

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5140—2019

代替 SN 0498—1995、SN/T 1965—2007、SN/T 2580—2010

出口动物源食品中磺胺类药物 残留量的测定

Determination of sulfonamides residues in foodstuffs of
animal origin for export

行业标准信息服务平台

2019-10-25 发布

2020-05-01 实施

中华人民共和国海关总署 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写。

本标准整合、修订了 SN 0498—1995《出口肉类中磺胺间二甲氧嘧啶残留量检验方法》、SN/T 1965—2007《鳗鱼及其制品中磺胺类药物残留量测定方法 高效液相色谱法》和 SN/T 2580—2010《进出口蜂王浆中 16 种磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》，与上述三个标准相比，除编辑性修改以外，主要技术内容变化如下：

——液相色谱法适用范围增加了畜禽肌肉，检测药物增加了磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺氯吡嗪、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺二甲异噻唑、苯酰磺胺和磺胺苯吡啶；

——液相色谱-质谱/质谱法适用范围增加了蜂蜜和脂肪，检测药物增加了磺胺醋酰和磺胺氯吡啶。

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这些专利的责任。

本标准由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广州海关、中华人民共和国杭州海关。

本标准主要起草人：吴映璇、邵琳智、侯建波、陈思敏、林峰、姚仰勋、谢敏玲、蓝草、欧阳少伦。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——SN 0498—1995；

——SN/T 1965—2007；

——SN/T 2580—2010。

行业标准信息服务平台

出口动物源性食品中磺胺类药物 残留量的测定

1 范围

本标准规定了出口动物源性食品中磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺苯吡啶、磺胺醋酰和磺胺氯吡啶 19 种磺胺类药物残留的液相色谱和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准第一法适用于畜禽肌肉、水产品中磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉和磺胺苯吡啶 17 种磺胺类药物残留量的液相色谱法检测；第二法适用于畜禽肌肉、肝脏、水产品、鸡蛋、牛奶、脂肪、蜂蜜和蜂王浆中磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺苯吡啶、磺胺醋酰和磺胺氯吡啶 19 种磺胺类药物残留量的液相色谱-质谱/质谱法检测和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 第一法 高效液相色谱法(HPLC 法)

3.1 方法提要

试样中的磺胺类药物经乙酸乙酯提取，提取液经正己烷脱脂后用固相萃取柱净化，高效液相色谱仪测定，外标法定量。

3.2 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。

3.2.1 甲醇，HPLC 级。

3.2.2 乙酸乙酯，HPLC 级。

3.2.3 正己烷。

3.2.4 乙酸，HPLC 级。

3.2.5 氨水，优级纯。

3.2.6 乙酸铵，HPLC 级。

3.2.7 氯化钠。

3.2.8 2 mmol/L 乙酸铵溶液：准确称取 0.154 克乙酸铵(3.2.6)于烧杯中，用 500 mL 水溶解并转移至 1 L 容量瓶中，用水定容至刻度。

- 3.2.9 流动相 B(0.3%乙酸-2 mmol/L 乙酸铵溶液):吸取 3 mL 乙酸(3.2.4)至 1 L 的 2 mmol/L 乙酸铵溶液(3.2.8)中,摇匀备用。
- 3.2.10 饱和氯化钠溶液:称取 50 g 氯化钠(3.2.7)于具塞三角瓶中,加入 100 mL 水,摇匀备用。
- 3.2.11 洗脱液(5%氨甲醇):量取 5 mL 氨水(3.2.5)和 95 mL 甲醇(3.2.1)置于聚丙烯试剂瓶中,摇匀备用。
- 3.2.12 定容液 1:量取 50 mL 甲醇和 50 mL 流动相 B(3.2.9)置于具塞三角瓶中,摇匀备用。
- 3.2.13 定容液 2:量取 20 mL 甲醇和 80 mL 流动相 B(3.2.9)置于具塞三角瓶中,摇匀备用。
- 3.2.14 17 种磺胺类药物标准品:磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉和磺胺苯吡啶 17 种磺胺类化合物的中英文名、CAS 号、分子式和分子量见表 A.1,纯度均大于 95%。
- 3.2.15 磺胺标准储备液:准确称取适量 17 种磺胺类化合物标准品(3.2.14),用甲醇配制成浓度为 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。
- 3.2.16 磺胺混合标准中间液(10 mg/L):分别吸取适量的磺胺标准储备液(3.2.15)至 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释并定容至刻度,配制浓度为 10 mg/L 标准中间液。
- 3.2.17 磺胺混合标准中间液(1.0 mg/L):分别吸取适量的磺胺标准储备液(3.2.16)至 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释并定容至刻度,配制浓度为 1.0 mg/L 标准中间液。
- 3.2.18 标准曲线:按准确吸取一定量的磺胺标准混合中间液(3.2.17)、定容液 1(3.2.12)于液相色谱进样瓶中,摇匀备用。该标准曲线溶液即配即用。
- 3.2.19 混合型阳离子交换固相萃取柱(150 mg,6 mL)或性能相当者,使用前依次用 5 mL 甲醇、5 mL 流动相 B(3.2.9)活化。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 高效液相色谱仪配紫外或二极管阵列检测器。
- 3.3.2 均质器,配备直径 19 mm 均质刀。
- 3.3.3 超声波振荡器。
- 3.3.4 高速离心机,4 000 r/min,8 500 r/min。
- 3.3.5 肉类组织粉碎机。
- 3.3.6 减压旋转蒸发仪。
- 3.3.7 吹氮浓缩仪。
- 3.3.8 漩涡振荡器。
- 3.3.9 离心管:具塞,50 mL。
- 3.3.10 滤膜:0.2 μm ,聚四氟乙烯滤膜。

3.4 试样的制备与保存

- 3.4.1 在制样的操作过程中,应防止样品污染或发生残留量含量的变化
- 3.4.2 畜禽肌肉、水产品:取有代表性样约 500 g,用组织捣碎机捣碎,装入洁净容器作为试样,密封并做好标识,于-18 $^{\circ}\text{C}$ 下保存。

3.5 测定步骤

3.5.1 提取

称取经制备的试样 5 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 15 mL 乙酸乙酯(3.2.2)超声 10 min,用均质器以 14 000 r/min 均质 30 s,提取液以 4 000 r/min 离心 5 min。上清液转移至 100 mL 茄形瓶中。另取一 50 mL 离心管,加入 15 mL 乙酸乙酯以洗涤均质刀头 10 s。洗涤液转入前一离心管

中,用玻棒捣碎下层残渣,超声 10 min,在涡旋振荡器上振荡 2 min,4 000 r/min 离心 5 min,上清液合并至茄形瓶中。40 ℃减压旋转蒸发至干。

残渣用 2.0 mL 定容液 1(3.2.12)溶解,涡旋振荡 1 min,超声 5 min。加入 1.0 mL 饱和氯化钠(3.2.10),振荡 0.5 min。加入 5 mL 正己烷(3.2.3),涡旋振荡 0.5 min,转移至 15 mL 离心管中,3 500 r/min离心 5 min 分层。弃去上层正己烷,再按上法加入 5 mL 正己烷脱脂一次,下层清液备用待净化。

3.5.2 净化

脱脂后吸取 1.5 mL 下层澄清液加入 5.0 mL 流动相 B(3.2.9),移至已活化的混合型阳离子交换固相萃取柱(3.2.19)中,流速维持在 1 mL/min。然后用 5 mL 流动相 B,2 mL 甲醇淋洗,流速 1 mL/min,真空抽干。用 8 mL 洗脱液(3.2.11)洗脱,流速 1 mL/min,真空抽干,收集洗脱液。40 ℃减压旋转蒸发至干。残渣用 1.0 mL 定容液 2(3.2.13)溶解,超声 5 min,涡旋振荡 2 min,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供液相色谱仪测定。

3.6 测定

3.6.1 高效液相色谱条件

高效液相色谱条件如下:

- 色谱柱: C_{18} 柱,4.6 mm(内径)×250 mm,5 μm,或相当者;
- 流动相:流动相 A:甲醇+流动相 B:0.3%乙酸 2 mmol/L 乙酸铵溶液,梯度洗脱程序见表 1;
- 流速:1.0 mL/min;
- 柱温:30 ℃;
- 进样量:40 μL;
- 检测波长:268 nm;

表 1 流动相梯度洗脱程序

梯度时间/min	流动相 A:甲醇/%	流动相 B:0.3%乙酸 2 mmol/L 乙酸铵溶液/%
0	8	92
7	16	84
13	22	78
18	25	75
24	30	70
32	50	50
34	50	50
37	90	10
39	90	10
39.5	8	92
55	8	92

3.6.2 液相色谱测定

按照 3.6.1 液相色谱测定条件对标准工作溶液及样液等体积参插进样测定,样品中待测物含量应

在标准曲线范围之内,如果含量超出标准曲线范围,应进行适当稀释后测定。在该条件下,17种磺胺类化合物的标准物质色谱图参见附录B中图B.1,保留时间参见附录B表B.1。

3.7 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

3.8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中磺胺类药物的含量,计算结果应扣除空白值:

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

式中:

- X_i —— 试样中被测组分含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- c —— 由标准曲线得到的样液中被测组分的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

3.9 测定低限

本方法的测定低限为 $10\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

3.10 回收率

畜禽肌肉、水产品中磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉和磺胺苯吡啶 17 种磺胺药物的添加浓度及回收率数据见附录 C 中表 C.1~表 C.3。

4 第二法 液相色谱-质谱/质谱法(LC-MS/MS 法)

4.1 方法提要

试样中的磺胺类药物经乙酸乙酯和 50%三氯乙酸溶液提取,乙腈饱和正己烷脱脂,固相萃取柱净化,液相色谱-质谱/质谱仪测定,内标法定量。

4.2 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。无特别说明,其他试剂和材料的要求与 3.2 一致。

- 4.2.1 甲酸,HPLC 级。
- 4.2.2 三氯乙酸,HPLC 级。
- 4.2.3 50%三氯乙酸:准确称取 50 g 三氯乙酸(4.2.2)于烧杯中,用 50 mL 水溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。
- 4.2.4 5%甲醇:量取 5 mL 甲醇(3.2.1)和 95 mL 水置于具塞三角瓶中,摇匀备用。
- 4.2.5 5 mmol/L 甲酸溶液:吸取 96 μL 甲酸(4.2.1)至 500 mL 水中,摇匀备用。
- 4.2.6 定容液:量取 20 mL 甲醇和 80 mL 5 mmol/L 甲酸溶液(4.2.5),摇匀备用。
- 4.2.7 19 种磺胺类药物标准品:磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对

甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺苯吡啶、磺胺醋酰和磺胺氯吡啶, 19种磺胺类化合物的中文名、CAS号、分子式和分子量见表A.1, 纯度大于等于95%。

4.2.8 磺胺标准储备液: 准确称取适量19种磺胺类化合物标准品(4.2.7), 用甲醇配制成浓度为500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

4.2.9 磺胺混合标准中间液(10 mg/L): 分别吸取适量的磺胺标准储备液(4.2.8)至50 mL容量瓶中, 用甲醇稀释并定容至刻度, 配制浓度为10 mg/L 标准中间液。

4.2.10 磺胺混合标准中间液(1.0 mg/L): 分别吸取适量的磺胺标准储备液(4.2.9)至50 mL容量瓶中, 用甲醇稀释并定容至刻度, 配制浓度为1.0 mg/L 标准中间液。

4.2.11 磺胺混合标准工作液(100 ng/mL): 准确吸取500 μL 磺胺标准混合标准中间液(4.2.10)至具塞玻璃试管中, 准确加入4.50 mL甲醇, 混匀, 现配现用。

4.2.12 磺胺同位素内标储备液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 磺胺同位素内标溶液(1#, 2#, 3#): 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 1.0 mL, 北京振翔公司。15种磺胺同位素内标分别为: 磺胺喹恶啉- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺嘧啶- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺甲基异噁唑- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺甲基嘧啶- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺二甲基嘧啶- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺甲氧哒嗪- D_3 、磺胺邻二甲氧嘧啶- D_3 、磺胺氯哒嗪- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺间二甲氧嘧啶- D_6 、磺胺吡啶- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺噻唑- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺吡啶- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺甲噻二唑- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺二甲异噁唑- $^{13}\text{C}_6$ 、磺胺苯吡啶- $^{13}\text{C}_6$, 15种磺胺同位素内标化合物的中文名、分子式和分子量见表A.1。

4.2.13 磺胺同位素内标混合中间液(1.0 mg/L): 分别吸取适量的磺胺同位素内标溶液(1#, 2#, 3#)(4.2.12)至10 mL容量瓶中, 用甲醇稀释并定容至刻度, 配制浓度为1.0 mg/L 标准中间液。

4.2.14 磺胺同位素内标混合工作液(100 ng/mL): 准确吸取500 μL 磺胺内标混合中间液(4.2.13)至具塞玻璃试管中, 准确加入4.50 mL甲醇, 混匀, 现配现用。

4.2.15 空白基质溶液: 将不同基质的阴性空白样品分别按照4.5和4.6处理后得到的溶液。

4.2.16 标准曲线: 按准确吸取一定量的磺胺标准混合工作液(4.2.1)、磺胺内标混合工作液(4.2.14)、空白基质溶液于液相色谱进样瓶中, 摇匀备用。该标准曲线溶液即配即用。

4.2.17 混合型阳离子交换固相萃取柱(150 mg , 6 mL)或性能相当者, 使用前依次用5 mL甲醇、5 mL水活化。

4.2.18 C_{18} 固相萃取柱(200 mg , 3 mL)或性能相当者, 使用前用5 mL甲醇活化。

4.3 仪器和设备

4.3.1 液相色谱-质谱/质谱仪: 三重四级杆串联质谱仪, 配电喷雾离子源(ESI)。

4.3.2 其他仪器和设备的要求与3.3一致。

4.4 试样的制备与保存

4.4.1 在制样的操作过程中, 应防止样品污染或发生残留量含量的变化

4.4.2 畜禽肌肉、肝脏、脂肪、水产品、鸡蛋: 取有代表性样约500 g, 用组织捣碎机捣碎, 装入洁净容器作为试样, 密封并做好标识, 于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存。

4.4.3 牛奶和蜂蜜: 取有代表性样约500 g, 混合均匀, 装入洁净容器作为试样, 密封并做好标识, 于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存。

4.4.4 蜂王浆: 取有代表性样约500 g, 在室温下解冻, 等样品全部融化后搅匀, 将试样均分成两份, 分别装入洁净容器作为试样, 密封并做好标识, 于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存。

4.5 提取与净化

4.5.1 畜禽肌肉、肝脏、脂肪和水产品

称取经制备的试样5 g(精确至0.01 g)于50 mL离心管中, 加入50 μL 1.0 mg/L 内标混合中间液

(4.2.13),加入 15 mL 乙酸乙酯(3.2.2)超声 10 min,用均质器以 14 000 r/min 均质 30 s,提取液以 4 000 r/min离心 5 min。上清液转移至 25 mL 比色管中。取另一 50 mL 离心管,加入 10 mL 乙酸乙酯以洗涤均质刀头 10 s。洗涤液转入前一离心管中,用玻棒捣碎下层残渣,超声 10 min,在涡旋振荡器上振荡 2 min,4 000 r/min 离心 5 min,上清液合并至比色管中,用乙酸乙酯定容至刻度,摇匀。分取 5 mL 于 15 mL 试管中,40 °C 吹氮浓缩至干。

残渣用 2.0 mL 定容液(4.2.6)溶解,涡旋振荡 1 min,超声 5 min。加入 5 mL 正己烷(3.2.3),涡旋振荡 30 s,转移至 15 mL 离心管中,3 500 r/min 离心 5 min。弃去上层正己烷,再加入 5 mL 正己烷脱脂一次,下层溶液转移至 1.5 mL 离心管中,以 10 000 r/min 离心 5 min,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

4.5.2 鸡蛋、牛奶和蜂蜜

称取 5 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,加入 50 μL 1.0 mg/L 内标混合中间液(4.2.13),加入 10 mL 水和 2 mL 50%三氯乙酸溶液(4.2.3),涡旋混匀 2 min,加水定容至 25 mL,涡旋混匀 30 s,8 500 r/min 离心 5 min。取 5.0 mL 上清液移至已活化的混合型阳离子固相萃取柱(4.2.17)中,流速维持在 1 mL/min。15 mL 水淋洗,3 mL 5%甲醇溶液(4.2.4)淋洗,抽干后加入 8 mL 洗脱液(3.2.11)洗脱,收集洗脱液,40 °C 吹氮浓缩至干,2 mL 定容液(4.2.6)溶解残渣,超声 5 min,涡旋振荡 2 min,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

4.5.3 蜂王浆

称取 2 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,加入 50 μL 1.0 mg/L 内标混合中间液(4.2.13),加入 10 mL 水和 2 mL 50%三氯乙酸溶液(4.2.3),涡旋混匀 2 min,加水定容至 20 mL,涡旋混匀 30 s,8 500 r/min 离心 5 min。取 5.0 mL 上清液移至已活化的混合型阳离子固相萃取柱(4.2.17)中,流速维持在 1 mL/min。15 mL 水淋洗,3 mL 5%甲醇溶液(4.2.4)淋洗,抽干后加入 8 mL 洗脱液(3.2.11)洗脱,收集洗脱液,40 °C 吹氮浓缩至干,用 10 mL 甲醇分 3 次洗涤浓缩瓶,甲醇溶液移至已活化的 C₁₈ 固相萃取柱(4.2.18)中,流速维持在 1 mL/min,直接收集流出液,40 °C 吹氮浓缩至干,1 mL 定容液(4.2.6)溶解残渣,超声 5 min,涡旋振荡 2 min,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

4.6 测定

4.6.1 液相色谱-质谱/质谱条件

液相色谱-质谱/质谱条件如下:

- 色谱柱:C₁₈柱,4.6 mm(内径)×100 mm,3 μm,或相当者;
- 流动相:甲醇-5mMol/L 甲酸溶液,梯度洗脱程序见表 2;
- 流速:0.30 mL/min;
- 柱温:40 °C;
- 进样量:10 μL;
- 离子源:电喷雾离子源;
- 扫描方式:正离子;
- 检测方式:多反应监测(MRM);
- 质谱/质谱参考条件参见附录 D。

表 2 流动相梯度洗脱程序

梯度时间/min	甲醇/%	5 mmol/L 甲酸溶液/%
0	25	75
6	45	55
9	85	15
9.1	25	75
15	25	75

4.6.2 液相色谱-质谱/质谱测定和确证

按照 4.6.1 液相色谱-质谱/质谱条件测定标准工作溶液和样液,内标标准曲线法测定样液中的磺胺类化合物含量。样品中待测物含量应在标准曲线范围之内,如果含量超出标准曲线范围,应进行适当稀释后测定。在该条件下,19 种磺胺类化合物的多反应监测离子色谱图见附录 B 中图 B.2,保留时间参见附录 B 中表 B.2。

按照液相色谱-质谱/质谱条件测定试样和标准工作溶液,如果试样中待测物质的保留时间与标准品一致,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,应当与浓度相当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 3 规定的范围,则可判断试样中存在对应的待测物。

表 3 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%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

4.7 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

4.8 结果计算和表述

标准曲线校准见式(2)

由 $\frac{A_s}{A'_{is}} = a \frac{c_s}{c'_{is}} + b$ 求得 a 和 b , 则

$$c = \frac{c'_{is}}{a} \left(\frac{A}{A'_{is}} - b \right) \dots\dots\dots (2)$$

试样中磺胺类药物残留量按式(3)计算:

$$X = \frac{c \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_s ——标准溶液中目标化合物的峰面积;

A'_{is} ——标准溶液中内标物的峰面积;

c_s ——标准溶液中目标化合物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c'_{is} ——标准溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

- c —— 试样溶液中目标化合物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- c_{is} —— 试样溶液中内标物的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- A —— 试样中目标化合物的峰面积;
- A_{is} —— 试样中内标物的峰面积;
- X —— 供试试样中目标化合物的残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$);
- V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 供试试样质量,单位为克(g);
- D —— 稀释倍数。

本公式中稀释倍数为 5。

计算结果保留三位有效数字。

4.9 方法的测定低限

本方法中猪肉、猪肝、鸡肉、鸡肝、脂肪、鱼肉、牛奶和鸡蛋的测定低限为 $2.0 \mu\text{g/kg}$, 蜂蜜和蜂王浆的测定低限为 $5.0 \mu\text{g/kg}$ 。

4.10 回收率

动物源性食品中磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧吡嗪、磺胺氯吡嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺甲基异噁唑、磺胺二甲异噁唑、苯酰磺胺、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺苯吡啶、磺胺醋酰和磺胺氯吡嗪的添加浓度及回收率数据见附录 C 中表 C.4~C.10。

行业标准信息平台

附 录 A
(资料性附录)
磺胺类药物的标准品信息

表 A.1 磺胺类药物的标准品信息

序号	中文名称	英文名称	CAS号	分子式	分子量
1	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	250.3
2	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂ S ₂	255.3
3	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2	C ₁₁ H ₁₁ N ₃ O ₂ S	249.3
4	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	264.3
5	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfamethoxydiazine sulfameter	651-06-9	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.3
6	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizol	144-82-1	C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₂ S ₂	270.3
7	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	278.3
8	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxypyridazine	80-35-3	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.3
9	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	284.7
10	磺胺甲基异噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	253.3
11	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.3
12	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	310.3
13	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	127-69-5	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	267.3
14	苯酰磺胺	Sulfabenzamide	127-71-9	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₃ S	278.3
15	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	284.7
16	磺胺二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	122-11-2	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	310.3
17	磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	300.3
18	磺胺醋酸	Sulfacetamide	144-80-9	C ₈ H ₁₀ N ₂ O ₃ S	214.2
19	磺胺氯吡嗪	Sulfaclozine	102-65-8	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	284.7
20	磺胺嘧啶- ¹³ C ₆	Sulfadiazine- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₄ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	256.3
21	磺胺噻唑- ¹³ C ₆	Sulfathiazole- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₃ H ₉ N ₃ O ₂ S ₂	261.3
22	磺胺吡啶- ¹³ C ₆	Sulfapyridine- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₅ H ₁₁ N ₃ O ₂ S	255.3
23	磺胺甲基嘧啶- ¹³ C ₆	Sulfamerazine- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₅ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	270.3
24	磺胺甲氧吡嗪-D ₃	Sulfamethoxypyridazine-D ₃	—	C ₁₁ H ₉ D ₃ N ₄ O ₃ S	283.3
25	磺胺甲噻二唑- ¹³ C ₆	Sulfamethizol- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₃ H ₁₀ N ₄ O ₂ S ₂	276.3
26	磺胺二甲嘧啶- ¹³ C ₆	Sulfamethazine- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₆ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	286.3
27	磺胺氯吡嗪- ¹³ C ₆	Sulfachloropyridazine- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₄ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	290.7
28	磺胺甲基异恶唑- ¹³ C ₆	Sulfamethoxazole- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₄ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	259.3
29	磺胺邻二甲氧嘧啶-D ₃	Sulfadoxine-D ₃	—	C ₁₂ H ₁₁ D ₃ N ₄ O ₄ S	313.3

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	CAS号	分子式	分子量
30	磺胺二甲异噁唑- ¹³ C ₆	Sulfisoxazole- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₅ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	273.3
31	磺胺苯吡唑- ¹³ C ₆	Sulfaphenazole- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₉ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	290.7
32	磺胺二甲氧嘧啶-D ₆	Sulfadimethoxine-D ₆	—	C ₁₂ H ₈ D ₆ N ₄ O ₄ S	316.3
33	磺胺喹噁啉- ¹³ C ₆	Sulfaquinoxaline- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₈ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	306.3
34	磺胺氯吡嗪- ¹³ C ₆	Sulfaclozine- ¹³ C ₆	—	¹³ C ₆ C ₄ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	290.7

行业标准信息平台

附录 B
(资料性附录)

磺胺类化合物标准溶液的液相色谱图

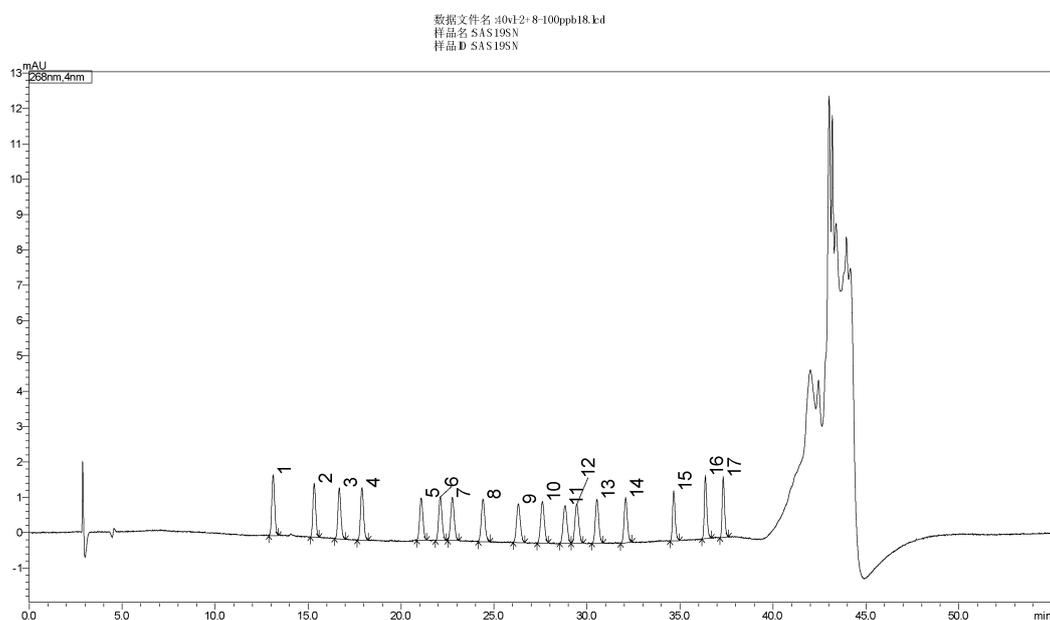
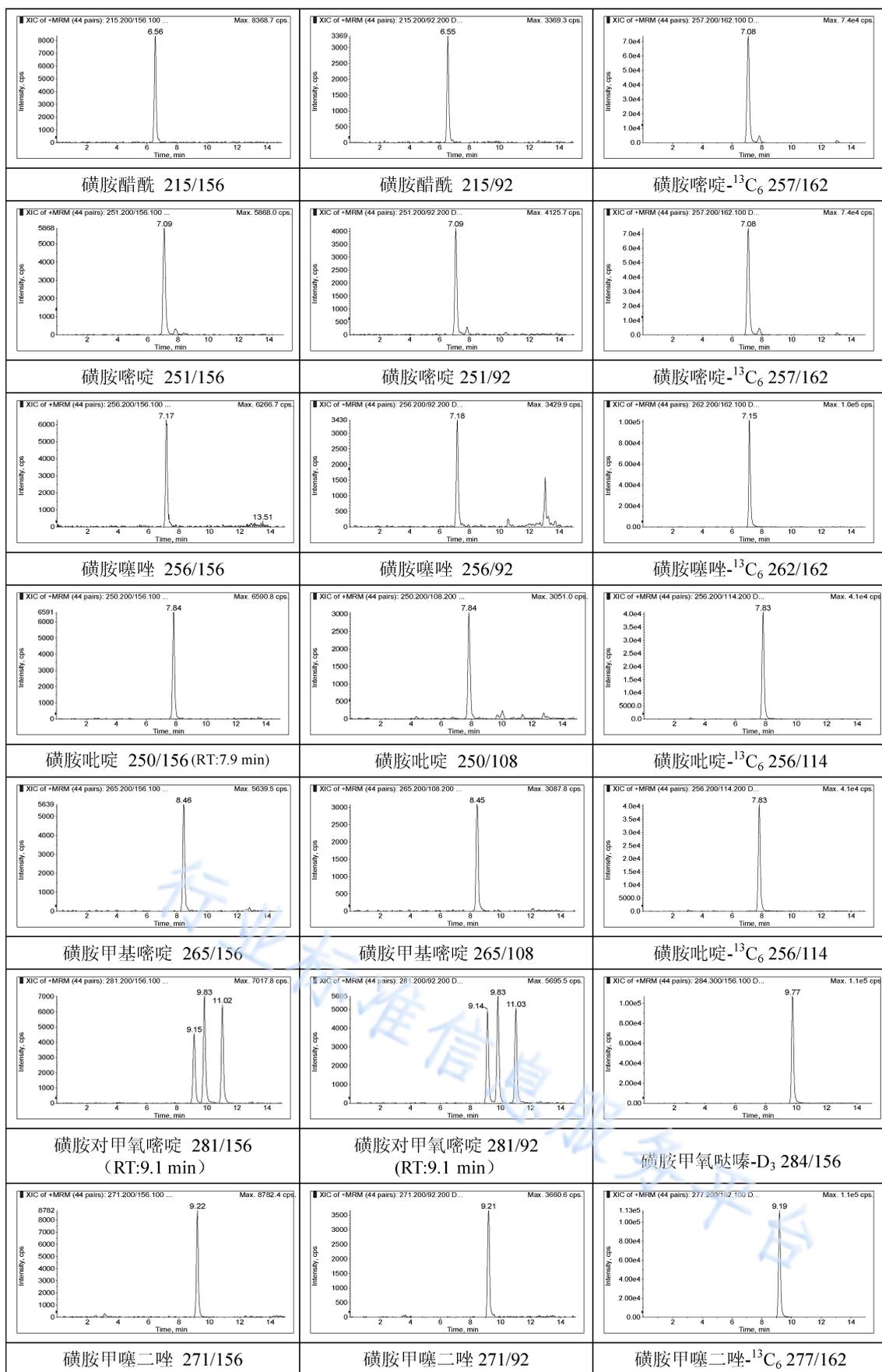
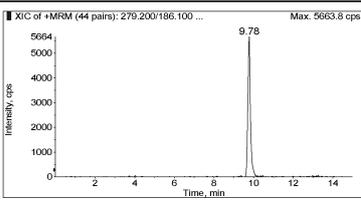
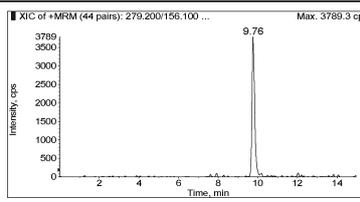
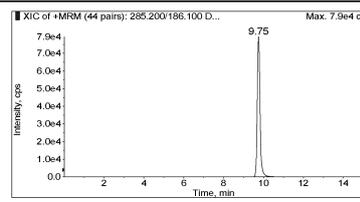
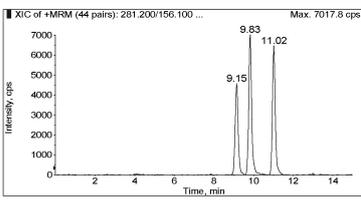
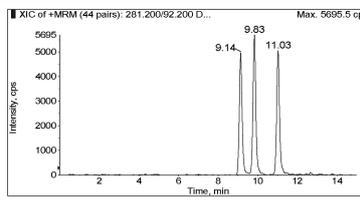
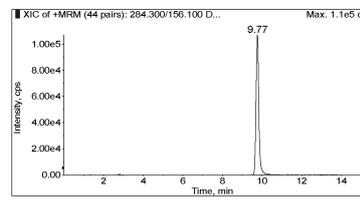
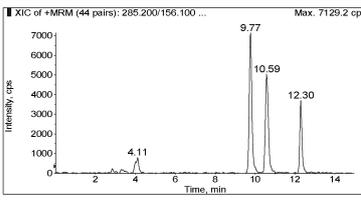
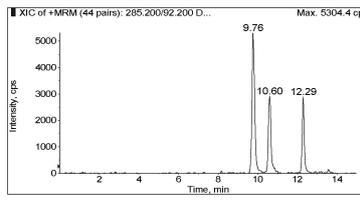
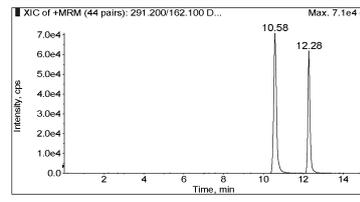
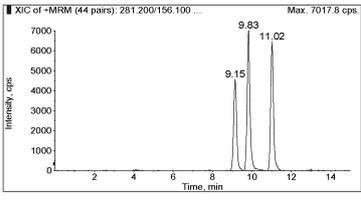
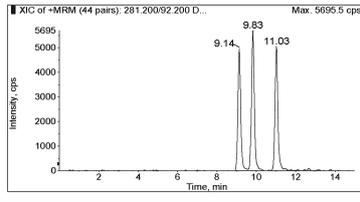
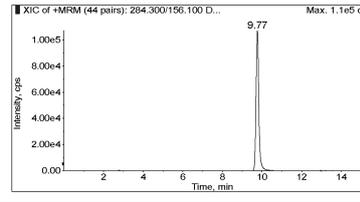
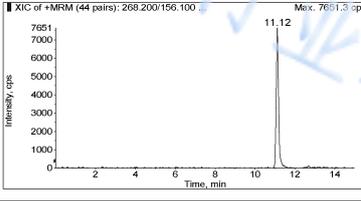
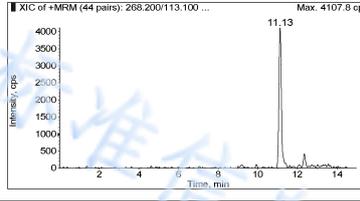
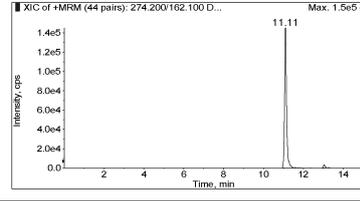
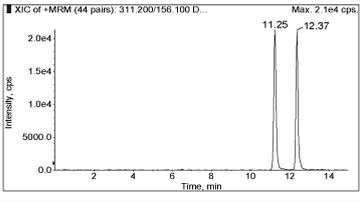
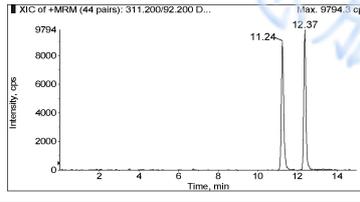
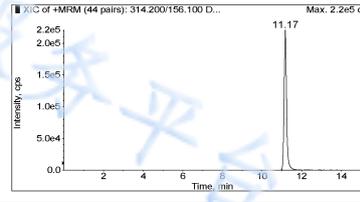


图 B.1 17 种磺胺类化合物液标准溶液的液相色谱图(100 $\mu\text{g/L}$)

表 B.1 17 种磺胺类化合物液相色谱参考保留时间

序号	化合物	液相色谱法 保留时间(min)	序号	化合物	液相色谱法 保留时间(min)
1	磺胺嘧啶	13.2	10	磺胺甲基异恶唑	27.6
2	磺胺噻唑	15.4	11	磺胺间甲氧嘧啶	28.9
3	磺胺吡啶	16.7	12	磺胺邻二甲氧嘧啶	29.5
4	磺胺甲基嘧啶	18.0	13	磺胺二甲异噁唑	30.6
5	磺胺对甲氧嘧啶	21.1	14	苯酰磺胺	32.1
6	磺胺甲噻二唑	22.2	15	磺胺苯吡唑	34.7
7	磺胺二甲嘧啶	22.8	16	磺胺二甲氧嘧啶	36.4
8	磺胺甲氧哒嗪	24.5	17	磺胺喹噁啉	37.3
9	磺胺氯哒嗪	26.4			



 XIC of +MRM (44 pairs): 279.200/186.100 ... Max: 5663.8 cps. Peak at 9.78 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 279.200/156.100 ... Max: 3789.3 cps. Peak at 9.76 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 285.200/186.100 D... Max: 7.9e4 cps. Peak at 9.75 min.
磺胺二甲嘧啶 279/186	磺胺二甲嘧啶 279/156	磺胺二甲嘧啶- ¹³ C ₆ 285/186
 XIC of +MRM (44 pairs): 281.200/156.100 ... Max: 7017.8 cps. Peaks at 9.15, 9.83, 11.02 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 281.200/92.200 D... Max: 5695.5 cps. Peaks at 9.14, 9.83, 11.03 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 284.300/156.100 D... Max: 1.1e5 cps. Peak at 9.77 min.
磺胺甲氧嘧啶 281/156 (RT:9.8 min)	磺胺甲氧嘧啶 281/92(RT:9.8 min)	磺胺甲氧嘧啶-D ₃ 284/156
 XIC of +MRM (44 pairs): 285.200/156.100 ... Max: 7129.2 cps. Peaks at 4.11, 9.77, 10.59, 12.30 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 285.200/92.200 D... Max: 5304.4 cps. Peaks at 9.76, 10.60, 12.29 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 291.200/162.100 D... Max: 7.1e4 cps. Peaks at 10.58, 12.28 min.
磺胺氯嘧啶 285/156(RT:10.6 min)	磺胺氯嘧啶 285/92(RT:10.6 min)	磺胺氯嘧啶- ¹³ C ₆ 291/162(RT:10.6 min)
 XIC of +MRM (44 pairs): 281.200/156.100 ... Max: 7017.8 cps. Peaks at 9.15, 9.83, 11.02 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 281.200/92.200 D... Max: 5695.5 cps. Peaks at 9.14, 9.83, 11.03 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 284.300/156.100 D... Max: 1.1e5 cps. Peak at 9.77 min.
磺胺间甲氧嘧啶 281/156(RT:11.0 min)	磺胺间甲氧嘧啶 281/92(RT:11.0 min)	磺胺甲氧嘧啶-D ₃ 284/156
 XIC of +MRM (44 pairs): 268.200/156.100 ... Max: 7651.3 cps. Peak at 11.12 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 268.200/113.100 ... Max: 4107.8 cps. Peak at 11.13 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 274.200/162.100 D... Max: 1.5e5 cps. Peak at 11.11 min.
磺胺二甲异噁唑 268/156	磺胺二甲异噁唑 268/113	磺胺二甲异噁唑- ¹³ C ₆ 274/162
 XIC of +MRM (44 pairs): 311.200/156.100 D... Max: 2.1e4 cps. Peaks at 11.25, 12.37 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 311.200/92.200 D... Max: 9794.3 cps. Peaks at 11.24, 12.37 min.	 XIC of +MRM (44 pairs): 314.200/156.100 D... Max: 2.2e5 cps. Peak at 11.17 min.
磺胺邻二甲氧嘧啶 311/156(RT:11.2 min)	磺胺邻二甲氧嘧啶 311/92(RT:11.2 min)	磺胺邻二甲氧嘧啶-D ₃ 314/156

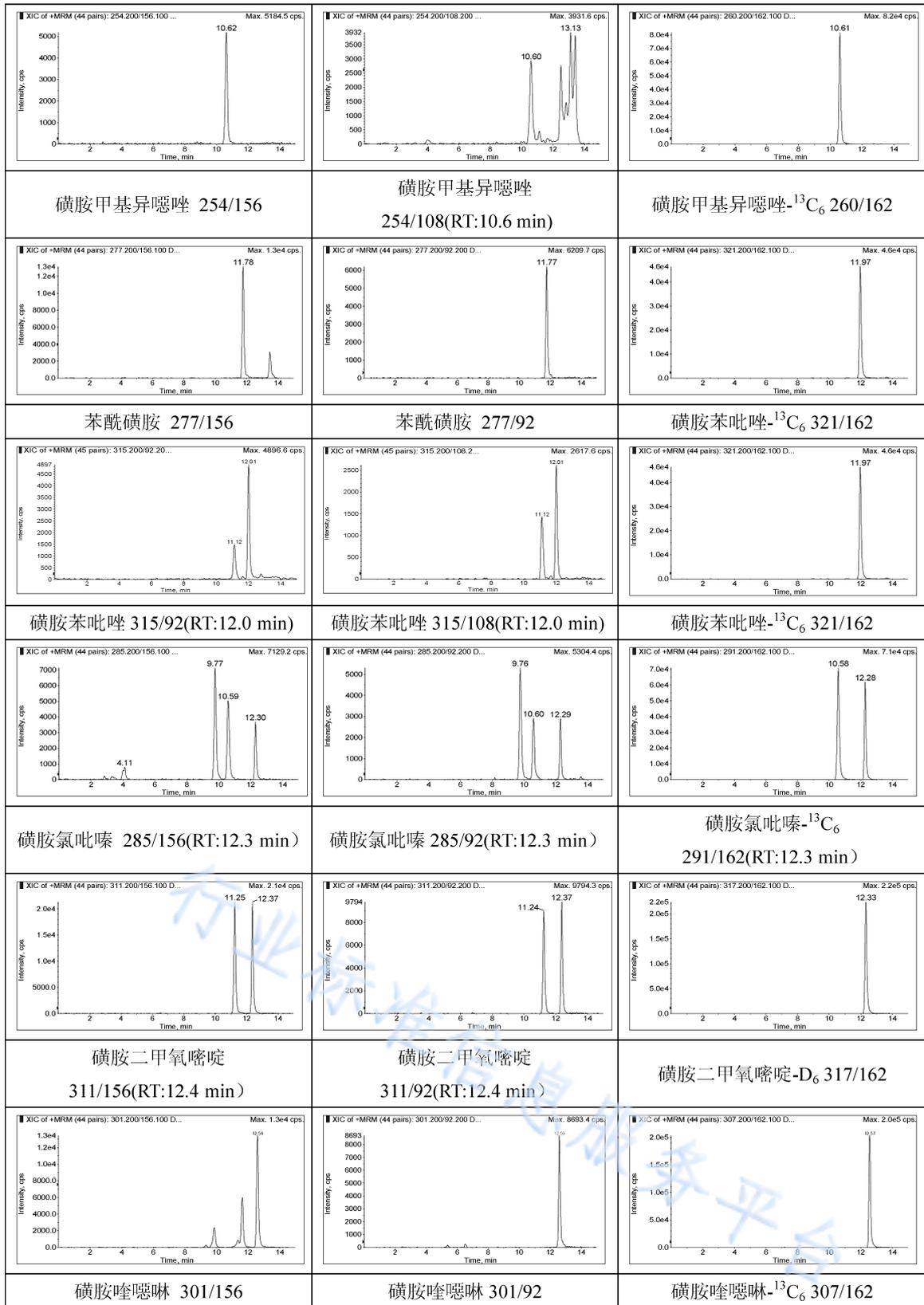


图 B.2 19 种磺胺类化合物标准溶液的液相色谱-质谱/质谱多反应监测图(2.0 μg/L)

表 B.2 19 种磺胺类化合物液相色谱-质谱/质谱法参考保留时间

序号	化合物	液相色谱-质谱/质谱法 参考保留时间(min)	序号	化合物	液相色谱-质谱/质谱法 参考保留时间(min)
1	磺胺醋酰	6.6	11	磺胺间甲氧嘧啶	11.2
2	磺胺嘧啶	7.2	12	磺胺二甲异噁唑	11.3
3	磺胺噻唑	7.3	13	磺胺邻二甲氧嘧啶	11.3
4	磺胺吡啶	7.9	14	磺胺甲基异恶唑	10.8
5	磺胺甲基嘧啶	8.6	15	苯酰磺胺	11.9
6	磺胺对甲氧嘧啶	9.3	16	磺胺苯吡唑	12.1
7	磺胺甲噻二唑	9.3	17	磺胺氯吡嗪	12.5
8	磺胺二甲嘧啶	9.9	18	磺胺二甲氧嘧啶	12.4
9	磺胺甲氧哒嗪	9.9	19	磺胺喹噁啉	12.7
10	磺胺氯哒嗪	10.7			

行业标准信息服务平台

附 录 C
(资料性附录)
添加回收试验结果

表 C.1 猪肉中 17 种磺胺类药物的液相色谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺嘧啶	10	75.4~90.0	7.7
	20	76.6~91.8	6.5
	200	87.0~89.8	1.5
磺胺噻唑	10	97.7~102.6	2.1
	20	91.3~99.6	3.4
	200	83.0~84.0	0.4
磺胺吡啶	10	64.6~75.0	4.9
	20	83.9~88.0	1.8
	200	98.6~102.1	1.6
磺胺甲基嘧啶	10	84.5~96.2	4.5
	20	88.9~94.6	2.5
	200	89.1~93.8	2.0
磺胺对甲氧嘧啶	10	81.5~92.8	4.7
	20	84.8~93.3	3.9
	200	93.1~95.8	1.2
磺胺甲噻二唑	10	66.1~85.6	9.1
	20	78.7~82.3	1.6
	200	80.0~82.4	1.2
磺胺二甲嘧啶	10	75.2~96.8	8.4
	20	83.7~93.6	4.2
	200	91.2~96.8	2.5
磺胺甲氧哒嗪	10	85.8~97.6	5.8
	20	85.7~106.6	8.9
	200	89.3~94.2	2.5
磺胺氯哒嗪	10	91.2~116.3	8.3
	20	92.9~104.3	4.9
	200	83.4~92.9	4.7
磺胺甲基异恶唑	10	76.5~95.2	9.4
	20	81.5~93.3	4.7
	200	85.7~91.5	2.6

表 C.1 (续)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺间甲氧嘧啶	10	88.0~94.9	3.0
	20	87.4~94.4	3.1
	200	87.2~94.2	3.5
磺胺邻二甲氧嘧啶	10	105.7~120.9	4.4
	20	101.1~110.7	3.3
	200	91.0~96.4	2.8
磺胺二甲异噁唑	10	83.1~108.7	11.6
	20	106.4~118.0	4.0
	200	80.0~91.3	0.5
苯酰磺胺	10	79.9~91.9	5.1
	20	76.0~85.0	4.2
	200	80.0~84.4	2.3
磺胺苯吡唑	10	82.3~109.2	10.7
	20	91.0~109.5	7.7
	200	92.2~92.7	0.2
磺胺二甲氧嘧啶	10	89.5~114.3	10.0
	20	90.2~112.7	7.9
	200	85.8~93.6	4.1
磺胺喹噁啉	10	94.0~102.6	3.3
	20	81.9~88.4	2.8
	200	79.8~88.7	5.4

表 C.2 鸡肉中 17 种磺胺类药物的液相色谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺嘧啶	10	81.0~93.1	6.1
	20	82.0~98.5	7.6
	100	78.6~81.6	1.5
磺胺噻唑	10	80.8~107.8	10.1
	20	85.8~97.6	5.1
	100	73.3~78.5	2.6
磺胺吡啶	10	63.5~85.9	11.4
	20	84.5~93.6	3.6
	100	86.6~90.1	1.7

表 C.2 (续)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲基嘧啶	10	87.2~101.1	5.7
	20	88.6~97.3	3.6
	100	80.2~86.4	2.6
磺胺对甲氧嘧啶	10	74.2~100.8	11.8
	20	85.8~94.3	4.2
	100	81.8~87.5	2.6
磺胺甲噻二唑	10	72.9~92.3	9.8
	20	73.9~81.7	4.1
	100	64.6~74.7	7.1
磺胺二甲嘧啶	10	75.6~86.2	4.6
	20	90.2~108.6	8.0
	100	79.9~86.2	3.8
磺胺甲氧哒嗪	10	88.7~111.3	9.0
	20	91.6~102.4	4.2
	100	79.3~85.4	3.4
磺胺氯哒嗪	10	102.1~131.5	9.8
	20	102.8~115.7	4.8
	100	80.7~84.7	2.0
磺胺甲基异恶唑	10	90.4~109.8	8.4
	20	86.4~107.3	8.9
	100	79.7~89.2	5.0
磺胺间甲氧嘧啶	10	91.9~117.0	8.0
	20	90.5~103.7	5.0
	100	78.6~82.0	1.8
磺胺邻二甲氧嘧啶	10	85.4~102.8	8.1
	20	83.5~113.4	10.4
	100	80.9~85.0	1.8
磺胺二甲异噻唑	10	78.4~95.8	6.5
	20	98.5~117.9	6.8
	100	82.4~87.3	2.0
苯酰磺胺	10	95.3~117.9	9.2
	20	80.6~94.5	5.7
	100	69.9~76.5	3.9

表 C.2 (续)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺苯吡唑	10	82.9~101.1	7.3
	20	100.7~114.1	4.6
	100	77.3~84.8	3.7
磺胺二甲氧嘧啶	10	74.0~88.8	7.0
	20	83.1~93.9	5.6
	100	72.4~82.6	5.7
磺胺喹噁啉	10	90.2~101.8	4.4
	20	86.9~96.9	4.6
	100	67.7~79.1	8.3

表 C.3 鱼肉中 17 种磺胺类药物的液相色谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺嘧啶	10	85.4~90.7	2.2
	100	69.8~77.9	5.1
	200	77.5~79.5	1.1
磺胺噻唑	10	80.5~91.2	4.6
	100	71.8~77.3	3.6
	200	74.1~75.9	1.0
磺胺吡啶	10	63.5~75.6	8.1
	100	89.4~94.8	3.0
	200	92.7~96.3	1.3
磺胺甲基嘧啶	10	81.1~96.3	6.9
	100	78.5~85.6	3.8
	200	85.5~87.9	1.2
磺胺对甲氧嘧啶	10	72.4~86.1	6.8
	100	70.3~80.1	6.1
	200	80.7~85.2	2.2
磺胺甲噻二唑	10	63.4~67.8	2.8
	100	57.1~63.3	3.5
	200	59.5~62.7	2.1
磺胺二甲嘧啶	10	76.8~93.9	9.4
	100	83.1~93.3	4.6
	200	89.1~94.2	2.1

表 C.3 (续)

化合物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲氧哒嗪	10	79.6~97.1	7.0
	100	81.9~88.3	3.4
	200	85.4~87.7	1.1
磺胺氯哒嗪	10	81.4~96.3	5.5
	100	70.7~77.9	4.8
	200	75.8~78.7	1.5
磺胺甲基异恶唑	10	69.7~77.9	3.8
	100	66.2~74.9	6.4
	200	75.6~77.5	1.1
磺胺间甲氧嘧啶	10	84.1~97.3	5.3
	100	80.7~88.8	4.1
	200	87.7~91.2	1.4
磺胺邻二甲氧嘧啶	10	105.5~110.6	1.9
	100	73.7~82.9	5.7
	200	83.6~85.8	1.0
磺胺二甲异噁唑	10	64.4~81.1	10.1
	100	70.6~81.1	6.3
	200	71.5~73.5	1.2
苯酰磺胺	10	61.2~74.7	7.2
	100	60.5~69.3	6.8
	200	65.0~67.2	1.2
磺胺苯吡唑	10	69.8~78.1	4.5
	100	66.4~76.5	7.2
	200	75.9~78.2	1.2
磺胺二甲氧嘧啶	10	81.9~95.5	6.0
	100	78.9~84.7	3.4
	200	86.3~88.2	0.8
磺胺喹噁啉	10	90.0~96.5	2.7
	100	76.6~83.0	3.7
	200	82.8~85.6	1.3

表 C.4 猪肉和猪肝中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	猪肉		猪肝	
		回收率范围(%)	CV(%)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺醋酰	2	80.0~87.5	3.6	96.0~107.0	3.7
	10	84.9~110.0	10.0	93.5~108.0	4.7
	20	80.5~93.5	5.6	99.5~109.0	3.5
	200	82.0~89.0	3.1	104.5~108.5	1.3
苯酰磺胺	2	91.5~106.5	6.3	90.0~104.0	6.6
	10	83.9~128.0	17.0	101.0~116.0	4.8
	20	88.0~94.0	2.4	101.0~108.5	2.9
	200	84.0~89.0	1.9	92.0~103.0	4.7
磺胺氯吡嗪	2	103.0~108.0	1.8	91.0~107.5	7.7
	10	93.1~118.0	8.6	92.6~103.0	4.3
	20	101.5~109.5	3.0	88.5~96.0	3.5
	200	102.5~110.0	2.7	83.0~91.5	4.3
磺胺邻二甲氧嘧啶	2	99.5~108.0	3.4	92.5~109.0	6.3
	10	93.5~106.0	5.1	108.0~117.0	2.9
	20	105.5~109.0	1.4	105.0~109.5	1.5
	200	101.0~108.5	2.7	92.0~99.0	2.4
磺胺嘧啶	2	98.5~115.0	5.9	91.0~107.0	6.4
	10	91.0~115.0	7.9	94.4~105.0	4.2
	20	100.0~117.5	5.7	97.0~109.5	4.2
	200	96.5~109.0	5.1	100.5~108.5	2.7
磺胺二甲异噻唑	2	101.0~107.5	2.3	92.0~115.5	9.0
	10	72.3~94.2	9.3	101.0~116.0	4.8
	20	102.5~108.5	2.1	96.5~107.0	4.4
	200	98.5~109.0	3.4	96.5~98.5	0.9
磺胺二甲嘧啶	2	102.5~108.5	2.2	89.5~107.5	7.5
	10	90.2~103.0	5.0	99.8~115.0	5.2
	20	95.0~110.0	6.5	89.5~105.5	5.9
	200	95.0~103.0	3.5	93.0~102.5	4.2
磺胺甲噻二唑	2	89.5~108.0	7.4	99.0~110.0	4.0
	10	100.0~114.0	4.7	94.6~114.0	7.5
	20	99.5~109.0	3.3	95.5~105.5	4.7
	200	100.5~109.0	3.1	90.5~95.0	2.3

表 C.4 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	猪肉		猪肝	
		回收率范围(%)	CV(%)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲氧哒嗪	2	105.5~108.5	1.0	94.0~110.0	6.5
	10	101.0~118.0	5.6	108.0~119.0	3.6
	20	92.5~107.5	5.1	99.5~109.0	3.7
	200	90.5~99.0	3.4	94.5~110.0	5.6
磺胺甲基嘧啶	2	106.5~109.0	1.0	95.5~115.5	7.0
	10	82.2~137.0	19.1	104.0~119.0	5.3
	20	106.5~110.0	1.2	98.0~109.0	3.8
	200	101.5~110.0	2.9	92.0~100.5	3.7
磺胺甲基异恶唑	2	95.5~107.0	4.2	90.5~106.5	5.9
	10	96.3~121.0	8.4	99.5~112.0	4.7
	20	95.0~110.0	5.6	98.0~109.5	4.8
	200	96.5~105.0	3.1	90.5~103.5	4.7
磺胺吡啶	2	96.5~107.5	4.5	93.5~106.5	5.1
	10	91.2~116.0	7.8	100.0~117.0	5.3
	20	91.0~107.5	6.7	97.5~109.0	4.6
	200	96.0~108.5	4.8	94.5~104.5	3.7
磺胺苯吡唑	2	103.5~106.5	1.0	93.5~106.5	4.3
	10	84.9~110.0	10.3	103.0~116.0	4.7
	20	106.0~109.0	1.3	94.0~105.0	4.3
	200	105.0~109.5	1.6	95.0~105.0	3.8
磺胺喹噁啉	2	100.5~108.0	2.6	99.0~106.5	2.7
	10	98.1~119.0	7.6	102.0~117.0	5.2
	20	106.0~109.5	1.5	103.5~106.0	0.9
	200	106.0~110.0	1.8	97.0~100.0	1.1
磺胺噻唑	2	93.5~108.5	5.6	91.0~103.5	5.5
	10	99.8~113.0	4.5	102.0~118.0	5.0
	20	97.5~108.0	3.9	94.0~102.5	3.7
	200	96.5~108.5	4.0	92.0~103.0	5.3
磺胺氯吡嗪	2	100.0~109.0	3.1	95.0~103.0	3.4
	10	89.2~107.0	6.9	101.0~115.0	4.5
	20	99.5~109.5	3.6	92.0~104.5	4.5
	200	98.0~110.0	4.3	97.5~107.0	3.3

表 C.4 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	猪肉		猪肝	
		回收率范围(%)	CV(%)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺二甲氧嘧啶	2	106.0~110.0	1.3	94.5~105.0	4.5
	10	99.3~114.0	5.4	103.0~119.0	5.4
	20	107.5~110.0	0.9	93.5~106.5	4.8
	200	102.0~106.5	1.9	91.0~98.0	2.5
磺胺对甲氧嘧啶	2	105.0~109.5	1.8	94.5~108.5	5.7
	10	106.0~117.0	4.2	89.4~98.2	3.2
	20	100.5~110.0	3.7	90.5~102.0	4.2
	200	93.0~103.0	4.3	91.0~106.5	6.0
磺胺间甲氧嘧啶	2	93.0~109.5	6.5	91.5~110.0	6.5
	10	95.9~110.0	5.3	105.0~116.0	4.5
	20	90.0~105.5	5.4	95.5~110.0	5.0
	200	90.0~103.0	5.0	106.5~109.0	1.1

表 C.5 鸡肉和鸡肝中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鸡肉		鸡肝	
		回收率范围/%	CV(%)	回收率范围/%	CV(%)
磺胺醋酰	2	93.0~109.0	7.5	103.5~108.0	1.6
	10	75.7~109.0	14.4	106.0~118.0	4.6
	20	94.0~109.5	5.4	107.0~110.0	1.4
	100	98.8~119.0	6.5	99.3~119.0	6.3
苯酰磺胺	2	101.5~109.0	2.4	95.5~109.0	5.3
	10	80.4~94.1	6.0	98.9~119.0	7.7
	20	92.5~108.0	5.5	98.5~110.0	4.2
	100	94.5~105.0	3.7	100.0~113.0	4.8
磺胺氯哒嗪	2	89.5~110.0	8.7	101.0~110.0	3.1
	10	80.9~97.7	7.0	104.0~115.0	3.8
	20	101.5~109.5	3.2	93.0~103.0	4.0
	100	96.4~112.0	5.4	90.1~96.2	2.1
磺胺邻二甲氧嘧啶	2	96.5~108.0	4.8	94.5~110.0	6.8
	10	80.2~96.0	8.0	94.3~115.0	7.7
	20	104.0~110.0	2.2	105.5~109.5	1.3
	100	106.0~117.0	4.3	108.0~115.0	2.4

表 C.5 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鸡肉		鸡肝	
		回收率范围/%	CV(%)	回收率范围/%	CV(%)
磺胺嘧啶	2	87.5~108.5	9.3	83.5~109.0	9.1
	10	79.7~109.0	13.7	109.0~115.0	2.0
	20	100.0~107.5	2.6	102.0~110.0	3.3
	100	105.0~109.0	1.7	106.0~111.0	1.9
磺胺二甲异噁唑	2	91.5~104.5	5.3	90.5~108.0	6.8
	10	87.8~96.6	3.5	95.5~102.0	2.7
	20	98.5~107.5	3.3	104.5~109.5	1.7
	100	101.0~110.0	3.6	100.0~121.0	7.0
磺胺二甲嘧啶	2	96.0~105.0	4.0	92.5~103.5	4.1
	10	82.8~106.0	8.9	101.0~116.0	5.3
	20	96.5~108.0	4.7	91.0~103.5	4.5
	100	94.0~109.0	6.5	91.7~109.0	5.9
磺胺甲噻二唑	2	105.0~109.0	1.6	91.5~107.5	5.9
	10	76.2~91.3	6.8	109.0~117.0	3.1
	20	95.0~108.5	5.2	97.0~107.0	4.2
	100	98.9~104.0	1.6	93.1~105.0	5.2
磺胺甲氧哒嗪	2	94.5~106.0	4.5	96.5~110.0	4.9
	10	81.0~103.0	10.1	107.0~120.0	4.3
	20	95.5~108.0	4.3	101.5~110.0	3.4
	100	103.0~111.0	2.8	107.0~119.0	3.5
磺胺甲基嘧啶	2	87.5~109.0	10.3	97.5~108.0	4.2
	10	81.7~104.0	8.0	114.0~119.0	1.7
	20	106.5~110.0	1.1	97.0~110.0	4.4
	100	98.9~117.0	5.7	95.4~116.0	6.5
磺胺甲基异恶唑	2	89.0~107.0	6.8	93.0~110.0	6.8
	10	80.6~98.8	8.3	104.0~116.0	4.4
	20	96.5~109.5	5.1	98.0~109.5	3.9
	100	98.0~108.0	3.3	95.6~109.0	5.2
磺胺吡啶	2	95.0~109.0	4.7	100.0~108.5	3.6
	10	81.2~93.2	5.2	99.9~111.0	3.7
	20	92.5~105.5	4.9	100.0~108.5	3.3
	100	95.6~106.0	3.4	98.0~118.0	6.2

表 C.5 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鸡肉		鸡肝	
		回收率范围/%	CV(%)	回收率范围/%	CV(%)
磺胺苯吡唑	2	86.5~109.0	7.7	101.5~111.5	3.3
	10	74.0~94.8	8.6	100.0~116.0	5.5
	20	98.0~108.5	4.3	94.0~105.0	4.0
	100	97.4~113.0	5.1	94.5~110.0	5.1
磺胺喹噁啉	2	95.0~109.5	5.1	106.0~110.0	1.3
	10	89.1~101.0	5.2	99.6~112.0	5.2
	20	109.0~110.5	0.6	107.5~110.0	0.9
	100	105.0~113.0	2.8	100.0~114.0	4.4
磺胺噻唑	2	86.5~107.5	9.3	88.5~107.5	7.5
	10	88.5~96.6	3.2	99.9~117.0	6.8
	20	89.0~109.0	7.2	95.5~110.0	5.1
	100	98.1~112.0	4.6	98.1~114.0	6.3
磺胺氯吡嗪	2	96.5~108.5	4.6	87.5~106.0	7.0
	10	103.0~118.0	5.8	98.5~116.0	5.6
	20	97.0~109.0	4.8	95.5~109.0	4.8
	100	105.0~115.0	3.4	100.0~120.0	6.7
磺胺二甲氧嘧啶	2	103.0~108.5	2.0	91.5~107.0	5.5
	10	81.8~98.0	7.6	109.0~118.0	3.5
	20	105.5~110.0	1.9	102.0~108.5	2.1
	100	101.0~111.0	3.9	96.1~105.0	3.6
磺胺对甲氧嘧啶	2	87.5~104.5	6.3	107.0~110.0	1.1
	10	97.2~118.0	7.6	103.0~118.0	4.9
	20	99.0~106.5	2.5	100.5~109.5	3.1
	100	98.5~110.0	3.8	103.0~111.0	2.8
磺胺间甲氧嘧啶	2	86.0~109.5	8.9	102.0~108.5	2.2
	10	90.7~117.0	8.8	111.0~119.0	2.8
	20	103.5~109.5	2.0	105.0~109.0	1.5
	100	104.0~117.0	4.6	115.0~120.0	1.9

表 C.6 鱼肉中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据 ($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鱼肉	
		回收率范围 (%)	CV (%)
磺胺醋酰	2	73.5~88.0	6.9
	100	80.2~83.3	1.4
	200	81.5~89.0	4.2
苯酰磺胺	2	81.5~105.0	11.5
	100	84.9~90.6	2.6
	200	90.0~102.0	4.5
磺胺氯哒嗪	2	94.0~110.5	5.5
	100	95.2~99.3	1.6
	200	105.0~109.5	1.4
磺胺邻二甲氧嘧啶	2	96.5~112.0	5.2
	100	93.4~99.7	2.8
	200	99.0~103.5	1.8
磺胺嘧啶	2	105.0~110.0	1.8
	100	95.0~112.0	6.1
	200	99.5~108.0	2.8
磺胺二甲异噻唑	2	96.5~110.5	5.8
	100	93.5~102.0	3.3
	200	96.0~109.5	4.5
磺胺二甲嘧啶	2	96.0~109.5	5.1
	100	95.6~105.0	3.5
	200	103.0~110.0	2.2
磺胺甲噻二唑	2	94.5~109.0	5.1
	100	91.6~114.0	7.6
	200	101.0~107.5	2.9
磺胺甲氧哒嗪	2	103.5~108.5	2.0
	100	91.5~98.1	2.6
	200	95.5~109.5	4.8
磺胺甲基嘧啶	2	101.5~109.0	2.6
	100	87.2~98.4	4.3
	200	95.5~108.5	4.8
磺胺甲基异恶唑	2	102.0~110.0	2.8
	100	94.3~98.6	1.9
	200	96.0~109.0	4.7

表 C.6 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鱼肉	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺吡啶	2	101.0~106.5	2.2
	100	89.5~97.6	3.8
	200	102.0~109.0	3.0
磺胺苯吡唑	2	83.0~107.5	9.3
	100	93.3~107.0	5.6
	200	106.0~110.0	1.4
磺胺喹噁啉	2	102.0~107.0	2.0
	100	97.7~105.0	2.6
	200	105.5~109.0	1.1
磺胺噻唑	2	99.5~108.0	3.2
	100	90.7~100.0	3.3
	200	98.5~107.0	3.3
磺胺氯吡嗪	2	97.0~109.0	4.8
	100	97.4~105.0	2.7
	200	106.5~110.0	1.2
磺胺二甲氧嘧啶	2	96.5~105.0	3.4
	100	96.7~105.0	3.2
	200	104.5~109.5	1.7
磺胺对甲氧嘧啶	2	100.0~107.0	2.7
	100	91.3~99.4	3.4
	200	99.0~116.5	6.2
磺胺间甲氧嘧啶	2	101.0~107.5	2.5
	100	91.8~96.1	1.6
	200	104.0~108.0	1.4

表 C.7 牛奶中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	牛奶	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺醋酰	2	67.5~72.5	3.0
	5	52.6~77.0	12.5
	10	58.3~70.3	7.0
	100	61.9~71.2	5.8

表 C.7 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	牛奶	
		回收率范围(%)	CV(%)
苯酰磺胺	2	91.5~106.0	6.5
	5	85.4~103.0	7.2
	10	102.0~116.0	5.4
	100	96.8~120.0	7.3
磺胺氯吡嗪	2	84.0~107.5	9.7
	5	83.2~105.4	8.8
	10	101.0~119.0	5.9
	100	107.0~120.0	4.2
磺胺邻二甲氧嘧啶	2	91.5~109.0	5.9
	5	81.8~92.8	4.2
	10	102.0~114.0	3.8
	100	99.7~110.0	3.4
磺胺嘧啶	2	104.0~107.0	1.2
	5	71.4~107.8	13.7
	10	105.0~118.0	3.8
	100	105.0~108.0	1.1
磺胺二甲异噁唑	2	89.0~99.5	4.4
	5	86.4~96.0	4.9
	10	110.0~114.0	1.6
	100	105.0~115.0	3.3
磺胺二甲嘧啶	2	104.5~110.0	2.1
	5	82.4~100.0	7.4
	10	106.0~116.0	3.2
	100	107.0~115.0	3.2
磺胺甲噻二唑	2	99.0~110.0	4.5
	5	80.0~86.2	2.9
	10	104.0~110.0	2.2
	100	105.0~109.0	1.4
磺胺甲氧吡嗪	2	92.0~108.0	5.7
	5	86.6~103.2	7.2
	10	100.0~113.0	5.3
	100	96.8~108.0	4.0

表 C.7 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	牛奶	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲基嘧啶	2	92.0~105.0	5.1
	5	81.8~98.6	6.2
	10	96.0~108.0	4.0
	100	101.0~108.0	2.4
磺胺甲基异恶唑	2	87.5~108.0	7.3
	5	84.2~96.0	4.9
	10	92.0~119.0	10.8
	100	101.0~115.0	4.6
磺胺吡啶	2	93.5~109.5	6.3
	5	84.0~98.8	6.0
	10	103.0~114.0	3.8
	100	97.4~111.0	5.7
磺胺苯吡唑	2	100.0~108.5	2.8
	5	83.2~115.2	10.4
	10	98.0~119.0	7.2
	100	99.0~114.0	4.9
磺胺喹噁啉	2	96.5~109.5	4.9
	5	84.6~92.4	3.0
	10	106.0~116.0	3.4
	100	102.0~119.0	5.6
磺胺噻唑	2	93.0~117.0	8.5
	5	83.4~99.8	6.8
	10	106.0~126.0	6.3
	100	109.0~116.0	2.3
磺胺氯吡嗪	2	92.0~108.0	5.9
	5	80.8~104.4	8.8
	10	89.0~115.0	11.0
	100	96.6~110.0	4.8
磺胺二甲氧嘧啶	2	93.0~100.5	2.9
	5	89.2~96.8	3.3
	10	106.0~110.0	1.7
	100	103.0~119.0	5.4

表 C.7 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	牛奶	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺对甲氧嘧啶	2	86.0~104.0	7.0
	5	81.0~103.8	10.7
	10	84.0~106.0	8.1
	100	86.8~95.7	3.7
磺胺间甲氧嘧啶	2	92.5~109.0	6.3
	5	90.8~101.4	4.8
	10	100.0~118.0	6.1
	100	95.7~119.0	7.9

表 C.8 鸡蛋中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鸡蛋	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺醋酰	2	81.0~87.5	3.5
	5	54.6~66.6	8.3
	10	71.1~73.8	1.2
苯酰磺胺	2	94.0~109.5	6.1
	5	90.2~107.2	6.3
	10	108.0~120.0	3.6
磺胺氯吡嗪	2	91.0~109.0	7.4
	5	66.4~91.0	10.7
	10	99.9~111.0	4.0
磺胺邻二甲氧嘧啶	2	97.0~109.5	4.5
	5	81.4~94.4	6.0
	10	115.0~120.0	1.5
磺胺嘧啶	2	84.5~95.0	4.0
	5	82.8~95.6	5.2
	10	97.7~117.0	7.4
磺胺二甲异噻唑	2	99.0~109.5	3.3
	5	84.0~93.2	4.3
	10	105.0~119.0	4.3
磺胺二甲嘧啶	2	104.0~109.0	1.7
	5	80.6~95.8	7.1
	10	103.0~116.0	3.9

表 C.8 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鸡蛋	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲噻二唑	2	98.5~110.0	4.6
	5	77.0~96.4	8.6
	10	107.0~117.0	4.1
磺胺甲氧哒嗪	2	98.5~109.0	4.0
	5	85.6~108.0	8.9
	10	106.0~117.0	3.8
磺胺甲基嘧啶	2	97.5~110.5	4.5
	5	78.2~101.8	9.9
	10	99.6~117.0	5.4
磺胺甲基异恶唑	2	98.5~109.5	4.0
	5	77.4~93.6	7.8
	10	106.0~119.0	4.3
磺胺吡啶	2	100.5~106.0	2.2
	5	79.8~101.4	10.6
	10	103.0~118.0	4.5
磺胺苯吡唑	2	95.0~107.5	5.4
	5	72.2~99.4	11.2
	10	106.0~120.0	4.9
磺胺喹噁啉	2	103.5~110.0	2.2
	5	81.6~100.4	8.1
	10	112.0~119.0	2.3
磺胺噻唑	2	102.5~109.5	2.5
	5	75.2~96.4	9.4
	10	105.0~119.0	5.7
磺胺氯吡嗪	2	106.0~109.0	1.2
	5	81.2~103.4	10.2
	10	111.0~120.0	2.8
磺胺二甲氧嘧啶	2	104.0~109.5	2.1
	5	88.4~102.2	6.7
	10	108.0~117.0	3.0
	1 000	84.3~99.9	6.5

表 C.8 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鸡蛋	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺对甲氧嘧啶	2	96.0~104.5	3.6
	5	78.6~105.4	10.3
	10	98.2~110.0	5.4
磺胺间甲氧嘧啶	2	98.5~109.0	4.0
	5	96.8~119.4	7.3
	10	106.0~117.0	3.4

表 C.9 蜂蜜和蜂王浆中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	蜂蜜		蜂王浆	
		回收率范围(%)	CV(%)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺醋酰	5	84.2~95.4	4.6	44.6~53.0	8.9
	10	82.3~85.2	3.5	46.7~54.0	5.7
	50	78.6~85.6	6.0	43.0~51.8	4.3
苯酰磺胺	5	92.0~106.0	3.9	89.6~102.0	3.5
	10	93.6~106.0	3.7	84.6~109.0	5.8
	50	100.4~132.2	3.1	99.2~108.6	4.8
磺胺氯哒嗪	5	88.2~96.0	4.1	87.0~105.2	3.9
	10	90.0~98.2	2.3	91.6~104.0	7.9
	50	101.6~105.8	2.3	92.2~99.2	5.0
磺胺邻二甲氧嘧啶	5	93.6~105.0	5.2	92.2~102.2	4.0
	10	94.5~100.0	2.8	98.2~104.0	6.0
	50	99.6~107.6	3.3	93.8~102.2	5.3
磺胺嘧啶	5	90.0~101.0	4.0	89.8~114.2	4.3
	10	93.1~102.0	3.4	99.8~118.0	2.5
	50	101.8~120.0	2.2	100.6~114.4	4.7
磺胺二甲异噁唑	5	89.0~96.2	3.8	87.2~98.4	3.2
	10	89.0~101.0	4.8	90.2~103.0	1.3
	50	98.6~103.2	3.4	91.2~99.4	4.9
磺胺二甲嘧啶	5	88.6~99.4	3.0	88.4~99.0	4.9
	10	93.0~101.0	3.0	94.2~100.0	5.0
	50	101.0~106.6	3.6	90.2~102.2	7.9
磺胺甲噻二唑	5	90.6~98.0	2.4	88.0~100.2	0.6
	10	91.6~99.0	4.3	91.0~104.0	1.9
	50	98.6~109.2	1.4	83.0~105.4	5.5

表 C.9 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	蜂蜜		蜂王浆	
		回收率范围(%)	CV(%)	回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲氧吡嗪	5	90.4~95.4	2.9	90.8~92.2	6.4
	10	85.8~97.5	3.4	91.4~96.5	4.9
	50	100.6~104.8	1.7	89.0~103.0	2.9
磺胺甲基嘧啶	5	91.4~105.0	3.0	99.0~111.0	2.0
	10	93.8~101.0	4.6	95.2~115.0	2.4
	50	100.0~108.4	1.0	85.8~100.8	4.2
磺胺甲基异恶唑	5	97.2~104.6	4.4	91.0~102.0	3.6
	10	93.5~102.0	2.0	98.3~109.0	2.1
	50	103.6~110.2	2.8	95.0~104.8	3.3
磺胺吡啶	5	88.4~100.4	2.8	88.4~99.6	4.0
	10	92.2~97.3	3.7	84.5~104.0	3.9
	50	99.2~105.8	2.2	88.0~99.6	3.5
磺胺苯吡唑	5	89.6~105.8	2.9	73.8~98.4	5.3
	10	90.5~106.0	4.2	80.8~102.0	4.8
	50	96.4~109.4	1.8	89.8~99.4	3.3
磺胺喹噁啉	5	87.4~95.0	5.2	93.2~98.8	4.3
	10	88.0~96.7	4.1	97.4~102.0	8.5
	50	100.4~108.4	11.4	92.0~101.2	3.4
磺胺噻唑	5	95.4~106.8	3.6	89.0~96.8	4.6
	10	87.1~97.2	3.3	88.6~105.0	5.1
	50	100.6~109.8	3.5	84.6~97.0	3.4
磺胺氯吡嗪	5	91.4~103.8	3.3	82.0~106.6	2.3
	10	87.1~102.0	3.2	87.0~109.0	1.7
	50	96.4~107.8	3.2	87.0~97.8	3.9
磺胺二甲氧嘧啶	5	91.6~100.6	6.1	91.4~104.0	9.7
	10	92.0~99.6	6.1	93.0~108.0	8.0
	50	95.8~105.6	4.8	94.6~104.0	3.5
磺胺对甲氧嘧啶	5	95.2~106.6	4.1	86.4~94.2	6.6
	10	91.7~106.0	1.4	90.9~94.2	4.6
	50	100.6~108.8	3.2	86.2~98.8	7.2
磺胺间甲氧嘧啶	5	96.4~103.8	4.4	97.8~103.4	9.8
	10	96.4~107.0	5.8	97.6~105.0	9.1
	50	103.6~106.0	4.0	94.0~105.8	4.3

表 C.10 脂肪中 19 种磺胺类药物的液相色谱-质谱/质谱法添加回收试验数据($n=6$)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	脂肪	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺醋酰	2	78.0~100.0	8.6
	10	92.1~107.0	5.9
	20	99.0~107.5	3.1
	100	86.4~104.0	6.1
苯酰磺胺	2	79.0~93.0	6.1
	10	87.9~103.0	5.8
	20	90.0~98.0	3.2
	100	90.6~102.0	3.9
磺胺氯吡嗪	2	101.0~108.5	2.8
	10	93.9~111.0	6.3
	20	98.5~107.0	2.9
	100	97.9~113.0	4.9
磺胺邻二甲氧嘧啶	2	94.0~106.5	4.8
	10	94.7~115.0	6.8
	20	100.5~109.5	3.6
	100	106.0~115.0	2.7
磺胺嘧啶	2	88.5~97.0	3.0
	10	85.4~105.0	8.3
	20	92.0~100.5	3.3
	100	94.3~107.0	4.7
磺胺二甲异噁唑	2	96.0~108.5	4.6
	10	104.0~111.0	2.8
	20	99.0~109.0	3.8
	100	105.0~118.0	4.2
磺胺二甲嘧啶	2	80.0~97.0	7.1
	10	96.2~119.0	7.5
	20	104.5~109.0	1.8
	100	95.7~119.0	7.7
磺胺甲噻二唑	2	85.5~101.5	6.0
	10	96.0~108.0	4.1
	20	103.0~106.5	1.3
	100	104.0~118.0	5.4

表 C.10 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	脂肪	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺甲氧哒嗪	2	90.0~105.5	5.2
	10	96.5~109.0	4.3
	20	91.5~102.5	4.3
	100	92.7~114.0	7.6
磺胺甲基嘧啶	2	96.0~105.0	3.6
	10	96.7~109.0	4.6
	20	99.0~108.5	3.7
	100	104.0~119.0	4.5
磺胺甲基异恶唑	2	87.0~105.0	7.3
	10	96.9~109.0	5.4
	20	97.5~107.0	3.5
	100	99.4~113.0	5.3
磺胺吡啶	2	89.5~110.0	7.9
	10	90.5~113.0	8.2
	20	94.0~106.0	4.8
	100	94.5~115.0	6.7
磺胺苯吡唑	2	85.0~97.0	5.1
	10	93.5~105.0	4.6
	20	90.5~101.0	4.1
	100	96.7~105.0	3.2
磺胺喹噁啉	2	87.5~103.0	6.8
	10	98.1~105.0	2.3
	20	102.5~106.0	1.3
	100	102.0~112.0	3.5
磺胺噻唑	2	89.0~96.5	2.9
	10	96.6~118.0	6.9
	20	94.0~110.0	5.4
	100	98.4~114.0	5.9
磺胺氯吡嗪	2	89.0~105.5	5.5
	10	106.0~119.0	3.9
	20	101.0~109.5	3.0
	100	110.0~119.0	3.4

表 C.10 (续)

化合物	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	脂肪	
		回收率范围(%)	CV(%)
磺胺二甲氧嘧啶	2	92.5~98.5	2.2
	10	94.5~105.0	3.4
	20	100.5~104.5	1.6
	100	104.0~113.0	3.1
磺胺对甲氧嘧啶	2	87.0~99.0	4.9
	10	87.3~97.2	3.9
	20	91.0~103.0	4.4
	100	93.9~113.0	7.7
磺胺间甲氧嘧啶	2	90.5~104.5	5.4
	10	83.0~95.6	4.7
	20	89.5~103.0	5.3
	100	86.6~106.0	6.9

行业标准信息平台

附录 D
(资料性附录)
参考质谱条件

质谱参考条件：

- a) 电喷雾电压(IS):4 000 V;
- b) 雾化气压力(GS1):50 Psi;
- c) 气帘气压力(CUR):25 Psi;
- d) 辅助气压力(GS2):65 Psi;
- e) 离子源温度(TEM):600 ℃;
- f) 碰撞电压(CE)、去簇电压(DP)见表 D.1。

表 D.1 磺胺类药物的定性离子对、定量离子对、碰撞电压和去簇电压

化合物	离子对 m/z	去簇电压 DP/V	碰撞室 入口电压 EP/V	碰撞室 出口电压 CXP/V	碰撞能量 CE/V	内标化合物名称
磺胺醋酰	215/156 *	55	10	15	15	磺胺醋酰- ¹³ C ₆
	215/92	55	10	15	32	
磺胺嘧啶	251/156 *	50	10	15	23	磺胺嘧啶- ¹³ C ₆
	251/92	50	10	15	39	
磺胺噻唑	256/156 *	55	10	15	22	磺胺噻唑- ¹³ C ₆
	256/92	55	10	15	39	
磺胺甲基嘧啶	265/156 *	55	10	15	25	磺胺吡啶- ¹³ C ₆
	265/108	55	10	15	37	
磺胺对甲氧嘧啶	281/156 *	60	10	15	26	磺胺甲 氧嘧啶-D ₃
	281/92	60	10	15	42	
磺胺甲噻二唑	271/156 *	50	10	15	21	磺胺甲 噻二唑- ¹³ C ₆
	271/92	50	10	15	39	
磺胺二甲嘧啶	279/186 *	65	10	15	25	磺胺二 甲嘧啶- ¹³ C ₆
	279/156	65	10	15	27	
磺胺甲氧嘧啶	281/156 *	60	10	15	26	磺胺甲 氧嘧啶-D ₃
	281/92	60	10	15	42	
磺胺氯嘧啶	285/156 *	50	10	15	23	磺胺氯嘧 啶- ¹³ C ₆
	285/92	50	10	15	41	
磺胺间甲氧嘧啶	281/156 *	60	10	15	26	磺胺甲氧嘧啶-D ₃
	281/92	60	10	15	42	
磺胺二甲异噻唑	268/156 *	55	10	15	20	磺胺二甲 异噻唑- ¹³ C ₆
	268/113	55	10	15	24	

表 D.1 (续)

化合物	离子对 m/z	去簇电压 DP/V	碰撞室 入口电压 EP/V	碰撞室 出口电压 CXP/V	碰撞能量 CE/V	内标化合 物名称
磺胺邻二甲氧嘧啶	311/156 *	60	10	15	26	磺胺邻二 甲氧嘧啶-D ₃
	311/92	60	10	15	44	
磺胺甲基异噁唑	254/156 *	55	10	15	23	磺胺甲基 异噁唑- ¹³ C ₆
	254/108	55	10	15	34	
苯酰磺胺	277/156 *	55	10	15	18	磺胺苯吡啶- ¹³ C ₆
	277/92	55	10	15	40	
磺胺苯吡啶	315/108	70	10	15	40	磺胺苯吡啶- ¹³ C ₆
	315/92 *	70	10	15	54	
磺胺氯吡啶	285/156 *	50	10	15	23	磺胺氯吡啶- ¹³ C ₆
	285/92	50	10	15	41	
磺胺二甲氧嘧啶	311/156 *	60	10	15	26	磺胺二甲 氧嘧啶-D ₆
	311/92	60	10	15	44	
磺胺喹噁啉	301/156 *	55	10	15	24	磺胺喹噁啉- ¹³ C ₆
	301/92	55	10	15	43	
磺胺嘧啶- ¹³ C ₆	257/162	50	10	15	23	—
磺胺噻唑- ¹³ C ₆	262/162	50	10	15	21	—
磺胺吡啶- ¹³ C ₆	256/114	60	10	15	35	—
磺胺甲基嘧啶- ¹³ C ₆	271/162	60	10	15	25	—
磺胺甲噻二唑- ¹³ C ₆	277/162	50	10	15	21	—
磺胺二甲嘧啶- ¹³ C ₆	285/186	60	10	15	25	—
磺胺甲氧哒嗪-D ₃	284/156	60	10	15	25	—
磺胺氯哒嗪- ¹³ C ₆	291/162	50	10	15	21	—
磺胺二甲异噁唑- ¹³ C ₆	274/162	50	10	15	20	—
磺胺邻二甲氧嘧啶-D ₃	314/156	60	10	15	25	—
磺胺甲基异噁唑- ¹³ C ₆	260/162	50	10	15	23	—
磺胺苯吡啶- ¹³ C ₆	321/162	65	10	15	30	—
磺胺氯吡啶- ¹³ C ₆	291/162	50	10	15	21	—
磺胺二甲氧嘧啶-D ₆	317/162	60	10	15	29	—
磺胺喹噁啉- ¹³ C ₆	307/162	60	10	15	24	—

注：带“*”的离子为定量离子。