



中华人民共和国国家标准

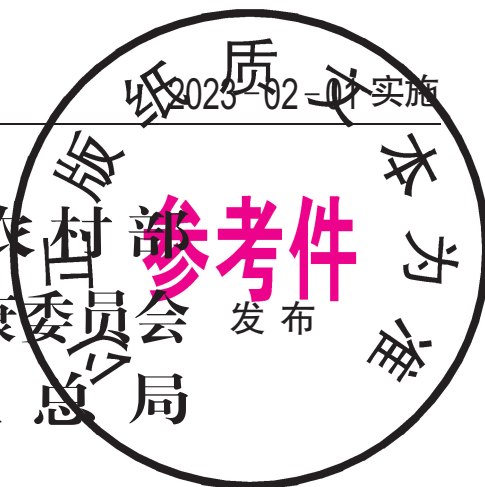
GB 31658.25—2022

食品安全国家标准 动物性食品中10种利尿药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

National food safety standard—
Determination of ten diuretics residues in animal derived foods by
liquid chromatography–tandem mass spectrometry

2022-09-20 发布

中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。



食品安全国家标准

动物性食品中 10 种利尿药残留量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了动物性食品中 10 种利尿药残留量的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于猪、牛、羊、鸡、鸭的肌肉、鸡蛋和牛奶中乙酰唑胺、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氯噻嗪、氢氯噻嗪、氯噻酮、呋塞米、卞氟噻嗪、氨苯蝶啶、螺内酯、坎利酮 10 种利尿药残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经乙腈-水溶液提取,正己烷除脂,反相混合型亲水亲脂固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

5 试剂与材料

除另有规定外,所有试剂均为色谱纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

- 5.1.1 乙腈(CH_3CN)。
- 5.1.2 甲醇(CH_3OH)。
- 5.1.3 正己烷(C_6H_{14})。
- 5.1.4 二甲基亚砜($\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$)。
- 5.1.5 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)。

5.2 溶液配制

- 5.2.1 90%乙腈水溶液:取乙腈 900 mL,加水稀释至 1 000 mL。
- 5.2.2 50%乙腈水溶液:取乙腈 50 mL,加水稀释至 100 mL。
- 5.2.3 5 mmol/L 乙酸铵缓冲溶液:取乙酸铵 0.385 g,加水溶解,稀释至 1 000 mL。
- 5.2.4 90%乙腈甲醇溶液:取甲醇 10 mL,用乙腈稀释至 100 mL,混匀。
- 5.2.5 乙腈饱和正己烷溶液:取相同体积的乙腈和正己烷,置于分液漏斗中,振荡,静置分层,取上层溶液。

5.3 标准品

- 5.3.1 利尿药标准品:乙酰唑胺、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氯噻嗪、氢氯噻嗪、氯噻酮、呋塞米、卞氟噻嗪、氨苯蝶啶、螺内酯、坎利酮,纯度均 $\geq 98.0\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。标准品

信息见附录 A 中的表 A.1。

5.3.2 同位素内标标准品:乙酰唑胺-D₃、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺-¹⁵N₂、氯噻酮-D₄、氢氯噻嗪-¹³CD₂、氯噻嗪-¹³C¹⁵N₂、呋塞米-D₅、卞氟噻嗪-D₅、氨苯蝶啶-D₅、坎利酮-D₆,纯度均≥98.0%。或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。同位素内标信息见附录 A 中的表 A.1。

5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液(0.1 mg/mL):分别称取利尿药标准品各约 10 mg,精密称定,用甲醇溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中,混匀,配制成浓度为 0.1 mg/mL 的利尿药标准储备液。氨苯蝶啶标准品需先用 1 mL 二甲基亚砷溶解,再用甲醇稀释并定容至刻度。-20 °C 保存,有效期 6 个月。

5.4.2 内标储备液(0.1 mg/mL):分别称取利尿药内标标准品各约 10 mg,精密称定,用甲醇溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中,混匀,配制成浓度为 0.1 mg/mL 的利尿药内标标准储备液。氨苯蝶啶-D₅ 标准品需先用 1 mL 二甲基亚砷溶解,再用甲醇稀释并定容至刻度。-20 °C 保存,有效期 6 个月。

5.4.3 混合标准工作液:精密量取氯噻嗪、氢氯噻嗪、卞氟噻嗪和坎利酮的标准储备液(0.1 mg/mL)各 1 mL,氯噻酮、乙酰唑胺、呋塞米、螺内酯、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氨苯蝶啶的标准储备液(0.1 mg/mL)各 2.5 mL,于同一 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,配制成的混合标准工作液中氯噻嗪、氢氯噻嗪、卞氟噻嗪和坎利酮的浓度为 1 μg/mL;氯噻酮、乙酰唑胺、呋塞米、螺内酯和 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氨苯蝶啶的浓度为 2.5 μg/mL。4 °C 以下避光保存,有效期 1 个月。

5.4.4 内标工作液:精密量取内标储备液(0.1 mg/mL)各 1 mL,于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,配制成浓度为 1 μg/mL 的内标标准工作液。4 °C 以下避光保存,有效期 1 个月。

5.4.5 混合标准系列工作液

精确吸取利尿药混合标准工作液 10.0 μL、20.0 μL、50.0 μL、100 μL、200 μL、500 μL 以及内标工作液 200 μL,分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,用 50% 乙腈水溶液定容至刻度。其中氯噻嗪、氢氯噻嗪、卞氟噻嗪和坎利酮的浓度依次为 1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL;氯噻酮、乙酰唑胺、呋塞米、螺内酯、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氨苯蝶啶的浓度依次为 2.50 ng/mL、5.00 ng/mL、12.5 ng/mL、25.0 ng/mL、50.0 ng/mL、125 ng/mL,标准系列工作液中内标溶液的浓度为 20.0 ng/mL。现用现配。

5.5 材料

5.5.1 固相萃取柱:通过式反相混合型亲水亲脂平衡共聚物固相萃取柱,200 mg/6 mL,或性能相当者。

5.5.2 有机滤膜:0.22 μm。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪:带电喷雾离子源。

6.2 分析天平:感量分别为 0.000 01 g 和 0.01 g。

6.3 氮吹浓缩仪。

6.4 涡旋混合器。

6.5 超声波发生器。

6.6 离心机:转速不低于 8 000 r/min。

6.7 固相萃取装置。

6.8 均质机。

7 试样的制备与保存

7.1 试样制备

取适量新鲜或解冻的空白或供试肌肉组织,绞碎,并均质。

取适量新鲜或冷藏的空白或供试鸡蛋,去壳后混合均匀。

取适量新鲜或冷藏的空白或供试牛奶,混合均匀。

- a) 取均质后的供试样品,作为供试试样;
- b) 取均质后的空白样品,作为空白试样;
- c) 取均质后的空白样品,添加适宜浓度的标准工作液,作为空白添加试样。

7.2 试样保存

猪肉、牛肉、羊肉、鸡肉、鸭肉和鸡蛋试样于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下保存,牛奶试样于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存。

8 分析步骤

8.1 提取

8.1.1 猪肉、牛肉、羊肉、鸡肉、鸭肉

称取试料 2 g (准确至 $\pm 0.05\text{ g}$),置于 50 mL 离心管中,加入 $40.0\text{ }\mu\text{L}$ 内标工作液,加入 90% 乙腈水溶液 8.0 mL ,于涡旋振荡器上剧烈振荡 2 min 。超声提取 15 min , $8\text{ }000\text{ r/min}$ 离心 5 min ,取上清液至离心管中。残渣加 90% 乙腈水溶液 8.0 mL 重复提取 1 次,合并上清液。加入 5 mL 乙腈饱和正己烷溶液,低速涡旋 10 s , $8\text{ }000\text{ r/min}$ 离心 3 min ,取下层清液,用 90% 乙腈水溶液稀释至 20.0 mL 备用。

8.1.2 鸡蛋、牛奶

称取试料 2 g (准确至 $\pm 0.02\text{ g}$),于 50 mL 离心管中,加入 $40.0\text{ }\mu\text{L}$ 内标工作液,加入乙腈 8.0 mL ,于涡旋振荡器上剧烈振荡 2 min 。超声提取 15 min , $8\text{ }000\text{ r/min}$ 离心 5 min ,取上清液至离心管中。残渣加乙腈 8.0 mL 重复提取 1 次,合并上清液。加入 5 mL 乙腈饱和正己烷溶液,低速涡旋 10 s , $8\text{ }000\text{ r/min}$ 离心 3 min ,取下层清液,用乙腈稀释至 20.0 mL 备用。

8.2 净化

取备用液 10.0 mL 过固相萃取柱,以不大于 1 mL/min 的速率通过固相萃取柱,接收流出的样液,并用 $1\text{ mL }90\%$ 乙腈甲醇溶液洗脱,接收全部洗脱液,于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下氮气吹干。用 $1.0\text{ mL }50\%$ 乙腈水溶液溶解残余物,涡旋混匀,过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜,供液相色谱-串联质谱仪测定。

8.3 测定

8.3.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱: C_{18} 色谱柱($100\text{ mm}\times 2.1\text{ mm}, 1.8\text{ }\mu\text{m}$),或相当者;
- b) 流动相:A为 5 mmol/L 乙酸铵水溶液,B为乙腈,梯度洗脱条件见表1;
- c) 流速: 0.3 mL/min ;
- d) 柱温: $35\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- e) 进样量: $5\text{ }\mu\text{L}$ 。

表1 液相色谱梯度洗脱条件

| 时间, min | A, % | B, % |
|---------|------|------|
| 0 | 97 | 3 |
| 1.00 | 97 | 3 |
| 1.50 | 80 | 20 |
| 6.00 | 40 | 60 |
| 9.00 | 20 | 80 |
| 10.00 | 2 | 98 |
| 12.00 | 97 | 3 |
| 15.00 | 97 | 3 |

8.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源:电喷雾(ESI)离子源;
- b) 扫描方式:氨苯蝶啶、螺内酯、坎利酮为正离子模式;乙酰唑胺、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氯噻嗪、氢氯噻嗪、氯噻酮、呋塞米、卞氟噻嗪为负离子模式;

- c) 检测方式:多反应监测;
- d) 离子化电压:正模式 5 500 V,负模式-4 500 V;
- e) 温度:500 ℃;
- f) 气帘气:241 kPa;
- g) 雾化气:345 kPa;
- h) 辅助加热气:345 kPa;
- i) 定性离子对、定量离子对、去簇电压及碰撞电压见附录 B。

8.3.3 测定法

8.3.3.1 定性测定

在相同实验条件下,样品中待测物质的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内;且样品中被测组分定性离子的相对离子丰度与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对离子丰度进行比较,偏差不超过表 2 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

10 种利尿药标准工作液和内标工作液的特征离子质量色谱图见附录 C。

表 2 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

单位为百分号

| 相对离子丰度 | 允许偏差 |
|--------|------|
| >50 | ±20 |
| 20~50 | ±25 |
| 10~20 | ±30 |
| ≤10 | ±50 |

8.3.3.2 定量测定

按 8.3.1 和 8.3.2 设定仪器条件,取试样溶液和标准溶液,作单点或多点校准,按内标法以峰面积比计算。试样溶液及标准溶液中的 10 种利尿药的峰面积与其相应内标的峰面积比应在仪器检测的线性范围之内。10 种利尿药的多反应检测特征离子质量色谱图见附录 C。

8.4 空白试验

称取空白试样,除不加药物外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

9 结果计算和表述

试样中待测药物的残留量按标准曲线或公式(1)计算。

$$X = \frac{A \times A'_{is} \times C_s \times C_{is} \times V_1 \times V_2 \times 1000}{A_{is} \times A_s \times C'_{is} \times m \times V_3 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中被测物质残留量的数值,单位为微克每千克(μg/kg);
- C_s —— 标准工作溶液中被测物质浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- C_{is} —— 试样溶液中内标浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- C'_{is} —— 标准工作溶液中内标浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- A —— 试样溶液中被测物质的峰面积;
- A'_{is} —— 标准工作溶液中内标的峰面积;
- A_{is} —— 试样溶液中内标的峰面积;
- A_s —— 标准工作溶液中被测物质的峰面积;
- V₁ —— 试样提取液总体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₂ —— 净化后残余物溶解体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₃ —— 试样提取液过柱净化体积的数值,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量的数值,单位为克(g);

1 000 ——换算系数。

10 方法的灵敏度、准确度和精密度

10.1 灵敏度

本方法中氯噻嗪、氢氯噻嗪、卞氟噻嗪和坎利酮的检出限为 1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；定量限为 2.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。乙酰唑胺、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氯噻酮、呋塞米、螺内酯、氨苯蝶啶的检出限为 2.50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；定量限为 5.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 准确度

本方法中氯噻嗪、氢氯噻嗪、卞氟噻嗪和坎利酮在 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的添加浓度水平时，回收率为 60%~120%。

乙酰唑胺、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氯噻酮、呋塞米、螺内酯、氨苯蝶啶在 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的添加浓度水平时，回收率为 60%~120%。

10.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差 $\leq 20\%$ ，批间相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

附录 A

(资料性)

10 种利尿药的标准品信息及对应内标物质信息

10 种利尿药的标准品信息及对应内标物质信息见表 A.1。

表 A.1 10 种利尿药的标准品信息及对应内标物质信息

| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 分子式 | CAS 号 | 对应内标物质 |
|----|---|---|---------------------------------|--------------|---|
| 1 | 乙酰唑胺 | Acetazolamide | $C_4H_6N_4O_3S_2$ | 59-66-5 | 乙酰唑胺-D ₃ |
| 2 | 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺 | 4-Amino-6-Chlorobenzene-1,3-Disulfonamide | $C_6H_8ClN_3O_4S_2$ | 121-30-2 | 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺- ¹⁵ N ₂ |
| 3 | 氯噻嗪 | Chlorothiazide | $C_7H_6ClN_3O_4S_2$ | 58-94-6 | 氯噻嗪- ¹³ C ¹⁵ N ₂ |
| 4 | 氢氯噻嗪 | Hydrochlorothiazide | $C_7H_8ClN_3O_4S_2$ | 58-93-5 | 氢氯噻嗪- ¹³ CD ₂ |
| 5 | 氯噻酮 | Chlortalidone | $C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$ | 77-36-1 | 氯噻酮-D ₄ |
| 6 | 呋塞米 | Furosemide | $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ | 54-31-9 | 呋塞米-D ₅ |
| 7 | 卞氟噻嗪 | Bendroflu Methiazide | $C_{15}H_{14}F_3N_3O_4S_2$ | 73-48-3 | 卞氟噻嗪-D ₅ |
| 8 | 氨苯蝶啶 | Triamterene | $C_{12}H_{11}N_7$ | 396-01-0 | 氨苯蝶啶-D ₅ |
| 9 | 螺内酯 | Spirolactone | $C_{24}H_{32}O_4S$ | 52-01-7 | 坎利酮-D ₆ |
| 10 | 坎利酮 | Canrenone | $C_{22}H_{28}O_3$ | 976-71-6 | 坎利酮-D ₆ |
| 11 | 乙酰唑胺-D ₃ | Acetazolamide-D ₃ | $C_4H_3D_3N_4O_3S_2$ | 1189904-01-5 | — |
| 12 | 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺- ¹⁵ N ₂ | 4-Amino-6-Chlorobenzene-1,3-Disulfonamide- ¹⁵ N ₂ | $C_6H_8ClN^{15}N_2O_4S_2$ | 446877-58-3 | — |
| 13 | 氯噻嗪- ¹³ C ¹⁵ N ₂ | Chlorothiazide- ¹³ C ¹⁵ N ₂ | $C_6^{13}CH_6ClN^{15}N_2O_4S_2$ | 1189440-79-6 | — |
| 14 | 氢氯噻嗪- ¹³ CD ₂ | Hydrochlorothiazide- ¹³ CD ₂ | $C_6^{13}CH_6D_2ClN_3O_4S_2$ | 1190006-03-1 | — |
| 15 | 氯噻酮-D ₄ | Chlortalidone-D ₄ | $C_{14}H_7D_4ClN_2O_4S$ | 1794941-44-8 | — |
| 16 | 呋塞米-D ₅ | Furosemide-D ₅ | $C_{12}H_6D_5ClN_2O_5S$ | 1189482-35-6 | — |
| 17 | 卞氟噻嗪-D ₅ | Bendroflu Methiazide-D ₅ | $C_{15}H_5D_5F_3N_3O_4S_2$ | 1330183-13-5 | — |
| 18 | 氨苯蝶啶-D ₅ | Triamterene-D ₅ | $C_{12}H_6D_5N_7$ | 1189922-23-3 | — |
| 19 | 坎利酮-D ₆ | Canrenone-D ₆ | $C_{22}H_{22}D_6O_3$ | — | — |

附 录 B
(资料性)
质谱参考参数

质谱参考参数见表 B.1。

表 B.1 质谱参考参数

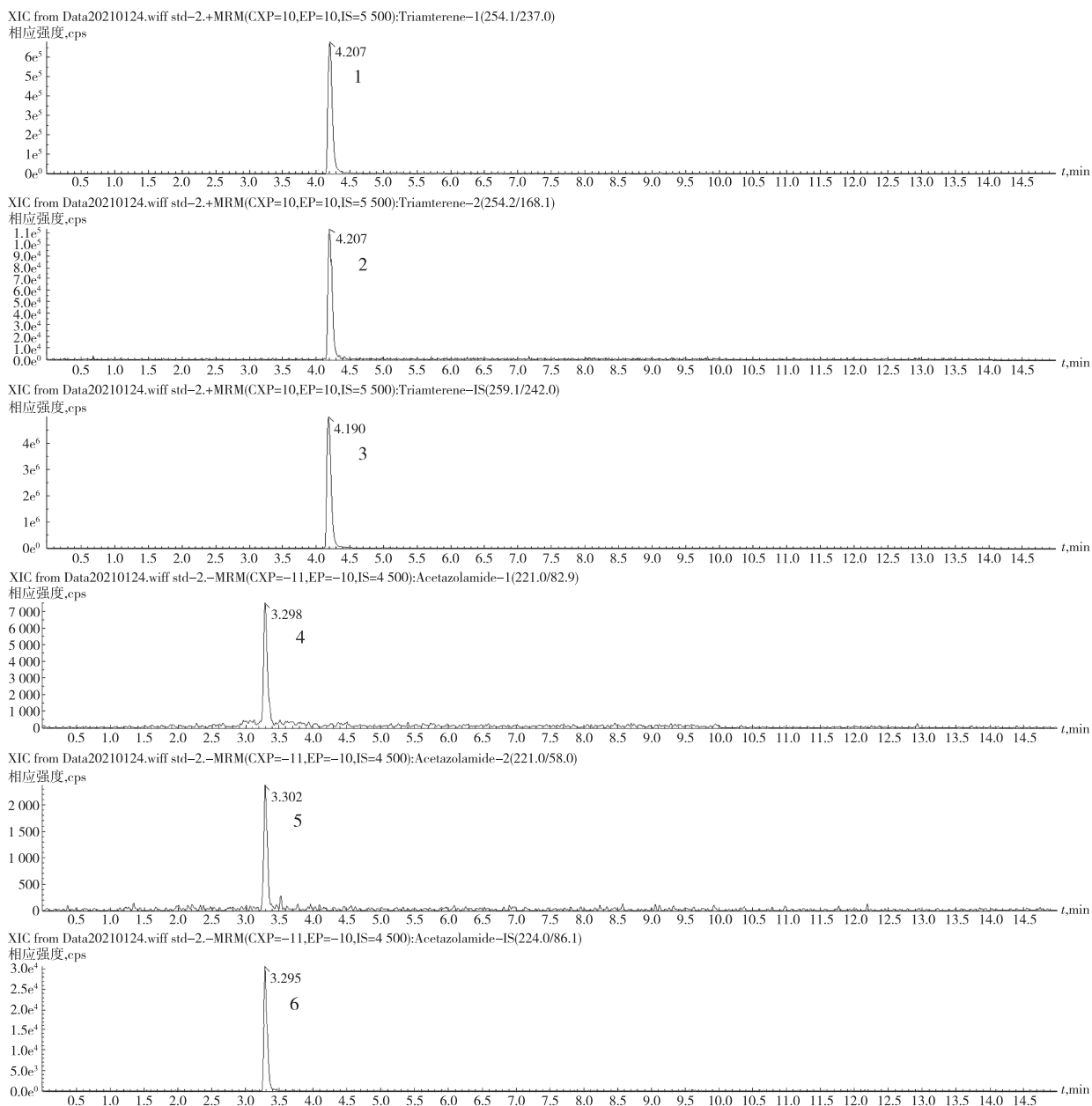
| 被测物名称 | 监测离子对, m/z | 去簇电压, V | 碰撞电压, V |
|---|----------------------------|---------|---------|
| 乙酰唑胺 | 221.0 > 82.9 ^a | -40 | -22 |
| | 221.0 > 58.0 | | -18 |
| 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺 | 284.1 > 205.0 ^a | -100 | -28 |
| | 284.1 > 169.0 | | -30 |
| 氯噻嗪 | 294.0 > 214.0 ^a | -105 | -39 |
| | 294.0 > 179.0 | | -55 |
| 氢氯噻嗪 | 296.0 > 205.0 | -130 | -30 |
| | 296.0 > 269.0 ^a | | -27 |
| 氯噻酮 | 337.0 > 146.0 | -100 | -24 |
| | 337.0 > 190.0 ^a | | -21 |
| 呋塞米 | 329.0 > 285.0 ^a | -40 | -19 |
| | 329.0 > 205.0 | | -29 |
| 卞氟噻嗪 | 420.0 > 289.0 ^a | -150 | -32 |
| | 420.0 > 328.0 | | -38 |
| 氨苯蝶啶 | 254.1 > 168.1 | 130 | 42 |
| | 254.1 > 237.0 ^a | | 35 |
| 螺内酯 | 341.1 > 187.0 | 130 | 30 |
| | 341.1 > 107.1 ^a | | 35 |
| 坎利酮 | 341.1 > 187.0 | 130 | 30 |
| | 341.1 > 107.1 ^a | | 35 |
| 坎利酮-D ₆ | 347.0 > 107.0 | 130 | 35 |
| 氢氯噻嗪- ¹³ CD ₂ | 299.1 > 270.0 | -130 | -26 |
| 呋塞米-D ₅ | 334.0 > 290.0 | -40 | -19 |
| 乙酰唑胺-D ₃ | 224.0 > 86.1 | -40 | -22 |
| 氯噻酮-D ₄ | 341.0 > 190.0 | -100 | -21 |
| 卞氟噻嗪-D ₅ | 425.0 > 294.0 | -150 | -32 |
| 氨苯蝶啶-D ₅ | 259.1 > 242.0 | 130 | 35 |
| 氯噻嗪- ¹³ C ¹⁵ N ₂ | 297.0 > 216.0 | -105 | -39 |
| 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺- ¹⁵ N ₂ | 286.1 > 206.0 | -100 | -28 |

^a 为定量离子对。

附录 C
(资料性)

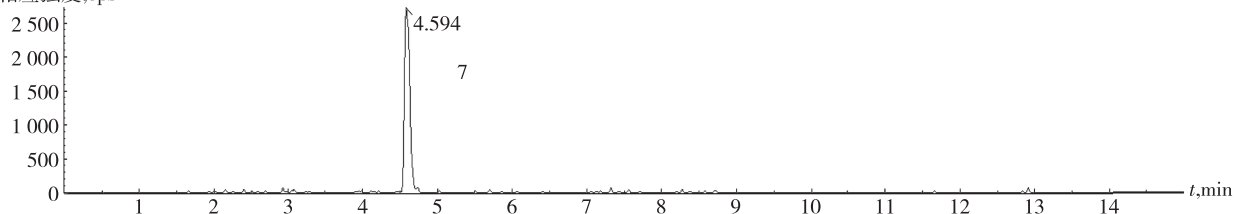
10 种利尿药标准工作液和内标工作液的特征离子质量色谱图

10 种利尿药标准工作液和内标工作液的特征离子质量色谱图见图 C.1。



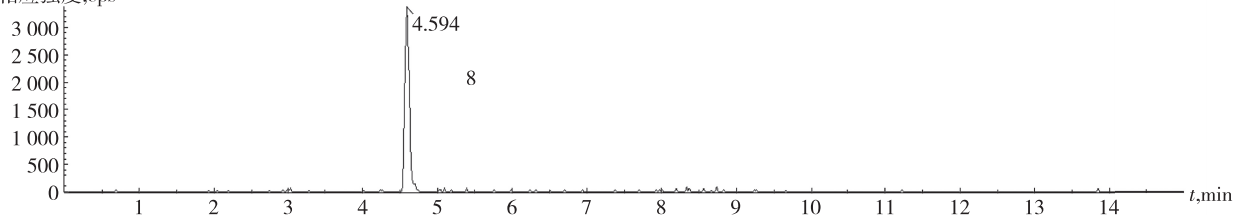
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Chlortalidone-1(337.0/146.0)

相应强度,cps



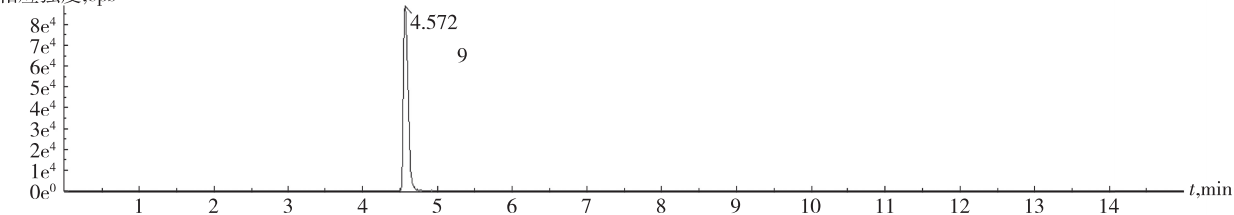
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Chlortalidone-2(337.0/190.0)

相应强度,cps



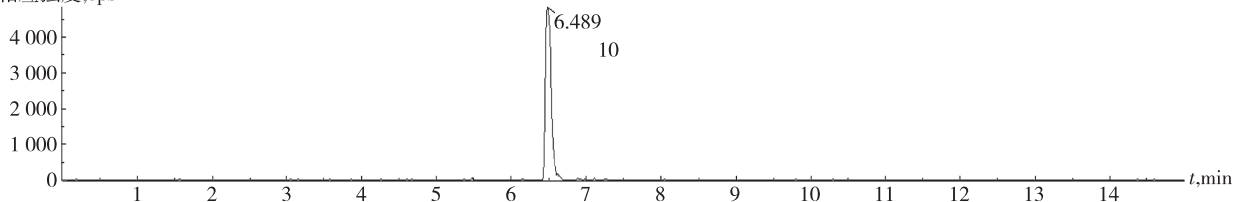
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Chlortalidone-IS(341.0/190.0)

相应强度,cps



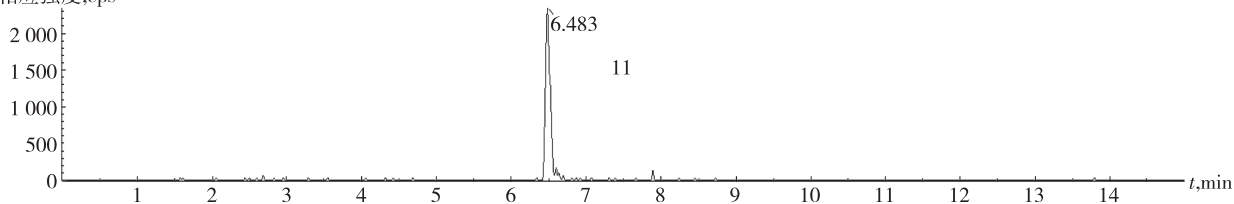
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):BendrofluMethiazide-1(420.0/289.0)

相应强度,cps



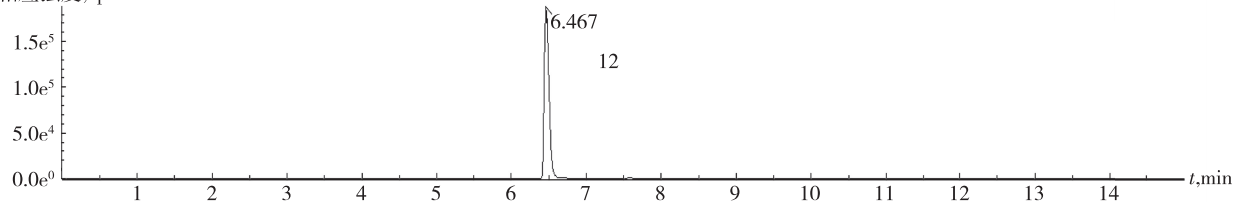
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):BendrofluMethiazide-2(420.0/328.0)

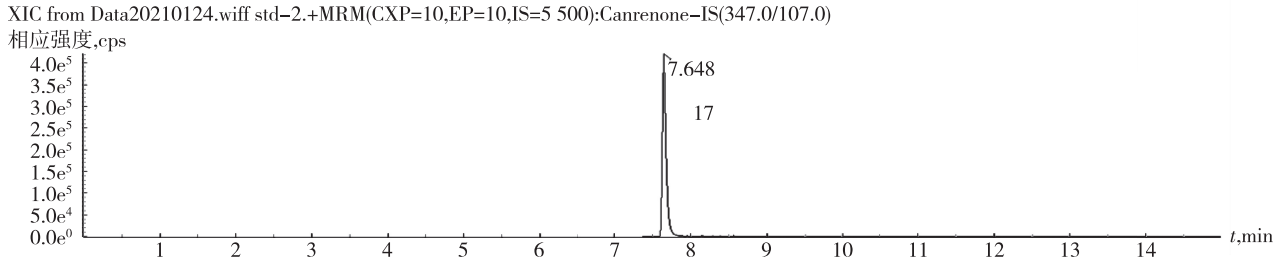
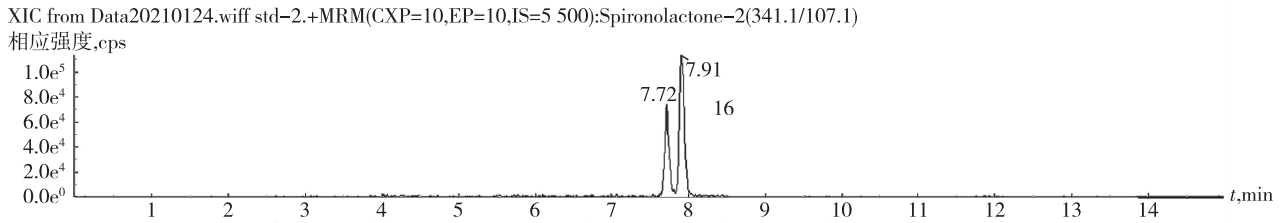
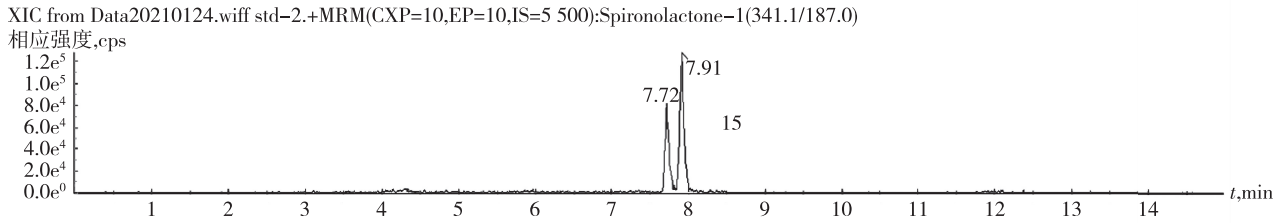
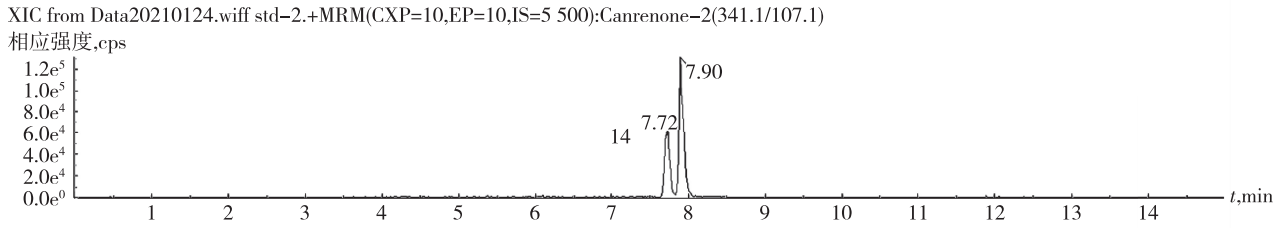
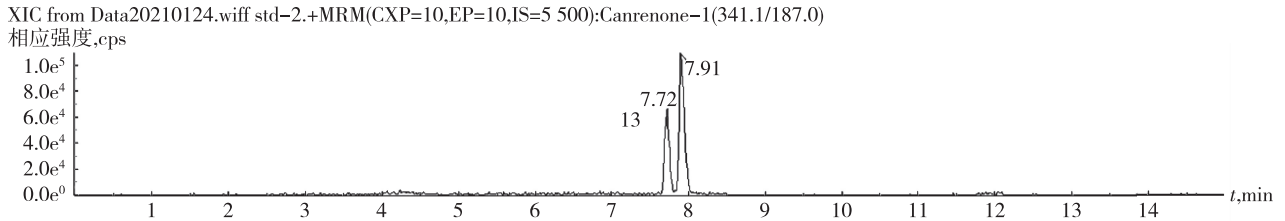
相应强度,cps



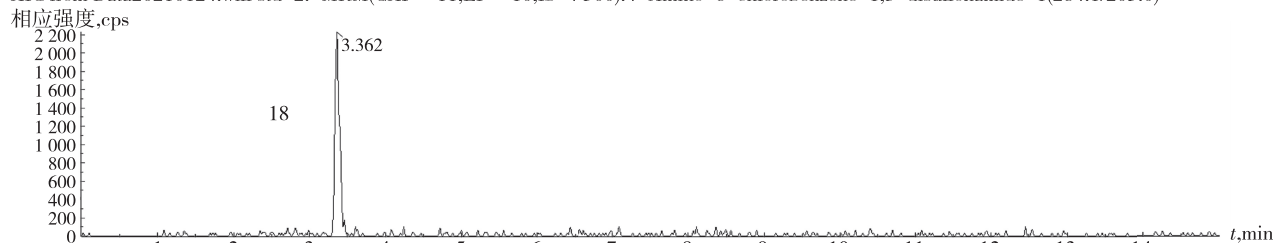
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):BendrofluMethiazide-IS(425.0/294.0)

相应强度,cps

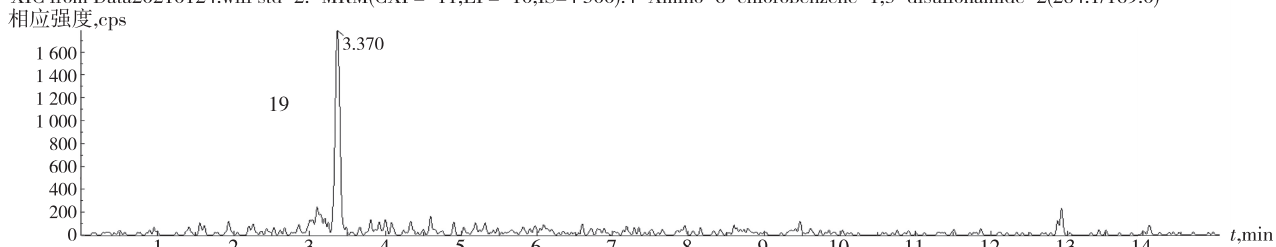




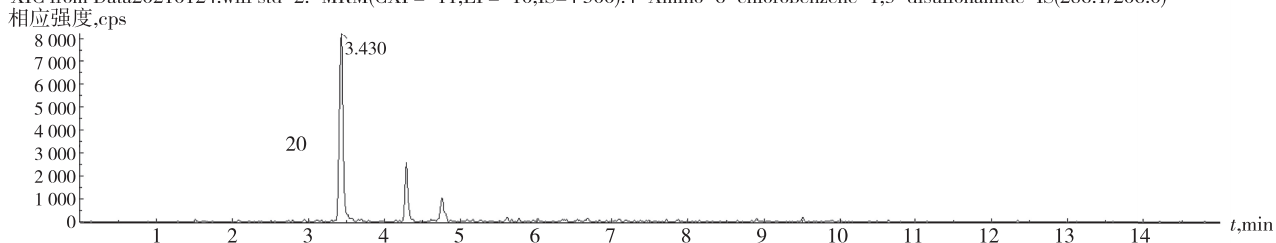
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):4-Amino-6-chlorobenzene-1,3-disulfonamide-1(284.1/205.0)



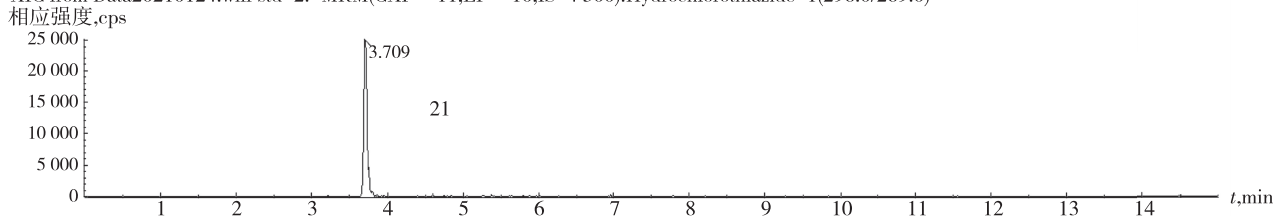
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):4-Amino-6-chlorobenzene-1,3-disulfonamide-2(284.1/169.0)



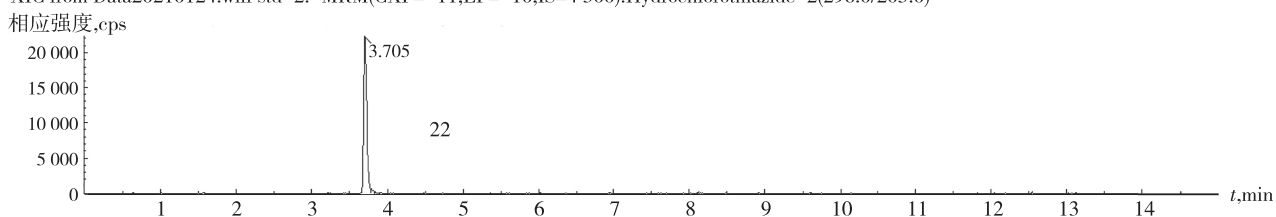
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):4-Amino-6-chlorobenzene-1,3-disulfonamide-IS(286.1/206.0)



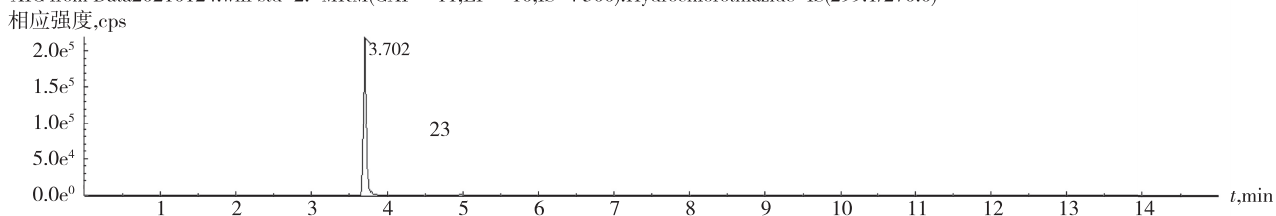
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Hydrochlorothiazide-1(296.0/269.0)



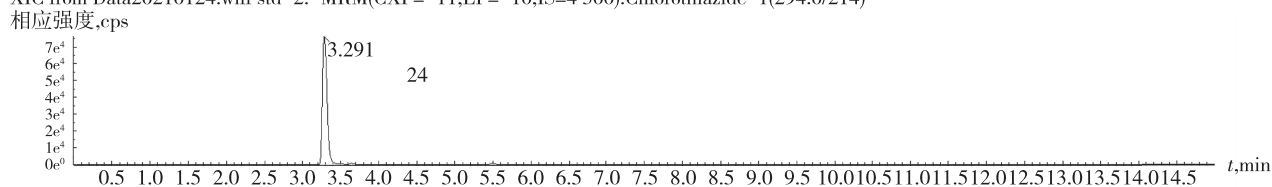
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Hydrochlorothiazide-2(296.0/205.0)



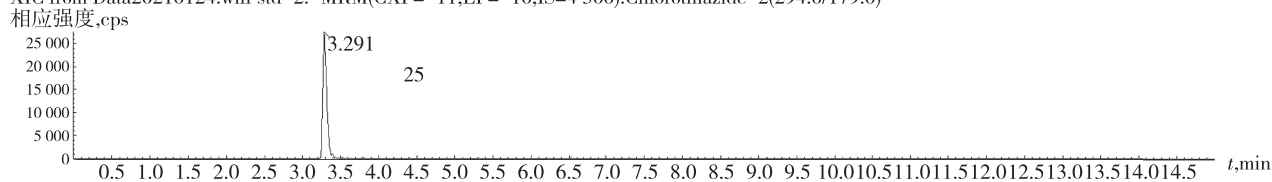
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Hydrochlorothiazide-IS(299.1/270.0)



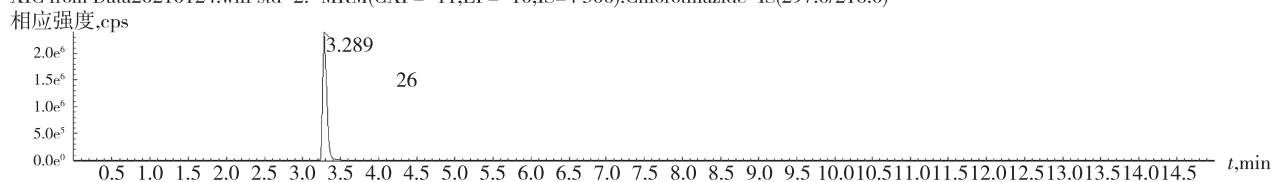
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Chlorothiazide-1(294.0/214)



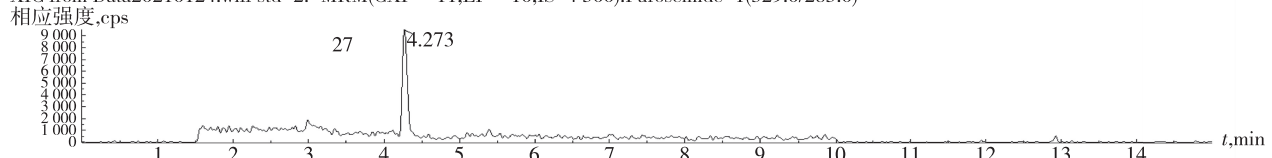
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Chlorothiazide-2(294.0/179.0)



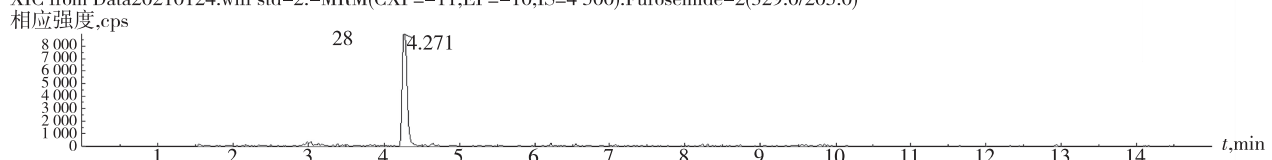
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Chlorothiazide-IS(297.0/216.0)



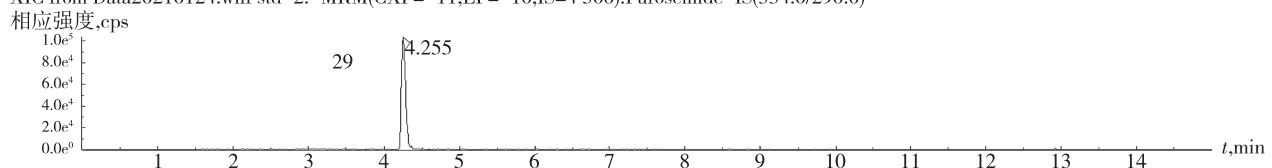
XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Furosemide-1(329.0/285.0)



XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Furosemide-2(329.0/205.0)



XIC from Data20210124.wiff std-2.-MRM(CXP=-11,EP=-10,IS=4 500):Furosemide-IS(334.0/290.0)



标引序号说明:

- | | |
|-----------------------------|---|
| 1,2 —— 氨苯蝶啶; | 17 —— 坎利酮-D ₅ ; |
| 3 —— 氨苯蝶啶-D ₅ ; | 18,19 —— 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺; |
| 4,5 —— 乙酰唑胺; | 20 —— 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺- ¹⁵ N ₂ ; |
| 6 —— 乙酰唑胺-D ₃ ; | 21,22 —— 氢氯噻嗪; |
| 7,8 —— 氯噻酮; | 23 —— 氢氯噻嗪- ¹³ CD ₂ ; |
| 9 —— 氯噻酮-D ₄ ; | 24,25 —— 氯噻嗪; |
| 10,11 —— 卞氟噻嗪; | 26 —— 氯噻嗪- ¹³ C ¹⁵ N ₂ ; |
| 12 —— 卞氟噻嗪-D ₅ ; | 27,28 —— 呋塞米; |
| 13,14 —— 螺内酯; | 29 —— 呋塞米-D ₅ 。 |
| 15,16 —— 坎利酮; | |

图 C.1 10 种利尿药标准工作液(氯噻嗪、氢氯噻嗪、卞氟噻嗪和坎利酮的浓度为 2.00 ng/mL;乙酰唑胺、4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氯噻酮、呋塞米、螺内酯、氨苯蝶啶的浓度为 5.00 ng/mL)和内标工作液(9 种同位素内标的浓度为 20.0 ng/mL)特征离子质量色谱图