

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 493—2023

水质 8 种喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-串联质谱法

Water quality—Determination of 8 quinolones by high performance liquid chromatography—tandem mass spectrometry method

2023 - 05 - 18 发布

2023 - 05 - 24 实施

广西标准化协会 发布

目 次

前言	II
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 干扰和消除	1
6 试剂和材料	2
7 仪器和设备	2
8 样品	2
9 分析步骤	3
10 结果计算及表示	5
11 精密度和正确度	6
12 质量保证和质量控制	6
13 废物处置	7
附录 A（规范性） 方法的检出限和测定下限	8
附录 B（资料性） 精密度和正确度	9

前 言

本文件参照HJ 168-2020《环境监测分析方法标准制订技术导则》和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。

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专利的责任。

本文件由广西环境科学学会提出、归口并宣贯。

本文件主要起草单位：广西壮族自治区生态环境监测中心、广西新桂环保科技集团有限公司、广电计量检测（南宁）有限公司、广西润测检测技术有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心。

本文件主要起草人：黄宁、田艳、陈德翼、李菲萍、王晓飞、甘惠云、黄远来、农汉榜、银丽翠、王锦、蒙宏培、陈蓓、谢佳凝、陈琰、许向阳、陆康宁、温志玲、曾晓燕、陆强、刘佳、温丽玲、李仕锋、黄廷俊、张宇昕、廖金玉、黄纯钦、张志娟、闭道军、叶开晓、刘珂、张海强、梁晓曦、闭潇予、周勤、李柳毅、唐丽嵘、李仁焕、张思敏、陈勇、麻娟。

水质 8种喹诺酮类抗生素的测定

高效液相色谱-串联质谱法

警告：实验操作过程使用的有机溶剂具有较强的挥发性，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱内进行。操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本文件描述了使用高效液相色谱-串联质谱法测定水中8种喹诺酮类（沙星类）抗生素的方法。

本文件适用于地表水、生活污水中麻保沙星（Marbofloxacin）、氟罗沙星（Fleroxacin）、氧氟沙星（Ofloxacin）、恩诺沙星（Enrofloxacin）、奥比沙星（Orbifloxacin）、沙氟沙星（Sarafloxacin）、双氟哌酸（Difloxacin）和司帕沙星（Sparfloxacin）共8种喹诺酮类抗生素的测定，其他喹诺酮类化合物经适用性验证可参照执行。

当进样体积为5.0 μg时，直接进样法的方法检出限为1.1 μg/L~1.7 μg/L，测定下限为4.4 μg/L~6.8 μg/L；当富集样品体积为200 mL时，浓缩后定容体积为1.0 mL，进样体积为5.0 μL时，固相萃取法的方法检出限为4.0 ng/L~10.2 ng/L，测定下限为16.0 ng/L~40.8 ng/L。详见附录A。

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

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

样品经过滤后直接进样或经固相萃取柱富集和净化后进样，用液相色谱-串联质谱仪进行检测。根据保留时间和特征离子峰定性，外标法定量。

5 干扰和消除

5.1 当样品中存在基质干扰时，可通过优化色谱条件、稀释样品、减少进样体积以及对样品进行前处理等方式降低或消除。采用固相萃取法时，还可以通过减少取样体积或增加试样的稀释倍数降低基质干扰。

5.2 当样品中存在同分异构体干扰测定时，可通过改变色谱条件提高分离度或选择不同的二级质谱子离子消除干扰。

5.3 当样品中存在余氯等氧化性物质时，可在样品采集（见 8.1）时加入硫代硫酸钠（见 6.8）消除干扰。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂，实验用水应符合GB/T 6682中一级水的要求。

- 6.1 乙腈 (CH₃CN)：色谱纯。
- 6.2 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯。
- 6.3 甲酸 (HCOOH)： ρ (HCOOH) = 1.22 g/mL。
- 6.4 硫酸 (H₂SO₄)： ρ (H₂SO₄) = 1.84 g/mL。
- 6.5 氢氧化钠 (NaOH)。
- 6.6 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA-2Na)。
- 6.7 氢氧化钠溶液： ρ (NaOH) = 0.4 g/mL。称取 40 g 氢氧化钠 (见 6.5) 溶于水中，定容至 100 mL。
- 6.8 硫代硫酸钠 (Na₂S₂O₃)。
- 6.9 甲酸溶液：1+1 000。取 1 mL 甲酸 (见 6.3) 加入 1 000 mL 水中。
- 6.10 甲酸/甲醇混合溶液：1+1 000。取 1 mL 甲酸 (见 6.3) 加入 1 000 mL 甲醇 (见 6.2) 中。
- 6.11 喹诺酮类抗生素标准贮备液： ρ = 100 μ g/mL (甲醇介质)。可直接购买有证标准溶液，组分包括麻保沙星、氟罗沙星、氧氟沙星、恩诺沙星、奥比沙星、沙氟沙星、双氟哌酸和司帕沙星。贮备液在 -18 $^{\circ}$ C 以下避光保存或参照制造商的产品说明。使用时应恢复至室温，并摇匀。
- 6.12 喹诺酮类抗生素标准使用液： ρ = 1.0 μ g/mL (参考浓度)。将喹诺酮类抗生素标准贮备液 (见 6.11) 按需要用甲醇 (见 6.2) 稀释。标准使用液现配现用。
- 6.13 微孔滤膜：13 mm \times 0.22 μ m，尼龙、聚四氟乙烯材质或相当者。
- 6.14 滤膜：0.45 μ m 玻璃纤维滤膜，或相当者。
- 6.15 氮气：纯度 \geq 99.99 %。

7 仪器和设备

- 7.1 采样瓶：250 mL 或 500 mL 具磨口塞的棕色玻璃瓶。
- 7.2 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾电离源 (ESI)，具备流动相梯度洗脱和质谱多反应监测功能。
- 7.3 色谱柱：填料为 3.5 μ m ODS，柱长 10 cm，内径 2.1 mm 的反相色谱柱或其他等效 C₁₈ 反相液相色谱柱。
- 7.4 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。
- 7.5 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 N-乙烯基吡咯烷酮共聚物或等效萃取柱，规格为 200 mg/6 mL，或相当者。
- 7.6 浓缩装置：旋转蒸发装置或 K-D 浓缩器、氮吹浓缩仪等性能相当的设备。
- 7.7 pH 计：带玻璃电极和适当的参比电极，精度为 0.01 pH，具有温度补偿功能。
- 7.8 微量注射器或移液枪：10 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L、1 000 μ L。
- 7.9 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集

- 8.1.1 污水样品采集按照 HJ 91.1 的规定执行，地表水样品采集按照 HJ 91.2 的规定执行。
- 8.1.2 用预先洗涤干净并干燥的采样瓶 (见 7.1) 采集水样，采样前应使用水样润洗采样瓶，采样瓶应完全注满不留气泡。若水中有残余氯存在，应在每 500 mL 样品中加入 40 mg 硫代硫酸钠 (见 6.8) 除氯。

8.2 样品保存

水样 4 $^{\circ}$ C 冷藏、避光保存，3 d 内完成分析或萃取。

8.3 试样制备

8.3.1 直接进样法

取适量水样经微孔滤膜（见6.13）过滤，弃去至少1 mL初滤液后，移取1.0 mL过滤后的样品于进样瓶中避光保存，待测。

8.3.2 固相萃取法

分别用10 mL甲醇（见6.2）和10 mL水活化固相萃取柱（见7.5），在活化过程中应确保萃取柱中填料表面不露出液面。量取200 mL水样，加入0.5 g EDTA-2Na（见6.6），使用硫酸（见6.4）或氢氧化钠溶液（见6.7）调节水样的pH值至 3.0 ± 0.1 ，水样以约5 mL/min的流速通过固相萃取柱。再用10 mL水淋洗萃取柱，去除杂质。之后用氮气（见6.15）吹干萃取柱。用3 mL甲酸/甲醇混合溶液（见6.10）洗脱富集后的萃取柱，再用3 mL甲酸/甲醇混合溶液（见6.10）浸泡萃取柱5 min，用6 mL甲酸/甲醇混合溶液（见6.10）以1 mL/min的速度洗脱样品，收集全部洗脱液。用浓缩装置（见7.6）将上述洗脱液浓缩至1.0 mL以下，用甲醇（见6.2）定容至1.0 mL，混匀后过微孔滤膜（见6.13），置于进样瓶中，待测。

注：基体复杂的样品经0.45 μm滤膜（见6.14）过滤后进行固相萃取。

8.4 空白试样的制备

8.4.1 实验室空白

以实验用水代替样品，按照与试样制备（见8.3）相同操作步骤，进行实验室空白试样的制备。

8.4.2 全程序空白

采样前按照样品采集（见8.1）和样品保存（见8.2）方法，以实验用水代替样品，在采样现场制备全程序空白样品。

9 分析步骤

9.1 仪器调试

9.1.1 液相色谱条件

9.1.1.1 流动相：流动相A 甲酸溶液（见6.9），流动相B 乙腈（见6.1），梯度洗脱程序见表1。

表1 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间 min	A %	B %
0	90	10
7.0	75	25
7.1	35	65
12.0	20	80
12.1	90	10
14.0	90	10

9.1.1.2 流速：0.5 mL/min。

9.1.1.3 柱温：25℃。

9.1.1.4 进样体积：5.0 μL。

9.1.2 质谱条件

9.1.2.1 电喷雾离子源（ESI），正离子模式。

9.1.2.2 毛细管电压：4.0 kV。

9.1.2.3 干燥气温度：350℃。

9.1.2.4 干燥气流速：11 L/min。

9.1.2.5 雾化气气压： 1.72×10^5 Pa (25 psi)。

9.1.2.6 喹诺酮类抗生素的多反应监测条件见表 2。

表2 喹诺酮类抗生素的多反应监测条件

化合物名称	母离子 m/z	子离子 m/z	驻留时间 s	碰撞电压 V	碰撞能量 eV
麻保沙星	363.0	326.0*	0.05	140	15
		269.0		140	25
氟罗沙星	369.9	317.9*	0.05	140	15
		260.8		140	25
氧氟沙星	361.9	341.9*	0.05	130	20
		316.0		130	15
恩诺沙星	360.0	378.0*	0.05	140	15
		352.0		140	15
奥比沙星	395.9	367.8*	0.05	140	20
		342.0		140	15
沙氟沙星	386.0	381.9*	0.05	140	20
		356.0		140	15
双氟哌酸	400.0	349.0*	0.05	150	15
		291.8		150	25
司帕沙星	393.0	326.0*	0.05	140	15
		269.0		140	25

注：带*的为定量子离子。

9.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书在规定时间和频次内校正液相色谱-串联质谱仪的质量数和分辨率。

9.2 校准

9.2.1 标准曲线的绘制

9.2.1.1 取一定量喹诺酮类抗生素标准使用液（见 6.12），制备至少 5 个浓度点的标准系列，喹诺酮类抗生素的质量浓度分别为 5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、60.0 μg/L、80.0 μg/L 和 100 μg/L，避光贮存在进样瓶中，标准曲线应临用现配。

9.2.1.2 在仪器最佳工作条件下，由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，以目标组分的峰面积为纵坐标，标准系列溶液的浓度为横坐标绘制标准曲线。

9.2.2 标准参考谱图

在本文件的仪器调试条件下（见 9.1），喹诺酮类抗生素的标准色谱图见图 1

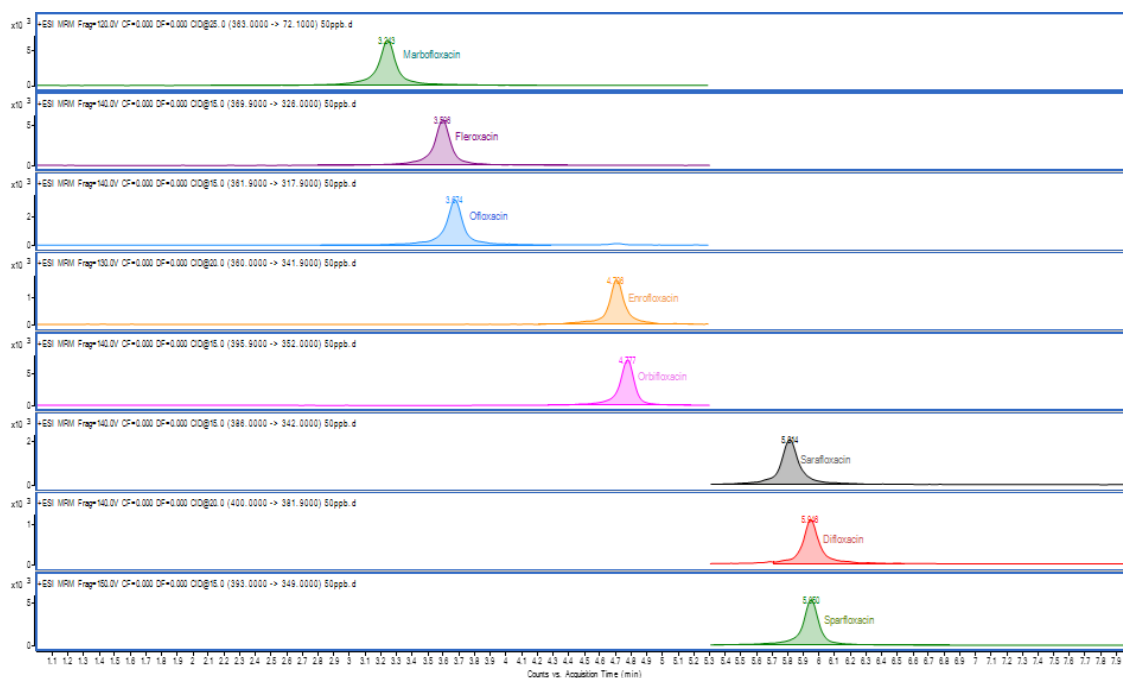


图1 喹诺酮类抗生素的标准色谱图

9.3 样品测定

取待测试样（见8.3）按照与标准曲线的绘制（见9.2.1）相同的仪器条件进行测定。

9.4 空白试验

按照与样品测定（见9.3）相同的仪器条件进行空白试样（见8.4）的测定。

10 结果计算及表示

10.1 定性分析

按照质谱条件（见9.1.2）中确定的母离子与子离子进行监测，试样中喹诺酮类抗生素的保留时间与标准样品中喹诺酮类抗生素的保留时间的相对偏差的绝对值应小于2.5%；且对待测样品中喹诺酮类抗生素定性离子的相对丰度（ K_{sam} ）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度（ K_{std} ）进行比较，所得偏差在表3规定的最大允许偏差范围内，则可判定为样品中存在对应的喹诺酮类抗生素。 K_{sam} 按照公式（1）进行计算， K_{std} 按照公式（2）进行计算。

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- K_{sam} ——试样中喹诺酮类抗生素定性离子的相对丰度，%；
- A_2 ——试样中喹诺酮类抗生素定性离子对的峰面积（或峰高）；
- A_1 ——试样中喹诺酮类抗生素定量离子对的峰面积（或峰高）。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- K_{std} ——标准样品中喹诺酮类抗生素定性离子的相对丰度，%；
- A_{std2} ——标准样品中喹诺酮类抗生素定性离子对的峰面积（或峰高）；
- A_{std1} ——标准样品中喹诺酮类抗生素定量离子对的峰面积（或峰高）。

表3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

K_{std} (%)	K_{sm} 最大允许偏差 (%)
$K_{std} > 50$	±20
$20 < K_{std} \leq 50$	±25
$10 < K_{std} \leq 20$	±30
$K_{std} \leq 10$	±50

10.2 定量分析

喹诺酮类抗生素经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积，用外标法计算。按公式（3）计算样品中喹诺酮类抗生素的质量浓度：

$$\rho_i = \frac{\rho_{xi} \times V_1}{V} \times 1000 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

- ρ_i ——样品中组分i的质量浓度，单位为纳克每升（ng/L）；
- ρ_{xi} ——从标准曲线上计算得到的样品中组分i的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- V_1 ——萃取液浓缩定容后的体积，单位为毫升（mL）；
- V ——水样取样体积，单位为毫升（mL）。

10.3 结果表示

当直接进样法的测定结果 $\geq 10.0 \mu\text{g/L}$ 时，数据保留三位有效数字，当结果 $< 10.0 \mu\text{g/L}$ ，保留至小数点后一位。当固相萃取法的测定结果 $\geq 10.0 \text{ng/L}$ 时，数据保留三位有效数字，当结果 $< 10.0 \text{ng/L}$ ，保留至小数点后一位。

11 精密度和正确度

精密度和正确度结果见附录B。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白分析

- 12.1.1 每次分析至少做1个试剂空白和实验室空白。
- 12.1.2 每批次应至少分析1个全程序空白。
- 12.1.3 空白中各类喹诺酮类抗生素的测定结果不应超过方法检出限。

12.2 平行样的测定

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应至少分析1个平行样，平行样相对偏差 $\leq 30\%$ 。

12.3 基体加标

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应至少分析1个基体加标样。直接进样法的加标回收率应在70%~120%，固相萃取法的加标回收率应在45%~150%。

12.4 校准

12.4.1 初始校准

在初次使用仪器，或在仪器维修、更换色谱柱或连续校准不合格时应进行初始校准。即建立校准曲线，校准曲线的相关系数 ≥ 0.995 ，否则重新绘制校准曲线。

12.4.2 连续校准

用分析校准曲线的中间浓度点进行连续校准，每20个样品或每批次（少于20个样品/批）分析1次连续校准。按公式（4）计算 C_c 与校准点 C_i 的相对偏差（ D ）：

$$D = \frac{C_c - C_i}{C_i} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

D —— C_c 与校准点 C_i 的相对偏差, %;

C_c ——校准点的质量浓度的数值, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

C_i ——测定的该校准点的质量浓度的数值, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

如果 $D \leq 20\%$, 则初始标准曲线仍能继续使用; 如果任何一个化合物的 $D > 20\%$, 应重新绘制新的标准曲线。

13 废物处置

实验过程中产生的废弃物应分类收集, 集中保管, 并做好相应标识, 依法委托有资质单位进行处置。



附 录 A
(规范性)

方法的检出限和测定下限

表A.1给出了本方法中喹诺酮类抗生素的检出限和测定下限，固相萃取法以200 mL水样计。

表A.1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文名称	CAS号	直接进样法		固相萃取法	
				检出限 μg/L	测定下限 μg/L	检出限 ng/L	测定下限 ng/L
1	麻保沙星	Marbofloxacin	115550-35-1	1.7	6.7	6.2	24.8
2	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	1.1	4.4	7.9	31.6
3	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	1.1	4.4	10.2	40.8
4	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	1.1	4.4	5.1	20.4
5	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3	1.7	6.8	7.1	28.4
6	沙氟沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	1.3	5.2	5.7	22.8
7	双氟哌酸	Difloxacin	98106-17-3	1.7	6.8	4.4	17.6
8	司帕沙星	Sparfloxacin	110871-86-8	1.1	4.4	4.0	16.0

附录 B
(资料性)
精密度和正确度

表B. 1、表B. 2给出了空白水样加标测定时，直接进样法、固相萃取法的方法重复性、再现性等精密度指标。表B. 3、表B. 4给出了直接进样法、固相萃取法的方法正确度指标。

表B. 1 方法的精密度（直接进样法）

序号	化合物名称	精密度统计结果					
		加标浓度 μg/L	总值 μg/L	实验室内相对 标准偏差 %	实验室间相对 标准偏差 %	重复性限r μg/L	再现性限R μg/L
1	麻保沙星	10	9.6	0.4~9.6	9.2	1.5	2.8
		20	19.2	2.7~13.4	7.3	4.3	5.6
		50	49.0	3.0~11.0	12.6	8.2	18.9
2	氟罗沙星	10	9.7	1.9~11.0	8.4	1.9	2.9
		20	19.2	2.6~8.4	9.9	3.4	6.2
		50	50.0	0.6~8.2	13.3	7.7	19.9
3	氧氟沙星	10	9.6	2.0~11.2	9.2	1.5	2.8
		20	19.1	2.0~11.0	8.8	3.6	5.8
		50	46.5	1.6~10.3	11.0	9.9	16.9
4	恩诺沙星	10	9.8	2.8~6.1	8.5	1.4	2.7
		20	18.2	1.9~7.0	13.9	2.9	7.6
		50	48.1	0.8~9.9	13.8	9.2	20.4
5	奥比沙星	10	10.2	1.3~9.3	6.6	1.6	2.4
		20	21.5	1.5~12.3	6.8	4.0	5.5
		50	53.4	1.5~7.5	6.8	7.5	12.2
6	沙氟沙星	10	10.2	1.5~18.7	9.0	2.4	3.4
		20	21.4	1.8~9.5	14.4	3.4	9.2
		50	53.0	2.3~9.7	12.5	10.8	21.0
7	双氟哌酸	10	10.2	1.4~11.9	11.3	2.1	3.7
		20	20.4	1.6~9.5	14.4	3.7	8.8
		50	52.0	1.0~9.5	17.9	7.6	26.9
8	司帕沙星	10	9.5	2.1~11.1	7.4	1.8	2.5
		20	19.8	2.1~11.6	10.7	3.0	6.6
		50	48.9	0.9~8.5	15.2	6.5	21.7

表B.2 方法的精密度（固相萃取法）

序号	化合物名称	精密度统计结果					
		加标浓度 μg/L	总均值 μg/L	实验室内相对 标准偏差 %	实验室间相对 标准偏差 %	重复性限r μg/L	再现性限R μg/L
1	麻保沙星	50	40.9	2.0~14.1	29.3	6.9	34.1
		100	70.2	1.4~20.6	36.1	18.8	73.0
		250	193.0	1.1~12.7	24.4	38.2	136.6
2	氟罗沙星	50	40.2	2.0~19.5	29.4	8.0	33.9
		100	75.9	1.3~12.4	27.4	15.7	59.9
		250	183.4	1.6~17.1	22.1	40.8	119.3
3	氧氟沙星	50	43.2	1.5~14.6	37.1	8.2	45.5
		100	77.1	2.3~11.8	37.9	16.5	83.1
		250	194.4	1.6~18.3	22.6	45.8	129.9
4	恩诺沙星	50	37.3	2.4~8.4	23.6	6.2	25.3
		100	71.2	2.9~8.1	33.7	12.0	68.1
		250	187.1	3.0~16.0	28.1	50.2	154.4
5	奥比沙星	50	44.9	0.9~16.0	23.8	10.8	31.5
		100	87.1	1.5~16.2	27.5	22.7	70.2
		250	203.2	1.6~14.4	21.0	48.4	127.7
6	沙氟沙星	50	45.9	3.3~20.6	43.1	10.8	56.2
		100	87.2	4.0~20.4	38.8	22.9	96.9
		250	209.0	1.9~18.1	31.5	54.6	190.9
7	双氟哌酸	50	41.2	1.0~16.7	25.6	11.1	31.2
		100	81.2	1.0~14.4	37.1	19.1	86.1
		250	202.9	0.7~12.4	30.4	38.1	176.0
8	司帕沙星	50	40.8	0.3~11.3	29.8	7.1	34.7
		100	79.2	0.7~10.1	25.5	10.9	57.3
		250	198.4	4.7~12.5	23.2	45.1	135.4

表B.3 方法的正确度（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 μg/L	回收率范围 %	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ %
1	麻保沙星	地表水	10	82.0~106	98.6±18.7
			50	82.0~112	102±22.0
		生活污水	10	72.8~101	86.8±22.3
			50	76.6~114	93.8±28.6
2	氟罗沙星	地表水	10	84.0~107	97.0±17.5
			50	75.4~115	101±27.6
		生活污水	10	74.0~105	88.5±25.3
			50	77.8~114	95.1±33.8
3	氧氟沙星	地表水	10	82.2~108	95.9±20.1
			50	80.6~111	101±24.0
		生活污水	10	74.6~102	87.4±22.9
			50	69.9~111	90.5±32.9
4	恩诺沙星	地表水	10	78.0~112	97.9±23.4
			50	74.3~115	101±30.6
		生活污水	10	70.1~101	87.0±24.6
			50	62.6~105	87.0±32.0
5	奥比沙星	地表水	10	91.0~105	98.6±11.5
			50	102~110	104±6.3
		生活污水	10	81.8~114	98.0±26.6
			50	83.6~107	96.0±19.2
6	沙氟沙星	地表水	10	92.0~113	101±17.1
			50	89.0~122	107±21.8
		生活污水	10	81.0~117	98.0±26.0
			50	76.8~117	95.0±34.0
7	双氟哌酸	地表水	10	82.0~111	95.4±23.0
			50	80.5~119	104±27.4
		生活污水	10	74.7~114	94.0±29.3
			50	76.5~113	92.0±30.7
8	司帕沙星	地表水	10	80.0~108	95.2±19.2
			50	73.8~112	99.5±27.9
		生活污水	10	46.0~105	86.0±42.6
			50	74.6~111	89.0±25.9

表B.4 方法的正确度（固相萃取法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ng/L	回收率范围 %	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ %
1	麻保沙星	地表水	50	56.8~102	77.0±35.2
			250	66.8~122	88.1±42.7
		生活污水	50	54.9~97.2	79.8±35.6
			250	51.2~118	86.1±49.1
2	氟罗沙星	地表水	50	55.9~102	81.2±40.5
			250	55.6~121	85.7±44.1
		生活污水	50	54.5~108	83.2±38.5
			250	50.0~112	83.6±42.3
3	氧氟沙星	地表水	50	58.5~114	81.1±42.6
			250	62.6~112	84.1±36.8
		生活污水	50	58.4~109	85.3±44.6
			250	49.2~92.8	77.5±31.7
4	恩诺沙星	地表水	50	57.0~99.2	73.9±33.4
			250	45.6~98.1	80.4±44.4
		生活污水	50	53.3~86.0	74.6±26.2
			250	40.8~91.4	77.0±38.9
5	奥比沙星	地表水	50	61.4~110	82.6±41.2
			250	53.2~104	83.4±39.3
		生活污水	50	63.2~94.6	79.8±26.6
			250	71.0~98.0	89.7±19.4
6	沙氟沙星	地表水	50	57.2~105	87.4±36.0
			250	48.4~120	87.8±46.2
		生活污水	50	72.8~110	92.1±33.1
			250	87.6~134	103±33.9
7	双氟哌酸	地表水	50	57.7~112	82.3±37.8
			250	60.8~120	85.5±44.7
		生活污水	50	52.5~96.0	78.0±34.4
			250	44.8~96.8	75.9±35.3
8	司帕沙星	地表水	50	51.9~97.2	74.2±36.1
			250	58.4~120	82.8±48.8
		生活污水	50	50.0~104	77.3±45.0
			250	47.2~114	82.2±48.3

中华人民共和国团体标准
水质 8种喹诺酮类抗生素的测定
高效液相色谱-串联质谱法
T/GXAS 493—2023
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究