



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21316—2007

## 动物源性食品中磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of residues of sulfonamides in foodstuffs of animal origin—  
LC-MS/MS

2007-10-29 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 动物源性食品中磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了动物源性食品中磺胺类共计 23 种磺胺类药物残留量高效液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于肝、肾、肌肉、水产品 and 牛奶等动物源性食品中磺胺脒、甲氧苄啶、磺胺索嘧啶、磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺噻唑、磺胺甲噁啶、磺胺喹啉、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲氧嘧啶、磺胺甲二唑、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯达嗪、磺胺多辛、磺胺甲噻唑、磺胺异噻唑、磺胺苯酰、磺胺地索辛、磺胺噻沙啉、磺胺苯吡唑和磺胺硝苯残留量的定性确证和定量测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(等效 ISO 3696:1987)

### 3 原理

试样中加入  $C_{18}$  填料后研磨均匀,其中磺胺类药物残留用乙腈-水在微波辐照辅助下进行提取,用乙腈饱和的正己烷液液分配净化。用液相色谱-质谱/质谱测定,外标法定量。

### 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682—1992 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 甲酸:优级纯。
- 4.3 正己烷:色谱纯。
- 4.4 正丙醇。
- 4.5 无水硫酸钠:优级纯,500℃灼烧 4 h,置于干燥器中备用。
- 4.6  $C_{18}$  填料:40  $\mu\text{m}$ 。
- 4.7 硅藻土:化学纯。
- 4.8 乙腈-水(1 000+30)溶液:量取 1 000 mL 乙腈,加入 30 mL 水,混合均匀。
- 4.9 乙腈-水(1+1)溶液:将乙腈(4.1)与水按体积比 1:1 混合均匀。
- 4.10 水-甲酸(999+1):准确吸取 1 mL 甲酸(4.2)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。
- 4.11 乙腈饱和正己烷:量取 200 mL 正己烷(4.3)于 250 mL 分液漏斗中,加于少量乙腈,剧烈振摇数分钟,静止分层后,弃去下层乙腈层即得。
- 4.12 标准物质:磺胺脒(sulfaguanidine, SGN)、甲氧苄啶(trimethoprim, TMP)、磺胺索嘧啶(sulfisomidine, SIM)、磺胺醋酰(sulfacetamide, SAA)、磺胺嘧啶(sulfadiazine, SDZ)、磺胺吡啶(sulfapyridine, SPD)、磺胺噻唑(sulfathiazole, STZ)、磺胺甲噁啶(sulfamerazine, SMR)、磺胺喹啉(sulfamoxole, SMO)、磺胺二甲嘧啶(sulfadimidine, SDM)、磺胺甲氧嘧啶(sulfamethoxypyridazine, SMP)、磺胺甲

二唑(sulfamethizole, SMT)、磺胺对甲氧嘧啶(sulfamethoxydiazine, SMD)、磺胺间甲氧嘧啶(sulfamonomethoxine, SMM)、磺胺氯达嘧(sulfachlorpyridazine, SCP)、磺胺多辛(sulfadoxine, SDX)、磺胺甲𫫇唑(sulfamethoxazole, SMZ)、磺胺异𫫇唑(sulfafurazole, SFZ)、磺胺苯酰胺(sulfabenzamide, SBA)、磺胺地索辛(sulfadimethoxine, SDT)、磺胺喹沙啉(sulfaquinoxaline, SQX)、磺胺苯吡唑(sulfaphenazole, SPA)、磺胺硝苯(sulfanitran, SAN),纯度大于等于99%。

4.13 23种磺胺标准储备溶液:0.1 mg/mL。分别准确称取按其纯度折算为100%的每种磺胺标准物质(4.12)10.0 mg,用乙腈溶解并定容至100 mL,该标准储备溶液-20℃避光保存,有效期12个月。

4.14 23种磺胺混合标准中间溶液:10 μg/mL。准确移取各种磺胺类标准储备溶液(4.13)10 mL于100 mL棕色容量瓶中,用乙腈定容至刻度。该混合标准中间溶液在-20℃避光保存,有效期6个月。

4.15 23种磺胺混合标准工作溶液:根据需要用乙腈-水(4.9)由混合标准中间溶液(4.14)稀释成合适的混合标准工作溶液,现用现配。

## 5 仪器和设备

5.1 液相色谱-质谱串联仪:配有电喷雾离子源。

5.2 高速组织捣碎机。

5.3 均质器。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 氮吹仪。

5.6 涡旋混匀器。

5.7 分析天平:感量0.1 mg和0.01 g各一台。

5.8 真空泵。

5.9 移液器:1 mL,2 mL。

5.10 棕色鸡心瓶:150 mL。

5.11 样品瓶:2 mL,带聚四氟乙烯旋盖。

5.12 大号玻璃研钵。

5.13 pH计:测量精度±0.2。

5.14 离心机。

5.15 棕色分液漏斗:100 mL。

5.16 具螺旋盖聚四氟乙烯离心管:50 mL。

5.17 超纯水仪。

5.18 微波炉:家用,带有光波模式,功率700 W。

5.19 超声波发生器。

## 6 试样制备与保存

### 6.1 肌肉、内脏、鱼和虾

从原始样品中取出代表性样品,经高速组织捣碎机均匀捣碎,用四分法缩分出适量试样,均分成两份,分别装入洁净容器内,加封后作出标记,一份作为试样,一份作为留样。将试样于-20℃保存。

### 6.2 肠衣

从原始样品中取出代表性样品,用剪刀剪成4 mm<sup>2</sup>的碎片,用四分法缩分出适量试样,均分成两份,分别装入洁净容器内,加封后作出标记,一份作为试样,一份作为留样。将试样于-20℃保存。

### 6.3 牛奶

从原始样品中取出代表性样品,用组织捣碎机充分混匀,均分成两份,分别装入洁净容器内,加封后作出标记,一份作为试样,一份作为留样。将试样于4℃避光保存。

## 7 样品处理

### 7.1 提取

#### 7.1.1 肌肉、内脏、鱼、虾和肠衣

称取 2 g(精确至 0.01 g) 试样置于玻璃研钵内,再称取约 6 g(精确至 0.01 g)  $C_{18}$  填料(4.6)加至试样上用玻璃杵轻轻研磨,使样品与填料混合均匀(色泽均匀,状态分散),装于 50 mL 具螺旋盖聚四氟乙烯离心管中,加入 25 mL 乙腈-水溶液(4.8),漩涡振荡 1 min,放入家用微波炉中在光波模式下微波辐照 30 s, 3 000 r/min 离心 5 min,将乙腈层移入 100 mL 棕色分液漏斗中。离心后的沉淀物再加入 25 mL 乙腈摇匀,微波辅助提取 30 s, 3 000 r/min 离心 5 min,合并乙腈提取液,待净化。

#### 7.1.2 牛奶

取 2 g(精确至 0.01 g) 牛奶,置于玻璃研钵内,加入 6 g(精确至 0.01 g) 硅藻土(4.7),另加入 6 g(精确至 0.01 g)  $C_{18}$  填料(4.6),用玻璃杵轻轻研磨 30 s,使样品与填料混合均匀(色泽均匀,状态分散),装于 50 mL 具螺旋盖聚四氟乙烯试管中,加入 25 mL 乙腈-水溶液(4.8),漩涡振荡 1 min,放入家用微波炉中光波模式下微波辐照 30 s,于 3 000 r/min 离心 5 min,将乙腈层移入 100 mL 棕色分液漏斗中。离心后的沉淀物再加入 25 mL 乙腈摇匀,微波辅助提取 30 s,于 3 000 r/min 离心 5 min,合并乙腈提取液,待净化。

### 7.2 净化

提取液中加入 25 mL 乙腈饱和正己烷溶液(4.11),振摇 5 min,将底层乙腈溶液移入 150 mL 棕色鸡心瓶中,加入 10 mL 正丙醇(4.4),用旋转蒸发器于 45℃ 水浴中减压蒸发至近干,氮气流吹干。准确加入 1 mL 乙腈-水溶液(4.9),超声 30 s 溶解残渣,将溶解液移入 10 mL 棕色离心管中,加 0.5 mL 乙腈饱和正己烷(4.11),漩涡振荡 2 min,于 3 000 r/min 离心 5 min,弃去正己烷溶液,取底层乙腈-水溶液过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜,供高效液相色谱-质谱/质谱测定。

## 8 测定

### 8.1 标准工作曲线制备

用相应的空白样品基质提取液制备混合标准浓度系列,分别为 10 ng/mL、20 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、1 000 ng/mL(分别相当于测试样品中含有 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、500  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的目标化合物),按 8.2 和 8.3 规定测定并制备标准曲线。

### 8.2 液相色谱条件

- 色谱柱: Intersil ODS-3, 5  $\mu\text{m}$ , 150 mm  $\times$  4.6 mm(内径),或相当者;
- 流动相及洗脱条件见表 1;

表 1 流动相及梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A(乙腈)	流动相 B(0.1%甲酸)
0.0	0.5	99.5
5.0	10	90
25.0	50	50
30.0	40	60
30.5	0.5	99.5
40.0	0.5	99.5

- 流速: 0.8 mL/min;
- 柱温: 20℃;
- 进样量: 20  $\mu\text{L}$ 。

## 8.3 质谱/质谱条件

参见附录 A。

## 8.4 液相色谱-质谱/质谱测定

## 8.4.1 定性测定

按照上述条件测定样品和建立标准工作曲线,如果样品中化合物质量色谱峰的保留时间与标准溶液相比在±2.5%的允许偏差之内;待测化合物的定性离子对的重构离子色谱峰的信噪比大于或等于3 ( $S/N \geq 3$ ),定量离子对的重构离子色谱峰的信噪比大于或等于10 ( $S/N \geq 10$ );定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准溶液相比,相对丰度偏差不超过表2的规定,则可判断样品中存在相应的目标化合物。23种磺胺混合标准工作溶液的液相色谱/串联质谱多反应监测(MRM)色谱图和各磺胺药物相对保留时间参见图B.1和表B.1。

表2 定性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%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

## 8.4.2 定量测定

按照外标法进行定量计算。

## 9 结果计算

试样中每种磺胺药物残留量利用数据处理系统计算或按式(1)计算:

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

式中:

$X$ ——试样中被测组分残留量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$c$ ——从标准工作曲线得到的被测组分溶液浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );

$V$ ——试样溶液定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——试样溶液所代表的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

注:计算结果应扣除空白值。

## 10 定量限(LOQ)

本方法在动物肝、肾、肌肉组织和牛奶中23种磺胺药物残留的定量限均为50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;在水产品中23种磺胺药物残留的定量限为10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 11 回收率和精密度

参见表C.1~表C.5。

附 录 A  
(资料性附录)  
质谱/质谱测定参考条件<sup>1)</sup>

质谱/质谱测定参考条件:

- a) 离子源:电喷雾离子源;
- b) 扫描方式:正离子扫描;
- c) 检测方式:多重反应监测(MRM);
- d) 电喷雾电压:5 500 V;
- e) 雾化气压力:0.065 MPa;
- f) 气帘气压力:0.016 MPa;
- g) 辅助气压力:0.060 MPa;
- h) 离子源温度:475℃;
- i) 定性离子对、定量离子对、碰撞电压和去簇电压,见表 A.1。

表 A.1 23 种磺胺的定性离子对、定量离子对、碰撞电压和去簇电压

名称	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	碰撞电压/V	去簇电压/V
磺胺脒	215/156	215/156	18	55
	215/108		30	55
甲氧苄啶	291.1/230	291.1/230	33	85
	291.1/261		35	85
磺胺索嘧啶	279.2/124	279.2/124	30	70
	279.2/186		25	70
磺胺醋酰	215/156	215/156	18	55
	215/108		30	55
磺胺嘧啶	251/156	251/156	24	55
	251/108		35	60
磺胺吡啶	250/156	250/156	24	65
	250/184		24	65
磺胺噻唑	256/156	256/156	24	60
	256/108		35	60
磺胺甲噻啶	265/156	265/156	25	60
	265/172		24	60
磺胺萘啶	268/156	268/156	22	60
	268/113		24	65
磺胺二甲嘧啶	279/156	279/156	26	70
	279/186		25	70
磺胺甲氧嘧	281/156	281/156	25	70
	281/108		37	70

1) 所列参数是在 APM000 串联质谱仪上完成的,此处列出的实验用型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

表 A.1 (续)

名称	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	碰撞电压/V	去簇电压/V
磺胺甲二唑	271/156	271/156	22	40
	271/108		35	50
磺胺对甲氧嘧啶	281/156	281/156	25	70
	281/108		37	70
磺胺间甲氧嘧啶	281/156	281/156	25	70
	281/108		37	70
磺胺氯达嗪	285/156	285/156	22	40
	285/108		35	40
磺胺多辛	311/156	311/156	25	75
	311/108		40	75
磺胺甲噁唑	254/156	254/156	23	65
	254/108		35	65
磺胺异噁唑	268/156	268/156	22	60
	268/113		24	65
磺胺苯酰	276.9/156	276.9/156	20	67
	276.9/108		35	67
磺胺地索辛	311/156	311/156	25	75
	311/108		40	75
磺胺唑沙啉	301/156	301/156	25	70
	301/108		36	70
磺胺苯吡唑	315/156	315/156	30	80
	315/222		30	80
磺胺硝苯	336.1/294	336.1/294	21	75
	336.1/198		26	75

## 附录 B

(资料性附录)

标准溶液液相色谱/串联质谱色谱图和参考保留时间

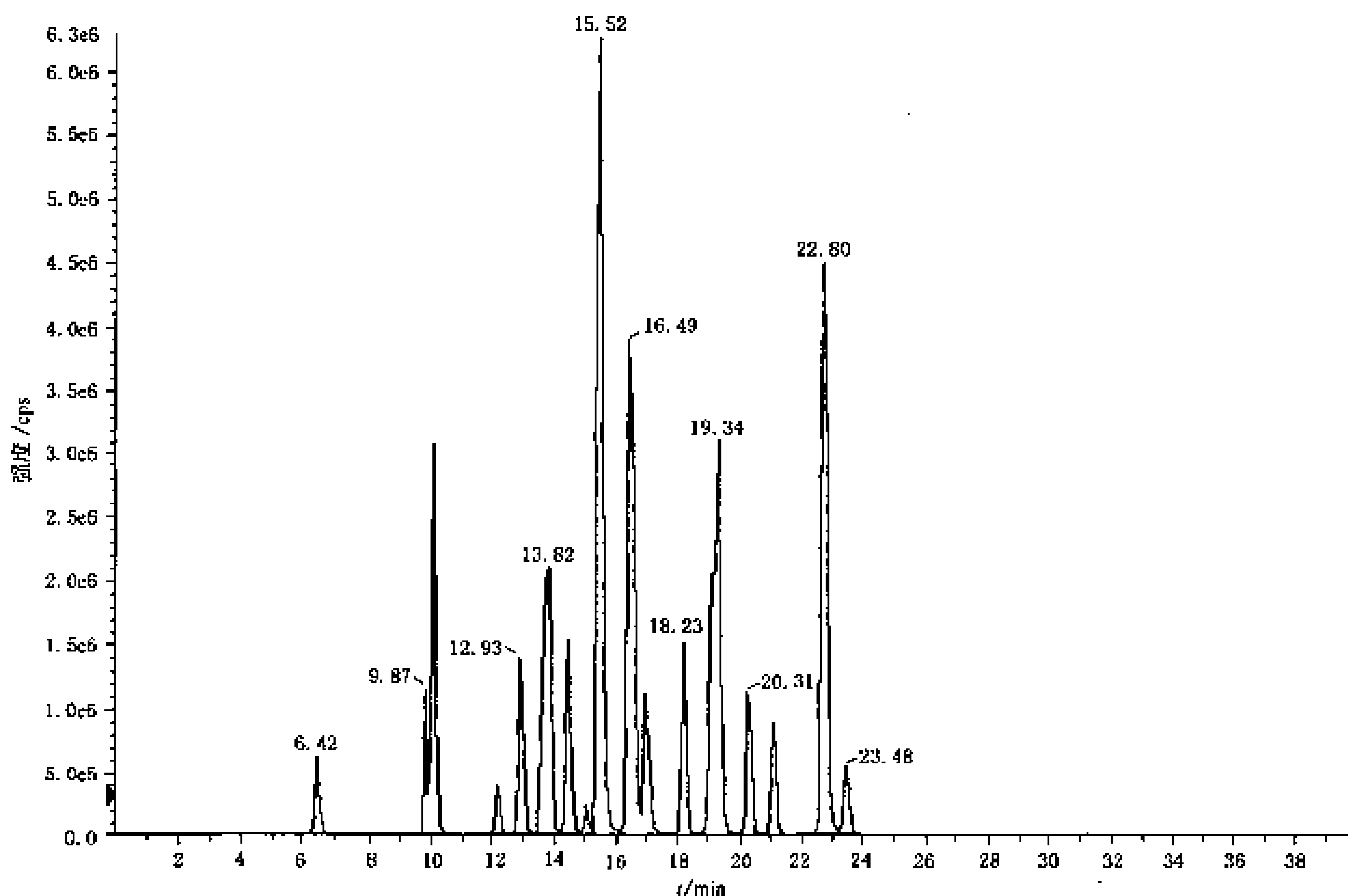


图 B.1 23 种磺胺标准工作溶液液相色谱/串联质谱色谱图

表 B.1 23 种磺胺标准工作溶液参考保留时间

化合物名称	保留时间/min	化合物名称	保留时间/min
磺胺脒	6.4	磺胺对甲氧嘧啶	17.0
甲氧苄啶	9.9	磺胺间甲氧嘧啶	18.2
磺胺索嘧啶	10.1	磺胺氯达嗪	19.1
磺胺醋酰	12.2	磺胺多辛	19.3
磺胺嘧啶	12.9	磺胺甲噁唑	20.3
磺胺吡啶	13.7	磺胺异噁唑	21.1
磺胺噻唑	13.8	磺胺苯酰	22.7
磺胺甲噻啶	14.5	磺胺地索辛	22.8
磺胺脒唑	15.1	磺胺噻沙啶	22.8
磺胺二甲嘧啶	15.5	磺胺苯吡啶	23.5
磺胺甲氧嘧	16.5	磺胺硝苯	26.4
磺胺甲二唑	16.6	—	—

附 录 C  
(资料性附录)  
添加回收率

表 C.1 鸡肉中磺胺类抗生素添加回收及相对标准偏差(n=6)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺脒	50	36.2	72.4	7.6
	100	76.3	76.3	9.8
	200	174.0	87.0	6.4
甲氧苄啶	50	39.5	79.0	6.7
	100	82.1	82.1	4.3
	200	163.6	81.8	11.2
磺胺索嘧啶	50	42.95	85.9	7.4
	100	96.7	96.7	10.6
	200	198.0	99.0	7.6
磺胺醋酰	50	42.0	84.0	10.4
	100	90.3	90.3	9.2
	200	204.8	102.4	6.9
磺胺嘧啶	50	40.6	81.2	7.4
	100	80.9	80.9	11.5
	200	172.0	86.0	8.9
磺胺吡啶	50	42.0	84.0	7.3
	100	97.4	97.4	8.4
	200	210.0	105.0	10.7
磺胺噻唑	50	44.3	88.6	7.3
	100	100.3	100.3	8.4
	200	199.6	99.8	5.2
磺胺甲噁啶	50	40.85	81.7	11.5
	100	98.0	98.0	7.9
	200	209.8	104.9	6.5
磺胺喹啉	50	40.55	81.1	8.4
	100	79.8	79.8	4.9
	200	164.0	82.0	7.9
磺胺二甲嘧啶	50	44.0	88.0	9.2
	100	85.5	85.5	9.0
	200	181.2	90.6	9.6
磺胺甲氧嘧	50	41.15	82.3	10.3
	100	91.4	91.4	9.4
	200	206.0	103.0	7.0

表 C.1 (续)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺甲二唑	50	45.65	91.3	5.4
	100	90.7	90.7	5.8
	200	189.4	94.7	6.1
磺胺对甲氧嘧啶	50	37.4	74.8	12.0
	100	76.1	76.1	6.8
	200	155.8	77.9	7.9
磺胺间甲氧嘧啶	50	36.85	73.7	9.1
	100	91.3	91.3	7.9
	200	177.2	88.6	5.9
磺胺氯达嗪	50	42.5	85.0	10.4
	100	88.0	88.0	11.8
	200	198.6	99.3	8.4
磺胺多辛	50	36.85	73.7	9
	100	90.0	90.0	6
	200	192.0	96.0	5.3
磺胺甲噁唑	50	44.1	88.2	9.4
	100	101.0	101.0	7.5
	200	219.4	109.7	5.8
磺胺异噁唑	50	39.3	78.6	10.7
	100	88.0	88.0	8
	200	185.0	92.5	12.4
磺胺苯酰	50	39.6	79.2	6.5
	100	87.1	87.1	6.9
	200	204.0	102.0	9.3
磺胺地索辛	50	41.0	82.0	11
	100	86.7	86.7	9.8
	200	196.6	98.3	7.3
磺胺噻沙啉	50	42.5	85.0	8
	100	99.7	99.7	6.4
	200	210	105.0	5.7
磺胺苯吡唑	50	38.5	77.0	8.7
	100	74.2	74.2	7
	200	158.8	79.4	6.8
磺胺硝苯	50	35.25	70.5	11
	100	72.3	72.3	12.6
	200	143.8	71.9	10.5

表 C.2 鸡肝中磺胺类抗生素添加回收及相对标准偏差(n=6)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺脒	50	35.5	71.0	10.3
	100	82.3	82.3	5.7
	200	178.0	89.0	6.2
甲氧苄啶	50	38.0	76.0	9.0
	100	85.9	85.9	8.7
	200	176.4	88.2	6.0
磺胺索嘧啶	50	39.7	79.4	7.5
	100	87.2	87.2	5.0
	200	171.4	85.7	4.9
磺胺醋酰	50	41.4	82.9	6.2
	100	91.3	91.3	7.4
	200	181.4	90.7	5.6
磺胺嘧啶	50	39.4	78.8	10.2
	100	79.6	79.6	11.8
	200	170.0	85.0	8.7
磺胺吡啶	50	39.5	79.0	9.8
	100	90.4	90.4	11.0
	200	177.0	88.5	7.4
磺胺噻唑	50	43.6	87.1	12.0
	100	96.4	96.4	7.5
	200	201.4	100.7	6.9
磺胺甲噻啶	50	37.3	74.6	7.8
	100	84.5	84.5	5.2
	200	197.0	98.5	8.0
磺胺喹啉	50	44.7	89.4	9.3
	100	84.4	84.4	7.0
	200	188.4	94.2	7.7
磺胺二甲嘧啶	50	44.0	88.0	8.4
	100	79.8	79.8	13.2
	200	182.4	91.2	11.4
磺胺甲氧嘧	50	39.8	79.5	10.0
	100	83.3	83.3	6.7
	200	194.0	97.0	5.0
磺胺甲二唑	50	38.1	76.2	9.8
	100	92.8	92.8	7.1
	200	167.4	83.7	10.3

表 C.2 (续)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺对甲氧嘧啶	50	37.45	74.9	12.4
	100	89.3	89.3	9.7
	200	151.6	75.8	6.5
磺胺间甲氧嘧啶	50	41.0	82.1	7.0
	100	88.0	88.0	5.5
	200	186.8	93.4	6.9
磺胺氯达嗪	50	41.0	81.9	9.0
	100	90.4	90.4	9.7
	200	205.4	102.7	12.2
磺胺多辛	50	88.3	88.3	3.8
	100	166.0	83.0	6.1
	200	43.8	87.6	4.0
磺胺甲噁唑	50	39.5	79	5.2
	100	80.7	80.7	8.1
	200	197.2	98.6	9.4
磺胺异噁唑	50	37.3	74.6	12.5
	100	72.5	72.5	8.7
	200	162.0	81.0	9.2
磺胺苯酰	50	44.9	89.8	7.4
	100	104.5	104.5	5.6
	200	204.0	102.0	8.0
磺胺地索辛	50	39.7	79.4	7.7
	100	88.0	88.0	9.8
	200	194.8	97.4	8.2
磺胺噻沙啉	50	42.0	84.0	3.8
	100	87.6	87.6	4.2
	200	165	82.5	5.7
磺胺苯吡唑	50	36.6	73.1	6.4
	100	78.7	78.7	5.0
	200	150.6	75.3	5.7
磺胺萘苯	50	35.0	70.1	11.0
	100	72.4	72.4	8.5
	200	158.0	79.0	7.3

表 C.3 猪肾中磺胺类抗生素添加回收及相对标准偏差(n=6)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺脒	50	37.2	74.3	12.0
	100	81.0	81.0	11.4
	200	153.6	76.8	9.1
甲氧苄啶	50	159.0	79.5	9.6
	100	76.6	76.6	7.0
	200	148.0	74.0	5.1
磺胺索嘧啶	50	45.5	91.0	11.0
	100	84.7	84.7	6.7
	200	181.4	90.7	9.0
磺胺醋酰	50	43.4	86.9	10.3
	100	89.7	89.7	7.1
	200	194.0	97.0	4.3
磺胺嘧啶	50	40.7	81.4	7.6
	100	85.0	85.0	10.2
	200	188.4	94.2	9.1
磺胺吡啶	50	43.6	87.3	10.6
	100	88.7	88.7	8.0
	200	196.0	98.0	5.1
磺胺噻唑	50	43.4	85.8	7.4
	100	86.3	86.3	6.5
	200	149.4	74.7	6.3
磺胺甲噻啶	50	37.5	75.0	7.1
	100	86.3	86.3	4.7
	200	180.2	90.1	7.3
磺胺喹啶	50	43.5	87.0	5.5
	100	92.2	92.2	9.5
	200	179.2	89.6	4.0
磺胺二甲噻啶	50	43.8	87.7	13.1
	100	79.4	79.4	9.1
	200	176.0	88.0	10.4
磺胺甲氧嘧	50	43.75	87.5	7.0
	100	90.6	90.6	5.2
	200	209.4	104.7	10.3

表 C.3 (续)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺甲二唑	50	45.7	91.4	6.4
	100	108.0	108.0	7.1
	200	205.2	102.6	8.8
磺胺对甲氧嘧啶	50	37.0	74.0	11.0
	100	76.3	76.3	5.1
	200	141.0	70.5	4.0
磺胺间甲氧嘧啶	50	37.9	75.8	11.0
	100	83.9	83.9	3.7
	200	171.6	85.8	6.0
磺胺氯达嗪	50	45.0	90.0	5.0
	100	89.3	89.3	4.7
	200	194.0	97.0	8.2
磺胺多辛	50	40.4	80.8	9.7
	100	87.4	87.4	9.6
	200	171.8	85.9	6.4
磺胺甲噁唑	50	40.5	81.0	6.0
	100	85.0	85.0	4.8
	200	45.0	89.9	5.7
磺胺异噁唑	50	39.5	79.0	10.0
	100	83.2	83.2	7.0
	200	41.0	81.9	4.5
磺胺苯酰	50	44.5	89	7.4
	100	89.5	89.5	9.3
	200	186.6	93.3	6.7
磺胺地索辛	50	42.7	85.4	6.0
	100	97.1	97.1	3.7
	200	199.0	99.5	7.9
磺胺噻沙啉	50	42.0	84.0	8.3
	100	110.2	100.2	10.4
	200	187.4	93.7	4.7
磺胺苯吡唑	50	36.6	73.2	9.8
	100	86.4	86.4	8.0
	200	158.6	79.3	6.7
磺胺硝苯	50	35.0	70.0	9.0
	100	74.8	74.8	7.8
	200	145.8	72.9	11.0

表 C.4 牛奶中磺胺类抗生素添加回收及相对标准偏差( $n=6$ )

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺脒	50	37.2	74.3	8.2
	100	86.0	86.0	9.0
	200	175.6	87.8	5.7
甲氧苄啶	50	44.4	88.9	8.4
	100	87.5	87.5	4.7
	200	190.0	9.0	6.6
磺胺索嘧啶	50	47.3	94.6	8.1
	100	101.5	101.5	5.0
	200	195.4	97.7	9.2
磺胺醋酰	50	48.0	96.0	7.4
	100	89.7	89.7	4.4
	200	186.0	93.0	7.5
磺胺嘧啶	50	43.8	87.5	7.6
	100	86.2	86.2	7.6
	200	184.2	92.1	6.1
磺胺吡啶	50	49.1	98.2	10.2
	100	98.5	98.5	8.7
	200	201.8	100.9	7.3
磺胺噻唑	50	48.6	97.3	11.6
	100	98.0	98.0	10.7
	200	189.2	94.6	8.0
磺胺甲噻啶	50	42.1	84.2	7.8
	100	90.8	90.8	6.8
	200	176.0	88.0	4.5
磺胺蝶啶	50	40.2	80.5	11.3
	100	84.6	84.6	6.4
	200	164.0	82.0	6.7
磺胺二甲嘧啶	50	47.5	95.0	8.9
	100	99.6	99.6	7.6
	200	205.4	102.7	7.5
磺胺甲氧嘧啶	50	42.1	84.2	7.8
	100	90.8	90.8	6.8
	200	176.0	88.0	4.5

表 C.4 (续)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺甲二唑	50	40.2	80.5	11.3
	100	84.6	84.6	6.4
	200	164.0	82.0	6.7
磺胺对甲氧嘧啶	50	47.5	95.0	8.9
	100	99.6	99.6	7.6
	200	205.4	102.7	7.5
磺胺间甲氧嘧啶	50	44.5	89.0	12.7
	100	89.2	89.2	11.0
	200	186.2	93.1	9.7
磺胺氯达嗪	50	46.0	92.0	7.2
	100	94.3	94.3	5.8
	200	179.4	89.7	5.1
磺胺地索辛	50	47.0	94.0	9.1
	100	94.8	94.8	9.5
	200	179.4	89.7	7.4
磺胺甲噁唑	50	40.8	81.7	5.6
	100	83.8	83.8	6.9
	200	181.6	90.8	7.3
磺胺异噁唑	50	36.9	73.8	5.7
	100	79.6	79.6	6.7
	200	160	80.0	8.0
磺胺苯酰	50	45.6	91.2	8.6
	100	85.9	85.9	7.0
	200	171.8	85.9	7.8
磺胺地索辛	50	37.4	74.8	7.6
	100	85.1	85.1	7.7
	200	159.4	79.7	6.0
磺胺噻沙啉	50	40.3	80.6	8.1
	100	85.7	85.7	5.3
	200	180.2	90.1	5.9
磺胺苯吡唑	50	44.0	88.1	10.0
	100	89.3	89.3	11.4
	200	188.0	94.0	8.2
磺胺硝苯	50	39.8	79.6	12.9
	100	86.2	86.2	9.7
	200	171.4	85.7	6.2

表 C.5 鱼组织中磺胺类抗生素添加回收及相对标准偏差( $n=6$ )

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺脒	5	3.58	71.6	8.2
	10	7.40	74.0	11.3
	30	26.76	89.2	14.7
甲氧苄啶	5	3.99	79.7	6.6
	10	7.92	79.2	9.3
	30	24.45	81.5	10.9
磺胺索嘧啶	5	4.41	88.2	5.8
	10	10.32	103.2	13.3
	30	29.88	99.6	6.2
磺胺醋酰	5	3.66	73.2	9.1
	10	10.76	107.6	14.0
	30	31.74	105.8	13.9
磺胺嘧啶	5	3.65	73.0	11.6
	10	8.78	87.8	12.9
	30	25.11	83.7	13.6
磺胺噻啶	5	4.12	82.4	4.9
	10	10.73	107.3	7.7
	30	31.98	106.6	13.3
磺胺噻唑	5	3.68	73.6	4.4
	10	9.80	98.0	10.3
	30	31.41	104.7	13.2
磺胺甲噻啶	5	4.42	88.4	10.8
	10	9.41	94.1	7.5
	30	31.74	105.8	12.6
磺胺萘啶	5	3.65	73.0	5.7
	10	7.29	72.9	10.5
	30	25.86	86.2	14.6
磺胺二甲嘧啶	5	3.75	75.0	9.2
	10	7.98	79.8	12.9
	30	27.96	93.2	14.4
磺胺甲氧嘧	5	3.95	79.0	7.6
	10	7.98	79.8	5.4
	30	32.46	108.2	14.6
磺胺甲二唑	5	3.63	72.6	6.8
	10	7.60	76.0	12.9
	30	26.19	87.3	13.6
磺胺对甲氧嘧啶	5	3.55	70.9	10.0
	10	7.80	78.0	10.6
	30	29.79	99.3	11.6

表 C.5 (续)

化合物	添加浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均测定浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率/ %	相对标准偏差/ %
磺胺间甲氧嘧啶	5	3.60	72.0	4.1
	10	9.02	90.2	12.9
	30	30.39	101.3	13.8
磺胺氯达嗪	5	3.58	71.6	13.5
	10	7.56	75.6	11.9
	30	28.74	95.8	10.8
磺胺多辛	5	4.84	96.8	5.8
	10	10.00	100.0	14.9
	30	31.41	104.7	14.4
磺胺甲噁唑	5	3.72	74.4	7.4
	10	9.37	93.7	12.1
	30	31.86	106.2	10.2
磺胺异噁唑	5	3.86	77.2	11.9
	10	8.51	85.1	14.2
	30	24.15	80.5	10.4
磺胺苯酰	5	3.83	76.6	4.5
	10	7.54	75.4	10.6
	30	29.46	98.2	13.0
磺胺地索辛	5	3.77	75.3	10.0
	10	7.02	70.2	12.9
	30	28.29	94.3	14.2
磺胺喹沙啉	5	3.73	74.6	8.8
	10	8.14	81.4	10.6
	30	32.61	108.7	12.5
磺胺苯吡唑	5	3.79	75.8	4.7
	10	7.82	78.2	7.4
	30	29.01	96.7	8.6
磺胺硝苯	5	3.73	74.6	14.7
	10	7.40	74.0	12.3
	30	23.94	79.8	9.8