



重庆市环境科学学会 团体标准制修订项目申报书

标准名称：土壤和沉积物 10 种磺胺类化合物和甲氧苄氨

嘧啶的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法

申报单位：重庆市生态环境科学研究院

申报日期：2026 年 4 月



填写说明

1. 本申报书由主要起草单位填写，一式二份，标准主要起草单位、重庆市环境科学学会各留存一份。
2. 强制性地方标准项目应填写第四项。
3. 本表用 A4 纸填报，可按内容自行调整表格大小。如需另附材料的，可单附在申报书后。



一、项目基本情况			
1.标准名称	土壤和沉积物 10 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		
2.制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订标准号	
3.标准类别	<input type="checkbox"/> 环保产品类 <input type="checkbox"/> 工艺技术类 <input type="checkbox"/> 工程规范 <input type="checkbox"/> 环境管理类 <input checked="" type="checkbox"/> 监测与检测类 <input type="checkbox"/> 其他		
4.标准性质	<input type="checkbox"/> 强制性 <input checked="" type="checkbox"/> 推荐性		
5.拟采用的国际 标准或国外先进 标准编号及名称	采用何种标准	<input type="checkbox"/> ISO <input type="checkbox"/> IEC <input type="checkbox"/> ITU <input type="checkbox"/> 其他	
	采标程度	<input type="checkbox"/> 等同 <input type="checkbox"/> 修改	
	采用国际标准号		
	采用国际标准名称		
6.是否涉及专利	<input type="checkbox"/> 是 <input checked="" type="checkbox"/> 否	专利号及名称	
7.是否有科研项目 支撑	<input checked="" type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否	科研项目编号及名称	CSTB2024TIAD-KPX0067：三峡库区典型支流新污染物治理技术研究与应用 CQHKY2024WW00070：重庆市典型河流新污染物（抗生素）管控支撑技术研究

二、必要性、可行性分析

1.必要性

新污染物是指排放到环境中的具有生物毒性、环境持久性、生物累积性等特征，对生态环境或者人体健康存在较大风险，但尚未纳入管理或现有管理措施不足的有毒有害污染物。绝大多数新污染物具有持久性、生物累积性、致癌、致突变、生殖毒性等，严重威胁生态环境和人体健康，新污染物污染及其效应是国内外高度关注的重大环境问题之一。抗生素是新污染物中重点关注的对象，被广泛应用于医疗、水产、畜禽养殖等行业。

磺胺类抗生素指具有对氨基苯磺酰胺结构的一类化合物的总称，是一类用于预防和治疗细菌感染性疾病的化学治疗抗生素，被广泛应用于人体疾病治疗、水产品和畜类疾病预防和治疗过程。至今人工合成的磺胺类衍生物已达到千余种。磺胺类药物的特点是效价高、抗菌谱广、毒性小，在大型畜禽养殖场常被用作饲料添加剂，用于预防和治疗动物疾病并促进动物生长。临床上常用的磺胺类药物不到 20 余种。与其他抗生素相似，磺胺类药物的不合理使用会导致其在生物体内蓄积，对生态环境造成潜在危害，且磺胺类药物存在严重的副作用和潜在致癌性。目前我国常用的兽用磺胺类药物包括磺胺氯吡嗪、磺胺喹噁啉、酞磺胺噻唑、磺胺脒、磺胺甲氧吡嗪、磺胺氯吡

嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶，人用磺胺类药物主要是磺胺醋酰，人/兽公用磺胺类药物包括磺胺甲噁唑和磺胺嘧啶。为增强药效，甲氧苄氨嘧啶常按比例与磺胺类药物配合使用，如适用于治疗儿童中耳炎和细菌性疟疾的复方磺胺甲噁唑片，其主要药物成分就是甲氧苄氨嘧啶和磺胺甲噁唑。磺胺类药物的危害主要包括：（1）药源性致死，磺胺类药物可能引起过敏反应或过敏性休克；（2）损伤泌尿系统，长期或大剂量使用抗生素药物还会造成肾脏损伤；（3）抑制造血系统，长期摄入含磺胺类药物的食品，会引起白细胞减少、粒细胞减少、贫血、血小板减少、溶血性贫血、再生障碍性贫血等；（4）造成细菌耐药性的出现，抗生素药物（如磺胺类药物）的广泛使用会产生耐药菌株，这些耐药菌会在不同地域、同种或异种间直接传递，导致未曾使用过该药物的个体产生药物抗性。

通过文献调查发现，长江流域不同区域地表水中抗生素浓度呈现显著差异。磺胺类抗生素浓度最高的是磺胺嘧啶，其在长江上游和下游的浓度均较高，分别为 359.16 ng/L 和 502.43 ng/L。长江上游为部分磺胺类抗生素的高浓度区，磺胺嘧啶（359.16 ng/L）和甲氧苄啶（209.69 ng/L）等抗生素的浓度显著高于中游；长江中游除磺胺甲噁唑（446.32 ng/L）外，其余

抗生素浓度普遍偏低；长江下游则表现为多组分高残留特征，磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲基嘧啶及磺胺吡啶的浓度显著高于上游与中游。

近十年来，我国生态环境质量持续改善，人民群众看得见、摸得到的环境问题已逐步解决，但新污染物环境隐患逐渐凸显，抗生素是新污染物中关注度最高的一类。《生态环境监测规划纲要（2020-2035年）》（环监测〔2019〕86号）明确指出要开展抗生素等新污染物手工监测。2022年12月29日生态环境部、工业和信息化部、农业农村部、商务部、海关总署、国家市场监督管理总局令第28号公布《重点管控新污染物清单（2023年版）》，抗生素位列其中，按照国家有关规定采取禁止、限制、限排等环境风险管控措施。重庆市人民政府办公厅印发了《重庆市新污染物治理工作方案》的通知，方案中要求“定期开展抗生素等新污染物的管控性环境监测；加强新污染物治理科技攻关，加强抗生素等新污染物的生态环境危害机理、环境风险评估与管控关键技术研究。”

建立抗生素分析方法标准是支撑新污染物环境管理的技术基础。文献研究表明，长江流域中有80余种抗生素被检出报道最多的10种抗生素依次为：磺胺甲噁唑、磺胺甲嘧啶、磺胺嘧啶、诺氟沙星、氧氟沙星、红霉素、环丙沙星、罗红霉

素、四环素、土霉素等。其中前三位均为磺胺类药物，相较于其他抗生素，磺胺类抗生素在我国主要水体中检测频次最多，检出频率最高，其残留特性较为突出，这充分说明了建立磺胺类抗生素药物监测标准的必要性和紧迫性。

目前我国尚无针对水质/土壤/沉积物抗生素的限值要求，但食品中磺胺类药物的残留量已有明确规定：国际食品法典委员会（CAC）规定食品和饲料中磺胺类药物的总量不得超过 0.1 mg/kg。美国、加拿大、欧盟规定动物源食品中磺胺类药物的总残留量也不得超过 0.1 mg/kg。日本规定该限值 0.02 mg/kg。我国从 2002 年开始将畜产品中磺胺类药物的残留情况列为监测重点。在 2002 年 12 月发布的《动物性食品中兽药最高残留限量》规定食物中磺胺类总量不得超过 0.1 mg/kg，牛奶中磺胺二甲嘧啶含量不得超过 0.025 mg/kg，肉类中磺胺类含量不得超过 0.10 mg/kg。2025 年重庆市发布团标《土壤和沉积物 17 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》（T/CQEEMA 14-2025），此标准使用液相色谱质谱串联法对土壤和沉积物中 18 种目标化合物进行测定，前处理方法使用固相萃取法，内标法定量，检出限为 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 1.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~2.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，相对范围较广。本标准通过实地调研、采样检测，筛选了高检出率、高浓

	<p>度的重点关注目标化合物，使用高效液相色谱-三重四极杆质谱法进行测定，对方法进一步优化，对前处理、固相萃取条件、液相色谱流动相、质谱条件等重要方面均进行了全新的探索和试验，建立一套更加适用于重庆市土壤和沉积物中抗生素检测的固相萃取高效液相色谱-串联质谱标准检测方法。针对每一类抗生素的不同特性，分别从样品保存、前处理和仪器分析等技术环节，从保存技术、滤膜材质、萃取条件、流动相、质谱条件等展开研究，保证方法的准确度更高、稳定性更好，特异性更强。仪器灵敏度高，能检测更微量的物质，可更早发现污染风险。</p>
2.可行性	<p>政策方面，本标准依据国家、省市级有关开展完善新污染物环境监测技术体系的政策最新要求，按照《新污染物生态环境监测标准体系表(2024年版)》中提出项目编制的基本规定，参考生态环境部《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》(HJ 1398—2024)，有可参考的完整的前处理、色谱-质谱条件、方法学验证及质控流程，为环境执法、水质评价、生态风险评估提供统一、可追溯的技术依据，降低方法学争议。</p> <p>技术方面，磺胺类含对氨基苯磺酰胺结构，极性中等、热稳定、易电离，适合反相色谱+ESI 正离子模式；前处理技术</p>

	<p>成熟，自动化程度高、抗基质干扰强、重现性好，适配复杂环境介质；可参照 HJ 1398—2024 进行方法开发与验证，适配土壤、沉积物等多种基质。</p> <p>经济方面，液相色谱、质谱联用仪为通用检测设备，可兼顾多类抗生素筛查，无需单独购置专用仪器，设备复用率高，小型实验室基础配套耗材单价低廉，损耗可控；磺胺类抗生素标准品、萃取试剂市面货源充足、定价稳定；检测流程标准化，试剂消耗量固定，维修费用常规可控；检测操作流程成熟，技术人员经短期培训即可上岗，无需高薪专项技术人才；可批量同步检测样品，单位样品人工成本低；场地成本依托现有环境监测、水质检测实验室即可开展，无需新建实验场地，无额外场地基建费用。</p>
三、指南的范围及主要技术内容	
1.适用范围	<p>本标准适用于土壤和沉积物中磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺二甲基异嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺噁唑及甲氧苄氨嘧啶 11 种化合物的测定。</p>
2.主要技术内容	<p>本标准主要技术内容包含以下几个部分：</p> <ol style="list-style-type: none">1 范围2 规范性引用文件



	3 方法原理 4 干扰和消除 5 试剂和材料 6 仪器和设备 7 样品 8 分析步骤 9 结果计算与表示 10 精密度和准确度 11 质量保证和质量控制 12 废物处置 附录
四、强制性标准涉及内容	
1.主要强制的内容	/
2.制定强制性标准的依据	/
3.标准所涉及的行业、领域及产品清单	/



4.强制性标准 实施风险评估	/
五、法律法规及标准有关情况	
1.直接依据的 强制性标准及 涉及的强制性 标准情况	/
2.相关标准的 查询情况	<p><input type="checkbox"/>无有关国际标准</p> <p><input checked="" type="checkbox"/>有有关国际标准（勾选此项需要详细说明与有关标准的异同）</p> <p style="text-align: center;">EPA Method 1694: Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids by HPLC/MS/MS(EPA 1694, 2007)。2007年，美国EPA推出了使用HPLC/MS/MS分析检测水、土壤、沉积物和生物组织等基体中药物及个人护理品的测定方法。该方法目标物包括抗生素（包括磺胺类、四环素类、大环内酯类、喹诺酮类、青霉素类）、镇痛剂、抗酸剂（雷尼替丁）等74种药物。根据萃取时样品的酸碱性、仪器分析时ESI源的正负性，以及流动相中添加的挥发性酸或盐的种类，74种药物被分解为四组，其中抗生素药物包含14种四环素、6种大环内酯、9种磺胺和10种喹诺酮。</p>

EPA 1694 对磺胺类药物的前处理方式为酸性条件下固相萃取，简单概述为：将 1 L 的样品过滤去除水中的颗粒物，加入稀盐酸调节 pH 为 2，加入回收率指示物（ ^{13}C 稳定同位素标记物），经填料为聚苯乙烯基二乙烯苯（SDVB）的固相萃取小柱（SPE）萃取净化，使用少量的甲醇淋洗得到部分目标物。水浴条件下氮吹富集浓缩，加入内标指示物 $^{13}\text{C}_3$ -阿特拉津，并使用体积比 1:1 的甲醇/水混合溶液定容至 1 ml。HPLC/MS/MS 的仪器分析条件概述为：体积分数 0.3%甲酸和 0.1%甲酸铵的水溶液和乙腈/甲醇（V/V=1/1）的有机溶液为流动相，扫描模式为 ESI+ 模式。若样品中含有余氯，在采样时需加入 50 mg 抗坏血酸。

2010 年，针对水体、生物体和固体提取液中药物和个人护理品、类固醇、激素等化合物的保存过程中发现的问题，补充发布了文件：Stability of pharmaceuticals, personal care products, steroids, and hormones in aqueous samples, POTW effluents, and biosolids（EPA, 2010）。文件对于磺胺类污染物的保存和稳定性展开了详细的描述，在样品采集以及保存过程中可以参考借鉴。

无有关国内标准（含国家标准、行业标准、地方标准、团体标准、企业标准）

有有关国内标准（勾选此项需要详细说明与有关标准的异

同)

2013年4月原国家海洋局发布了标准《海洋监测技术规程第1部分：海水》(HY/T147.1-2013)，包含了“磺胺类抗生素的测定—高效液相色谱/串联质谱法”。该标准规定了海水、河口水以及入海排污口污水样品中磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺甲基异唑、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噻唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间二甲氧嘧啶和磺胺多辛15种磺胺类抗生素的测定方法。当取样量为1L，进样量10 μ l时，方法检出限5.0 ng/L~10.0 ng/L，加标回收率58%~95%，重复性相对标准偏差为<10%，再现性相对标准偏差为<15%。相较于EPA 1694，该标准采用的不是亲水亲脂性的反相固相萃取，而是强阳离子(MCX)交换固相萃取柱；样品富集前将颗粒物过滤去除，调整样品pH值为4后进行样品富集。相较于反相富集柱，离子交换柱具有更好的净化效果，适用于弱碱性磺胺类药物的测定。

磺胺类药物是常用的兽药，对于肉类和奶制品中磺胺类药物的浓度有限制要求。2002年至2013年，原农业部先后出台了关于饲料、动物源性食品、畜禽肉、牛奶和奶粉以及蜂蜜等基体中磺胺类药物的检测标准。早期，其检测手段多为高效液

相色谱法，至 2007 年高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法开始为主要的标准方法。检测目标物种类也由原来的 8 种，扩展为后来的 23 种。动物源性食品，其基体类型比较复杂，包括液态的牛奶、蜂蜜等，固态的肉类和奶粉等，这些物质含有的脂肪、蛋白质、糖分等都会对检测带来不同程度的干扰，其前处理过程根据基体不同而不同。如蜂蜜的前处理过程类似于水体，采用了固相萃取法富集，肉类则采用的是超声提取和液相反萃取除杂的方式。

2024 年生态环境部发布行业标准《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》（HJ 1398—2024），该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 19 种目标化合物的方法检出限 $0.6 \mu\text{g/L} \sim 1.8 \mu\text{g/L}$ ，测定下限 $2.4 \mu\text{g/L} \sim 7.2 \mu\text{g/L}$ 。该标准仅限于适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 18 种磺胺类和甲氧苄氨嘧啶共 19 种目标化合物的测定，采用直接进样法（直接进样法不适用于海水样品测定）。对于制订土壤和沉积物中磺胺类抗生素提供了前处理方法、仪器条件等方面，具有一定的参考意义。

2025 年重庆市发布团标《土壤和沉积物 17 种磺胺类抗生素和甲氧苄氨嘧啶的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》

	<p>(T/CQEEMA)，此标准使用液相色谱质谱串联法对土壤和沉积物中 18 种目标化合物进行测定，前处理方法使用固相萃取法，内标法定量，检出限为 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$~0.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$，测定下限为 1.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$~2.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$，相对范围较广。本标准通过实地调研、采样检测，筛选了高检出率、高浓度的重点关注目标化合物，使用高效液相色谱-三重四极杆质谱法进行测定，对方法进一步优化，对前处理、固相萃取条件、液相色谱流动相、质谱条件等重要方面均进行了全新的探索和试验，建立一套更加适用于重庆市土壤和沉积物中抗生素检测的固相萃取高效液相色谱-串联质谱标准检测方法。针对每一类抗生素的不同特性，分别从样品保存、前处理和仪器分析等技术环节，从保存技术、滤膜材质、萃取条件、流动相、质谱条件等展开研究，保证方法的准确度更高、稳定性更好，特异性更强。仪器灵敏度高，能检测更微量的物质，可更早发现污染风险。</p>
六、基本思路、计划和保障措施	
1.基本思路	<p>系统梳理国内外相关政策、标准、指南规范等，结合重庆市产业实际和检测技术发展现状，以风险监测数据为基础，科学确定目标物种类及检测方法适用范围。</p>



<p>2.计划及起止时间</p>	<p>2026年4月-2026年12月</p>
<p>3.保障措施</p>	<p>重庆市生态环境科学研究院、中国环境科学研究院、青岛理工大学等单位，承担过多项国标、地标、基准指南、技术汇编、指南的编制工作，积累了丰富的工作经验和技术资料，为本标准的编制奠定了坚实基础。</p>
<p>4.经费预算及落实情况</p>	<p>经费预算约5万元，来源为重庆市科学技术局的技术创新与应用发展专项重点项目《三峡库区典型支流新污染物治理技术研究与应用》、重庆市生态环境科学研究院科研项目《重庆市典型河流新污染物（抗生素）管控支撑技术研究》，可保障标准编制工作顺利开展。</p>

七、起草单位及起草人员

参与起草单位：重庆市生态环境科学研究院、中国环境科学研究院、青岛理工大学

姓名	专业	职称	工作单位	项目分工	标准化工作经历
范 围	水文学与水资源	高级工程师	重庆市生态环境科学研究院	负责人,负责项目的全过程控制	参与多项指南、标准编制
黄楠楠	环境科学	工程师	中国环境科学研究院	技术负责人,标准编写	参与多项指南、标准编制



敖亮	环境工程	正高级工程师	重庆市生态环境科学研究院	项目总体质量把控	参与多项指南、标准编制
孙福红	生物学	研究员	中国环境科学研究院	负责标准大纲编写,文本质量把控	参与多项指南、标准编制
张韵	环境工程	高级工程师	重庆市生态环境科学研究院	标准编写	/
马继平	分析化学	教授	青岛理工大学	检测全流程把控	参与多项指南、标准编制
李勉	环境工程	工程师	重庆市生态环境科学研究院	标准编写	/
吴阁格	环境科学	副教授	青岛理工大学	污染物实验检测复核	参与完成国家环境保护标准《水质磺酰脲类农药的测定 高效液相色谱法》的制定
赵茜宇	环境工程	初级工程师	中国环境科学研究院	数据核实、文本校对	/
单斌	环境科学	副教授	青岛理工大学	污染物实验检测复核	/
王子腾	环境科学	助理研究员	中国环境科学研究院	数据核实、文本校对	/
郭一丁	环境科学	博士后	中国环境科学研究院	数据核实、文本校对	/
孙英杰	环境科学	教授	青岛理工大学	数据核实、文本校对	参与多项指南、标准编制
朱斌	资源环境	研究生	中国环境科学研究院	污染物实验检测	/
袁光年	市政工程	博士生	青岛理工大学	污染物实验检测	/
孙侠	市政工程	博士生	青岛理工大学	污染物实验检测	/

注：“标准化工作经历”应填写其在专业标准化技术委员会任职情况，参与国际标准、国家标准、行业标准、地方标准制修订及审查工作的主要情况。

八、主要起草单位意见			
单位名称	重庆市生态环境科学研究院		
地 址	重庆市南岸区迎龙镇富源大道临 10 号		
项目负责人	范围	电 话	15178823676
项目联系人	黄楠楠	电 话	13240452577
E-mail	nan625420052@163.com		
单位意见	 		