

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1398—2024

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

本电子版为正式标准文本，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2024-12-25 发布

2025-07-01 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	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 样品	3
8 分析步骤	3
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》《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 2024 年 12 月 25 日批准。

本标准自 2025 年 7 月 1 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:实验中使用的试剂和标准溶液为有毒有害物质,溶液配制和样品前处理过程应在通风橱内操作;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、磺胺喹噁啉和甲氧苄氨嘧啶共 19 种目标化合物的测定。

采用直接进样法,进样体积 5 μL 时,19 种目标化合物的方法检出限 0.6 $\mu\text{g/L}$ ~1.8 $\mu\text{g/L}$,测定下限 2.4 $\mu\text{g/L}$ ~7.2 $\mu\text{g/L}$,详见附录 A。直接进样法不适用于海水样品测定。

采用固相萃取法,取样量 500 mL,定容体积 1.0 mL,进样体积 5 μL 时,19 种目标化合物的方法检出限 0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$,测定下限 0.012 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$,详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准,仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的,新文件适用于本标准。

- 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

样品经过滤或固相萃取柱富集净化后,用高效液相色谱-三重四极杆质谱分离检测。根据保留时间和特征离子定性,内标法定量。

4 干扰和消除

- 4.1 余氯等氧化性物质干扰测定,加入抗坏血酸(5.4)可消除干扰。
- 4.2 样品颜色较深等基质干扰较强时,可通过适当减少取样量、增加稀释倍数、在固相萃取柱前端串联强阴离子交换柱或优化色谱条件等方式降低干扰。

5 试剂和材料

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

5.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

5.2 甲酸(HCOOH):色谱纯。

5.3 氨水($\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$): $\omega\in[25\%, 28\%]$ 。

5.4 抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)。

5.5 二水合乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

5.6 甲醇溶液。

用甲醇(5.1)和水按 1:1 的体积比混合。

5.7 甲酸溶液。

用甲酸(5.2)和水按 1:999 体积比混合。

5.8 甲酸-甲醇溶液。

用甲酸(5.2)和甲醇(5.1)按 2:98 体积比混合。

5.9 目标化合物标准储备液: $\rho=100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

购买市售有证标准溶液,包括磺胺醋酰、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、磺胺喹噁啉和甲氧苄氨嘧啶,溶剂为甲醇,按照标准溶液证书要求保存。

5.10 目标化合物标准使用液: $\rho=10\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

移取适量目标化合物标准储备液(5.9),用甲醇(5.1)稀释,于 $-18\ ^\circ\text{C}$ 以下冷冻、密封、避光可保存 90 d。

5.11 内标储备液: $\rho=100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

内标物为 $^{13}\text{C}_3$ -甲氧苄氨嘧啶、 $^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶和 $^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛,亦可选用其他同位素物质作内标。可购买市售有证标准溶液,按标准溶液证书要求保存。亦可用纯度大于 98.0% 内标化合物配制,溶剂为甲醇,制备的内标储备液于 $-18\ ^\circ\text{C}$ 以下冷冻、密封、避光可保存 180 d。

5.12 内标使用液: $\rho=1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

移取适量内标储备液(5.11),用甲醇(5.1)稀释,于 $-18\ ^\circ\text{C}$ 以下冷冻、密封、避光可保存 90 d。

5.13 固相萃取柱 I: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或膜。

5.14 固相萃取柱 II:填料为键合了季铵盐的二乙烯苯和 *N*-乙基吡咯烷酮共聚物,规格为 150 mg/6 mL,或其他等效固相萃取柱或膜。

5.15 滤膜 I:玻璃纤维、亲水性聚四氟乙烯(PTFE)或其他材质等效滤膜,孔径 $0.22\ \mu\text{m}$ 。

5.16 滤膜 II:玻璃纤维、亲水性聚四氟乙烯(PTFE)或其他材质等效滤膜,孔径 $0.45\ \mu\text{m}$ 。

5.17 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.18 氩气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6 仪器和设备

6.1 采样瓶:棕色玻璃瓶或高密度聚乙烯瓶,1 L。

6.2 高效液相色谱-三重四极杆质谱仪:高效液相色谱仪具备梯度洗脱功能,三重四极杆质谱仪配有电喷雾离子源(ESI),具备多反应监测功能。

6.3 色谱柱: $15\ \text{cm}$ (柱长) $\times 2.1\ \text{mm}$ (内径) $\times 2.7\ \mu\text{m}$ (粒径)的 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:氮吹浓缩仪或其他性能相当的设备。
- 6.6 进样瓶:棕色玻璃瓶,2 mL。
- 6.7 余氯试纸或便携式余氯检测仪。
- 6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 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。

将样品置于采样瓶(6.1)中,用甲酸(5.2)或氨水(5.3)调节 pH 值至 4~7。根据余氯试纸或便携式余氯检测仪(6.7)测定的结果,添加抗坏血酸(5.4),加入量不超过 100 mg/L。样品于 4℃以下冷藏、密封、避光保存,7 d 内完成萃取或直接进样分析。

7.2 试样的制备

7.2.1 直接进样法

样品恢复至室温,混匀,取适量样品经滤膜 I (5.15)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(6.6)中,加入 50.0 μ L 内标使用液(5.12),混匀待测。含盐量较高的样品建议采用固相萃取法(7.2.2)。

7.2.2 固相萃取法

样品恢复至室温,混匀。取 500 mL 样品,经滤膜 II (5.16)过滤后转移至另一洁净样品瓶中,加入 0.5 g 二水合乙二胺四乙酸二钠(5.5)充分混匀并核实样品 pH 值为 4~7。

将固相萃取柱 I (5.13)固定在固相萃取装置(6.4)上,依次使用 10 mL 甲醇(5.1)和 10 mL 水活化。将滤液以 10 mL/min~15 mL/min(约 3~5 滴/秒)的流速通过固相萃取柱。上样结束后用水冲洗样品瓶 1~2 次,洗涤液一并转移至柱上,整个萃取过程应确保小柱中填料不暴露于空气中。当样品颜色较深时,固相萃取柱 I 前应串接预活化的固相萃取柱 II (5.14)。固相萃取柱 II 的活化过程是依次用 6 mL 甲酸-甲醇溶液(5.8)、6 mL 甲醇(5.1)和 6 mL 水冲洗。将待净化样品以 10 mL/min~15 mL/min 流速依次通过固相萃取柱 II 和固相萃取柱 I,上样结束后弃去固相萃取柱 II。用 10 mL 水淋洗固相萃取柱 I,然后用真空泵抽气干燥小柱或用氮气(5.17)吹干。再用 8 mL 甲醇(5.1)以 3 mL/min(约 1 滴/秒)的流速洗脱,收集洗脱液。洗脱液在<40℃条件下经浓缩装置(6.5)浓缩至近干,用甲醇溶液(5.6)定容至 1.0 mL,加入 50.0 μ L 内标使用液(5.12),混匀,经滤膜 I (5.15)过滤后待测。萃取液于 4℃以下冷藏、密封、避光保存,30 d 内完成分析。

7.3 空白试样的制备

用水代替样品,按照与试样的制备(7.2)相同的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:甲酸溶液(5.7);流动相 B:甲醇(5.1);柱温:35℃;进样体积:5 μ L;流速:0.3 mL/min;梯

度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
8	50	50
12	10	90
18	10	90
19	95	5
24	95	5

注：18 min~24 min 为色谱柱清洗和平衡过程,可根据实际情况适当调整。

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)。质谱多反应监测条件见表 2。

表 2 质谱多反应监测条件

序号	化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	传输电压 (V)	碰撞电压 (V)	定量内标
1	磺胺醋酰	215.1	155.9*	75	6	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶
			92.1		24	
2	磺胺嘧啶	251.1	92.1*	95	14	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶
			155.9		30	
3	磺胺噻唑	256.1	155.9*	95	12	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶
			92.1		30	
4	磺胺吡啶	250.1	155.9*	105	14	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶
			92.1		30	
5	磺胺甲基嘧啶	265.1	92.0*	105	30	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶
			108		28	
6	磺胺间甲氧嘧啶	281.1	155.9*	105	16	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		34	
7	磺胺甲二唑	271.1	155.9*	95	12	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		30	
8	磺胺二甲嘧啶	279.1	155.9*	105	16	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		36	
9	磺胺甲氧哒嗪	281.1	155.9*	105	16	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		34	

表 2 质谱多反应监测条件（续）

序号	化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	传输电压 (V)	碰撞电压 (V)	定量内标
10	磺胺氯吡啶	285.1	155.9*	95	14	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		30	
11	磺胺甲噁唑	254.1	92.1*	95	14	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			155.8		30	
12	磺胺对甲氧嘧啶	281.1	155.9*	105	16	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		34	
13	磺胺多辛	311.1	155.9*	135	18	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		36	
14	磺胺二甲异唑	268.1	155.9*	95	12	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		30	
15	磺胺苯酰	276.8	155.9*	85	10	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		30	
16	磺胺苯吡唑	315.0	156.1*	125	32	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		46	
17	磺胺地索辛	311.1	155.9*	135	18	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		36	
18	磺胺喹噁啉	301.1	155.9*	125	16	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛
			92.1		34	
19	甲氧苄氨嘧啶	291.1	123.0*	170	24	$^{13}\text{C}_3$ -甲氧苄氨嘧啶
			230.0		26	
20	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶	256.1	161.9*	105	14	—
			98.0		30	
21	$^{13}\text{C}_3$ -甲氧苄氨嘧啶	294.0	123.0*	170	24	—
			230.0		26	
22	$^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛	317.1	161.9*	135	18	—
			98.1		36	

注：磺胺类特征子离子峰 m/z 92、108 和 156，依据仪器条件选择合适的定性和定量离子。

* 为定量离子。

8.1.3 质谱仪调谐

按照仪器使用说明书调谐仪器并确认仪器性能，仪器性能正常后测定样品。

8.2 校准

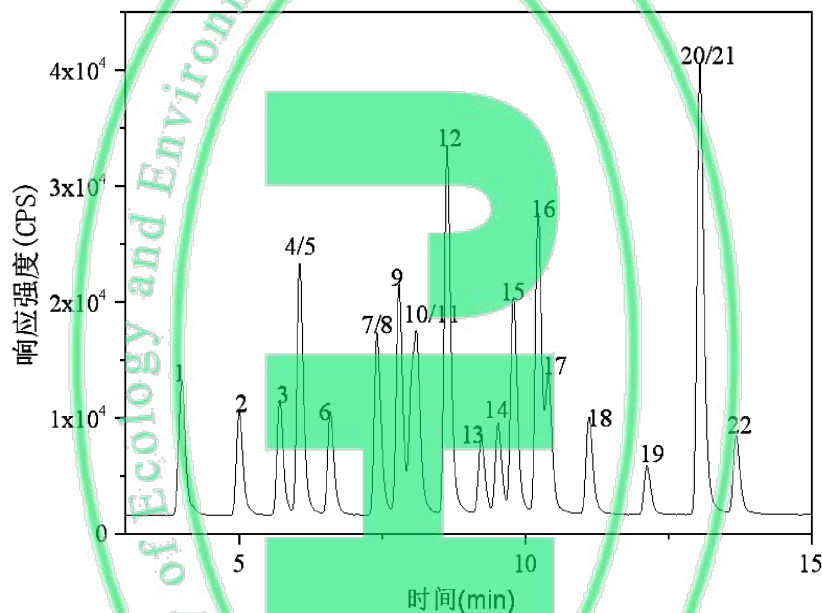
8.2.1 标准系列的配制

直接进样法:取一定量目标化合物标准使用液(5.10),用水配制至少 5 个浓度点的标准系列,质量浓度分别为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 200 $\mu\text{g/L}$ (此为参考浓度),分别取 1.0 mL 制备好的标准系列溶液于进样瓶(6.6)中,加入 50.0 μL 内标使用液(5.12),混匀,待测。

固相萃取法:取一定量目标化合物标准使用液(5.10),用甲醇溶液(5.6)配制至少 5 个浓度点的标准系列,质量浓度分别为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 200 $\mu\text{g/L}$ (此为参考浓度),分别取 1.0 mL 制备好的标准系列溶液于进样瓶(6.6)中,加入 50.0 μL 内标使用液(5.12),混匀,待测。

8.2.2 标准系列的测定

按照仪器参考条件(8.1),由低浓度到高浓度依次进样分析。目标化合物及内标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——磺胺吡啶;5—— $^{13}\text{C}_6$ -磺胺吡啶;6——磺胺甲基嘧啶;
7——甲氧苄氨嘧啶;8—— $^{13}\text{C}_6$ -甲氧苄氨嘧啶;9——磺胺间甲氧嘧啶;10——磺胺甲二唑;11——磺胺二甲嘧啶;
12——磺胺甲氧哒嗪;13——磺胺氯哒嗪;14——磺胺甲噁唑;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——磺胺地索辛;21—— $^{13}\text{C}_6$ -磺胺地索辛;
22——磺胺喹噁啉。

图 1 19 种目标化合物和 3 种内标物总离子色谱图($\rho=50.0 \mu\text{g/L}$)

8.2.3 用最小二乘法绘制标准曲线

以标准系列溶液中目标化合物的质量浓度为横坐标,目标化合物峰面积与内标物峰面积比值和内标物浓度的乘积为纵坐标,建立标准曲线。

8.2.4 平均相对响应因子计算

目标化合物 i 的相对响应因子按照公式(1)计算:

$$\text{RRF}_{ij} = \frac{A_{s,ij}}{A_{is,ij}} \times \frac{\rho_{is,ij}}{\rho_{s,ij}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- RRF_{ij} ——标准系列中第 j 点目标化合物 i 的相对响应因子；
 $A_{s,ij}$ ——标准系列中第 j 点目标化合物 i 定量离子的峰面积；
 $A_{is,ij}$ ——标准系列中第 j 点目标化合物 i 对应内标物定量离子的峰面积；
 $\rho_{is,ij}$ ——标准系列中第 j 点目标化合物 i 对应内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 $\rho_{s,ij}$ ——标准系列中第 j 点目标化合物 i 的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

目标化合物 i 的平均相对响应因子按照公式(2)计算：

$$\overline{\text{RRF}}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \text{RRF}_{ij}}{n} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $\overline{\text{RRF}}_i$ ——目标化合物 i 的平均相对响应因子；
 RRF_{ij} ——标准系列中第 j 点目标化合物 i 的相对响应因子；
 n ——标准系列点数。

8.3 试样测定

按照与标准系列测定(8.2.2)相同的仪器条件测定试样(7.2)。当试样浓度超出标准曲线线性范围时,应重新取样,直接进样法样品用水稀释,固相萃取法样品减少取样量,按照 7.2 重新制备试样并测定。

8.4 空白试验

按照与试样测定(8.3)相同的仪器条件测定实验室空白试样(7.3)。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据保留时间与离子丰度比例定性分析。在相同的实验条件下,试样中目标化合物保留时间和标准溶液中目标化合物保留时间比较,相差 $\pm 0.2 \text{ min}$ 以内。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该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目标化合物。 $K_{\text{sam},i}$ 和 $K_{\text{std},i}$ 分别按照公式(3)和公式(4)计算。

$$K_{\text{sam},i} = \frac{A_{\text{sam}2,i}}{A_{\text{sam}1,i}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $K_{\text{sam},i}$ ——试样中目标化合物 i 定性离子的相对丰度，%；
 $A_{\text{sam}2,i}$ ——试样中目标化合物 i 定性离子的峰面积；
 $A_{\text{sam}1,i}$ ——试样中目标化合物 i 定量离子的峰面积。

$$K_{\text{std},i} = \frac{A_{\text{std}2,i}}{A_{\text{std}1,i}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

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

$A_{\text{std}2,i}$ ——标准溶液中目标化合物 i 定性离子的峰面积；

$A_{\text{std}1,i}$ ——标准溶液中目标化合物 i 定量离子的峰面积。

表 3 相对离子丰度的最大允许偏差

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

9.2 定量分析

9.2.1 最小二乘法计算

9.2.1.1 直接进样法

样品中目标化合物 i 的质量浓度按照公式(5)计算。

$$\rho_i = \rho_{c,i} \times D \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

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

$\rho_{c,i}$ ——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。

9.2.1.2 固相萃取法

样品中目标化合物 i 的质量浓度,按照公式(6)计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{c,i} \times V_c}{V} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

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

$\rho_{c,i}$ ——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_c ——试样定容体积, mL；

V ——取样体积, mL。

9.2.2 平均相对响应因子法计算

9.2.2.1 直接进样法

样品中目标化合物 i 的质量浓度按照公式(7)计算。

$$\rho_i = \frac{A_{c,i}}{A_{is,i}} \times \frac{\rho_{is,i}}{\text{RRF}_i} \times D \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

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

$A_{c,i}$ ——试样中目标化合物 i 定量离子的峰面积；

$A_{is,i}$ ——试样中目标化合物 i 对应内标物定量离子的峰面积；

- $\rho_{is,i}$ ——试样中目标化合物 i 对应内标物的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;
 $\overline{\text{RRF}}_i$ ——目标化合物 i 的平均相对响应因子;
 D ——稀释倍数。

9.2.2.2 固相萃取法

样品中目标化合物 i 的质量浓度按照公式(8)计算。

$$\rho_i = \frac{A_{c,i}}{A_{is,i}} \times \frac{\rho_{is,i}}{\overline{\text{RRF}}_i} \times \frac{V_c}{V} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

- ρ_i ——样品中目标化合物 i 的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;
 $A_{c,i}$ ——试样中目标化合物 i 定量离子的峰面积;
 $A_{is,i}$ ——试样中目标化合物 i 对应内标物定量离子的峰面积;
 $\rho_{is,i}$ ——试样中目标化合物 i 对应内标物的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;
 $\overline{\text{RRF}}_i$ ——目标化合物 i 的平均相对响应因子;
 V_c ——试样定容体积, mL;
 V ——取样体积, mL。

9.3 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字, 小数点后位数的保留与方法检出限一致。

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定含有 19 种目标化合物的空白加标样品, 加标浓度依次为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 180 $\mu\text{g/L}$, 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%; 重复性限分别为 0.3 $\mu\text{g/L}$ ~0.6 $\mu\text{g/L}$ 、8.8 $\mu\text{g/L}$ ~21 $\mu\text{g/L}$ 和 13 $\mu\text{g/L}$ ~27.0 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 0.4 $\mu\text{g/L}$ ~1.3 $\mu\text{g/L}$ 、13 $\mu\text{g/L}$ ~37 $\mu\text{g/L}$ 和 25 $\mu\text{g/L}$ ~90 $\mu\text{g/L}$ 。

7 家实验室采用直接进样法分别加标测定养殖废水、医疗废水和工业废水, 养殖废水加标量 2.0 $\mu\text{g/L}$, 医疗废水加标量 100 $\mu\text{g/L}$, 工业废水加标量 180 $\mu\text{g/L}$, 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%; 重复性限分别为 0.4 $\mu\text{g/L}$ ~0.7 $\mu\text{g/L}$ 、8.6 $\mu\text{g/L}$ ~14 $\mu\text{g/L}$ 和 17 $\mu\text{g/L}$ ~35 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 0.6 $\mu\text{g/L}$ ~1.3 $\mu\text{g/L}$ 、22 $\mu\text{g/L}$ ~52 $\mu\text{g/L}$ 和 39 $\mu\text{g/L}$ ~92 $\mu\text{g/L}$ 。

10.1.2 固相萃取法

6 家实验室采用固相萃取法测定含有 19 种目标化合物的空白加标样品, 加标浓度依次为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.100 $\mu\text{g/L}$ 和 0.200 $\mu\text{g/L}$, 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%; 重复性限分别为 0.001 $\mu\text{g/L}$ ~0.003 $\mu\text{g/L}$ 、0.012 $\mu\text{g/L}$ ~0.023 $\mu\text{g/L}$ 和 0.034 $\mu\text{g/L}$ ~0.061 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.005 $\mu\text{g/L}$ 、0.025 $\mu\text{g/L}$ ~0.062 $\mu\text{g/L}$ 和 0.060 $\mu\text{g/L}$ ~0.11 $\mu\text{g/L}$ 。

9 家实验室采用固相萃取法分别加标测定地表水、海水、生活污水、养殖废水、医疗废水和工业废

水、地表水和海水加标浓度均为 0.010 $\mu\text{g/L}$ ，生活污水、养殖废水和医疗废水加标浓度均为 0.100 $\mu\text{g/L}$ （其中医疗废水不是统一样品，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 $\mu\text{g/L}$ ，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 $\mu\text{g/L}$ ~0.004 $\mu\text{g/L}$ 和 0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.004 $\mu\text{g/L}$ ，再现性限分别为 0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.008 $\mu\text{g/L}$ 和 0.003~0.006 $\mu\text{g/L}$ ；生活污水、养殖废水和医疗废水实验室内相对标准偏差分别为 1.0%~14%、2.6%~17% 和 7.9%~14%，生活污水和养殖废水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 $\mu\text{g/L}$ ~0.032 $\mu\text{g/L}$ 和 0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.026 $\mu\text{g/L}$ ，再现性限分别为 0.026 $\mu\text{g/L}$ ~0.049 $\mu\text{g/L}$ 和 0.004 $\mu\text{g/L}$ ~0.052 $\mu\text{g/L}$ ；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为 5.1%~18%，重复性限为 0.026 $\mu\text{g/L}$ ~0.054 $\mu\text{g/L}$ ，再现性限为 0.045 $\mu\text{g/L}$ ~0.097 $\mu\text{g/L}$ 。

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 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 180 $\mu\text{g/L}$ 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% \pm 21.8%~107% \pm 34.1%、90.9% \pm 25.5%~105% \pm 16.0% 和 89.4% \pm 27.9%~106% \pm 36.1%。

7 家实验室采用直接进样法分别加标测定养殖废水、医疗废水和工业废水，养殖废水加标量 2.0 $\mu\text{g/L}$ ，医疗废水加标量 100 $\mu\text{g/L}$ ，工业废水加标量 180 $\mu\text{g/L}$ ；加标回收率分别为 68.8%~146%、76.6%~146% 和 71.7%~137%；加标回收率最终值分别为 92.4% \pm 14.4%~106% \pm 25.8%、96.1% \pm 18.8%~112% \pm 14.1% 和 93.9% \pm 26.3%~107% \pm 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 $\mu\text{g/L}$ 、0.100 $\mu\text{g/L}$ 和 0.200 $\mu\text{g/L}$ 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% \pm 23.4%~99.6% \pm 15.7%、97.8% \pm 27.3%~105% \pm 26.5 和 86.5% \pm 23.9%~97.8% \pm 27.7%。

9 家实验室采用固相萃取法分别加标测定地表水、海水、生活污水、养殖废水和工业废水，地表水和海水加标浓度均为 0.010 $\mu\text{g/L}$ ，生活污水和养殖废水加标浓度均为 0.100 $\mu\text{g/L}$ ，工业废水加标浓度为 0.200 $\mu\text{g/L}$ ；加标回收率分别为 61.7%~138%、66.7%~120%、68.3%~118%、71.3%~128% 和 70.8%~122%；加标回收率最终值分别为 85.3% \pm 14.2%~101% \pm 8.2%、90.3% \pm 16.3%~102% \pm 13.5%、88.3% \pm 12.3%~104% \pm 7.5%、85.2% \pm 8.0%~99.0% \pm 17.0% 和 83.2% \pm 11.3%~99.9% \pm 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 个或每批次样品（少于 20 个）至少分析 1 个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限。

11.2 校准

采用最小二乘法时，标准曲线线性相关系数应 \geq 0.995。采用平均相对响应因子法时，相对响应因

子的相对标准偏差应 $\leq 20\%$ 。否则应查找原因,重新绘制标准曲线。

每 20 个或每批次样品(少于 20 个)至少分析 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 个或每批次样品(少于 20 个)至少分析 1 个平行样,平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 40\%$ 以内。

11.4 基体加标

每 20 个或每批次样品(少于 20 个)至少分析 1 个基体加标样品,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

各目标化合物的方法检出限和测定下限见表 A.1。

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 ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g/L}$)	方法 检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g/L}$)
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	1.2	4.8	0.005	0.020
6	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	0.6	2.4	0.004	0.016
7	磺胺甲二唑	Sulfamethizole	144-82-1	1.2	4.8	0.005	0.020
8	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	0.6	2.4	0.003	0.012
9	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxy-pyridazine	80-35-3	0.6	2.4	0.004	0.016
10	磺胺氯吡嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	0.7	2.8	0.003	0.012
11	磺胺甲噁唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	0.6	2.4	0.005	0.020
12	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	1.0	4.0	0.005	0.020
13	磺胺多辛	Sulfadoxine	2447-57-6	0.6	2.4	0.004	0.016
14	磺胺二甲异唑	Sulfisoxazole	127-69-5	0.6	2.4	0.003	0.012
15	磺胺苯酰	Sulfabenzamide	127-71-9	1.0	4.0	0.004	0.016
16	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9	1.2	4.8	0.003	0.012
17	磺胺地索辛	Sulfadimethoxine	122-11-2	0.6	2.4	0.005	0.020
18	磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	59-40-5	1.8	7.2	0.003	0.012
19	甲氧苄氨嘧啶	Trimethoprim	738-70-5	0.9	3.6	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,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 ($\mu\text{g/L}$)
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	11	30
			180	182	0.4~4.2	18	13	90
		养殖废水	2.0	2.1	1.6~18	9.5	0.6	0.8
		医疗废水	100	99.8	0.9~11	10	13	30
2	磺胺嘧啶	空白	180	169	1.7~9.5	14	22	69
			2.0	2.0	2.2~14	15	0.5	1.0
			100	99.6	0.6~14	4.7	17	20
		养殖废水	2.0	2.1	2.1~22	12	0.6	0.9
		医疗废水	100	114	1.3~8.7	16	13	52
		工业废水	180	179	1.4~15	12	28	64
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	11	13
			180	186	0.4~6.2	9.7	16	53
		养殖废水	2.0	2.0	2.3~25	13	0.6	0.9
		医疗废水	100	99	0.7~11	10	14	31
		工业废水	180	177	1.2~11	14	23	74
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	20
			180	182	0.3~4.3	4.4	13	25
		养殖废水	2.0	1.9	0.3~18	9.3	0.5	0.7
		医疗废水	100	96.1	0.4~14	9.8	14	30
5	磺胺甲基嘧啶	空白	180	172	0.5~6.2	12	17	58
			2.0	2.0	1.1~12	14	0.3	0.9
			100	99	0.4~15	3.4	18	19
		养殖废水	2.0	2.0	1.0~9.5	7.5	18	41
		医疗废水	100	98.7	0.7~24	8.8	0.7	0.8
		医疗废水	100	98.7	0.6~13	10	14	31

表 B.1 精密度汇总表（直接进样法）（续）

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	工业废水	180	175	1.3~10	11	22	57
6	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	12	13
			180	175	0.9~6.2	5.7	19	33
		养殖废水	2.0	1.9	1.5~26	9.1	0.7	0.8
		医疗废水	100	98.5	0.6~5.9	8.8	10	26
		工业废水	180	179	0.5~14	5.7	30	40
7	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	23
			180	180	1.2~9.9	9.5	25	53
		养殖废水	2.0	2.0	1.1~30	8.3	0.7	0.8
		医疗废水	100	102	0.5~9.7	7.7	14	25
		工业废水	180	182	1.0~14	7.9	35	52
8	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	21	29
			180	178	0.5~10	9.8	27	55
		养殖废水	2.0	1.8	2.2~21	7.8	0.5	0.6
		医疗废水	100	98.3	0.7~6.7	7.6	9.2	23
		工业废水	180	184	0.7~7.8	8.5	24	49
9	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	13	26
			180	186	0.7~7.9	7.7	22	45
		养殖废水	2.0	2.1	0.8~16	16	0.5	1.1
		医疗废水	100	104	0.6~5.9	7.7	9.6	24
		工业废水	180	185	1.1~4.9	7.6	19	44
10	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	12	14
			180	181	1.3~9.4	8.1	24	47
		养殖废水	2.0	2.1	1.0~22	19	0.6	1.2
		医疗废水	100	105	0.7~9.9	17	12	52
		工业废水	180	191	0.6~7.0	16	25	87
11	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	11	20
			180	191	1.1~9.7	8.0	26	49
		养殖废水	2.0	2.1	1.5~13	15	0.5	1.0

表 B.1 精密度汇总表（直接进样法）（续）

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 ($\mu\text{g/L}$)
11	磺胺甲噁唑	医疗废水	100	138	0.9~8.4	9.7	15	40
		工业废水	180	238	1.0~8.0	13	31	92
12	磺胺对甲氧嘧啶	空白	2.0	1.9	1.4~15	24	0.4	1.3
			100	102	2.3~6.5	4.5	11	16
			180	182	0.8~6.2	6.3	17	36
		养殖废水	2.0	2.0	1.2~16	9.6	0.5	0.7
		医疗废水	100	101	0.7~5.9	7.4	8.6	23
		工业废水	180	181	0.6~8.8	7.4	24	44
13	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	16	19
			180	182	0.5~9.1	7.0	22	41
		养殖废水	2.0	2.0	1.6~15	9.5	0.5	0.7
		医疗废水	100	110	0.5~5.7	6.5	10	22
		工业废水	180	184	0.8~10	8.9	27	52
14	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	24
			180	188	0.5~5.9	12	14	64
		养殖废水	2.0	2.0	1.2~15	20	0.5	1.2
		医疗废水	100	106	0.6~7.4	16	11	49
		工业废水	180	191	0.4~11	16	30	89
15	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	12	23
			180	176	0.5~7.3	8.9	21	48
		养殖废水	2.0	1.9	1.3~25	11	0.7	0.9
		医疗废水	100	96.5	0.4~8.4	9.6	13	28
		工业废水	180	176	0.9~8.8	9.6	28	54
16	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	22
			180	177	0.3~12	7.2	26	43
		养殖废水	2.0	2.1	1.2~25	8.5	0.7	0.8
		医疗废水	100	98.2	0.3~7.4	8.5	10	25
		工业废水	180	177	0.3~8.5	6.5	23	39
17	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
			180	182	0.5~5.9	7.1	13	38

表 B.1 精密度汇总表（直接进样法）（续）

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 ($\mu\text{g/L}$)
17	磺胺地索辛	养殖废水	2.0	2.0	0.6~15	11	0.4	0.7
		医疗废水	100	112	0.3~7.4	6.3	12	23
		工业废水	180	193	0.6~7.7	7.6	26	48
18	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	23
			180	179	0.9~10	11	21	57
		养殖废水	2.0	2.1	2.0~23	12	0.7	0.9
		医疗废水	100	104	0.8~8.3	12	12	36
		工业废水	180	190	0.9~7.6	10	23	58
19	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	37
			180	161	0.7~8.5	17	23	80
		养殖废水	2.0	1.9	2.1~30	22	0.6	1.3
		医疗废水	100	113	1.0~6.6	12	12	40
		工业废水	180	183	1.0~11	14	34	76

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	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	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	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
		医疗废水	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

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
2	磺胺嘧啶	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
		医疗废水	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
		医疗废水	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
		医疗废水	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
		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
		医疗废水	0.100	/	4.3~11	/	/	/
工业废水	0.200	0.174	3.4~11	13	0.036	0.070		
6	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

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
6	磺胺间甲氧嘧啶	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
		医疗废水	0.100	/	4.4~11	/	/	/
		工业废水	0.200	0.185	3.7~13	16	0.041	0.091
7	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	0.11
		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	14	0.022	0.052
		医疗废水	0.100	/	3.4~13	/	/	/
		工业废水	0.200	0.171	3.7~9.7	9.2	0.026	0.050
8	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
		医疗废水	0.100	/	6.7~9.6	/	/	/
		工业废水	0.200	0.175	2.3~12	12	0.039	0.070
9	磺胺甲氧哒嗪	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
		医疗废水	0.100	/	5.3~14	/	/	/
		工业废水	0.200	0.182	2.9~13	13	0.031	0.073
10	磺胺氯哒嗪	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

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	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	磺胺氯哒嗪	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
		医疗废水	0.100	/	3.3~12	/	/	/
		工业废水	0.200	0.182	5.0~7.1	12	0.034	0.066
11	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
		医疗废水	0.100	/	7.5~13	/	/	/
工业废水	0.200	0.296	1.8~8.6	5.1	0.054	0.065		
12	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
		医疗废水	0.100	/	8.3~14	/	/	/
工业废水	0.200	0.180	2.5~8.4	16	0.027	0.083		
13	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
		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
		医疗废水	0.100	/	4.2~11	/	/	/
工业废水	0.200	0.177	3.3~9.6	5.6	0.039	0.045		
14	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

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	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	磺胺二甲异唑	空白	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
		医疗废水	0.100	/	4.1~13	/	/	/
		工业废水	0.200	0.173	2.6~7.8	15	0.029	0.078
15	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	0.11
		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
		医疗废水	0.100	/	4.8~8.9	/	/	/
		工业废水	0.200	0.180	3.9~10	9.7	0.036	0.059
16	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
		医疗废水	0.100	/	3.7~12	/	/	/
		工业废水	0.200	0.183	1.7~10	18	0.032	0.097
17	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
		医疗废水	0.100	/	3.4~13	/	/	/
工业废水	0.200	0.200	2.4~8.6	13	0.032	0.077		
18	磺胺噻噁啉	空白	0.010	0.009	5.1~11	14	0.002	0.004

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
18	磺胺嘧啶	空白	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
		医疗废水	0.100	/	2.2~17	/	/	/
		工业废水	0.200	0.179	2.2~11	7.8	0.034	0.050
19	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
		医疗废水	0.100	/	5.6~12	/	/	/
工业废水	0.200	0.173	2.4~11	15	0.033	0.077		
注：医疗废水未使用统一样品，不开展实验室间样品精密度统计。								

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	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
1	磺胺醋酰	空白	2.0	N.D.	1.9	66.1~119	95.4±19.8
			100	N.D.	99.3	91.1~120	99.2±20.0
			180	N.D.	182	81.0~128	101±26.3
		养殖废水	2.0	N.D.	2.0	92.8~123	104±19.8
		医疗废水	100	N.D.	97.1	83.2~117	99.8±20.0
		工业废水	180	N.D.	163	71.7~114	93.9±26.3
2	磺胺嘧啶	空白	2.0	N.D.	2.0	72.6~115	100±25.8
			100	N.D.	99.6	93.0~107	99.6±34.9
			180	N.D.	184	96.8~116	102±23.4
		养殖废水	2.0	N.D.	2.1	85.9~121	106±25.8
		医疗废水	100	8.3	115	93.7~145	106±34.9
		工业废水	180	N.D.	183	82.0~118	99.7±23.4

表 B.3 正确度汇总表（直接进样法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
3	磺胺噻唑	空白	2.0	N.D.	2.0	83.2~120	101±25.0
			100	N.D.	101	95.2~104	101±20.3
			180	N.D.	186	96.0~123	103±28.3
		养殖废水	2.0	N.D.	2.0	83.3~118	98.4±25.0
		医疗废水	100	N.D.	101	87.9~119	99.0±20.3
		工业废水	180	N.D.	180	83.9~125	98.1±28.3
4	磺胺吡啶	空白	2.0	N.D.	2.1	90.1~119	105±17.5
			100	N.D.	102	95.1~111	102±18.8
			180	N.D.	182	96.0~110	101±22.1
		养殖废水	2.0	N.D.	1.9	79.8~105	94.3±17.5
		医疗废水	100	N.D.	96.7	85.2~110	96.1±18.8
		工业废水	180	N.D.	172	83.8~113	95.6±22.1
5	磺胺甲基嘧啶	空白	2.0	N.D.	2.0	77.5~118	99.7±17.3
			100	N.D.	99.1	92.2~103	99.0±19.7
			180	N.D.	176	84.4~107	98.1±21.2
		养殖废水	2.0	N.D.	2.0	84.6~110	97.7±17.3
		医疗废水	100	N.D.	100	87.3~112	98.7±19.7
		工业废水	180	N.D.	178	84.8~110	97.3±21.2
6	磺胺间甲氧嘧啶	空白	2.0	N.D.	1.9	56.0~117	95.2±17.6
			100	N.D.	99.4	94.8~103	99.5±17.4
			180	N.D.	175	89.5~106	97.5±11.4
		养殖废水	2.0	N.D.	1.9	84.5~109	96.8±17.6
		医疗废水	100	N.D.	101	81.4~105	98.5±17.4
		工业废水	180	N.D.	181	93.0~108	99.6±11.4
7	磺胺甲二唑	空白	2.0	N.D.	2.1	91.5~121	105±16.3
			100	N.D.	102	91.2~111	102±15.7
			180	N.D.	180	82.0~109	100±18.2
		养殖废水	2.0	N.D.	1.9	91.2~110	98.4±16.3
		医疗废水	100	N.D.	102	95.3~117	102±15.7
		工业废水	180	N.D.	181	86.7~113	101±16.0
8	磺胺二甲嘧啶	空白	2.0	N.D.	2.0	89.2~112	99.9±14.4
			100	N.D.	102	92.3~117	102±14.9
			180	N.D.	179	82.0~113	99.1±17.4
		养殖废水	2.0	N.D.	1.8	80.3~102	92.4±14.4
		医疗废水	100	N.D.	99.8	89.5~109	98.3±14.9

表 B.3 正确度汇总表（直接进样法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
8	磺胺二甲嘧啶	工业废水	180	N.D.	187	94.2~117	102±17.4
9	磺胺甲氧哒嗪	空白	2.0	N.D.	2.1	90.8~131	107±34.1
			100	N.D.	105	97.3~119	105±16.0
			180	N.D.	187	93.8~118	104±15.7
		养殖废水	2.0	N.D.	2.0	88.3~134	104±34.1
		医疗废水	100	N.D.	101	93.5~119	104±16.0
		工业废水	180	N.D.	182	93.6~115	103±15.7
10	磺胺氯哒嗪	空白	2.0	N.D.	2.1	85.8~113	103±40.3
			100	N.D.	100	94.0~104	100±36.1
			180	N.D.	181	89.1~116	101±33.4
		养殖废水	2.0	N.D.	2.1	86.4~146	104±40.3
		医疗废水	100	N.D.	108	84.7~137	105±36.1
		工业废水	180	N.D.	195	88.2~137	106±33.4
11	磺胺甲噻唑	空白	2.0	N.D.	2.0	91.3~105	99.1±30.8
			100	N.D.	102	93.4~113	102±29.5
			180	N.D.	191	96.6~120	106±36.1
		养殖废水	2.0	N.D.	2.1	88.2~133	104±30.8
		医疗废水	100	N.D.	136	93.2~134	110±29.5
		工业废水	180	48.3	240	86.2~132	106±36.1
12	磺胺对甲氧嘧啶	空白	2.0	N.D.	1.9	62.8~121	92.6±21.8
			100	N.D.	102	95.3~110	102±15.0
			180	N.D.	182	93.8~109	101±14.8
		养殖废水	2.0	N.D.	1.9	86.4~120	100±17.2
		医疗废水	100	N.D.	101	85.4~109	101±15.0
		工业废水	180	N.D.	179	90.0~111	100±14.8
13	磺胺多辛	空白	2.0	N.D.	1.9	75.8~114	92.7±19.0
			100	N.D.	102	98.0~109	102±13.7
			180	N.D.	182	93.7~113	101±18.1
		养殖废水	2.0	N.D.	2.0	88.3~112	99.8±19.0
		医疗废水	100	6.9	110	92.7~112	103±13.7
		工业废水	180	N.D.	188	87.6~117	102±18.1
14	磺胺二甲异唑	空白	2.0	N.D.	1.9	73.3~116	93.5±40.3
			100	N.D.	103	96.0~115	103±34.5
			180	N.D.	188	94.3~127	104±33.4
		养殖废水	2.0	N.D.	1.9	68.8~134	100±40.3

表 B.3 正确度汇总表（直接进样法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
14	磺胺二甲异唑	医疗废水	100	N.D.	109	76.6~120	106±34.5
		工业废水	180	N.D.	194	77.2~129	106±33.4
15	磺胺苯酰	空白	2.0	N.D.	2.1	91.4~120	103±21.6
			100	N.D.	98.6	88.5~111	98.4±18.4
			180	N.D.	176	87.5~115	97.8±18.9
		养殖废水	2.0	N.D.	1.8	76.4~112	94.5±21.6
		医疗废水	100	N.D.	99.1	81.8~113	96.5±18.4
		工业废水	180	N.D.	173	88.2~111	97.9±18.9
16	磺胺苯吡唑	空白	2.0	N.D.	2.0	68.9~117	98.8±17.6
			100	N.D.	101	95.9~115	102±16.7
			180	N.D.	177	92.1~112	98.6±12.8
		养殖废水	2.0	N.D.	2.1	93.7~116	103±17.6
		医疗废水	100	N.D.	100	85.0~112	98.2±16.7
		工业废水	180	N.D.	180	90.0~110	98.6±12.8
17	磺胺地索辛	空白	2.0	N.D.	2.1	89.4~128	103±22.5
			100	N.D.	102	96.5~108	102±14.1
			180	N.D.	182	94.3~112	101±16.3
		养殖废水	2.0	N.D.	2.1	87.9~116	101±22.5
		医疗废水	100	N.D.	113	87.3~118	104±24.1
		工业废水	180	N.D.	196	91.3~117	106±21.2
18	磺胺喹噁啉	空白	2.0	N.D.	2.0	76.0~124	102±25.1
			100	N.D.	98.2	88.4~110	98.2±24.1
			180	N.D.	179	82.6~114	99.4±21.2
		养殖废水	2.0	N.D.	2.1	87.4~126	105±25.1
		医疗废水	100	N.D.	106	87.3~118	104±24.1
		工业废水	180	N.D.	195	91.3~117	106±21.2
19	甲氧苄氨嘧啶	空白	2.0	N.D.	2.0	82.2~115	98.9±41.4
			100	N.D.	91.0	76.6~111	90.9±25.5
			180	N.D.	161	68.1~112	89.4±27.9
		养殖废水	2.0	N.D.	2.0	75.2~134	95.6±41.4
		医疗废水	100	7.5	111	82.9~118	105±25.5
		工业废水	180	9.9	178	80.3~116	96.3±27.9

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	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
1	磺胺醋酰	空白	0.010	N.D.	0.008	69.7~94.3	84.9 \pm 16.3
			0.100	N.D.	0.091	88.3~113	104 \pm 18.0
			0.200	N.D.	0.188	77.6~107	94.0 \pm 22.6
		地表水	0.010	N.D.	0.010	78.3~122	99.4 \pm 36.0
		海水	0.010	N.D.	0.009	70.0~107	90.3 \pm 32.6
		生活污水	0.100	N.D.	0.096	85.0~117	96.2 \pm 23.6
		养殖废水	0.100	N.D.	0.086	79.2~93.0	85.3 \pm 10.2
		医疗废水	0.100	/	/	76.7~94.7	83.6 \pm 13.4
		工业废水	0.200	N.D.	0.174	70.8~112	86.9 \pm 30.2
2	磺胺嘧啶	空白	0.010	N.D.	0.009	79.4~103	91.0 \pm 16.1
			0.100	N.D.	0.085	77.5~118	99.3 \pm 26.0
			0.200	N.D.	0.179	79.2~105	89.3 \pm 18.4
		地表水	0.010	N.D.	0.009	80.0~98.3	91.9 \pm 12.8
		海水	0.010	N.D.	0.009	66.7~120	91.4 \pm 42.6
		生活污水	0.100	N.D.	0.098	89.5~108	95.1 \pm 14.0
		养殖废水	0.100	0.028	0.121	76.0~120	94.8 \pm 28.2
		医疗废水	0.100	/	/	71.3~100	81.8 \pm 22.4
		工业废水	0.200	0.080	0.269	79.4~108	94.9 \pm 25.4
3	磺胺噻唑	空白	0.010	N.D.	0.009	70.8~104	92.2 \pm 23.8
			0.100	N.D.	0.089	88.7~112	103 \pm 19.9
			0.200	N.D.	0.184	72.6~102	91.8 \pm 21.4
		地表水	0.010	N.D.	0.010	88.3~100	93.9 \pm 8.4
		海水	0.010	N.D.	0.010	85.0~113	96.1 \pm 22.4
		生活污水	0.100	N.D.	0.092	78.7~104	91.9 \pm 21.8
		养殖废水	0.100	N.D.	0.091	79.3~108	91.1 \pm 21.4
		医疗废水	0.100	/	/	84.8~92.2	88.0 \pm 5.4
		工业废水	0.200	N.D.	0.182	75.6~102	90.9 \pm 25.2
4	磺胺吡啶	空白	0.010	N.D.	0.009	66.2~94.5	82.4 \pm 23.4
			0.100	N.D.	0.089	85.3~119	102 \pm 24.6
			0.200	N.D.	0.177	72.7~116	88.4 \pm 30.6
		地表水	0.010	N.D.	0.010	61.7~138	94.2 \pm 54.0
		海水	0.010	N.D.	0.010	80.0~117	101 \pm 24.4
		生活污水	0.100	N.D.	0.094	80.5~111	93.4 \pm 23.0
		养殖废水	0.100	N.D.	0.087	73.7~96.8	86.3 \pm 16.0
		医疗废水	0.100	/	/	82.5~106	92.0 \pm 20.8

表 B.4 正确度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
4	磺胺吡啶	工业废水	0.200	N.D.	0.185	83.3~113	92.3 \pm 21.6
5	磺胺甲基嘧啶	空白	0.010	N.D.	0.009	67.7~92.4	83.1 \pm 19.9
			0.100	N.D.	0.089	84.5~116	102 \pm 25.0
			0.200	N.D.	0.173	71.3~98.3	86.5 \pm 23.9
		地表水	0.010	N.D.	0.009	70.0~118	86.1 \pm 40.4
		海水	0.010	N.D.	0.010	76.7~113	95.8 \pm 28.2
		生活污水	0.100	N.D.	0.096	82.0~115	95.4 \pm 27.4
		养殖废水	0.100	N.D.	0.090	71.3~109	90.2 \pm 24.0
		医疗废水	0.100	/	/	77.2~89.2	80.5 \pm 8.80
		工业废水	0.200	N.D.	0.174	74.2~99.3	87.0 \pm 22.0
6	磺胺间甲氧嘧啶	空白	0.010	N.D.	0.008	72.9~93.4	83.7 \pm 18.1
			0.100	N.D.	0.092	73.7~129	103 \pm 43.6
			0.200	N.D.	0.177	71.1~100	88.2 \pm 26.0
		地表水	0.010	N.D.	0.009	61.7~128	92.2 \pm 51.6
		海水	0.010	N.D.	0.010	83.3~115	102 \pm 27.0
		生活污水	0.100	N.D.	0.104	91.7~113	104 \pm 15.0
		养殖废水	0.100	N.D.	0.088	76.0~99.5	87.7 \pm 16.6
		医疗废水	0.100	/	/	71.2~110	86.2 \pm 27.6
		工业废水	0.200	N.D.	0.185	80.2~111	92.5 \pm 29.8
7	磺胺甲二唑	空白	0.010	N.D.	0.008	54.9~99.5	86.2 \pm 32.0
			0.100	N.D.	0.090	88.5~113	104 \pm 18.0
			0.200	N.D.	0.191	67.3~116	95.4 \pm 35.2
		地表水	0.010	N.D.	0.010	81.7~115	95.8 \pm 26.6
		海水	0.010	N.D.	0.010	81.7~113	96.4 \pm 28.0
		生活污水	0.100	N.D.	0.092	74.0~115	92.2 \pm 29.6
		养殖废水	0.100	N.D.	0.099	83.0~121	99.0 \pm 34.0
		医疗废水	0.100	/	/	77.5~90.2	85.1 \pm 10.4
		工业废水	0.200	N.D.	0.171	75.4~98.7	85.3 \pm 15.6
8	磺胺二甲嘧啶	空白	0.010	N.D.	0.009	78.3~121	89.8 \pm 32.4
			0.100	N.D.	0.086	80.2~117	97.8 \pm 27.3
			0.200	N.D.	0.186	84.3~118	93.0 \pm 25.5
		地表水	0.010	N.D.	0.009	68.3~123	91.7 \pm 42.0
		海水	0.010	N.D.	0.009	81.7~108	94.2 \pm 21.0
		生活污水	0.100	N.D.	0.101	78.8~112	101 \pm 26.2
		养殖废水	0.100	N.D.	0.093	77.8~118	93.0 \pm 32.6

表 B.4 正确度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
8	磺胺二甲嘧啶	医疗废水	0.100	/	/	78.8~95.5	86.6±14.2
		工业废水	0.200	N.D.	0.175	74.6~105	87.6±21.4
9	磺胺甲氧哒嗪	空白	0.010	N.D.	0.009	64.6~104	88.3±26.5
			0.100	N.D.	0.089	73.0~118	100±31.7
			0.200	N.D.	0.180	75.8~112	89.7±28.5
		地表水	0.010	N.D.	0.010	76.7~112	95.8±29.6
		海水	0.010	N.D.	0.010	70.0~117	98.3±32.6
		生活污水	0.100	N.D.	0.091	72.2~112	91.5±30.0
		养殖废水	0.100	N.D.	0.093	79.7~112	92.5±26.2
		医疗废水	0.100	/	/	81.0~101	88.9±17.4
		工业废水	0.200	N.D.	0.182	77.1~109	90.9±23.8
10	磺胺氯哒嗪	空白	0.010	N.D.	0.009	74.5~107	90.0±21.3
			0.100	N.D.	0.091	81.3~116	103±25.0
			0.200	N.D.	0.187	81.7~109	93.3±18.8
		地表水	0.010	N.D.	0.010	85.0~128	101±36.4
		海水	0.010	N.D.	0.010	86.7~117	99.7±22.8
		生活污水	0.100	N.D.	0.096	79.5~105	95.4±21.4
		养殖废水	0.100	N.D.	0.086	75.5~98.2	85.4±15.0
		医疗废水	0.100	/	/	72.7~97.5	82.2±17.8
		工业废水	0.200	N.D.	0.182	75.0~101	89.7±22.2
11	磺胺甲噁唑	空白	0.010	N.D.	0.010	88.5~107	99.6±15.7
			0.100	N.D.	0.088	96.5~111	103±10.6
			0.200	N.D.	0.196	81.3~112	97.7±22.7
		地表水	0.010	0.008	0.017	80.0~102	92.8±17.2
		海水	0.010	N.D.	0.009	78.3~112	94.4±25.4
		生活污水	0.100	0.050	0.142	81.0~104	92.5±15.8
		养殖废水	0.100	0.030	0.117	79.8~125	97.9±30.6
		医疗废水	0.100	/	/	66.5~92.7	81.5±20.0
		工业废水	0.200	0.117	0.296	84.8~97.8	89.5±11.4
12	磺胺对甲氧嘧啶	空白	0.010	N.D.	0.009	63.9~97.3	85.5±24.6
			0.100	N.D.	0.090	81.7~127	102±29.1
			0.200	N.D.	0.175	70.0~97.7	87.3±20.2
		地表水	0.010	N.D.	0.010	81.7~123	96.4±31.0
		海水	0.010	N.D.	0.010	78.3~117	93.9±25.0
		生活污水	0.100	N.D.	0.099	77.0~117	99.4±33.6

表 B.4 正确度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
12	磺胺对甲氧嘧啶	养殖废水	0.100	N.D.	0.088	78.0~104	87.7 \pm 18.0
		医疗废水	0.100	/	/	74.8~85.0	79.7 \pm 8.40
		工业废水	0.200	N.D.	0.180	76.7~115	89.8 \pm 28.2
13	磺胺多辛	空白	0.010	N.D.	0.009	80.6~107	93.7 \pm 20.5
			0.100	N.D.	0.089	89.3~126	102 \pm 25.4
			0.200	N.D.	0.183	83.0~109	91.5 \pm 18.7
		地表水	0.010	N.D.	0.010	85.0~128	100 \pm 34.2
		海水	0.010	N.D.	0.010	85.0~110	97.8 \pm 19.8
		生活污水	0.100	N.D.	0.097	80.7~103	90.9 \pm 19.2
		养殖废水	0.100	N.D.	0.093	75.5~107	93.1 \pm 22.6
		医疗废水	0.100	/	/	72.2~92.7	85.2 \pm 15.6
		工业废水	0.200	N.D.	0.177	82.0~93.7	88.4 \pm 9.80
14	磺胺二甲异唑	空白	0.010	N.D.	0.009	78.8~99.2	90.8 \pm 15.2
			0.100	N.D.	0.086	93.2~111	100 \pm 13.8
			0.200	N.D.	0.196	83.8~118	97.8 \pm 27.7
		地表水	0.010	N.D.	0.009	78.3~112	92.5 \pm 28.8
		海水	0.010	N.D.	0.010	81.7~110	95.3 \pm 23.6
		生活污水	0.100	N.D.	0.091	74.5~96.0	90.3 \pm 16.0
		养殖废水	0.100	N.D.	0.096	79.7~105	95.8 \pm 21.8
		医疗废水	0.100	/	/	76.7~102	87.8 \pm 21.6
		工业废水	0.200	N.D.	0.173	77.0~112	86.7 \pm 26.2
15	磺胺苯酰	空白	0.010	N.D.	0.009	65.7~104	91.7 \pm 28.8
			0.100	N.D.	0.091	80.7~117	103 \pm 24.6
			0.200	N.D.	0.189	73.0~125	94.2 \pm 36.4
		地表水	0.010	N.D.	0.010	83.3~122	97.5 \pm 27.0
		海水	0.010	N.D.	0.010	85.0~110	96.9 \pm 17.8
		生活污水	0.100	N.D.	0.098	82.5~117	97.7 \pm 24.4
		养殖废水	0.100	N.D.	0.094	81.3~101	93.5 \pm 14.4
		医疗废水	0.100	/	/	74.3~94.3	82.4 \pm 17.2
		工业废水	0.200	N.D.	0.181	79.3~97.8	90.1 \pm 17.4
16	磺胺苯吡唑	空白	0.010	N.D.	0.008	81.8~99.9	86.7 \pm 13.5
			0.100	N.D.	0.087	82.7~117	100 \pm 25.1
			0.200	N.D.	0.180	77.0~116	90.2 \pm 26.9
		地表水	0.010	N.D.	0.009	66.7~107	85.3 \pm 29.0
		海水	0.010	N.D.	0.010	73.3~117	96.4 \pm 31.4

表 B.4 正确度汇总表（固相萃取法）（续）

序号	化合物名称	样品类型	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均 值($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围(%)	加标回收率 最终值(%)
16	磺胺苯吡唑	生活污水	0.100	N.D.	0.093	75.7~117	93.0±32.6
		养殖废水	0.100	N.D.	0.092	79.0~107	92.1±21.4
		医疗废水	0.100	/	/	76.0~97.3	87.3±17.6
		工业废水	0.200	N.D.	0.183	79.6~122	91.6±33.0
17	磺胺地索辛	空白	0.010	N.D.	0.009	80.6~107	94.1±18.8
			0.100	N.D.	0.092	89.7~126	105±26.5
			0.200	N.D.	0.176	75.8~104	88.1±19.0
		地表水	0.010	N.D.	0.010	78.3~120	99.2±35.4
		海水	0.010	N.D.	0.010	85.0~112	96.7±22.2
		生活污水	0.100	N.D.	0.097	68.3~112	96.9±31.2
		养殖废水	0.100	N.D.	0.085	77.8~95.7	85.2±16.0
		医疗废水	0.100	/	/	75.0~109	89.5±23.8
		工业废水	0.200	N.D.	0.200	79.7~112	99.9±25.4
18	磺胺喹噁啉	空白	0.010	N.D.	0.009	71.1~107	92.6±26.2
			0.100	N.D.	0.089	75.3~116	99.8±27.7
			0.200	N.D.	0.189	78.1~112	94.6±26.6
		地表水	0.010	N.D.	0.010	85.0~122	97.8±27.6
		海水	0.010	N.D.	0.009	71.7~113	93.1±29.0
		生活污水	0.100	N.D.	0.100	80.0~118	100±29.4
		养殖废水	0.100	N.D.	0.086	74.8~99.5	85.6±19.0
		医疗废水	0.100	/	/	73.8~104	90.9±20.8
		工业废水	0.200	N.D.	0.185	81.6~98.4	89.5±14.0
19	甲氧苄氨嘧啶	空白	0.010	N.D.	0.009	72.6~101	86.9±19.1
			0.100	N.D.	0.091	81.3~122	104±31.4
			0.200	N.D.	0.184	82.7~111	91.8±21.1
		地表水	0.010	0.002	0.011	76.7~128	95.0±37.8
		海水	0.010	N.D.	0.010	85.0~117	100±26.0
		生活污水	0.100	0.007	0.096	70.3~101	88.3±24.6
		养殖废水	0.100	N.D.	0.093	83.7~102	93.0±11.6
		医疗废水	0.100	/	/	73.7~111	94.8±30.0
		工业废水	0.200	N.D.	0.173	72.5~102	83.2±22.6

注：医疗废水未使用统一样品，不统计原样平均值和加标后平均值。