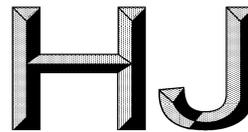


附件 10



# 中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□□—202□

## 水质 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法

Water quality—Determination of 18 sulfonamides and trimethoprim—High performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	4
9 结果计算与表示.....	7
10 准确度.....	9
11 质量保证和质量控制.....	10
12 废物处置.....	11
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限.....	12
附录 B（资料性附录） 方法准确度.....	13

# 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》和《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中18种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：国家环境分析测试中心、湖北省生态环境监测中心站。

本标准验证单位：湖南省生态环境监测中心、湖北省疾病预防控制中心、武汉市生态环境监控中心、北京市生态环境监测中心、浙江省生态环境监测中心、中国环境科学研究院、中持依迪亚（北京）环境检测分析股份有限公司、北京市科学技术研究院资源环境研究所、华东理工大学资源与环境工程学院和山东省分析测试中心。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 水质 18种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定

## 高效液相色谱-三重四极杆质谱法

警告：试剂配制和样品前处理应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

### 1 适用范围

本标准规定了测定水中 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲二唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噁唑、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺多辛、磺胺二甲异唑、磺胺苯酰、磺胺苯吡唑、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉共 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定。

采用直接进样法，进样体积为 5.0  $\mu\text{l}$  时，18 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的方法检出限为 0.6  $\mu\text{g/L}$ ~2  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~8  $\mu\text{g/L}$ ；采用固相萃取法，取样量为 0.5 L，试样定容体积为 1.0 ml，进样体积为 5.0  $\mu\text{l}$  时，18 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的方法检出限为 0.003  $\mu\text{g/L}$ ~0.006  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.012  $\mu\text{g/L}$ ~0.024  $\mu\text{g/L}$ 。其中直接进样法不适用于海水样品。

### 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

### 3 方法原理

在 pH 值为 4~7 条件下，样品中的磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶采用直接进样或经亲水性反相固相萃取柱富集净化，用高效液相色谱-三重四极杆质谱仪测定。根据保留时间和特征离子对定性，内标法定量。

## 4 干扰和消除

4.1 当样品中存在余氯等氧化性物质时,可在样品采集和保存(7.1)时加入抗坏血酸(5.6)消除干扰。

4.2 当样品基质较复杂时,可通过减少取样体积、增加稀释倍数或在固相萃取柱前端串联强阴离子交换柱等方法降低基质影响。

## 5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准分析纯试剂,实验用水为新制备不含目标化合物的纯水。

5.1 乙腈(CH<sub>3</sub>CN): 色谱纯。

5.2 甲醇(CH<sub>3</sub>OH): 色谱纯。

5.3 盐酸(HCl):  $\rho=1.19\text{ g/ml}$ ,  $w\in[36.0\%\sim 38.0\%]$ 。

5.4 乙酸(CH<sub>3</sub>COOH): 色谱纯。

5.5 氢氧化钠(NaOH)。

5.6 抗坏血酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>)。

5.7 二水合乙二胺四乙酸二钠(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·2H<sub>2</sub>O)。

5.8 甲醇溶液。

用甲醇(5.2)和水按1:1的体积比进行混合。

5.9 盐酸溶液。

量取100 ml盐酸(5.3),缓慢加入到100 ml实验用水中,混匀。

5.10 乙酸溶液。

用乙酸(5.4)和水按1:999体积比进行混合。

5.11 氢氧化钠溶液:  $\rho(\text{NaOH})=40\text{ g/L}$ 。

取4.0 g氢氧化钠(5.5)溶于少量水中,稀释至100 ml。

5.12 目标化合物标准贮备液:  $\rho=100.0\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

可购买有证标准溶液,组分包括磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、甲氧苄氨嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲二唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噻唑、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺多辛、磺胺二甲异唑、磺胺苯酰、磺胺苯吡唑、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉,按标准溶液证书要求保存。也可用有证标准物质制备,标准物质纯度大于99.0%,用甲醇(5.2)溶解,制备的标准贮备液于-20℃以下冷冻、密封、避光保存,保存期为180 d。

5.13 目标化合物标准使用液:  $\rho=10.0\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

移取适量目标化合物标准贮备液(5.12),用甲醇(5.2)稀释,于-20℃以下冷冻、密封、避光保存,保存期为90 d。

5.14 内标贮备液:  $\rho=100.0\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

内标物推荐<sup>13</sup>C<sub>3</sub>-甲氧苄氨嘧啶、<sup>13</sup>C<sub>6</sub>-磺胺吡啶和<sup>13</sup>C<sub>6</sub>-磺胺地索辛,也可使用其他同位素物质。可购买有证标准溶液,按标准溶液证书要求保存。也可用有证标准物质制备,标准

物质纯度大于 99.0%，用甲醇（5.2）溶解，制备的标准贮备液于-20℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为 180 d。

5.15 内标使用液： $\rho=1.00\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

移取适量内标贮备液（5.14），用甲醇（5.2）稀释，于-20℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为 90 d。

5.16 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 *N*-乙基吡咯烷酮共聚物，规格为 500 mg/6 ml，或其他等效固相萃取柱。

5.17 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.18 滤膜 I：0.22  $\mu\text{m}$ ，玻璃纤维或其他材质等效滤膜。

5.19 滤膜 II：0.45  $\mu\text{m}$ ，玻璃纤维或其他材质等效滤膜。

## 6 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃容器。

6.1 采样瓶：具塞玻璃瓶，0.5 L。

6.2 高效液相色谱-三重四极杆质谱仪：具备梯度洗脱和多反应监测功能。

6.3 色谱柱：填料粒径为 2.7  $\mu\text{m}$ ，柱长 150 mm，内径 2.1 mm 的  $\text{C}_{18}$  色谱柱或其他等效色谱柱。

6.4 固相萃取装置：手动或自动，流速可调节。

6.5 浓缩装置：氮吹仪或其他功能相当的浓缩装置。

6.6 微量注射器或移液器：10  $\mu\text{l}$ 、50  $\mu\text{l}$ 、100  $\mu\text{l}$ 、1000  $\mu\text{l}$ 。

6.7 进样瓶：2.0 ml 带聚四氟乙烯内衬垫的螺旋盖玻璃瓶。

6.8 一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

### 7.1 样品的采集和保存

参照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 和 HJ 442.3 的相关规定采集和运输样品。

样品充满采样瓶（6.1），若样品 pH 值不在 4~7 之间，应用盐酸溶液（5.9）或氢氧化钠溶液（5.11）调节 pH 值至 4~7，每 0.5 L 样品中加入 50 mg 抗坏血酸（5.6），在 4℃以下冷藏、密封、避光保存，7 d 内完成萃取。萃取液应于 4℃以下冷藏、密封、避光保存，30 d 内完成分析。

### 7.2 试样的制备

#### 7.2.1 直接进样法

样品恢复至室温，经滤膜 I（5.18）过滤，弃去至少 1 ml 初滤液后，准确移取 1.0 ml 滤液于进样瓶（6.7）中，加入 50.0  $\mu\text{l}$  内标使用液（5.15），混匀待测。

注：除海水外，其他样品可先用直接进样法分析，根据分析结果和实际需求考虑是否采用固相萃取法

(7.2.2) 分析。

## 7.2.2 固相萃取法

将固相萃取柱 (5.16) 固定在固相萃取装置 (6.4) 上, 依次使用 10 ml 甲醇 (5.2) 和 10 ml 实验用水活化, 在活化过程中应确保小柱中填料表面不露出液面。取 0.5 L 样品, 经滤膜 II (5.19) 过滤后, 加入 500 mg 二水合乙二胺四乙酸二钠 (5.7), 混匀后以 10 ml/min~15 ml/min (约 3~5 滴/秒) 的流速通过固相萃取柱。用 10 ml 实验用水淋洗小柱, 然后用真空泵干燥小柱 30 min 或用氮气 (5.17) 吹干。再用 8 ml 甲醇 (5.2) 以 3 ml/min (约 1 滴/秒) 的流速洗脱, 收集洗脱液。洗脱液经浓缩装置 (6.5) 浓缩至近干, 用甲醇溶液 (5.8) 定容至 1.0 ml, 加入 50.0  $\mu$ l 内标使用液 (5.15), 过滤膜 I (5.18) 后待测。

## 7.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品, 按照与试样的制备 (7.2) 相同步骤制备实验室空白试样。

# 8 分析步骤

## 8.1 仪器参考条件

### 8.1.1 液相色谱参考条件

流动相 A: 乙酸溶液 (5.10), 流动相 B: 甲醇 (5.2); 梯度洗脱程序见表 1;  
流速: 0.3 ml/min;  
柱温: 35  $^{\circ}$ C;  
进样体积: 5.0  $\mu$ l。

表 1 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	95	5
15	50	50
20	10	90
24	10	90
25	95	5
30	95	5

### 8.1.2 质谱参考条件

离子源: 电喷雾离子源 (ESI), 正离子模式;  
监测方式: 多反应监测 (MRM)。  
其他仪器条件如下:  
a) 干燥气温度: 350  $^{\circ}$ C;  
b) 干燥气流速: 8 L/min;  
c) 鞘气温度: 350  $^{\circ}$ C;

- d) 鞘气流速：11 L/min；  
 e) 毛细管电压：3500 V；  
 f) 喷嘴电压：500 V；  
 g) 雾化器压力： $2.41 \times 10^5$  Pa (35 psi)；  
 h) 目标化合物的多反应监测条件见表 2。

表 2 化合物的多反应监测条件

序号	化合物	母离子	子离子	传输电压 (V)	碰撞能 (V)	离子加速电压 (V)	定量内标
1	磺胺醋酰	215.1	155.9*	75	6	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺吡啶
			92.1		24		
2	磺胺嘧啶	251.1	92.1*	95	14	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺吡啶
			155.9		30		
3	磺胺噻唑	256.1	155.9*	95	12	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺吡啶
			92.1		30		
4	磺胺吡啶	250.1	155.9*	105	14	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺吡啶
			92.1		30		
5	磺胺甲基嘧啶	265.1	92.0*	105	30	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺吡啶
			108		28		
6	甲氧苄氨嘧啶	291.1	123.0*	170	24	3	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -甲氧苄氨嘧啶
			230		26		
7	磺胺间甲氧嘧啶	281.1	155.9*	105	16	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		34		
8	磺胺甲二唑	271.1	155.9*	95	12	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		30		
9	磺胺二甲嘧啶	279.1	185.9*	105	16	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		36		
10	磺胺甲氧哒嗪	281.1	155.9*	105	16	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		34		
11	磺胺氯哒嗪	285.1	155.9*	95	14	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		30		
12	磺胺甲噁唑	254.1	92.1*	95	14	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			155.8		30		
13	磺胺对甲氧嘧啶	281.1	155.9*	105	16	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		34		
14	磺胺多辛	311.1	155.9*	135	18	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		36		
15	磺胺二甲异唑	268.1	155.9*	95	12	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		30		
16	磺胺苯酰	276.8	155.9*	85	10	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		30		
17	磺胺苯吡唑	315.0	158.1*	125	32	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		46		
18	磺胺地索辛	311.1	155.9*	135	18	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		36		
19	磺胺喹噁啉	301.1	155.9*	125	16	3	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛
			92.1		34		
20	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺吡啶	256.1	161.9*	95	14	3	—

续表

序号	化合物	母离子	子离子	传输电压 (V)	碰撞能 (V)	离子加速电压 (V)	定量内标
21	<sup>13</sup> C <sub>3</sub> -甲氧苄氨嘧啶	294.0	123.0*	170	24	3	—
22	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -磺胺地索辛	317.1	161.9*	115	20	3	—
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。							
*为定量离子。							

### 8.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书在规定时间和频次内校正高效液相色谱-三重四极杆质谱仪的质量数和分辨率，以确保仪器处于最佳测试状态。

## 8.2 校准

### 8.2.1 标准曲线的建立

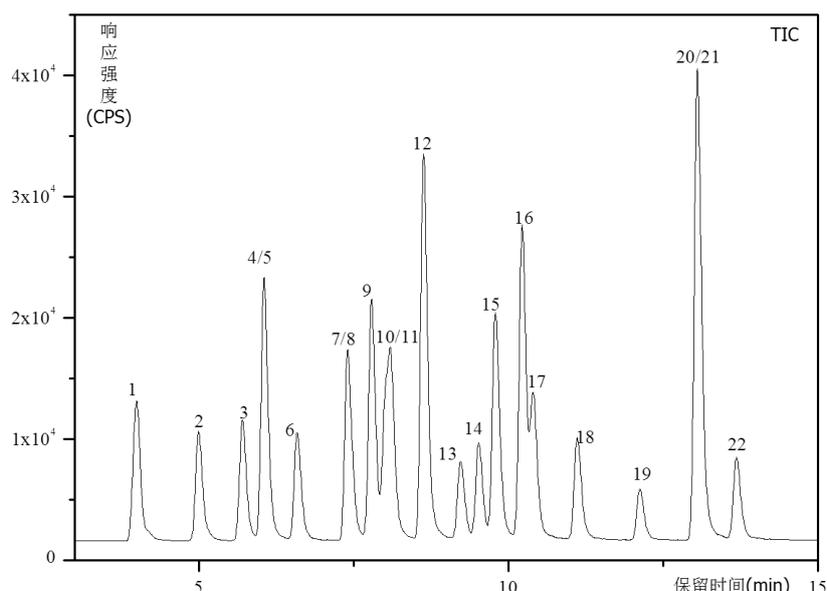
直接进样：取一定量目标化合物标准使用液（5.13），用实验用水配制至少 5 个浓度点的标准系列，目标化合物的质量浓度分别为 2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L 和 200 μg/L（此为参考浓度），分别取 1.0 ml 制备好的标准系列，加入内标使用液（5.15）50.0 μl，混匀待测。

固相萃取：取一定量目标化合物标准使用液（5.13），用甲醇溶液（5.8）配制至少 5 个浓度点的标准系列，目标化合物的质量浓度分别为 2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L 和 200 μg/L（此为参考浓度），分别取 1.0 ml 制备好的标准系列，加入内标使用液（5.15）50.0 μl，混匀待测。

按照仪器参考条件（8.1），从低浓度到高浓度的顺序，依次测定标准系列溶液，以目标化合物的质量浓度为横坐标，以其对应响应值与内标物响应值的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

### 8.2.2 标准参考谱图

在本标准仪器参考条件下，所有化合物的总离子色谱图见图 1。



1——磺胺醋酰；2——磺胺嘧啶；3——磺胺噻唑；4/5——磺胺吡啶、<sup>13</sup>C<sub>6</sub>-磺胺吡啶；6——磺胺甲基噻唑；7/8——甲氧苄氨嘧啶、<sup>13</sup>C<sub>3</sub>-甲氧苄氨嘧啶；9——磺胺间甲氧嘧啶；10/11——磺胺甲二唑、磺胺二甲嘧啶；12——磺胺甲氧哒嗪；13——磺胺氯哒嗪；14——磺胺甲噻唑；15——磺胺对甲氧嘧啶；16——磺胺多辛；17——磺胺二甲异唑；18——磺胺苯酰；19——磺胺苯吡唑；20/21——磺胺地索辛、<sup>13</sup>C<sub>6</sub>-磺胺地索辛；22——磺胺喹噁啉。

图 1 化合物总离子色谱图  
(所有化合物浓度 $\rho=50.0 \mu\text{g/L}$ )

### 8.3 试样测定

按照与标准曲线测定相同的仪器参考条件（8.1）进行试样（7.2）的测定。

### 8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的仪器参考条件（8.1）进行空白试样（7.3）的测定。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性分析

按照质谱参考条件（8.1.2）中确定的母离子与子离子进行监测，试样中目标化合物的保留时间与标准样品中该目标化合物保留时间的相对偏差绝对值应小于 2.5%；且将对待测样品中各目标化合物定性离子的相对丰度（ $K_{\text{sam},i}$ ）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度（ $K_{\text{std},i}$ ）进行比较，所得偏差在表 3 规定的最大允许偏差范围内，则可判定样品中存在该化合物。 $K_{\text{sam},i}$  和  $K_{\text{std},i}$  分别按照公式（1）和公式（2）计算。

$$K_{\text{sam},i} = \frac{A_{\text{sam}2,i}}{A_{\text{sam}1,i}} \times 100\% \quad (1)$$

式中： $K_{\text{sam},i}$ ——试样中目标化合物  $i$  定性离子对的相对丰度，%；

$A_{\text{sam}2,i}$ ——试样中目标化合物  $i$  定性离子对的峰面积；

$A_{\text{sam1},i}$ ——试样中目标化合物  $i$  定量离子对的峰面积。

$$K_{\text{std},i} = \frac{A_{\text{std2},i}}{A_{\text{std1},i}} \times 100\% \quad (2)$$

式中： $K_{\text{std},i}$ ——标准溶液中目标化合物  $i$  定性离子对的相对丰度，%；

$A_{\text{std2},i}$ ——标准溶液中目标化合物  $i$  定性离子对的峰面积；

$A_{\text{std1},i}$ ——标准溶液中目标化合物  $i$  定量离子对的峰面积。

表 3 相对离子丰度的最大允许偏差

$K_{\text{std},i}$	$K_{\text{sam},i}$ 相对于 $K_{\text{std},i}$ 的最大允许偏差
$K_{\text{std},i} > 50\%$	$\pm 20\%$
$20\% < K_{\text{std},i} \leq 50\%$	$\pm 25\%$
$10\% < K_{\text{std},i} \leq 20\%$	$\pm 30\%$
$K_{\text{std},i} \leq 10\%$	$\pm 50\%$

## 9.2 定量分析

### 9.2.1 直接进样法

采用直接进样法时，样品中目标化合物  $i$  的质量浓度按公式（3）计算。

$$\rho_i = \rho_{1,i} \times D \quad (3)$$

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{1,i}$ ——从标准曲线上计算得到的试样中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$D$ ——稀释倍数。

### 9.2.2 固相萃取法

采用固相萃取法时，样品中目标化合物  $i$  的质量浓度按公式（4）计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{1,i} \times V_1 \times D}{V} \quad (4)$$

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{1,i}$ ——从标准曲线上计算得到的试样中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$V_1$ ——试样定容体积，ml；

$V$ ——取样体积，ml；

$D$ ——稀释倍数。

## 9.3 结果表示

测定结果小数点后位数与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

## 10 准确度

### 10.1 精密度

#### 10.1.1 直接进样法

7家实验室采用直接进样法测试含有19种目标化合物的空白加标样品，加标浓度依次为2.0 µg/L、100 µg/L和180 µg/L，每种浓度样品重复测定6次；实验室内相对标准偏差分别为1.0%~24%、0.4%~16%和0.3%~12%；实验室间相对标准偏差分别为5.5%~24%、2.6%~14%和4.4%~18%；重复性限为0.3 µg/L~0.6 µg/L、8.8 µg/L~20.8 µg/L和12.8 µg/L~27.0 µg/L；再现性限为0.4 µg/L~1.3 µg/L、12.9 µg/L~37.0 µg/L和25.3 µg/L~90.4 µg/L。

7家实验室采用直接进样法分别加标测试水产养殖业废水、医院废水和工业废水，水产养殖业废水加标量2.0 µg/L，医院废水加标量100 µg/L，工业废水加标量180 µg/L，每种样品重复测定6次；实验室内相对标准偏差分别为0.3%~30%、0.3%~14%和0.3%~15%；实验室间相对标准偏差分别为7.8%~22%、6.3%~17%和5.7%~16%；重复性限为0.4 µg/L~0.7 µg/L、8.6 µg/L~14.5 µg/L和16.6 µg/L~34.9 µg/L；再现性限为0.6 µg/L~1.3 µg/L、22.1 µg/L~51.8 µg/L和38.7 µg/L~91.8 µg/L。

#### 10.1.2 固相萃取法

6家实验室采用固相萃取法测试含有19种目标化合物的空白加标样品，加标浓度依次为0.010 µg/L、0.100 µg/L和0.200 µg/L，每种浓度样品重复测定6次；实验室内相对标准偏差分别为2.9~22%、2.4%~14%和3.0%~17%；实验室间相对标准偏差分别为7.8~18%、5.1%~21%和10%~19%；重复性限为0.001 µg/L~0.003 µg/L、0.012 µg/L~0.023 µg/L和0.034 µg/L~0.061 µg/L；再现性限为0.003 µg/L~0.005 µg/L、0.025 µg/L~0.062 µg/L和0.060 µg/L~0.111 µg/L。

9家实验室采用固相萃取法分别加标测试地表水、海水、生活污水、养殖海水、医院废水和工业废水，地表水和海水加标浓度均为0.010 µg/L，生活污水、养殖海水和医院废水加标浓度均为0.100 µg/L（其中医院废水不是统一样品，不适用于实验室间精密度统计，仅进行了实验室内精密度统计），工业废水加标浓度为0.200 µg/L，每种样品重复测定6次；地表水和海水实验室内相对标准偏差分别为0.5%~25%和0.5%~23%，实验室间相对标准偏差分别为4.4%~29%和5.3%~29%，重复性限分别为0.002 µg/L~0.004 µg/L和0.002 µg/L~0.004 µg/L，再现性限分别为0.003 µg/L~0.008 µg/L和0.003~0.006 µg/L；生活污水和养殖海水实验室内相对标准偏差为1.0%~14%和2.6%~17%，实验室间相对标准偏差分别为6.5%~18%和1.3%~16%，重复性限分别为0.010 µg/L~0.032 µg/L和0.002 µg/L~0.026 µg/L，再现性限分别为0.026 µg/L~0.049 µg/L和0.004 µg/L~0.052 µg/L；工业废水实验室内相对标准偏差为1.7%~13%，实验室间相对标准偏差分别为5.1%~18%，重复性限分别为0.026 µg/L~0.054 µg/L，再现性限分别为0.045 µg/L~0.097 µg/L。

精密度结果统计参见附录B中的表B.1和表B.2。

## 10.2 正确度

### 10.2.1 直接进样法

7家实验室采用直接进样法分别测定加标浓度为2.0 μg/L、100 μg/L和180 μg/L的空白加标样品：加标回收率分别为56.0%~131%、76.6%~120%和68.1%~128%；加标回收率最终值为92.6%±21.8%~107%±34.1%、90.9%±25.5%~105%±16.0%和89.4%±27.9%~106%±36.1%。

7家实验室采用直接进样法分别加标测试水产养殖业废水、医院废水和工业废水，水产养殖业废水加标量2.0 μg/L，医院废水加标量100 μg/L，工业废水加标量180 μg/L：加标回收率分别为68.8%~146%、76.6%~146%和71.7%~137%；加标回收率最终值为92.4%±14.4%~106%±25.8%、96.1%±18.8%~112%±14.1%和93.9%±26.3%~107%±16.3%。

### 10.2.2 固相萃取法

6家实验室采用固相萃取法分别测定加标浓度为0.010 μg/L、0.100 μg/L和0.200 μg/L的空白加标样品：加标回收率分别为54.9%~121%、73.0%~129%和67.3%~125%；加标回收率最终值为82.4%±23.4%~99.6%±15.7%、97.8%±27.3%~105%±26.5%和86.5%±23.9%~97.8%±27.7%。

9家实验室采用固相萃取法分别加标测试地表水、海水、生活污水、养殖海水、医院废水和工业废水，地表水和海水加标浓度均为0.010 μg/L，生活污水、养殖海水和医院废水加标浓度均为0.100 μg/L，工业废水加标浓度为0.200 μg/L：加标回收率分别为61.7%~138%、66.7%~120%和68.3%~118%、71.3%~128%、66.5%~111%和70.8%~122%；加标回收率最终值为85.3%±14.2%~101%±8.2%、90.3%±16.3%~102%±13.5%、88.3%±12.3%~104%±7.5%、85.2%±8.0%~99.0%±17.0%、79.7%±4.2%~94.8%±15.0%和83.2%±11.3%~99.9%±12.7%。

正确度结果统计参见附录B中的表B.3和表B.4。

## 11 质量保证和质量控制

### 11.1 空白试验

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少测定1个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限。

### 11.2 校准

每批样品应建立标准曲线，线性相关系数应 $\geq 0.995$ ，否则重新建立标准曲线。

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少测定1个曲线中间浓度点标准溶液，测定结果与该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内，否则应重新建立标准曲线。

### 11.3 平行样

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少测定1个平行样，测定结果大于等于测定下限时，平行双样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

#### 11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少测定 1 个基体加标样，基体加标回收率应在 50%~150%之间。

#### 12 废物处置

实验中产生的废物应集中收集，分类保存，并做好相应的标识，依法处置。

附 录 A  
(规范性附录)  
方法检出限和测定下限

表 A.1 给出了本方法中目标化合物的方法检出限和测定下限，直接进样法以进样体积为 5.0 μl 计，固相萃取法以取样体积 0.5 L、定容体积 1.0 ml、进样体积 5.0 μl 计。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物中文名称	化合物英文名称	CAS No.	直接进样法		固相萃取法	
				方法 检出限 (μg/L)	测定 下限 (μg/L)	方法 检出限 (μg/L)	测定 下限 (μg/L)
1	磺胺醋酰	Sulfacetamide	144-80-9	0.7	2.8	0.004	0.016
2	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	0.9	3.6	0.006	0.024
3	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0	0.7	2.8	0.005	0.020
4	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	0.9	3.6	0.003	0.012
5	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	2	8	0.005	0.020
6	甲氧苄氨嘧啶	Trimethoprim	738-70-5	0.9	3.6	0.004	0.016
7	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	0.6	2.4	0.005	0.020
8	磺胺甲二唑	Sulfamethizole	144-82-1	2	8	0.003	0.012
9	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	0.6	2.4	0.004	0.016
10	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxy pyridazine	80-35-3	0.6	2.4	0.003	0.012
11	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	0.7	2.8	0.005	0.020
12	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	0.6	2.4	0.005	0.020
13	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	1	4	0.004	0.016
14	磺胺多辛	Sulfadoxine	2447-57-6	0.6	2.4	0.003	0.012
15	磺胺二甲异唑	Sulfisoxazole	127-69-5	0.6	2.4	0.004	0.016
16	磺胺苯酰	Sulfabenzamide	127-71-9	1	4	0.003	0.012
17	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	2	8	0.005	0.020
18	磺胺地索辛	Sulfadimethoxine	122-11-2	0.6	2.4	0.003	0.012
19	磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	2	8	0.004	0.016

附 录 B  
(资料性附录)  
方法准确度

方法的精密度数据见表 B.1~表 B.2。方法的正确度数据见表 B.3~表 B.4。

表 B.1 精密度汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标水平 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	磺胺醋酰	空白	2.0	1.9	3.4~7.3	19	0.3	1.1
			100	99.2	1.0~6.3	10	10.8	30.3
			180	182	0.4~4.2	18	13.2	90.4
		水产养殖业废水	2.0	2.1	1.6~18	9.5	0.6	0.8
			100	99.8	0.9~11	10	12.6	30.4
			180	169	1.7~9.5	14	22.2	69.3
2	磺胺嘧啶	空白	2.0	2.0	2.2~14	15	0.5	1.0
			100	99.6	0.6~14	4.7	17.0	20.5
			180	184	0.7~7.2	6.4	19.1	37.4
		水产养殖业废水	2.0	2.1	2.1~22	12	0.6	0.9
			100	114	1.3~8.7	16	13.1	51.8
			180	179	1.4~15	12	28.1	64.4
3	磺胺噻唑	空白	2.0	2.0	2.6~9.6	15	0.4	0.9
			100	101	1.1~8.5	3.0	10.8	13.2
			180	186	0.4~6.2	9.7	16.3	52.7
		水产养殖业废水	2.0	2.0	2.3~25	13	0.6	0.9
			100	99	0.7~11	10	13.5	31.1
			180	177	1.2~11	14	23.2	74.5
4	磺胺吡啶	空白	2.0	2.1	1.7~16	10	0.4	0.7
			100	102	0.8~10	5.2	14.4	20.0
			180	182	0.3~4.3	4.4	12.8	25.3
		水产养殖业废水	2.0	1.9	0.3~18	9.3	0.5	0.7
			100	96.1	0.4~14	9.8	14.5	29.5
			180	172	0.5~6.2	12	16.6	57.7
5	磺胺甲基嘧啶	空白	2.0	2.0	1.1~12	14	0.3	0.9
			100	99	0.4~15	3.4	18.2	19.3
			180	177	1.0~9.5	7.5	18.5	40.8
		水产养殖业废水	2.0	2.0	0.7~24	8.8	0.7	0.8
			100	98.7	0.6~13	10	14.3	30.6
			180	175	1.3~10	11	21.7	57.0
6	甲氧苄氨嘧啶	空白	2.0	2.0	2.5~13	14	0.5	0.9
			100	90.9	2.1~7.5	14	11.1	37.0
			180	161	0.7~8.5	17	22.9	80.2

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标水平(μg/L)	平均值(μg/L)	实验室内相对标准偏差(%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限(μg/L)	再现性限(μg/L)
6	甲氧苄氨嘧啶	水产养殖业废水	2.0	1.9	2.1~30	22	0.6	1.3
		医院废水	100	113	1.0~6.6	12	11.9	40.2
		工业废水	180	183	1.0~11	14	34.4	76.3
7	磺胺间甲氧嘧啶	空白	2.0	1.9	2.0~9.0	21	0.3	1.2
			100	99.5	0.6~6.6	2.6	11.6	12.9
			180	175	0.9~6.2	5.7	18.7	32.9
		水产养殖业废水	2.0	1.9	1.5~26	9.1	0.7	0.8
		医院废水	100	98.5	0.6~5.9	8.8	10.0	26.0
		工业废水	180	179	0.5~14	5.7	30.4	40.3
8	磺胺甲二唑	空白	2.0	2.1	2.5~20	11	0.5	0.8
			100	102	0.8~6.5	7.3	9.3	22.5
			180	180	1.2~9.9	9.5	24.8	53.0
		水产养殖业废水	2.0	2.0	1.1~30	8.3	0.7	0.8
		医院废水	100	102	0.5~9.7	7.7	13.5	25.2
		工业废水	180	182	1.0~14	7.9	34.9	51.7
9	磺胺二甲嘧啶	空白	2.0	2.0	2.5~8.5	8.0	0.3	0.5
			100	102	0.5~16	7.7	20.8	29.1
			180	178	0.5~10	9.8	27.0	55.1
		水产养殖业废水	2.0	1.8	2.2~21	7.8	0.5	0.6
		医院废水	100	98.3	0.7~6.7	7.6	9.2	22.5
		工业废水	180	184	0.7~7.8	8.5	23.8	49.2
10	磺胺甲氧哒嗪	空白	2.0	2.1	1.1~9.0	12	0.3	0.8
			100	105	1.1~6.8	8.0	12.5	26.3
			180	186	0.7~7.9	7.7	21.8	44.8
		水产养殖业废水	2.0	2.1	0.8~16	16	0.5	1.1
		医院废水	100	104	0.6~5.9	7.7	9.6	24.0
		工业废水	180	185	1.1~4.9	7.6	19.4	43.6
11	磺胺氯哒嗪	空白	2.0	2.1	2.5~11	9.9	0.4	0.7
			100	100	0.4~6.4	3.3	11.7	14.2
			180	181	1.3~9.4	8.1	23.6	46.6
		水产养殖业废水	2.0	2.1	1.0~22	19	0.6	1.2
		医院废水	100	105	0.7~9.9	17	12.0	51.8
		工业废水	180	191	0.6~7.0	16	24.9	87.3
12	磺胺甲噁唑	空白	2.0	2.0	1.9~9.0	5.5	0.3	0.4
			100	102	0.3~5.2	6.0	10.8	19.8
			180	191	1.1~9.7	8.0	26.1	49.0
		水产养殖业废水	2.0	2.1	1.5~13	15	0.5	1.0
		医院废水	100	138	0.9~8.4	9.7	14.5	39.5
		工业废水	180	238	1.0~8.0	13	31.2	91.8
13	磺胺对甲氧嘧啶	空白	2.0	1.9	1.4~15	24	0.4	1.3

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标水平 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )
13	磺胺对甲氧嘧啶	空白	100	102	2.3~6.5	4.5	11.0	16.4
			180	182	0.8~6.2	6.3	17.1	35.6
		水产养殖业废水	2.0	2.0	1.2~16	9.6	0.5	0.7
		医院废水	100	101	0.7~5.9	7.4	8.6	22.5
		工业废水	180	181	0.6~8.8	7.4	24.1	43.5
14	磺胺多辛	空白	2.0	1.9	1.0~8.6	18	0.3	0.9
			100	102	0.4~13	4.2	15.9	18.9
			180	182	0.5~9.1	7.0	21.8	40.8
		水产养殖业废水	2.0	2.0	1.6~15	9.5	0.5	0.7
		医院废水	100	110	0.5~5.7	6.5	10.0	22.1
工业废水	180	184	0.8~10	8.9	27.2	52.1		
15	磺胺二甲异唑	空白	2.0	1.9	1.9~9.8	15	0.3	0.9
			100	103	1.1~7.4	7.4	12.1	24.1
			180	188	0.5~5.9	12	13.6	64.1
		水产养殖业废水	2.0	2.0	1.2~15	20	0.5	1.2
		医院废水	100	106	0.6~7.4	16	11.2	49.4
工业废水	180	191	0.4~11	16	30.1	88.7		
16	磺胺苯酰	空白	2.0	2.1	1.1~12	11	0.4	0.7
			100	98.2	0.9~7.2	7.4	11.7	23.1
			180	176	0.5~7.3	8.9	21.2	48.1
		水产养殖业废水	2.0	1.9	1.3~25	11	0.7	0.9
		医院废水	100	96.5	0.4~8.4	9.6	12.9	28.4
工业废水	180	176	0.9~8.8	9.6	28.3	54.3		
17	磺胺苯吡唑	空白	2.0	2.0	1.5~15	16	0.4	1.0
			100	102	0.7~6.3	7.0	9.1	21.5
			180	177	0.3~12	7.2	26.0	43.2
		水产养殖业废水	2.0	2.1	1.2~25	8.5	0.7	0.8
		医院废水	100	98.2	0.3~7.4	8.5	10.0	25.2
工业废水	180	177	0.3~8.5	6.5	23.1	38.7		
18	磺胺地索辛	空白	2.0	2.1	0.6~9.8	13	0.3	0.8
			100	102	0.4~7.4	4.5	8.8	15.3
			180	182	0.5~5.9	7.1	13.4	38.1
		水产养殖业废水	2.0	2.0	0.6~15	11	0.4	0.7
		医院废水	100	112	0.3~7.4	6.3	12.1	22.7
工业废水	180	193	0.6~7.7	7.6	26.1	47.6		
19	磺胺喹噁啉	空白	2.0	2.0	2.3~24	16	0.6	1.1
			100	98.2	0.8~8.9	7.4	12.0	23.2
			180	179	0.9~10	11	21.2	56.5
		养殖废水	2.0	2.1	2.0~23	12	0.7	0.9
		医院废水	100	104	0.8~8.3	12	12.2	35.7
工业废水	180	190	0.9~7.6	10	23.1	57.6		

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	平均值 (µg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (µg/L)	再现性限 (µg/L)
1	磺胺醋酰	空白	0.010	0.008	7.1~14	9.6	0.002	0.003
			0.100	0.104	3.6~11	8.6	0.020	0.031
			0.200	0.188	6.0~13	12	0.047	0.077
		地表水	0.010	0.010	6.4~12	18	0.003	0.006
		海水	0.010	0.010	0.5~19	21	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.096	3.0~12	12	0.021	0.038
		养殖海水	0.100	0.082	5.0~14	3.3	0.020	0.023
		医院废水	0.100	/	2.1~14	/	/	/
工业废水	0.200	0.174	5.2~11	17	0.034	0.090		
2	磺胺嘧啶	空白	0.010	0.009	4.6~22	8.9	0.003	0.003
			0.100	0.099	4.7~11	13	0.019	0.040
			0.200	0.179	3.7~11	10	0.034	0.060
		地表水	0.010	0.009	0.5~15	6.9	0.002	0.003
		海水	0.010	0.010	5.3~14	29	0.002	0.006
		生活污水	0.100	0.098	4.4~13	8.7	0.024	0.032
		养殖海水	0.100	0.118	4.0~11	3.4	0.024	0.028
		医院废水	0.100	/	7.9~13	/	/	/
工业废水	0.200	0.269	2.2~8.2	10	0.040	0.085		
3	磺胺噻唑	空白	0.010	0.009	2.9~14	13	0.002	0.004
			0.100	0.103	3.2~11	9.6	0.019	0.033
			0.200	0.184	3.7~12	12	0.039	0.070
		地表水	0.010	0.009	4.5~23	4.4	0.004	0.004
		海水	0.010	0.010	4.5~13	11	0.003	0.004
		生活污水	0.100	0.092	3.8~12	12	0.022	0.036
		养殖海水	0.100	0.083	4.7~9.7	4.6	0.019	0.035
		医院废水	0.100	/	5.7~12	/	/	/
工业废水	0.200	0.182	3.6~8.8	14	0.034	0.077		
4	磺胺吡啶	空白	0.010	0.008	5.2~9.4	14	0.002	0.004
			0.100	0.102	2.5~7.9	12	0.017	0.038
			0.200	0.177	5.4~17	17	0.051	0.097
		地表水	0.010	0.009	6.6~18	29	0.003	0.008
		海水	0.010	0.011	4.4~17	9.7	0.003	0.004
		生活污水	0.100	0.093	4.0~12	12	0.017	0.036
		养殖海水	0.100	0.083	2.6~12	10	0.020	0.029
		医院废水	0.100	/	4.5~12	/	/	/
工业废水	0.200	0.185	3.1~8.9	12	0.033	0.068		
5	磺胺甲基嘧啶	空白	0.010	0.008	6.1~19	12	0.002	0.004
			0.100	0.102	1.8~14	12	0.017	0.038
			0.200	0.173	4.9~13	14	0.043	0.078
		地表水	0.010	0.009	5.7~13	23	0.003	0.006

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )
5	磺胺甲基嘧啶	海水	0.010	0.011	6.7~16	9.0	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.095	3.7~10	14	0.019	0.042
		养殖海水	0.100	0.083	3.6~15	12	0.021	0.039
		医院废水	0.100	/	4.3~11	/	/	/
		工业废水	0.200	0.174	3.4~11	13	0.036	0.070
6	甲氧苄氨嘧啶	空白	0.010	0.009	5.2~12	11	0.002	0.003
			0.100	0.104	2.7~7.4	15	0.013	0.046
			0.200	0.184	3.2~15	12	0.051	0.075
		地表水	0.010	0.011	5.7~18	13	0.003	0.005
		海水	0.010	0.010	3.8~21	16	0.004	0.005
		生活污水	0.100	0.096	5.5~7.9	13	0.018	0.039
		养殖海水	0.100	0.090	4.7~14	6.2	0.021	0.025
		医院废水	0.100	/	5.6~12	/	/	/
		工业废水	0.200	0.173	2.4~11	15	0.033	0.077
7	磺胺间甲氧嘧啶	空白	0.010	0.008	4.5~21	11	0.002	0.003
			0.100	0.103	3.0~5.5	21	0.012	0.062
			0.200	0.176	5.5~13	15	0.045	0.084
		地表水	0.010	0.009	6.4~19	28	0.004	0.008
		海水	0.010	0.011	3.7~16	5.3	0.003	0.004
		生活污水	0.100	0.104	1.0~11	7.2	0.017	0.026
		养殖海水	0.100	0.086	5.7~11	10	0.018	0.028
		医院废水	0.100	/	4.4~11	/	/	/
		工业废水	0.200	0.185	3.7~13	16	0.041	0.091
8	磺胺甲二唑	空白	0.010	0.009	5.1~8.0	19	0.001	0.005
			0.100	0.104	3.8~11	8.7	0.018	0.030
			0.200	0.191	3.9~11	18	0.044	0.106
		地表水	0.010	0.010	5.0~12	14	0.002	0.004
		海水	0.010	0.010	7.2~16	16	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.092	2.1~4.9	16	0.010	0.042
		养殖海水	0.100	0.084	3.2~14	1.4	0.022	0.052
		医院废水	0.100	/	3.4~13	/	/	/
		工业废水	0.200	0.171	3.7~9.7	9.2	0.026	0.050
9	磺胺二甲嘧啶	空白	0.010	0.009	4.1~11	18	0.002	0.005
			0.100	0.098	2.4~9.2	14	0.016	0.041
			0.200	0.186	5.4~11	14	0.043	0.082
		地表水	0.010	0.009	5.0~14	23	0.002	0.006
		海水	0.010	0.010	4.5~17	14	0.003	0.004
		生活污水	0.100	0.101	4.3~13	13	0.019	0.041
		养殖海水	0.100	0.085	4.3~12	9.6	0.021	0.050
		医院废水	0.100	/	6.7~9.6	/	/	/
		工业废水	0.200	0.175	2.3~12	12	0.039	0.070

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )
10	磺胺甲氧嘧啶	空白	0.010	0.009	6.2~9.2	15	0.002	0.004
			0.100	0.100	2.9~13	16	0.020	0.048
			0.200	0.179	4.7~13	16	0.048	0.091
		地表水	0.010	0.010	3.7~12	15	0.002	0.005
		海水	0.010	0.010	6.7~13	25	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.091	2.2~9.4	16	0.015	0.044
		养殖海水	0.100	0.083	4.9~14	6.9	0.020	0.041
		医院废水	0.100	/	5.3~14	/	/	/
		工业废水	0.200	0.182	2.9~13	13	0.031	0.073
11	磺胺氯嘧啶	空白	0.010	0.009	4.2~17	12	0.002	0.004
			0.100	0.103	3.2~12	12	0.021	0.040
			0.200	0.187	3.2~12	10	0.043	0.066
		地表水	0.010	0.010	5.3~17	18	0.003	0.006
		海水	0.010	0.011	0.5~20	6.9	0.004	0.005
		生活污水	0.100	0.095	4.8~10	11	0.020	0.035
		养殖海水	0.100	0.083	3.7~7.0	1.3	0.013	0.024
		医院废水	0.100	/	3.3~12	/	/	/
		工业废水	0.200	0.182	5.0~7.1	12	0.034	0.066
12	磺胺甲噁唑	空白	0.010	0.010	4.4~14	7.9	0.003	0.003
			0.100	0.103	3.2~14	5.1	0.023	0.025
			0.200	0.195	5.6~15	12	0.061	0.085
		地表水	0.010	0.017	4.1~13	4.8	0.004	0.004
		海水	0.010	0.010	0.5~18	18	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.142	4.8~13	6.5	0.032	0.039
		养殖海水	0.100	0.120	3.2~9.8	5.2	0.020	0.031
		医院废水	0.100	/	7.5~13	/	/	/
		工业废水	0.200	0.296	1.8~8.6	5.1	0.054	0.065
13	磺胺对甲氧嘧啶	空白	0.010	0.009	3.7~11	14	0.002	0.004
			0.100	0.102	3.4~7.6	14	0.013	0.043
			0.200	0.175	4.4~11	12	0.042	0.069
		地表水	0.010	0.010	6.6~25	16	0.004	0.006
		海水	0.010	0.010	7.0~16	13	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.099	3.9~6.7	17	0.016	0.049
		养殖海水	0.100	0.085	3.6~14	7.2	0.021	0.032
		医院废水	0.100	/	8.3~14	/	/	/
		工业废水	0.200	0.180	2.5~8.4	16	0.027	0.083
14	磺胺多辛	空白	0.010	0.009	3.9~8.2	11	0.002	0.003
			0.100	0.102	3.5~12	12	0.019	0.040
			0.200	0.183	5.0~15	10	0.049	0.069
		地表水	0.010	0.010	6.4~11	17	0.002	0.005
		海水	0.010	0.010	5.3~12	9.4	0.002	0.003

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )
14	磺胺多辛	生活污水	0.100	0.091	5.0~13	11	0.022	0.033
		养殖海水	0.100	0.009	3.7~9.8	16	0.002	0.004
		医院废水	0.100	/	4.2~11	/	/	/
		工业废水	0.200	0.177	3.3~9.6	5.6	0.039	0.045
15	磺胺二甲异唑	空白	0.010	0.009	4.0~11	8.4	0.002	0.003
			0.100	0.100	2.7~11	6.9	0.017	0.025
			0.200	0.196	3.0~13	14	0.051	0.091
		地表水	0.010	0.009	3.7~9.8	16	0.002	0.004
		海水	0.010	0.010	4.6~19	15	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.090	4.8~8.3	8.9	0.017	0.027
		养殖海水	0.100	0.090	3.0~16	15	0.024	0.037
		医院废水	0.100	/	4.1~13	/	/	/
		工业废水	0.200	0.173	2.6~7.8	15	0.029	0.078
16	磺胺苯酰	空白	0.010	0.009	4.6~9.8	16	0.002	0.004
			0.100	0.100	3.0~8.7	14	0.018	0.042
			0.200	0.188	5.3~14	19	0.048	0.111
		地表水	0.010	0.010	3.4~18	14	0.003	0.004
		海水	0.010	0.010	5.0~16	8.5	0.003	0.003
		生活污水	0.100	0.098	4.6~9.3	13	0.019	0.038
		养殖海水	0.100	0.090	6.9~17	9.2	0.026	0.031
		医院废水	0.100	/	4.8~8.9	/	/	/
工业废水	0.200	0.180	3.9~10	9.7	0.036	0.059		
17	磺胺苯吡唑	空白	0.010	0.009	4.3~20	8.0	0.003	0.003
			0.100	0.100	3.4~6.5	13	0.014	0.038
			0.200	0.180	5.9~12	15	0.043	0.085
		地表水	0.010	0.009	6.7~11	17	0.002	0.004
		海水	0.010	0.010	3.7~14	15	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.093	5.6~11	18	0.021	0.049
		养殖海水	0.100	0.084	4.1~8.6	6.6	0.016	0.033
		医院废水	0.100	/	3.7~12	/	/	/
工业废水	0.200	0.183	1.7~10	18	0.032	0.097		
18	磺胺地索辛	空白	0.010	0.009	4.5~7.7	10	0.002	0.003
			0.100	0.105	2.4~8.3	13	0.017	0.040
			0.200	0.176	4.2~14	11	0.043	0.066
		地表水	0.010	0.010	0.5~12	18	0.002	0.005
		海水	0.010	0.010	6.4~17	13	0.003	0.004
		生活污水	0.100	0.097	2.5~11	16	0.017	0.046
		养殖海水	0.100	0.087	4.0~6.7	8.1	0.013	0.025
		医院废水	0.100	/	3.4~13	/	/	/
工业废水	0.200	0.200	2.4~8.6	13	0.032	0.077		

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )
19	磺胺嘧啶	空白	0.010	0.009	5.1~11	14	0.002	0.004
			0.100	0.100	4.2~6.7	14	0.015	0.041
			0.200	0.189	4.3~12	14	0.047	0.086
		地表水	0.010	0.010	6.0~13	14	0.003	0.005
		海水	0.010	0.010	4.0~23	7.5	0.003	0.005
		生活污水	0.100	0.100	5.8~14	15	0.023	0.046
		养殖海水	0.100	0.086	4.7~6.9	15	0.014	0.030
		医院废水	0.100	/	2.2~17	/	/	/
工业废水	0.200	0.179	2.2~11	7.8	0.034	0.050		

表 B.3 正确度汇总表 (直接进样法)

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
1	磺胺醋酰	空白	2.0	66.1~119	95.4 $\pm$ 19.8
			100	91.1~120	99.2 $\pm$ 20.0
			180	81.0~128	101 $\pm$ 26.3
		水产养殖业废水	2.0	92.8~123	104 $\pm$ 19.8
		医院废水	100	83.2~117	99.8 $\pm$ 20.0
		工业废水	180	71.7~114	93.9 $\pm$ 26.3
2	磺胺嘧啶	空白	2.0	72.6~115	100 $\pm$ 25.8
			100	93.0~107	99.6 $\pm$ 34.9
			180	96.8~116	102 $\pm$ 23.4
		水产养殖业废水	2.0	85.9~121	106 $\pm$ 25.8
		医院废水	100	93.7~145	106 $\pm$ 34.9
		工业废水	180	82.0~118	99.7 $\pm$ 23.4
3	磺胺噻唑	空白	2.0	83.2~120	101 $\pm$ 25.0
			100	95.2~104	101 $\pm$ 20.3
			180	96.0~123	103 $\pm$ 28.3
		水产养殖业废水	2.0	83.3~118	98.4 $\pm$ 25.0
		医院废水	100	87.9~119	99.0 $\pm$ 20.3
		工业废水	180	83.9~125	98.1 $\pm$ 28.3
4	磺胺吡啶	空白	2.0	90.1~119	105 $\pm$ 17.5
			100	95.1~111	102 $\pm$ 18.8
			180	96.0~110	101 $\pm$ 22.1
		水产养殖业废水	2.0	79.8~105	94.3 $\pm$ 17.5
		医院废水	100	85.2~110	96.1 $\pm$ 18.8
		工业废水	180	83.8~113	95.6 $\pm$ 22.1
5	磺胺甲基嘧啶	空白	2.0	77.5~118	99.7 $\pm$ 17.3
			100	92.2~103	99.0 $\pm$ 19.7
			180	84.4~107	98.1 $\pm$ 21.2

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
5	磺胺甲基嘧啶	水产养殖业废水	2.0	84.6~110	97.7 $\pm$ 17.3
		医院废水	100	87.3~112	98.7 $\pm$ 19.7
		工业废水	180	84.8~110	97.3 $\pm$ 21.2
6	甲氧苄氨嘧啶	空白	2.0	82.2~115	98.9 $\pm$ 41.4
		空白	100	76.6~111	90.9 $\pm$ 25.5
			180	68.1~112	89.4 $\pm$ 27.9
		水产养殖业废水	2.0	75.2~134	95.6 $\pm$ 41.4
		医院废水	100	82.9~118	105 $\pm$ 25.5
工业废水	180	80.3~116	96.3 $\pm$ 27.9		
7	磺胺间甲氧嘧啶	空白	2.0	56.0~117	95.2 $\pm$ 17.6
			100	94.8~103	99.5 $\pm$ 17.4
			180	89.5~106	97.5 $\pm$ 11.4
		水产养殖业废水	2.0	84.5~109	96.8 $\pm$ 17.6
		工业废水	180	93.0~108	99.6 $\pm$ 11.4
8	磺胺甲二唑	空白	2.0	91.5~121	105 $\pm$ 16.3
			100	91.2~111	102 $\pm$ 15.7
			180	82.0~109	100 $\pm$ 18.2
		水产养殖业废水	2.0	91.2~110	98.4 $\pm$ 16.3
		工业废水	180	86.7~113	101 $\pm$ 16.0
9	磺胺二甲嘧啶	空白	2.0	89.2~112	99.9 $\pm$ 14.4
			100	92.3~117	102 $\pm$ 14.9
			180	82.0~113	99.1 $\pm$ 17.4
		水产养殖业废水	2.0	80.3~102	92.4 $\pm$ 14.4
		工业废水	180	94.2~117	102 $\pm$ 17.4
10	磺胺甲氧哒嗪	空白	2.0	90.8~131	107 $\pm$ 34.1
			100	97.3~119	105 $\pm$ 16.0
			180	93.8~118	104 $\pm$ 15.7
		水产养殖业废水	2.0	88.3~134	104 $\pm$ 34.1
		工业废水	180	93.6~115	103 $\pm$ 15.7
11	磺胺氯哒嗪	空白	2.0	85.8~113	103 $\pm$ 40.3
			100	94.0~104	100 $\pm$ 36.1
			180	89.1~116	101 $\pm$ 33.4
		水产养殖业废水	2.0	86.4~146	104 $\pm$ 40.3
		工业废水	180	88.2~137	106 $\pm$ 33.4
12	磺胺甲噁唑	空白	2.0	91.3~105	99.1 $\pm$ 30.8
			100	93.4~113	102 $\pm$ 29.5
			180	96.6~120	106 $\pm$ 36.1

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
12	磺胺甲噁唑	水产养殖业废水	2.0	88.2~133	104 $\pm$ 30.8
		医院废水	100	93.2~134	110 $\pm$ 29.5
		工业废水	180	86.2~132	106 $\pm$ 36.1
13	磺胺对甲氧嘧啶	空白	2.0	62.8~121	92.6 $\pm$ 21.8
			100	95.3~110	102 $\pm$ 15.0
			180	93.8~109	101 $\pm$ 14.8
		水产养殖业废水	2.0	86.4~120	100 $\pm$ 17.2
		医院废水	100	85.4~109	101 $\pm$ 15.0
		工业废水	180	90.0~111	100 $\pm$ 14.8
14	磺胺多辛	空白	2.0	75.8~114	92.7 $\pm$ 19.0
			100	98.0~109	102 $\pm$ 13.7
			180	93.7~113	101 $\pm$ 18.1
		水产养殖业废水	2.0	88.3~112	99.8 $\pm$ 19.0
		医院废水	100	92.7~112	103 $\pm$ 13.7
		工业废水	180	87.6~117	102 $\pm$ 18.1
15	磺胺二甲异唑	空白	2.0	73.3~116	93.5 $\pm$ 40.3
			100	96.0~115	103 $\pm$ 34.5
			180	94.3~127	104 $\pm$ 33.4
		水产养殖业废水	2.0	68.8~134	100 $\pm$ 40.3
		医院废水	100	76.6~120	106 $\pm$ 34.5
		工业废水	180	77.2~129	106 $\pm$ 33.4
16	磺胺苯酰	空白	2.0	91.4~120	103 $\pm$ 21.6
			100	88.5~111	98.4 $\pm$ 18.4
			180	87.5~115	97.8 $\pm$ 18.9
		水产养殖业废水	2.0	76.4~112	94.5 $\pm$ 21.6
		医院废水	100	81.8~113	96.5 $\pm$ 18.4
		工业废水	180	88.2~111	97.9 $\pm$ 18.9
17	磺胺苯吡唑	空白	2.0	68.9~117	98.8 $\pm$ 17.6
			100	95.9~115	102 $\pm$ 16.7
			180	92.1~112	98.6 $\pm$ 12.8
		水产养殖业废水	2.0	93.7~116	103 $\pm$ 17.6
		医院废水	100	85.0~112	98.2 $\pm$ 16.7
		工业废水	180	90.0~110	98.6 $\pm$ 12.8
18	磺胺地索辛	空白	2.0	89.4~128	103 $\pm$ 22.5
			100	96.5~108	102 $\pm$ 14.1
			180	94.3~112	101 $\pm$ 16.3
		水产养殖业废水	2.0	87.9~116	101 $\pm$ 22.5
		医院废水	100	87.3~118	104 $\pm$ 24.1
		工业废水	180	91.3~117	106 $\pm$ 21.2
19	磺胺喹噁啉	空白	2.0	76.0~124	102 $\pm$ 25.1
			100	88.4~110	98.2 $\pm$ 24.1
			180	82.6~114	99.4 $\pm$ 21.2

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
19	磺胺嘧啶	水产养殖业废水	2.0	87.4~126	105 $\pm$ 25.1
		医院废水	100	87.3~118	104 $\pm$ 24.1
		工业废水	180	91.3~117	106 $\pm$ 21.2

表 B.4 正确度汇总表 (固相萃取法)

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
1	磺胺醋酰	空白	0.010	69.7~94.3	84.9 $\pm$ 16.3
			0.100	88.3~113	104 $\pm$ 18.0
			0.200	77.6~107	94.0 $\pm$ 22.6
		地表水	0.010	78.3~122	99.4 $\pm$ 36.0
			海水	0.010	70.0~107
		生活污水	0.100	85.0~117	96.2 $\pm$ 23.6
		养殖海水	0.100	79.2~93.0	85.3 $\pm$ 10.2
		医院废水	0.100	76.7~94.7	83.6 $\pm$ 13.4
		工业废水	0.200	70.8~112	86.9 $\pm$ 30.2
2	磺胺嘧啶	空白	0.010	79.4~103	91.0 $\pm$ 16.1
			0.100	77.5~118	99.3 $\pm$ 26.0
			0.200	79.2~105	89.3 $\pm$ 18.4
		地表水	0.010	80.0~98.3	91.9 $\pm$ 12.8
		海水	0.010	66.7~120	91.4 $\pm$ 42.6
		生活污水	0.100	89.5~108	95.1 $\pm$ 14.0
		养殖海水	0.100	76.0~120	94.8 $\pm$ 28.2
		医院废水	0.100	71.3~100	81.8 $\pm$ 22.4
		工业废水	0.200	79.4~108	94.9 $\pm$ 25.4
3	磺胺噻唑	空白	0.010	70.8~104	92.2 $\pm$ 23.8
			0.100	88.7~112	103 $\pm$ 19.9
			0.200	72.6~102	91.8 $\pm$ 21.4
		地表水	0.010	88.3~100	93.9 $\pm$ 8.4
		海水	0.010	85.0~113	96.1 $\pm$ 22.4
		生活污水	0.100	78.7~104	91.9 $\pm$ 21.8
		养殖海水	0.100	79.3~108	91.1 $\pm$ 21.4
		医院废水	0.100	84.8~92.2	88.0 $\pm$ 5.4
		工业废水	0.200	75.6~102	90.9 $\pm$ 25.2
4	磺胺吡啶	空白	0.010	66.2~94.5	82.4 $\pm$ 23.4
			0.100	85.3~119	102 $\pm$ 24.6
			0.200	72.7~116	88.4 $\pm$ 30.6
		地表水	0.010	61.7~138	94.2 $\pm$ 54.0
		海水	0.010	80.0~117	101 $\pm$ 24.4
		生活污水	0.100	80.5~111	93.4 $\pm$ 23.0
		养殖海水	0.100	73.7~96.8	86.3 $\pm$ 16.0

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
4	磺胺吡啶	医院废水	0.100	82.5~106	92.0 $\pm$ 20.8
		工业废水	0.200	83.3~113	92.3 $\pm$ 21.6
5	磺胺甲基嘧啶	空白	0.010	67.7~92.4	83.1 $\pm$ 19.9
			0.100	84.5~116	102 $\pm$ 25.0
			0.200	71.3~98.3	86.5 $\pm$ 23.9
		地表水	0.010	70.0~118	86.1 $\pm$ 40.4
		海水	0.010	76.7~113	95.8 $\pm$ 28.2
		生活污水	0.100	82.0~115	95.4 $\pm$ 27.4
		养殖海水	0.100	71.3~109	90.2 $\pm$ 24.0
		医院废水	0.100	77.2~89.2	80.5 $\pm$ 8.80
		工业废水	0.200	74.2~99.3	87.0 $\pm$ 22.0
6	甲氧苄氨嘧啶	空白	0.010	72.6~101	86.9 $\pm$ 19.1
			0.100	81.3~122	104 $\pm$ 31.4
			0.200	82.7~111	91.8 $\pm$ 21.1
		地表水	0.010	76.7~128	95.0 $\pm$ 37.8
		海水	0.010	85.0~117	100 $\pm$ 26.0
		生活污水	0.100	70.3~101	88.3 $\pm$ 24.6
		养殖海水	0.100	83.7~102	93.0 $\pm$ 11.6
		医院废水	0.100	73.7~111	94.8 $\pm$ 30.0
		工业废水	0.200	72.5~102	83.2 $\pm$ 22.6
7	磺胺间甲氧嘧啶	空白	0.010	72.9~93.4	83.7 $\pm$ 18.1
			0.100	73.7~129	103 $\pm$ 43.6
			0.200	71.1~100	88.2 $\pm$ 26.0
		地表水	0.010	61.7~128	92.2 $\pm$ 51.6
		海水	0.010	83.3~115	102 $\pm$ 27.0
		生活污水	0.100	91.7~113	104 $\pm$ 15.0
		养殖海水	0.100	76.0~99.5	87.7 $\pm$ 16.6
		医院废水	0.100	71.2~110	86.2 $\pm$ 27.6
		工业废水	0.200	80.2~111	92.5 $\pm$ 29.8
8	磺胺甲二唑	空白	0.010	54.9~99.5	86.2 $\pm$ 32.0
			0.100	88.5~113	104 $\pm$ 18.0
			0.200	67.3~116	95.4 $\pm$ 35.2
		地表水	0.010	81.7~115	95.8 $\pm$ 26.6
		海水	0.010	81.7~113	96.4 $\pm$ 28.0
		生活污水	0.100	74.0~115	92.2 $\pm$ 29.6
		养殖海水	0.100	83.0~121	99.0 $\pm$ 34.0
		医院废水	0.100	77.5~90.2	85.1 $\pm$ 10.4
		工业废水	0.200	75.4~98.7	85.3 $\pm$ 15.6
9	磺胺二甲嘧啶	空白	0.010	78.3~121	89.8 $\pm$ 32.4
			0.100	80.2~117	97.8 $\pm$ 27.3
			0.200	84.3~118	93.0 $\pm$ 25.5
		地表水	0.010	68.3~123	91.7 $\pm$ 42.0
		海水	0.010	81.7~108	94.2 $\pm$ 21.0

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
9	磺胺二甲嘧啶	生活污水	0.100	78.8~112	101 $\pm$ 26.2
		养殖海水	0.100	77.8~118	93.0 $\pm$ 32.6
		医院废水	0.100	78.8~95.5	86.6 $\pm$ 14.2
		工业废水	0.200	74.6~105	87.6 $\pm$ 21.4
10	磺胺甲氧哒嗪	空白	0.010	64.6~104	88.3 $\pm$ 26.5
			0.100	73.0~118	100 $\pm$ 31.7
			0.200	75.8~112	89.7 $\pm$ 28.5
		地表水	0.010	76.7~112	95.8 $\pm$ 29.6
		海水	0.010	70.0~117	98.3 $\pm$ 32.6
		生活污水	0.100	72.2~112	91.5 $\pm$ 30.0
		养殖海水	0.100	79.7~112	92.5 $\pm$ 26.2
		医院废水	0.100	81.0~101	88.9 $\pm$ 17.4
		工业废水	0.200	77.1~109	90.9 $\pm$ 23.8
11	磺胺氯哒嗪	空白	0.010	74.5~107	90.0 $\pm$ 21.3
			0.100	81.3~116	103 $\pm$ 25.0
			0.200	81.7~109	93.3 $\pm$ 18.8
		地表水	0.010	85.0~128	101 $\pm$ 36.4
		海水	0.010	86.7~117	99.7 $\pm$ 22.8
		生活污水	0.100	79.5~105	95.4 $\pm$ 21.4
		养殖海水	0.100	75.5~98.2	85.4 $\pm$ 15.0
		医院废水	0.100	72.7~97.5	82.2 $\pm$ 17.8
		工业废水	0.200	75.0~101	89.7 $\pm$ 22.2
12	磺胺甲噁唑	空白	0.010	88.5~107	99.6 $\pm$ 15.7
			0.100	96.5~111	103 $\pm$ 10.6
			0.200	81.3~112	97.7 $\pm$ 22.7
		地表水	0.010	80.0~102	92.8 $\pm$ 17.2
		海水	0.010	78.3~112	94.4 $\pm$ 25.4
		生活污水	0.100	81.0~104	92.5 $\pm$ 15.8
		养殖海水	0.100	79.8~125	97.9 $\pm$ 30.6
		医院废水	0.100	66.5~92.7	81.5 $\pm$ 20.0
		工业废水	0.200	84.8~97.8	89.5 $\pm$ 11.4
13	磺胺对甲氧嘧啶	空白	0.010	63.9~97.3	85.5 $\pm$ 24.6
			0.100	81.7~127	102 $\pm$ 29.1
			0.200	70.0~97.7	87.3 $\pm$ 20.2
		地表水	0.010	81.7~123	96.4 $\pm$ 31.0
		海水	0.010	78.3~117	93.9 $\pm$ 25.0
		生活污水	0.100	77.0~117	99.4 $\pm$ 33.6
		养殖海水	0.100	78.0~104	87.7 $\pm$ 18.0
		医院废水	0.100	74.8~85.0	79.7 $\pm$ 8.40
		工业废水	0.200	76.7~115	89.8 $\pm$ 28.2

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
14	磺胺多辛	空白	0.010	80.6~107	93.7 $\pm$ 20.5
			0.100	89.3~126	102 $\pm$ 25.4
			0.200	83.0~109	91.5 $\pm$ 18.7
		地表水	0.010	85.0~128	100 $\pm$ 34.2
		海水	0.010	85.0~110	97.8 $\pm$ 19.8
		生活污水	0.100	80.7~103	90.9 $\pm$ 19.2
		养殖海水	0.100	75.5~107	93.1 $\pm$ 22.6
		医院废水	0.100	72.2~92.7	85.2 $\pm$ 15.6
工业废水	0.200	82.0~93.7	88.4 $\pm$ 9.80		
15	磺胺二甲异唑	空白	0.010	78.8~99.2	90.8 $\pm$ 15.2
			0.100	93.2~111	100 $\pm$ 13.8
			0.200	83.8~118	97.8 $\pm$ 27.7
		地表水	0.010	78.3~112	92.5 $\pm$ 28.8
		海水	0.010	81.7~110	95.3 $\pm$ 23.6
		生活污水	0.100	74.5~96.0	90.3 $\pm$ 16.0
		养殖海水	0.100	79.7~105	95.8 $\pm$ 21.8
		医院废水	0.100	76.7~102	87.8 $\pm$ 21.6
工业废水	0.200	77.0~112	86.7 $\pm$ 26.2		
16	磺胺苯酰	空白	0.010	65.7~104	91.7 $\pm$ 28.8
			0.100	80.7~117	103 $\pm$ 24.6
			0.200	73.0~125	94.2 $\pm$ 36.4
		地表水	0.010	83.3~122	97.5 $\pm$ 27.0
		海水	0.010	85.0~110	96.9 $\pm$ 17.8
		生活污水	0.100	82.5~117	97.7 $\pm$ 24.4
		养殖海水	0.100	81.3~101	93.5 $\pm$ 14.4
		医院废水	0.100	74.3~94.3	82.4 $\pm$ 17.2
工业废水	0.200	79.3~97.8	90.1 $\pm$ 17.4		
17	磺胺苯吡唑	空白	0.010	81.8~99.9	86.7 $\pm$ 13.5
			0.100	82.7~117	100 $\pm$ 25.1
			0.200	77.0~116	90.2 $\pm$ 26.9
		地表水	0.010	66.7~107	85.3 $\pm$ 29.0
		海水	0.010	73.3~117	96.4 $\pm$ 31.4
		生活污水	0.100	75.7~117	93.0 $\pm$ 32.6
		养殖海水	0.100	79.0~107	92.1 $\pm$ 21.4
		医院废水	0.100	76.0~97.3	87.3 $\pm$ 17.6
工业废水	0.200	79.6~122	91.6 $\pm$ 33.0		
18	磺胺地索辛	空白	0.010	80.6~107	94.1 $\pm$ 18.8
			0.100	89.7~126	105 $\pm$ 26.5
			0.200	75.8~104	88.1 $\pm$ 19.0
		地表水	0.010	78.3~120	99.2 $\pm$ 35.4
		海水	0.010	85.0~112	96.7 $\pm$ 22.2
		生活污水	0.100	68.3~112	96.9 $\pm$ 31.2
		养殖海水	0.100	77.8~95.7	85.2 $\pm$ 16.0

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
18	磺胺地索辛	医院废水	0.100	75.0~109	89.5 $\pm$ 23.8
		工业废水	0.200	79.7~112	99.9 $\pm$ 25.4
19	磺胺喹噁啉	空白	0.010	71.1~107	92.6 $\pm$ 26.2
			0.100	75.3~116	99.8 $\pm$ 27.7
			0.200	78.1~112	94.6 $\pm$ 26.6
		地表水	0.010	85.0~122	97.8 $\pm$ 27.6
		海水	0.010	71.7~113	93.1 $\pm$ 29.0
		生活污水	0.100	80.0~118	100 $\pm$ 29.4
		养殖海水	0.100	74.8~99.5	85.6 $\pm$ 19.0
		医院废水	0.100	73.8~104	90.9 $\pm$ 20.8
		工业废水	0.200	81.6~98.4	89.5 $\pm$ 14.0