.97	5.16	4.57	5.17	4.65	4.88
11	磺胺吡啶	5.13	5.8	6.02	5.09	4.89	5.06	5.13
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	5.12	4.93	4.96	4.8	5.06	4.85	5.12
13	磺胺二甲异恶唑	5.16	5.27	5.01	4.76	4.93	4.87	5.16
14	苯酰磺胺.	4.57	5.35	5.26	4.69	4.97	4.65	4.57
15	磺胺喹恶啉	4.62	5.15	5.08	4.8	4.93	4.63	4.62
16	磺胺苯吡唑	4.71	5.26	5.32	4.68	4.99	4.55	4.71

表B.5 加标浓度为20.0 ng/L空白水样加标测定数据

化合物		测定值 (ng/L)						
1	磺胺嘧啶	21.42	18.10	19.47	18.35	20.91	20.15	21.42
2	磺胺间二甲氧嘧啶	20.03	18.52	19.60	18.47	20.08	21.34	20.03
3	磺胺甲基嘧啶	18.01	19.35	19.23	19.24	23.18	19.67	18.01

4	磺胺二甲(基)嘧啶	20.86	18.93	19.65	18.64	20.63	20.60	20.86
5	磺胺甲噻二唑	18.39	18.88	18.43	19.88	20.37	18.63	18.39
6	磺胺甲基异恶唑	19.05	20.81	20.06	18.72	20.56	19.62	19.05
7	磺胺噻唑	19.68	19.02	20.06	19.15	18.59	19.60	19.68
8	磺胺氯哒嗪	20.59	20.33	19.73	19.07	20.35	21.38	20.59
9	三甲氧苄胺嘧啶	20.37	20.05	19.86	19.57	23.05	19.59	20.37
10	磺胺甲氧哒嗪	18.19	18.34	18.78	19.19	20.39	18.75	18.19
11	磺胺吡啶	20.01	19.73	19.38	19.58	21.65	19.39	20.01
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	20.33	19.07	19.33	19.49	19.18	20.72	20.33
13	磺胺二甲异恶唑	20.43	19.19	19.58	19.03	19.02	20.46	20.43
14	苯酰磺胺	19.69	19.06	19.71	19.23	21.00	19.54	19.69
15	磺胺喹恶啉	18.29	17.66	19.08	18.19	20.04	17.50	18.29
16	磺胺苯吡唑	18.83	18.94	18.96	18.55	20.88	18.41	18.83

表B.6 加标浓度为0.5 ng/L基体加标样品测试数据

化合物		测定值 (ng/L)						
1	磺胺嘧啶	0.44	0.45	0.43	0.40	0.49	0.44	0.46
2	磺胺间二甲氧嘧啶	0.45	0.47	0.43	0.45	0.46	0.47	0.44
3	磺胺甲基嘧啶	0.52	0.51	0.45	0.53	0.56	0.48	0.47
4	磺胺二甲(基)嘧啶	0.51	0.48	0.45	0.49	0.51	0.51	0.49
5	磺胺甲噻二唑	0.42	0.44	0.42	0.46	0.50	0.47	0.47
6	磺胺甲基异恶唑	0.51	0.55	0.53	0.53	0.50	0.47	0.51
7	磺胺噻唑	0.60	0.53	0.51	0.52	0.53	0.45	0.51
8	磺胺氯哒嗪	0.48	0.49	0.43	0.47	0.51	0.47	0.46
9	三甲氧苄胺嘧啶	0.47	0.36	0.39	0.48	0.45	0.37	0.43
10	磺胺甲氧哒嗪	0.45	0.37	0.48	0.41	0.48	0.44	0.50
11	磺胺吡啶	0.52	0.47	0.50	0.54	0.50	0.42	0.51
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	0.52	0.53	0.46	0.49	0.52	0.50	0.46

13	磺胺二甲异恶唑	0.43	0.38	0.43	0.38	0.40	0.43	0.41
14	苯酰磺胺	0.56	0.50	0.52	0.53	0.53	0.48	0.49
15	磺胺喹恶琳	0.45	0.46	0.42	0.48	0.49	0.45	0.45
16	磺胺苯吡唑	0.40	0.40	0.45	0.42	0.43	0.37	0.38

表B.7 加标浓度为5.0 ng/L基体加标样品测试数据

编号	化合物	测定值 (ng/L)						
1	磺胺嘧啶	3.44	3.51	3.23	3.62	3.52	3.40	
2	磺胺间二甲氧嘧啶	3.67	3.75	3.38	3.56	3.63	3.56	
3	磺胺甲基嘧啶	3.39	3.58	3.52	3.41	3.41	3.59	
4	磺胺二甲(基)嘧啶	3.77	3.81	3.91	3.82	3.73	3.73	
5	磺胺甲噻二唑	3.66	3.66	3.58	3.72	3.64	3.59	
6	磺胺甲基异恶唑	3.82	3.72	3.54	3.63	3.59	3.71	
7	磺胺噻唑	3.60	3.50	3.76	3.64	3.70	3.60	
8	磺胺氯哒嗪	3.58	3.58	3.27	3.33	3.49	3.62	
9	三甲氧苄胺嘧啶	3.23	3.20	3.21	3.40	3.43	3.16	
10	磺胺甲氧哒嗪	3.60	3.70	3.55	3.66	3.76	3.80	
11	磺胺吡啶	3.66	3.49	3.60	3.74	3.74	3.51	
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	3.72	3.71	3.51	3.58	3.53	3.54	
13	磺胺二甲异恶唑	3.47	3.40	3.18	3.30	3.47	3.33	
14	苯酰磺胺	3.78	3.80	3.55	3.64	3.83	3.73	
15	磺胺喹恶琳	3.58	3.56	3.42	3.57	3.64	3.53	
16	磺胺苯吡唑	3.61	3.68	3.35	3.38	3.63	3.58	

表B.8 加标浓度为20.0 ng/L基体加标样品测试数据

编号	化合物	测定值 (ng/L)						
1	磺胺嘧啶	16.40	15.63	16.55	15.67	16.45	16.60	
2	磺胺间二甲氧嘧啶	18.14	17.08	19.43	18.00	16.86	18.48	
3	磺胺甲基嘧啶	15.78	16.04	16.69	15.54	16.58	17.48	
4	磺胺二甲(基)嘧啶	18.97	18.57	19.38	18.62	17.98	18.99	

5	磺胺甲噻二唑	18.20	17.50	18.83	18.24	17.31	18.21
6	磺胺甲基异恶唑	18.19	18.05	19.65	17.78	17.82	18.43
7	磺胺噻唑	16.96	16.87	16.88	16.60	16.44	16.61
8	磺胺氯哒嗪	17.30	17.27	17.97	17.56	16.57	18.28
9	三甲氧苄胺嘧啶	14.75	14.49	15.65	14.71	14.59	15.13
10	磺胺甲氧哒嗪	18.71	17.81	18.79	17.75	17.15	18.73
11	磺胺吡啶	16.41	16.91	16.52	16.09	16.78	16.97
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	18.44	17.78	18.97	17.98	17.20	18.51
13	磺胺二甲异恶唑	17.38	15.78	17.83	17.12	16.65	17.18
14	苯酰磺胺.	18.39	18.60	20.11	19.09	17.89	19.14
15	磺胺喹恶啉	17.52	16.92	18.73	17.52	16.43	18.78
16	磺胺苯吡唑	17.58	17.29	19.34	18.11	17.09	18.53