

附件 13

《水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定
高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》
编制说明

《水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极
杆质谱法》

标准编制组

二〇二三年八月

项目名称：水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-
三重四极杆质谱法

项目统一编号：2020-L-11

项目承担单位：生态环境部华南环境科学研究所、中国农业科学院
农业资源与农业区划研究所、国家海洋环境监测中
心

编制组主要成员：丁紫荣、杨艳艳、赵 波、韩静磊、闫雅楠、
金 梦、李彦希、黎玉清、冯 瑶、高 会

环境标准研究所技术管理负责人：李旭华、余若祯

生态环境监测司项目负责人：楚宝临

目 录

1	项目背景.....	1
1.1	任务来源.....	1
1.2	工作过程.....	1
2	标准制订的必要性分析.....	4
2.1	氟喹诺酮类抗生素的环境危害.....	4
2.2	相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要.....	9
3	国内外相关分析方法研究.....	10
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	10
3.2	国内相关分析方法研究.....	11
3.3	文献资料研究.....	20
4	标准制订的基本原则和技术路线.....	24
4.1	标准制订的基本原则.....	24
4.2	标准制订的技术路线.....	24
5	方法研究报告.....	26
5.1	方法研究的目标.....	26
5.2	方法原理.....	28
5.3	试剂和材料.....	28
5.4	样品.....	31
5.5	分析步骤.....	53
5.6	结果计算与表示.....	85
6	方法验证.....	86
6.1	方法验证方案.....	86
6.2	方法验证过程.....	89
7	与开题报告差异说明.....	92
8	标准征求意见稿技术审查情况.....	92
8.1	标准征求意见稿技术审查会情况.....	92
8.2	标准征求意见稿技术审查会意见和建议的协调处理情况.....	93
9	标准实施建议.....	93
10	参考文献.....	93
	附件一 方法验证报告.....	97

《水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

2020 年 4 月 14 日，生态环境部生态环境监测司（以下简称监测司）下达了《关于开展〈河流水生态环境质量监测与评价技术指南〉等 28 项标准规范制修订工作的通知》（监测函〔2020〕4 号），《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法》是其中一项，项目统一编号为 2020-L-11。

本标准由生态环境部华南环境科学研究所承担，中国农业科学院农业资源与农业区划研究所和国家海洋环境监测中心为协作单位。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组，查询国内外相关标准和文献资料

2020 年 5 月，生态环境部华南环境科学研究所接到制订《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法》任务后，第一时间成立了标准编制组（以下简称编制组），主要由具有抗生素类化合物检测分析经验的人员组成。编制组通过查阅和研究国内外关于氟喹诺酮类抗生素现有的标准方法及文献资料，对研究内容进行梳理和分析，初步确定标准目标化合物为 9 种氟喹诺酮类抗生素，明确标准适用范围为地下水、地表水、生活污水和工业废水，确定检测方法技术路线和主要研究内容，购置相关标准物质、试剂、耗材等，为开展标准方法研究做好实验条件准备。

1.2.2 编写标准文本（草案）及编制说明

2020 年 6 月~8 月，编制组根据拟定技术路线，开展了不同水质氟喹诺酮类抗生素样品的采集、保存、前处理条件、仪器条件、干扰和消除、质量保证等相关实验研究，及时梳理汇总实验数据，并根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准出版技术指南》（HJ 565-2010）相关要求，编写《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法》标准（草案）和编制说明。

1.2.3 标准编制过程中召开 2 次专家研讨会

为确保本标准研究内容可靠、科学和可操作，在标准编制过程中，编制组组织召开了 2 次专家研讨会，邀请国内抗生素监测分析方面的专家和标准制修订项目管理部门（生态环境部标准研究所，以下简称标准所）老师参会，对标准编制质量进行把关。会后，编制组梳理并理解吸收专家意见和建议，不断修改和完善标准实验内容，以提升标准文本和编制说明质量。具体会议和文本完善情况如下：

第一次专家研讨会。2020 年 8 月，编制组组织召开了第一次专家研讨视频会，会议邀

请 7 名专家组成专家组，标准所派员参加会议。与会专家在听取编制组汇报后，针对标准目标化合物选取、技术路线、实验内容等方面提出 4 点意见和建议：**一是在目标化合物的选取方面**，应进一步明确目标化合物的选取依据，完善目标化合物目前在我国的生产和使用情况；**二是在技术路线方面**，根据实验结果，明确生活污水、工业废水和农业废水样品的前处理方式；**三是补充各类适用水体实际样品的测定内容**，说明本标准方法的适用性；**四是进一步优化各类实验参数**，并在编制说明和标准文本（草案）中补充完善与之对应的内容。同时建议将标准适用范围调整为地下水、地表水、生活污水、工业废水、农业废水和海水。

2020 年 9 月~2021 年 3 月，根据专家意见，编制组对实验过程进行了补充完善，对标准文本和编制说明进行了修改。**一是补充文献调研资料**，进一步明确目标化合物的选取依据。编制组根据氟喹诺酮类抗生素在我国的生产和使用情况，筛选并增补了第三代、第四代氟喹诺酮类抗生素代表化合物作为本标准目标化合物，将研究的目标化合物扩展到 17 种。**二是根据实验结果，明确样品前处理方式**。一方面开展直接进样前处理方法实验研究，通过开展不同材质滤膜、悬浮物浓度水平等对样品中氟喹诺酮类抗生素检测结果的影响研究，明确采用直接进样法测定水样中氟喹诺酮类抗生素的技术要点；另一方面开展固相萃取前处理方法实验研究，通过开展样品预处理方法的选择，最佳水样 pH 值、固相萃取柱、上样速度、淋洗和洗脱溶剂及其体积、样品浓缩条件和复溶溶剂等实验研究，明确采用固相萃取法测定水样中氟喹诺酮类抗生素的技术要点。**三是补充地下水、地表水、生活污水、工业废水、农业废水和海水 6 类水体实际样品及其添加回收等相关实验**，根据 6 类水体实验数据的正确度和精密度，明确本标准方法适用范围。**四是补充开展标准品使用液、6 类实际样品及样品提取液保存期限、样品干扰和消除、仪器测定条件优化等实验研究**，进一步优化各类实验参数，并在编制说明和标准文本（草案）中补充完善与之对应的内容。

2021 年 4 月，生态环境部颁布的《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）正式实施，该技术导则对环境监测分析方法标准制订提出了新的要求。因此，2020 年 4 月~2021 年 6 月，编制组在上述实验研究的基础上，整理相关实验数据，对照技术导则新要求，修改完善《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法》标准文本（草案）和编制说明，并按要求编写标准方法验证方案。

第二次专家研讨会。2021 年 7 月 6 日，编制组再次组织召开专家研讨视频会，对标准编制质量进行把关。会议邀请了 7 名专家组成专家组，标准所派员参加了会议。与会专家听取了编制组汇报后，认为标准实验工作开展较全面，关键技术环节均有所考虑，编制说明较为完整，同时也给出“进一步明确废水固相萃取取样体积，补充固相萃取吸附条件实验，完善本标准拟达到的特性指标，并根据研究结论，进一步优化方法验证方案，修改完善标准文本（草案）和编制说明”的建议。

2021 年 7 月~10 月上旬，针对上述建议，编制组补充开展了相关实验研究。**一是明确废水固相萃取取样体积为 1000 ml**。一方面废水控制标准浓度一般较高，在 $\mu\text{g/L}$ 级别以上，直接进样可满足检测分析的要求；另一方面如果废水浓度较低，确实需要富集，采用 1000 ml 富集可确保大部分低浓度目标化合物达到检出限的要求。**二是针对不同浓度和类型的水体，进一步优化固相萃取吸附条件**。**三是优化了拟达到的特性指标**。为确保标准曲线浓度覆盖各类水体且达到较好的线性，将标准曲线最低点降至测定下限以下。**四是进一步优化**

方法验证方案，继续完善标准文本（草案）和编制说明。

1.2.4 方法验证工作

2021年10月下旬，根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）要求，编制组组织了6家具有资质的实验室进行方法验证，于2022年2月收回全部方法验证数据。2022年3月，编制组对各家实验室验证数据进行汇总和分析整理，编写完成《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法》方法验证报告。

1.2.5 标准制修订项目管理部门审核

2022年4月，编制组进一步补充完善了标准文本（草案）及编制说明，并于当月向生态环境部环境标准研究所提交了《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法》（征求意见稿）标准文本和编制说明。2022年6月，生态环境部环境标准研究所返回审核意见，主要针对体例格式和文本中未说清楚事宜提出修改完善意见，编制组根据审核意见进行修改和完善，并于2022年9月将修改后的《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法（征求意见稿）》标准文本及编制说明再次提交给标准所审核。2022年10月，生态环境部环境标准研究所第二次返回审核意见，编制组充分采纳相关意见和建议后，再次对标准文本和编制说明进行了修改完善，并于2023年3月14日向生态环境部环境标准研究所第三次提交了《水质 抗生素氟喹诺酮的测定 液相色谱-串联质谱法（征求意见稿）》标准文本和编制说明。

2023年3月16~17日，生态环境部生态环境监测司组织召开标准专家集中审查会，专家组通过查阅标准文本和编制说明内容，形成以下意见：（1）标准名称改为《水质 17种氟喹诺酮类抗生素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》；（2）建议删除标准文本中的“干扰和消除”；（3）直接进样方式中补充说明悬浮物的影响和海水的适用性；（4）样品采集保存实验中，样品是否也在0℃~4℃避光保存，诸如此类的内容应交代清楚。针对集中审查会专家意见，编制组对标准文本和编制说明进行了补充完善，于2023年4月18日向生态环境部环境标准研究所提交了《水质 17种氟喹诺酮类抗生素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》标准文本和编制说明。

2023年4月25~26日，生态环境部生态环境监测司再次组织召开标准专家集中审查会，专家组通过查阅标准文本和编制说明内容，形成以下意见：（1）补充说明目标化合物标准贮备液、样品保存时间确定依据；（2）编制说明中核实基质标准溶液校正相关内容和验证数据的准确性（是否采用基质标准溶液校正）。针对集中审查会专家意见，编制组补充相关实验，并对标准文本和编制说明进行了补充完善，于2023年6月5日再次向生态环境部环境标准研究所提交了《水质 17种氟喹诺酮类抗生素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》标准文本和编制说明。

2023年7月18日，生态环境部生态环境监测司组织召开标准征求意见稿技术审查会（线上视频会），专家组通过听取编制组汇报、查阅标准文本和编制说明内容，形成以下意见：（1）标准名称修改为《水质 17种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法》；（2）核实海水直接进样的适用性，完善关于内标的使用说明、水中悬浮物的情况和附录B中定量定性离子的表述；（3）按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本

和编制说明进行编辑性修改。针对征求意见稿技术审查会专家意见，编制组对标准文本和编制说明进行了补充完善，于 2023 年 8 月 4 日向生态环境部环境标准研究所提交了《水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》标准文本和编制说明。

2 标准制订的必要性分析

2.1 氟喹诺酮类抗生素的环境危害

2.1.1 氟喹诺酮类抗生素的基本理化性质

氟喹诺酮类抗生素（Fluoroquinolones, FQs）是一类具有 4-氧代喹啉 6-氟-3-羧基结构化合物的总称。氟喹诺酮类抗生素作为一种人畜通用类抗生素，是目前应用最为广泛的抗生素之一。氟喹诺酮类抗生素的基本结构为 4-氟喹诺酮酸（图 1），其 C-4 上的吡啶酮和 C-3 上的羧酸是药物共同的必需功能基团，主要与细菌 DNA 旋转酶结合，对其具有选择性抑制作用；N-1 取代基常见的为乙基或其电子等配体，主要影响抗菌谱；C-6 上的氟原子能增强氟喹诺酮类抗生素分子与 DNA 旋转酶的结合力和对细胞组织的渗透性，扩大了抗革兰氏阳性菌谱，这两者是决定药效的关键；C-7 位取代基主要影响氟喹诺酮类抗生素在体内的分布和药代动力学；C-8 位的结构主要影响氟喹诺酮类抗生素的药代动力学性质和光毒性^[1]。

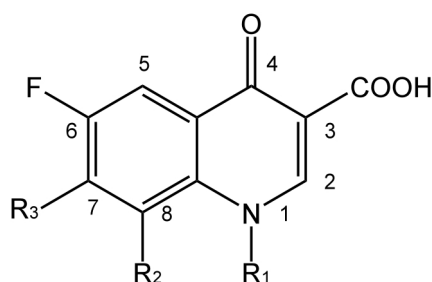


图 1 氟喹诺酮类抗生素的基本结构

氟喹诺酮类抗生素的熔点大多在 200 °C 以上，其盐类熔点可超过 300 °C，理化性质相对比较稳定，大部分易溶于水，可溶于甲醇、乙醇、乙腈和丙酮，易溶于冰醋酸、稀酸和稀碱溶液，不溶于氯仿、四氯化碳和石油醚^[1]。在 pH 值为 6~8 时，在水溶液中的溶解度最小。根据氟喹诺酮类抗生素的 C-7 位上是否含有哌嗪环可将其分为哌嗪氟喹诺酮类和酸性氟喹诺酮类。大部分氟喹诺酮类抗生素对温度、湿度及强酸等环境通常较稳定，但光照下易分解，对长波长的紫外光最敏感^[2-3]。本标准涉及的氟喹诺酮类抗生素见表 1，其理化性质见表 2。

表 1 氟喹诺酮类抗生素的基本信息

序号	化合物名称	英文名	CAS No.	分子量	分子式
1	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	369.3	C ₁₇ H ₁₈ F ₃ N ₃ O ₃

序号	化合物名称	英文名	CAS No.	分子量	分子式
2	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	361.4	C ₁₈ H ₂₀ FN ₃ O ₄
3	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	333.4	C ₁₇ H ₂₀ FN ₃ O ₃
4	依诺沙星	Enoxacin	74011-58-8	320.3	C ₁₅ H ₁₇ FN ₄ O ₃
5	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	319.3	C ₁₆ H ₁₈ FN ₃ O ₃
6	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	331.3	C ₁₇ H ₁₈ FN ₃ O ₃
7	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	359.4	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₃
8	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	357.4	C ₁₉ H ₂₀ FN ₃ O ₃
9	马波沙星	Marbofloxacin	115550-35-1	362.3	C ₁₇ H ₁₉ N ₄ O ₄ F
10	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	351.4	C ₁₇ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃
11	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3	395.4	C ₁₉ H ₂₀ F ₃ N ₃ O ₃
12	二氟沙星	Difloxacin	98106-17-3	399.4	C ₂₁ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃
13	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	385.4	C ₂₀ H ₁₇ F ₂ N ₃ O ₃
14	加替沙星	Gatifloxacin	112811-59-3	375.4	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₄
15	莫西沙星	Moxifloxacin	151096-09-2	401.4	C ₂₁ H ₂₄ FN ₃ O ₄
16	氟甲喹	Flumequine	42835-25-6	261.3	C ₁₄ H ₁₂ FNO ₃
17	那氟沙星	Nadifloxacin	124858-35-1	360.4	C ₁₉ H ₂₁ FN ₂ O ₄

表 2 氟喹诺酮类抗生素的基本理化性质

序号	化合物名称	水溶性 (g/L)	沸点(°C)	熔点(°C)	储存条件 (°C)	酸度系数	用途
1	氟罗沙星	/	535.3	264~266	2~8	-0.54±0.20	人药
2	氧氟沙星	/	571.5	270~275	2~8	5.19±0.40	人药、兽药
3	培氟沙星	11.4	529.1	270~272	2~8	0.16±0.20	人药、兽药
4	依诺沙星	3.43	569.9	220~224	2~8	6.04±0.70	人药
5	诺氟沙星	178	555.8	220	2~8	6.23	人药、兽药
6	环丙沙星	30	581.8	255~257	2~8	4.04	人药
7	恩诺沙星	>0.05	560.5	225	2~8	6.43±0.41	兽药
8	达氟沙星	100	569.3	268~272	2~8	6.43±0.41	兽药
9	马波沙星	<1	570.5	268~269	冷冻	6.02±0.20	兽药
10	洛美沙星	27.2	542.7	239~240	冷冻	-0.25±0.20	人药、兽药
11	奥比沙星	/	590.7	259~260	2~8	5.6	兽药
12	二氟沙星	/	595.5	279~282	2~8	6.17±0.41	兽药
13	沙拉沙星	1.14	621.4	282~285	2~8	6.17±0.41	兽物
14	加替沙星	60	625.1	162	2~8	6.43±0.50	人药
15	莫西沙星	1.15	636.4	203~208	2~8	6.43±0.50	人药
16	氟甲喹	2.19	439.7	253~255	2~8	6.42	兽药
17	那氟沙星	/	624.9	245~247	冷冻	5.55±0.40	人药

2.1.2 氟喹诺酮类抗生素的危害

近几年，氟喹诺酮类抗生素的使用范围和使用量逐年增长，并存在滥用现象，对生态

环境和人体健康构成了严重的威胁。一是诱导产生耐药性菌株。氟喹诺酮类抗生素以原形或者代谢化合物的形式进入环境后，仅有部分被水生生物吸收，未被吸收的氟喹诺酮类抗生素则残留在水体或吸附在沉积物上，长期残留会诱导耐药性菌株的产生^[4]，对生态环境安全构成严重威胁^[5]。二是影响水生生物生长，破坏生态平衡。氟喹诺酮类抗生素在生态系统中富集后，会抑制或消除病原微生物^[6]，破坏水生生态系统平衡，同时影响其他微生物的活性。三是威胁水产品安全和人体健康。氟喹诺酮类抗生素理化性质相对比较稳定，不容易降解，有些具有较长的半衰期，水产养殖过程中，用于预防或治疗疾病的氟喹诺酮类抗生素一般只有 20%~30%被利用和吸收，其余氟喹诺酮类抗生素以原形或代谢化合物形式排出体外，这些进入环境的药物原形或其代谢化合物能以游离或结合的形式蓄积在养殖对象的组织、器官或可食性产品中^[7]，对消费人群健康构成严重威胁。有研究表明氟喹诺酮类抗生素残留对人体有直接的危害，如能引发中枢神经系统、消化系统、泌尿系统与呼吸系统的不良反应、皮肤过敏及光敏反应、软骨毒性、生殖毒性、跟腱炎等^[8]。

因此，建立水质氟喹诺酮类抗生素的测定方法，加强水环境中氟喹诺酮类抗生素的环境调查与排放监控已迫在眉睫。

2.1.3 氟喹诺酮类抗生素的来源

如图 2 所示，环境中氟喹诺酮类抗生素污染来源主要为医疗行业的废弃药品和排污废水、制药行业的原药流失和排污废水、畜牧业的动物粪便、水产养殖业的养殖废水等^[9-11]。在畜牧和水产养殖业中，大多数使用的氟喹诺酮类抗生素未被动物体吸收或代谢，而是直接以原形被排出^[9]，畜禽粪便经堆肥后常作为农田肥料施用，氟喹诺酮类抗生素随之迁移到土壤及周围地表水中形成污染，水产养殖业中未被利用的氟喹诺酮类抗生素则会在底泥中形成蓄积性污染或随水体迁移扩散。

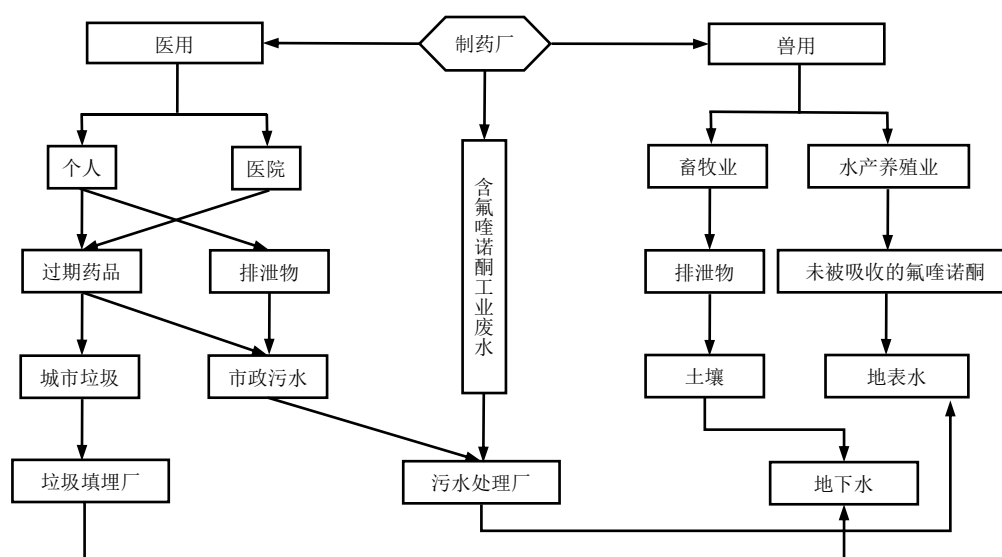


图 2 氟喹诺酮类抗生素的来源和迁移途径

2.1.4 氟喹诺酮类抗生素的生产使用现状

根据 2002 年调查显示, 世界每年使用抗生素的量估计在 100 万吨~200 万吨之间^[12]。在 2000 年~2010 年期间, 抗菌药的全球消费量增长了 36%^[13]。在美国, 超过半数的抗生素被用于农业和养殖业^[14]; 在澳大利亚, 兽用抗生素用量大概是人类医疗的 2 倍^[15]; 在新西兰, 兽用抗生素占整个国家抗生素总使用量的一半^[16]。我国是全球最大的抗生素生产国和使用国, 2013 年我国抗生素总使用量约为 16.2 万吨, 氟喹诺酮类抗生素的使用量为 2.73 万吨, 其中人用抗生素占到总量的 48%, 兽用抗生素占 52%^[17]。由于市场需求的增长, 近年来中国抗生素产量逐渐上升, 2020 年产量达 22.3 万吨。2007 年之前, 我国人均抗生素消费量 138 克, 是美国人均抗生素使用量的 10 倍以上^[16-18], 中国抗生素的使用情况和药物残留不容忽视。

氟喹诺酮类抗生素具有抗菌谱广、杀菌能力强、耐药发生率低、体内分布广、组织浓度高、半衰期长等特点^[19-21], 被广泛应用于人体疾病治疗, 水产品、畜类疾病预防和治疗过程中^[22]。目前人们每年对氧氟沙星和诺氟沙星的使用量均已超过了 1000 吨^[23,24]。查阅现有文献, 发现环境水体检出率最高的 5 种氟喹诺酮类抗生素依次为环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、恩诺沙星及莫西沙星^[25-29]。随着氟喹诺酮类抗生素生产与使用量逐渐上升, 其造成的水体污染、食品安全等问题日趋严重, 对生态环境安全和人体健康构成的威胁也越来越大^[30,31]。

2.1.5 氟喹诺酮类抗生素的污染水平

编制组调研了我国部分地区地表水、地下水、海水、污水处理厂进水、医疗废水和养殖废水中氟喹诺酮类抗生素的赋存情况(见表 3)。调研显示, 环渤海地区表层海水中 15 种氟喹诺酮类抗生素总含量为 0.30 $\mu\text{g/L}$ ~7.42 $\mu\text{g/L}$, 其中环丙沙星(0.86 $\mu\text{g/L}$ ~1.51 $\mu\text{g/L}$)和沙拉沙星(0.41 $\mu\text{g/L}$ ~2.11 $\mu\text{g/L}$)浓度最高^[32]。江苏水源水、出厂水和末梢水中 14 种氟喹诺酮类药物均未检出^[33]。重庆主城区地表水中诺氟沙星含量为 ND~92.4 ng/L, 氧氟沙星含量为 3.1 ng/L~114.1 ng/L, 莫西沙星含量为 ND~6.4 ng/L^[34]。珠江口海水养殖水体中诺氟沙星含量均值为 2.09 ng/L, 氧氟沙星含量均值为 3.19 ng/L^[35]。松花江哈尔滨段及阿什河的水样中氧氟沙星(0.01 ng/L~1.80 ng/L)和诺氟沙星(ND~2.40 ng/L)有检出^[36]。东莞市城区段东江的左氧氟沙星含量为 3.69 ng/L~46.7 ng/L^[37]。广西养猪场养殖废水中诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星和恩诺沙星的含量分别为 110 ng/L、115 ng/L、ND 和 56.5 ng/L^[38]。南方某市水源地和典型水产养殖水体检出 6 种氟喹诺酮类抗生素, 总含量分别为 16.7 ng/L~62.2 ng/L、18.6 ng/L~153 ng/L^[39]。湖北汉江水中氧氟沙星的含量为 0.25 $\mu\text{g/L}$, 鱼塘水氧氟沙星的含量为 32.2 $\mu\text{g/L}$ ^[40]。上海崇明岛养殖场地地表水中 4 种氟喹诺酮类抗生素(氧氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星和诺氟沙星)总含量为 2.8 $\mu\text{g/L}$ ~477.5 $\mu\text{g/L}$ ^[41]。广州市南沙水产养殖区水体未检出诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星和恩诺沙星^[42]。广州某河流中 5 种氟喹诺酮类抗生素(诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星、洛美沙星和恩诺沙星)总含量为 ND~151 ng/L^[43]。北京污水处理厂进水中诺氟沙星含量为 339 ng/L, 环丙沙星含量为 80 ng/L^[44]。哈尔滨周边养殖池塘水体中恩诺沙星含量为 90.62 ng/L, 环丙沙星含量为 27.51 ng/L^[45]。江苏高淳和金坛水产养殖废水氧氟沙星、环丙沙星和诺氟沙星的含量范围分别为 ND~126 ng/L、ND~169 ng/L 和 ND~117 ng/L^[46]。江苏浦口和盱眙水产养殖废水恩诺沙星和诺氟沙星的含量范围分别为 ND~18.9 ng/L 和 ND~3.59 ng/L^[47]。珠江口水产养殖废水氧氟沙星、恩诺沙星和诺氟沙星的含量范围分别为 29.8 ng/L~78.3 ng/L、ND~9.16 ng/L

和ND^[48]。北京昌平地下水中诺氟沙星、环丙沙星和恩诺沙星的含量分别为35.3 ng/L、28.1 ng/L和0.9 ng/L^[49]。研究海口市医疗废水处理系统进水和出水中的抗生素，发现进水中氧氟沙星浓度（1.23 μg/L~48.31 μg/L）和环丙沙星浓度（0.59 μg/L~4.55 μg/L）很高，出水中氧氟沙星浓度（0.03 μg/L~19.57 μg/L）和环丙沙星浓度（0.15 μg/L~4.06 μg/L）有所降低，但仍在μg/L级别^[50]。

表3 氟喹诺酮类抗生素水体中环境赋存情况汇总表

序号	区域	氟喹诺酮类化合物含量情况	来源文献
1	环渤海地区表层海水	15种氟喹诺酮类抗生素总含量为0.30 μg/L~7.42 μg/L。其中环丙沙星（0.86 μg/L~1.51 μg/L）和沙拉沙星（0.41 μg/L~2.11 μg/L）浓度最高。	[32]
2	江苏水源水、出厂水和末梢水	14种氟喹诺酮类抗生素均未检出。	[33]
3	重庆主城区地表水	诺氟沙星含量为ND~92.4 ng/L，氧氟沙星含量为3.1 ng/L~114.1 ng/L，莫西沙星含量为ND~6.4 ng/L。	[34]
4	珠江口海水养殖水体	诺氟沙星含量均值为2.09 ng/L，氧氟沙星含量均值为3.19 ng/L。	[35]
5	松花江哈尔滨段及阿什河	氧氟沙星（0.01 ng/L~1.80 ng/L）和诺氟沙星（ND~2.40 ng/L）。	[36]
6	东莞市城区段东江	左氧氟沙星含量为3.69 ng/L~46.7 ng/L。	[37]
7	广西养猪场养殖废水	诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星和恩诺沙星的含量分别为110 ng/L、115 ng/L、ND和56.5 ng/L。	[38]
8	南方某市水源地和典型水产养殖水体	6种氟喹诺酮类抗生素在水源地的总含量为16.7 ng/L~62.2 ng/L，在养殖水体的总含量为18.6 ng/L~153 ng/L。	[39]
9	湖北汉江水、鱼塘水	汉江水氧氟沙星含量为0.25 μg/L，鱼塘水氧氟沙星含量为32.2 μg/L。	[40]
10	上海崇明岛养殖场地表水	氧氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星和诺氟沙星4种氟喹诺酮类抗生素总含量为2.8 μg/L~477.5 μg/L。	[41]
11	广州市南沙水产养殖区水体	诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星和恩诺沙星均未检出。	[42]
12	广州某河流	诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星、洛美沙星和恩诺沙星5种氟喹诺酮类抗生素总含量为ND~151 ng/L。	[43]
13	北京污水处理厂	进水：诺氟沙星含量为339 ng/L，环丙沙星含量为80 ng/L。	[44]
14	哈尔滨周边养殖池塘水体	恩诺沙星含量为90.62 ng/L，环丙沙星含量为27.51 ng/L。	[45]
15	江苏高淳和金坛水产养殖废水	氧氟沙星、环丙沙星和诺氟沙星3种氟喹诺酮类抗生素的含量范围分别为ND~126 ng/L、ND~169 ng/L和ND~117 ng/L。	[46]
16	江苏浦口和盱眙水产养殖废水	恩诺沙星和诺氟沙星的含量分别为ND~18.9 ng/L和ND~3.59 ng/L。	[47]
17	珠江口水产养殖废水	氧氟沙星、恩诺沙星和诺氟沙星含量分别为29.8 ng/L~78.3 ng/L、ND~9.16 ng/L和ND。	[48]
18	北京昌平地下水	诺氟沙星、环丙沙星和恩诺沙星含量分别为35.3 ng/L、28.1 ng/L和0.9 ng/L。	[49]
19	海口市医院废水	进水：氧氟沙星（1.23 μg/L~48.31 μg/L）、环丙沙星（0.59 μg/L~4.55 μg/L）。出水：氧氟沙星（0.03 μg/L~19.57 μg/L）、环丙沙星（0.15 μg/L~4.06 μg/L）。	[50]

综上所述，氟喹诺酮类抗生素在地表水、地下水、污水处理厂进水、养殖废水、医疗废水及海水等水体中均有不同程度检出，检出浓度一般在ng/L~μg/L级别。受到当前仪器

灵敏度的限制，一般 ng/L 浓度级别的水体需富集检测，而对于养殖废水、医疗废水及水产养殖附近海水等浓度较高的水体，可过滤后直接进样分析。

2.2 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要

随着抗生素污染越来越严重，国家对抗生素也越来越重视。2014 年 1 月，原环境保护部发布的《环境保护综合名录》（2013 年版）明确指出环丙沙星是高环境风险产品之一。2015 年 4 月，国务院发布的《水污染防治行动计划》中针对抗生素药物滥用，明确提出要“加强养殖投入管理，依法规范、限制使用抗生素等化学药品，开展专项整治”；同年 7 月，国务院印发的《生态环境监测网络建设方案》指出要“开展新型特征污染物监测，提高环境风险防控和突发事件应急监测能力”。2016 年 9 月，14 个部委联合发布了《遏制细菌耐药国家行动计划》，旨在控制抗生素的使用和抗生素耐药性的传播。2019 年 9 月，生态环境部发布的《生态环境监测规划纲要（2020-2035 年）》再次提到要进一步加强有毒有害污染物和持久性有机污染物的监测和评估。2020 年 10 月，中国共产党第十九届中央委员会第五次全体会议通过的《国民经济和社会发展第十四个五年规划和二〇三五年远景目标的建议》明确指出要重视新污染物治理。2021 年 12 月，生态环境部发布的《十四五生态环境监测规划》提出要开展抗生素等重点管控新污染物调查监测试点工作。2022 年 2 月，生态环境部发布的《2022 年新污染物调查监测工作方案》明确提出要开展抗生素、全氟化合物、烷基酚等重点新污染物的调查监测。2022 年 5 月，国务院办公厅印发的《新污染物治理行动方案》特别强调要对持久性有机污染物、内分泌干扰物、抗生素等重点新污染物制定“一品一策”管控措施，开展管控措施的技术可行性和经济社会影响评估，识别优先控制化学品的主要环境排放源，适时制修订相关行业排放标准，动态更新有毒有害大气污染物名录、有毒有害水污染物名录、重点控制的土壤有毒有害物质名录，切实保障生态环境安全和人民健康。为确保公共食品安全，许多国家对动物性食品中喹诺酮类抗生素的最高残留限量做了规定。欧盟在 1999 年 3 月公布的 NO.508/1999 号法规中分别对二氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、达氟沙星、沙拉沙星和马波沙星在家禽类和水产类动物的肉、脂肪、肝脏、肾及奶中作了不同的限量规定。食品添加剂联合专家委员会（JECFA）也对此作了规定。我国农业部 2002 年发布的 235 号公告和 2003 年发布的 236 号公告公布了对氟甲喹、恶喹酸、恩诺沙星和环丙沙星在动物性食品中的最高残留限量和检测方法。目前国内外还未对氟喹诺酮类抗生素在环境（地表水、地下水 and 土壤等介质）中的残留限量做出明确的规定或制订相应的标准。

目前，现有的污水处理工艺不能实现氟喹诺酮类抗生素的完全去除，大量氟喹诺酮类抗生素进入环境，在环境中的检出率较高。2014 年，华东理工大学、同济大学和清华大学的学者合作在《科学通报》发表了一篇关于我国地表水中药物和个人护理品（PPCPs）研究进展的文章，汇总了近年来我国地表水中抗生素药物的监测和检出情况。文章指出，我国地表水中有 68 种 PPCPs 被检出，在报道最多的 10 种抗生素中就有 3 种属于氟喹诺酮类抗生素，这充分说明氟喹诺酮类抗生素在抗生素中的重要地位。

综上所述，对环境中氟喹诺酮类抗生素实施科学管控已势在必行。但是国内目前尚未出台测定环境中氟喹诺酮类抗生素的国家标准和行业标准，现阶段各科研院所用于研究抗生素工作的检测方法不一，质控措施不齐，不能保证数据质量和可比性，无法真正发挥检测方法在氟喹诺酮类抗生素科学管理中的支撑作用，因此迫切需要建立一套准确可靠且普

适性强的水质氟喹诺酮类抗生素标准检测分析方法，为水环境中氟喹诺酮类抗生素的污染状况调查提供有力抓手，为推动我国开展氟喹诺酮类抗生素化学品监管提供可靠的数据基础，也为我国水质氟喹诺酮类抗生素监测监管提供技术支撑。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

氟喹诺酮类抗生素是一类新污染物，国内和国际有关抗生素的标准方法十分有限。2007年，美国环境保护局颁布了《EPA Method 1694: Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids by HPLC/MS/MS》，该方法采用高效液相色谱-串联质谱测定水、土壤、沉积物及生物固体中包括抗生素、镇痛剂、抗酸剂等74种药物，并根据萃取时pH的酸碱性，仪器分析时ESI源的正负性，以及流动相是否需要添加挥发性酸或盐，将所有目标物分为四组。其中氟喹诺酮类抗生素在酸性条件下萃取，流动相为甲酸铵/甲酸缓冲溶液和乙腈/甲醇的有机相，扫描模式为ESI+模式。前处理方式为：取1L水样过滤去除水中的悬浮物，加入盐酸调pH值为2，加入回收率指示物（ ^{13}C 稳定同位素标记物），经填固相萃取柱（SPE）萃取，使用少量的甲醇淋洗。水浴条件下氮吹浓缩，加入内标指示物（ $^{13}\text{C}_3$ -阿特拉津），使用甲醇/水混合溶液定容，由LC-MS/MS检测分析。该方法给出了7种氟喹诺酮类抗生素的保留时间、母离子、子离子、定量关系、方法检出限、最低定量水平及各目标化合物的质控信息，其中水相中各目标化合物的检出限（MDL）为1.8 ng/L~170 ng/L，实际样品的回收率为5%~200%，见表4和表5。

表4 EPA 1694-2007方法中氟喹诺酮类抗生素相关检测信息

化合物名称	保留时间 (min)	质荷比 (m/z)	定量参考	水 (ng/L)	
				方法检出限	最低定量水平
诺氟沙星	10.7	320.0>302.0	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	28	50
氧氟沙星	10.8	362.2>318.0	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	1.8	5
环丙沙星	10.9	332.2>314.2	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	5.1	20
洛美沙星	11.2	352.2>308.1	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	4.9	10
恩诺沙星	11.5	360.0>316.0	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	5.2	10
沙拉沙星	11.9	386.0>299.0	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	170	200
克林沙星	12.1	366.3>348.1	$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	6.9	20
$^{13}\text{C}_3$ - ^{15}N -环丙沙星	10.9	336.1>318.0	$^{13}\text{C}_3$ -阿特拉津	/	/

表5 美国 EPA 1694-2007方法中各目标化合物的质控信息

化合物名称	标准中间点 回收率 (%)	初始精密度和准确度		OPR (%)	样品中标记的化合物回收率 (%)
		相对标准偏差 (%)	回收率 (%)		
环丙沙星	70~130	30	55~108	50~120	—
克林沙星	70~130	37	6~180	5~200	—
恩诺沙星	70~130	30	55~113	50~125	—
洛美沙星	70~130	33	19~180	17~200	—

化合物名称	标准中间点 回收率 (%)	初始精密度和准确度		OPR (%)	样品中标记的化合 物回收率 (%)
		相对标准偏差 (%)	回收率 (%)		
诺氟沙星	70~130	30	55~121	50~135	—
氧氟沙星	70~130	30	55~180	50~200	—
沙拉沙星	70~130	32	18~180	17~200	—
¹³ C ₃ - ¹⁵ N-环丙沙星	70~130	34	6~180	5~200	37~181

EPA 1694 为分析不同环境介质中常见抗生素类化合物提供一定的指导，但也存在一些不足之处，一是涉及的化合物种类繁多，理化性质差异大，同一方法很难满足多组分抗生素的检测分析需求；二是选用的提取内标和进样内标有待进一步优化，以降低基质影响；三是适用水体类别单一，未包含工业废水、农业废水和海水等基质复杂水体。编制组在借鉴该方法的同时，以水环境中常见氟喹诺酮类抗生素为研究对象，针对我国氟喹诺酮类抗生素污染特点，对前处理和仪器测定条件进行优化，制订水质氟喹诺酮类抗生素的检测标准，为我国开展氟喹诺酮类抗生素的监测监管提供技术支撑。

3.2 国内相关分析方法研究

目前国内实施的国家标准、行业标准及地方标准多由国家标准化管理委员会、国家质量监督检验检疫总局、农业部及省级市场监督管理局和质量技术监督局颁布，且多用于饲料、食品、水产品中抗生素含量的检测，具体详见表 6。其中涉及水环境中氟喹诺酮类抗生素的只有 4 项地方标准，具体如下：

一是新疆维吾尔自治区地方标准。2016 年，新疆维吾尔自治区出台了《水质 多种药物残留的测定 液相色谱串联质谱法》（DB65/T 39511-2016）。标准采用 HLB 固相萃取柱对水样中 9 种氟喹诺酮类抗生素（沙拉沙星、达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、依诺沙星、氧氟沙星、双氟沙星和培氟沙星）进行富集净化，并用甲醇洗脱，洗脱液经液相色谱-串联质谱仪测定，9 种氟喹诺酮类抗生素方法检出限均为 0.04 μg/L（取样体积为 100 ml）。该标准使用外标法定量，易受干扰，灵敏度低，方法检出限偏高，且适用范围较窄，仅适用于饮用水、地表水及生活污水，未包含地下水、工业废水、农业废水和海水。此外，该标准还存在缺少方法精密度和正确度数据，质量保证和质量控制要求不明确。

二是吉林省地方标准。2017 年，吉林省出台了《生活饮用水及水源水中 10 种抗生素的检验方法 超高效液相色谱-质谱/质谱法》（DB22/T 2838-2017）。该标准采用 HLB 固相萃取柱对水样中氧氟沙星进行富集净化，并用 5%氨水甲醇溶液洗脱，洗脱液经超高效液相色谱质谱联用仪分析。该标准使用外标法定量，易受干扰，灵敏度低，方法检出限偏高（0.07 μg/L，取样体积为 1000 ml）。此外，该标准仅适用于生活饮用水及水源水中氧氟沙星 1 种氟喹诺酮类抗生素的测定，适用范围较窄。

三是山东省地方标准。2019 年，山东省出台了《水质 磺胺类、喹诺酮类和大环内酯类抗生素的测定 固相萃取液相色谱-三重四极杆质谱法》（DB37/T 3738-2019）。该标准将水样调节为酸性（pH 范围为 2~4）后，经 HLB 固相萃取柱富集和净化，用甲醇洗脱目标化合物，洗脱液经液相色谱-三重四极杆质谱法进行测定。该标准只规定了诺氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、氟罗沙星等 4 种氟喹诺酮类抗生素的检测分析，未包含第四代喹诺酮

类抗生素，且适用范围仅限于地表水、地下水、生活污水和工业废水，未包含海水及农业废水。

四是江苏省地方标准。2020年，江苏省出台了《渔业养殖用水中喹诺酮类抗生素测定液相色谱-串联质谱法》（DB32/T 3771-2020）。该标准适用于渔业养殖用水中14种氟喹诺酮类抗生素残留量的测定。水样用混合纤维素滤膜过滤后，经固相萃取柱富集、洗脱和净化，使用液相色谱-串联质谱仪测定，内标法定量。虽然该标准涵盖的氟喹诺酮类抗生素种量较多，但只适用于渔业养殖用水，未包含地表水、地下水、生活污水、工业废水及海水等水体。

本标准在研究制订过程中，一方面参考了美国EPA 1694-2007、DB65/T 39511-2016、DB22/T 2838-2017、DB37/T 3738-2019及DB32/T 3771-2020等标准方法中关于样品保存、内标物选择、质控措施等相关实验和研究成果，另一方面根据我国抗生素使用情况，增加我国畜牧业和养殖业常用的氟喹诺酮类抗生素种类，扩大了标准适用范围。在实验过程中，对样品保存时间及条件、基质干扰情况、样品前处理方式、固相萃取柱选择、上样流速、淋洗和洗脱条件、液相色谱和质谱条件等关键技术参数进行了优化探索，在此基础上，建立了适用于我国水质中17种氟喹诺酮类抗生素测定的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准方法中所使用的试剂和标准品均有商售，前处理设备和分析仪器等均为目前省市级生态环境监测实验室能力建设必备设备，且本标准方法在验证时使用了不同品牌的仪器设备。因此，该方法在环境监测领域普适性良好，易于推广使用。

表 6 国内外测定氟喹诺酮类抗生素的标准分析方法

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
1	国家标准化管理委员会和国家质量监督检验检疫总局	GB/T 23412-2009	蜂蜜中 19 种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、双氟沙星、噁喹酸、氟甲喹、沙拉沙星、司帕沙星、丹氟沙星、氟罗沙星、马波沙星、伊诺沙星、奥比沙星、吡哌酸、培氟沙星、洛美沙星、西诺沙星、萘啶酸	固相萃取	LC-MS/MS	19 种喹诺酮方法测定低限为 1.0 μg/kg。	蜂蜜
2	国家标准化管理委员会和国家质量监督检验检疫总局	GB/T 23411-2009	蜂王浆中 17 种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、双氟沙星、氟甲喹、沙拉沙星、司帕沙星、丹氟沙星、氟罗沙星、马波沙星、伊诺沙星、奥比沙星、吡哌酸、培氟沙星、洛美沙星、萘啶酸	固相萃取	LC-MS/MS	17 种喹诺酮方法测定低限均为 2.5 μg/kg。	蜂蜜
3	国家标准化管理委员会和国家质量监督检验检疫总局	GB/T 22985-2008	牛奶和奶粉中恩诺沙星、达氟沙星、环丙沙星、沙拉沙星、奥比沙星、二氟沙星和麻保沙星残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	恩诺沙星、达氟沙星、环丙沙星、沙拉沙星、奥比沙星、二氟沙星和麻保沙星	固相萃取	LC-MS/MS	7 种喹诺酮方法检出限为 1 μg/kg~4 μg/kg。	牛奶 奶粉
4	国家标准化管理委员会和国家质量监督检验检疫总局	GB/T 21312-2007	动物源性食品中 14 种喹诺酮类药物残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	恩诺沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、依诺沙星、洛美沙星、吡哌酸、萘啶酸、奥索利酸、氟甲喹、西诺沙星、单诺沙星	固相萃取	LC-MS/MS	动物组织中 14 种喹诺酮检出限 :1.0 μg/kg ~ 3.0 μg/kg; 鸡蛋和牛奶中 14 种喹诺酮检出限 :0.5 μg/kg~1.5 μg/kg。	食品
5	国家质量监督检验	GB/T 20757-2006	蜂蜜中十四种喹诺酮类药物残留	依诺沙星、诺氟沙星、麻保沙	固相萃取	LC-MS/MS	14 种喹诺酮方法检出限为	蜂蜜

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
	检疫总局		量的测定 液相色谱-串联质谱法	星、氟罗沙星环丙沙星、氧氟沙星、单诺沙星、恩诺沙星、奥比沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星、噁喹酸、氟甲喹			2.0 µg/kg。	
6	中华人民共和国农业部、 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会	GB 29692-2013	牛奶中喹诺酮类药物多残留的测定 高效液相色谱法	环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、二氟沙星	离心过滤	HPLC	环丙沙星、恩诺沙星、沙拉沙星和二氟沙星的检测限为 5 µg/kg，定量限为 10 µg/kg；达氟沙星的检测限为 1 µg/kg，定量限为 2 µg/kg。	食品
7	国家质量监督检验检疫总局	SN/T 3649-2013	饲料中氟喹诺酮类药物含量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、单诺沙星、麻保沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星、奥比沙星、氟罗沙星、洛美沙星、依诺沙星	固相萃取	LC-MS/MS	13 种喹诺酮方法检出限为 0.5 mg/kg。	饲料
8	国家质量监督检验检疫总局	SN/T 3645-2013	口腔卫生产品中十三种抗生素药物的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	诺氟沙星、氧氟沙星	震荡离心	LC-MS/MS	诺氟沙星和氧氟沙星方法测定低限 10 mg/kg。	牙膏 漱口水
9	国家质量监督检验检疫总局	SN/T 3155-2012	出口猪肉、虾、蜂蜜中多类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	麻保沙星、依诺沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、恶喹酸、萘啶酸、氟甲喹	固相萃取	LC-MS/MS	15 种喹诺酮方法测定低限为 2 µg/kg。	食品
10	国家质量监督检验检疫总局	SN/T 1751.3-2011	进出口动物源性食品中喹诺酮类	环丙沙星、丹诺沙星、恩诺沙	固相萃取	HPLC		食品

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
	检疫总局		药物残留量的测定 第3部分： 高效液相色谱法	星、沙拉沙星、氟甲喹、诺氟沙星、二氟沙星、麻保沙星、恶喹酸、萘啶酸、培氟沙星、司帕沙星、奥比沙星、氟罗沙星、洛美沙星			15种喹诺酮方法测定低限为0.2 μg/kg~50 μg/kg。	
11	国家质量监督检验检疫总局	SN/T 1751.2-2007	进出口动物源性食品中喹诺酮类药物残留量检测方法 第2部分：液相色谱-质谱/质谱法	萘啶酸、恶喹酸、氟甲喹、诺氟沙星、依诺沙星、环丙沙星、洛美沙星、丹诺沙星、恩诺沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、二氟沙星、麻保沙星、培氟沙星、司帕沙星、奥比沙星	固相萃取	LC-MS/MS	16种喹诺酮方法测定低限为10 μg/kg。	食品
12	国家质量监督检验检疫总局	SN/T 2578-2010	进出口蜂王浆中15种喹诺酮类药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	麻保沙星、依诺沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、恶喹酸、萘啶酸、氟甲喹	固相萃取	LC-MS/MS	15种喹诺酮测定低限为5 μg/kg。	蜂蜜
13	海关总署	SN/T 5122-2019	进出口食用动物、饲料喹诺酮类筛选检测 胶体金免疫层析法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、达氟沙星、伊诺沙星、培氟沙星、氧氟沙星、氟甲喹、恶喹酸	固相萃取	胶体金免疫层析法	动物组织中9种喹诺酮方法检测限为10 μg/kg；动物血浆中9种喹诺酮方法检测限为50 μg/kg；动物尿液中9种喹诺酮方法检测限为100 μg/kg~150 μg/kg；饲料中9种喹诺酮方法检测限为300	食用动物饲料

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
							μg/kg。	
14	国家市场监督管理总局	BJS 201909	豆制品、火锅、麻辣烫等食品中喹诺酮类化合物的测定	诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、培氟沙星、氟罗沙星、沙拉沙星、双氟沙星、司帕沙星、环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星	固相萃取	LC-MS	11种喹诺酮方法检出限为5μg/kg~7.5 μg/kg。	食品
15	国家市场监督管理总局	KJ 201906	动物源性食品中喹诺酮类物质的快速检测 胶体金免疫层析法	洛美沙星、培氟沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、达氟沙星、二氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、氟甲喹、恶喹酸	离心过滤	胶体金免疫层析法	10种喹诺酮方法检出限为3 μg/kg。	食品
16	农业部	农业部 1025 号公告-14-2008	动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测 高效液相色谱法	达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星	固相萃取	HPLC	4种喹诺酮方法检出限为20 μg/kg。	畜禽组织
17	农业部	农业部 1025 号公告-25-2008	动物源食品中恩诺沙星残留检测 酶联免疫吸附法	恩诺沙星	离心稀释	酶联免疫吸附法	恩诺沙星方法定量限为10 μg/kg。	食品
18	农业部	农业部 781 号公告-6-2006	鸡蛋中氟喹诺酮类药物残留量的测定 高效液相色谱法	环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、沙拉沙星	固相萃取	HPLC	4种喹诺酮方法检出限为2 μg/kg~10 μg/kg。	鸡蛋
19	农业部	农业部 1025 号公告-8-2008	动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测酶联免疫吸附法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、洛美沙星、恶喹酸、依诺沙星、培氟沙星、达氟沙星、氟甲喹、麻保沙星、氨氟沙星	离心稀释	酶联免疫吸附法	组织（猪肌肉/肝脏、鸡肌肉/肝脏、鱼、虾）中12种氟喹诺酮检测限为3 μg/kg；蜂蜜样品中12种氟喹诺酮检测限为5 μg/kg；鸡蛋样品中12种氟喹诺酮类的检测限2 μg/kg。	食品
20	农业部	农业部 2086 号公告-4-2014	饲料中氟喹诺酮类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	恩诺沙星、盐酸环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、甲磺酸达氟沙	固相萃取	LC-MS/MS	6种喹诺酮方法检出限均为60 μg/kg；方法定量限	饲料

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
				星、盐酸沙拉沙星			为 20 µg/kg。	
21	农业部	农业农村部公告第 301 号	恩诺沙星残留检测方法标准	恩诺沙星、环丙沙星	固相萃取	LC-MS	恩诺沙星、环丙沙星方法检出限为 10 µg/kg。	畜禽组织
22	农业部	农业部公告第 1924 号	氟苯尼考粉和氟苯尼考预混剂中非法添加氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星的检查方法	氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星	固相萃取	HPLC	4 种喹诺酮方法检出限为 0.5 mg/g。	氟苯尼考粉 氟苯尼考预混剂
23	农业部	农业部 1077 号公告-7-2008	水产品中恩诺沙星、诺氟沙星和环丙沙星残留的快速筛选测定 胶体金免疫渗滤法	恩诺沙星、诺氟沙星和环丙沙星	离心过滤	胶体金免疫渗滤法	恩诺沙星、环丙沙星方法检出限为 10 µg/L，诺氟沙星方法检出限为 20 µg/L。	水产品
24	农业部	农业部 1077 号公告-1-2008	水产品中 17 种磺胺类及 15 种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	氟罗沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、依诺沙星、环丙沙星、恩诺沙星、洛美沙星、丹诺沙星、奥比沙星、双氟沙星、沙拉沙星、司帕沙星、噁喹酸、氟甲喹、培氟沙星	液液萃取	LC-MS/MS	15 种喹诺酮方法检出限为 1.0 µg/kg，定量限 2.0 µg/kg。	水产品
25	农业部	农业部 783 号公告-2-2006	水产品中诺氟沙星、盐酸环丙沙星、恩诺沙星残留量的测定 高效液相色谱法	诺氟沙星、盐酸环丙沙星、恩诺沙星	离心过滤	HPLC	3 种喹诺酮方法检出限为 1 µg/kg~5.0 µg/kg。	水产品
26	农业部	农业部 2349 号公告-5-2015	饲料中磺胺类和喹诺酮类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	萘啶酸、噁喹酸、氟甲喹、诺氟沙星、环丙沙星、培氟沙星、西诺沙星、洛美沙星、恩诺沙星、那氟沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、二氟沙星	固相萃取	LC-MS/MS	方法检出限为 0.05 µg/kg，定量限 0.1 µg/kg。	饲料
27	农业部、国家卫生	GB 29692-2013	牛奶中喹诺酮类药物多残留的测	环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙	固相萃取	HPLC	5 种喹诺酮方法检出限为	牛奶

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
	和计划生育委员会		定 高效液相色谱法	星、沙拉沙星、二氟沙星			1 μg/kg~5 μg/kg。	
28	中国兽医药品监察所	22 兽药残留检测标准操作规程-2008	动物源食品中恩诺沙星和环丙沙星的残留检测方法-高效液相色谱法	恩诺沙星、环丙沙星	固相萃取	HPLC	恩诺沙星和环丙沙星方法检出限为均为 20 μg/kg。	食品
29	中国兽医药品监察所	21 兽药残留检测标准操作规程-2008	动物源食品中达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星和沙拉沙星的残留检测方法-高效液相色谱法	达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星	固相萃取	HPLC	4 种喹诺酮方法检出限为均为 20 μg/kg。	食品
30	中国兽医药品监察所	15 兽药残留检测标准操作规程-2008	猪肉中恩诺沙星残留检测方法-酶联免疫吸附法	恩诺沙星	固相萃取	酶联免疫吸附法	恩诺沙星方法检出限为 20 μg/kg。	食品
31	湖南省质量技术监督局	DB43/T 702-2012	饲料中氟喹诺酮的测定 高效液相色谱法	达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星	固相萃取	HPLC	4 种喹诺酮方法检出限为 0.2 mg/kg~1.0 mg/kg。	饲料
32	福建省质量技术监督局	DB 35/T 898-2009	水产品中喹诺酮类药物残留量的测定 高效液相色谱法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、噁喹酸、氟甲喹	液液萃取	HPLC	6 种喹诺酮方法检出限为 2.5 μg/kg~5 μg/kg。	水产品
33	河北省质量技术监督局	DB 13/T 1384.7-2011	饲料中恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星的测定	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星	固相萃取	LC-MS/MS	3 种喹诺酮方法检出限为 10.0 μg/kg。	饲料
34	吉林省质量技术监督局	DB22/T 2838-2017	生活饮用水及水源水中 10 种抗生素的检验方法 超高效液相色谱-质谱/质谱法	氧氟沙星	固相萃取	HPLC-MS/MS	氧氟沙星最低检测质量浓度为 0.03 μg/L。	饮用水 水源水
35	吉林省质量技术监督局	DB 22/T 1997-2014	饲料中恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星的测定 液相色谱-串联质谱法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星	固相萃取	LC-MS/MS	3 种喹诺酮方法检出限为 10 μg/kg。	饲料
36	江苏省市场监督管理局	DB32/T 3771-2020	渔业养殖用水中喹诺酮类抗生素测定液相色谱-串联质谱法	恩诺沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、依诺沙星、洛美沙星、萘啶酸、恶喹酸、氟甲喹、丹诺沙	固相萃取	LC-MS/MS	16 种喹诺酮方法定量限为 10 ng/L。	渔业用水

序号	发布部门	标准编号	方法名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	主要性能参数	适用范围
				星、双氟沙星、奥比沙星、司帕沙星、氟罗沙星				
37	山东省生态环境监测中心	DB37/T 3738-2019	水质磺胺类、喹诺酮类和大环内酯类抗生素的测定 固相萃取/液相色谱-三重四极杆质谱法	诺氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、氟罗沙星	固相萃取	LC-MS/MS	4种喹诺酮方法检出限为0.001 μg/L~0.007 μg/L；测定下限为0.004 μg/L~0.028 μg/L。	水
38	河北省市场监督管理局	DB13/T 5143-2019	畜禽组织及体液中多种抗生素残留快速检测 微生物抑制法	达氟沙星、二氟沙星、恩诺沙星、氟甲喹、沙拉沙星、洛美沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、恶喹酸	离心稀释	微生物抑制法	10种喹诺酮方法检出限为1 μg/kg~400 μg/kg。	畜禽组织及体液
39	美国环境保护局	Method 1694-2007	水、土壤、沉积物和生物固体中的药品和个人护理产品 高效液相色谱-串联质谱法	环丙沙星、恩诺沙星、氟甲喹、洛美沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、沙拉沙星	固相萃取	HPLC-MS/MS	7种氟喹诺酮类方法检出限为1.8 ng/L~170 ng/L。	水 土壤 沉积物 生物固体
40	日本	JAP-126	沙拉沙星和达氟沙星检测方法	沙拉沙星、达氟沙星	液液萃取	HPLC和LC-MS	方法检出限为0.001 mg/kg~0.005 mg/kg。	畜禽组织
41	中国标准出版社	水产品质量安全检验手册 5.4.1.0-2005	水产品中药物残留检验 第七节 水产品中喹诺酮类残留量的测定一、恩诺沙星、环丙沙星残留量的测定 液相色谱-荧光检测法	恩诺沙星、环丙沙星	离心过滤	液相色谱-荧光检测法	恩诺沙星、环丙沙星方法检出限为20 μg/kg。	水产品
42	中国标准出版社	水产品中药物残留检验	第五章 水产品中药物残留检验 第七节 水产品中喹诺酮类残留量的测定二、恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星残留量的测定 液相色谱-荧光检测法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星	离心过滤	液相色谱-荧光检测法	恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星方法检出限25 μg/kg。	水产品

3.3 文献资料研究

3.3.1 氟喹诺酮类抗生素常用检测方法

氟喹诺酮类抗生素具有一定的极性，不易挥发和气化，难以用气相色谱法（GC）、气相色谱-质谱法（GC-MS）和气相色谱-串联质谱法（GC-MS/MS）进行检测。目前测定氟喹诺酮类抗生素的方法主要有荧光分光光度法（SPF）、微生物检测法（MB）、免疫分析测定法（IM）、酶联免疫法（ELISA）、液相色谱法（LC）、液相色谱-质谱法（LC-MS）、液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）等，见表7。

3.3.2 常用检测方法优缺点

3.3.2.1 荧光分光光度法

荧光分光光度法是根据物质的荧光谱线位置及其强度进行物质鉴定和含量测定的方法。由于不同的物质其组成与结构不同，所吸收的紫外-可见光波长和发射光的波长也不同。同一种物质应具有相同的激发光谱和荧光光谱，通过比较未知物的光谱形状、位置与标准物质的光谱进行定性分析。Waggoner 和 Bowman 用二氯甲烷和甲醇对雏鸡和鸭组织中恩诺沙星进行提取，用荧光分光光度法进行检测。该方法操作复杂、耗时长。

3.3.2.2 微生物检测法

微生物检测法是利用对抗菌药物敏感的菌株作为指示生物体，将提取液和标准溶液对照，再根据最低抑菌浓度推算出提取液中的药物浓度。该方法是一种半定量技术，易出现假阳性，存在检测限较高，特异性不强，灵敏度不够，前处理耗时长等不足，适用于畜禽组织中抗菌药物的快速筛选检验。

3.3.2.3 免疫分析测定法

免疫分析测定法广泛应用于临床诊断领域，最近被应用于可食用组织中药物的残留检测。该方法使用特定的抗体识别目标药物，目标药物和标记药物互相竞争性地与特异性抗体进行结合，形成药物抗体复合物，通过复合物和酶结合显示的颜色或底物的颜色来进行分析。氟喹诺酮类抗生素结构中含有羧基，多采用氟喹诺酮类抗生素羧基与载体蛋白质游离氨基的缩合反应，将氟喹诺酮类抗生素与载体连接合成人工抗原。由于氟喹诺酮类抗生素主要结构部分相同或相近，存在一定交叉反应，因此该方法不适用于残留确证，只适用于快速筛选。

3.3.2.4 酶联免疫法

酶联免疫法是一种常见的生物检测技术手段。该方法操作简单、特异性较强。在酶催化作用下，底物发生有色反应，以此来判定试样中药物的含量，适合大批量样品的快速筛查。但该方法对抗体的特异性、酶的灵敏度和活性都有较高的要求，准确度有所欠缺。

3.3.2.5 液相色谱法

液相色谱法是医药行业测定抗生素的普遍方法，药典上规定了多种抗生素的液相色谱测定方法。该方法具有操作容易、分离效果好、灵敏度较高等特点，但选择性差，易受干

扰，不适用测定复杂基质水体中痕量抗生素。

3.3.2.6 液相色谱-质谱法

随着液相色谱-质谱法（LC-MS）相关技术的应用，国内外学者开始借助 LC-MS 的高灵敏度，建立一些环境中样品的检测方法。尤其是超高效液相色谱与串联四极杆质谱联用（HPLC-MS/MS）能够充分发挥超高效液相色谱的高速、高分离度与串联质谱的高选择性、高灵敏度的优势，采用多反应监测扫描方式可提供特征的母离子及其子离子信息，为目标化合物的定性、定量提供了可靠依据。2003 年，Reverte 等应用 HPLC-MS 技术，以乙腈和 0.1%乙酸溶液为流动相，采用梯度洗脱方法，成功的检测了污水处理厂进水口和出水口中的四环素及喹诺酮类抗生素残留。2007 年，美国环境保护局颁布的 EPA 1694 方法，采用 HPLC-MS/MS 方法测定水、土壤、沉积物及生物固体中 PPCPs。近年来 HPLC-MS/MS 方法已成为抗生素测定的主流方法。

LC-MS 具有方便、快速、灵敏、抗干扰强、离子化效率高、灵敏度高等优势，易于推广，应用前景广泛。随着仪器的发展，液相色谱质谱联用仪应用逐步广泛，目前国内许多生态环境监测站都配置了高效液相色谱-三重四极杆质谱仪，并采用高效液相色谱-三重四极杆质谱法测定水质中抗生素。

综上所述，本标准采用高效液相色谱-三重四极杆质谱法测定水质氟喹诺酮类抗生素，采集后的样品可先用直接进样法分析，并根据分析结果和实际需求考虑是否选择用固相萃取法分析。

表 7 国内外水体中氟喹诺酮类抗生素相关文献

序号	文献名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	水体类型	参考文献
1	HPLC-MS/MS 法联合分析环境水体中喹诺酮类抗生素和雌激素	氟罗沙星、氧氟沙星、依诺沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、洛美沙星、单诺沙星、奥比沙星、沙拉沙星、司帕沙星、双氟沙星、麻保沙星、噁啉酸、氟甲喹	固相萃取	HPLC-MS/MS	海水	[32]
2	高效液相色谱-质谱联用法同时检测水体中 14 种喹诺酮类药物残留	氧氟沙星、恩诺沙星、洛美沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氟甲喹、加替沙星、环丙沙星、奥比沙星、麻保沙星、培氟沙星、氟罗沙星、依诺沙星、单诺沙星	过滤	HPLC-MS/MS	地表水、生活污水	[33]
3	重庆主城区水域典型 PhACs 污染水平及生态风险评估	诺氟沙星、氧氟沙星、莫西沙星	固相萃取	HPLC-MS/MS	地表水、污水	[34]
4	珠江口海水养殖区水体、沉积物及水产品中抗生素的分布	诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星、氟甲喹	固相萃取	HPLC-MS/MS	养殖废水	[35]
5	松花江哈尔滨段及阿什河抗生素的分布规律与生态风险评估	氧氟沙星、诺氟沙星	固相萃取	HPLC-MS/MS	地表水	[36]
6	固相萃取-高效液相色谱串联质谱法测定环境水样中 14 种抗生素	左氧氟沙星	固相萃取	HPLC-MS/MS	地表水	[37]
7	氟喹诺酮类在环境中的分布及去除研究进展	诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、沙拉沙星	/	/	地表水、养殖废水、生活污水	[38]
8	南方典型水源地及水产养殖区抗生素的复合污染特征及生态风险	氟罗沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、洛美沙星、马波沙星、沙拉沙星、双氟沙星	固相萃取	HPLC-MS/MS	地表水、养殖废水	[39]
9	分散液液微萃取-高效液相色谱联用测定水样中的氟喹诺酮类药物	司帕沙星、氧氟沙星、依诺沙星、洛美沙星、加替沙星、环丙沙星	分散液液微萃取	HPLC	地表水、养殖废水	[40]
10	上海市崇明岛养殖场周边环境氟喹诺酮类抗生素的含量特征	氧氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星	固相萃取	LC-MS/MS	地表水、养殖废水	[41]
11	广州市南沙水产养殖区抗生素的残留特性	诺氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、洛美沙星、恩诺沙星、氟罗	固相萃取	HPLC-MS/MS	养殖废水	[42]

序号	文献名称	涉及的氟喹诺酮类抗生素	前处理方法	分析方法	水体类型	参考文献
		沙星、达氟沙星、培氟沙星、马波沙星、沙拉沙星、				
12	高效液相色谱-串联质谱法同时检测水中 17 种抗生素	诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星、洛美沙星、恩氟沙星	固相萃取	LC-MS/MS	地表水	[43]
13	城市污水中氟喹诺酮类抗生素药物的来源与去除研究进展	环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、恩诺沙星	/	/	生活污水	[44]
14	高效液相色谱法快速筛查环境水体中 16 种氟喹诺酮类抗生素及质谱确证	萘啶酸、噁啶酸、氟甲喹、诺氟沙星、依诺沙星、环丙沙星、洛美沙星、丹诺沙星、恩诺沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、二氟沙星、麻保沙星、培氟沙星、司帕沙星、奥比沙星	固相萃取	HPLC	地表水	[51]

4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制订的基本原则

本标准依据《关于印发<国家生态环境标准制修订工作规则>的通知》（国环法规规〔2020〕4号）、《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》（GB/T 20001.4-2015）、《标准化工作导则》（GB/T 1.1-2020）及《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，及国内相关检测分析方法，制定符合我国现阶段分析能力的检测方法。标准制订的基本原则如下：

（1）方法的检出限和测定范围满足相关生态环境标准和环境管理工作的要求

目前，我国现行的《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）、《污水综合排放标准》（GB 8978-1996）、《城市污水再生利用 景观环境用水水质》（GB/T 18921-2019）、《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB 18918-2002）和《化学合成类制药工业水污染物排放标准》（GB 21904-2008）均未对氟喹诺酮类抗生素做出相关规定，本标准根据项目承担单位和6家方法验证单位测定结果综合确定方法检出限，力求本标准17种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限和测定范围既能满足不同实验室检测要求，又能兼顾不同水体的检测需求。

（2）制订的方法准确可靠，能够满足各项方法特性指标的要求

本标准编制有详实的质量控制和质量保证措施，并通过实验室内和实验室间对空白加标样、实际样品及加标样的测定分析，确保本标准方法准确可靠，精密度、正确度等方法特性指标满足要求。

（3）制订的方法具有普适性、可操作性，易于推广使用

结合高效液相色谱-三重四极杆质谱仪发展现状和国内生态环境监测机构能力建设水平，综合考虑本标准方法的应用对象和前景，确保制订的标准文本内容专业易懂，方法具有可操作性，并能与实验室仪器设备和技术能力要求相匹配，适应我国生态环境监测技术和环境发展需要。

4.2 标准制订的技术路线

通过调研国内外关于氟喹诺酮类抗生素的分析方法，发现主要以选择性好、灵敏度高的液相色谱-三重四极杆质谱法为主。本研究参考借鉴 EPA 1694、DB65/T 39511-2017、DB22/T 2838-2017、DB37/T 3738-2019 及 DB32/T 3771-2020 的前处理和仪器测定方法，对标准使用液和水样的保存条件、保存时间开展实验研究，对前处理及仪器测定条件逐一进行优化和验证，建立适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水、农业废水和海水中17种氟喹诺酮类抗生素测定的高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法。此外，通过实验确定方法的精密度、正确度、检出限等技术特性指标，完善质量保证和质量控制内容，保证标准方法的科学性、规范性、普适性和可操作性。技术路线见图3。

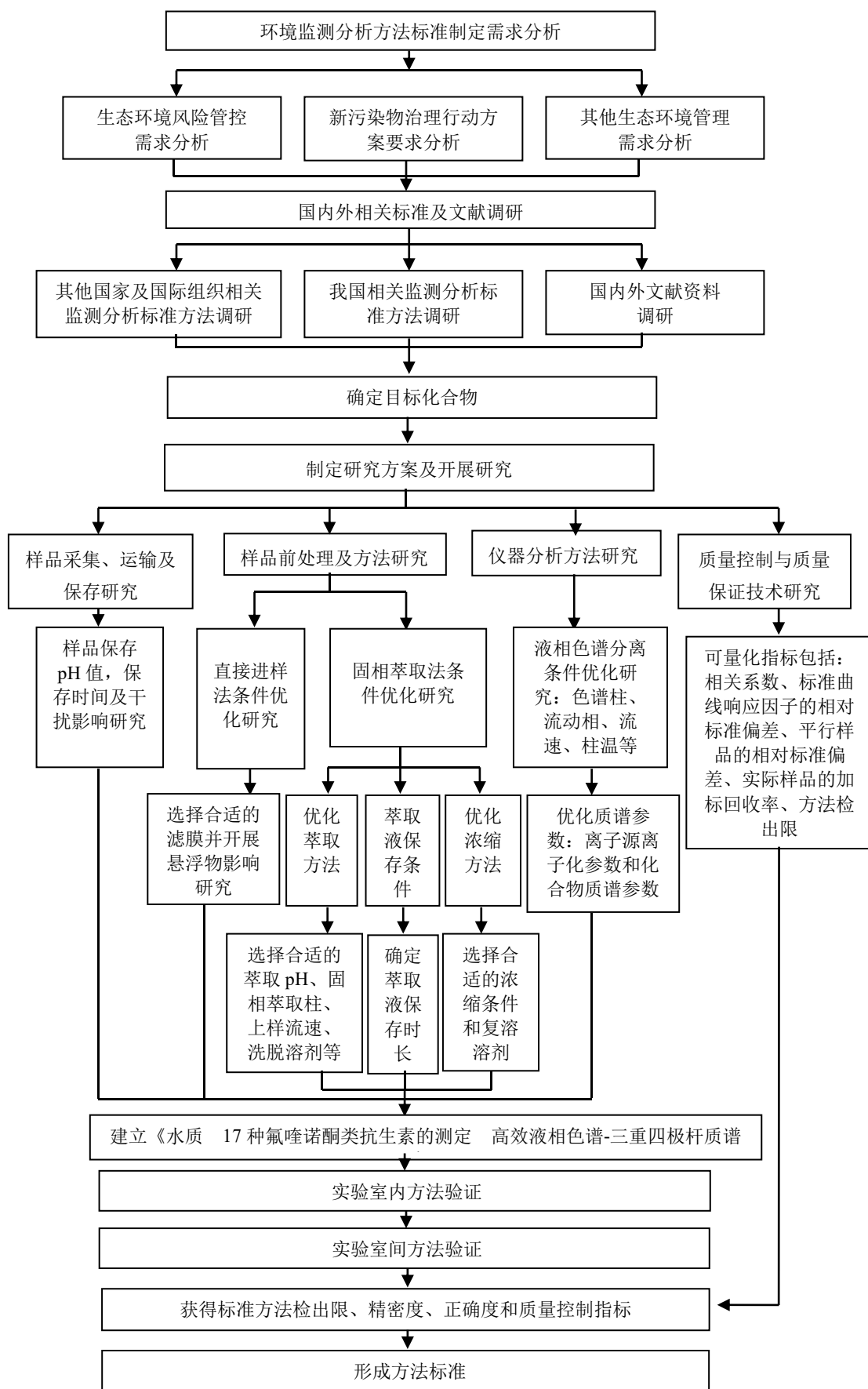


图3 标准制订技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

5.1.1 方法标准适用的环境要素及被测目标化合物

本标准规定了地下水、地表水、生活污水、工业废水、农业废水和海水中氟罗沙星、氧氟沙星、培氟沙星、依诺沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、达氟沙星、马波沙星、洛美沙星、奥比沙星、二氟沙星、沙拉沙星、加替沙星、莫西沙星、氟甲喹和那氟沙星共 17 种氟喹诺酮类抗生素测定的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

5.1.2 目标化合物的确定依据和理由

氟喹诺酮类抗生素是使用最广泛的第三代和第四代喹诺酮类抗生素，其中第三代主要包括诺氟沙星、氧氟沙星、环丙沙星、洛美沙星、恩诺沙星、氟罗沙星、达氟沙星、培氟沙星和马波沙星等（图 4）；第四代主要包括莫西沙星、加替沙星和吉米沙星等（图 5）。

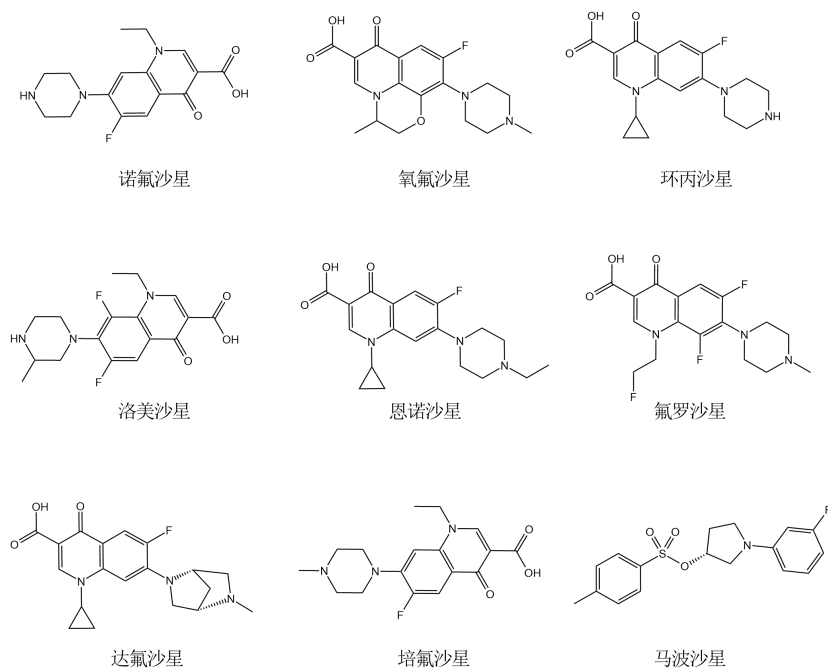


图 4 常见第三代氟喹诺酮类抗生素结构图



图 5 常见第四代氟喹诺酮类抗生素结构图

目前，我国颁布的生态环境质量标准和污染物排放标准均未对氟喹诺酮类抗生素做出相关规定，加上氟喹诺酮类抗生素种类较多，环境水体基质复杂，很难用同一种前处理和仪器方法对全部氟喹诺酮类抗生素进行有效测定。编制组梳理了国家标准化管理委员会、国家质量监督检验检疫总局、农业部及省级市场监督管理局和质量技术监督局等部门机构发布的相关标准，并对各氟喹诺酮类抗生素在相关标准中出现的频次进行了统计，具体详见表 8。

表 8 国内现行检测标准中各氟喹诺酮类抗生素出现频次统计表

序号	化合物名称	12 个发布标准	7 个检验检疫行标	8 个地方标准	6 个国家标准	8 个其他标准	出现总次数	标准总数	出现概率 (%)
1	恩诺沙星	12	7	6	6	8	39	42	92.9
2	环丙沙星	11	7	6	6	7	37	42	88.1
3	诺氟沙星	8	8	6	4	4	30	42	71.4
4	氧氟沙星	6	7	5	4	4	26	42	61.9
5	达氟沙星	6	7	3	6	3	25	42	59.5
6	沙拉沙星	6	6	3	6	3	24	42	57.1
7	二氟沙星	2	6	2	5	3	18	42	42.9
8	培氟沙星	3	4	2	6	3	18	42	42.9
9	洛美沙星	3	5	2	3	2	15	42	35.7
10	依诺沙星	2	6	1	4	1	14	42	33.3
11	氟甲喹	4	3	2	3	1	13	42	31.0
12	奥比沙星	1	5	1	4	0	11	42	26.2
13	氟罗沙星	1	2	2	3	2	10	42	23.8
14	马波沙星	1	5	0	4	0	10	42	23.8
15	那氟沙星	1	1	0	0	0	2	42	4.8
16	莫西沙星	0	0	0	0	1	1	42	2.4
17	司帕沙星	1	5	1	3	1	11	42	26.2
18	氨氟沙星	1	0	0	0	0	1	42	2.4
19	左氧氟沙星	0	1	0	0	0	1	42	2.4
20	芦氟沙星	0	1	0	0	0	1	42	2.4
21	吉米沙星	0	0	0	0	0	0	0	0
22	加替沙星	0	0	0	0	0	0	0	0

根据上述统计结果和标准物质的易获得性，结合以下几点因素综合确定本标准测定的目标化合物。一是**市场保有量和使用量**。根据调研资料显示，司帕沙星具有严重的光毒性和光过敏性，及导致患者心电图 QT 间期延长的副作用，可引起致命的心动过速，目前已被撤出市场，故未将其纳入本标准。二是在**水环境中的检出率和方法有效性**。2011 年颁布的《出口蜂王浆中氟喹诺酮类残留量测定方法 酶联免疫法》（SN/T 3027-2011）包含左氧氟沙星和芦氟沙星，其中芦氟沙星在环境水体检出率及检出浓度较低，因此本标准未将芦氟沙星纳入；氧氟沙星分为左氧氟沙星和右旋氧氟沙星，两者互为手性，理化性质非常相似。根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）对环境监测方法

应具有普适性的要求，本标准选用了目前各检测实验室通用的色谱柱和流动相，而非分离手性化合物所需的专用手性色谱柱和手性流动相，因此无法实现左氧氟沙星和右旋氧氟沙星的分离和准确定量，本标准仅以氧氟沙星作为目标化合物。三是目标化合物的代表性和本标准的适用性。吉米沙星和加替沙星是第四代氟喹诺酮类抗生素的代表物质，但吉米沙星的理化性质与本标准拟选择的其他 17 种氟喹诺酮类抗生素差异较大，无法使用同一分析方法进行检测，且在环境水体中检出率较低，因此也未将其纳入。

综上所述，编制组最终选取了氟罗沙星、氧氟沙星、培氟沙星、依诺沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、达氟沙星、马波沙星、洛美沙星、奥比沙星、二氟沙星、沙拉沙星、加替沙星、莫西沙星、氟甲喹和那氟沙星共 17 种氟喹诺酮类抗生素作为本标准的目标化合物，见表 1。

5.1.3 本标准拟达到的特性指标

根据编制组实验室内和 6 家验证单位实验室间的测定结果综合确定方法检出限，确保方法检出限能满足生态环境管理的需求，同时方法检出限、精密度和正确度满足实验室质量保证和质量控制要求。直接进样法：当进样体积为 5 μl 时，17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限为 2 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 8 $\mu\text{g/L}$ ；固相萃取法：当取样量为 1 L，定容体积为 1.0 ml，进样体积为 5 μl 时，17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限为 2 ng/L ，测定下限为 8 ng/L 。平行样的相对偏差应在 $\pm 40\%$ 以内，目标化合物及替代物的加标回收率应在 40%~150% 之间。

5.2 方法原理

直接进样法：酸性条件下，水样经过滤后直接进样，采用高效液相色谱-三重四极杆质谱法进行检测。根据保留时间和特征离子峰定性，内标法定量。

固相萃取法：酸性条件下，水样经过滤后采用固相萃取柱进行富集净化，当水样通过固相萃取柱时，目标化合物和干扰物质被固相萃取柱中的填料吸附，然后用弱洗脱能力的溶剂将保留较弱的干扰物质淋洗并弃之，再用含酸有机溶剂将目标化合物洗脱并收集，收集液经浓缩、定容和过膜后，采用高效液相色谱-三重四极杆质谱法进行检测。根据保留时间和特征离子峰定性，内标法定量。

5.3 试剂和材料

5.3.1 实验试剂

5.3.1.1 甲醇 (CH_3OH)：色谱纯。

5.3.1.2 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。

5.3.1.3 盐酸 (HCl)： $\rho=1.19 \text{ g/ml}$ ， $w \in [36.0\%, 38.0\%]$ ，优级纯。

5.3.1.4 甲酸铵 (HCOONH_4)：优级纯。

5.3.1.5 盐酸溶液。

量取适量盐酸 (5.3.1.3) 缓慢加入到水中，调节溶液 pH 值至 2.0 ± 0.5 。

5.3.1.6 甲酸铵/甲酸缓冲液： $c(\text{HCOONH}_4)=5 \text{ mmol/L}$ ， $\phi(\text{HCOOH})=0.5\%$ 。

准确称取 0.315 g 甲酸铵（5.3.1.4），用水溶解，转移至 1000 ml 容量瓶中，加 5 ml 甲酸（5.3.1.2），稀释定容至标线，混匀。

5.3.1.7 甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液。

用甲酸铵/甲酸缓冲液（5.3.1.6）和甲醇（5.3.1.1）按 1:1 的体积比混合。

5.3.1.8 甲醇溶液。

用甲醇（5.3.1.1）和水按 1:19 的体积比混合。

5.3.1.9 甲酸-甲醇溶液： $\rho(\text{HCOOH})=0.1\%$ 。

移取 0.5 ml 甲酸（5.3.1.2）至预先加入适量甲醇（5.3.1.1）的 500 ml 容量瓶中，用甲醇（5.3.1.1）稀释定容至标线，混匀。

5.3.1.10 目标化合物标准贮备液： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

可购买市售有证标准溶液，目标化合物包括 17 种氟喹诺酮类抗生素，组分见表 1，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

5.3.1.11 目标化合物标准使用液： $\rho=2.0\text{ mg/L}$ 。

取适量目标化合物标准贮备液（5.3.1.10），用甲醇（5.3.1.1）稀释，于 $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷冻、密封、避光保存，保存期为 2 个月。

标准使用液存放时间研究。编制组取适量标准贮备液，用甲醇（5.3.1.1）稀释，得到浓度为 2.0 mg/L 的标准使用液，密封后在 $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻、避光保存，分别于 0 d、14 d、1 个月、2 个月、3 个月后对样品进行跟踪测试，结果如表 9 所示。结果表明，存放 2 个月时，17 种氟喹诺酮类抗生素的回收率在 94.3%~123%之间，降解不明显；存放 3 个月时，洛美沙星、奥比沙星、二氟沙星、沙拉沙星及加替沙星降解明显，回收率均降至 80%以下，其中奥比沙星的回收率仅为 58.8%。故标准使用液可在 $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻、密封、避光的条件下可存放 2 个月。

表 9 标准使用液（2.0 mg/L）不同保存时间下回收率（%）

序号	化合物名称	0 d	14 d	1 个月	2 个月	3 个月
1	马波沙星	101	98.2	109	106	97.3
2	氟罗沙星	102	101	106	98.1	85.6
3	氧氟沙星	101	103	109	100	84.8
4	培氟沙星	100	94.3	117	103	108
5	依诺沙星	104	99.4	109	105	95.6
6	诺氟沙星	96.3	99.4	98.7	105	90.1
7	环丙沙星	103	101	106	105	88.2
8	恩诺沙星	97.1	102	106	98.1	87.3
9	达氟沙星	103	97.2	113	97.7	90.1
10	洛美沙星	102	110	102	102	74.3
11	奥比沙星	102	123	106	112	58.8
12	二氟沙星	102	108	106	102	73.8
13	沙拉沙星	103	112	99.2	103	69.5
14	加替沙星	103	111	105	103	71.9
15	莫西沙星	105	105	112	107	82.9
16	氟甲喹	95.6	99.8	94.8	104	93.4

序号	化合物名称	0 d	14 d	1 个月	2 个月	3 个月
17	那氟沙星	100	100	98.4	109	97.8

5.3.1.12 替代物标准贮备液： $\rho=100$ mg/L。

替代物为诺氟沙星- d_5 ，亦可选用其他性质相近的同位素物质作替代物。可直接购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

5.3.1.13 替代物标准使用液： $\rho=0.5$ mg/L。

取适量替代物标准贮备液（5.3.1.12），用甲醇（5.3.1.1）稀释，于-15℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为2个月。

5.1.1.14 内标贮备液I： $\rho=100$ mg/L。

内标I为恩诺沙星- d_5 和环丙沙星- d_8 ，亦可选用其他性质相近的同位素物质作内标。可购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

5.3.1.15 内标贮备液II： $\rho=100$ mg/L。

内标II为 $^{13}C_3$ -氟甲喹，亦可选用其他性质相近的同位素物质作内标。可购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

5.3.1.16 内标使用液I： $\rho=1.0$ mg/L。

取适量内标贮备液I（5.3.1.14）用甲醇（5.3.1.1）稀释，于-15℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为2个月。

5.3.1.17 内标使用液II： $\rho=0.2$ mg/L。

取适量内标贮备液II（5.3.1.15）用甲醇（5.3.1.1）稀释，于-15℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为2个月。

5.3.1.18 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和N-乙烯基吡咯烷酮共聚物，规格为500 mg/6 ml，或其他等效萃取柱。

5.3.1.19 滤膜I：孔径为0.22 μm 的聚醚砜或其他等效材质滤膜。

5.3.1.20 滤膜II：孔径为0.45 μm 的玻璃纤维或其他等效材质滤膜。

5.3.1.21 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.3.1.22 氩气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

注：除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂，实验用水为新制备的不含目标化合物的纯水。

5.3.2 仪器和设备

5.3.2.1 采样瓶：1000 ml 磨口或具聚四氟乙烯内衬垫瓶盖的棕色玻璃瓶。

5.3.2.2 样品瓶：2.0 ml 带聚四氟乙烯内衬垫螺旋盖的棕色玻璃瓶。

5.3.2.3 高效液相色谱-三重四极杆质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI），具备流动相梯度洗脱和质谱多反应监测功能。

5.3.2.4 色谱柱：10 cm（柱长） \times 4.6 mm（内径） \times 2.7 μm （粒径）的C₁₈反相色谱柱，或其他性能相近的色谱柱。

5.3.2.5 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

5.3.2.6 浓缩装置：氮吹浓缩仪或其他性能相当的设备。

5.3.2.7 涡旋混匀器：转动频次0~3000 r/min。

5.3.2.8 pH计：pH测定范围为0~14。

5.3.2.9 微量注射器或移液器：10 μl、50 μl、100 μl、200 μl、500 μl、1000 μl。

5.3.2.10 一般实验室常用仪器和设备。

5.4 样品

5.4.1 样品采集和保存

《水质 磺胺类、喹诺酮类和大环内酯类抗生素的测定 固相萃取/液相色谱-三重四级杆质谱法》（DB37/T 3738-2019）规定：样品采集前，应向样品瓶中加入 150 mg 抗坏血酸及 0.25 g 乙二胺四乙酸二钠（Na₂EDTA），采样时应使样品充满样品瓶，不留液上空间。样品采集后于现场立即加盐酸溶液调节样品 pH 值至 2，并尽快运送至实验室进行分析，如暂不能分析，需在 0℃~4℃冷藏避光保存，3 d 内分析完毕。

编制组参考了该标准样品保存条件，并在此基础上开展系列相关研究实验，以考察相关采集与保存条件是否适用于本标准。在样品采集和保存研究实验中，所用到的水样均在 4℃以下冷藏、密封、避光条件下保存。

（1）样品保存 pH 的选择

为考察水样保存 pH 值是否对样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素回收效果有影响，编制组比对了样品采集后分别保存在 pH=2、pH=3、pH=4、pH=7 和 pH=9 条件下过膜直接进样，以考察各目标化合物的回收效果。结果如表 10 所示，pH=2 时，17 种氟喹诺酮类抗生素和诺氟沙星-d₅ 回收率差异不大，平均回收率为 98.8%~114%；当 pH=2~3 时，各目标物的回收率范围 95.9%~135%；当 pH=3~4，各目标物的回收率范围 90.3%~141%；当 pH=4~7，各目标物的回收率范围 90.3%~148%；当 pH=7~9，各目标物的回收率范围 87.8%~161%。pH 值对氟喹诺酮类抗生素有一定影响，其中培氟沙星、依诺沙星、达氟沙星随着 pH 值不断增大，回收率逐渐降低，而奥比沙星正好相反，说明氟喹诺酮类抗生素更适合在强酸性条件下富集。因此，样品采集后应于现场立即加盐酸调节 pH 值≤2。

表 10 不同 pH 条件下各目标化合物和替代物的回收效果

化合物名称	pH=2	pH=3	pH=4	pH=7	pH=9
马波沙星	109	107	109	111	107
氟罗沙星	107	113	105	104	102
氧氟沙星	108	108	106	111	109
培氟沙星	112	102	90.3	94.9	91.7
依诺沙星	103	99.0	93.0	92.0	89.7
诺氟沙星	98.8	95.9	94.5	99.3	101
环丙沙星	110	108	108	108	104
恩诺沙星	111	104	106	109	108
达氟沙星	109	97.4	92.1	92.4	87.8
洛美沙星	109	117	112	114	109
奥比沙星	106	135	141	148	161
二氟沙星	107	113	109	111	114
沙拉沙星	106	112	115	111	114
加替沙星	102	112	104	109	111

化合物名称	pH=2	pH=3	pH=4	pH=7	pH=9
莫西沙星	111	106	106	105	101
氟甲喹	110	107	101	102	112
那氟沙星	114	103	97.8	100	102
诺氟沙星- <i>d</i> ₅	105	102	101	98.6	101

为进一步验证 pH 值 ≤ 2 的适用性，编制组利用已优化的条件对采集的 6 类水体的实际样品及其加标样品直接过膜测定，结果表明采集的 6 类水体 17 种氟喹诺酮类抗生素加标样品精密度为 1.0%~6.6%（见表 27~表 32），平均回收率为 70.0%~127%（见表 45~表 50），满足本标准规定的分析要求（平行样的相对偏差应在 $\pm 40\%$ 以内，基体加标回收率应在 40%~150%之间）。因此，本标准认为样品采集后应于现场立即加盐酸调节样品 pH 值 ≤ 2 。

（2）还原剂添加量的选择

有研究表明，水中余氯等氧化性物质会干扰抗生素，从而影响回收效果。目前我国现行排放标准中余氯的浓度限值均小于 0.5 mg/L，为考察不同还原剂（抗坏血酸）添加量对 17 种氟喹诺酮类抗生素回收效果的影响，编制组开展了两组实验。一组为采集 9 份 1000 ml 总余氯浓度为 66 $\mu\text{g/L}$ 的自来水为研究对象，调节水样 pH 值 ≤ 2 ，其中 3 份不添加抗坏血酸，3 份添加 0.15 g 抗坏血酸，3 份添加 0.30 g 抗坏血酸，加标浓度均为 20 ng/L。结果如图 6 所示，不添加、添加 0.15 g 和添加 0.30 g 抗坏血酸对 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-*d*₅ 回收效果差异不大，平均回收率为 74.6%~100%，相对标准偏差为 0.1%~10.8%，均能满足检测分析的要求，但随着抗坏血酸添加量增多，其平均回收率呈现下降趋势。因此，本标准确定样品在采集后选择不添加抗坏血酸。

另一组对总余氯浓度为 300 $\mu\text{g/L}$ 的污水处理厂出水样品进行验证，结果发现不添加抗坏血酸的污水处理厂出水加标平均回收率为 77%~125%，满足检测分析需求。因此，样品在采集后选择不添加抗坏血酸。

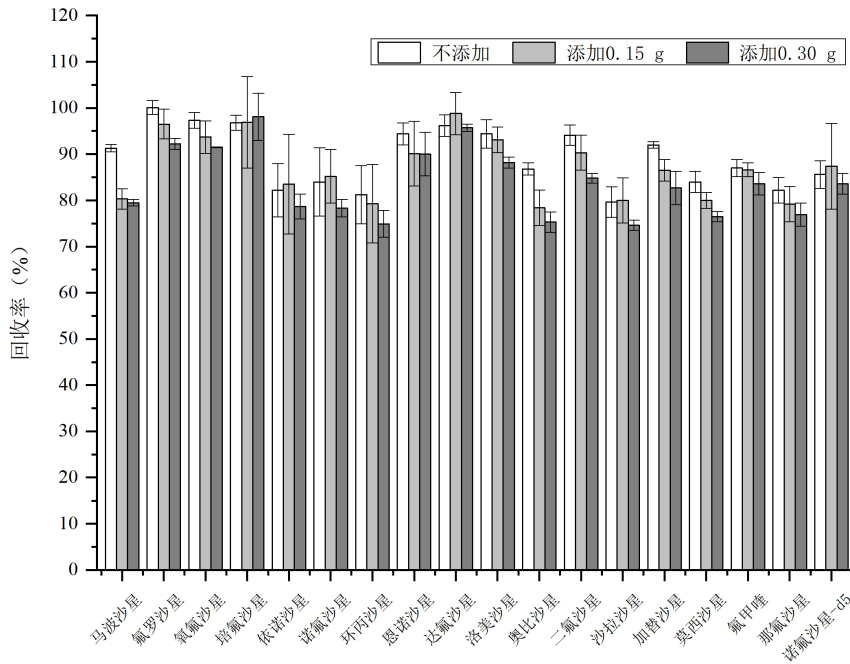


图 6 不同还原剂（抗坏血酸）添加量对目标化合物回收效果

(3) 金属离子抑制剂添加量的选择

水体中金属离子与抗生素共存时，在某些条件下易发生络合反应，形成抗生素-金属离子络合物，降低固相萃取效率，影响回收效果，为考察不同金属离子抑制剂（乙二胺四乙酸二钠， Na_2EDTA ）添加量对 17 种氟喹诺酮类抗生素回收效果的影响，编制组开展两组实验，一组为采集 9 份 1000 ml 含有 Ca 离子（26.2 mg/L）、Mg 离子（2.66 mg/L）、Cu 离子（0.039 mg/L）和 Fe 离子（0.01 mg/L）的自来水为研究对象，调节水样 pH 值 ≤ 2 ，其中 3 份不添加 Na_2EDTA ，3 份添加 0.25 g Na_2EDTA ，3 份添加 0.50 g Na_2EDTA ，加标浓度均为 20 ng/L。结果如图 7 所示，不添加、添加 0.25 g 和添加 0.50 g 的 Na_2EDTA 对 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d5 回收效果差异不大，其平均回收率为 71.3%~97.7%，相对标准偏差为 0.4%~17%，能满足检测分析的要求，但随着 Na_2EDTA 添加量增多，其平均回收率呈现下降趋势。因此，本标准确定样品在采集后选择不添加 Na_2EDTA 。

另一组为 Ca 离子浓度为 355 mg/L，Mg 离子浓度为 1160 mg/L 的海水样品进行验证，结果发现不添加 Na_2EDTA 的海水加标平均回收率为 76.3%~126%，满足检测分析需求。因此，样品在采集后选择不添加 Na_2EDTA 。

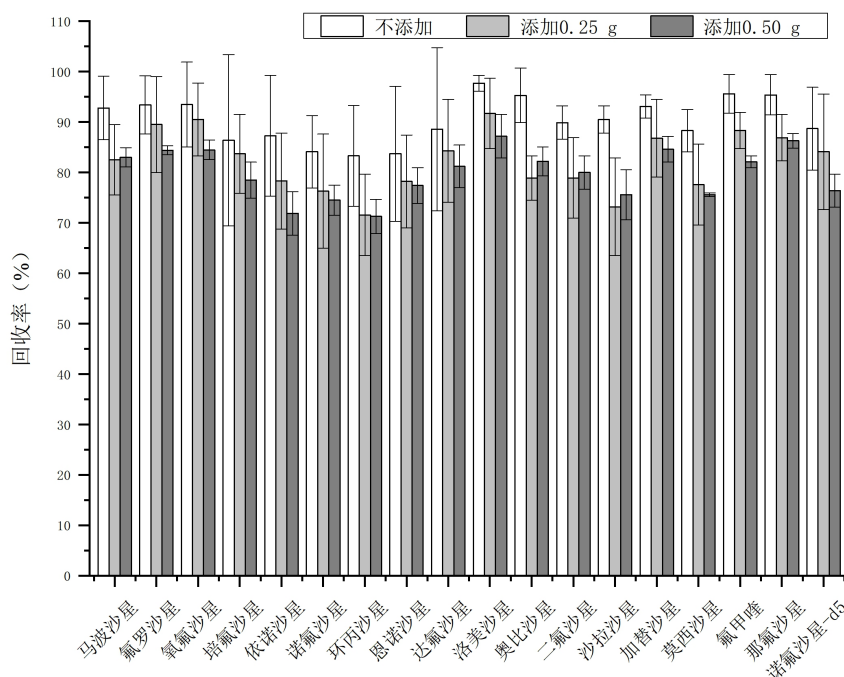


图 7 不同金属离子抑制剂 (Na_2EDTA) 添加量对目标化合物回收效果

(4) 采集的样品存放时间

为获取最佳样品保存时间，本标准考察了 $5.0 \mu\text{g/L}$ 和 $20 \mu\text{g/L}$ 两个质量浓度的 6 类水体（地下水、地表水、生活污水、工业废水、农业废水和海水）加标样品在不同保存时间下直接进样的回收效果（表 11 和表 12）。结果表明，**当保存时间为 0 d~9 d 时**，质量浓度为 $5.0 \mu\text{g/L}$ 的 6 类水体加标样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素平均回收率为 $62.7\% \sim 126\%$ ；质量浓度为 $20.0 \mu\text{g/L}$ 的 6 类水体加标样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素平均回收率为 $75.0\% \sim 123\%$ ，两个质量浓度的加标样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素平均回收率均在 60% 以上。**当保存时间为 9 d~11 d 时**，质量浓度为 $5.0 \mu\text{g/L}$ 的工业废水中二氟沙星平均回收率从 65.5% 降至 58.7% ，沙拉沙星平均回收率从 64.7% 降至 57.5% ；质量浓度为 $20.0 \mu\text{g/L}$ 的 6 类水体加标样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素在 0 d~11 d 的保存时间里，平均回收率为 $74.6\% \sim 123\%$ ，显著高于低浓度平均回收率。综上所述，两个质量浓度下的 17 种氟喹诺酮类抗生素均随时间推移不断降解，且低浓度水平降解速度更快。因此，样品采集后应尽快进行分析，如暂不能分析，需在 $4 \text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷藏、密封、避光保存，应在 9 d 内完成萃取。

表 11 各类水体质量浓度 (5.0 μg/L) 加标样品保存时限 (直接进样)

样品类型	保存时间 (d)	马波 沙星 (%)	氟罗 沙星 (%)	氧氟 沙星 (%)	培氟 沙星 (%)	依诺 沙星 (%)	诺氟 沙星 (%)	环丙 沙星 (%)	恩诺 沙星 (%)	达氟 沙星 (%)	洛美 沙星 (%)	二氟 沙星 (%)	奥比 沙星 (%)	沙拉 沙星 (%)	加替 沙星 (%)	莫西 沙星 (%)	氟甲唑 (%)	那氟 沙星 (%)
海水	0	109	112	113	109	111	108	108	110	111	115	106	109	109	111	106	110	101
	2	100	107	103	98.7	101	99.3	102	106	106	109	103	104	104	105	95.3	99.0	94.7
	4	94.7	88.7	90.7	100	98.7	96.0	96.7	92.0	88.7	90.0	85.3	79.3	84.7	88.0	92.7	104	90.7
	6	98.7	91.3	90.7	104	100	96.7	96.7	88.7	90.0	88.7	83.3	84.7	81.3	82.7	92.7	96.7	90.0
	9	98.0	90.0	90.0	101	98.7	98.0	97.3	92.0	89.3	88.7	84.7	80.0	84.0	86.0	92.7	102	94.0
	11	95.7	88.4	89.3	94.2	95.1	96.9	96.9	88.8	88.4	88.0	82.5	80.6	83.3	86.3	95.1	99.7	92.5
地下水	0	90.0	97.3	95.3	87.3	91.3	90.0	88.0	85.3	87.3	99.3	83.3	96.7	85.3	94.0	80.7	90.7	87.3
	2	80.7	90.0	87.3	76.7	81.3	80.0	78.7	82.7	82.7	95.3	78.0	90.7	80.7	89.3	70.0	81.3	76.0
	4	78.7	74.0	76.0	80.0	81.3	81.3	78.0	71.3	70.0	78.7	64.0	68.7	65.3	73.3	68.7	83.3	76.7
	6	80.7	78.0	75.3	82.0	82.0	80.0	80.7	70.0	70.7	77.3	63.3	73.3	63.3	68.0	70.0	78.7	73.3
	9	79.3	74.7	74.7	78.0	80.0	79.3	78.7	72.7	71.3	78.7	66.0	71.3	66.0	74.7	69.3	82.7	77.3
	11	77.1	72.8	74.9	71.2	80.5	78.5	78.3	69.1	69.6	78.3	63.5	71.3	64.4	74.7	69.3	81.7	78.6
地表水	0	92.7	125	125	91.3	96.7	94.7	89.3	110	117	126	103	118	104	115	75.3	92.0	84.7
	2	84.0	115	115	81.3	86.0	86.0	84.7	106	110	119	98.0	112	100	111	68.7	86.0	80.0
	4	82.0	95.3	101	84.0	86.7	84.7	84.7	92.0	94.0	100	80.0	85.3	83.3	92.7	66.0	87.3	79.3
	6	83.3	99.3	101	84.0	85.3	82.7	82.7	90.0	96.0	97.3	81.3	92.7	80.0	86.0	66.7	82.0	75.3
	9	82.0	97.3	99.3	82.0	85.3	84.0	84.0	92.0	94.7	100	80.7	86.7	81.3	92.7	64.7	86.0	80.7
	11	81.3	96.1	102	78.7	86.2	84.0	81.6	88.7	93.1	97.7	79.6	86.2	79.7	90.9	67.9	85.2	80.9
生活污水	0	113	120	121	110	115	113	108	112	113	120	104	113	104	113	100	110	104
	2	103	111	113	98.7	103	101	100	107	108	115	98.7	109	101	108	89.3	101	96.7
	4	98.7	91.3	98.0	101	102	98.7	101	92.0	89.3	96.7	82.7	83.3	81.3	92.0	86.7	103	98.0

样品类型	保存时间 (d)	马波 沙星 (%)	氟罗 沙星 (%)	氧氟 沙星 (%)	培氟 沙星 (%)	依诺 沙星 (%)	诺氟 沙星 (%)	环丙 沙星 (%)	恩诺 沙星 (%)	达氟 沙星 (%)	洛美 沙星 (%)	二氟 沙星 (%)	奥比 沙星 (%)	沙拉 沙星 (%)	加替 沙星 (%)	莫西 沙星 (%)	氟甲唑 (%)	那氟 沙星 (%)
	6	103	98.0	98.0	105	103	100	98.0	90.7	92.0	93.3	81.3	89.3	78.7	82.7	88.0	97.3	91.3
	9	100	94.7	97.3	101	102	99.3	98.7	92.0	92.0	95.3	82.0	84.0	82.7	90.7	86.7	103	99.3
	11	98.9	91.5	97.1	94.1	102	98.5	99.0	89.5	91.5	93.2	80.6	85.1	79.8	89.8	87.7	101	96.9
农业废水	0	107	119	120	105	109	108	105	109	109	121	103	118	103	113	94.7	104	100
	2	97.3	109	111	93.3	97.3	98.0	96.7	103	103	114	96.0	109	99.3	109	83.3	96.7	92.0
	4	94.0	90.0	97.3	94.7	96.7	93.3	95.3	88.7	87.3	97.3	81.3	85.3	81.3	94.0	80.7	98.7	94.7
	6	98.0	96.0	95.3	98.7	96.7	94.0	94.0	87.3	90.0	93.3	79.3	91.3	77.3	82.7	83.3	92.0	88.0
	9	95.3	93.3	96.0	94.7	98.7	94.0	94.7	89.3	89.3	94.7	81.3	85.3	80.0	88.7	80.7	98.0	92.7
	11	94.1	91.3	95.0	88.4	97.9	94.4	94.5	87.3	88.1	93.4	79.1	86.9	79.5	90.4	82.3	96.6	92.1
工业废水	0	89.3	94.0	87.3	87.3	90.0	87.7	83.3	89.3	88.7	94.7	82.7	90.0	84.7	89.3	77.7	90.0	84.7
	2	79.3	86.7	81.7	78.7	80.0	78.7	78.0	84.7	84.0	89.3	79.3	83.3	76.7	86.7	70.7	82.0	76.7
	4	77.3	72.7	73.0	80.0	80.7	77.3	76.0	73.3	70.7	76.0	66.0	64.7	67.3	71.3	68.0	84.7	77.3
	6	83.3	76.0	71.3	85.3	83.3	79.0	79.3	71.3	72.0	74.0	64.0	69.3	62.7	65.3	73.3	78.0	73.3
	9	81.3	73.3	71.3	81.3	81.3	78.3	78.0	74.0	72.7	74.7	65.3	65.3	64.7	71.3	71.3	82.0	78.7
	11	79.1	71.9	68.3	75.8	76.8	77.7	76.6	70.6	70.5	72.0	58.7	64.3	57.5	69.8	70.6	81.1	78.6

表 12 各类水体质量浓度 (20 μg/L) 加标样品保存时限 (直接进样)

样品类型	保存时间 (d)	马波 沙星 (%)	氟罗 沙星 (%)	氧氟 沙星 (%)	培氟 沙星 (%)	依诺 沙星 (%)	诺氟 沙星 (%)	环丙 沙星 (%)	恩诺 沙星 (%)	达氟 沙星 (%)	洛美 沙星 (%)	二氟 沙星 (%)	奥比 沙星 (%)	沙拉 沙星 (%)	加替 沙星 (%)	莫西 沙星 (%)	氟甲唑 (%)	那氟 沙星 (%)
海水	0	115	123	121	117	118	116	113	119	119	123	118	118	119	119	113	111	102
	2	103	113	112	106	106	106	104	113	113	114	109	108	110	113	101	102	94.2
	4	102	94.7	96.7	107	105	105	105	99.0	95.5	97.3	92.5	83.7	94.2	97.3	99.3	104	94.2
	6	104	100	95.8	110	105	102	104	96.2	97.7	93.8	90.5	92.0	87.7	86.0	98.8	96.8	90.7
	9	101	95.5	94.8	105	104	103	105	98.2	98.3	95.7	91.8	87.3	90.8	92.2	97.5	103	94.7
	11	102	93.7	95.0	106	104	103	102	94.3	95.3	92.5	87.7	85.3	86.1	90.9	98.5	101	94.5
地下水	0	109	118	119	106	110	108	105	109	110	119	103	115	104	113	93.17	105	99.8
	2	96.2	106	109	95.0	98.5	97.8	95.8	102	102	110	95.3	103	95.0	105	81.7	97.5	90.2
	4	94.7	90.3	95.0	95.5	97.0	95.8	94.5	89.3	87.0	95.2	81.2	81.8	81.7	91.7	81.2	98.3	91.2
	6	98.3	97.0	94.2	99.2	97.3	94.2	94.8	87.3	89.0	91.8	80.0	90.8	77.0	81.2	80.8	92.0	87.0
	9	95.5	91.0	92.7	94.8	97.5	94.7	94.2	89.3	88.8	93.0	80.8	85.3	79.8	86.7	80.5	96.8	90.8
	11	95.6	90.3	93.8	94.1	97.6	95.3	93.5	86.1	86.0	91.3	78.8	83.9	77.4	88.8	82.2	95.6	91.7
地表水	0	108	116	115	106	110	108	105	108	108	118	104	114	105	110	96.3	104	101
	2	95.2	104	107	94.2	97.0	96.5	93.7	101	100	108	94.8	102	97.3	107	85.3	97.2	91.3
	4	93.8	88.8	93.0	95.7	96.3	95.5	95.7	89.0	86.7	94.5	82.5	81.7	83.5	92.5	84.3	98.0	92.2
	6	98.7	96.2	92.5	99.0	96.8	94.0	94.8	86.3	89.0	91.7	80.2	91.0	78.2	80.5	83.8	91.3	87.8
	9	94.3	90.0	91.7	94.2	96.8	94.5	95.3	89.3	89.0	93.3	82.5	85.8	81.2	89.7	83.0	97.0	92.3
	11	94.1	89.2	92.7	94.2	96.7	93.6	92.6	85.7	86.7	91.6	79.2	84.6	77.7	88.3	83.9	95.4	92.7
生活污水	0	109	113	114	108	110	108	104	107	108	113	102	106	101	108	97.7	105	100
	2	97.7	101	104	98.5	99.2	98.0	95.0	99.8	101	104	93.0	95.2	93.0	103	86.8	98.2	91.2

样品类型	保存时间 (d)	马波 沙星 (%)	氟罗 沙星 (%)	氧氟 沙星 (%)	培氟 沙星 (%)	依诺 沙星 (%)	诺氟 沙星 (%)	环丙 沙星 (%)	恩诺 沙星 (%)	达氟 沙星 (%)	洛美 沙星 (%)	二氟 沙星 (%)	奥比 沙星 (%)	沙拉 沙星 (%)	加替 沙星 (%)	莫西 沙星 (%)	氟甲喹 (%)	那氟 沙星 (%)
	4	94.3	87.0	91.5	98.0	97.3	95.3	95.0	89.0	86.2	90.7	79.0	75.8	79.3	87.7	83.8	98.8	90.8
	6	98.8	94.0	91.0	101	96.3	93.3	94.0	86.8	88.2	87.8	78.7	85.3	75.0	77.7	85.5	91.8	86.7
	9	96.3	88.2	88.8	97.2	97.8	95.3	95.3	89.3	88.0	89.0	79.3	79.3	77.5	85.8	84.7	97.2	93.7
	11	95.4	86.7	89.7	96.4	97.4	93.7	93.3	84.7	85.4	86.7	76.3	78.7	74.6	83.5	83.5	96.0	92.0
农业废水	0	110	116	118	107	111	109	105	108	109	117	103	113	102	110	97.2	106	101
	2	98.8	105	107	98.0	101	99.5	97.2	102	102	109	95.2	102	95.3	106	85.7	98.8	93.0
	4	97.0	90.0	94.0	99.5	99.7	97.7	97.5	90.5	86.8	94.2	81.3	80.0	81.7	90.2	84.7	100	93.0
	6	101	96.7	93.5	102	98.5	95.7	96.5	87.2	89.3	91.0	79.3	90.3	77.0	79.7	85.3	92.5	88.7
	9	97.8	91.5	94.3	98.7	99.2	96.7	96.0	89.8	89.7	92.2	81.5	83.5	80.5	90.5	85.3	98.8	93.8
	11	96.8	90.7	92.7	96.1	97.6	95.2	94.2	86.6	86.4	90.2	77.7	82.8	76.3	86.8	84.8	96.5	95.8
工业废水	0	109	114	117	107	110	108	104	108	109	115	103	110	102	110	98.9	105	100
	2	95.5	102	106	96.3	98.0	96.8	94.5	101	102	107	94.5	99.8	94.8	104	87.5	99.0	91.3
	4	94.8	89.5	94.9	98.3	97.5	96.0	96.3	91.0	87.3	92.8	81.8	78.0	81.5	89.8	85.0	99.5	91.8
	6	99.8	95.5	92.8	103	97.5	94.9	95.8	86.5	89.3	89.0	78.8	88.5	75.5	78.3	85.5	92.0	88.0
	9	95.5	90.0	93.8	97.5	96.8	94.6	94.3	90.0	89.5	89.8	80.8	81.3	78.8	89.0	84.3	98.8	92.8
	11	94.6	89.2	92.2	94.7	95.6	93.2	91.7	86.5	86.7	88.8	77.7	81.2	76.7	85.8	83.3	96.8	93.3

为进一步考察更低浓度样品的保存时限，编制组增加适用于固相萃取水样的保存时间实验。实验过程如下，分别在 1 L 的海水基体中分别加入 10 ng 目标物和替代物，然后在第 0 d、3 d、5 d、7d、9 d 时，取加标后样品进行富集和样品测试。实验结果如表 13 所示，水样保存 9 d 时，诺氟沙星和诺氟沙星-*d*₅ 加标回收率分别降至 48.5%和 48.0%，因此，应在 7 d 内完成水样萃取。

表 13 固相萃取条件下样品的保存时限

序号	化合物回收率	0 d	3 d	5 d	7 d	9 d
1	马波沙星 (%)	79.7	81.0	65.0	64.3	64.5
2	氟罗沙星 (%)	110	102	70.0	87.9	74.2
3	氧氟沙星 (%)	94.3	84.0	70.0	56.9	67.6
4	培氟沙星 (%)	82.8	83.5	68.7	67.7	63.0
5	依诺沙星 (%)	80.9	74.4	64.6	61.2	55.7
6	诺氟沙星 (%)	86.4	85.3	65.2	65.1	48.5
7	环丙沙星 (%)	102	119	110	75.8	96.1
8	恩诺沙星 (%)	99.3	86.1	70.4	67.2	58.5
9	达氟沙星 (%)	106	101	100	97.1	67.3
10	洛美沙星 (%)	90.1	101	85.6	82.6	82.8
11	奥比沙星 (%)	89.0	84.5	74.1	84.5	72.3
12	二氟沙星 (%)	103	105	86.4	77.0	101
13	沙拉沙星 (%)	96.7	89.7	75.9	90.9	73.0
14	加替沙星 (%)	89.9	88.2	81.5	79.6	73.9
15	莫西沙星 (%)	82.3	84.8	72.9	73.3	61.6
16	氟甲喹 (%)	85.3	80.5	83.3	78.7	78.3
17	那氟沙星 (%)	91.6	82.0	82.0	78.5	84.3
18	诺氟沙星- <i>d</i> ₅ (%)	83.1	78.3	61.9	61.5	48.0

在做实验室内部验证时，编制组已使用 6 类水体的实际样品加标验证了 7 d 保存时间的有效性。实验结果表明，采集的 6 类水体 17 种氟喹诺酮类抗生素加标样品精密度为 1.0%~6.6%（见表 36~表 41），平均回收率为 70.0%~127%（见表 54~表 59），满足本标准规定的分析要求（平行样的相对偏差应在 ±40% 以内，基体加标回收率应在 40%~150% 之间）。

综合直接进样和固相萃取实验结果，样品采集后应尽快进行分析，如暂不能分析，需在 4 °C 以下冷藏、密封、避光保存，应在 7 d 内完成萃取。

（5）萃取液存放时间

为获取萃取液的最佳存放时间，编制组将萃取液于 -15 °C 冷冻、密封、避光保存，分别存放 0 d、3 d、6 d、9 d、12 d、15 d、20 d、30 d 进行测试。结果如表 14 所示，17 种氟喹诺酮类抗生素在 20 d 内，回收率为 71.4%~115%，而存放至 30 d 时，二氟沙星、沙拉沙星和莫西沙星均低于 60%。因此，编制组最终选择萃取液冷冻保存时间为 20 d。

表 14 萃取液在不同存放时间下的回收率 (%)

序号	化合物名称	0 d	3 d	6 d	9 d	12 d	15 d	20 d	30 d
1	马波沙星	88.9	91.2	88.8	91.7	97.5	103	88.7	75.0
2	氟罗沙星	92.1	91.6	86.0	95.2	101	101	93.6	83.7
3	氧氟沙星	93.2	93.0	88.9	94.2	100	91.8	92.2	86.4
4	培氟沙星	88.3	87.4	83.5	85.3	101	111	76.0	79.3
5	依诺沙星	78.3	82.0	79.0	75.9	103	93.9	80.2	83.3
6	诺氟沙星	85.3	82.8	78.2	75.4	98.1	103	79.3	79.7
7	环丙沙星	79.2	80.8	78.5	74.7	95.6	112	81.3	76.9
8	恩诺沙星	88.8	88.0	82.6	84.3	101	115	81.9	72.4
9	达氟沙星	84.2	88.3	75.3	83.7	95.3	103	78.4	69.9
10	洛美沙星	91.7	94.0	94.8	101	97.6	88.6	107	87.0
11	奥比沙星	104	104	99.1	115	99.7	101	105	82.8
12	二氟沙星	86.0	88.8	89.6	88.8	96.8	105	94.6	59.6
13	沙拉沙星	77.9	82.7	75.8	84.3	94.2	114	90.0	59.9
14	加替沙星	94.5	100	94.4	101	94.5	97.3	111	79.0
15	莫西沙星	82.7	91.7	84.3	92.0	90.2	86.0	99.3	59.6
16	氟甲喹	92.6	90.5	85.9	87.4	102	114.5	97.9	84.5
17	那氟沙星	81.6	80.4	73.4	79.4	101	110	91.4	74.1
18	诺氟沙星- <i>d</i> ₅	81.7	82.7	77.1	79.2	98.8	97.6	71.4	81.4

综上所述,样品的采集应按照 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水样。水样充满采样瓶(5.3.2.1),如果水样的 pH 值 >2,应用盐酸(4.3)调节水样 pH 值 ≤2,在 4 °C 以下冷藏、密封、避光保存,7 d 内完成萃取。萃取液应于 -15 °C 以下冷冻、密封、避光保存,20 d 内完成分析。

5.4.2 前处理方式和条件选择

5.4.2.1 直接进样法

5.4.2.1.1 样品前处理

水样恢复至室温,充分混匀,若水样的 pH 值 >2,应用盐酸(5.3.1.3)调节水样 pH 值 ≤2,水样经滤膜 I(5.3.1.19)过滤,弃去至少 1 ml 初滤液后,移取 1.0 ml 滤液于样品瓶(5.3.2.2)中,依次加入 10 μl 内标使用液 I(5.3.1.16)和 10 μl 内标使用液 II(5.3.1.17),混匀待测。

注:水样可先用直接进样法分析,根据分析结果和实际需求考虑是否选择固相萃取法分析。

5.4.2.1.2 前处理条件选择

(1) 滤膜的选择

为选取最佳材质的滤膜,编制组选择了 3 种不同材质(聚醚砜、聚四氟乙烯和尼龙)孔径均为 0.22 μm 的滤膜对空白加标样品进行过滤,氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-*d*₅ 的平均回收率见图 8。结果表明,尼龙材质的滤膜对那氟沙星和二氟沙星的影响很大,滤膜

过滤后平均回收率均低于 60%，其余氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d₅的平均回收率为 60%~105.6%，相对标准偏差为 0.6%~15.3%。而聚四氟乙烯和聚醚砜材质的滤膜对 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d₅ 的回收率影响不大，回收率为 80.3%~122.6%，相对标准偏差为 1.5%~16.9%，均能满足检测的要求。因此，可选择孔径为 0.22 μm 聚四氟乙烯或聚醚砜材质的滤膜过滤水样。

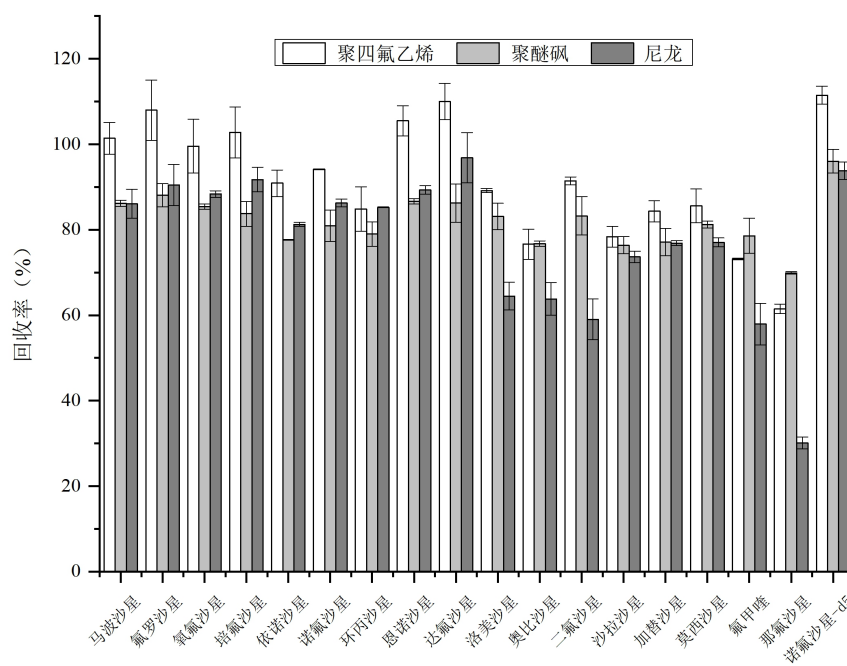


图 8 不同材质滤膜过滤对氟喹诺酮类抗生素的回收效果（直接进样）

(2) 悬浮物的影响

为考察样品中的不同浓度悬浮物对氟喹诺酮类抗生素的影响，编制组选择了悬浮物浓度分别为 1.3 mg/L（生活污水出口）、5.2 mg/L（海水）、11.2 mg/L（工业废水）、15.3 mg/L（地下水）、31.3 mg/L（养殖场废水）、44.0 mg/L（地表水）的实际样品进行加标回收率测定，加标浓度均为 10.0 μg/L，加标样品静置 24 h 后，经聚醚砜材质滤膜过滤，添加内标上机测定。结果如图 9 所示，不同悬浮物浓度的 6 类水体平均回收率为 70.0%~127%，满足本标准规定的分析要求（50%~150%）。此外，编制组对悬浮物浓度不同的六类水体中 17 种氟喹诺酮类抗生素的平均回收率结果进行差异性检验，结果表明随着悬浮物浓度升高，不同浓度悬浮物的 6 类水体中 17 种氟喹诺酮类抗生素的实际样品平均加标回收率有所波动（回收率为 102 ± 14.9%~105 ± 13.9%），但未发生显著变化（p 值为 0.586~0.980），详见表 15，说明悬浮物对氟喹诺酮类抗生素的影响不明显。

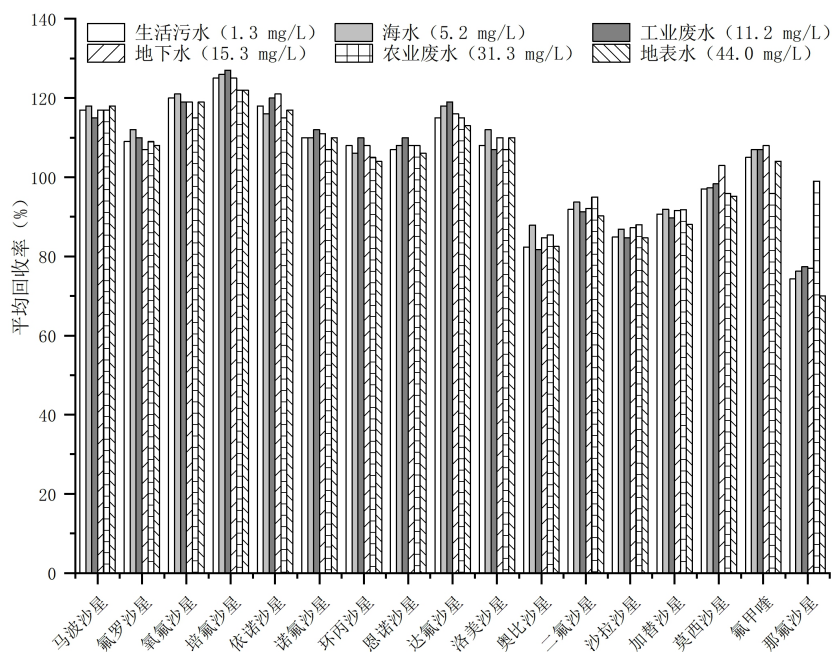


图 9 不同浓度悬浮物对氟喹诺酮类抗生素的回收效果

表 15 不同浓度悬浮物的 6 类水体平均回收率差异性检验结果

P 值	生活污水 (1.3 mg/L)	海水 (5.2 mg/L)	工业废水 (11.2 mg/L)	地下水 (15.3 mg/L)	农业废水 (31.3 mg/L)	地表水 (44.0 g/L)
生活污水 (1.3 mg/L)	1.000	0.852	0.765	0.787	0.811	0.806
海水 (5.2 mg/L)	0.852	1.000	0.916	0.939	0.980	0.669
工业废水 (11.2 mg/L)	0.765	0.916	1.000	0.977	0.924	0.586
地下水 (15.3 mg/L)	0.787	0.939	0.977	1.000	0.950	0.605
农业废水 (31.3 mg/L)	0.811	0.980	0.924	0.950	1.000	0.609
地表水 (44.0 g/L)	0.806	0.669	0.586	0.605	0.609	1.000

进一步考察悬浮物是否对氟喹诺酮类抗生素回收效果有影响，编制组采集悬浮物为 15.2 mg/L 的医疗废水，补充了废水中氟喹诺酮类抗生素水相和悬浮物分配实验。按照本标准固相萃取流程，分别对水相和悬浮物进行测试。结果发现医疗废水实际样品仅有氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星及莫西沙星 4 种氟喹诺酮类抗生素检出，这 4 种目标化合物在悬浮物中赋存比例约为 1.44%~10.2%，见表 16，即悬浮物中检出的 4 种目标化合物浓度对样品中该目标化合物的总浓度影响不大。

针对医疗废水未检出的 13 种氟喹诺酮类抗生素，编制组对废水样品进行了加标，进一步补充水相和悬浮物分配实验。编制组在每个样品中加入 20 ng 目标化合物和 20 ng 替

代物，按照本标准固相萃取流程，分别对水相和悬浮物进行测试。结果发现加标样中其余 13 种目标化合物在悬浮物中赋存比例约为 0~6.84%，均小于 10%，见表 17，即加标样品悬浮物中这 13 种目标化合物的浓度对样品中该目标化合物的总浓度影响也不大。

表 16 1 L 医疗废水实际样品中氟喹诺酮类抗生素的水相和悬浮物分配情况

序号	化合物名称	水相质量 (ng)			悬浮物质量 (ng)			悬浮物/水相质量比 (%)
		水相#1	水相#2	平均值	悬浮物#1	悬浮物#2	平均值	
1	马波沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
2	氟罗沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
3	氧氟沙星	140	165	153	2.43	1.96	2.20	1.44
4	培氟沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
5	依诺沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
6	诺氟沙星	1.14	1.40	1.27	0.13	0.12	0.13	10.2
7	环丙沙星	11.4	13.2	12.3	1.07	1.01	1.04	8.46
8	恩诺沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
9	达氟沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
10	洛美沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
11	奥比沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
12	二氟沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
13	沙拉沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
14	加替沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
15	莫西沙星	58.2	62.8	60.5	6.01	5.91	5.96	9.85
16	氟甲喹	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/
17	那氟沙星	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/

表 17 1 L 医疗废水加标样品中氟喹诺酮类抗生素的水相和悬浮物分配情况

序号	化合物名称	水相质量 (ng)			悬浮物质量 (ng)			悬浮物/水相质量比 (%)
		水相#1	水相#2	平均值	悬浮物#1	悬浮物#2	平均值	
1	马波沙星	24.2	24.3	24.25	0.00	0.00	0.00	/
2	氟罗沙星	29.7	27.8	28.72	0.00	0.00	0.00	/
3	培氟沙星	17.8	17.5	17.64	0.00	0.00	0.00	/
4	依诺沙星	15.7	17.1	16.38	0.00	0.00	0.00	/
5	恩诺沙星	18.0	16.4	17.20	0.00	0.00	0.00	/
6	达氟沙星	20.5	19.1	19.76	0.00	0.00	0.00	/
7	洛美沙星	13.4	12.3	12.87	0.08	0.07	0.07	0.56
8	奥比沙星	20.3	23.3	21.77	0.14	0.20	0.17	0.79
9	二氟沙星	14.3	15.5	14.90	0.00	0.00	0.00	/
10	沙拉沙星	12.3	13.0	12.66	0.00	0.00	0.00	/
11	加替沙星	17.8	16.0	16.90	0.00	0.00	0.00	/
12	氟甲喹	18.3	17.0	17.65	0.90	1.06	0.98	5.54
13	那氟沙星	15.1	16.7	15.87	1.10	1.07	1.09	6.84

序号	化合物名称	水相质量 (ng)			悬浮物质量 (ng)			悬浮物/水相质量比 (%)
		水相#1	水相#2	平均值	悬浮物#1	悬浮物#2	平均值	
14	诺氟沙星- <i>d</i> ₅	14.4	14.5	14.45	0.00	0.00	0.00	/

最后，为考察悬浮物是否对不同浓度氟喹诺酮类抗生素回收效果有影响，编制组向悬浮物浓度为 44.0 mg/L 的地表水样品中添加不同质量的目标化合物，制成浓度分别为 1.00 μg/L、10.0 μg/L 和 50.0 μg/L 的加标样品。加标样品经聚醚砜材质滤膜过滤后，添加内标上机测定。结果如图 10 所示，低浓度（1.00 μg/L）加标样品中诺氟沙星、诺氟沙星-*d*₅及莫西沙星的回收率为 63.3%~119%；中浓度（5.00 μg/L）和高浓度（50.0 μg/L）加标样品中氟喹诺酮类抗生素回收率相对较高，为 72.3%~113%。综上所述，低、中、高 3 个浓度梯度加标样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-*d*₅的回收率均高于 60%，说明悬浮物对不同浓度氟喹诺酮类抗生素回收效果影响不大。

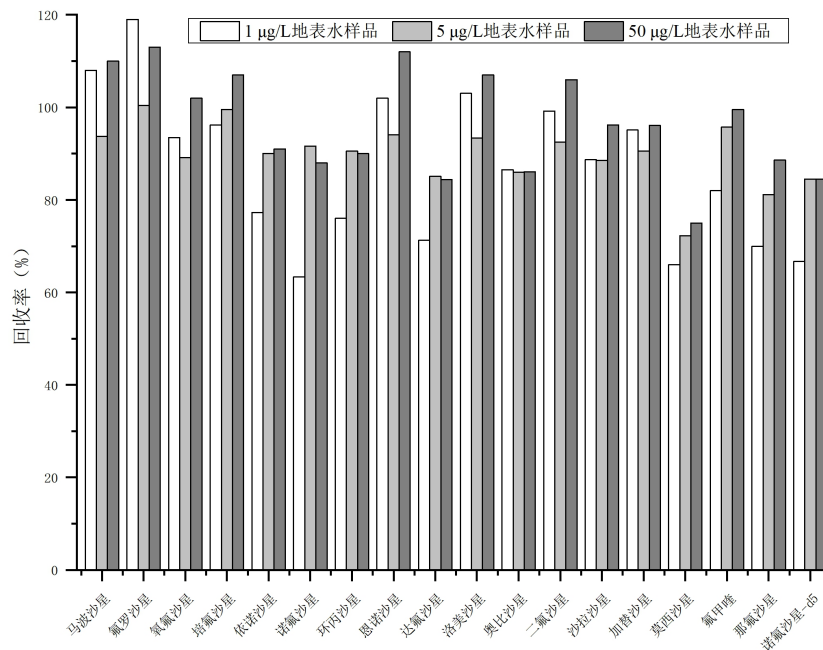


图 10 悬浮物对不同浓度氟喹诺酮类抗生素的回收效果

综上所述，悬浮物中 17 种氟喹诺酮类抗生素的浓度对样品中该目标化合物的总浓度影响不大，这与氟喹诺酮类抗生素具有较强极性和亲水性相吻合。因此，水样过膜后可直接上机分析。

考虑到直接进样有简单、快速、绿色环保等特点，加上近岸海域部分表层水浓度达到 μg/L 级别，编制组在直接进样方式中增加海水这类型水体。编制组利用已优化的条件对采集的海水实际样品及其加标样品进行了测定，结果表明采集的海水未检出 17 种氟喹诺酮类抗生素，其直接进样加标样品精密度的 2.1%~5.5%，平均回收率为 72.3%~118%，满足本标准规定的分析要求（平行样的相对偏差应在 ±40% 以内，基体加标回收率应在

40%~150%之间)，测定结果详见编制说明表 26 和表 44。因此，本标准认为直接进样方式适用于海水。

5.4.2.2 固相萃取法

5.4.2.2.1 样品前处理

(1) 样品预处理

水样恢复至室温，充分混匀，量取 1000 ml 样品，经滤膜II（5.3.1.20）过滤，滤液全部用于固相萃取，并加入适量替代物标准使用液（5.3.1.13），待固相萃取。

(2) 固相萃取

将固相萃取柱（5.3.1.18）固定在固相萃取装置（5.3.2.5）上，依次用 6 ml 甲醇（5.3.1.1）、6 ml 实验用水和 6 ml 盐酸溶液（5.3.1.5）进行活化，在活化过程中，应确保固相萃取柱（5.3.1.18）中填料不露出液面。将预处理后的样品以 8 ml/min~12 ml/min（约 3~4 滴/秒）的流速通过固相萃取柱（5.3.1.18）。上样完毕后，用 6 ml 甲醇溶液（5.3.1.1）淋洗固相萃取柱（5.3.1.18），然后用真空泵干燥固相萃取柱（5.3.1.18）30 min，去除柱中残留水分。再用 10 ml 甲酸-甲醇溶液（5.3.1.9）以 1 ml/min（约 1 滴/3 秒）的流速洗脱固相萃取柱（5.3.1.18），收集洗脱液。洗脱液经浓缩装置（5.3.2.6）浓缩至近干，用甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液（5.3.1.7）定容至 1.0 ml，最后依次加入 10 μ l 内标使用液I（5.3.1.16）和 10 μ l 内标使用液II（5.3.1.17），用涡旋混匀器（5.3.2.7）混匀后，经滤膜I（5.3.1.19）过滤，置于样品瓶（5.3.2.2）中，待测。

5.4.2.2.2 前处理条件的选择

(1) 样品萃取时 pH 的选择

pH 可以改变目标化合物/吸附剂的离子化或质子化程度，从而直接影响富集效果，编制组将相同加标浓度（20 ng/L）的样品 pH 分别调节至 2.0、4.0 和 6.0。样品经前处理和上机分析，结果如图 11 所示，当样品的 pH 调节至 2.0 时，17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星- d_5 的平均回收率为 71.3%~87.2%；当样品 pH 调节至 4.0 时，依诺沙星、诺氟沙星、环丙沙星、沙拉沙星及莫西沙星回收率明显下降，均低于 60%；当样品 pH 调节至 6.0 时，回收率虽有所上升，但低于 pH 调节至 2.0 时的回收率。因此，样品 pH 应调节至 2.0 后进行富集，考虑到可操作性，编制组最终确定将样品调节至 pH 值 ≤ 2 后进行萃取。

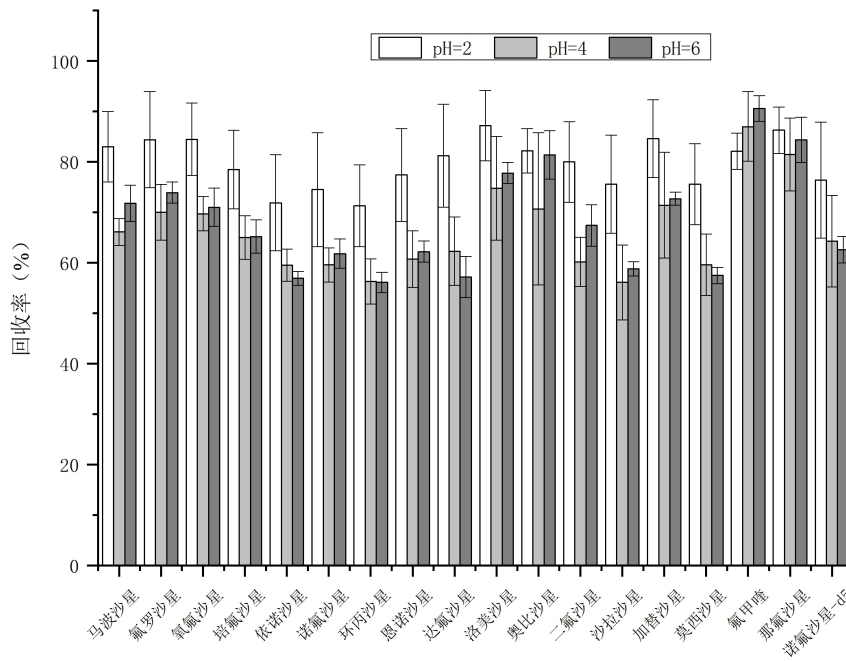


图 11 不同 pH 对氟喹诺酮类抗生素的回收效果

(2) 助溶剂添加量的选择

研究表明，一定含量的有机溶剂会促进抗生素在水体中溶解，为考察不同含量的助溶剂（甲醇）对样品中氟喹诺酮类抗生素回收率的影响，编制组向相同加标浓度（20 ng/L）的样品中添加不同量的甲醇，其中 3 份不添加甲醇，3 份添加 50 ml 甲醇（5%甲醇），3 份添加 100 ml 甲醇（10%甲醇）。样品经前处理和上机分析，结果如图 12 所示。不加甲醇时，17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-*d*₅ 的平均回收率为 68.9%~89.1%；添加 5% 甲醇时，17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-*d*₅ 的平均回收率为 71.3%~87.2%；添加 10% 甲醇时，依诺沙星平均回收率降至 48.2%，其它目标化合物的平均回收率为 62.8%~83.8%。因此，编制组最终确定样品萃取时不添加助溶剂。

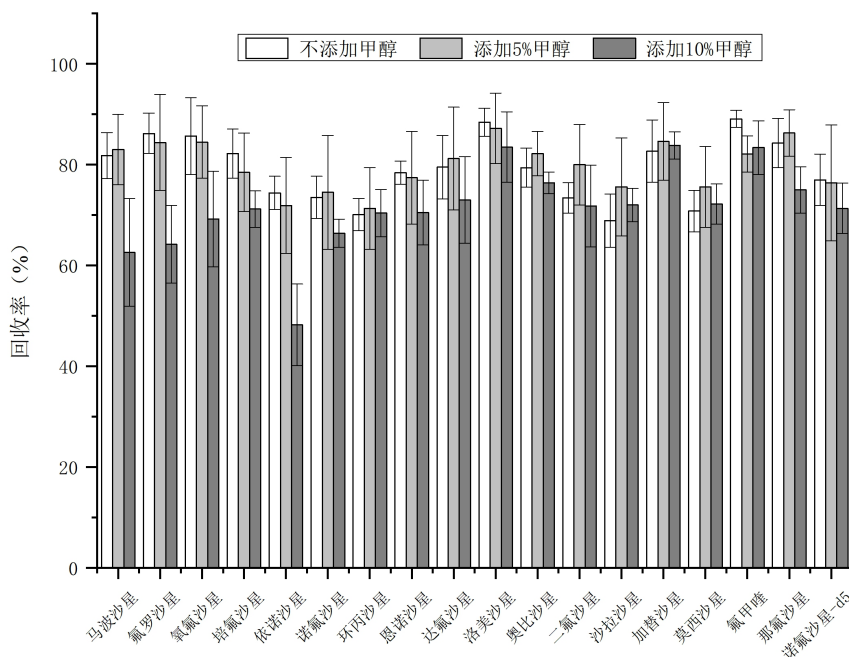


图 12 不同含量的甲醇对各组分的回收效果

(3) 固相萃取柱的选择

为考察不同类型的固相萃取柱对氟喹诺酮类抗生素的回收效果，编制组实验对比了 C₁₈ 和 HLB 两种常见类型的固相萃取柱对相同加标浓度（20 ng/L）样品的萃取效果。

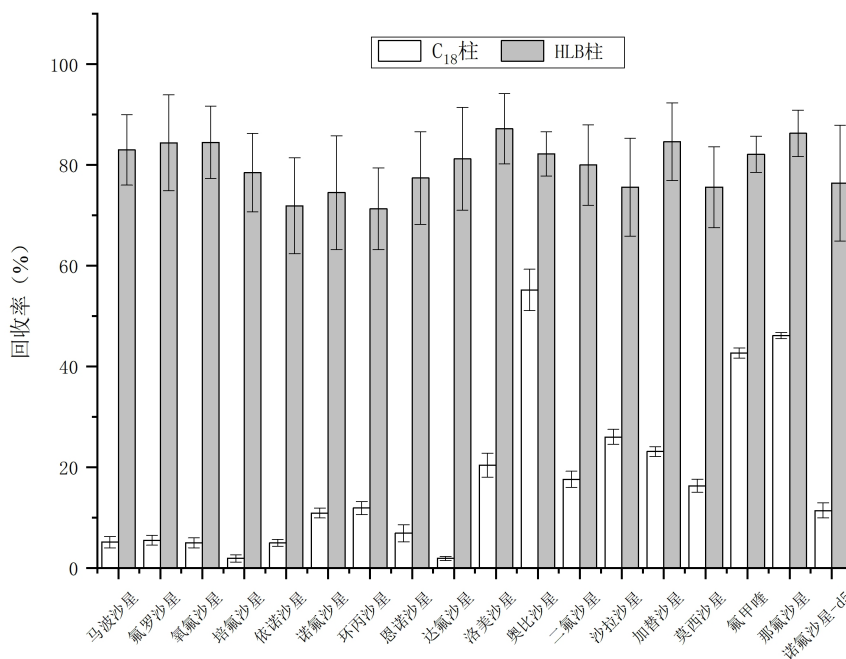


图 13 不同固相萃取柱对各目标化合物回收效果

结果如图 13 所示，HLB 柱（500 mg，6 ml）对 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d₅ 的平均回收率为 71.3%~87.2%，其回收效果显著优于 C₁₈ 柱（500 mg，6 ml）。这主要

与萃取柱萃取原理有关，C₁₈柱萃取原理为疏水效应，适合于非极性到中等极性的化合物，而氟喹诺酮类抗生素为亲水性化合物，不易保留。HLB柱的填料为亲水亲脂型聚合物，适合氟喹诺酮类抗生素的萃取。因此，编制组最终选用HLB柱萃取。

(4) 上样流速的选择

上样流速也是固相萃取条件优化的一个重要参数。一般来说，上样流速越慢，回收率越高，但样品预处理时间相对延长；而上样流速过快，固相萃取柱中的吸附填料对目标化合物吸附往往不充分，回收率偏低。为确定最佳的上样流速，编制组对比了4 ml/min、8 ml/min和12 ml/min 3个不同流速的萃取回收效果。结果如图14所示，当上样流速分别为4 ml/min、8 ml/min和12 ml/min时，17种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d₅回收效果无明显差异，回收率为71.7%~98.9%，说明目标化合物很容易吸附在固相萃取柱上。考虑到可操作性，编制组最终推荐的上样流速为8 ml/min~12 ml/min（约3~4滴/秒）。

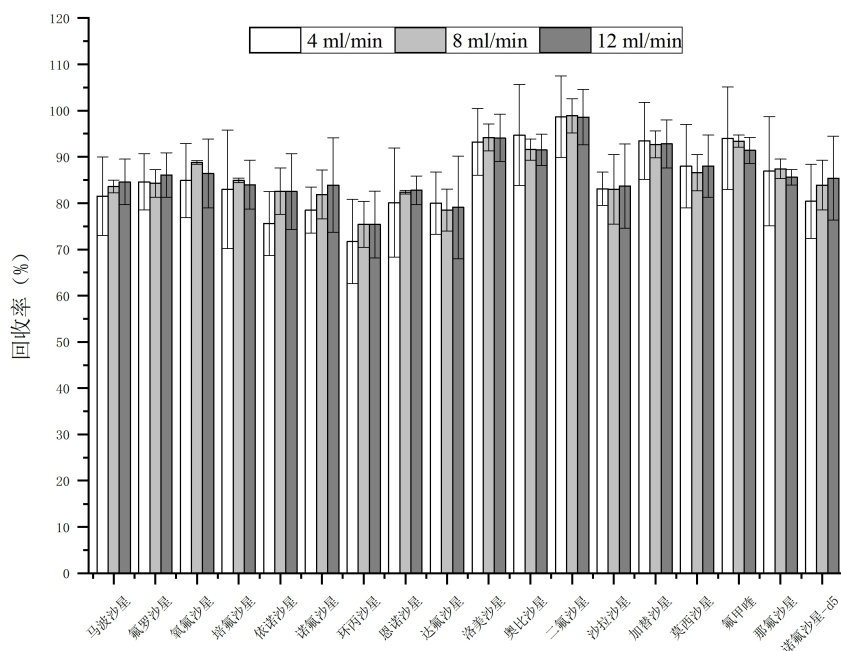


图14 不同上样速度下各组分的回收效果

(5) 淋洗溶剂及体积的优化

为考察不同淋洗溶剂对氟喹诺酮类抗生素的回收效果，编制组实验比对了纯水、5%甲醇溶液和10%甲醇溶液淋洗溶剂时17种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d₅的回收效果。结果如图15所示，选用5%甲醇溶液作为淋洗溶剂时，17种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-d₅的回收效果要优于10%甲醇溶液和纯水。因此，编制组最终选择5%甲醇溶液作为淋洗溶剂。

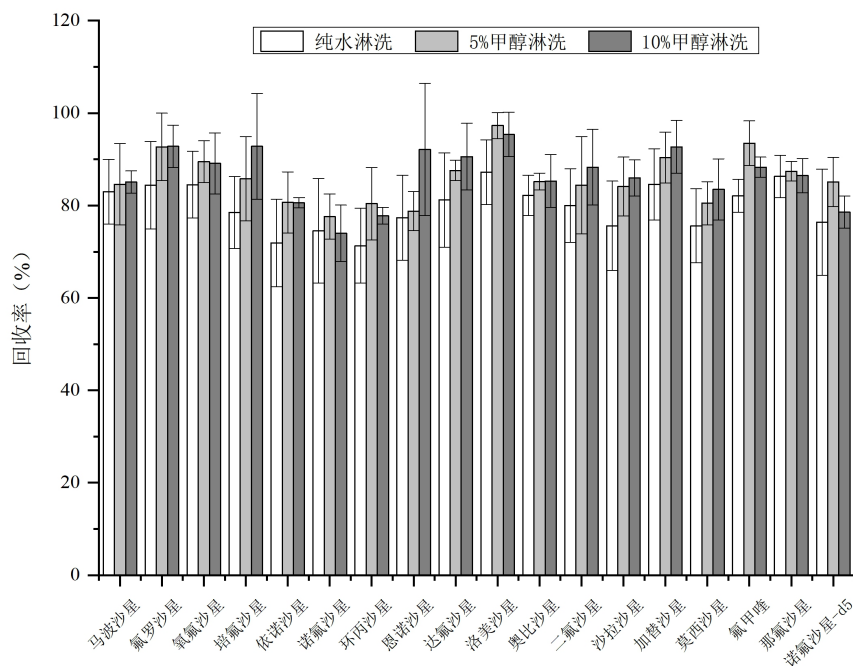


图 15 不同淋洗溶剂下各组分的回收效果

为获取最佳淋洗体积，编制组在选定了 5% 甲醇溶液作为淋洗溶剂后，又实验比对了 6 ml、9 ml 和 12 ml 淋洗体积对 17 种氟喹诺酮类抗生素回收效果。结果如图 16 所示，当淋洗体积为 6 ml 时，17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星-*d*₅ 的回收效果最好。因此，本标准选择使用 6 ml 5% 甲醇溶液对萃取柱进行淋洗。

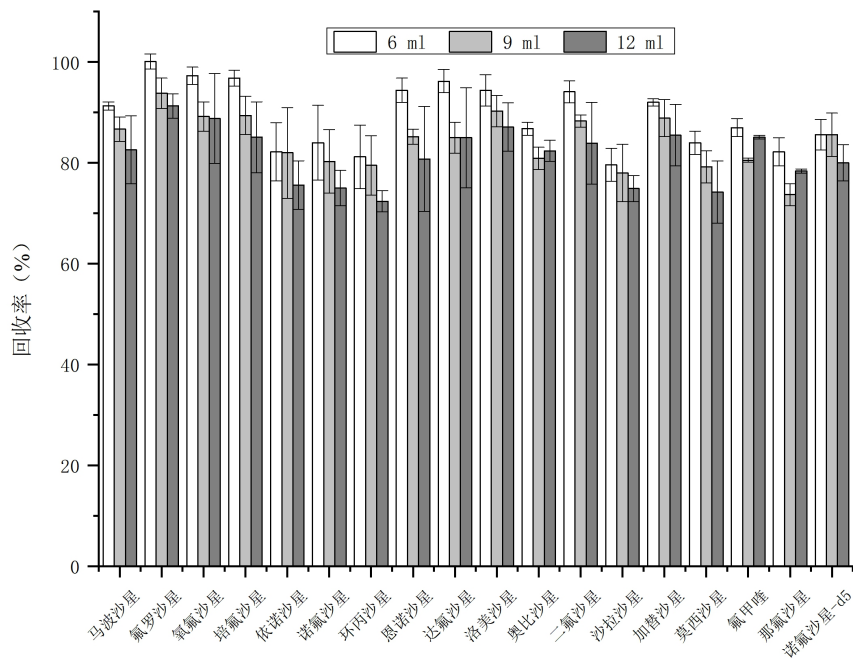


图 16 不同净化淋洗溶剂体积下各组分的回收效果

(6) 洗脱溶剂及体积的优化

为考察不同洗脱溶剂对氟喹诺酮类抗生素的回收效果，编制组实验比对了甲醇溶液、0.1%甲酸/甲醇溶液、5%氨水/甲醇溶液作为洗脱溶剂时 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星- d_5 回收效果。结果如图 17 所示，当选用 0.1%甲酸/甲醇溶液和甲醇溶液作为洗脱溶剂时，17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星- d_5 分别为 79.6%~100%和 72.6%~92.7%，且 0.1%甲酸/甲醇溶液略优于甲醇溶液。当选用 5%氨水/甲醇溶液作为洗脱液时，培氟沙星和恩诺沙星的回收率均超过 130%。综合考虑，本标准选用 0.1%甲酸/甲醇溶液作为洗脱溶剂。

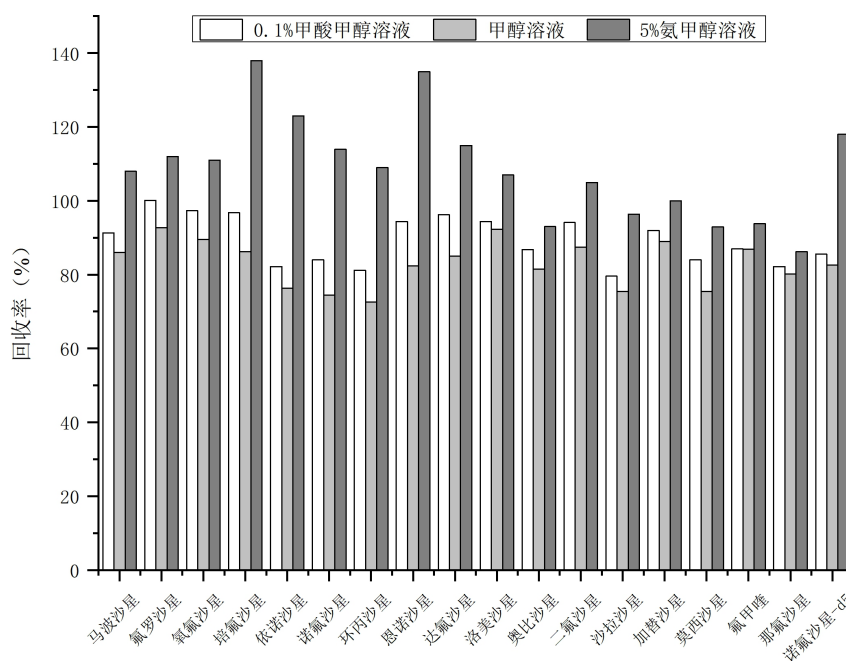


图 17 不同洗脱液下各组分的回收效果

为获取最佳的洗脱体积，编制组在选定 0.1%甲酸/甲醇溶液作为洗脱溶剂后，又实验比对了 3 ml、6 ml 和 9 ml 的洗脱体积对 17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星- d_5 回收效果，结果如图 18 所示。当洗脱体积为 3 ml 时，那氟沙星和氟甲喹回收效果很差，回收率均低于 10%，其他目标化合物的平均回收率均在 70%以上；当洗脱体积为 6 ml 和 9 ml 时，17 种氟喹诺酮类抗生素及诺氟沙星- d_5 的平均回收率均在 80%以上，考虑到生活污水、工业废水和农业废水基质较为复杂，洗脱体积较少会使部分目标化合物未能完全洗脱，回收效果变差。因此，编制组选取 9 ml 0.1%甲酸/甲醇溶液对萃取柱进行洗脱。

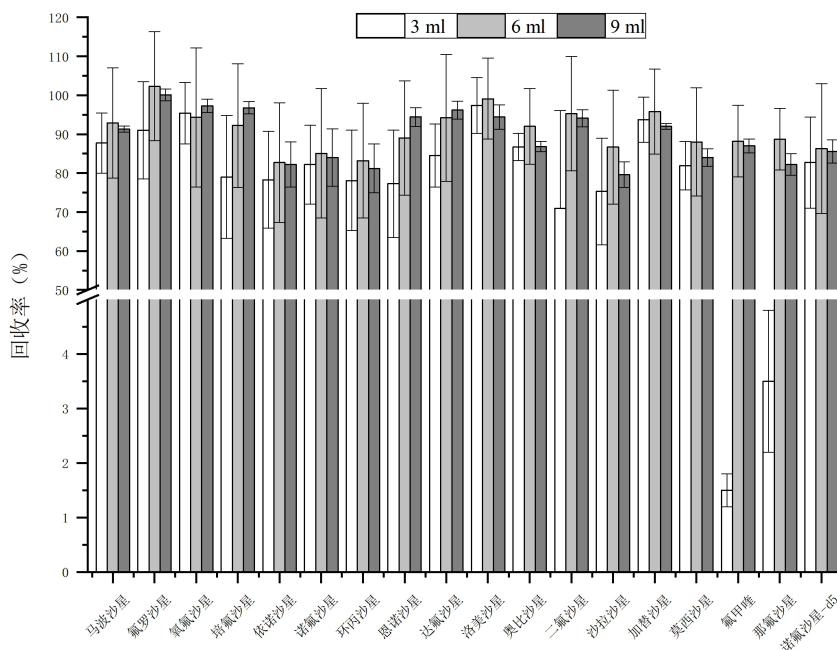


图 18 不同洗脱体积下各组分的回收效果

(7) 浓缩条件的选择

为考察浓缩条件对氟喹诺酮类抗生素回收效果的影响，编制组分别向 8 份 9 ml 0.1% 甲酸/甲醇溶液中加入相同质量的目标化合物（10 ng），在 40 °C 下进行氮吹浓缩至近干，经复溶添加进样内标后上机测试，结果如图 19 所示。17 种氟喹诺酮类抗生素的回收率为 84%~119%，说明 17 种氟喹诺酮类抗生素在氮吹浓缩环节损失较少。因此，本标准选择在 40 °C 下进行氮吹浓缩，氮吹时要注意气量，液面轻微波动即可，气量过大或样品吹干均会影响回收效果。

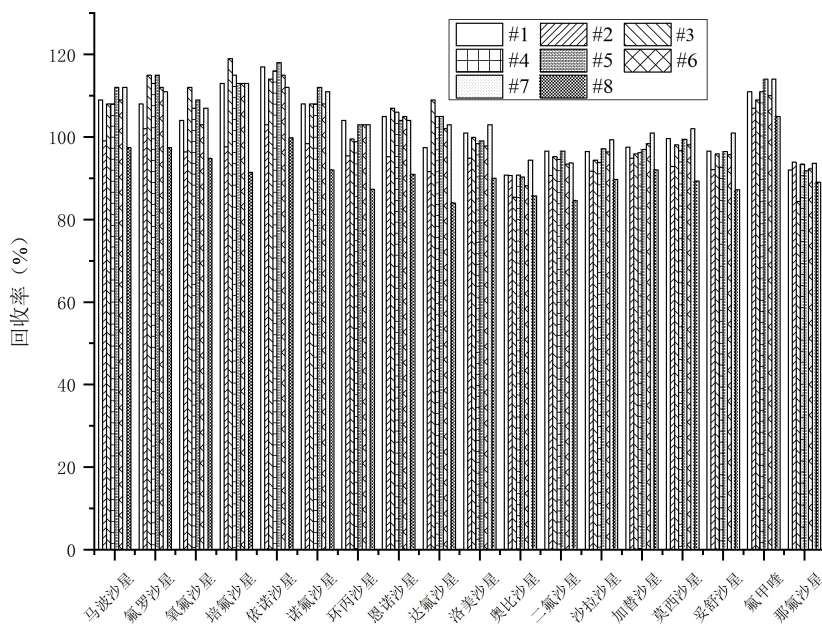


图 19 浓缩条件对氟喹诺酮类抗生素的回收效果

(8) 复溶溶剂的选择

理论上复溶溶剂用流动相的初始配比为最佳，这样会最大程度减少溶剂效应，但也要考虑目标化合物自身的理化性质，部分目标化合物在流动相的初始配比溶解度可能较低，从而影响回收效果。为获取最佳复溶溶剂，编制组在确定流动相 A 为用甲酸铵/甲酸缓冲溶液（0.5%甲酸，5 mmol/L 甲酸铵），流动相 B 为甲醇的情况下，实验比对了 2 种不同复溶溶剂对 2 个质量浓度的氟喹诺酮类抗生素的回收效果。

复溶溶剂#1：甲酸铵/甲酸缓冲溶液（0.5%甲酸，5 mmol/L 甲酸铵）-甲醇混合溶液（V/V=1:1）；

复溶溶剂#2：甲酸铵/甲酸缓冲溶液（0.5%甲酸，5 mmol/L 甲酸铵）-甲醇混合溶液（V/V=9:1）。

结果如表 18 所示。当选用复溶溶剂#1 时，加标浓度为 2 ng/L 样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素平均回收率为 78.7%~130%，加标浓度为 10 ng/L 样品中的平均回收率为 83.3%~126%；当选用复溶溶剂#2 时，加标浓度为 2 ng/L 样品中 17 种氟喹诺酮类抗生素的平均回收率为 45.6%~137%，加标浓度为 10 ng/L 样品中的平均回收率为 45.4%~121%。

综上所述，2 ng/L 和 10 ng/L 的回收率都显著优于复溶溶剂#2，原因可能是复溶溶剂#2 中有机相的比例相对较低，不能完全溶解马波沙星、氟罗沙星、氧氟沙星、依诺沙星等氟喹诺酮类抗生素，导致部分目标化合物残留在试管中，回收率偏低。因此，编制组最终选用甲酸铵/甲酸缓冲溶液（0.5%甲酸，5 mmol/L 甲酸铵）-甲醇混合溶液（V/V=1:1）作为复溶溶剂。

表 18 不同复溶溶剂对氟喹诺酮类抗生素回收率的影响

序号	化合物名称	复溶溶剂#1		复溶溶剂#2	
		2 ng/L	10 ng/L	2 ng/L	10 ng/L
1	马波沙星	108	100	73.6	59.3
2	氟罗沙星	101	90.1	79.9	54.4
3	氧氟沙星	123	88.6	98.1	57.1
4	培氟沙星	116	113	84.3	70.4
5	依诺沙星	103	86.1	45.6	45.4
6	诺氟沙星	78.7	83.3	82.6	70.5
7	环丙沙星	100	96.9	93.7	79.1
8	恩诺沙星	95.4	96.7	75.7	61.3
9	达氟沙星	115	110	86.3	67.6
10	洛美沙星	109	99.4	80.3	61.3
11	奥比沙星	102	92.0	68.0	52.6
12	二氟沙星	130	126	92.4	62.5
13	沙拉沙星	87.6	86.4	80.9	58.2
14	加替沙星	122	111	94.3	75.0
15	莫西沙星	109	108	119	78.3
16	氟甲喹	95.6	90.7	62.4	121
17	那氟沙星	96.2	90.6	137	119
18	诺氟沙星- <i>ds</i>	92.6	90.8	95.0	66.5

5.5 分析步骤

5.5.1 液相色谱条件优化

5.5.1.1 色谱柱的选择

氟喹诺酮类抗生素多为两性物质，具有一定的水溶性，不同色谱柱对其分离影响较大。目前分离抗生素最常用的色谱柱是 C_{18} 反相色谱柱，为了考察不同规格的 C_{18} 色谱柱对氟喹诺酮类抗生素的分离效果，编制组实验对比了 3 种不同规格 C_{18} 反相色谱柱：10 cm（柱长） \times 3.0 mm（内径） \times 2.6 μm （粒径）的 Kinetex- C_{18} [®] 柱（A 柱）、10 cm（柱长） \times 2.1 mm（内径） \times 3.5 μm （粒径）的 XTEERRA- C_{18} [®] MS 柱（B 柱）和 10 cm（柱长） \times 4.6 mm（内径） \times 2.7 μm （粒径）的 CORTECS[®] C_{18} 柱（C 柱），结果如图 20 所示（进样浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ ）。当使用 A 柱分离时，大部分氟喹诺酮类抗生素出现峰拖尾现象；当使用 B 柱时，莫西沙星和那氟沙星等目标化合物的色谱峰展宽严重；而当使用 C 柱时，各目标化合物不仅分离效果好，峰形对称，而且响应强度也相对较高。因此，本标准选择 CORTECS[®] C_{18} 柱对 17 种氟喹诺酮类抗生素进行分离，或使用其他性能相近的色谱柱。

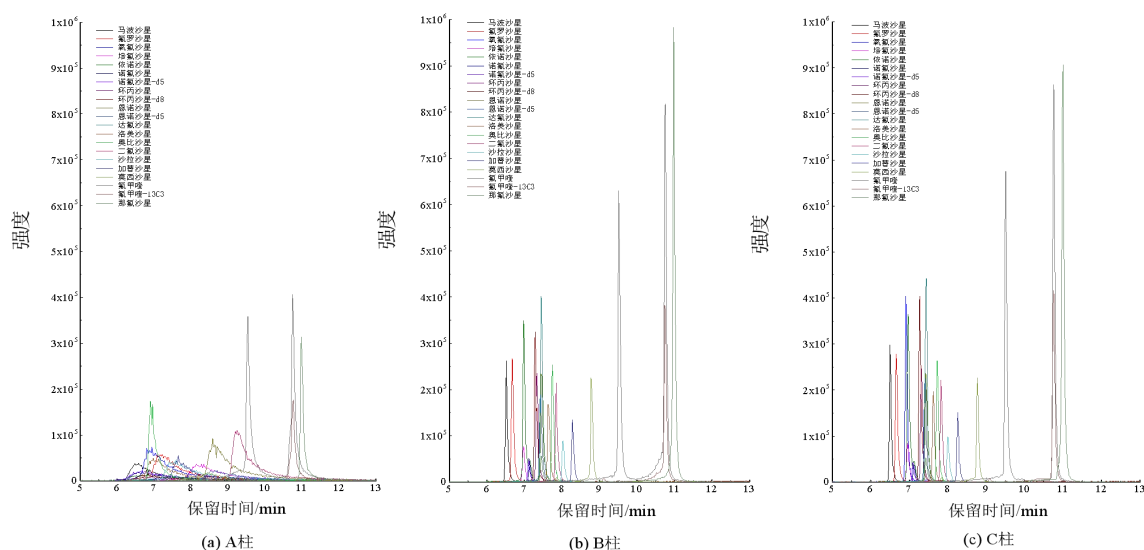


图 20 不同色谱柱下氟喹诺酮类抗生素色谱图（20 $\mu\text{g/L}$ ）

5.5.1.2 流动相组分优化

在反相色谱分离过程中，基质效应主要产生于分析的前段时间，因此可通过优化流动相组成和 pH，以推迟目标化合物出峰时间，降低基质效应。为更好分离 17 种氟喹诺酮类抗生素，获取满意峰型，编制组在确定色谱柱后，对流动相组分进行了优化。

编制组先比较了不同有机相（甲醇和乙腈）对目标化合物的分离效果。结果表明，使用甲醇时，基线相对较低，并且 17 种氟喹诺酮类抗生素分离效果更好，故确定有机相为甲醇。因在流动相中加入适当有机酸或缓冲盐可增强目标化合物的离子化效率，增强分析方法灵敏度，所以编制组又比较了不同有机酸、缓冲盐对灵敏度的影响。因草酸不易挥发，很容易导致仪器管路堵塞，不建议使用。

编制组考察了 5 mmol/L 乙酸铵、0.1%甲酸水及 0.1%甲酸-5 mmol/L 甲酸铵等水相（A 相）对 17 种氟喹诺酮类抗生素的分离效果。结果如图 21 所示，选用 0.1%甲酸-5 mmol/L 甲酸铵和甲醇作为流动相时，峰型最好，灵敏度最高，信号强度最强，编制组继续优化了甲酸含量，结果显示 0.5%甲酸-5 mmol/L 甲酸铵和甲醇效果最佳。因此，本标准选择 0.5%甲酸-5 mmol/L 甲酸铵和甲醇作为流动相。

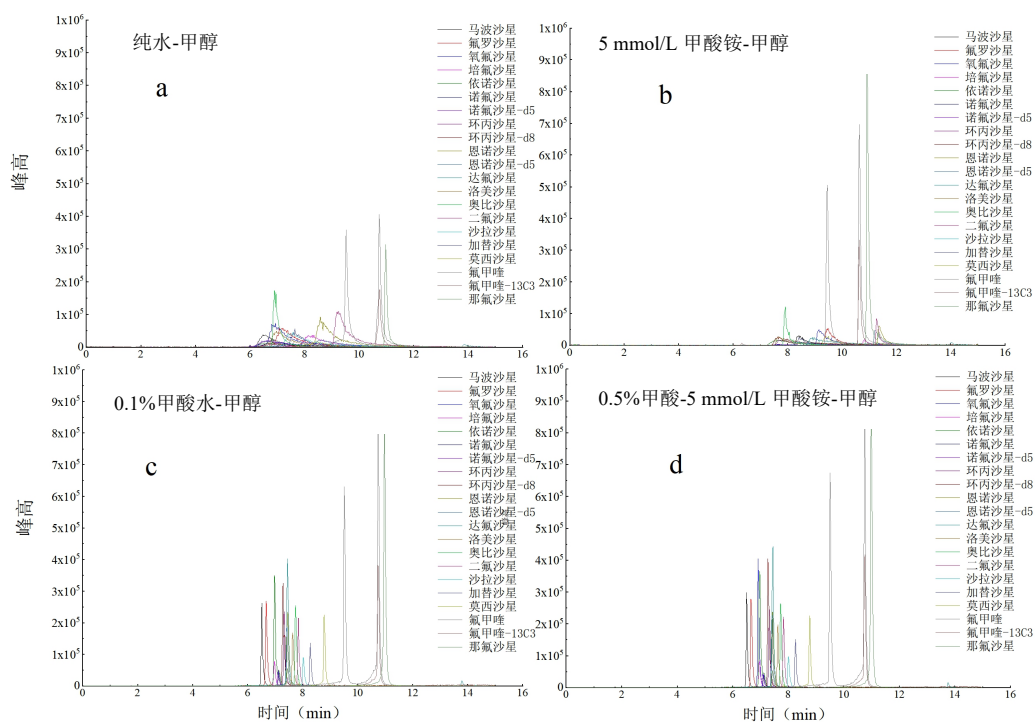


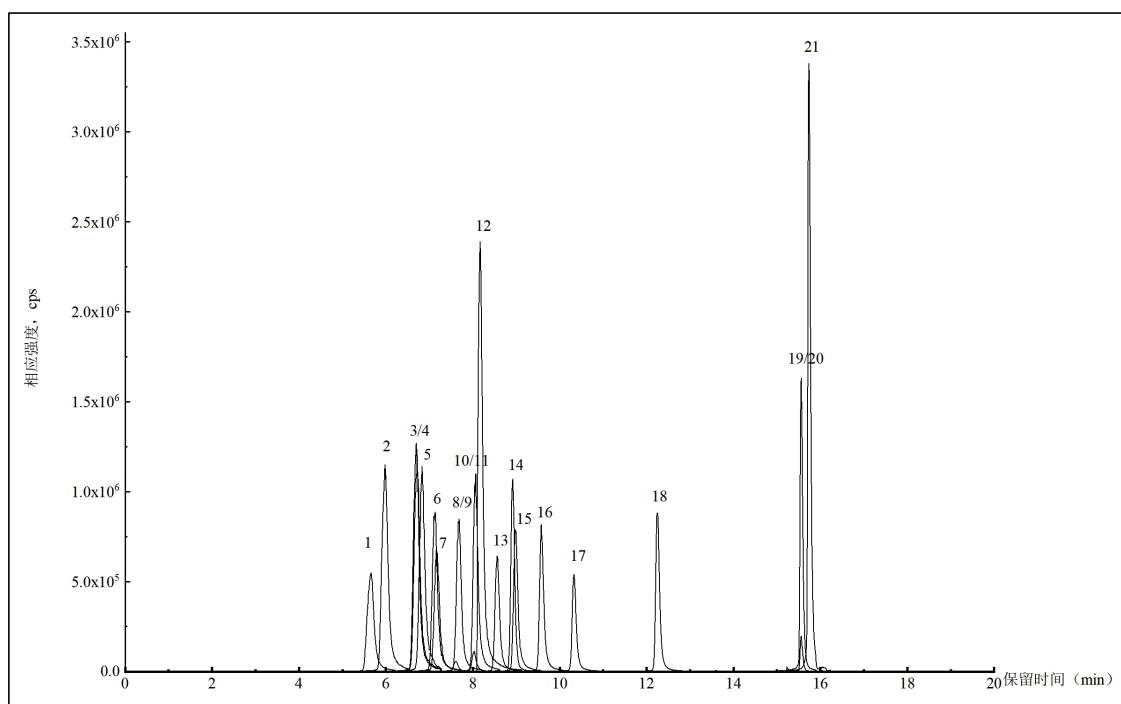
图 21 不同流动相下氟喹诺酮类抗生素色谱图 (20 μg/L)

5.5.1.3 梯度洗脱的优化

为保证在较短时间内检出所测组分，编制组在确定色谱柱、流动相后，对流动相梯度洗脱进行了优化，最终选择表 19 的梯度洗脱程序。在选定的梯度洗脱程序下，所有组分均在 20 min 以内出峰，且分离效果最佳，见图 22（进样浓度为 100 μg/L）。

表 19 梯度洗脱程序

序号	时间 (min)	流速 (ml/min)	水相 (%)	有机相 (%)
1	0.0	500	80	20
2	1.0	500	80	20
3	11.0	500	60	40
4	14.0	500	5	95
5	17.0	500	5	95
6	17.1	500	80	20
7	20.0	500	80	20



1——马波沙星；2——氟罗沙星；3——氧氟沙星；4——培氟沙星；5——依诺沙星；6——诺氟沙星- d_5 （替代物）；7——诺氟沙星；8——环丙沙星- d_8 （内标物）；9——环丙沙星；10——恩诺沙星- d_5 （内标物）；11——恩诺沙星；12——达氟沙星；13——洛美沙星；14——奥比沙星；15——二氟沙星；16——沙拉沙星；17——加替沙星；18——莫西沙星；19——氟甲喹；20—— $^{13}C_3$ -氟甲喹（内标物）；21——那氟沙星。

图 22 17 种氟喹诺酮类抗生素和替代物、内标物的总离子流色谱图（100 $\mu g/L$ ）

5.5.1.4 标准曲线配制溶剂的确定

为获取标准曲线最佳配制溶剂，编制组比对了不同溶剂配置标准曲线的分离效果。结果如图 23 所示，用甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液（5.3.1.7）配制的标准曲线，无论是峰型还是响应，均优于其他两种情况。因此，本标准选择用甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液（5.3.1.7）配制标准曲线。当采用直接进样法分析时，本标准选用盐酸溶液（5.3.1.5）作为稀释溶剂，保证与实际样品的 pH 和溶剂保持一致，以降低基质效应。

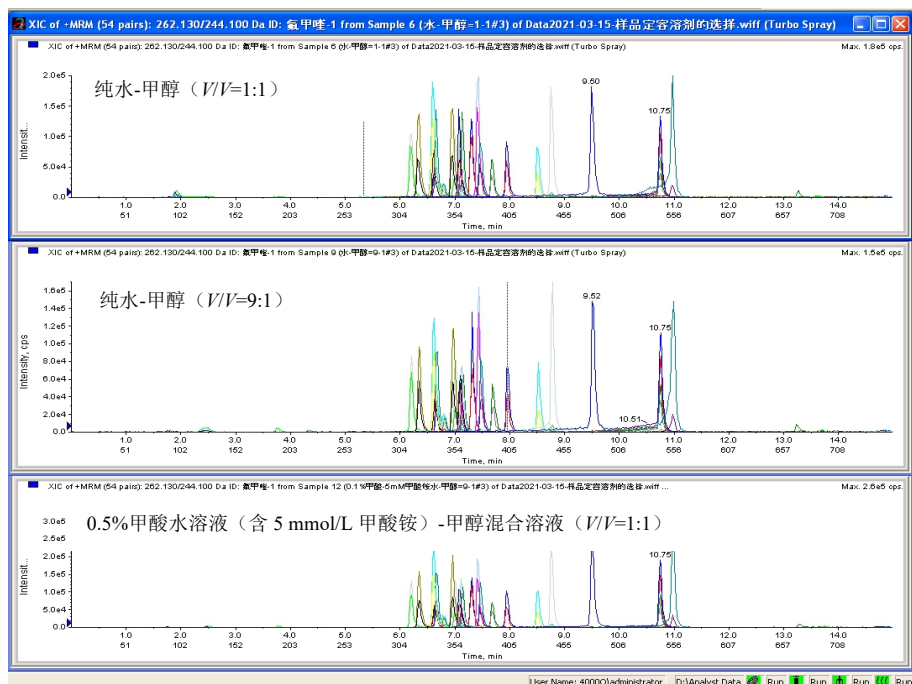


图 23 不同溶剂配制标准曲线溶液的色谱图 (20 $\mu\text{g/L}$)

5.5.2 质谱条件优化

配制浓度为 1.0 mg/L 的 17 种氟喹诺酮类抗生素、替代物及内标混合液，采用流动注射泵以 10 $\mu\text{L}/\text{min}$ 流速连续进样，对质谱条件进行优化，包括母离子、子离子、碰撞电压及其他质谱参数（不同厂家的参数不同）等。由于氟喹诺酮类抗生素的极性较大，选择电喷雾离子源（ESI）。

实验对比了正离子和负离子扫描模式下 17 种氟喹诺酮类抗生素的响应灵敏度，结果显示各组份在正离子扫描模式下有更好的响应。选定 $[M+H]^+$ 为母离子，进行二级质谱扫描，寻找子离子碎片，然后选择响应较高的 2 个子离子分别作为定性子离子和定量子离子，并优化其相应的碰撞能量，以多反应监测（MRM）模式分析，建立质谱方法。具体质谱优化参数结果详见表 20。

表 20 目标化合物、替代物及内标物的多反应监测条件

序号	化合物名称	母离子	子离子	保留时间 (min)	锥孔电压 (V)	碰撞电压 (V)	定量内标
1	马波沙星	363.1	320.1*	6.2	80	46	环丙沙星 d_8
		363.1	72.1			23	
2	氟罗沙星	370.1	326.1*	6.5	76	27	恩诺沙星- d_5
		370.1	269.1			37	
3	氧氟沙星	362.2	318.2*	7.2	76	27	恩诺沙星- d_5
		362.2	261.1			39	
4	培氟沙星	334.2	316*	7.3	76	29	环丙沙星 d_8
		334.2	290.1			27	
5	依诺沙星	321.1	303.1*	7.4	70	30	环丙沙星 d_8
		321.1	232.1			50	

序号	化合物名称	母离子	子离子	保留时间 (min)	锥孔电 压 (V)	碰撞电压 (V)	定量内标
6	诺氟沙星	320.2	302.2*	7.7	65	28	环丙沙星-d ₈
		320.2	276.2			25	
7	环丙沙星	332.1	314.1*	8.3	81	29	环丙沙星-d ₈
		332.1	288.1			27	
8	恩诺沙星	360.2	316.1*	8.7	76	27	恩诺沙星-d ₅
		360.2	245.1			37	
9	达氟沙星	358.2	340.2*	8.8	76	33	恩诺沙星-d ₅
		358.2	82.1			73	
10	洛美沙星	352.2	308.2*	9.1	91	25	恩诺沙星-d ₅
		352.2	265.1			33	
11	奥比沙星	396.0	352*	9.5	80	24	恩诺沙星-d ₅
		396.0	295.2			32	
12	二氟沙星	400.2	356.2*	9.7	81	29	恩诺沙星-d ₅
		400.2	299.1			39	
13	沙拉沙星	386.1	368.2*	10.2	75	31	恩诺沙星-d ₅
		386.1	342.2			27	
14	加替沙星	376.2	332.2*	10.9	81	27	恩诺沙星-d ₅
		376.2	261			41	
15	莫西沙星	402.2	384.2*	12.9	76	31	环丙沙星-d ₈
		402.2	358.2			29	
16	氟甲喹	262.1	244.1*	15.6	100	25	氟甲喹- ¹³ C ₃
		262.1	202			45	
17	那氟沙星	361.2	343.2*	15.8	110	35	氟甲喹- ¹³ C ₃
		361.2	283.1			50	
18	诺氟沙星-d ₅	325.2	307.2*	7.7	65	30	环丙沙星 =d ₈
		325.2	281.2			26	
19	环丙沙星-d ₈	340.2	322.1*	8.2	91	31	—
		340.2	296.1			27	
20	恩诺沙星-d ₅	365.2	321.2*	8.7	81	29	—
		365.2	347.2			31	
21	氟甲喹- ¹³ C ₃	265.1	247.1*	15.6	46	25	—
		265.1	205.1			45	

注：对于不同质谱仪器，参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。

*为定量离子。

经调研，目前高效液相色谱-三重四极杆质谱主要由 AB SCIEX、Waters、Agilent、Thermo Fisher、Shimadzu 等公司生产，不同厂家的仪器参数存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。在上述色谱条件和质谱参数确定的情况下，继续采用流动注射泵以 10 μL/min 流速连续进样，对质谱离子化参数进行优化。

使用仪器为 Agilent 1260/4000 Q Trap MS/MS 液相色谱-三重四极杆质谱仪时，离子源为电喷雾电离源，气帘气压力为 0.17 MPa，雾化气压力为 0.41 MPa，辅助气压力为 0.41

MPa，正离子模式下离子源电压为 5500 V，去溶剂温度为 550 °C，检测方式为 MRM 模式。使用仪器为 Waters ACQUITY UPLC H Class Xevo TQS 超高效液相色谱-三重四极杆质谱仪时，离子化电压为 1500 V，脱溶剂温度：400 °C，脱溶剂气流速：1000 L/h，气帘气流速：150 L/h，检测方式为正离子模式下 MRM 模式。

5.5.3 基质干扰及消除

高效液相色谱-三重四极杆质谱中的基质效应是由于基质中非挥发性组分与待测物质在离子化的过程中产生竞争，影响待测物的离子化效率，这种影响表现为离子抑制或离子增强。产生基质效应的干扰性物质分为两类，一类叫做“内源性物质”，源自于被分析物本身，并保留在最终提取液中的物质，包括盐、强极性化合物、表面活性剂以及与目标化合物结构类似的抗生素类化合物或其他物质等。另一类叫做“外源性物质”，主要来源于方法建立过程中的外部环境，包括塑料和聚合物残留、离子对试剂、有机酸、缓冲溶液等。消除基质效应的方法主要有优化色谱分离条件和样品前处理方法、选择合适的替代物和内标、采用基质标准溶液校正等。

5.5.3.1 优化色谱分离条件

由于反相色谱分离过程中的基质效应主要产生于分析的前段时间，因此可通过调整色谱条件（流动相、色谱柱、流速等）推迟氟喹诺酮类抗生素的出峰时间，尽量与快速流出的强极性组分分开，降低基质效应，详见图 24。

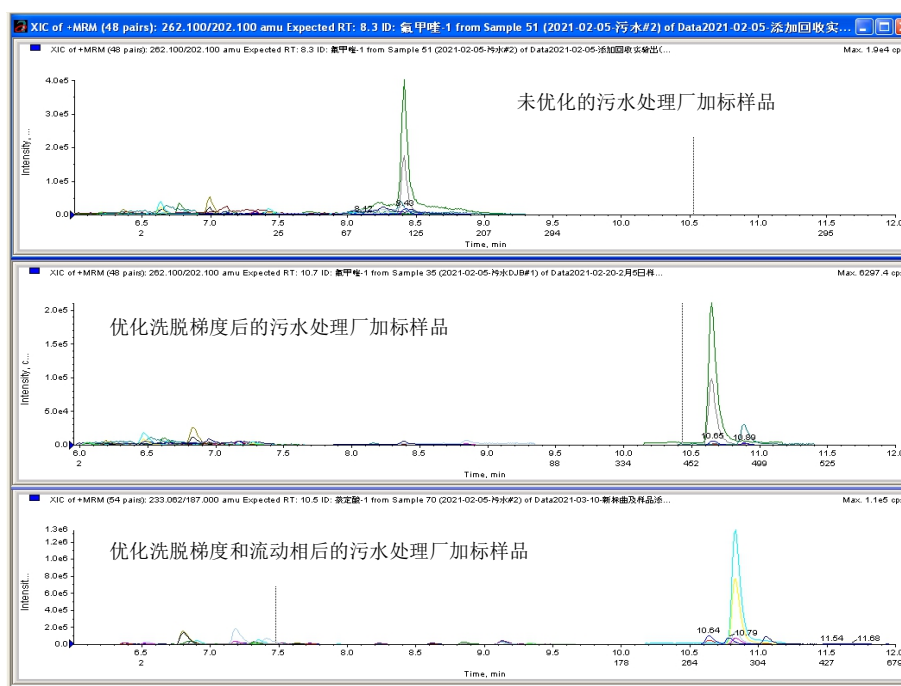


图 24 优化梯度洗脱及流动相后色谱图（污水处理厂加标样品）

5.5.3.2 优化样品前处理方法

上样前对样品进行浓缩或增加进样体积，都会使基质效应加强。因此，对于高浓度样品和基质复杂的样品，可通过减少取样量、减小浓缩倍数和减少进样量来降低基质效应，

其中减少取样量比增大萃取浓缩液稀释倍数更有效。

5.5.3.3 选择合适的替代物和内标

同位素与待测组分在样品制备、色谱分离及质谱检测的全过程中具有相似行为，受基质效应的影响也一致。如果每种目标化合物都用其同位素作为内标，则同位素内标法是补偿基质效应最理想的方法。因同位素内标价格昂贵，且不易得到，也难以实现对每种目标化合物都用其同位素作为内标。由于诺氟沙星- d_5 、恩诺沙星- d_5 和环丙沙星- d_5 性质很相似，保留时间和响应值都比较相近，因此选则其中任何两个作为进样内标，另外一个做替代物都可以，实验室内和实验间验证数据表明选择恩诺沙星- d_5 和环丙沙星- d_5 做进样内标，诺氟沙星- d_5 做替代物满足质控要求。此外，考虑到氟甲喹和那氟沙星的保留时间和响应值跟 $^{13}C_3$ -氟甲喹的性质相似，并且与其他目标化合物相差较大，因此增补 $^{13}C_3$ -氟甲喹作为进样内标，用来定量氟甲喹和那氟沙星。因此，本标准选取环丙沙星- d_8 、恩诺沙星- d_5 和 $^{13}C_3$ -氟甲喹作为进样内标，选取诺氟沙星- d_5 为替代物，以考察固相萃取的回收效果。

5.5.3.4 采用基质标准溶液校正

基质标准溶液，即将空白样品经前处理后，加入一定量待测物，用以校正检测结果。基质标准溶液校正法是最常用的补偿基质效应的方法，在液相色谱-三重四极杆质谱法研究中应用十分广泛。

编制组采用 HLB 固相萃取柱萃取空白样品，用以配制工作曲线，绘制基质校准曲线，内标法定量；同时以流动相 ($V_A/V_B=1:1$) 为溶剂绘制标准曲线，内标法定量。用基质校准曲线和标准曲线计算加标样品回收率，结果发现大部分氟喹诺酮类抗生素回收率差异不大，但采用基质校准曲线可以在很大程度上补偿固相萃取过程中使用的萃取柱、甲酸、氨水、甲醇等试剂带来的外源性物质的影响。

在这 4 种消除基质效应的方法中，优化色谱分离条件是最根本也是最有效解决基质效应的方法。其次是选择合适的前处理方法和替代物及内标，以达到较高的待测物回收率和最小的基质效应。在前三种方法都无法消除的情况下，可采用基质标准溶液校正来消除或补偿基质效应。

5.5.4 校准

5.5.4.1 标准曲线的建立

分别移取适量目标化合物标准使用液 (5.3.1.11)、替代物标准使用液 (5.3.1.13) 逐级稀释，配制至少 5 个浓度点的标准系列，目标化合物和替代物的质量浓度依次为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、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，依次加入 10 μl 内标使用液 I (5.3.1.16) 和 10 μl 内标使用液 II (5.3.1.17)，混匀后贮存在棕色样品瓶中，待测，见表 21 所示。按照优化后的仪器参考条件，由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液测定。以标准系列溶液中目标化合物或替代物的质量浓度为横坐标，以其对应的峰面积 (或峰高) 与内标物峰面积 (或峰高) 的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立最小二乘法标准曲线。

注 1：采用直接进样法分析时，标准曲线需使用盐酸溶液 (5.3.1.5) 作为稀释溶剂；采用固相萃取法

分析时，标准曲线需使用甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液（5.3.1.7）作为稀释溶剂。

注2：可根据被测样品中目标化合物的浓度水平确定合适的标准系列和内标浓度。

表 21 标准曲线系列溶液配制参考浓度

序号	化合物名称	校准曲线浓度点（单位：μg/L）					
		CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6
1	莫西沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
2	二氟沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
3	奥比沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
4	沙拉沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
5	加替沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
6	氟罗沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
7	马波沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
8	氧氟沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
9	那氟沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
10	恩诺沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
11	达氟沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
12	洛美沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
13	培氟沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
14	环丙沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
15	依诺沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
16	诺氟沙星	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200
17	氟甲喹	5.0	10.0	20.0	50.0	100	200

5.5.4.2 平均相对响应因子计算

标准系列第 i 点目标化合物或替代物的相对响应因子 RRF_i ，按照公式（1）计算：

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{is}} \times \frac{\rho_{is}}{\rho_i} \quad (1)$$

式中： RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物或替代物的相对响应因子，无量纲；

A_i ——标准系列中第 i 点目标化合物或替代物定量离子的峰面积（或峰高）；

A_{is} ——标准系列中第 i 点目标化合物或替代物对应内标定量离子的峰面积（或峰高）；

ρ_{is} ——标准系列中内标物的浓度，μg/L；

ρ_i ——标准系列中第 i 点目标化合物或替代物的质量浓度，μg/L。

目标化合物或替代物的平均相对响应因子 \overline{RRF} ，按照公式（2）计算：

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中： \overline{RRF} ——目标化合物或替代物的平均相对响应因子，无量纲；

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物或替代物的相对响应因子，无量纲；

n ——标准系列点数。

5.5.5 实验室内检出限

5.5.5.1 直接进样法检出限

经检测，直接进样的空白试样未检测出目标化合物，按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）相关规定，平行测定 7 个浓度值为估计方法检出限值 3~5 倍的实验室空白加标样品，计算其标准偏差 S 。再用公式： $MDL=S \times t_{(n-1,0.99)}$ 计算方法检出限。其中： $t_{(n-1,0.99)}$ 为置信度为 99%，自由度为 $n-1$ 时的 t 值； n 为重复分析的样品数。方法检出限的 4 倍值为测定下限。

根据仪器灵敏度情况，编制组所在实验室标准曲线的线性范围为 0.5 $\mu\text{g/L}$ ~200 $\mu\text{g/L}$ ，所以编制组对 7 份浓度为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 的空白加标样品进行平行测定。结果如表 22 所示，58.8%的目标化合物浓度在计算方法检出限的 3~5 倍范围内，满足 HJ 168-2020 中规定的要求（ $\geq 50\%$ ）；94.1%的目标化合物浓度在计算方法检出限的 1~10 倍范围内，满足 HJ 168-2020 中规定的要求（ $\geq 90\%$ ）；未有目标化合物浓度超过计算方法检出限的 20 倍，满足 HJ 168-2020 中规定的要求（ $\leq 10\%$ ）。

综上所述，编制组实验室内各目标化合物直接进样法的方法检出限符合 HJ 168-2020 的要求。当采用直接进样法，进样量为 5 μl 时，17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限为 0.07 $\mu\text{g/L}$ ~0.3 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.28 $\mu\text{g/L}$ ~1.2 $\mu\text{g/L}$ 。

5.5.5.2 固相萃取法检出限

经检测，固相萃取的空白试样未检测出目标化合物，按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关规定，平行测定 7 个浓度值为估计方法检出限值 3~5 倍的实验室空白加标样品，计算其标准偏差 S 。

根据仪器灵敏度情况，编制组对 7 份浓度为 1.00 ng/L 的空白加标样品进行平行测定。结果如表 23 所示，58.8%的目标化合物浓度在计算方法检出限的 3~5 倍范围内，满足 HJ 168-2020 中规定的要求（ $\geq 50\%$ ）；100%的目标化合物样品浓度在计算方法检出限的 1~10 倍范围内，满足 HJ 168-2020 中规定的要求（ $\geq 90\%$ ）；未有目标化合物浓度超过计算方法检出限的 20 倍，满足 HJ 168-2020 中规定的要求（ $\leq 10\%$ ）。

综上所述，编制组实验室内各目标化合物固相萃取法的方法检出限符合 HJ 168-2020 的要求。当采用固相萃取法，取样量为 1000 ml，定容体积为 1.0 ml，进样量为 5 μl 时，17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限为 0.09 ng/L ~0.4 ng/L ，测定下限为 0.36 ng/L ~1.6 ng/L 。

表 22 直接进样方法检出限计算结果（取样体积 1 ml, $n=7$ ）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	t 值	计算的方法检出 限 (µg/L)	仪器检出限 (µg/L)	方法检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7							
1	马波沙星	0.93	0.96	1.04	1.00	1.01	1.00	0.99	0.99	0.037	3.143	0.12	0.05	0.2	0.8
2	氟罗沙星	0.96	1.02	1.00	1.09	1.02	1.03	1.04	1.02	0.039	3.143	0.12	0.03	0.2	0.8
3	氧氟沙星	0.85	0.85	0.91	1.00	1.01	1.05	1.00	0.95	0.082	3.143	0.26	0.04	0.3	1.2
4	培氟沙星	0.81	0.88	0.94	0.96	1.00	1.02	0.97	0.94	0.073	3.143	0.23	0.05	0.3	1.2
5	依诺沙星	0.82	0.93	0.90	0.98	0.97	1.05	0.94	0.94	0.072	3.143	0.23	0.05	0.3	1.2
6	诺氟沙星	0.95	0.97	1.03	1.03	1.00	1.02	1.02	1.00	0.031	3.143	0.10	0.09	0.1	0.4
7	环丙沙星	1.01	1.00	1.01	1.07	1.01	1.04	0.97	1.02	0.032	3.143	0.11	0.05	0.2	0.8
8	恩诺沙星	0.92	1.04	0.95	1.01	1.00	1.00	0.95	0.98	0.042	3.143	0.13	0.08	0.2	0.8
9	达氟沙星	0.81	0.89	0.95	1.02	1.01	1.03	0.97	0.95	0.080	3.143	0.25	0.07	0.3	1.2
10	洛美沙星	0.97	0.97	0.98	1.06	0.99	1.09	1.02	1.01	0.047	3.143	0.15	0.07	0.2	0.8
11	奥比沙星	0.80	0.82	0.89	0.90	0.90	0.89	0.91	0.87	0.044	3.143	0.14	0.08	0.2	0.8
12	二氟沙星	0.95	0.92	0.98	1.00	1.02	1.05	1.03	0.99	0.046	3.143	0.14	0.06	0.2	0.8
13	沙拉沙星	1.22	1.11	1.00	1.04	1.00	0.98	0.98	1.05	0.089	3.143	0.28	0.06	0.3	1.2
14	加替沙星	0.90	0.99	1.08	1.05	1.04	1.03	1.03	1.02	0.058	3.143	0.18	0.03	0.2	0.8
15	莫西沙星	0.87	0.89	0.96	0.96	0.94	1.02	0.94	0.94	0.049	3.143	0.15	0.08	0.2	0.8
16	氟甲喹	1.13	1.10	1.06	1.13	1.04	1.05	1.12	1.09	0.039	3.143	0.12	0.05	0.2	0.8
17	那氟沙星	0.84	0.80	0.81	0.86	0.81	0.83	0.82	0.82	0.021	3.143	0.07	0.02	0.07	0.28

表 23 固相萃取法检出限计算结果（取样体积 1000 ml, $n=7$ ）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	t 值	计算的方法检出 限 (ng/L)	仪器检出限 (ng/L)	方法检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7							
1	马波沙星	0.74	0.81	0.70	0.87	0.78	0.87	0.89	0.809	0.073	3.143	0.23	0.05	0.3	1.2
2	氟罗沙星	0.72	0.84	0.71	0.95	0.82	0.88	0.89	0.829	0.090	3.143	0.28	0.03	0.3	1.2
3	氧氟沙星	0.91	0.97	0.85	1.01	1.05	1.02	1.03	0.977	0.072	3.143	0.23	0.04	0.3	1.2
4	培氟沙星	0.84	0.80	1.02	0.91	0.92	0.96	0.89	0.906	0.073	3.143	0.23	0.05	0.3	1.2
5	依诺沙星	0.67	0.65	0.76	0.77	0.68	0.71	0.71	0.708	0.046	3.143	0.14	0.05	0.2	0.8
6	诺氟沙星	0.60	0.68	0.63	0.70	0.65	0.75	0.72	0.676	0.052	3.143	0.16	0.09	0.2	0.8
7	环丙沙星	0.75	0.72	0.71	0.75	0.74	0.77	0.79	0.746	0.027	3.143	0.086	0.05	0.09	0.36
8	恩诺沙星	0.92	0.86	0.78	0.85	0.68	0.93	1.00	0.858	0.104	3.143	0.33	0.08	0.4	1.6
9	达氟沙星	0.87	0.85	0.61	0.83	0.71	0.86	0.86	0.799	0.100	3.143	0.31	0.07	0.4	1.6
10	洛美沙星	0.97	0.91	0.89	1.00	0.98	1.04	1.00	0.970	0.053	3.143	0.17	0.07	0.2	0.8
11	奥比沙星	1.13	1.02	1.11	1.12	1.22	1.15	1.06	1.116	0.064	3.143	0.20	0.08	0.2	0.8
12	二氟沙星	0.87	0.80	0.76	0.92	0.80	0.91	0.91	0.853	0.064	3.143	0.20	0.06	0.2	0.8
13	沙拉沙星	0.66	0.69	0.69	0.82	0.62	0.77	0.74	0.713	0.068	3.143	0.21	0.06	0.3	1.2
14	加替沙星	0.93	0.93	0.88	1.04	0.94	1.03	0.97	0.960	0.058	3.143	0.18	0.03	0.2	0.8
15	莫西沙星	0.85	0.81	0.84	0.90	0.84	0.87	0.90	0.858	0.034	3.143	0.11	0.08	0.2	0.8
16	氟甲喹	0.82	0.90	1.00	0.98	0.91	0.98	0.98	0.937	0.065	3.143	0.20	0.05	0.2	0.8
17	那氟沙星	0.78	0.81	0.73	0.85	0.81	0.80	0.79	0.794	0.036	3.143	0.11	0.02	0.2	0.8

5.5.6 方法的精密度

5.5.6.1 直接进样法精密度

编制组分别用实验用水加标样和实际样品加标样进行直接进样法精密度实验，实验用水加标浓度分别为 1.0 µg/L、10.0 µg/L、90 µg/L。根据样品实际检出浓度情况，地下水（广西玉林某场地地下水）、海水（狮子洋虎门段海水）、地表水（珠江琶洲段河水）、生活污水（广州某镇污水处理厂出口）、工业废水（广州某医药厂处理后废水）和农业废水（广州某牛奶养殖场废水出口）加标浓度均为 10.0 µg/L，每个浓度水平平行测定 6 次，计算其平均值、标准偏差和相对标准偏差。表 24~表 26 显示，空白加标水样测定结果的相对标准偏差为 2.0%~9.9%；表 27~表 32 显示，实际样品加标测定结果的相对标准偏差为 1.0%~6.6%。

表 24 低浓度空白样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.93	0.96	1.04	1.00	1.01	1.00	0.99	0.04	4.0
2	氟罗沙星	0.96	1.02	1.00	1.09	1.02	1.03	1.02	0.04	3.9
3	氧氟沙星	0.85	0.85	0.91	1.00	1.01	1.05	0.95	0.09	9.5
4	培氟沙星	0.81	0.88	0.94	0.96	1.00	1.02	0.93	0.08	8.6
5	依诺沙星	0.82	0.93	0.90	0.98	0.97	1.05	0.94	0.08	8.5
6	诺氟沙星	0.95	0.97	1.03	1.03	1.00	1.02	1.00	0.03	3.0
7	环丙沙星	1.01	1.00	1.01	1.07	1.01	1.04	1.02	0.03	2.9
8	恩诺沙星	0.92	1.04	0.95	1.01	1.00	1.00	0.99	0.04	4.0
9	达氟沙星	0.81	0.89	0.95	1.02	1.01	1.03	0.95	0.09	9.5
10	洛美沙星	0.97	0.97	0.98	1.06	0.99	1.09	1.01	0.05	5.0
11	奥比沙星	0.80	0.82	0.89	0.90	0.90	0.89	0.86	0.04	4.7
12	二氟沙星	0.95	0.92	0.98	1.00	1.02	1.05	0.99	0.05	5.1
13	沙拉沙星	1.22	1.11	1.00	1.04	1.00	0.98	1.06	0.09	8.5
14	加替沙星	0.90	0.99	1.08	1.05	1.04	1.03	1.02	0.06	5.9
15	莫西沙星	0.87	0.89	0.96	0.96	0.94	1.02	0.94	0.05	5.3
16	氟甲喹	1.13	1.10	1.06	1.13	1.04	1.05	1.09	0.04	3.7
17	那氟沙星	0.84	0.80	0.81	0.86	0.81	0.83	0.82	0.02	2.4

表 25 中浓度空白样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.2	11.1	11.0	10.2	11.3	10.7	10.9	0.41	3.8
2	氟罗沙星	11.2	11.5	11.5	11.2	11.8	11.6	11.5	0.23	2.0
3	氧氟沙星	10.6	10.7	10.6	9.58	10.9	10.4	10.5	0.46	4.4
4	培氟沙星	12.6	12.6	12.2	11.4	12.5	11.4	12.1	0.57	4.7

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
5	依诺沙星	11.1	10.2	10.1	9.12	11.9	10.8	10.5	0.95	9.0
6	诺氟沙星	10.6	10.6	11.1	10.0	10.4	10.2	10.5	0.38	3.6
7	环丙沙星	10.0	10.2	10.3	9.07	10.0	9.79	9.9	0.44	4.4
8	恩诺沙星	10.6	10.8	11.2	10.7	10.8	11.3	10.9	0.28	2.6
9	达氟沙星	11.9	11.3	11.8	10.7	11.7	11.7	11.5	0.45	3.9
10	洛美沙星	10.5	10.6	11.2	10.8	10.8	11.4	10.9	0.35	3.2
11	奥比沙星	8.62	9.54	9.68	9.38	9.23	9.64	9.3	0.39	4.2
12	二氟沙星	10.1	10.5	11.1	11.0	10.8	11.2	10.8	0.42	3.9
13	沙拉沙星	9.56	10.2	10.7	10.3	10.0	10.3	10.2	0.38	3.7
14	加替沙星	10.8	11.2	11.6	11.1	10.8	11.4	11.2	0.32	2.9
15	莫西沙星	10.2	9.77	10.0	9.03	9.63	9.67	9.7	0.40	4.1
16	氟甲喹	10.7	11.1	10.5	9.84	10.6	10.4	10.5	0.41	3.9
17	那氟沙星	9.11	9.45	9.21	8.34	9.25	9.00	9.1	0.38	4.2

表 26 高浓度空白样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	100	98.3	85.1	89.7	92.5	105	95.1	7.32	7.7
2	氟罗沙星	107	99.3	96.0	91.8	92.4	111	99.6	7.88	7.9
3	氧氟沙星	98	98.4	84.4	89.7	102	112	97.4	9.63	9.9
4	培氟沙星	116	116	110	111	116	108	113	3.60	3.2
5	依诺沙星	94.9	93.8	97.9	89.2	94.8	108	96.4	6.33	6.6
6	诺氟沙星	99.4	99.5	84.8	97.7	94.6	114	98.3	9.44	9.6
7	环丙沙星	101	95.0	83.0	88.0	95.0	104	94.3	7.84	8.3
8	恩诺沙星	104	96.4	98.0	92.2	95.8	105	98.6	4.98	5.1
9	达氟沙星	115	116	97.6	99.8	110	114	109	8.06	7.4
10	洛美沙星	98.1	99.0	93.9	89.1	91.5	101	95.4	4.66	4.9
11	奥比沙星	76.8	79.4	76.1	73.1	76.0	80.9	77.1	2.76	3.6
12	二氟沙星	95.6	95.1	90.9	88.2	90.3	99.8	93.3	4.28	4.6
13	沙拉沙星	90.9	87.7	88.3	84.0	88.3	95.5	89.1	3.83	4.3
14	加替沙星	95.7	97.0	92.6	88.0	91.3	99.2	94.0	4.10	4.4
15	莫西沙星	93.7	97.9	83.3	86.4	93.7	103	93.0	7.25	7.8
16	氟甲喹	90.2	83.0	81.7	80.4	80.4	96.5	85.4	6.57	7.7
17	那氟沙星	77.8	73.3	75.1	76.2	73.6	84.2	76.7	4.04	5.3

表 27 地下水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.4	11.6	11.4	11.6	11.8	12.1	11.7	0.27	2.3
2	氟罗沙星	10.1	10.4	10.5	10.3	11.3	11.5	10.7	0.57	5.3
3	氧氟沙星	11.8	12.0	11.5	11.7	12.1	12.0	11.9	0.23	1.9
4	培氟沙星	11.6	13.1	12.3	12.4	12.4	13.1	12.5	0.56	4.5
5	依诺沙星	12.1	12.1	11.8	12.1	12.3	12.1	12.1	0.16	1.3
6	诺氟沙星	11.1	11.1	10.8	11.1	11.2	11.4	11.1	0.19	1.7
7	环丙沙星	11.2	10.7	10.4	10.6	10.9	11.0	10.8	0.29	2.7
8	恩诺沙星	10.7	10.9	10.8	10.4	10.7	11.1	10.8	0.23	2.1
9	达氟沙星	11.5	11.6	11.2	11.3	11.4	12.8	11.6	0.59	5.1
10	洛美沙星	11.4	11.0	10.8	10.8	10.9	11.0	11.0	0.22	2.0
11	奥比沙星	8.78	8.58	7.97	8.51	8.50	8.46	8.47	0.27	3.2
12	二氟沙星	9.01	9.25	8.64	9.15	9.38	9.81	9.21	0.39	4.2
13	沙拉沙星	8.73	8.98	8.31	8.79	8.40	9.13	8.72	0.32	3.7
14	加替沙星	8.91	9.42	8.61	9.07	9.05	9.87	9.16	0.44	4.8
15	莫西沙星	10.2	10.5	9.83	10.3	10.4	10.4	10.3	0.24	2.3
16	氟甲喹	10.6	10.8	10.4	10.7	11.2	10.8	10.8	0.27	2.5
17	那氟沙星	7.55	7.61	7.29	7.88	8.08	7.78	7.70	0.28	3.6

表 28 海水样品加标测试数据 (直接进样)

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.7	12.0	12.0	12.5	11.2	11.1	11.8	0.53	4.5
2	氟罗沙星	11.6	11.5	11.2	10.9	10.9	11.2	11.2	0.29	2.6
3	氧氟沙星	11.8	12.3	12.3	12.8	11.6	11.7	12.1	0.46	3.8
4	培氟沙星	12.8	12.6	13.1	12.9	12.2	12.2	12.6	0.37	2.9
5	依诺沙星	12.1	11.9	11.8	12.0	11.1	10.8	11.6	0.53	4.6
6	诺氟沙星	11.2	11.3	11.3	11.4	10.5	10.1	11.0	0.54	4.9
7	环丙沙星	10.6	10.6	10.5	11.0	10.4	10.2	10.6	0.27	2.5
8	恩诺沙星	10.8	11.0	11.0	10.9	10.7	10.4	10.8	0.23	2.1
9	达氟沙星	12.0	12.0	12.1	11.8	11.3	11.5	11.8	0.32	2.7
10	洛美沙星	10.9	11.0	11.6	11.8	11.0	10.6	11.2	0.45	4.0
11	奥比沙星	8.71	8.61	9.03	9.48	8.86	8.03	8.79	0.48	5.5
12	二氟沙星	9.64	9.50	9.46	9.59	9.00	9.00	9.37	0.29	3.1
13	沙拉沙星	9.14	8.56	9.06	8.82	8.47	8.09	8.69	0.40	4.6
14	加替沙星	9.65	9.21	9.19	9.43	9.01	8.63	9.19	0.35	3.8
15	莫西沙星	9.75	9.79	10.2	10.3	9.43	8.91	9.73	0.51	5.2
16	氟甲喹	10.9	10.9	10.8	10.5	10.3	10.8	10.7	0.24	2.2
17	那氟沙星	7.57	7.23	7.97	7.75	7.56	7.70	7.63	0.25	3.3

表 29 地表水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.4	12.2	11.9	11.8	12.1	11.5	11.8	0.32	2.7
2	氟罗沙星	10.3	11.4	10.8	10.4	10.9	10.8	10.8	0.39	3.6
3	氧氟沙星	11.2	12.5	11.9	12.1	12.2	11.7	11.9	0.45	3.8
4	培氟沙星	11.8	12.4	12.3	12.0	12.0	12.7	12.2	0.33	2.7
5	依诺沙星	11.5	11.7	11.7	12.0	12.0	11.4	11.7	0.25	2.1
6	诺氟沙星	10.5	11.4	10.7	11.0	11.5	10.7	11.0	0.41	3.7
7	环丙沙星	10.3	10.8	10.2	10.5	10.5	10.3	10.4	0.22	2.1
8	恩诺沙星	10.4	10.7	10.5	10.6	10.5	10.8	10.6	0.15	1.4
9	达氟沙星	10.9	11.8	11.5	11.0	11.7	11.0	11.3	0.40	3.5
10	洛美沙星	10.9	11.2	10.8	11.3	11.0	10.5	11.0	0.29	2.6
11	奥比沙星	8.11	8.61	8.25	8.27	8.41	7.85	8.25	0.26	3.2
12	二氟沙星	9.02	9.44	8.78	8.94	9.07	8.89	9.02	0.23	2.5
13	沙拉沙星	8.33	8.78	8.12	8.52	8.69	8.35	8.47	0.25	3.0
14	加替沙星	8.66	9.28	8.91	8.71	8.81	8.50	8.81	0.27	3.1
15	莫西沙星	9.47	9.83	9.40	9.64	9.74	9.02	9.52	0.29	3.0
16	氟甲喹	10.3	10.7	10.2	10.0	10.5	10.5	10.4	0.25	2.4
17	那氟沙星	6.97	6.96	6.95	7.06	6.88	7.09	6.99	0.08	1.1

表 30 生活污水样品加标测试数据（直接进样）

化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
马波沙星	11.4	11.6	11.4	11.6	11.8	12.1	11.7	0.27	2.3
氟罗沙星	10.1	10.4	10.5	10.3	11.3	11.5	10.7	0.57	5.3
氧氟沙星	12.0	12.7	12.2	11.4	12.1	11.4	12.0	0.50	4.2
培氟沙星	11.6	13.1	12.3	12.4	12.4	13.1	12.5	0.56	4.5
依诺沙星	12.1	12.1	11.8	12.1	12.3	12.1	12.1	0.16	1.3
诺氟沙星	11.1	11.1	10.8	11.1	11.2	11.4	11.1	0.19	1.7
环丙沙星	10.5	11.5	11.1	10.8	10.6	10.3	10.8	0.44	4.1
恩诺沙星	10.7	10.9	10.8	10.4	10.7	11.1	10.8	0.23	2.1
达氟沙星	11.5	11.6	11.2	11.3	11.4	12.8	11.6	0.59	5.1
洛美沙星	11.4	11.0	10.8	10.8	10.9	11.0	11.0	0.22	2.0
奥比沙星	8.78	8.58	7.97	8.51	8.50	8.46	8.47	0.27	3.2
二氟沙星	9.01	9.25	8.64	9.15	9.38	9.81	9.21	0.39	4.2
沙拉沙星	8.73	8.98	8.31	8.79	8.40	9.13	8.72	0.32	3.7
加替沙星	8.91	9.42	8.61	9.07	9.05	9.87	9.16	0.44	4.8
莫西沙星	10.2	10.5	9.83	10.3	10.4	10.4	10.3	0.24	2.3
氟甲喹	10.6	10.8	10.4	10.7	11.2	10.8	10.8	0.27	2.5
那氟沙星	7.55	7.61	7.29	7.88	8.08	7.78	7.70	0.28	3.6

表 31 工业废水样品加标测试数据（直接进样）

化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
马波沙星	11.4	10.8	11.1	11.6	12.3	11.5	11.5	0.51	4.4
氟罗沙星	11.0	10.3	10.6	10.6	12.3	11.4	11.0	0.73	6.6
氧氟沙星	11.6	10.8	11.5	12.2	13.0	12.2	11.9	0.75	6.3
培氟沙星	13.0	12.5	12.5	12.9	12.8	12.6	12.7	0.21	1.7
依诺沙星	11.6	11.3	11.7	12.4	12.8	12.0	12.0	0.55	4.6
诺氟沙星	11.3	10.6	10.8	11.2	12.0	11.4	11.2	0.49	4.4
环丙沙星	10.6	10.5	10.8	11.1	11.8	11.2	11.0	0.48	4.4
恩诺沙星	10.4	10.6	10.6	10.9	12.1	11.4	11.0	0.64	5.8
达氟沙星	11.3	11.5	11.5	11.5	13.3	12.1	11.9	0.75	6.3
洛美沙星	10.4	10.3	10.5	11.0	11.6	10.6	10.7	0.49	4.6
奥比沙星	8.28	7.75	7.88	8.46	8.71	7.94	8.17	0.37	4.5
二氟沙星	9.31	8.87	8.54	9.03	10.1	8.94	9.13	0.54	5.9
沙拉沙星	8.48	8.26	7.82	8.28	9.23	8.75	8.47	0.48	5.7
加替沙星	9.15	8.51	8.55	8.83	9.79	8.99	8.97	0.47	5.2
莫西沙星	9.54	9.52	9.45	9.89	10.7	9.89	9.83	0.46	4.7
氟甲喹	10.6	10.4	10.2	10.7	11.4	10.9	10.7	0.42	3.9
那氟沙星	7.54	7.50	7.74	7.67	8.20	7.76	7.74	0.25	3.2

表 32 农业废水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.6	11.5	11.6	11.8	12.0	11.9	11.7	0.20	1.7
2	氟罗沙星	10.7	10.6	10.8	10.9	11.2	10.9	10.9	0.21	1.9
3	氧氟沙星	11.6	11.5	11.7	11.4	11.5	11.4	11.5	0.12	1.0
4	培氟沙星	12.3	11.8	12.0	12.0	12.7	12.4	12.2	0.33	2.7
5	依诺沙星	11.4	11.3	11.7	11.0	11.4	12.3	11.5	0.44	3.8
6	诺氟沙星	10.6	10.6	10.7	10.8	10.8	10.9	10.7	0.12	1.1
7	环丙沙星	10.5	10.4	10.5	10.2	10.9	10.3	10.5	0.24	2.3
8	恩诺沙星	10.5	10.8	11.3	10.8	11.0	10.4	10.8	0.33	3.1
9	达氟沙星	11.5	10.8	11.8	11.3	11.6	11.7	11.5	0.36	3.1
10	洛美沙星	10.3	10.7	10.9	10.7	10.9	10.7	10.7	0.22	2.1
11	奥比沙星	8.20	8.70	8.50	8.40	9.00	8.50	8.54	0.28	3.3
12	二氟沙星	9.50	9.50	9.80	9.30	9.70	9.20	9.50	0.20	2.1
13	沙拉沙星	8.70	8.80	9.00	8.50	9.10	8.60	8.80	0.24	2.7
14	加替沙星	8.80	8.90	9.40	9.00	9.60	9.30	9.18	0.32	3.5
15	莫西沙星	9.30	9.30	9.80	9.40	9.90	9.90	9.59	0.32	3.3

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
16	氟甲喹	9.30	9.30	9.80	9.40	9.90	9.90	9.59	0.32	3.3
17	那氟沙星	10.9	11.0	10.9	11.1	11.0	10.7	10.9	0.14	1.3

5.5.6.2 固相萃取法精密度

编制组分别用实验用水加标样和实际样品加标样进行固相萃取法精密度实验，实验用水加标浓度分别为 2.0 ng/L、10.0 ng/L、90.0 ng/L。根据样品实际检出浓度情况，地下水（广西玉林某场地地下水）、海水（狮子洋虎门段海水）、地表水（珠江琶洲段河水）、生活污水（广州某镇污水处理厂出口）、工业废水（广州某医药厂处理后废水）和农业废水（广州某牛奶养殖场废水出口）加标浓度均为 10.0 ng/L，每个浓度水平平行测定 6 次，计算其平均值、标准偏差和相对标准偏差。表 33~表 35 显示，空白加标水样测定结果的相对标准偏差为 1.2%~18.3%；表 36~表 41 显示，实际样品加标测定结果的相对标准偏差为 1.1%~6.6%。

表 33 低浓度空白样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	1.30	1.48	1.39	1.31	1.31	1.3	1.35	0.07	5.2
2	氟罗沙星	1.34	1.44	1.33	1.38	1.25	1.28	1.34	0.07	5.2
3	氧氟沙星	1.66	1.71	1.65	1.89	1.67	1.50	1.68	0.13	7.7
4	培氟沙星	1.54	1.38	1.26	1.45	1.29	1.27	1.37	0.11	8.0
5	依诺沙星	1.30	1.28	1.30	1.33	1.24	1.31	1.29	0.03	2.3
6	诺氟沙星	1.48	1.55	1.67	1.45	1.65	1.50	1.55	0.09	5.8
7	环丙沙星	1.70	1.71	1.75	1.59	1.62	1.81	1.70	0.08	4.7
8	恩诺沙星	1.61	1.61	1.67	1.57	1.62	1.59	1.61	0.03	1.9
9	达氟沙星	1.39	1.50	1.49	1.31	1.45	1.41	1.43	0.07	4.9
10	洛美沙星	1.71	1.76	1.74	2.06	1.76	1.72	1.79	0.13	7.3
11	奥比沙星	2.26	2.26	2.18	2.74	2.18	2.14	2.29	0.22	9.6
12	二氟沙星	1.69	1.66	1.66	1.81	1.63	1.65	1.68	0.07	4.2
13	沙拉沙星	1.49	1.69	1.75	1.55	1.56	1.57	1.60	0.10	6.3
14	加替沙星	1.77	1.95	1.79	1.95	1.80	1.73	1.83	0.10	5.5
15	莫西沙星	1.42	1.63	1.58	1.40	1.56	1.59	1.53	0.10	6.5
16	氟甲喹	2.18	1.84	2.06	1.90	1.90	2.10	2.00	0.14	7.0
17	那氟沙星	1.88	1.80	1.88	1.89	1.80	1.68	1.82	0.08	4.4

表 34 中浓度空白样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	7.28	7.54	9.36	7.36	8.05	9.64	8.20	1.04	12.7

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
2	氟罗沙星	6.77	6.18	8.24	6.31	6.49	8.45	7.10	1.01	14.2
3	氧氟沙星	8.31	7.93	8.84	7.48	7.69	8.97	8.20	0.61	7.4
4	培氟沙星	6.83	7.13	7.46	7.75	6.71	7.78	7.30	0.46	6.3
5	依诺沙星	6.24	6.22	8.58	6.12	6.78	9.09	7.20	1.32	18.3
6	诺氟沙星	7.35	7.72	8.21	7.65	7.73	8.32	7.80	0.37	4.7
7	环丙沙星	9.50	9.29	9.49	9.52	9.30	9.51	9.40	0.11	1.2
8	恩诺沙星	8.34	8.62	7.09	8.27	7.23	7.61	7.90	0.64	8.1
9	达氟沙星	7.38	7.31	6.9	6.45	6.64	7.33	7.00	0.40	5.7
10	洛美沙星	9.95	9.22	9.31	8.75	8.94	9.05	9.20	0.42	4.6
11	奥比沙星	12.5	11.2	12.7	11.3	11.7	11.8	11.9	0.62	5.2
12	二氟沙星	9.03	8.26	8.22	8.23	8.07	8.19	8.30	0.35	4.2
13	沙拉沙星	9.04	8.22	8.31	8.14	7.93	8.12	8.30	0.39	4.7
14	加替沙星	9.84	9.05	9.00	8.79	8.8	9.08	9.10	0.39	4.3
15	莫西沙星	9.21	8.83	8.68	9.17	8.69	8.88	8.90	0.23	2.6
16	氟甲喹	9.06	8.33	8.36	7.90	8.47	8.79	8.50	0.40	4.7
17	那氟沙星	10.4	9.03	11.3	9.46	10.7	10.3	10.2	0.83	8.1

表 35 高浓度空白样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	71.8	87.4	78	80.8	70.7	68.9	76.3	7.1	9.3
2	氟罗沙星	57.1	84.8	75.1	81.2	59.9	61.8	70.0	11.9	17.0
3	氧氟沙星	64.4	87.8	84.7	85.3	69.6	70.8	77.1	10.0	12.9
4	培氟沙星	68.2	86.6	83.9	81.4	82.1	77.0	80.0	6.5	8.2
5	依诺沙星	55.7	72.0	62.0	75.3	54.5	58.2	63.0	8.7	13.9
6	诺氟沙星	73.2	81.1	75.0	77.7	73.7	72.2	75.5	3.3	4.4
7	环丙沙星	95.4	87.0	86.3	86	97.2	92.7	90.8	5.0	5.5
8	恩诺沙星	67.0	78.4	81.1	79.3	74.8	76.9	76.2	5.0	6.6
9	达氟沙星	63.1	82.8	84.9	82.5	73.3	77.0	77.0	8.2	10.6
10	洛美沙星	78.4	81.0	84.6	84.2	84.2	79.2	81.9	2.8	3.4
11	奥比沙星	117	88.9	92.7	90.9	106.2	90.0	96.7	9.7	10
12	二氟沙星	72.2	77.9	82.8	81.8	79.6	75.5	78.3	4.0	5.1
13	沙拉沙星	73.7	79.2	80.4	78.6	80.5	75.5	78	2.8	3.5
14	加替沙星	83.6	82.4	84.4	83.8	84.3	77.8	82.7	2.5	3.1
15	莫西沙星	88.2	77.0	75.8	79.4	89	78.9	81.4	5.8	7.1
16	氟甲喹	73.7	76.6	75.8	77.5	76.0	80.2	76.6	2.2	2.8
17	那氟沙星	114	91.8	87.4	94.5	99.9	99.0	97.8	9.3	9.5

表 36 地下水样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.4	11.6	11.4	11.6	11.8	12.1	11.7	0.27	2.3
2	氟罗沙星	10.1	10.4	10.5	10.3	11.3	11.5	10.7	0.57	5.3
3	氧氟沙星	11.8	12.0	11.5	11.7	12.1	12.0	11.9	0.23	1.9
4	培氟沙星	11.6	13.1	12.3	12.4	12.4	13.1	12.5	0.56	4.5
5	依诺沙星	12.1	12.1	11.8	12.1	12.3	12.1	12.1	0.16	1.3
6	诺氟沙星	11.1	11.1	10.8	11.1	11.2	11.4	11.1	0.19	1.7
7	环丙沙星	11.2	10.7	10.4	10.6	10.9	11.0	10.8	0.29	2.7
8	恩诺沙星	10.7	10.9	10.8	10.4	10.7	11.1	10.8	0.23	2.1
9	达氟沙星	11.5	11.6	11.2	11.3	11.4	12.8	11.6	0.59	5.1
10	洛美沙星	11.4	11.0	10.8	10.8	10.9	11.0	11.0	0.22	2.0
11	奥比沙星	8.78	8.58	7.97	8.51	8.50	8.46	8.47	0.27	3.2
12	二氟沙星	9.01	9.25	8.64	9.15	9.38	9.81	9.21	0.39	4.2
13	沙拉沙星	8.73	8.98	8.31	8.79	8.40	9.13	8.72	0.32	3.7
14	加替沙星	8.91	9.42	8.61	9.07	9.05	9.87	9.16	0.44	4.8
15	莫西沙星	10.2	10.5	9.83	10.3	10.4	10.4	10.3	0.24	2.3
16	氟甲喹	10.6	10.8	10.4	10.7	11.2	10.8	10.8	0.27	2.5
17	那氟沙星	7.55	7.61	7.29	7.88	8.08	7.78	7.70	0.28	3.6

表 37 海水样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.7	12.0	12.0	12.5	11.2	11.1	11.8	0.53	4.5
2	氟罗沙星	11.6	11.5	11.2	10.9	10.9	11.2	11.2	0.29	2.6
3	氧氟沙星	11.8	12.3	12.3	12.8	11.6	11.7	12.1	0.46	3.8
4	培氟沙星	12.8	12.6	13.1	12.9	12.2	12.2	12.6	0.37	2.9
5	依诺沙星	12.1	11.9	11.8	12.0	11.1	10.8	11.6	0.53	4.6
6	诺氟沙星	11.2	11.3	11.3	11.4	10.5	10.1	11.0	0.54	4.9
7	环丙沙星	10.6	10.6	10.5	11.0	10.4	10.2	10.6	0.27	2.5
8	恩诺沙星	10.8	11.0	11.0	10.9	10.7	10.4	10.8	0.23	2.1
9	达氟沙星	12.0	12.0	12.1	11.8	11.3	11.5	11.8	0.32	2.7
10	洛美沙星	10.9	11.0	11.6	11.8	11.0	10.6	11.2	0.46	4.1
11	奥比沙星	8.71	8.61	9.03	9.48	8.86	8.03	8.79	0.48	5.5
12	二氟沙星	9.64	9.5	9.46	9.59	9.00	9.00	9.37	0.29	3.1
13	沙拉沙星	9.14	8.56	9.06	8.82	8.47	8.09	8.69	0.40	4.6
14	加替沙星	9.65	9.21	9.19	9.43	9.01	8.63	9.19	0.35	3.8
15	莫西沙星	9.75	9.79	10.2	10.3	9.43	8.91	9.73	0.51	5.2

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
16	氟甲喹	10.9	10.9	10.8	10.5	10.3	10.8	10.7	0.25	2.3
17	那氟沙星	7.57	7.23	7.97	7.75	7.56	7.7	7.63	0.25	3.3

表 38 地表水样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.4	12.2	11.9	11.8	12.1	11.5	11.8	0.32	2.7
2	氟罗沙星	10.3	11.4	10.8	10.4	10.9	10.8	10.8	0.39	3.6
3	氧氟沙星	11.2	12.5	11.9	12.1	12.2	11.7	11.9	0.45	3.8
4	培氟沙星	11.8	12.4	12.3	12.0	12.0	12.7	12.2	0.33	2.7
5	依诺沙星	11.5	11.7	11.7	12.0	12.0	11.4	11.7	0.25	2.1
6	诺氟沙星	10.5	11.4	10.7	11.0	11.5	10.7	11.0	0.41	3.7
7	环丙沙星	10.3	10.8	10.2	10.5	10.5	10.3	10.4	0.22	2.1
8	恩诺沙星	10.4	10.7	10.5	10.6	10.5	10.8	10.6	0.15	1.4
9	达氟沙星	10.9	11.8	11.5	11.0	11.7	11.0	11.3	0.40	3.5
10	洛美沙星	10.9	11.2	10.8	11.3	11.0	10.5	11.0	0.29	2.6
11	奥比沙星	8.11	8.61	8.25	8.27	8.41	7.85	8.25	0.26	3.2
12	二氟沙星	9.02	9.44	8.78	8.94	9.07	8.89	9.02	0.23	2.5
13	沙拉沙星	8.33	8.78	8.12	8.52	8.69	8.35	8.47	0.25	3.0
14	加替沙星	8.66	9.28	8.91	8.71	8.81	8.50	8.81	0.27	3.1
15	莫西沙星	9.47	9.83	9.40	9.64	9.74	9.02	9.52	0.29	3.0
16	氟甲喹	10.3	10.7	10.2	10.0	10.5	10.5	10.4	0.25	2.4
17	那氟沙星	6.97	6.96	6.95	7.06	6.88	7.09	7.00	0.08	1.1

表 39 生活污水样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.8	12.3	11.8	11.4	11.8	11.1	11.7	0.41	3.5
2	氟罗沙星	11.0	11.5	11.1	10.5	10.8	10.5	10.7	0.38	3.6
3	氧氟沙星	12.1	12.8	12.3	11.5	12.2	11.5	12.0	0.50	4.2
4	培氟沙星	12.1	13.0	13.0	12.4	12.4	12.3	12.5	0.38	3.0
5	依诺沙星	11.4	12.5	11.9	11.3	12.2	11.3	12.1	0.51	4.2
6	诺氟沙星	11.0	11.4	11.0	10.5	11.5	10.5	11.1	0.43	3.9
7	环丙沙星	10.5	11.5	11.1	10.8	10.6	10.3	10.8	0.44	4.1
8	恩诺沙星	10.4	11.2	10.9	10.4	10.7	10.5	10.8	0.32	3.0
9	达氟沙星	11.2	11.6	11.9	11.2	11.4	11.4	11.6	0.27	2.3

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
10	洛美沙星	10.5	11.7	10.6	10.4	10.9	10.5	11.0	0.49	4.5
11	奥比沙星	8.52	8.48	8.21	7.87	8.38	7.92	8.47	0.28	3.3
12	二氟沙星	9.26	9.38	9.30	8.84	9.33	9.05	9.21	0.21	2.3
13	沙拉沙星	8.69	8.44	8.89	8.28	8.45	8.17	8.72	0.26	3.0
14	加替沙星	9.14	9.37	9.16	8.73	9.22	8.75	9.16	0.26	2.8
15	莫西沙星	9.51	10.3	9.61	9.48	9.92	9.40	10.3	0.34	3.3
16	氟甲喹	9.51	10.3	9.61	9.48	9.92	9.40	10.3	0.34	3.3
17	那氟沙星	10.6	10.4	10.8	10.2	10.5	10.6	10.8	0.20	1.9

表 40 工业废水中浓度样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.4	10.8	11.1	11.6	12.3	11.5	11.5	0.51	4.4
2	氟罗沙星	11.0	10.3	10.6	10.6	12.3	11.4	11.0	0.73	6.6
3	氧氟沙星	13.8	13.0	13.7	14.4	15.2	14.4	14.1	0.75	5.3
4	培氟沙星	13.0	12.5	12.5	12.9	12.8	12.6	12.7	0.21	1.7
5	依诺沙星	11.6	11.3	11.7	12.4	12.8	12.0	12.0	0.55	4.6
6	诺氟沙星	11.3	10.6	10.8	11.2	12.0	11.4	11.2	0.49	4.4
7	环丙沙星	10.7	10.6	10.9	11.2	11.9	11.3	11.1	0.48	4.3
8	恩诺沙星	10.4	10.6	10.6	10.9	12.1	11.4	11.0	0.64	5.8
9	达氟沙星	11.3	11.5	11.5	11.5	13.3	12.1	11.9	0.75	6.3
10	洛美沙星	10.4	10.3	10.5	11.0	11.6	10.6	10.7	0.49	4.6
11	奥比沙星	8.28	7.75	7.88	8.46	8.71	7.94	8.17	0.37	4.5
12	二氟沙星	9.31	8.87	8.54	9.03	10.1	8.94	9.13	0.54	5.9
13	沙拉沙星	8.48	8.26	7.82	8.28	9.23	8.75	8.47	0.48	5.7
14	加替沙星	9.15	8.51	8.55	8.83	9.79	8.99	8.97	0.47	5.2
15	莫西沙星	9.85	9.83	9.76	10.2	11.0	10.2	10.1	0.46	4.6
16	氟甲喹	10.6	10.4	10.2	10.7	11.4	10.9	10.7	0.42	3.9
17	那氟沙星	7.54	7.50	7.74	7.67	8.20	7.76	7.74	0.25	3.2

表 41 农业废水样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.6	11.5	11.6	11.8	12.0	11.9	11.7	0.20	1.7
2	氟罗沙星	10.7	10.6	10.8	10.9	11.2	10.9	10.9	0.21	1.9
3	氧氟沙星	11.6	11.5	11.7	11.4	11.5	11.4	11.5	0.12	1.0

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
4	培氟沙星	12.3	11.8	12.0	12.0	12.7	12.4	12.2	0.33	2.7
5	依诺沙星	11.4	11.3	11.7	11.0	11.4	12.3	11.5	0.44	3.8
6	诺氟沙星	10.6	10.6	10.7	10.8	10.8	10.9	10.7	0.12	1.1
7	环丙沙星	10.5	10.4	10.5	10.2	10.9	10.3	10.5	0.24	2.3
8	恩诺沙星	10.5	10.8	11.3	10.8	11.0	10.4	10.8	0.33	3.1
9	达氟沙星	11.5	10.8	11.8	11.3	11.6	11.7	11.5	0.36	3.1
10	洛美沙星	10.3	10.7	10.9	10.7	10.9	10.7	10.7	0.22	2.1
11	奥比沙星	8.20	8.66	8.45	8.38	9.02	8.54	8.54	0.28	3.3
12	二氟沙星	9.48	9.46	9.77	9.34	9.69	9.23	9.50	0.20	2.1
13	沙拉沙星	8.68	8.83	9.02	8.53	9.13	8.62	8.80	0.24	2.7
14	加替沙星	8.80	8.91	9.44	8.98	9.60	9.34	9.18	0.32	3.5
15	莫西沙星	9.25	9.26	9.81	9.38	9.89	9.93	9.6	0.32	3.3
16	氟甲喹	10.9	11.0	10.9	11.1	11.0	10.7	10.9	0.14	1.3
17	那氟沙星	7.56	7.47	7.40	6.94	7.19	7.12	7.28	0.24	3.3

5.5.7 方法的正确度

5.5.7.1 直接进样法正确度

编制组分别用实验用水加标样和实际样品加标样进行直接进样法正确度实验，实验用水加标浓度分别为 1.0 μg/L、10.0 μg/L、90.0 μg/L。根据样品实际检出浓度情况，地下水（广西玉林某场地地下水）、海水（狮子洋虎门段海水）、地表水（珠江琶洲段河水）、生活污水（广州某镇污水处理厂出口）、工业废水（广州某医药厂处理后废水）和农业废水（广州某牛奶养殖场废水出口）加标浓度均为 10.0 μg/L，每个浓度水平平行测定 6 次，计算其平均值和加标回收率。表 42~表 44 显示，空白加标水样测定结果的平均加标回收率为 82.4%~126%；表 45~表 50 显示，实际样品加标水样的平均加标回收率为 70.0%~127%。

表 42 低浓度空白样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标浓度 (μg/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	氟罗沙星	0.928	0.96	1.04	1.09	1.01	1.07	1.02	1.00	102
2	氧氟沙星	0.964	1.02	1.00	1.09	1.02	1.03	1.02	1.00	102
3	培氟沙星	0.847	0.853	0.914	1.00	1.01	1.05	0.945	1.00	94.5
4	依诺沙星	0.807	0.884	0.938	0.956	1.00	1.02	0.934	1.00	93.4
5	诺氟沙星	0.816	0.933	0.904	0.978	0.966	1.05	0.941	1.00	94.1
6	环丙沙星	0.950	0.973	1.03	1.03	1.00	1.02	1.00	1.00	100
7	恩诺沙星	1.01	1.00	1.01	1.07	1.01	1.04	1.02	1.00	102
8	达氟沙星	0.924	1.04	0.954	1.01	1.00	1.00	0.987	1.00	98.7

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
9	马波沙星	0.814	0.886	0.949	1.02	1.01	1.03	0.952	1.00	95.2
10	洛美沙星	0.971	0.974	0.983	1.06	0.99	1.09	1.01	1.00	101
11	奥比沙星	0.800	0.816	0.886	0.899	0.903	0.885	0.965	1.00	96.5
12	二氟沙星	0.945	0.971	0.976	1.00	1.02	1.05	0.993	1.00	99.3
13	沙拉沙星	1.22	1.11	1.00	1.04	1.00	0.982	1.06	1.00	106
14	加替沙星	0.871	0.887	0.963	0.958	0.943	1.02	0.94	1.00	94.0
15	莫西沙星	0.861	0.873	1.03	0.976	0.968	1.06	0.961	1.00	96.1
16	氟甲喹	1.13	1.10	1.06	1.13	1.04	1.05	1.08	1.00	108
17	那氟沙星	0.843	0.804	0.806	0.855	0.812	0.825	0.824	1.00	82.4

表 43 中浓度空白样品加标测试数据 (直接进样)

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	11.2	11.1	11.0	10.2	11.3	10.7	10.9	10.0	109
2	氟罗沙星	11.2	11.5	11.5	11.2	11.8	11.6	11.5	10.0	115
3	氧氟沙星	10.6	10.7	10.6	9.58	10.9	10.4	10.5	10.0	105
4	培氟沙星	12.6	12.6	12.2	11.4	12.5	11.4	12.1	10.0	121
5	依诺沙星	11.1	10.2	10.1	9.12	11.9	10.8	10.5	10.0	105
6	诺氟沙星	10.6	10.6	11.1	10.0	10.4	10.2	10.5	10.0	105
7	环丙沙星	10.0	10.2	10.3	9.07	10.0	9.79	9.90	10.0	99.0
8	恩诺沙星	10.6	10.8	11.2	10.7	10.8	11.3	10.9	10.0	109
9	达氟沙星	11.9	11.3	11.8	10.7	11.7	11.7	11.5	10.0	115
10	洛美沙星	10.5	10.6	11.2	10.8	10.8	11.4	10.9	10.0	109
11	奥比沙星	8.62	9.54	9.68	9.38	9.23	9.64	9.30	10.0	93.0
12	二氟沙星	10.1	10.5	11.1	11.0	10.8	11.2	10.8	10.0	108
13	沙拉沙星	9.56	10.2	10.7	10.3	10.0	10.3	10.2	10.0	102
14	加替沙星	10.8	11.2	11.6	11.1	10.8	11.4	11.2	10.0	112
15	莫西沙星	10.2	9.77	10.0	9.03	9.63	9.67	9.70	10.0	97.0
16	氟甲喹	10.7	11.1	10.5	9.84	10.6	10.4	10.5	10.0	105
17	那氟沙星	9.11	9.45	9.21	8.34	9.25	9.00	9.10	10.0	91.0

表 44 高浓度空白样品加标测试数据 (直接进样)

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	100	98.3	85.1	89.7	92.5	105	95.1	90.0	106
2	氟罗沙星	107	99.3	96.0	91.8	92.4	111	99.6	90.0	111

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
3	氧氟沙星	98.0	98.4	84.4	89.7	102	112	97.4	90.0	108
4	培氟沙星	116	116	110	111	116	108	113	90.0	126
5	依诺沙星	94.9	93.8	97.9	89.2	94.8	108	96.4	90.0	107
6	诺氟沙星	99.4	99.5	84.8	97.7	94.6	114	98.3	90.0	109
7	环丙沙星	101	95.0	83.0	88.0	95.0	104	94.3	90.0	105
8	恩诺沙星	104	96.4	98.0	92.2	95.8	105	98.6	90.0	110
9	达氟沙星	115	116	97.6	99.8	110	114	109	90.0	121
10	洛美沙星	98.1	99.0	93.9	89.1	91.5	101	95.4	90.0	106
11	奥比沙星	76.8	79.4	76.1	73.1	76.0	80.9	77.1	90.0	85.7
12	二氟沙星	95.6	95.1	90.9	88.2	90.3	99.8	93.3	90.0	104
13	沙拉沙星	90.9	87.7	88.3	84.0	88.3	95.5	89.1	90.0	99.0
14	加替沙星	95.7	97	92.6	88.0	91.3	99.2	94.0	90.0	104
15	莫西沙星	93.7	97.9	83.3	86.4	93.7	103	93.0	90.0	103
16	氟甲喹	90.2	83.0	81.7	80.4	80.4	96.5	85.4	90.0	94.9
17	那氟沙星	77.8	73.3	75.1	76.2	73.6	84.2	76.7	90.0	85.2

表 45 地下水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.4	11.6	11.4	11.6	11.8	12.1	11.7	10.0	117
2	氟罗沙星	0.00	10.1	10.4	10.5	10.3	11.3	11.5	10.7	10.0	107
3	氧氟沙星	0.00	11.8	12.0	11.5	11.7	12.1	12.0	11.9	10.0	119
4	培氟沙星	0.00	11.6	13.1	12.3	12.4	12.4	13.1	12.5	10.0	125
5	依诺沙星	0.00	12.1	12.1	11.8	12.1	12.3	12.1	12.1	10.0	121
6	诺氟沙星	0.00	11.1	11.1	10.8	11.1	11.2	11.4	11.1	10.0	111
7	环丙沙星	0.00	11.2	10.7	10.4	10.6	10.9	11.0	10.8	10.0	108
8	恩诺沙星	0.00	10.7	10.9	10.8	10.4	10.7	11.1	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	11.5	11.6	11.2	11.3	11.4	12.8	11.6	10.0	116
10	洛美沙星	0.00	11.4	11.0	10.8	10.8	10.9	11.0	11.0	10.0	110
11	奥比沙星	0.00	8.78	8.58	7.97	8.51	8.50	8.46	8.47	10.0	84.7
12	二氟沙星	0.00	9.01	9.25	8.64	9.15	9.38	9.81	9.21	10.0	92.1
13	沙拉沙星	0.00	8.73	8.98	8.31	8.79	8.40	9.13	8.72	10.0	87.2
14	加替沙星	0.00	8.91	9.42	8.61	9.07	9.05	9.87	9.16	10.0	91.6
15	莫西沙星	0.00	10.2	10.5	9.83	10.3	10.4	10.4	10.3	10.0	103
16	氟甲喹	0.00	10.6	10.8	10.4	10.7	11.2	10.8	10.8	10.0	108
17	那氟沙星	0.00	7.55	7.61	7.29	7.88	8.08	7.78	7.70	10.0	77.0

表 46 海水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.7	12.0	12.0	12.5	11.2	11.1	11.8	10.0	118
2	氟罗沙星	0.00	11.6	11.5	11.2	10.9	10.9	11.2	11.2	10.0	112
3	氧氟沙星	0.00	11.8	12.3	12.3	12.8	11.6	11.7	12.1	10.0	121
4	培氟沙星	0.00	12.8	12.6	13.1	12.9	12.2	12.2	12.6	10.0	126
5	依诺沙星	0.00	12.1	11.9	11.8	12.0	11.1	10.8	11.6	10.0	116
6	诺氟沙星	0.00	11.2	11.3	11.3	11.4	10.5	10.1	11	10.0	110
7	环丙沙星	0.00	10.6	10.6	10.5	11.0	10.4	10.2	10.6	10.0	106
8	恩诺沙星	0.00	10.8	11.0	11.0	10.9	10.7	10.4	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	12.0	12.0	12.1	11.8	11.3	11.5	11.8	10.0	118
10	洛美沙星	0.00	10.9	11.0	11.6	11.8	11.0	10.6	11.2	10.0	112
11	奥比沙星	0.00	8.71	8.61	9.03	9.48	8.86	8.03	8.79	10.0	87.9
12	二氟沙星	0.00	9.64	9.50	9.46	9.59	9.00	9.00	9.37	10.0	93.7
13	沙拉沙星	0.00	9.14	8.56	9.06	8.82	8.47	8.09	8.69	10.0	86.9
14	加替沙星	0.00	9.65	9.21	9.19	9.43	9.01	8.63	9.19	10.0	91.9
15	莫西沙星	0.00	9.75	9.79	10.2	10.3	9.43	8.91	9.73	10.0	97.3
16	氟甲喹	0.00	10.9	10.9	10.8	10.5	10.3	10.8	10.7	10.0	107
17	那氟沙星	0.00	7.57	7.23	7.97	7.75	7.56	7.70	7.63	10.0	76.3

表 47 地表水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.4	12.2	11.9	11.8	12.1	11.5	11.8	10.0	118
2	氟罗沙星	0.00	10.3	11.4	10.8	10.4	10.9	10.8	10.8	10.0	108
3	氧氟沙星	0.00	11.2	12.5	11.9	12.1	12.2	11.7	11.9	10.0	119
4	培氟沙星	0.00	11.8	12.4	12.3	12.0	12.0	12.7	12.2	10.0	122
5	依诺沙星	0.00	11.5	11.7	11.7	12.0	12.0	11.4	11.7	10.0	117
6	诺氟沙星	0.00	10.5	11.4	10.7	11.0	11.5	10.7	11.0	10.0	110
7	环丙沙星	0.00	10.3	10.8	10.2	10.5	10.5	10.3	10.4	10.0	104
8	恩诺沙星	0.00	10.4	10.7	10.5	10.6	10.5	10.8	10.6	10.0	106
9	达氟沙星	0.00	10.9	11.8	11.5	11.0	11.7	11.0	11.3	10.0	113
10	洛美沙星	0.00	10.9	11.2	10.8	11.3	11.0	10.5	11.0	10.0	110
11	奥比沙星	0.00	8.11	8.61	8.25	8.27	8.41	7.85	8.25	10.0	82.5
12	二氟沙星	0.00	9.02	9.44	8.78	8.94	9.07	8.89	9.02	10.0	90.2
13	沙拉沙星	0.00	8.33	8.78	8.12	8.52	8.69	8.35	8.47	10.0	84.7
14	加替沙星	0.00	8.66	9.28	8.91	8.71	8.81	8.50	8.81	10.0	88.1
15	莫西沙星	0.00	9.47	9.83	9.40	9.64	9.74	9.02	9.52	10.0	95.2

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)	
		样品	#1	#2	#3	#4	#5				#6
16	氟甲喹	0.00	10.3	10.7	10.2	10.0	10.5	10.5	10.4	10.0	104
17	那氟沙星	0.00	6.97	6.96	6.95	7.06	6.88	7.09	7.00	10.0	70.0

表 48 生活污水样品加标测试数据 (直接进样)

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)	
		样品	#1	#2	#3	#4	#5				#6
1	马波沙星	0.00	11.8	12.3	11.8	11.4	11.8	11.1	11.7	10.0	117
2	氟罗沙星	0.00	11.0	11.5	11.1	10.5	10.8	10.5	10.9	10.0	109
3	氧氟沙星	0.00	12.0	12.7	12.2	11.4	12.1	11.4	12.0	10.0	120
4	培氟沙星	0.00	12.1	13.0	13.0	12.4	12.4	12.3	12.5	10.0	125
5	依诺沙星	0.00	11.4	12.5	11.9	11.3	12.2	11.3	11.8	10.0	118
6	诺氟沙星	0.00	11.0	11.4	11.0	10.5	11.5	10.5	11.0	10.0	110
7	环丙沙星	0.00	10.5	11.5	11.1	10.8	10.6	10.3	10.8	10.0	108
8	恩诺沙星	0.00	10.4	11.2	10.9	10.4	10.7	10.5	10.7	10.0	107
9	达氟沙星	0.00	11.2	11.6	11.9	11.2	11.4	11.4	11.5	10.0	115
10	洛美沙星	0.00	10.5	11.7	10.6	10.4	10.9	10.5	10.8	10.0	108
11	奥比沙星	0.00	8.52	8.48	8.21	7.87	8.38	7.92	8.23	10.0	82.3
12	二氟沙星	0.00	9.26	9.38	9.30	8.84	9.33	9.05	9.19	10.0	91.9
13	沙拉沙星	0.00	8.69	8.44	8.89	8.28	8.45	8.17	8.49	10.0	84.9
14	加替沙星	0.00	9.14	9.37	9.16	8.73	9.22	8.75	9.06	10.0	90.6
15	莫西沙星	0.00	9.51	10.3	9.61	9.48	9.92	9.40	9.70	10.0	97.0
16	氟甲喹	0.00	10.6	10.4	10.8	10.2	10.5	10.6	10.5	10.0	105
17	那氟沙星	0.00	7.22	7.36	7.66	7.51	7.48	7.33	7.43	10.0	74.3

表 49 工业废水样品加标测试数据 (直接进样)

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)	
		样品	#1	#2	#3	#4	#5				#6
1	马波沙星	0.00	11.4	10.8	11.1	11.6	12.3	11.5	11.5	10.0	115
2	氟罗沙星	0.00	11.0	10.3	10.6	10.6	12.3	11.4	11.0	10.0	110
3	氧氟沙星	2.20	13.8	13.0	13.7	14.4	15.2	14.4	11.9	10.0	119
4	培氟沙星	0.00	13.0	12.5	12.5	12.9	12.8	12.6	12.7	10.0	127
5	依诺沙星	0.00	11.6	11.3	11.7	12.4	12.8	12.0	12.0	10.0	120
6	诺氟沙星	0.00	11.3	10.6	10.8	11.2	12.0	11.4	11.2	10.0	112
7	环丙沙星	0.14	10.7	10.6	10.9	11.2	11.9	11.3	11.0	10.0	110
8	恩诺沙星	0.00	10.4	10.6	10.6	10.9	12.1	11.4	11.0	10.0	110
9	达氟沙星	0.00	11.3	11.5	11.5	11.5	13.3	12.1	11.9	10.0	119

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
10	洛美沙星	0.00	10.4	10.3	10.5	11.0	11.6	10.6	10.7	10.0	107
11	奥比沙星	0.00	8.28	7.75	7.88	8.46	8.71	7.94	8.17	10.0	81.7
12	二氟沙星	0.00	9.31	8.87	8.54	9.03	10.1	8.94	9.13	10.0	91.3
13	沙拉沙星	0.00	8.48	8.26	7.82	8.28	9.23	8.75	8.47	10.0	84.7
14	加替沙星	0.00	9.15	8.51	8.55	8.83	9.79	8.99	8.97	10.0	89.7
15	莫西沙星	0.31	9.85	9.83	9.76	10.2	11.0	10.2	9.83	10.0	98.3
16	氟甲喹	0.00	10.6	10.4	10.2	10.7	11.4	10.9	10.7	10.0	107
17	那氟沙星	0.00	7.54	7.50	7.74	7.67	8.20	7.76	7.74	10.0	77.4

表 50 农业废水样品加标测试数据（直接进样）

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
		样品	加标#1	加标#2	加标#3	加标#4	加标#5	加标#6			
1	马波沙星	0.00	11.6	11.5	11.6	11.8	12.0	11.9	11.7	10.0	117
2	氟罗沙星	0.00	10.7	10.6	10.8	10.9	11.2	10.9	10.9	10.0	109
3	氧氟沙星	0.00	11.6	11.5	11.7	11.4	11.5	11.4	11.5	10.0	115
4	培氟沙星	0.00	12.3	11.8	12.0	12.0	12.7	12.4	12.2	10.0	122
5	依诺沙星	0.00	11.4	11.3	11.7	11.0	11.4	12.3	11.5	10.0	115
6	诺氟沙星	0.00	10.6	10.6	10.7	10.8	10.8	10.9	10.7	10.0	107
7	环丙沙星	0.00	10.5	10.4	10.5	10.2	10.9	10.3	10.5	10.0	105
8	恩诺沙星	0.00	10.5	10.8	11.3	10.8	11.0	10.4	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	11.5	10.8	11.8	11.3	11.6	11.7	11.5	10.0	115
10	洛美沙星	0.00	10.3	10.7	10.9	10.7	10.9	10.7	10.7	10.0	107
11	奥比沙星	0.00	8.20	8.70	8.50	8.40	9.00	8.50	8.54	10.0	85.4
12	二氟沙星	0.00	9.50	9.50	9.80	9.30	9.70	9.20	9.50	10.0	95.0
13	沙拉沙星	0.00	8.70	8.80	9.00	8.50	9.10	8.60	8.80	10.0	88.0
14	加替沙星	0.00	8.80	8.90	9.40	9.00	9.60	9.30	9.18	10.0	91.8
15	莫西沙星	0.00	9.30	9.30	9.80	9.40	9.90	9.90	9.59	10.0	95.9
16	氟甲喹	0.00	9.30	9.30	9.80	9.40	9.90	9.90	9.59	10.0	95.9
17	那氟沙星	0.00	10.9	11.0	10.9	11.1	11.0	10.7	10.9	10.0	109

5.5.7.2 固相萃取法正确度

编制组分别用实验用水加标样和实际样品加标样进行固相萃取法正确度实验，实验用水加标浓度分别为 2.0 ng/L、10.0 ng/L、90.0 ng/L。根据样品实际检出浓度情况，地下水（广西玉林某场地地下水）、海水（狮子洋虎门段海水）、地表水（珠江琶洲段河水）、生活污水（广州某镇污水处理厂出口）、工业废水（广州某医药厂处理后废水）和农业废水（广州某牛奶养殖场废水出口）加标浓度均为 10.0 ng/L。每个浓度水平平行测定 6 次，

计算其平均值和加标回收率。表 51~表 53 显示，空白加标水样测试结果的平均加标回收率为 64.5%~119%；表 54~表 59 显示，实际样品加标水样测试结果的平均加标回收率为 70.0%~127%。

表 51 低浓度空白样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	1.30	1.48	1.39	1.31	1.31	1.30	1.35	2.00	67.5
2	氟罗沙星	1.34	1.44	1.33	1.38	1.25	1.28	1.34	2.00	67.0
3	氧氟沙星	1.66	1.71	1.65	1.89	1.67	1.50	1.68	2.00	84.0
4	培氟沙星	1.54	1.38	1.26	1.45	1.29	1.27	1.37	2.00	68.5
5	依诺沙星	1.30	1.28	1.30	1.33	1.24	1.31	1.29	2.00	64.5
6	诺氟沙星	1.48	1.55	1.67	1.45	1.65	1.50	1.55	2.00	77.5
7	环丙沙星	1.70	1.71	1.75	1.59	1.62	1.81	1.70	2.00	85.0
8	恩诺沙星	1.61	1.61	1.67	1.57	1.62	1.59	1.61	2.00	80.5
9	达氟沙星	1.39	1.50	1.49	1.31	1.45	1.41	1.43	2.00	71.5
10	洛美沙星	1.71	1.76	1.74	2.06	1.76	1.72	1.79	2.00	89.5
11	奥比沙星	2.26	2.26	2.18	2.74	2.18	2.14	2.29	2.00	115
12	二氟沙星	1.69	1.66	1.66	1.81	1.63	1.65	1.68	2.00	84.0
13	沙拉沙星	1.49	1.69	1.75	1.55	1.56	1.57	1.60	2.00	80.0
14	加替沙星	1.77	1.95	1.79	1.95	1.80	1.73	1.83	2.00	91.5
15	莫西沙星	1.42	1.63	1.58	1.40	1.56	1.59	1.53	2.00	76.5
16	氟甲喹	2.18	1.84	2.06	1.90	1.90	2.10	2.00	2.00	91.0
17	那氟沙星	1.88	1.80	1.88	1.89	1.80	1.68	1.82	2.00	74.0

表 52 中浓度空白样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	7.28	7.54	9.36	7.36	8.05	9.64	8.20	10.0	82.0
2	氟罗沙星	6.77	6.18	8.24	6.31	6.49	8.45	7.10	10.0	71.0
3	氧氟沙星	8.31	7.93	8.84	7.48	7.69	8.97	8.20	10.0	82.0
4	培氟沙星	6.83	7.13	7.46	7.75	6.71	7.78	7.30	10.0	73.0
5	依诺沙星	6.24	6.22	8.58	6.12	6.78	9.09	7.20	10.0	72.0
6	诺氟沙星	7.35	7.72	8.21	7.65	7.73	8.32	7.80	10.0	78.0
7	环丙沙星	9.50	9.29	9.49	9.52	9.3	9.51	9.40	10.0	94.0
8	恩诺沙星	8.34	8.62	7.09	8.27	7.23	7.61	7.90	10.0	79.0
9	达氟沙星	7.38	7.31	6.90	6.45	6.64	7.33	7.00	10.0	70.0
10	洛美沙星	9.95	9.22	9.31	8.75	8.94	9.05	9.20	10.0	92.0
11	奥比沙星	12.5	11.2	12.7	11.3	11.7	11.8	11.9	10.0	119
12	二氟沙星	9.03	8.26	8.22	8.23	8.07	8.19	8.30	10.0	83.0

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
13	沙拉沙星	9.04	8.22	8.31	8.14	7.93	8.12	8.30	10.0	83.0
14	加替沙星	9.84	9.05	9.00	8.79	8.80	9.08	9.10	10.0	91.0
15	莫西沙星	9.21	8.83	8.68	9.17	8.69	8.88	8.90	10.0	89.0
16	氟甲喹	9.06	8.33	8.36	7.90	8.47	8.79	8.50	10.0	85.0
17	那氟沙星	10.4	9.03	11.3	9.46	10.7	10.3	10.2	10.0	102

表 53 高浓度空白样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	71.8	87.4	78.0	80.8	70.7	68.9	76.3	90.0	84.8
2	氟罗沙星	57.1	84.8	75.1	81.2	59.9	61.8	70.0	90.0	77.8
3	氧氟沙星	64.4	87.8	84.7	85.3	69.6	70.8	77.1	90.0	85.7
4	培氟沙星	68.2	86.6	83.9	81.4	82.1	77.0	80.0	90.0	88.9
5	依诺沙星	55.7	72.0	62.0	75.3	54.5	58.2	63.0	90.0	70.0
6	诺氟沙星	73.2	81.1	75.0	77.7	73.7	72.2	75.5	90.0	83.9
7	环丙沙星	95.4	87.0	86.3	86.0	97.2	92.7	90.8	90.0	101
8	恩诺沙星	67.0	78.4	81.1	79.3	74.8	76.9	76.2	90.0	84.7
9	达氟沙星	63.1	82.8	84.9	82.5	73.3	77.0	77.0	90.0	85.6
10	洛美沙星	78.4	81.0	84.6	84.2	84.2	79.2	81.9	90.0	91.0
11	奥比沙星	111.6	88.9	92.7	90.9	106.2	90.0	96.7	90.0	107
12	二氟沙星	72.2	77.9	82.8	81.8	79.6	75.5	78.3	90.0	87.0
13	沙拉沙星	73.7	79.2	80.4	78.6	80.5	75.5	78.0	90.0	86.7
14	加替沙星	83.6	82.4	84.4	83.8	84.3	77.8	82.7	90.0	91.9
15	莫西沙星	88.2	77.0	75.8	79.4	89.0	78.9	81.4	90.0	90.4
16	氟甲喹	73.7	76.6	75.8	77.5	76.0	80.2	76.6	90.0	85.1
17	那氟沙星	114.3	91.8	87.4	94.5	99.9	99.0	97.8	90.0	109

表 54 地下水样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	样品	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.4	11.6	11.4	11.6	11.8	12.1	11.7	10.0	117
2	氟罗沙星	0.00	10.1	10.4	10.5	10.3	11.3	11.5	10.7	10.0	107
3	氧氟沙星	0.00	11.8	12.0	11.5	11.7	12.1	12.0	11.9	10.0	119
4	培氟沙星	0.00	11.6	13.1	12.3	12.4	12.4	13.1	12.5	10.0	125
5	依诺沙星	0.00	12.1	12.1	11.8	12.1	12.3	12.1	12.1	10.0	121
6	诺氟沙星	0.00	11.1	11.1	10.8	11.1	11.2	11.4	11.1	10.0	111
7	环丙沙星	0.00	11.2	10.7	10.4	10.6	10.9	11.0	10.8	10.0	108

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
8	恩诺沙星	0.00	10.7	10.9	10.8	10.4	10.7	11.1	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	11.5	11.6	11.2	11.3	11.4	12.8	11.6	10.0	116
10	洛美沙星	0.00	11.4	11.0	10.8	10.8	10.9	11.0	11.0	10.0	110
11	奥比沙星	0.00	8.78	8.58	7.97	8.51	8.50	8.46	8.47	10.0	84.7
12	二氟沙星	0.00	9.01	9.25	8.64	9.15	9.38	9.81	9.21	10.0	92.1
13	沙拉沙星	0.00	8.73	8.98	8.31	8.79	8.4	9.13	8.72	10.0	87.2
14	加替沙星	0.00	8.91	9.42	8.61	9.07	9.05	9.87	9.16	10.0	91.6
15	莫西沙星	0.00	10.2	10.5	9.83	10.3	10.4	10.4	10.3	10.0	103
16	氟甲喹	0.00	10.6	10.8	10.4	10.7	11.2	10.8	10.8	10.0	108
17	那氟沙星	0.00	7.55	7.61	7.29	7.88	8.08	7.78	7.70	10.0	77.0

表 55 海水样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.7	12.0	12.0	12.5	11.2	11.1	11.8	10.0	118
2	氟罗沙星	0.00	11.6	11.5	11.2	10.9	10.9	11.2	11.2	10.0	112
3	氧氟沙星	0.00	11.8	12.3	12.3	12.8	11.6	11.7	12.1	10.0	121
4	培氟沙星	0.00	12.8	12.6	13.1	12.9	12.2	12.2	12.6	10.0	126
5	依诺沙星	0.00	12.1	11.9	11.8	12.0	11.1	10.8	11.6	10.0	116
6	诺氟沙星	0.00	11.2	11.3	11.3	11.4	10.5	10.1	11	10.0	110
7	环丙沙星	0.00	10.6	10.6	10.5	11.0	10.4	10.2	10.6	10.0	106
8	恩诺沙星	0.00	10.8	11.0	11.0	10.9	10.7	10.4	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	12.0	12.0	12.1	11.8	11.3	11.5	11.8	10.0	118
10	洛美沙星	0.00	10.9	11.0	11.6	11.8	11.0	10.6	11.2	10.0	112
11	奥比沙星	0.00	8.71	8.61	9.03	9.48	8.86	8.03	8.79	10.0	87.9
12	二氟沙星	0.00	9.64	9.50	9.46	9.59	9.00	9.00	9.37	10.0	93.7
13	沙拉沙星	0.00	9.14	8.56	9.06	8.82	8.47	8.09	8.69	10.0	86.9
14	加替沙星	0.00	9.65	9.21	9.19	9.43	9.01	8.63	9.19	10.0	91.9
15	莫西沙星	0.00	9.75	9.79	10.2	10.3	9.43	8.91	9.73	10.0	97.3
16	氟甲喹	0.00	10.9	10.9	10.8	10.5	10.3	10.8	10.7	10.0	107
17	那氟沙星	0.00	7.57	7.23	7.97	7.75	7.56	7.70	7.63	10.0	76.3

表 56 地表水样品加标测试数据 (固相萃取)

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.4	12.2	11.9	11.8	12.1	11.5	11.8	10.0	118
2	氟罗沙星	0.00	10.3	11.4	10.8	10.4	10.9	10.8	10.8	10.0	108

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
3	氧氟沙星	0.00	11.2	12.5	11.9	12.1	12.2	11.7	11.9	10.0	119
4	培氟沙星	0.00	11.8	12.4	12.3	12.0	12.0	12.7	12.2	10.0	122
5	依诺沙星	0.00	11.5	11.7	11.7	12.0	12.0	11.4	11.7	10.0	117
6	诺氟沙星	0.00	10.5	11.4	10.7	11.0	11.5	10.7	11.0	10.0	110
7	环丙沙星	0.00	10.3	10.8	10.2	10.5	10.5	10.3	10.4	10.0	104
8	恩诺沙星	0.00	10.4	10.7	10.5	10.6	10.5	10.8	10.6	10.0	106
9	达氟沙星	0.00	10.9	11.8	11.5	11.0	11.7	11.0	11.3	10.0	113
10	洛美沙星	0.00	10.9	11.2	10.8	11.3	11.0	10.5	11.0	10.0	110
11	奥比沙星	0.00	8.11	8.61	8.25	8.27	8.41	7.85	8.25	10.0	82.5
12	二氟沙星	0.00	9.02	9.44	8.78	8.94	9.07	8.89	9.02	10.0	90.2
13	沙拉沙星	0.00	8.33	8.78	8.12	8.52	8.69	8.35	8.47	10.0	84.7
14	加替沙星	0.00	8.66	9.28	8.91	8.71	8.81	8.50	8.81	10.0	88.1
15	莫西沙星	0.00	9.47	9.83	9.40	9.64	9.74	9.02	9.52	10.0	95.2
16	氟甲喹	0.00	10.3	10.7	10.2	10.0	10.5	10.5	10.4	10.0	104
17	那氟沙星	0.00	6.97	6.96	6.95	7.06	6.88	7.09	7.00	10.0	70.0

表 57 生活污水样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.8	12.3	11.8	11.4	11.8	11.1	11.7	10.0	117
2	氟罗沙星	0.00	11.0	11.5	11.1	10.5	10.8	10.5	10.7	10.0	107
3	氧氟沙星	0.07	12.1	12.8	12.3	11.5	12.2	11.5	12.0	10.0	120
4	培氟沙星	0.00	12.1	13.0	13.0	12.4	12.4	12.3	12.5	10.0	125
5	依诺沙星	0.00	11.4	12.5	11.9	11.3	12.2	11.3	12.1	10.0	121
6	诺氟沙星	0.00	11.0	11.4	11.0	10.5	11.5	10.5	11.1	10.0	111
7	环丙沙星	0.00	10.5	11.5	11.1	10.8	10.6	10.3	10.8	10.0	108
8	恩诺沙星	0.00	10.4	11.2	10.9	10.4	10.7	10.5	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	11.2	11.6	11.9	11.2	11.4	11.4	11.6	10.0	116
10	洛美沙星	0.00	10.5	11.7	10.6	10.4	10.9	10.5	11.0	10.0	110
11	奥比沙星	0.00	8.52	8.48	8.21	7.87	8.38	7.92	8.47	10.0	84.7
12	二氟沙星	0.00	9.26	9.38	9.30	8.84	9.33	9.05	9.21	10.0	92.1
13	沙拉沙星	0.00	8.69	8.44	8.89	8.28	8.45	8.17	8.72	10.0	87.2
14	加替沙星	0.00	9.14	9.37	9.16	8.73	9.22	8.75	9.16	10.0	91.6
15	莫西沙星	0.00	9.51	10.3	9.61	9.48	9.92	9.40	10.3	10.0	103
16	氟甲喹	0.00	10.6	10.4	10.8	10.2	10.5	10.6	10.8	10.0	108
17	那氟沙星	0.00	7.22	7.36	7.66	7.51	7.48	7.33	7.70	10.0	77.0

表 58 工业废水样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物 名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.4	10.8	11.1	11.6	12.3	11.5	11.5	10.0	115
2	氟罗沙星	0.00	11.0	10.3	10.6	10.6	12.3	11.4	11.0	10.0	110
3	氧氟沙星	2.23	13.8	13.0	13.7	14.4	15.2	14.4	14.1	10.0	119
4	培氟沙星	0.00	13.0	12.5	12.5	12.9	12.8	12.6	12.7	10.0	127
5	依诺沙星	0.00	11.6	11.3	11.7	12.4	12.8	12.0	12	10.0	120
6	诺氟沙星	0.00	11.3	10.6	10.8	11.2	12.0	11.4	11.2	10.0	112
7	环丙沙星	0.14	10.7	10.6	10.9	11.2	11.9	11.3	11.1	10.0	110
8	恩诺沙星	0.00	10.4	10.6	10.6	10.9	12.1	11.4	11.0	10.0	110
9	达氟沙星	0.00	11.3	11.5	11.5	11.5	13.3	12.1	11.9	10.0	119
10	洛美沙星	0.00	10.4	10.3	10.5	11.0	11.6	10.6	10.7	10.0	107
11	奥比沙星	0.00	8.28	7.75	7.88	8.46	8.71	7.94	8.17	10.0	81.7
12	二氟沙星	0.00	9.31	8.87	8.54	9.03	10.1	8.94	9.13	10.0	91.3
13	沙拉沙星	0.00	8.48	8.26	7.82	8.28	9.23	8.75	8.47	10.0	84.7
14	加替沙星	0.00	9.15	8.51	8.55	8.83	9.79	8.99	8.97	10.0	89.7
15	莫西沙星	0.31	9.85	9.83	9.76	10.2	11.0	10.2	10.1	10.0	97.9
16	氟甲喹	0.00	10.6	10.4	10.2	10.7	11.4	10.9	10.7	10.0	107
17	那氟沙星	0.00	7.54	7.50	7.74	7.67	8.20	7.76	7.74	10.0	77.4

表 59 农业废水样品加标测试数据（固相萃取）

序号	化合物 名称	测定结果 (ng/L)							平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)
		样品	#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	0.00	11.6	11.5	11.6	11.8	12.0	11.9	11.7	10.0	117
2	氟罗沙星	0.00	10.7	10.6	10.8	10.9	11.2	10.9	10.9	10.0	109
3	氧氟沙星	0.00	11.6	11.5	11.7	11.4	11.5	11.4	11.5	10.0	115
4	培氟沙星	0.00	12.3	11.8	12.0	12.0	12.7	12.4	12.2	10.0	122
5	依诺沙星	0.00	11.4	11.3	11.7	11.0	11.4	12.3	11.5	10.0	115
6	诺氟沙星	0.00	10.6	10.6	10.7	10.8	10.8	10.9	10.7	10.0	107
7	环丙沙星	0.00	10.5	10.4	10.5	10.2	10.9	10.3	10.5	10.0	105
8	恩诺沙星	0.00	10.5	10.8	11.3	10.8	11.0	10.4	10.8	10.0	108
9	达氟沙星	0.00	11.5	10.8	11.8	11.3	11.6	11.7	11.5	10.0	115
10	洛美沙星	0.00	10.3	10.7	10.9	10.7	10.9	10.7	10.7	10.0	107
11	奥比沙星	0.00	8.2	8.66	8.45	8.38	9.02	8.54	8.54	10.0	85.4
12	二氟沙星	0.00	9.48	9.46	9.77	9.34	9.69	9.23	9.50	10.0	95.0
13	沙拉沙星	0.00	8.68	8.83	9.02	8.53	9.13	8.62	8.80	10.0	88.0
14	加替沙星	0.00	8.80	8.91	9.44	8.98	9.60	9.34	9.18	10.0	91.8
15	莫西沙星	0.00	9.25	9.26	9.81	9.38	9.89	9.93	9.60	10.0	96.0

序号	化合物名称	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)	
		样品	#1	#2	#3	#4	#5				#6
16	氟甲唑	0.00	10.9	11.0	10.9	11.1	11.0	10.7	10.9	10.0	109
17	那氟沙星	0.00	7.56	7.47	7.40	6.94	7.19	7.12	7.28	10.0	72.8

5.6 结果计算与表示

5.6.1 定性分析

按照质谱参考条件中确定的母离子与子离子进行监测，试样中目标化合物的保留时间与标准样品中该目标化合物的保留时间比较，相对偏差的绝对值应小于 2.5%；且对待测样品中各目标化合物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 60 规定的最大允许偏差范围，则可判定样品中存在对应的目标化合物。

定性离子相对离子丰度分别按照公式 (3) 和公式 (4) 计算。

$$K_{\text{sam}} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中： K_{sam} ——样品中某目标化合物定性离子的相对离子丰度，%；

A_2 ——样品中某目标化合物定性离子对的响应值（峰面积或峰高）；

A_1 ——样品中某目标化合物定量离子对的响应值（峰面积或峰高）。

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

式中： K_{std} ——标准样品中某目标化合物定性离子的相对丰度，%；

$A_{\text{std}2}$ ——标准样品中某目标化合物定性离子对的响应值（峰面积或峰高）；

$A_{\text{std}1}$ ——标准样品中某目标化合物定量离子对的响应值（峰面积或峰高）。

表 60 定性确证时相对离子对丰度的最大允许偏差

指标	评价标准			
	$K_{\text{std}} > 50$	$20 < K_{\text{std}} \leq 50$	$10 < K_{\text{std}} \leq 20$	$K_{\text{std}} \leq 10$
K_{sam} 相对于 K_{std} 的最大允许偏差 (%)	±20	±25	±30	±50

5.6.2 定量分析

5.6.2.1 最小二乘法

用最小二乘法标准曲线进行定量时，试样中目标化合物或替代物的质量浓度 ρ_x 通过相应的标准曲线计算。

5.6.2.2 平均相对响应因子法

用平均相对响应因子法进行定量时，试样中目标化合物或替代物的质量浓度 ρ_x 按公式(5)计算。

$$\rho_x = \frac{A_x \times \rho_{is}}{A_{is} \times \text{RRF}} \quad (5)$$

式中： ρ_x ——试样中目标化合物或替代物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 A_x ——试样中目标化合物或替代物的峰面积（或峰高）；
 A_{is} ——试样中内标物的峰面积（或峰高）；
 ρ_{is} ——试样中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
RRF——目标化合物或替代物的平均相对响应因子，无量纲。

5.6.3 结果计算

5.6.3.1 直接进样法

样品中目标化合物的质量浓度按照公式(6)计算：

$$\rho_s = \rho_x \times D \quad (6)$$

式中： ρ_s ——样品中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 ρ_x ——试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 D ——稀释倍数。

5.6.3.2 固相萃取法

样品中目标化合物或替代物的质量浓度按照公式(7)计算：

$$\rho_s = \frac{\rho_x \times V_1}{V_0} \times D \quad (7)$$

式中： ρ_s ——样品中目标化合物或替代物的质量浓度， ng/L ；
 ρ_x ——试样中目标化合物或替代物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 V_1 ——试样定容体积， ml ；
 V_0 ——取样体积， L ；
 D ——稀释倍数。

5.6.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留3位有效数字。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 验证实验室和验证人员

参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况见表 61。

表 61 参与验证单位及验证人员基本情况

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析 工作年限	验证单位
孙慧婧	女	37	高级工程师	药物分析	12	江苏省环境监测中心
李佩纹	女	34	工程师	化学	8	
崔东妮	女	30	工程师	药物分析	7	
张秀蓝	女	41	副研究员	环境科学	15	国家环境分析测试中心
郑磊	男	34	高级工程师	环境科学	8	
胡侠	男	44	工程师	分析化学	14	大连产品质量检验检测 研究院有限公司
张宗祥	男	48	高级工程师	应用化学	26	江苏省泰州环境监测中心
翟有朋	男	39	工程师	环境科学	11	
张颖	女	35	工程师	有机化学	10	
史亚利	女	45	研究员	环境科学	20	中国科学院 生态环境研究中心
徐琳	男	38	副研究员	环境科学	12	
侯敏敏	女	30	博士生	环境科学	3	
李逸	男	45	高级工程师	分析化学	22	生态环境部珠江流域南海海域 生态环境监督管理局生态环境 监测与科学研究中心

6.1.2 验证方案

6.1.2.1 标准曲线的建立

分别移取适量目标化合物标准使用液（5.3.1.11）、替代物标准使用液（5.3.1.13）逐级稀释，配制至少 5 个浓度点的标准系列，目标化合物和替代物的质量浓度依次为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、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，依次加入 10 μl 内标使用液 I（5.3.1.16）和 10 μl 内标使用液 II（5.3.1.17），混匀后贮存在棕色样品瓶中，待测。

按照优化后的仪器参考条件，由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液测定。以标准系列溶液中目标化合物或替代物的质量浓度为横坐标，以其对应的峰面积（或峰高）与内标物峰面积（或峰高）的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立最小二乘法标准曲线。或者按照公式计算目标化合物或替代物的平均相对响应因子 \overline{RRF} 。每批次样品应建立标准曲线，标准曲线的相关系数应 ≥ 0.995 ，或相对响应因子的相对标准偏差（RSD） $\leq 20\%$ ，否则应重新绘制标准曲线。

6.1.2.2 方法检出限和测定下限

根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A 中 A.1.1 方法检出限的一般确定方法，按照样品分析的全部步骤，对浓度值为估计方法检出限值 3~5 倍的空白加标样品进行 7 次平行测定，计算 7 次平行测定的标准偏差 S ，按公式（8）计算方法检出限，以方法检出限 4 倍值作为测定下限。

$$\text{MDL} = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (8)$$

式中：MDL——方法检出限；

n ——样品的平行测定次数；

t ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 分布值（单侧）， $n=7$ 时， $t=3.143$ ；

S —— n 次平行测定的标准偏差。

6.1.2.2.1 直接进样法

配制 7 份浓度为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 的空白加标样，过膜后直接进样分析，根据 7 次测定的结果计算标准偏差，按照公式（8）计算方法检出限，并以方法检出限 4 倍值作为测定下限。

6.1.2.2.2 固相萃取法

配制 7 份浓度为 5.00 ng/L 的空白加标样，进行全过程分析测定，根据 7 次测定的结果计算标准偏差，按照公式（8）计算方法检出限，并以方法检出限 4 倍值作为测定下限。

6.1.2.3 方法的准确度

6.1.2.3.1 精密度验证

a) 直接进样法

空白加标样品的测定：配制浓度为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 和 180 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白加标样品，每个浓度水平平行测定 6 次，根据各浓度水平的测定结果计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。

实际样品的测定：各验证实验室采用编制单位采集的统一实际样品进行测定，样品类型包括地下水、海水、地表水、生活污水、工业废水和农业废水。对于地下水和海水，采取实际样品基体加标（5.0 g/L ）进行验证；对于地表水和生活污水，采取实际样品基体加标（20.0 $\mu\text{g/L}$ ）进行验证；对于工业废水和农业废水，采取实际样品基体加标（180 $\mu\text{g/L}$ ）进行验证；每类水体加标样品平行测定 6 次，分别计算其平均值、标准偏差和相对标准偏差。

b) 固相萃取法

空白加标样品的测定：配制浓度为 5.00 ng/L 、20.0 ng/L 和 180 ng/L 的统一空白加标样品，每个浓度水平平行测定 6 次，根据各浓度水平的测定结果计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。

实际样品的测定：各验证实验室采用编制单位采集的统一实际样品进行测定，样品类型包括地下水、海水、地表水、生活污水、工业废水和农业废水。对于地下水和海水，采取实际样品基体加标（5.0 ng/L ）进行验证；对于地表水和生活污水，采取实际样品基体加标（20.0 ng/L ）进行验证；对于工业废水和农业废水，采取实际样品基体加标（180 ng/L ）进行验证；每类水体加标样品平行测定 6 次，分别计算其平均值、标准偏差和相对标准偏差。

6.1.2.3.2 正确度验证

a) 直接进样法

空白加标样品的测定：同精密度验证中的空白加标样品的测定，分别计算各浓度水平样品的加标回收率。

实际样品的测定：同精密度验证中的实际样品测定，分别计算各类型样品的加标回收率。

b) 固相萃取法

空白加标样品的测定：同精密度验证中的空白加标样品的测定，分别计算各浓度水平样品的加标回收率。

实际样品的测定：同精密度验证中的实际样品测定，分别计算各类型样品的加标回收率。

6.2 方法验证过程

6.2.1 验证过程

6.2.1.1 方法验证工作的主要过程

筛选确定 6 家有资质的方法验证单位，于 2021 年 10 月~2022 年 1 月组织各验证单位按照统一的方法验证方案进行方法的验证准备，明确方法验证要求，确定方法验证完成时限。开展方法验证前，参与验证的操作人员均熟悉和掌握了方法原理、操作步骤及流程，方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备、分析步骤均符合本方法相关要求。

6.2.1.2 方法验证数据统计

(1) 编制组在进行方法验证报告数据统计时，异常值的检验和处理按照 GB/T 6379.6-2009 标准执行。在统计分析时未发现异常值。

(2) 方法精密度和正确度统计结果能满足方法特性指标要求。详细结果见《方法验证报告》。

6.2.2 方法验证结论

6.2.2.1 验证过程中异常值的解释、更正或删除的情况及理由

异常值的检验和处理按照 GB/T 6379.6-2009 标准执行。在统计分析时未发现异常值。

6.2.2.2 各测试水平的方法特性指标的最终结果

6.2.2.2.1 检出限

选择验证数据和编制组数据中最大值作为本方法的检出限。将检出限和测定下限按照结果表示进行修约后，直接进样法中 17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限均为 2 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 8 $\mu\text{g/L}$ ；固相萃取法中 17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限均为 2 ng/L ，测定下限为 8 ng/L 。

6.2.2.2.2 精密度

a) 直接进样法

6家实验室分别对含17种氟喹诺酮类抗生素浓度为5.00 µg/L、20.0 µg/L、180 µg/L的统一空白加标样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为3.3%~17%, 2.5%~13%, 3.7%~12%; 实验室间相对标准偏差分别为3.5%~10%, 3.9%~25%, 5.9%~14%; 重复性限分别为1 µg/L、2 µg/L~4 µg/L、32 µg/L~42 µg/L; 再现性限分别为1 µg/L~2 µg/L、4 µg/L~13 µg/L、49 µg/L~80 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为5.00 µg/L的地下水和海水统一样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为2.9%~18%, 2.5%~22%; 实验室间相对标准偏差分别为9.2%~29%, 12%~26%; 重复性限分别为1 µg/L、1 µg/L; 再现性限分别为1 µg/L~3 µg/L、2 µg/L~3 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为20.0 µg/L的地表水和生活污水统一样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为1.4%~9.6%, 1.2%~15%; 实验室间相对标准偏差分别为9.9%~23%, 4.7%~14%; 重复性限分别为2 µg/L~4 µg/L、2 µg/L~5 µg/L; 再现性限分别为6 µg/L~12 µg/L、4 µg/L~9 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为180 µg/L的工业废水和农业废水统一样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为2.8%~13%, 3.1%~13%; 实验室间相对标准偏差分别为13%~22%, 7.5%~18%; 重复性限分别为27 µg/L~38 µg/L、24 µg/L~37 µg/L; 再现性限分别为61 µg/L~108 µg/L、48 µg/L~92 µg/L。

b) 固相萃取法

6家实验室分别对加标浓度为5.00 ng/L、20.0 ng/L、180 ng/L统一空白加标样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为3.7%~16%, 2.9%~13%, 2.1%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为2.2%~15%, 0.5%~13%, 2.9%~12%; 重复性限分别为1 ng/L、3 ng/L~5 ng/L、17 ng/L~35 ng/L; 再现性限分别为1 ng/L~2 ng/L、3 ng/L~8 ng/L、28 ng/L~58 ng/L。

6家实验室分别对加标浓度为5.00 ng/L的地下水和海水统一样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为4.1%~19%, 1.7%~18%; 实验室间相对标准偏差分别为8.6%~32%, 5.5%~18%; 重复性限分别为1 ng/L~2 ng/L、1 ng/L; 再现性限分别为1 ng/L~4 ng/L、1 ng/L~2 ng/L。

6家实验室分别对加标浓度为20.0 ng/L的地表水和生活污水统一样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为0.7%~9.6%, 2.2%~12%; 实验室间相对标准偏差分别为6.1%~19%, 4.1%~39%; 重复性限分别为1 ng/L~5 ng/L、2 ng/L~7 ng/L; 再现性限分别为4 ng/L~16 ng/L、4 ng/L~22 ng/L。

6家实验室分别对加标浓度为180 ng/L的工业废水和农业废水统一样品进行6次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为1.5%~8.3%, 2.2%~12%; 实验室间相对标准偏差分别为6.1%~22%, 3.9%~23%; 重复性限分别为14 ng/L~29 ng/L、24 ng/L~49 ng/L; 再现性限分别为33 ng/L~102 ng/L、27 ng/L~100 ng/L。

6.2.2.2.3 正确度

a) 直接进样法

6家实验室分别对加标浓度为5.00 µg/L、20.0 µg/L、180 µg/L统一空白加标样品进行6次重复测定，加标回收率范围分别为75.6%~107%、64.0%~115%、77.8%~123%；加标回收率最终值分别为88.7%±13.6%~97.2%±11.6%、90.1%±44.8%~103%±15.2%、96.8%±22.2%~112%±20.6%。

6家实验室分别对加标浓度为5.00 µg/L的地下水和海水统一样品进行6次重复测定：加标回收率范围分别为56.0%~114%、63.0%~125%；加标回收率最终值分别为73.5%±20.0%~89.6%±46.8%、84.2%±29.8%~101%±46.6%。

6家实验室分别对加标浓度为20.0 µg/L的地表水和生活污水统一样品进行6次重复测定，加标回收率范围分别为58.5%~129%、60.9%~130%；加标回收率最终值分别为75.2%±23.0%~94.2%±26.4%、82.7%±20.2%~108%±14.6%。

6家实验室分别对加标浓度为180 µg/L的工业废水和农业废水统一样品进行6次重复测定，加标回收率范围分别为70.0%~121%、66.1%~118%；加标回收率最终值分别为83.9%±22.0%~105%±28.8%、84.4%±18.0%~106%±26.8%。

b) 固相萃取法

6家实验室分别对加标浓度为5.00 ng/L、20.0 ng/L、180 ng/L统一空白加标样品进行6次重复测定，加标回收率范围分别为57.0%~120%、65.5%~108%、66.1%~113%；加标回收率最终值分别为77.1%±23.6%~105%±13.6%、87.3%±23.6%~103%±9.4%、81.0%±19.0%~104%±19.4%。

6家实验室分别对加标浓度为5.00 ng/L的地下水和海水统一样品进行6次重复测定：加标回收率范围分别为53.2%~150%、57.2%~131%；加标回收率最终值分别为65.7%±25.2%~117%±37.4%、78.1%±27.2%~111%±20.8%。

6家实验室分别对加标浓度为20.0 ng/L的地表水和生活污水统一样品进行6次重复测定，加标回收率范围分别为54.5%~145%、54.0%~134%；加标回收率最终值分别为74.5%±29.0%~125%±42%、93.5%±59.2%~108%±19.8%。

6家实验室分别对加标浓度为180 ng/L的工业废水和农业废水统一样品进行6次重复测定，加标回收率范围分别为54.5%~139%、53.9%~122%；加标回收率最终值分别为71.0%±31.4%~119%±40.2%、78.4%±19.8%~95.4%±21.0%。

精密度和正确度数据结果详见方法验证报告。

6.2.2.3 方法各项特性指标是否达到预期要求

方法各项特性指标均达到预期要求。

6.2.3.4 各验证实验室达到的方法质控指标范围

6.2.3.4.1 空白试验

根据方法验证报告，6家实验室的实验室空白测定结果均低于本标准确定的方法检出限，因此本标准规定空白试样测定结果应低于方法检出限，每20个样品或每批次样品（少于20个）至少测定1个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限。

6.2.3.4.2 校准

根据方法验证报告，6家实验室建立的直接进样法及固相萃取法2类标准曲线目标化合物响应因子的相对标准偏差范围为3.6%~18.3%，因此本标准规定每批次样品应建立标准曲线，目标化合物和替代物相对响应因子（RRF）的相对标准偏差（RSD）应 $\leq 20\%$ 。考虑到方法的适用性，如果目标化合物和替代物标准曲线的相关系数 ≥ 0.995 ，也可用于测定。

根据方法验证报告，6家实验室建立的直接进样法及固相萃取法2类标准曲线目标化合物标准曲线中间点与该点浓度标准值相对误差范围为0.3%~14.6%。因此本标准规定每20个样品或每批次样品（少于20个）应测定1个标准曲线中间浓度点标准溶液，其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。

6.2.3.4.3 平行样

根据方法验证报告，6家实验室实验室内和实验室间平行样测定的相对标准偏差范围为0.6%~39%，因此本标准规定每20个样品或每批次样品（少于20个）至少测定1个平行样，平行样的相对偏差应在 $\pm 40\%$ 以内。

6.2.3.4.4 基体加标

根据方法验证报告，6家实验室测定的实际样品目标化合物平均加标回收率范围为53.2%~150%，因此本标准规定每20个样品或每批次样品（少于20个）至少测定1个基体加标样，基体加标回收率应在40%~150%之间。

6.2.3.4.5 替代物加标

根据方法验证报告，采用固相萃取法时，6家实验室测定的实际样品替代物平均加标回收率范围为40%~150%，因此本标准规定采用固相萃取法时，每20个样品或每批次样品（少于20个）至少测定1个基体加标样，基体加标回收率应在40%~150%之间。

6.2.3.5 根据各验证实验室提出的对方法的各种意见，考虑是否对方法进行改进及理由

各验证实验室均按照验证方案要求顺利完成方法验证工作，未提出改进建议。

7 与开题报告差异说明

本标准绿色通道项目，未经开题报告环节。

8 标准征求意见稿技术审查情况

8.1 标准征求意见稿技术审查会情况

2023年7月18日，生态环境部生态环境监测司组织召开标准征求意见稿技术审查会（线上视频会），专家组听取了标准主编单位所作的标准征求意见稿和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，形成以下审查意见：

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整。
- 二、标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研。
- 三、标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容完善。

专家组通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善。

1、标准名称修改为《水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法》；

2、核实海水直接进样的适用性，完善关于内标的使用说明、水中悬浮物的情况和附录 B 中定量定性离子的表述；

3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

8.2 标准征求意见稿技术审查会意见和建议的协调处理情况

1、已按要求将标准文本和标志说明涉及的名称修改为《水质 17 种氟喹诺酮类抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法》；

2、经与各仪器厂家核实，可适用于海水的直接进样；并根据意见要求，完善关于内标的使用说明（见 59 页 5.5.3.3 选择合适的替代物和内标）、水中悬浮物的情况（见编制说明正文）和附录 B 中定量定性离子的表述（见标准文本第 12 页和第 13 页，编制说明第 56 和第 57 页）；

3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

9 标准实施建议

无。

10 参考文献

- [1]孙言春. 水环境及鱼体内 FQs 分布特征分析及环境胁迫效应研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学,2014.
- [2]刘素娜. 氟喹诺酮类化合物的合成、表征及其生物活性研究[D]. 大连:辽宁师范大学,2005.
- [3]夏清海. 氟喹诺酮类抗生素分析新方法及其应用的研究[D]. 昆明:昆明理工大学,2014.
- [4]MARTINEZ J L. Environmental pollution by antibiotics and by antibiotic resistance determinants[J]. Environmental Pollution,2009,157(11):2893-2902.
- [5]ANTAS G, SOMMER M O A, OLUWASEGUN R D, et al. Bacteria subsisting on antibiotics[J]. Science,2008,320(5872):100-103.
- [6]LINDBERG R, JARNHEIMER P, OLSEN B, et al. Determination of antibiotic substances in hospital sewage water using solid phase extraction and liquid chromatography/mass spectrometry and group analogue internal standards[J]. Chemosphere,2004,57(10):1479-1488.

-
- [7]张姚姚. 污染场地中氟喹诺酮类抗生素的风险评价、污染行为及控制研究[D]. 上海:东华大学,2017.
- [8]付艳环. 氟喹诺酮类药物的不良反应[J]. 药物不良反应杂志,2000,2(003):180-181.
- [9]郭欣妍, 王娜, 许静, 等. 兽药抗生素的环境暴露水平及其环境归趋研究进展[J]. 环境科学与技术,2014,37(9):76-86.
- [10]周雅靓, 沙菁洲, 巫明毫, 等. 四川抗生素制药企业废水抗生素残留特征与风险评估[J]. 中国抗生素杂志,2021,46(04):346-352.
- [11]WISE R. Antimicrobial resistance: priorities for action [J]. Journal of Antimicrobial Chemotherapy,2002,49(4):585-586.
- [12]VAN BOECKEL T P, GANDRA S, ASHOK A, et al. Global antibiotic consumption 2000 to 2010: an analysis of national pharmaceutical sales data [J]. The Lancet Infectious Diseases,2014,14(8):742-750.
- [13]KÜMMERER K. Significance of antibiotics in the environment [J]. Journal of Antimicrobial Chemotherapy,2003,52(1):5-7.
- [14]RICHARDSON B J, LAM P K S, MARTIN M. Emerging chemicals of concern: pharmaceuticals and personal care products in Asia with particular reference to southern China [J]. Marine Pollution Bulletin,2005,50(9):913-920.
- [15]MCCALLION R F, COLE A L, WALKER J R. et al. Antibiotic substances from New Zealand plants. II. Polygodial,an anti-Candida agent from Pseudowin tera colorata [J], Planta Medica,1982,44(3):134-138.
- [16]应光国. 中国抗生素使用与流域污染:中国化学会第 30 届学术年会-第二十六分会: 环境化学会议论文集[C]. 大连:中国知网,2016.
- [17]于洋洋. 伊通河流域抗生素污染、微生物耐药性及生物毒性研究[D]. 长春:东北师范大学,2020.
- [18]卓丽, 王美欢, 石运刚, 等. 南方典型水源地及水产养殖区抗生素的复合污染特征及生态风险[J]. 生态毒理学报,2019,14(02):164-175.
- [19]夏飞扬,马冬冬,张军,等. 会仙湿地典型河流抗生素污染特征及风险评估[J]. 桂林理工大学学报, 2021,41(01):174-182.
- [20]高立红, 史亚利, 刘杰民, 等. 污水中氟喹诺酮类抗生素的分析方法[J]. 环境化学,2010,29(05):948-953.
- [21]魏晓东. 广州典型排放源废水和河流水体中抗生素的污染特征研究[D]. 广州:中国科学院大学(中国科学院广州地球化学研究所),2018.
- [22]张国栋, 董文平, 刘晓晖, 等. 我国水环境中抗生素赋存、归趋及风险评估研究进展[J]. 环境化学,2018,37(07):1491-1500.
- [23]沙乃庆, 李艳红. 氟喹诺酮类抗生素水污染现状及去除技术研究进展[J]. 工业水处理,2021,41(05):22-28.
- [24]姜凌霄. 鄱阳湖区典型养猪场废水抗生素污染特征及催化降解研究[D]. 南昌:南昌航空大学,2012.

- [25]张君, 封丽, 田隽, 等. 氟喹诺酮类在环境中的分布及去除研究进展[J]. 环境科学与技术,2019,42(S1):77-84.
- [26]李碧莹. 江苏盐城滨海湿地多环芳烃与喹诺酮污染分布特征及其保护对策[D]. 青岛:青岛大学,2020.
- [27]GAO, L H, SHI Y L, LI W H, et al. Occurrence of antibiotics in eight sewage treatment plants in Beijing, China[J]. Chemosphere,2012,86(6):665-671.
- [28]LEUNG H W, MINH T B, MURPHY M B, et al. Distribution, fate and risk assessment of antibiotics in sewage treatment plants in Hong Kong, South China[J]. Environment International,2012,42(1):1-9.
- [29]JIANG Y H, LI M X , GUO C S, et al. Distribution and ecological risk of antibiotics in a typical effluent-receiving river (Wangyang River) in north China[J]. Chemosphere,2014,112:267-274.
- [30]ZHENG Q, ZHANG R J, WANG Y H, et al. Occurrence and distribution of antibiotics in the Beibu Gulf, China: Impacts of river discharge and aquaculture activities[J]. Marine Environmental Research,2012,78:26-33.
- [31]ZHOU L J, YING G G, ZHAO J L, et al. Trends in the occurrence of human and veterinary antibiotics in the sediments of the Yellow River, Hai River and Liao River in northern China[J]. Environmental Pollution,2011,159(7):1877-1885.
- [32]高会, 祖国仁, 顾佳,等. HPLC-MS/MS 法联合分析环境水体中喹诺酮类抗生素和雌激素 [J]. 分析实验室,2011,30(12):8-12.
- [33]吴健, 朱峰, 吉文亮,等. 高效液相色谱-质谱联用法同时检测水体中 14 种喹诺酮类药物残留[J]. 食品安全质量检测学报,2015,6(12):4966-4974.
- [34]严清, 瞿成方, 张怡昕,等. 重庆主城区水域典型 PhACs 污染水平及生态风险评估[J]. 环境科学研究,2013,26(11):1178-1185.
- [35]郝红珊, 徐亚茹, 高月, 等. 珠江口海水养殖区水体、沉积物及水产品中抗生素的分布 [J]. 北京大学学报:自然科学版,2018,54(05):1077-1084.
- [36]杨尚乐, 王旭明, 王伟华, 等. 松花江哈尔滨段及阿什河抗生素的分布规律与生态风险评估[J]. 环境科学,2021,42(01):136-146.
- [37]魏志雄, 刘丹丹, 蓝明雄,等. 固相萃取-高效液相色谱串联质谱法测定环境水样中 14 种抗生素[J]. 环境卫生学杂志,2019,9(05):502-508.
- [38]张君, 封丽, 田隽, 等. 氟喹诺酮类在环境中的分布及去除研究进展[J]. 环境科学与技术,2019,42(S1):77-84.
- [39]卓丽, 王美欢, 石运刚, 等. 南方典型水源地及水产养殖区抗生素的复合污染特征及生态风险[J]. 生态毒理学报,2019,14(02):164-175.
- [40]王振忠, 汤尚文, 樊靓. 分散液液微萃取-高效液相色谱联用测定水样中的氟喹诺酮类药物[J]. 食品工业科技,2017,38(08):49-52, 57.
- [41]赵晶, 毕春娟, 陈振楼,等. 上海市崇明岛养殖场周边环境中的氟喹诺酮类抗生素的含量特征[J]. 生态与农村环境学报,2017,33(02):120-126.

-
- [42]郝勤伟, 徐向荣, 陈辉,等. 广州市南沙水产养殖区抗生素的残留特性[J]. 热带海洋学报, 2017,36(01):106-113.
- [43]李经纬, 丁紫荣, 余乐洹, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时检测水中 17 种抗生素[J]. 分析科学学报,2016,32(06):851-856.
- [44]郭隽, 张亚雷, 周雪飞, 等. 城市污水中氟喹诺酮类抗生素药物的来源与去除研究进展[J]. 环境污染与防治,2016,38(02):75-80.
- [45]高磊, 王钟强, 覃东立, 等. 超高效液相色谱串联质谱法测定渔业水环境中七种氟喹诺酮类药物含量[J]. 水产学杂志,2022,35(02):59-65.
- [46]方昊, 余军楠, 王智峰, 等. 江苏典型中华绒螯蟹养殖区抗生素污染特征与生态风险评估[J]. 生态与农村环境学报,2019,35(11):1436-1444.
- [47]余军楠, 方昊, 胡建林, 等. 江苏四个典型克氏原螯虾养殖区抗生素污染特征与生态风险评估[J]. 农业环境科学学报,2020,39(2):386-393.
- [48]梁惜梅, 施震, 黄小平. 珠江口典型水产养殖区抗生素的污染特征[J]. 生态环境学报,2013,22(2):304-310.
- [49]LI X H, LIU C, CHEN Y X, et al. Antibiotic residues in liquid manure from swine feedlot and their effects on nearby ground-water in regions of North China[J]. Environ.Sci.Pollut.Res.Int.,2018,25(12):11565-11575.
- [50]肖湘波. 海口市医疗废水典型处理工艺单元对抗生素的去除效果比较和抗生素吸附模拟实验研究[D]. 海口:海南大学,2014.
- [51]李玉静, 陈志冉, 王雪平. 高效液相色谱法快速筛查环境水体中 16 种氟喹诺酮类抗生素及质谱确证[J]. 现代化工,2018,38(09):237-241.

附件一

方法验证报告

方法名称： 水质 17种氟喹诺酮类抗生素的测定
高效液相色谱-三重四极杆质谱法

项目主编单位： 生态环境部华南环境科学研究所、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、国家海洋环境监测中心

验证单位： 江苏省环境监测中心、国家环境分析测试中心、江苏省泰州环境监测中心、大连产品质量检验检测研究院有限公司、中国科学院生态环境研究中心和生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

项目负责人及职称： 赵波 副研究员

通讯地址： 广东省广州市天河区员村西街七号大院 电话： (020) 85546725

报告编写人及职称： 丁紫荣 工程师

报告日期： 2023 年 04 月 08 日

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

本方法的 6 家验证实验室依次为：江苏省环境监测中心、国家环境分析测试中心、江苏省泰州环境监测中心、大连产品质量检验检测研究院有限公司、中国科学院生态环境研究中心、生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心，具体参加验证人员见表 1-1，使用仪器见表 1-2，使用试剂及溶剂见表 1-3。

表 1-1 参加验证的人员情况登记表

编号	验证单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限
1	江苏省环境监测中心	孙慧婧	女	37	高级工程师	药物分析	12
		李佩纹	女	34	工程师	化学	8
		崔东妮	女	30	工程师	药物分析	7
2	国家环境分析测试中心	张秀蓝	女	41	副研究员	环境科学	15
		郑磊	男	34	高级工程师	环境科学	8
3	江苏省泰州环境监测中心	胡侠	男	44	工程师	分析化学	14
		张宗祥	男	48	高级工程师	应用化学	26
		翟有朋	男	39	工程师	环境科学	11
4	大连产品质量检验检测研究院有限公司	张颖	女	35	工程师	有机化学	10
5	中国科学院生态环境研究中心	史亚利	女	45	研究员	环境科学	20
		徐琳	男	38	副研究员	环境科学	12
		侯敏敏	女	30	博士生	环境科学	3
6	生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	李逸	男	45	高级工程师	分析化学	22

表 1-2 使用仪器情况登记表

序号	验证单位	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况
1	江苏省环境监测中心	液相色谱-串联质谱仪	SCIEX 6500+	DZ223361907	良好
		超纯水仪	Milli-Q	F9NA04602	良好
2	国家环境分析测试中心	液相色谱-串联质谱仪	Agilent 6470B	SG2126G210	良好
		超纯水仪	Dispenser Kit	J21PW40710	良好
3	江苏省泰州环境监测中心	液相色谱-串联质谱仪	Agilent 6460	SG11297207	良好
		超纯水仪	PURELAB FLEX	GLA00001151	良好

序号	验证单位	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况
4	大连产品质量检验检测研究院有限公司	液相色谱-串联质谱仪	Agilent 6490	SG1122A205	良好
		超纯水仪	优普	Z21092814KS	良好
5	中国科学院生态环境研究中心	液相色谱-串联质谱仪	U3000(ThermoFisher)+API3200(AB Sciex)	2014-2508	良好
		超纯水仪	Milli-Q A10	—	良好
		浓缩仪器	DP200D-1	2018-1283	良好
		前处理仪器	KQ-800KDE 超声波清洗器	2021106650	良好
6	生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	液相色谱-串联质谱仪	ACQUITY UPLC - Class/Xevo TQ-S	J15BUR 052G/WAC1489	良好
		超纯水仪	Milli-Q Advantage A10	F2JA28240	良好

表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

序号	验证单位	名称	生产厂家、规格	纯化处理方法
1	江苏省环境监测中心	甲醇	默克、LC-MS 级, 4 L	无
		甲酸	默克、LC-MS 级, 500 ml	无
		甲酸铵	德国 CNW、LC-MS 级, 50 g	无
2	国家环境分析测试中心	甲醇	默克、LC-MS 级, 4 L	无
		甲酸	阿拉丁、LC-MS 级, 50 ml	无
		甲酸铵	阿拉丁、优级纯, 100 g	无
3	大连产品质量检验检测研究院有限公司	甲醇	百灵威、色谱纯, 4 L	无
		甲酸	CNW、色谱纯, 50 ml	无
		甲酸铵	CNW、色谱纯, 50 g	无
4	江苏省泰州环境监测中心	甲醇	德国 CNW、LC-MS 级, 4 L	无
		甲酸	德国 CNW、LC-MS 级, 50 ml	无
		甲酸铵	德国 CNW、LC-MS 级, 50 g	无
5	中国科学院生态环境研究中心	甲醇	美国 Fisher、LC-MS 级, 4 L	无
		甲酸	美国 Honeywell、Fluka, LC-MS 级, 50 ml	无
		甲酸铵	美国 Fisher、LC-MS 级, 50 g	无
6	生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	甲醇	Fisher Chemical, 色谱纯	无
		甲酸	Sigma-Aldrich	无
		甲酸铵	Sigma-Aldrich	无

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

1.2.1 直接进样法的方法检出限、测定下限测试原始数据

6 家验证实验室采用直接进样法测定本标准中 17 种目标化合物，表 1-4~表 1-9 为直接进样法方法检出限和测定下限的原始测试数据。

表 1-4 直接进样法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲唑	那氟沙星	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	5.16	5.34	5.33	5.43	5.79	5.55	5.30	5.54	5.60	5.41	4.97	5.38	5.32	5.12	5.44	5.29	5.62
	2	4.48	4.52	4.46	4.88	4.91	4.50	4.70	4.70	4.94	4.70	3.83	4.29	4.91	4.72	4.62	4.84	5.01
	3	4.62	4.85	4.72	4.74	4.99	4.57	4.65	4.65	5.74	4.67	4.06	4.22	4.60	4.78	4.77	4.19	4.69
	4	4.32	4.55	4.30	4.30	4.56	4.37	4.30	4.60	4.97	4.65	4.38	4.28	4.72	4.47	4.47	4.33	4.67
	5	4.18	4.33	3.85	4.22	4.72	4.35	4.46	4.58	5.11	4.54	4.10	4.25	4.39	4.20	4.43	4.16	4.70
	6	4.79	4.89	4.38	4.98	5.27	4.97	4.92	4.79	4.92	5.01	4.24	4.52	4.77	4.88	4.96	4.68	4.99
	7	4.54	4.92	4.82	4.59	5.06	4.80	4.93	4.87	4.83	5.41	5.05	5.21	5.45	5.36	4.80	4.49	4.82
平均值 ($\mu\text{g/L}$)	4.58	4.77	4.55	4.73	5.04	4.73	4.75	4.82	5.16	4.91	4.38	4.59	4.88	4.79	4.78	4.57	4.93	
标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	0.32	0.33	0.47	0.42	0.40	0.43	0.33	0.33	0.36	0.37	0.47	0.49	0.38	0.39	0.35	0.40	0.34	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1.01	1.04	1.48	1.32	1.26	1.35	1.04	1.04	1.13	1.16	1.48	1.54	1.19	1.23	1.10	1.26	1.07	
仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.24	0.20	0.17	0.26	0.29	0.19	0.26	0.17	0.21	0.17	0.19	0.23	0.35	0.38	0.32	0.26	0.34	
方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	

表 1-5 直接进样法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	4.10	4.77	4.56	4.46	4.37	4.52	4.35	4.61	4.61	4.41	4.25	4.06	4.73	5.29	4.21	4.64	4.55
	2	4.86	4.79	4.49	5.12	4.98	4.80	5.21	5.00	4.62	4.80	4.41	4.75	4.90	4.63	4.87	5.22	5.00
	3	4.35	4.38	4.35	4.40	4.22	4.32	4.51	4.52	4.35	4.61	3.99	4.09	4.37	4.43	4.40	4.57	4.38
	4	4.28	4.64	4.48	4.45	4.27	4.49	4.35	4.67	4.86	4.68	4.44	4.71	4.90	4.68	4.48	4.85	4.97
	5	4.31	4.46	4.40	4.72	4.59	4.67	4.84	4.53	4.72	4.46	4.60	4.03	4.59	4.70	4.59	4.56	4.67
	6	4.13	4.89	4.79	4.56	4.59	4.39	4.38	4.96	4.72	4.98	4.78	4.46	4.99	4.76	4.46	4.72	4.80
	7	4.86	4.78	3.80	5.10	5.02	4.48	4.31	4.71	4.73	4.05	4.96	4.89	5.02	5.22	4.66	4.12	4.06
平均值 ($\mu\text{g/L}$)	4.41	4.67	4.41	4.69	4.58	4.52	4.56	4.71	4.66	4.57	4.49	4.43	4.79	4.82	4.52	4.67	4.63	
标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	0.32	0.19	0.30	0.31	0.32	0.16	0.34	0.19	0.16	0.30	0.33	0.37	0.24	0.32	0.21	0.33	0.34	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1.01	0.60	0.94	0.97	1.01	0.50	1.07	0.60	0.50	0.94	1.04	1.16	0.75	1.01	0.66	1.04	1.07	
仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.77	0.29	0.48	0.29	0.34	0.40	0.29	0.22	0.21	0.39	0.21	0.48	0.50	0.12	0.76	0.27	0.30	
方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1	0.6	1	1	2	0.5	2	0.6	0.5	1	2	2	0.8	2	0.7	2	2	
测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	4	2.4	4	4	8	2	8	2.4	2	4	8	8	3.2	8	2.8	8	8	

表 1-6 直接进样法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	4.90	4.90	5.00	4.80	4.90	4.80	5.00	4.90	4.70	5.20	5.20	5.10	5.00	5.10	4.90	4.90	5.10
	2	4.80	4.90	5.10	4.60	4.60	4.70	5.00	4.80	4.60	5.20	5.00	5.40	5.20	5.20	4.90	4.50	4.80
	3	5.40	5.50	5.60	5.10	5.40	5.50	5.60	5.40	5.20	5.80	5.80	5.90	5.80	5.70	5.60	5.10	5.00
	4	4.60	4.70	4.80	4.50	4.70	4.60	4.80	4.60	4.40	5.00	4.90	5.20	5.00	4.90	4.80	4.30	4.40
	5	4.80	4.70	4.80	4.50	4.70	4.70	4.80	4.70	4.50	5.10	5.00	5.30	5.00	5.00	4.90	4.40	4.40
	6	4.70	4.60	4.80	4.50	4.70	4.60	4.80	4.70	4.50	4.90	4.70	5.10	4.90	4.80	4.90	4.30	4.20
	7	4.20	4.40	4.60	4.10	4.20	4.50	4.60	4.20	4.30	4.40	4.60	4.50	4.60	4.40	4.30	4.50	4.80
平均值 ($\mu\text{g/L}$)	4.77	4.81	4.96	4.59	4.74	4.77	4.94	4.76	4.60	5.09	5.03	5.21	5.07	5.01	4.90	4.57	4.67	
标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	0.36	0.35	0.33	0.31	0.36	0.34	0.32	0.36	0.29	0.42	0.40	0.42	0.37	0.40	0.38	0.31	0.34	
t值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1.13	1.10	1.04	0.97	1.13	1.07	1.01	1.13	0.91	1.32	1.26	1.32	1.16	1.26	1.19	0.97	1.07	
仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.12	0.32	0.24	0.12	0.12	0.18	0.15	0.31	0.17	0.22	0.17	0.15	0.12	0.12	0.22	0.18	0.18	
方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	2	2	2	1	2	2	2	2	1	2	2	2	2	2	2	1	2	
测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	8	8	8	4	8	8	8	8	4	8	8	8	8	8	8	4	8	

表 1-7 直接进样法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	4.60	4.60	4.80	4.70	4.20	4.60	4.70	4.30	4.60	4.60	4.30	4.40	4.80	4.60	5.20	4.30	5.90
	2	3.80	4.00	3.80	4.30	3.90	3.90	3.70	3.40	3.70	4.00	3.80	3.80	4.30	3.80	4.20	3.70	4.60
	3	4.40	4.60	4.40	4.40	4.00	4.20	4.10	3.20	4.30	4.30	4.30	4.40	4.50	4.80	4.90	4.00	4.80
	4	4.50	4.50	4.80	4.40	3.90	4.40	4.30	3.90	4.50	4.40	4.30	4.40	4.50	4.50	4.90	3.70	4.20
	5	4.00	4.20	4.10	4.00	3.60	3.20	3.90	4.10	3.90	4.10	3.80	3.70	4.00	4.00	4.40	3.40	5.60
	6	4.40	4.60	4.60	4.20	4.50	4.20	4.20	4.50	4.20	4.20	4.20	4.30	4.20	4.20	4.80	3.60	5.40
	7	3.80	3.90	3.80	4.10	4.00	3.90	3.80	3.10	3.50	4.10	4.00	3.70	3.90	4.00	4.30	3.20	4.90
平均值 ($\mu\text{g/L}$)	4.21	4.34	4.33	4.30	4.01	4.06	4.10	3.79	4.10	4.24	4.10	4.10	4.31	4.27	4.67	3.70	5.06	
标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	0.34	0.31	0.44	0.23	0.28	0.45	0.34	0.56	0.41	0.21	0.23	0.35	0.31	0.37	0.37	0.37	0.60	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1.07	0.97	1.38	0.72	0.88	1.41	1.07	1.76	1.29	0.66	0.72	1.10	0.97	1.16	1.16	1.16	1.89	
仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1.35	1.08	0.32	0.39	0.36	0.58	0.36	0.87	0.82	0.56	0.50	0.30	0.25	0.48	0.41	0.38	0.56	
方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	2	1	2	0.8	0.9	2	2	2	2	0.7	0.8	2	1	2	2	2	2	
测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	8	4	8	3.2	3.6	8	8	8	8	2.8	3.2	8	4	8	8	8	8	

表 1-8 直接进样法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021年12月27日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	4.80	4.90	5.10	4.80	4.80	4.90	4.60	4.80	4.90	5.10	5.20	4.90	5.20	5.00	5.20	4.80	5.00
	2	4.70	4.80	5.00	4.70	4.70	4.70	4.60	4.60	4.80	5.00	5.10	4.80	5.00	5.00	5.10	4.40	4.60
	3	5.20	5.30	5.40	5.20	5.20	5.30	5.30	5.20	5.40	5.40	5.70	5.40	5.80	5.40	5.80	4.90	5.10
	4	4.40	4.60	4.80	4.40	4.50	4.40	4.50	4.50	4.60	5.00	5.00	4.40	5.10	5.00	4.80	4.20	4.40
	5	4.60	4.70	4.80	4.70	4.70	4.60	4.70	4.50	4.60	4.90	5.00	4.70	5.00	5.00	5.20	4.30	4.40
	6	4.50	4.50	4.60	4.50	4.40	4.60	4.50	4.40	4.50	4.70	4.80	4.50	4.90	4.80	5.10	4.20	4.20
	7	4.10	4.20	4.60	4.30	4.30	4.40	4.40	4.60	4.50	4.80	4.80	4.90	4.80	5.20	5.30	4.20	4.60
平均值 ($\mu\text{g/L}$)	4.61	4.71	4.90	4.66	4.66	4.70	4.66	4.66	4.76	4.99	5.09	4.80	5.11	5.06	5.21	4.43	4.61	
标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	0.34	0.34	0.29	0.30	0.30	0.32	0.30	0.27	0.32	0.23	0.31	0.33	0.33	0.19	0.30	0.30	0.33	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	1.07	1.07	0.91	0.94	0.94	1.01	0.94	0.85	1.01	0.72	0.97	1.04	1.04	0.60	0.94	0.94	1.04	
仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.77	0.41	0.30	0.56	0.49	0.58	0.39	0.28	0.36	0.26	0.34	0.52	0.51	0.30	0.53	0.30	0.33	
方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	2	2	1	1	1	2	1	0.9	2	0.8	1	2	2	0.6	1	1	2	
测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	8	8	4	4	4	4	4	3.6	8	3.2	4	8	8	2.4	4	4	8	

表 1-9 直接进样法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	5.00	5.00	4.90	4.80	5.00	4.90	5.00	4.90	4.60	5.20	4.80	5.20	5.00	4.90	4.90	4.90	5.00
	2	5.00	4.90	5.00	4.80	4.80	4.80	4.90	4.70	4.70	4.90	4.90	5.10	4.90	4.90	4.90	4.40	4.60
	3	5.40	5.30	5.40	5.30	5.40	5.30	5.50	5.20	5.30	5.50	5.30	5.60	5.40	5.40	5.40	4.90	5.20
	4	4.50	4.60	4.70	4.50	4.60	4.60	4.70	4.40	4.40	4.80	4.60	4.90	4.90	4.90	4.50	4.20	4.50
	5	4.60	4.70	4.70	4.60	4.60	4.60	4.60	4.50	4.60	4.80	4.80	5.00	4.80	4.70	4.60	4.20	4.50
	6	4.50	4.60	4.60	4.50	4.50	4.40	4.50	4.40	4.50	4.60	4.50	4.80	4.60	4.70	4.60	4.10	4.50
	7	4.90	4.80	4.40	4.30	5.00	4.50	4.50	4.40	4.50	4.70	4.50	4.70	4.90	5.00	4.60	4.40	4.40
平均值 ($\mu\text{g/L}$)	4.76	4.84	4.81	4.69	4.84	4.73	4.81	4.64	4.66	4.93	4.77	5.04	4.93	4.93	4.79	4.44	4.67	
标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	0.22	0.25	0.32	0.32	0.32	0.30	0.36	0.31	0.30	0.32	0.28	0.30	0.24	0.24	0.31	0.33	0.30	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.69	0.79	1.01	1.01	1.01	0.94	1.13	0.97	0.94	1.01	0.88	0.94	0.75	0.75	0.97	1.04	0.94	
仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.77	0.41	0.30	0.56	0.49	0.58	0.39	0.28	0.36	0.26	0.34	0.52	0.51	0.30	0.53	0.30	0.33	
方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	0.7	0.8	2	2	1	1	2	1	1	2	0.9	1	0.8	0.8	1	2	1	
测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	2.8	3.2	8	8	4	4	8	4	4	8	3.6	4	3.2	3.2	4	8	4	

1.2.2 固相萃取法的方法检出限、测定下限测试原始数据

6家验证实验室采用固相萃取法测定本标准中17种目标化合物，表1-10~表1-15为固相萃取法方法检出限和测定下限的原始测试数据。取样量为1000 ml，定容体积为1.0 ml。

表 1-10 固相萃取法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 (ng/L)	1	4.61	4.73	4.61	5.52	4.81	4.55	4.19	4.42	5.80	3.36	3.07	3.42	2.85	3.08	3.37	3.75	4.04
	2	4.83	4.26	4.21	5.75	5.10	5.01	4.73	4.10	5.24	3.06	2.67	3.13	2.86	2.87	3.34	3.54	3.59
	3	4.97	4.80	4.73	6.37	5.52	5.43	4.84	4.65	6.14	3.37	2.90	3.64	2.99	3.19	3.74	3.79	3.72
	4	4.33	4.46	4.41	5.47	4.63	4.87	4.26	4.32	5.47	3.02	2.82	3.32	3.05	3.00	3.31	3.54	3.41
	5	5.15	4.77	4.65	6.07	5.70	5.48	5.00	4.71	5.71	3.36	2.93	3.55	3.14	3.22	3.66	4.35	4.35
	6	4.54	4.43	4.41	5.60	4.95	4.83	4.49	4.33	5.62	2.98	2.68	3.06	2.76	2.93	3.33	3.75	3.53
	7	4.20	4.47	4.41	5.20	5.12	4.89	4.54	4.38	5.05	3.60	2.90	3.20	3.03	3.08	3.50	4.05	4.27
平均值 (ng/L)	4.66	4.56	4.49	5.80	5.12	5.01	4.58	4.42	5.66	3.16	2.85	3.37	2.95	3.05	3.46	3.82	3.84	
标准偏差 (ng/L)	0.34	0.21	0.18	0.39	0.38	0.34	0.30	0.21	0.36	0.23	0.14	0.22	0.13	0.13	0.17	0.29	0.38	
t值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 (ng/L)	1.07	0.66	0.57	1.23	1.19	1.07	0.94	0.66	1.13	0.72	0.44	0.69	0.41	0.41	0.53	0.91	1.19	
仪器检出限 (ng/L)	0.24	0.20	0.17	0.26	0.29	0.19	0.26	0.17	0.21	0.17	0.19	0.23	0.35	0.38	0.32	0.26	0.34	
方法检出限 (ng/L)	2	0.7	0.6	2	2	2	1	0.7	2	0.8	0.5	0.7	0.5	0.5	0.6	1	2	
测定下限 (ng/L)	8	2.8	2.4	8	8	8	4	2.8	8	3.2	2	2.8	2	2	2.4	4	8	

表 1-11 固相萃取法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 (ng/L)	1	4.29	4.50	4.21	4.95	4.04	4.41	4.56	4.60	4.87	4.15	3.70	4.12	4.19	3.57	4.17	4.24	4.41
	2	3.92	4.31	4.37	4.58	4.26	4.42	4.16	4.22	4.72	3.82	3.39	4.04	4.06	3.56	3.82	4.55	4.77
	3	4.59	4.93	4.80	5.60	4.73	5.19	4.78	4.98	5.80	4.54	3.92	4.81	4.59	4.44	4.23	4.82	5.07
	4	3.89	4.25	3.99	4.71	4.10	4.30	3.87	4.19	4.48	3.94	3.44	4.14	3.82	3.85	3.36	4.86	4.94
	5	4.34	4.39	4.38	4.61	4.24	4.52	4.15	4.82	4.96	4.04	3.91	4.13	4.11	4.16	3.98	4.44	4.53
	6	3.92	4.74	4.34	4.08	4.25	4.19	4.50	4.98	5.03	4.54	3.95	4.66	4.29	4.66	4.06	4.54	4.59
	7	4.69	5.05	4.94	5.41	4.96	4.95	4.72	5.16	5.76	4.46	4.27	4.98	4.63	4.15	4.35	4.41	4.66
平均值 (ng/L)	4.23	4.59	4.43	4.85	4.37	4.57	4.39	4.71	5.09	4.21	3.80	4.41	4.24	4.06	4.00	4.55	4.71	
标准偏差 (ng/L)	0.33	0.32	0.33	0.52	0.34	0.36	0.34	0.38	0.51	0.30	0.31	0.39	0.29	0.42	0.33	0.22	0.24	
<i>t</i> 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 (ng/L)	1.04	1.01	1.04	1.63	1.07	1.13	1.07	1.19	1.60	0.94	0.97	1.23	0.91	1.32	1.04	0.69	0.75	
仪器检出限 (ng/L)	0.29	0.48	0.29	0.34	0.40	0.29	0.22	0.21	0.39	0.21	0.48	0.50	0.12	0.76	0.27	0.30	0.47	
方法检出限 (ng/L)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	2	1	2	2	0.7	0.8	
测定下限 (ng/L)	8	8	8	8	8	8	8	8	8	4	4	8	4	8	8	2.8	3.2	

表 1-12 固相萃取法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 (ng/L)	1	4.30	4.70	4.60	5.00	4.50	4.60	4.50	4.50	5.10	4.40	4.40	4.20	4.30	4.30	4.30	4.80	4.90
	2	4.60	5.00	4.80	5.50	4.90	5.00	4.90	4.60	5.50	4.60	4.40	4.20	4.40	4.50	4.60	4.80	5.10
	3	4.10	4.50	4.50	4.90	4.30	4.50	4.30	4.30	5.00	4.10	4.10	3.90	4.10	4.00	4.00	4.40	4.40
	4	4.00	4.40	4.30	4.70	4.10	4.40	4.10	4.10	4.70	4.00	4.00	3.80	3.90	3.80	3.90	4.50	4.70
	5	4.50	4.80	4.90	5.10	4.60	4.80	4.70	4.60	5.40	4.50	4.50	4.20	4.40	4.50	4.40	4.90	5.20
	6	4.30	4.80	4.70	4.90	4.40	4.50	4.30	4.40	5.20	4.30	4.30	4.20	4.10	4.30	4.20	4.70	4.60
	7	3.82	4.90	4.90	5.60	4.10	4.70	4.15	4.70	4.60	3.80	4.40	4.40	4.75	4.70	4.75	4.90	5.30
平均值 (ng/L)	4.23	4.73	4.67	5.10	4.41	4.64	4.42	4.46	5.07	4.24	4.30	4.13	4.28	4.30	4.31	4.71	4.89	
标准偏差 (ng/L)	0.28	0.21	0.22	0.33	0.28	0.21	0.29	0.21	0.34	0.29	0.18	0.21	0.28	0.31	0.31	0.20	0.33	
t值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 (ng/L)	0.88	0.66	0.69	1.04	0.88	0.66	0.91	0.66	1.07	0.91	0.57	0.66	0.88	0.97	0.97	0.63	1.04	
仪器检出限 (ng/L)	0.12	0.32	0.24	0.12	0.12	0.18	0.15	0.31	0.17	0.22	0.17	0.15	0.12	0.12	0.22	0.18	0.18	
方法检出限 (ng/L)	0.9	0.7	0.7	2	0.9	0.7	1	0.7	2	1	0.6	0.7	0.9	1	1	0.7	2	
测定下限 (ng/L)	3.6	2.8	2.8	8	3.6	2.8	4	2.8	8	4	2.4	2.8	3.6	4	4	2.8	8	

表 1-13 固相萃取法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 (ng/L)	1	5.30	5.40	5.00	5.40	4.50	5.40	6.40	5.00	6.60	5.40	5.50	3.50	5.00	3.10	5.50	4.30	5.40
	2	4.00	4.80	4.80	4.10	5.70	4.80	5.70	5.30	5.50	4.80	4.20	3.40	4.20	4.10	5.10	2.90	4.80
	3	3.60	4.80	4.60	6.10	4.70	4.80	5.80	5.00	5.40	4.80	4.10	3.10	4.40	3.20	4.70	3.10	4.80
	4	4.20	5.30	4.60	5.00	4.40	5.30	6.00	5.20	5.60	5.30	4.20	3.60	5.50	4.00	5.10	3.20	5.30
	5	3.80	4.60	4.00	5.40	4.80	4.60	5.20	5.40	5.50	4.60	4.10	3.60	3.90	2.90	4.00	3.00	4.60
	6	4.00	4.60	5.00	4.80	5.50	4.60	7.00	5.80	5.30	4.60	4.80	2.80	4.10	4.20	4.40	3.40	4.60
	7	4.90	5.40	5.20	5.40	4.80	5.40	6.10	5.85	6.00	5.40	5.00	3.40	4.10	4.40	4.60	3.60	5.40
平均值 (ng/L)	4.26	4.99	4.74	5.17	4.91	4.99	6.03	5.36	5.70	4.99	4.56	3.34	4.46	3.70	4.77	3.36	4.99	
标准偏差 (ng/L)	0.62	0.37	0.40	0.62	0.50	0.37	0.57	0.35	0.46	0.37	0.55	0.29	0.58	0.61	0.50	0.48	0.37	
t值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 (ng/L)	1.95	1.16	1.26	1.95	1.57	1.16	1.79	1.10	1.45	1.16	1.73	0.91	1.82	1.92	1.57	1.51	1.16	
仪器检出限 (ng/L)	1.35	1.08	0.32	0.39	0.36	0.58	0.36	0.87	0.82	0.56	0.50	0.30	0.25	0.48	0.41	0.38	0.56	
方法检出限 (ng/L)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	2	2	2	2	2	
测定下限 (ng/L)	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	4	8	8	8	8	8	

表 1-14 固相萃取法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 27 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 (ng/L)	1	4.50	4.60	4.70	4.70	4.70	4.90	4.20	4.60	5.00	3.80	3.90	4.30	3.70	4.20	4.00	4.80	5.00
	2	4.60	4.80	4.70	5.00	5.10	5.10	4.50	4.80	5.10	4.00	3.70	4.40	3.90	4.40	4.20	4.80	4.80
	3	4.20	4.30	4.30	4.50	4.60	4.60	4.00	4.30	4.60	3.50	3.40	3.90	3.50	3.90	3.60	4.40	4.50
	4	4.10	4.20	4.20	4.20	4.20	4.30	3.90	4.10	4.50	3.50	3.40	3.90	3.50	3.90	3.70	4.40	4.70
	5	4.50	4.60	4.80	4.70	4.80	4.80	4.30	4.60	5.00	3.90	3.80	4.30	3.90	4.30	4.00	4.90	5.00
	6	4.40	4.60	4.50	4.40	4.40	4.50	4.10	4.40	4.70	3.70	3.80	4.20	3.70	4.20	3.90	4.60	4.80
	7	4.50	4.60	4.70	5.50	4.90	4.30	4.68	4.96	4.90	4.15	4.10	4.68	3.90	4.70	4.40	4.90	5.50
平均值 (ng/L)	4.40	4.53	4.56	4.71	4.67	4.64	4.24	4.54	4.83	3.79	3.73	4.24	3.73	4.23	3.97	4.69	4.90	
标准偏差 (ng/L)	0.18	0.21	0.23	0.43	0.30	0.3	0.28	0.30	0.23	0.25	0.26	0.28	0.18	0.28	0.28	0.22	0.32	
t值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 (ng/L)	0.57	0.66	0.72	1.35	0.94	0.94	0.88	0.94	0.72	0.79	0.82	0.88	0.57	0.88	0.88	0.69	1.01	
仪器检出限 (ng/L)	0.77	0.41	0.30	0.56	0.49	0.58	0.39	0.28	0.36	0.26	0.34	0.52	0.51	0.30	0.53	0.30	0.33	
方法检出限 (ng/L)	0.8	0.7	0.8	2	1	1	0.9	1	0.8	0.8	0.9	0.9	0.6	0.9	0.9	0.7	2	
测定下限 (ng/L)	3.2	2.8	3.2	8	4	4	3.6	4	3.2	3.2	3.6	3.6	2.4	3.6	3.6	2.8	8	

表 1-15 固相萃取法方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

平行样品编号	马波沙星	氟罗沙星	氧氟沙星	培氟沙星	依诺沙星	诺氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	达氟沙星	洛美沙星	奥比沙星	二氟沙星	沙拉沙星	加替沙星	莫西沙星	氟甲喹	那氟沙星	
测定结果 (ng/L)	1	4.50	4.70	4.80	5.00	4.50	4.70	4.70	4.50	5.20	4.40	4.30	4.30	4.30	4.40	4.30	4.70	4.80
	2	4.70	5.00	5.00	5.50	4.90	5.10	5.00	4.80	5.50	4.60	4.60	4.10	4.40	4.50	4.40	4.80	5.20
	3	4.10	4.60	4.50	5.00	4.40	4.40	4.30	4.30	5.00	4.10	4.10	3.80	4.10	4.20	4.00	4.40	4.60
	4	4.00	4.40	4.40	4.70	4.10	4.20	4.10	4.30	4.80	4.10	4.10	3.80	4.00	4.10	3.90	4.40	4.40
	5	4.30	4.80	4.90	5.20	4.70	4.80	4.60	4.80	5.40	4.70	4.60	4.30	4.50	4.50	4.40	5.00	5.30
	6	4.40	4.70	4.60	5.00	4.40	4.60	4.40	4.50	5.20	4.40	4.30	4.30	4.10	4.40	4.40	4.70	4.70
	7	4.80	5.00	4.80	5.10	4.10	4.20	4.70	4.80	5.30	4.85	3.80	3.70	3.68	3.75	4.75	4.10	5.10
平均值 (ng/L)	4.40	4.74	4.71	5.07	4.44	4.57	4.54	4.57	5.20	4.45	4.26	4.04	4.15	4.26	4.31	4.59	4.87	
标准偏差 (ng/L)	0.29	0.22	0.22	0.24	0.29	0.30	0.30	0.23	0.24	0.29	0.29	0.27	0.28	0.27	0.28	0.30	0.34	
t值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
计算的方法检出限 (ng/L)	0.91	0.69	0.69	0.75	0.91	0.94	0.94	0.72	0.75	0.91	0.91	0.85	0.88	0.85	0.88	0.94	1.07	
仪器检出限 (ng/L)	0.77	0.41	0.30	0.56	0.49	0.58	0.39	0.28	0.36	0.26	0.34	0.52	0.51	0.30	0.53	0.30	0.33	
方法检出限 (ng/L)	1	0.7	0.7	0.8	1	2	1	0.8	0.8	1	1	0.9	0.9	0.9	0.9	1	2	
测定下限 (ng/L)	4	2.8	2.8	3.2	4	8	4	3.2	3.2	4	4	3.6	3.6	3.6	3.6	4	8	

1.3 方法精密度测试数据

1.3.1 直接进样法的方法精密度测试数据

1.3.1.1 低浓度空白加标样精密度测试数据

表 1-16~表 1-21 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定低浓度空白加标样品的精密度测试数据。

表 1-16 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.16	4.48	4.62	4.32	4.18	4.79	4.59	0.35	7.6
2	氟罗沙星	5.34	4.52	4.85	4.55	4.33	4.89	4.75	0.36	7.6
3	氧氟沙星	5.33	4.46	4.72	4.30	3.85	4.38	4.51	0.49	11
4	培氟沙星	5.43	4.88	4.74	4.30	4.22	4.98	4.76	0.45	9.5
5	依诺沙星	5.79	4.91	4.99	4.56	4.72	5.27	5.04	0.44	8.7
6	诺氟沙星	5.55	4.50	4.57	4.37	4.35	4.97	4.72	0.47	10
7	环丙沙星	5.30	4.70	4.65	4.30	4.46	4.92	4.72	0.35	7.4
8	恩诺沙星	5.54	4.70	4.65	4.60	4.58	4.79	4.81	0.36	7.5
9	达氟沙星	5.60	4.94	5.74	4.97	5.11	4.92	5.21	0.36	6.9
10	洛美沙星	5.41	4.70	4.67	4.65	4.54	5.01	4.83	0.33	6.8
11	奥比沙星	4.97	3.83	4.06	4.38	4.10	4.24	4.26	0.39	9.2
12	二氟沙星	5.38	4.29	4.22	4.28	4.25	4.52	4.49	0.45	10
13	沙拉沙星	5.32	4.91	4.60	4.72	4.39	4.77	4.79	0.31	6.5
14	加替沙星	5.12	4.72	4.78	4.47	4.20	4.88	4.69	0.32	6.8
15	莫西沙星	5.44	4.62	4.77	4.47	4.43	4.96	4.78	0.38	7.9
16	氟甲喹	5.29	4.84	4.19	4.33	4.16	4.68	4.58	0.44	9.6
17	那氟沙星	5.62	5.01	4.69	4.67	4.70	4.99	4.95	0.37	7.5

表 1-17 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.10	4.86	4.35	4.28	4.31	4.13	4.34	0.27	6.2
2	氟罗沙星	4.77	4.79	4.38	4.64	4.46	4.89	4.65	0.20	4.3

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
3	氧氟沙星	4.56	4.49	4.35	4.48	4.40	4.79	4.51	0.15	3.3
4	培氟沙星	4.46	5.12	4.40	4.45	4.72	4.56	4.62	0.27	5.8
5	依诺沙星	4.37	4.98	4.22	4.27	4.59	4.59	4.50	0.28	6.2
6	诺氟沙星	4.52	4.80	4.32	4.49	4.67	4.39	4.53	0.18	4.0
7	环丙沙星	4.35	5.21	4.51	4.35	4.84	4.38	4.61	0.35	7.6
8	恩诺沙星	4.61	5.00	4.52	4.67	4.53	4.96	4.72	0.21	4.4
9	达氟沙星	4.61	4.62	4.35	4.86	4.72	4.72	4.65	0.17	3.7
10	洛美沙星	4.41	4.80	4.61	4.68	4.46	4.98	4.65	0.21	4.5
11	奥比沙星	4.25	4.41	3.99	4.44	4.60	4.78	4.41	0.27	6.1
12	二氟沙星	4.06	4.75	4.09	4.71	4.03	4.46	4.35	0.33	7.6
13	沙拉沙星	4.73	4.90	4.37	4.90	4.59	4.99	4.75	0.23	4.8
14	加替沙星	5.29	4.63	4.43	4.68	4.70	4.76	4.75	0.29	6.1
15	莫西沙星	4.21	4.87	4.40	4.48	4.59	4.46	4.50	0.22	4.9
16	氟甲喹	4.64	5.22	4.57	4.85	4.56	4.72	4.76	0.25	5.3
17	那氟沙星	4.55	5.00	4.38	4.97	4.67	4.80	4.73	0.24	5.1

表 1-18 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.90	4.80	5.40	4.60	4.80	4.70	4.87	0.28	5.7
2	氟罗沙星	4.90	4.90	5.50	4.70	4.70	4.60	4.88	0.33	6.8
3	氧氟沙星	5.00	5.10	5.60	4.80	4.80	4.80	5.02	0.31	6.2
4	培氟沙星	4.80	4.60	5.10	4.50	4.50	4.50	4.67	0.24	5.1
5	依诺沙星	4.90	4.60	5.40	4.70	4.70	4.70	4.83	0.29	6.0
6	诺氟沙星	4.80	4.70	5.50	4.60	4.70	4.60	4.82	0.34	7.1
7	环丙沙星	5.00	5.00	5.60	4.80	4.80	4.80	5.00	0.31	6.2
8	恩诺沙星	4.90	4.80	5.40	4.60	4.70	4.70	4.85	0.29	6.0
9	达氟沙星	4.70	4.60	5.20	4.40	4.50	4.50	4.65	0.29	6.2
10	洛美沙星	5.20	5.20	5.80	5.00	5.10	4.90	5.20	0.32	6.2
11	奥比沙星	5.20	5.00	5.80	4.90	5.00	4.70	5.10	0.38	7.5
12	二氟沙星	5.10	5.40	5.90	5.20	5.30	5.10	5.33	0.30	5.6
13	沙拉沙星	5.00	5.20	5.80	5.00	5.00	4.90	5.15	0.33	6.4
14	加替沙星	5.10	5.20	5.70	4.90	5.00	4.80	5.12	0.32	6.3
15	莫西沙星	4.90	4.90	5.60	4.80	4.90	4.90	5.00	0.30	6.0
16	氟甲喹	4.90	4.50	5.10	4.30	4.40	4.30	4.58	0.34	7.4

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
17	那氟沙星	5.10	4.80	5.00	4.40	4.40	4.20	4.65	0.37	8.0

表 1-19 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.60	3.80	4.40	4.50	4.00	4.40	4.28	0.31	7.2
2	氟罗沙星	4.60	4.00	4.60	4.50	4.20	4.60	4.42	0.26	5.9
3	氧氟沙星	4.80	3.80	4.40	4.80	4.10	4.60	4.42	0.40	9
4	培氟沙星	4.70	4.30	4.40	4.40	4.00	4.20	4.33	0.23	5.3
5	依诺沙星	4.20	3.90	4.00	3.90	3.60	4.50	4.02	0.31	7.7
6	诺氟沙星	4.60	3.90	4.20	4.40	3.20	4.20	4.08	0.49	12
7	环丙沙星	4.70	3.70	4.10	4.30	3.90	4.20	4.15	0.34	8.2
8	恩诺沙星	4.30	3.40	3.20	3.90	4.10	4.50	3.90	0.51	13
9	达氟沙星	4.60	3.70	4.30	4.50	3.90	4.20	4.20	0.35	8.3
10	洛美沙星	4.60	4.00	4.30	4.40	4.10	4.20	4.27	0.22	5.2
11	奥比沙星	4.30	3.80	4.30	4.30	3.80	4.20	4.12	0.25	6.1
12	二氟沙星	4.40	3.80	4.40	4.40	3.70	4.30	4.17	0.33	7.9
13	沙拉沙星	4.80	4.30	4.50	4.50	4.00	4.20	4.38	0.28	6.4
14	加替沙星	4.60	3.80	4.80	4.50	4.00	4.20	4.32	0.38	8.8
15	莫西沙星	5.20	4.20	4.90	4.90	4.40	4.80	4.73	0.37	7.8
16	氟甲喹	4.30	3.70	4.00	3.70	3.40	3.60	3.78	0.32	8.5
17	那氟沙星	5.90	4.60	6.10	7.70	5.60	5.40	5.88	1.0	17

表 1-20 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.80	4.70	5.20	4.40	4.60	4.50	4.70	0.28	6.0
2	氟罗沙星	4.90	4.80	5.30	4.60	4.70	4.50	4.80	0.28	5.8
3	氧氟沙星	5.10	5.00	5.40	4.80	4.80	4.60	4.95	0.28	5.7
4	培氟沙星	4.80	4.70	5.20	4.40	4.70	4.50	4.72	0.28	5.9
5	依诺沙星	4.80	4.70	5.20	4.50	4.70	4.40	4.72	0.28	5.9
6	诺氟沙星	4.90	4.70	5.30	4.40	4.60	4.60	4.75	0.31	6.5

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	4.60	4.60	5.30	4.50	4.70	4.50	4.70	0.30	6.4
8	恩诺沙星	4.80	4.60	5.20	4.50	4.50	4.40	4.67	0.29	6.2
9	达氟沙星	4.90	4.80	5.40	4.60	4.60	4.50	4.80	0.33	6.9
10	洛美沙星	5.10	5.00	5.40	5.00	4.90	4.70	5.02	0.23	4.6
11	奥比沙星	5.20	5.10	5.70	5.00	5.00	4.80	5.13	0.31	6.0
12	二氟沙星	4.90	4.80	5.40	4.40	4.70	4.50	4.78	0.35	7.3
13	沙拉沙星	5.20	5.00	5.80	5.10	5.00	4.90	5.17	0.33	6.4
14	加替沙星	5.00	5.00	5.40	5.00	5.00	4.80	5.03	0.20	4.0
15	莫西沙星	5.20	5.10	5.80	4.80	5.20	5.10	5.20	0.33	6.3
16	氟甲喹	4.80	4.40	4.90	4.20	4.30	4.20	4.47	0.31	6.9
17	那氟沙星	5.00	4.60	5.10	4.40	4.40	4.20	4.62	0.36	7.8

表 1-21 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021年12月27日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.00	5.00	5.40	4.50	4.60	4.50	4.83	0.36	7.5
2	氟罗沙星	5.00	4.90	5.30	4.60	4.70	4.60	4.85	0.27	5.6
3	氧氟沙星	4.90	5.00	5.40	4.70	4.70	4.60	4.88	0.29	5.9
4	培氟沙星	4.80	4.80	5.30	4.50	4.60	4.50	4.75	0.30	6.3
5	依诺沙星	5.00	4.80	5.40	4.60	4.60	4.50	4.82	0.34	7.1
6	诺氟沙星	4.90	4.80	5.30	4.60	4.60	4.40	4.77	0.31	6.5
7	环丙沙星	5.00	4.90	5.50	4.70	4.60	4.50	4.87	0.36	7.4
8	恩诺沙星	4.90	4.70	5.20	4.40	4.50	4.40	4.68	0.32	6.8
9	达氟沙星	4.60	4.70	5.30	4.40	4.60	4.50	4.68	0.32	6.8
10	洛美沙星	5.20	4.90	5.50	4.80	4.80	4.60	4.97	0.33	6.6
11	奥比沙星	5.20	5.10	5.60	4.90	5.00	4.80	5.10	0.28	5.5
12	二氟沙星	4.80	4.90	5.30	4.60	4.80	4.50	4.82	0.28	5.8
13	沙拉沙星	5.00	4.90	5.40	4.90	4.80	4.60	4.93	0.27	5.5
14	加替沙星	4.90	4.90	5.40	4.90	4.70	4.70	4.92	0.26	5.3
15	莫西沙星	4.90	4.90	5.40	4.50	4.60	4.60	4.82	0.33	6.8
16	氟甲喹	4.90	4.40	4.90	4.20	4.20	4.10	4.45	0.36	8.1
17	那氟沙星	5.00	4.60	5.20	4.50	4.50	4.50	4.72	0.31	6.6

1.3.1.2 中浓度空白加标样精密度测试数据

表 1-22~表 1-27 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定中浓度空白加标样的精密度测试数据。

表 1-22 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	19.0	15.9	19.6	18.4	17.9	16.4	17.9	1.5	8.4
2	氟罗沙星	20.0	18.5	20.9	19.8	20.0	18.2	19.6	1.0	5.1
3	氧氟沙星	23.2	21.8	23.2	21.3	22.8	19.4	21.9	1.5	6.8
4	培氟沙星	20.5	15.0	20.9	18.5	17.8	18.6	18.6	2.1	11
5	依诺沙星	20.1	15.9	19.2	17.9	18.1	17.7	18.1	1.4	7.7
6	诺氟沙星	19.7	15.4	20.2	17.9	18.1	17.8	18.2	1.7	9.3
7	环丙沙星	18.5	15.0	18.6	17.2	17.4	16.8	17.3	1.3	7.5
8	恩诺沙星	20.2	16.5	19.7	19.7	18.7	18.2	18.8	1.4	7.4
9	达氟沙星	18.6	17.0	17.9	14.9	17.0	16.7	17.0	1.3	7.6
10	洛美沙星	21.1	19.7	21.7	20.7	21.8	19.3	20.7	1.0	4.8
11	奥比沙星	21.1	20.7	20.0	19.0	21.6	17.9	20.1	1.4	7.0
12	二氟沙星	16.3	15.1	17.3	15.8	17.5	15.4	16.2	1.0	6.2
13	沙拉沙星	15.9	15.6	15.8	15.6	17.7	15.3	16.0	0.88	5.5
14	加替沙星	20.0	18.1	20.0	19.5	21.9	17.3	19.5	1.6	8.2
15	莫西沙星	15.3	12.9	15.1	14.3	14.8	14.6	14.5	0.88	6.1
16	氟甲喹	20.0	16.1	20.4	19.9	19.6	17.9	19.0	1.7	8.9
17	那氟沙星	19.2	16.8	20.3	19.9	18.4	18.0	18.8	1.3	6.9

表 1-23 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	16.6	16.4	17.2	19.3	17.0	17.1	17.2	1.0	5.8
2	氟罗沙星	18.1	17.3	17.9	20.0	18.0	17.8	18.2	0.94	5.2
3	氧氟沙星	19.1	17.3	18.4	21.0	19.2	19.0	19.0	1.2	6.3
4	培氟沙星	16.5	16.0	16.6	18.6	16.5	17.0	16.9	0.92	5.4
5	依诺沙星	15.5	16.2	16.6	18.2	16.6	17.2	16.7	0.91	5.4
6	诺氟沙星	15.7	15.7	15.7	18.2	16.8	16.4	16.4	0.97	5.9

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	15.5	15.3	15.5	17.2	15.9	16.3	15.9	0.73	4.6
8	恩诺沙星	16.9	16.2	16.9	19.3	17.7	17.9	17.5	1.1	6.3
9	达氟沙星	16.0	15.3	16.5	18.1	17.3	17.0	16.7	0.98	5.9
10	洛美沙星	19.3	17.8	18.4	20.5	19.3	19.0	19.0	0.93	4.9
11	奥比沙星	18.1	15.5	16.1	17.9	17.8	17.5	17.2	1.1	6.4
12	二氟沙星	14.9	12.8	13.5	15.5	14.0	13.9	14.1	0.96	6.8
13	沙拉沙星	14.8	12.8	13.5	15.4	13.8	14.7	14.2	0.95	6.7
14	加替沙星	17.7	15.1	15.2	17.5	17.1	17.2	16.6	1.2	7.2
15	莫西沙星	13.0	12.7	12.9	15.7	13.0	14.1	13.6	1.2	8.8
16	氟甲喹	17.0	17.0	16.6	20.4	16.6	17.9	17.6	1.5	8.5
17	那氟沙星	15.3	14.5	14.8	18.4	15.2	16.1	15.7	1.4	8.9

表 1-24 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	20.7	20.5	21.7	19.8	21.6	21.1	20.9	0.72	3.4
2	氟罗沙星	21.5	20.9	21.5	21.0	22.3	22.0	21.5	0.55	2.6
3	氧氟沙星	21.7	21.7	21.8	20.8	22.5	22.4	21.8	0.61	2.8
4	培氟沙星	20.3	20.0	21.0	19.6	21.2	20.9	20.5	0.63	3.1
5	依诺沙星	20.2	20.6	22.1	19.6	21.3	21.1	20.8	0.88	4.2
6	诺氟沙星	20.1	20.6	21.6	20.0	21.7	21.4	20.9	0.76	3.6
7	环丙沙星	20.5	20.8	22.4	20.3	22.2	21.9	21.4	0.92	4.3
8	恩诺沙星	20.8	20.8	21.7	20.7	22.2	21.3	21.3	0.60	2.8
9	达氟沙星	20.8	20.8	21.0	20.2	22.1	21.9	21.1	0.73	3.5
10	洛美沙星	21.8	22.1	22.3	21.4	23.2	22.7	22.3	0.64	2.9
11	奥比沙星	21.6	21.7	22.5	20.9	22.5	22.8	22.0	0.72	3.3
12	二氟沙星	21.8	22.5	23.3	22.3	23.9	23.7	22.9	0.84	3.7
13	沙拉沙星	21.7	21.5	22.6	21.7	23.7	23.1	22.4	0.90	4.0
14	加替沙星	21.4	21.7	22.8	21.8	23.5	23.1	22.4	0.86	3.8
15	莫西沙星	20.4	21.1	22.3	21.2	22.8	22.3	21.7	0.92	4.2
16	氟甲喹	20.5	19.0	19.8	18.5	19.9	19.8	19.6	0.71	3.6
17	那氟沙星	21.6	19.4	20.5	18.9	20.2	19.8	20.1	0.94	4.7

表 1-25 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心
 测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	17.4	18.6	16.9	17.3	16.2	18.9	17.6	1.0	5.7
2	氟罗沙星	17.7	20.3	18.5	19.7	18.2	18.4	18.8	0.97	5.2
3	氧氟沙星	18.0	19.5	18.1	19.5	18.2	17.8	18.5	0.75	4.1
4	培氟沙星	13.1	17.1	13.9	18.5	17.1	18.0	16.3	2.2	13
5	依诺沙星	14.9	18.4	17.6	18.2	15.1	18.4	17.1	1.7	9.9
6	诺氟沙星	13.5	16.4	15.3	16.0	14.1	16.9	15.4	1.3	8.4
7	环丙沙星	13.3	16.4	14.2	14.7	13.4	15.4	14.6	1.2	8.2
8	恩诺沙星	16.0	19.5	16.8	17.3	16.5	17.4	17.2	1.2	7
9	达氟沙星	16.1	17.2	16.1	16.1	15.6	15.8	16.2	0.56	3.5
10	洛美沙星	16.8	19.6	17.3	18.1	16.0	16.8	17.5	1.3	7.4
11	奥比沙星	14.9	18.1	14.6	15.0	14.5	15.1	15.4	1.4	9.1
12	二氟沙星	14.7	15.3	13.4	13.3	12.8	14.6	14.0	0.96	6.9
13	沙拉沙星	11.9	14.3	11.8	12.5	11.5	14.6	12.8	1.3	10
14	加替沙星	17.2	20.3	17.5	18.0	14.5	15.1	17.1	2.1	12
15	莫西沙星	12.1	15.1	13.6	13.0	12.7	16.0	13.7	1.5	11
16	氟甲喹	20.2	18.9	17.9	19.3	17.8	17.9	18.7	0.95	5.1
17	那氟沙星	15.2	19.4	17.1	16.2	14.9	18.2	16.8	1.8	11

表 1-26 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司
 测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	20.9	20.1	20.7	19.3	21.3	21.0	20.6	0.73	3.5
2	氟罗沙星	21.4	20.5	21.7	20.3	22.0	21.9	21.3	0.73	3.4
3	氧氟沙星	21.8	20.6	22.2	20.6	22.1	22.1	21.6	0.76	3.5
4	培氟沙星	21.1	20.5	21.3	19.6	21.1	21.0	20.8	0.63	3
5	依诺沙星	21.0	20.4	21.2	19.7	21.1	21.0	20.7	0.58	2.8
6	诺氟沙星	20.8	20.3	21.4	19.8	21.2	20.7	20.7	0.59	2.9
7	环丙沙星	20.2	20.0	20.8	19.3	20.5	21.0	20.3	0.61	3
8	恩诺沙星	20.5	20.1	21.1	20.2	21.4	21.0	20.7	0.53	2.6
9	达氟沙星	20.4	20.8	22.2	20.4	21.6	21.5	21.2	0.73	3.4
10	洛美沙星	22.1	21.5	22.8	21.2	22.6	22.6	22.1	0.66	3

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	22.1	21.5	23.0	21.3	22.8	22.9	22.3	0.74	3.3
12	二氟沙星	20.7	20.5	21.3	19.9	21.2	21.1	20.8	0.53	2.5
13	沙拉沙星	21.8	21.8	23.3	21.7	23.3	23.1	22.5	0.81	3.6
14	加替沙星	21.7	21.2	22.6	21.0	22.6	22.4	21.9	0.72	3.3
15	莫西沙星	22.1	23.0	23.7	22.2	23.3	22.8	22.9	0.62	2.7
16	氟甲喹	20.5	18.6	19.5	18.3	19.8	19.2	19.3	0.80	4.1
17	那氟沙星	19.7	19.3	20.1	18.8	20.3	19.2	19.6	0.57	2.9

表 1-27 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	20.6	20.3	21.4	19.8	22.0	21.3	20.9	0.81	3.5
2	氟罗沙星	21.0	20.2	21.5	20.0	21.7	21.5	21.0	0.73	3.4
3	氧氟沙星	20.9	20.6	21.5	20.0	21.7	21.9	21.1	0.73	3.5
4	培氟沙星	20.7	20.0	21.0	19.4	21.6	20.7	20.6	0.77	3
5	依诺沙星	20.7	20.4	21.5	19.9	21.8	21.0	20.9	0.70	2.8
6	诺氟沙星	20.5	20.0	20.9	19.5	21.6	20.8	20.6	0.73	2.9
7	环丙沙星	20.4	20.5	21.6	19.5	21.7	21.1	20.8	0.83	3
8	恩诺沙星	20.1	20.1	21.1	19.7	21.1	21.0	20.5	0.62	2.6
9	达氟沙星	20.2	19.8	21.1	20.0	21.0	21.3	20.6	0.64	3.4
10	洛美沙星	20.4	20.7	22.0	20.3	22.1	22.3	21.3	0.93	3
11	奥比沙星	20.9	20.9	22.4	20.7	22.3	22.6	21.6	0.88	3.3
12	二氟沙星	20.5	20.7	21.7	20.2	21.6	21.9	21.1	0.72	2.5
13	沙拉沙星	20.6	20.7	22.0	20.7	22.1	22.1	21.4	0.77	3.6
14	加替沙星	20.5	21.3	22.2	20.7	22.0	22.5	21.5	0.83	3.3
15	莫西沙星	19.8	20.9	22.2	20.7	22.7	21.8	21.4	1.1	2.7
16	氟甲喹	20.4	18.5	19.7	18.4	19.9	19.4	19.4	0.79	4.1
17	那氟沙星	20.7	19.4	20.1	19.1	20.4	19.6	19.9	0.62	2.9

1.3.1.3 高浓度空白加标样精密度测试数据

表 1-28~表 1-33 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定高浓度空白加标样的精密度测试数据。

表 1-28 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	157	158	171	172	209	167	172	19	11
2	氟罗沙星	158	188	176	170	205	169	178	17	9.6
3	氧氟沙星	182	211	194	180	234	182	197	22	11
4	培氟沙星	162	177	172	175	212	174	179	17	9.5
5	依诺沙星	161	174	168	172	207	169	175	16	9.1
6	诺氟沙星	153	179	166	175	204	170	175	17	9.7
7	环丙沙星	155	177	173	181	205	167	176	17	9.7
8	恩诺沙星	173	211	185	178	223	181	192	20	10
9	达氟沙星	150	155	163	154	148	160	155	5.8	3.7
10	洛美沙星	164	194	186	186	216	174	187	18	9.6
11	奥比沙星	172	200	185	188	225	180	192	19	9.9
12	二氟沙星	179	210	180	195	224	191	196	17	8.7
13	沙拉沙星	171	192	189	185	214	172	187	16	8.6
14	加替沙星	196	219	196	211	240	188	208	19	9.1
15	莫西沙星	175	191	177	185	215	174	186	16	8.6
16	氟甲喹	146	167	160	164	181	158	163	12	7.4
17	那氟沙星	125	148	132	140	157	137	140	11	7.9

表 1-29 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	180	188	172	173	156	178	175	11	6.3
2	氟罗沙星	186	192	181	172	158	175	177	12	6.8
3	氧氟沙星	190	191	179	170	152	174	176	14	8.0
4	培氟沙星	182	193	169	170	155	176	174	13	7.5
5	依诺沙星	179	191	171	170	157	180	175	12	6.9
6	诺氟沙星	180	191	172	168	153	174	173	13	7.5

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	181	194	171	169	152	175	174	14	8.0
8	恩诺沙星	206	211	194	189	167	188	193	16	8.3
9	达氟沙星	191	190	182	182	153	167	177	15	8.5
10	洛美沙星	194	196	187	181	163	183	184	12	6.5
11	奥比沙星	181	188	172	163	144	169	170	15	8.8
12	二氟沙星	181	196	173	156	155	181	174	16	9.2
13	沙拉沙星	195	204	187	179	160	180	184	15	8.2
14	加替沙星	186	198	180	167	155	169	176	15	8.5
15	莫西沙星	189	197	180	180	166	180	182	11	6.0
16	氟甲喹	176	186	165	165	149	160	167	13	7.8
17	那氟沙星	170	179	157	156	145	151	159	13	8.2

表 1-30 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021年12月18日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	224	199	215	215	207	199	210	10	4.8
2	氟罗沙星	228	205	218	222	213	201	215	10	4.7
3	氧氟沙星	221	203	213	219	212	196	210	9.7	4.6
4	培氟沙星	221	193	211	211	198	198	205	11	5.4
5	依诺沙星	224	199	221	219	207	203	212	11	5.2
6	诺氟沙星	233	203	225	225	217	213	219	11	5.0
7	环丙沙星	217	200	216	215	205	201	209	8.1	3.9
8	恩诺沙星	219	199	217	221	211	203	212	9.1	4.3
9	达氟沙星	231	203	228	229	220	212	220	11	5.0
10	洛美沙星	219	200	214	215	216	196	210	9.6	4.6
11	奥比沙星	222	204	215	215	216	197	211	9.1	4.3
12	二氟沙星	218	211	214	213	221	196	212	8.9	4.2
13	沙拉沙星	228	208	224	222	226	202	218	11	5.0
14	加替沙星	220	202	211	211	216	192	208	10	4.8
15	莫西沙星	214	191	208	202	199	190	201	9.4	4.7
16	氟甲喹	212	174	184	193	187	176	188	14	7.4
17	那氟沙星	192	169	186	196	190	171	184	12	6.5

表 1-31 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心
测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	188	216	210	219	198	188	203	14	6.9
2	氟罗沙星	219	224	180	210	209	177	203	20	9.9
3	氧氟沙星	206	218	179	197	197	175	195	16	8.2
4	培氟沙星	184	197	167	190	162	152	175	18	10
5	依诺沙星	212	204	185	201	173	162	190	19	10
6	诺氟沙星	205	184	173	203	182	172	187	15	8.0
7	环丙沙星	216	192	206	201	169	163	191	21	11
8	恩诺沙星	204	210	166	191	176	159	184	21	11
9	达氟沙星	198	194	168	199	187	169	186	14	7.5
10	洛美沙星	215	205	177	205	181	167	191	19	9.9
11	奥比沙星	208	207	166	195	185	159	187	21	11
12	二氟沙星	192	194	151	196	164	164	177	20	11
13	沙拉沙星	191	205	178	172	195	169	185	14	7.6
14	加替沙星	204	202	181	188	197	145	186	22	12
15	莫西沙星	236	226	207	226	198	184	213	20	9.4
16	氟甲喹	184	208	180	207	184	210	196	14	7.1
17	那氟沙星	202	196	172	206	190	174	190	14	7.4

表 1-32 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司
测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	218	193	209	212	205	192	205	11	5.4
2	氟罗沙星	220	202	211	217	213	197	210	8.8	4.2
3	氧氟沙星	218	202	213	217	219	198	211	8.8	4.2
4	培氟沙星	219	193	210	219	205	194	207	12	5.8
5	依诺沙星	223	197	216	218	212	199	210	11	5.2
6	诺氟沙星	223	198	215	221	213	201	212	10	4.7
7	环丙沙星	211	190	204	210	202	191	201	9.1	4.5
8	恩诺沙星	220	198	209	218	211	200	209	9.2	4.4
9	达氟沙星	230	203	226	230	218	215	220	11	5.0
10	洛美沙星	216	201	213	216	220	201	211	8.0	3.8

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	212	207	212	212	227	197	211	9.7	4.6
12	二氟沙星	217	195	209	213	207	196	206	9.1	4.4
13	沙拉沙星	231	213	223	223	231	211	222	8.5	3.8
14	加替沙星	218	202	213	217	223	202	213	8.6	4.0
15	莫西沙星	228	204	224	228	223	206	219	11	5.0
16	氟甲喹	210	174	187	191	186	177	187	13	7.0
17	那氟沙星	203	173	186	195	189	172	186	12	6.5

表 1-33 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	218	195	208	208	209	197	206	8.7	4.2
2	氟罗沙星	219	199	209	214	215	200	209	8.1	3.9
3	氧氟沙星	216	200	205	209	215	196	207	8.0	3.9
4	培氟沙星	216	189	206	215	202	194	204	11	5.4
5	依诺沙星	223	199	214	223	214	201	212	11	5.2
6	诺氟沙星	226	199	218	225	217	203	214	11	5.1
7	环丙沙星	215	193	207	215	208	191	205	10	4.9
8	恩诺沙星	218	198	213	217	213	201	210	8.6	4.1
9	达氟沙星	222	198	217	221	212	204	212	9.7	4.6
10	洛美沙星	218	201	207	210	218	196	208	8.9	4.3
11	奥比沙星	214	208	208	208	224	193	209	10	4.8
12	二氟沙星	218	201	213	215	218	198	211	8.7	4.1
13	沙拉沙星	224	209	218	220	227	202	216	9.3	4.3
14	加替沙星	217	204	212	214	221	197	211	8.8	4.2
15	莫西沙星	217	195	211	219	210	192	207	11	5.3
16	氟甲喹	211	174	187	192	188	176	188	13	6.9
17	那氟沙星	202	170	185	192	186	173	185	12	6.5

1.3.1.4 低浓度地下水加标样精密度测试数据

表 1-34~表 1-39 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定低浓度地下水加标样的精密度测试数据。

表 1-34 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.97	3.52	3.02	4.12	4.14	3.78	3.76	0.43	11
2	氟罗沙星	3.66	3.17	2.82	4.05	3.68	3.63	3.50	0.44	13
3	氧氟沙星	3.65	2.88	2.47	3.78	3.63	3.18	3.27	0.52	16
4	培氟沙星	4.19	3.66	3.00	4.46	4.35	4.24	3.98	0.56	14
5	依诺沙星	4.44	4.06	3.53	4.54	4.59	4.35	4.25	0.40	9.4
6	诺氟沙星	4.17	3.60	2.69	4.34	3.95	4.10	3.81	0.60	16
7	环丙沙星	3.68	3.46	2.99	3.93	3.96	3.77	3.63	0.36	9.9
8	恩诺沙星	3.43	2.93	2.60	3.59	3.40	3.20	3.19	0.37	12
9	达氟沙星	5.80	5.94	5.67	6.21	4.81	5.79	5.70	0.48	8.4
10	洛美沙星	3.68	3.12	2.72	3.71	3.64	3.30	3.36	0.39	12
11	奥比沙星	2.75	2.33	1.80	2.98	2.87	2.54	2.55	0.43	17
12	二氟沙星	2.85	2.39	1.82	3.15	2.75	2.55	2.59	0.46	18
13	沙拉沙星	3.06	2.67	2.27	3.11	3.03	2.85	2.83	0.32	11
14	加替沙星	3.10	2.50	2.32	3.35	3.01	2.89	2.86	0.39	14
15	莫西沙星	3.54	3.35	2.89	3.79	3.42	3.84	3.47	0.35	10
16	氟甲喹	4.11	3.50	2.79	4.14	4.00	3.54	3.68	0.52	14
17	那氟沙星	3.65	3.28	2.55	3.96	3.81	3.42	3.45	0.50	14

表 1-35 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.27	4.07	4.35	3.08	4.11	3.70	3.76	0.51	14
2	氟罗沙星	3.71	4.40	3.79	3.29	3.93	3.87	3.83	0.36	9.4
3	氧氟沙星	3.48	4.25	3.89	3.23	3.93	3.77	3.76	0.36	9.6
4	培氟沙星	3.64	4.13	4.86	3.41	4.56	3.74	4.06	0.56	14
5	依诺沙星	3.59	4.11	4.55	3.17	4.34	3.63	3.90	0.52	13
6	诺氟沙星	3.19	4.19	4.48	3.14	4.11	3.64	3.79	0.55	15
7	环丙沙星	3.04	4.02	4.07	3.35	3.98	3.49	3.66	0.43	12
8	恩诺沙星	3.55	4.37	3.70	3.28	3.60	3.52	3.67	0.37	10
9	达氟沙星	3.15	4.24	3.57	3.11	3.51	3.45	3.51	0.41	12
10	洛美沙星	3.78	4.78	3.88	3.29	4.08	3.76	3.93	0.49	12

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	3.23	3.78	3.44	2.95	3.25	3.15	3.30	0.28	8.5
12	二氟沙星	2.92	3.94	3.00	2.88	3.10	2.88	3.12	0.41	13
13	沙拉沙星	3.06	3.85	3.16	2.88	3.40	3.04	3.23	0.35	11
14	加替沙星	3.66	3.98	3.85	3.12	3.92	3.39	3.65	0.34	9.3
15	莫西沙星	3.02	3.70	3.73	2.82	3.50	3.16	3.32	0.38	11
16	氟甲喹	3.64	5.05	4.30	3.82	4.23	4.07	4.18	0.49	12
17	那氟沙星	3.65	4.56	4.20	3.56	4.11	3.99	4.01	0.37	9.2

表 1-36 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.80	5.40	5.40	5.10	5.30	5.10	5.35	0.26	4.9
2	氟罗沙星	5.70	5.40	5.50	5.20	5.40	5.10	5.38	0.21	3.9
3	氧氟沙星	5.90	5.60	5.60	5.40	5.60	5.30	5.57	0.21	3.8
4	培氟沙星	5.30	5.10	5.10	4.90	5.10	4.80	5.05	0.18	3.6
5	依诺沙星	5.20	5.20	5.40	4.80	5.20	4.80	5.10	0.24	4.7
6	诺氟沙星	5.10	5.20	5.30	4.80	4.80	4.70	4.98	0.25	5.0
7	环丙沙星	4.70	4.90	4.90	4.40	4.70	4.50	4.68	0.20	4.3
8	恩诺沙星	5.00	4.80	4.70	4.40	4.60	4.50	4.67	0.22	4.7
9	达氟沙星	5.00	4.70	4.80	4.60	4.70	4.50	4.72	0.17	3.6
10	洛美沙星	5.80	5.40	5.50	5.30	5.20	5.30	5.42	0.21	3.9
11	奥比沙星	4.30	4.00	4.20	3.90	4.10	3.90	4.07	0.16	3.9
12	二氟沙星	5.50	5.20	5.60	5.20	5.40	5.30	5.37	0.16	3.0
13	沙拉沙星	4.30	4.00	4.10	4.00	4.10	3.90	4.07	0.14	3.4
14	加替沙星	5.10	4.90	5.00	4.80	4.90	4.70	4.90	0.14	2.9
15	莫西沙星	4.50	4.20	4.30	3.90	4.10	3.90	4.15	0.23	5.5
16	氟甲喹	5.40	5.00	5.00	4.70	4.80	4.60	4.92	0.29	5.9
17	那氟沙星	4.40	4.40	4.30	4.10	4.20	4.10	4.25	0.14	3.3

表 1-37 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.20	3.20	3.50	3.20	3.30	3.20	3.27	0.12	3.7
2	氟罗沙星	3.60	3.30	3.80	3.30	3.50	3.30	3.47	0.21	6.1
3	氧氟沙星	3.20	3.00	3.40	3.20	3.20	3.00	3.17	0.15	4.7
4	培氟沙星	3.00	3.20	3.30	3.70	3.00	3.30	3.25	0.26	8.0
5	依诺沙星	2.90	2.80	3.30	3.10	3.30	3.10	3.08	0.20	6.5
6	诺氟沙星	3.40	3.50	3.60	3.30	3.50	3.50	3.47	0.10	2.9
7	环丙沙星	3.10	2.90	3.30	3.00	3.00	2.80	3.02	0.17	5.6
8	恩诺沙星	3.10	2.70	3.20	2.80	3.00	3.10	2.98	0.19	6.4
9	达氟沙星	2.70	2.90	2.80	3.00	2.90	2.80	2.85	0.10	3.5
10	洛美沙星	2.90	2.70	3.00	2.80	2.90	2.70	2.83	0.12	4.2
11	奥比沙星	3.20	3.00	3.50	3.20	3.30	3.10	3.22	0.17	5.3
12	二氟沙星	3.50	3.50	3.30	3.60	3.90	3.70	3.58	0.20	5.6
13	沙拉沙星	3.50	3.60	3.70	3.70	3.70	3.90	3.68	0.13	3.5
14	加替沙星	4.00	3.90	3.50	3.70	3.50	3.70	3.72	0.20	5.4
15	莫西沙星	3.90	3.60	4.10	4.00	3.70	3.60	3.82	0.21	5.5
16	氟甲喹	4.00	4.10	4.00	4.00	4.60	4.10	4.13	0.23	5.6
17	那氟沙星	4.50	4.40	5.20	4.70	4.20	4.60	4.60	0.34	7.4

表 1-38 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.60	5.40	5.40	5.30	5.20	5.00	5.32	0.20	3.8
2	氟罗沙星	5.80	5.30	5.50	5.10	5.20	5.00	5.32	0.29	5.5
3	氧氟沙星	6.00	5.60	5.80	5.40	5.60	5.20	5.60	0.28	5.0
4	培氟沙星	5.20	5.20	5.20	5.00	5.00	4.70	5.05	0.20	4.0
5	依诺沙星	5.40	5.30	5.30	5.00	5.00	4.90	5.15	0.21	4.1
6	诺氟沙星	5.00	4.90	4.90	4.70	4.80	4.40	4.78	0.21	4.4
7	环丙沙星	4.60	4.70	4.90	4.60	4.50	4.40	4.62	0.17	3.7
8	恩诺沙星	4.70	4.50	4.60	4.30	4.50	4.30	4.48	0.16	3.6
9	达氟沙星	4.90	4.60	4.70	4.50	4.50	4.20	4.57	0.23	5.0
10	洛美沙星	5.90	5.50	5.80	5.30	5.50	5.20	5.53	0.27	4.9
11	奥比沙星	5.70	5.30	5.30	5.10	5.20	4.90	5.25	0.27	5.1
12	二氟沙星	5.20	5.10	5.10	4.90	4.90	4.50	4.95	0.25	5.1
13	沙拉沙星	4.50	4.20	4.20	4.00	4.10	3.70	4.12	0.26	6.3
14	加替沙星	5.30	5.10	5.30	4.80	4.90	4.60	5.00	0.28	5.6

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
15	莫西沙星	4.70	4.30	4.30	4.00	4.00	3.80	4.18	0.32	7.7
16	氟甲喹	5.30	4.90	4.90	4.60	4.70	4.50	4.82	0.29	6.0
17	那氟沙星	4.80	4.30	4.50	4.30	4.60	4.10	4.43	0.25	5.6

表 1-39 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.60	5.50	5.30	5.10	5.20	5.00	5.28	0.23	4.4
2	氟罗沙星	5.50	5.40	5.30	5.20	5.20	4.90	5.25	0.21	4.0
3	氧氟沙星	5.80	5.60	5.50	5.30	5.40	5.10	5.45	0.24	4.4
4	培氟沙星	5.10	5.10	4.90	4.70	4.80	4.60	4.87	0.21	4.3
5	依诺沙星	5.50	5.30	5.20	4.90	5.10	4.90	5.15	0.23	4.5
6	诺氟沙星	5.00	5.10	5.00	4.60	4.90	4.60	4.87	0.22	4.5
7	环丙沙星	5.00	4.90	4.80	4.70	4.60	4.30	4.72	0.25	5.3
8	恩诺沙星	4.70	4.70	4.60	4.40	4.40	4.30	4.52	0.17	3.8
9	达氟沙星	4.80	4.60	4.60	4.40	4.50	4.20	4.52	0.20	4.4
10	洛美沙星	5.80	5.60	5.70	5.30	5.30	5.00	5.45	0.30	5.5
11	奥比沙星	5.50	5.40	5.60	5.20	5.10	4.80	5.27	0.29	5.5
12	二氟沙星	4.40	4.10	4.20	4.00	4.00	3.80	4.08	0.20	4.9
13	沙拉沙星	4.30	4.10	4.20	4.00	3.90	3.70	4.03	0.22	5.5
14	加替沙星	5.20	4.90	5.10	4.90	4.90	4.70	4.95	0.18	3.6
15	莫西沙星	4.30	4.00	4.00	3.80	3.90	3.60	3.93	0.23	5.9
16	氟甲喹	5.30	4.90	5.00	4.80	4.80	4.60	4.90	0.24	4.9
17	那氟沙星	4.80	4.50	4.60	4.30	4.50	4.10	4.47	0.24	5.4

1.3.1.5 低浓度海水加标样精密度测试数据

表 1-40~表 1-45 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定低浓度海水加标样的精密度测试数据。

表 1-40 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.62	3.40	3.89	3.63	3.48	3.56	3.60	0.17	4.7
2	氟罗沙星	4.39	3.87	4.03	4.08	3.57	4.03	4.00	0.27	6.8
3	氧氟沙星	4.42	3.69	4.24	3.83	3.63	3.78	3.93	0.32	8.1
4	培氟沙星	4.16	3.69	4.35	3.83	3.88	3.99	3.99	0.24	6.0
5	依诺沙星	4.33	3.73	4.40	4.01	4.02	4.16	4.11	0.24	5.8
6	诺氟沙星	3.74	3.56	4.36	3.54	3.52	4.01	3.78	0.34	9.0
7	环丙沙星	3.90	2.95	4.20	3.42	3.48	3.68	3.60	0.43	12
8	恩诺沙星	4.68	3.95	4.30	3.99	3.68	4.26	4.14	0.35	8.5
9	达氟沙星	5.88	6.20	6.02	5.81	6.75	6.82	6.25	0.44	7.0
10	洛美沙星	4.32	3.90	4.19	4.14	3.68	3.96	4.03	0.23	5.7
11	奥比沙星	3.50	2.85	3.29	3.23	2.89	3.27	3.17	0.25	7.9
12	二氟沙星	3.94	3.55	3.73	3.38	2.88	3.39	3.48	0.36	10
13	沙拉沙星	4.23	3.58	4.05	3.82	3.39	3.93	3.83	0.31	8.1
14	加替沙星	3.94	3.54	3.69	3.70	3.24	3.62	3.62	0.23	6.4
15	莫西沙星	3.74	3.30	4.35	3.80	3.27	3.78	3.71	0.39	11
16	氟甲喹	4.01	3.70	4.24	4.00	3.39	3.82	3.86	0.29	7.5
17	那氟沙星	3.58	3.29	4.24	3.34	2.67	3.72	3.47	0.52	15

表 1-41 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021年11月08日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.16	3.71	3.13	3.16	3.28	3.16	3.27	0.22	6.7
2	氟罗沙星	3.27	3.93	3.57	3.19	3.61	3.51	3.51	0.27	7.7
3	氧氟沙星	3.58	5.13	3.63	3.32	3.59	3.46	3.78	0.67	18
4	培氟沙星	3.39	3.62	3.22	3.15	3.44	3.23	3.34	0.17	5.1
5	依诺沙星	3.35	3.63	3.32	3.20	3.30	3.27	3.35	0.15	4.5
6	诺氟沙星	3.38	3.91	3.35	3.48	3.60	3.13	3.48	0.27	7.8
7	环丙沙星	3.34	3.68	3.35	3.25	3.38	3.08	3.35	0.20	6.0
8	恩诺沙星	3.61	4.13	3.73	3.45	3.65	3.67	3.71	0.23	6.2
9	达氟沙星	3.52	4.06	3.74	3.29	3.39	3.29	3.55	0.30	8.5
10	洛美沙星	3.61	3.95	3.67	3.49	3.68	3.68	3.68	0.15	4.1
11	奥比沙星	3.14	3.47	3.49	3.10	2.99	3.49	3.28	0.23	7.0
12	二氟沙星	3.36	3.60	3.27	3.25	3.13	3.21	3.31	0.16	4.8
13	沙拉沙星	3.21	3.58	3.13	3.11	3.20	3.40	3.27	0.18	5.5
14	加替沙星	3.39	3.78	3.53	3.34	3.55	3.70	3.55	0.17	4.8

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
15	莫西沙星	3.03	3.56	3.16	3.21	3.38	3.32	3.28	0.19	5.8
16	氟甲喹	3.56	4.09	3.49	3.41	3.47	3.52	3.59	0.25	7.0
17	那氟沙星	3.29	3.59	3.20	3.16	3.28	3.29	3.30	0.15	4.5

表 1-42 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021年12月18日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.70	5.30	5.60	5.90	5.30	5.40	5.53	0.24	4.3
2	氟罗沙星	5.90	5.50	5.90	6.10	5.50	5.70	5.77	0.24	4.2
3	氧氟沙星	6.10	5.60	5.90	6.00	5.70	5.60	5.82	0.21	3.6
4	培氟沙星	6.20	5.10	5.90	6.00	5.50	5.60	5.72	0.40	7.0
5	依诺沙星	5.90	5.20	5.70	5.90	5.40	5.50	5.60	0.28	5.0
6	诺氟沙星	6.00	5.30	5.60	5.90	5.40	5.30	5.58	0.31	5.6
7	环丙沙星	5.80	5.30	5.50	5.90	5.10	5.30	5.48	0.31	5.7
8	恩诺沙星	5.80	5.30	5.70	5.80	5.30	5.40	5.55	0.24	4.3
9	达氟沙星	5.90	5.40	5.80	5.90	5.50	5.50	5.67	0.23	4.1
10	洛美沙星	5.80	5.80	5.90	5.90	5.50	5.50	5.73	0.19	3.3
11	奥比沙星	5.50	5.20	5.50	5.50	5.20	5.30	5.37	0.15	2.8
12	二氟沙星	5.70	5.90	5.70	5.80	5.60	5.50	5.70	0.14	2.5
13	沙拉沙星	5.40	5.50	5.60	5.80	5.30	5.20	5.47	0.22	4.0
14	加替沙星	5.60	5.40	5.70	5.60	5.40	5.20	5.48	0.18	3.3
15	莫西沙星	5.70	5.10	5.50	5.70	5.30	5.30	5.43	0.24	4.4
16	氟甲喹	5.40	4.40	4.80	5.00	4.60	4.50	4.78	0.37	7.7
17	那氟沙星	5.00	4.00	4.40	4.60	4.30	4.00	4.38	0.38	8.7

表 1-43 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021年12月21日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.90	4.00	4.00	3.70	4.00	3.90	3.92	0.12	3.1
2	氟罗沙星	4.10	3.90	4.30	3.90	4.00	3.90	4.02	0.16	4.0
3	氧氟沙星	4.00	3.90	3.90	3.70	3.70	3.70	3.82	0.13	3.4

4	培氟沙星	4.10	3.80	4.10	3.80	4.10	3.70	3.93	0.19	4.8
5	依诺沙星	3.60	3.50	4.20	4.10	4.30	3.70	3.90	0.34	8.7
6	诺氟沙星	3.10	3.80	2.70	3.10	3.30	2.90	3.15	0.38	12
7	环丙沙星	3.40	4.00	3.80	3.80	3.60	3.70	3.72	0.20	5.4
8	恩诺沙星	3.50	3.30	3.50	3.40	3.70	3.70	3.52	0.16	4.5
9	达氟沙星	4.00	3.90	3.50	3.30	3.10	3.70	3.58	0.35	9.8
10	洛美沙星	3.90	3.70	4.00	3.30	3.60	3.80	3.72	0.25	6.7
11	奥比沙星	3.70	3.70	3.80	3.40	3.60	3.60	3.63	0.14	3.9
12	二氟沙星	3.50	3.70	3.60	3.20	3.40	3.40	3.47	0.18	5.2
13	沙拉沙星	3.60	3.50	3.60	3.30	3.30	3.40	3.45	0.14	4.1
14	加替沙星	3.10	3.80	3.10	2.80	3.60	3.10	3.25	0.37	11
15	莫西沙星	3.60	3.80	3.90	3.50	3.60	3.60	3.67	0.15	4.1
16	氟甲喹	3.10	5.00	3.80	5.00	5.90	4.60	4.57	0.99	22
17	那氟沙星	4.50	6.10	6.20	4.70	5.40	5.30	5.37	0.70	13

表 1-44 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.80	5.10	5.80	5.80	5.30	5.30	5.52	0.32	5.8
2	氟罗沙星	6.10	5.40	5.80	6.00	5.50	5.50	5.72	0.29	5.1
3	氧氟沙星	6.20	5.70	5.90	5.90	5.80	5.60	5.85	0.21	3.6
4	培氟沙星	6.20	5.30	5.80	6.10	5.40	5.60	5.73	0.37	6.5
5	依诺沙星	5.90	5.10	5.70	5.70	5.30	5.40	5.52	0.30	5.4
6	诺氟沙星	5.60	5.00	5.50	5.60	5.20	5.10	5.33	0.27	5.1
7	环丙沙星	5.60	5.10	5.60	5.60	5.20	4.90	5.33	0.31	5.8
8	恩诺沙星	5.80	5.00	5.60	5.60	5.10	5.20	5.38	0.33	6.1
9	达氟沙星	6.00	5.30	5.80	5.90	5.40	5.40	5.63	0.30	5.3
10	洛美沙星	6.10	5.70	6.00	6.10	5.50	5.60	5.83	0.27	4.6
11	奥比沙星	5.80	5.60	5.60	5.80	5.50	5.40	5.62	0.16	2.8
12	二氟沙星	5.80	5.10	5.50	5.80	5.20	5.30	5.45	0.30	5.5
13	沙拉沙星	5.80	5.40	5.50	5.80	5.30	5.10	5.48	0.28	5.1
14	加替沙星	5.90	5.50	5.70	6.00	5.60	5.50	5.70	0.21	3.7
15	莫西沙星	6.00	5.10	5.60	6.20	5.50	5.60	5.67	0.39	6.9
16	氟甲喹	5.50	4.40	4.90	5.00	4.50	4.40	4.78	0.44	9.2
17	那氟沙星	4.90	4.10	4.30	4.60	4.10	4.10	4.35	0.33	7.6

表 1-45 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.90	5.10	5.50	5.80	5.30	5.30	5.48	0.31	5.7
2	氟罗沙星	6.00	5.40	5.70	5.90	5.40	5.40	5.63	0.27	4.8
3	氧氟沙星	6.20	5.50	5.80	6.00	5.60	5.60	5.78	0.27	4.7
4	培氟沙星	6.10	5.10	5.90	6.10	5.40	5.50	5.68	0.41	7.2
5	依诺沙星	6.00	5.30	5.80	6.00	5.50	5.50	5.68	0.29	5.1
6	诺氟沙星	5.80	5.10	5.70	5.70	5.40	5.30	5.50	0.28	5.1
7	环丙沙星	5.80	5.10	5.70	5.70	5.20	5.20	5.45	0.31	5.7
8	恩诺沙星	5.80	5.10	5.60	5.80	5.30	5.20	5.47	0.31	5.7
9	达氟沙星	5.90	5.10	5.60	5.80	5.30	5.20	5.48	0.33	6.0
10	洛美沙星	6.10	5.50	5.70	5.90	5.50	5.40	5.68	0.27	4.8
11	奥比沙星	5.60	5.10	5.50	5.70	5.30	5.10	5.38	0.26	4.8
12	二氟沙星	5.50	5.30	5.50	5.60	5.30	5.10	5.38	0.18	3.3
13	沙拉沙星	5.50	5.30	5.50	5.60	5.30	5.10	5.38	0.18	3.3
14	加替沙星	5.60	5.50	5.50	5.80	5.30	5.20	5.48	0.21	3.8
15	莫西沙星	5.40	4.90	5.60	5.70	5.20	5.20	5.33	0.29	5.4
16	氟甲喹	5.60	4.40	4.80	5.00	4.50	4.50	4.80	0.45	9.4
17	那氟沙星	4.90	4.10	4.30	4.70	4.30	4.20	4.42	0.31	7.0

1.3.1.6 中浓度地表水加标样精密度测试数据

表 1-46~表 1-51 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定中浓度地表水加标样的精密度测试数据。

表 1-46 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	14.1	13.7	12.5	13.2	14.3	13.3	13.5	0.64	4.7
2	氟罗沙星	14.4	15.2	13.9	14.9	14.8	15.1	14.7	0.50	3.4
3	氧氟沙星	15.6	16.7	14.9	16.4	16.2	16.4	16.0	0.67	4.2
4	培氟沙星	12.9	13.9	13.4	13.5	15.1	13.3	13.7	0.79	5.8
5	依诺沙星	14.0	15.0	13.5	13.7	15.6	13.6	14.2	0.88	6.2
6	诺氟沙星	13.4	14.8	12.9	14.0	14.4	13.6	13.9	0.70	5.0

7	环丙沙星	12.9	14.0	12.7	13.2	14.1	12.8	13.3	0.62	4.7
8	恩诺沙星	13.1	14.8	13.6	14.0	14.5	14.6	14.1	0.65	4.6
9	达氟沙星	25.4	26.1	25.4	25.8	26.0	25.2	25.7	0.37	1.4
10	洛美沙星	15.2	15.4	13.8	15.2	15.6	15.6	15.1	0.66	4.4
11	奥比沙星	15.1	15.9	14.0	15.3	14.6	15.5	15.1	0.66	4.4
12	二氟沙星	12.3	13.4	12.3	12.6	12.9	13.3	12.8	0.49	3.8
13	沙拉沙星	12.0	12.9	12.2	12.9	13.1	13.2	12.7	0.49	3.9
14	加替沙星	15.5	15.3	13.8	15.6	14.4	15.2	15.0	0.69	4.6
15	莫西沙星	11.1	12.4	11.0	11.5	12.5	11.7	11.7	0.63	5.4
16	氟甲喹	14.5	15.8	15.9	15.3	17.2	15.6	15.7	0.89	5.7
17	那氟沙星	13.8	16.0	15.4	14.2	16.6	15.1	15.2	1.1	7.2

表 1-47 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	14.2	14.3	14.2	14.3	15.3	13.5	14.3	0.57	4.0
2	氟罗沙星	14.5	15.6	15.9	14.4	16.0	13.5	15.0	1.0	6.7
3	氧氟沙星	15.6	16.5	16.2	15.3	17.1	14.9	15.9	0.81	5.1
4	培氟沙星	14.5	14.5	14.2	14.4	15.7	13.9	14.5	0.62	4.3
5	依诺沙星	14.2	14.4	14.3	14.0	15.0	13.5	14.2	0.48	3.4
6	诺氟沙星	14.4	14.8	14.1	14.3	15.6	13.6	14.5	0.66	4.6
7	环丙沙星	13.8	13.8	14.1	14.0	15.1	13.5	14.1	0.56	4.0
8	恩诺沙星	14.4	15.9	15.1	14.8	16.4	14.0	15.1	0.89	5.9
9	达氟沙星	14.3	14.6	14.4	14.5	16.1	12.9	14.4	1.0	6.9
10	洛美沙星	15.7	17.1	16.9	16.2	17.9	15.1	16.5	1.0	6.1
11	奥比沙星	14.1	16.1	15.2	14.2	16.0	14.1	15.0	0.95	6.3
12	二氟沙星	11.1	12.4	13.7	12.7	13.6	12.4	12.6	0.96	7.6
13	沙拉沙星	12.5	13.3	13.7	13.2	14.8	11.9	13.2	0.99	7.5
14	加替沙星	13.8	14.8	15.9	14.2	16.1	14.1	14.8	0.98	6.6
15	莫西沙星	11.9	12.7	12.8	12.7	13.6	11.4	12.5	0.77	6.2
16	氟甲喹	15.1	15.9	16.0	15.2	15.8	14.3	15.4	0.65	4.2
17	那氟沙星	13.6	14.5	14.7	13.7	14.8	13.1	14.1	0.72	5.1

表 1-48 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.7	20.0	18.4	19.2	19.7	18.0	19.5	1.3	6.7
2	氟罗沙星	22.2	21.0	18.9	20.5	19.8	18.7	20.2	1.3	6.4
3	氧氟沙星	22.5	20.3	18.7	20.0	19.7	18.7	20.0	1.4	7.0
4	培氟沙星	21.9	19.3	18.0	18.5	19.2	17.4	19.1	1.6	8.4
5	依诺沙星	22.2	19.8	18.5	18.8	19.3	18.3	19.5	1.4	7.2
6	诺氟沙星	21.7	19.5	17.7	18.2	18.8	17.5	18.9	1.6	8.5
7	环丙沙星	21.3	18.6	17.1	18.1	18.2	17.9	18.5	1.4	7.6
8	恩诺沙星	20.5	18.3	16.3	17.7	17.0	16.3	17.7	1.6	9.0
9	达氟沙星	21.5	18.8	17.4	18.3	17.7	16.5	18.4	1.7	9.2
10	洛美沙星	22.0	21.5	19.7	21.5	20.8	20.1	20.9	0.9	4.3
11	奥比沙星	18.8	17.1	15.5	17.2	16.1	15.7	16.7	1.2	7.2
12	二氟沙星	21.6	21.2	19.7	20.9	20.7	20.8	20.8	0.6	2.9
13	沙拉沙星	19.2	17.7	15.9	17.1	16.9	16.5	17.2	1.1	6.4
14	加替沙星	21.0	19.6	18.3	19.5	19.2	19.1	19.5	0.9	4.6
15	莫西沙星	19.3	17.0	15.3	16.0	16.6	15.6	16.6	1.5	9.0
16	氟甲喹	21.2	19.0	17.5	18.2	18.4	17.4	18.6	1.4	7.5
17	那氟沙星	18.5	17.4	16.7	17.3	17.3	17.0	17.4	0.6	3.4

表 1-49 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021年12月21日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	19.3	20.4	20.6	20.3	19.5	21.1	20.2	0.68	3.4
2	氟罗沙星	20.4	20.4	20.5	19.9	21.0	21.0	20.5	0.42	2.0
3	氧氟沙星	18.9	18.1	18.5	18.3	20.3	18.1	18.7	0.84	4.5
4	培氟沙星	16.0	14.8	15.2	14.8	15.3	15.1	15.2	0.44	2.9
5	依诺沙星	18.5	17.8	19.6	19.4	19.4	15.6	18.4	1.5	8.2
6	诺氟沙星	16.4	16.4	17.8	17.1	18.3	17.7	17.3	0.78	4.5
7	环丙沙星	18.0	14.9	18.2	14.8	16.9	15.5	16.4	1.5	9.1
8	恩诺沙星	18.4	19.2	18.1	17.9	16.9	18.9	18.2	0.81	4.5
9	达氟沙星	16.3	17.1	16.5	16.3	16.3	16.3	16.5	0.32	1.9
10	洛美沙星	18.3	18.6	18.5	16.2	20.7	16.6	18.2	1.6	8.8
11	奥比沙星	19.8	19.7	18.0	19.6	20.4	19.9	19.6	0.82	4.2
12	二氟沙星	14.3	15.1	14.8	14.2	15.1	14.7	14.7	0.38	2.6
13	沙拉沙星	13.4	14.2	14.0	13.2	13.7	13.8	13.7	0.37	2.7
14	加替沙星	17.0	16.3	17.6	16.2	16.8	17.0	16.8	0.52	3.1

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
15	莫西沙星	15.8	16.1	17.6	15.2	16.2	16.0	16.2	0.79	4.9
16	氟甲喹	18.0	16.7	16.1	14.1	15.2	14.3	15.7	1.5	9.6
17	那氟沙星	25.8	25.2	24.4	24.2	28.5	26.7	25.8	1.6	6.2

表 1-50 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.6	19.6	18.3	19.1	18.9	17.7	19.2	1.4	7.3
2	氟罗沙星	22.6	20.3	18.9	19.4	20.1	18.8	20.0	1.4	7.0
3	氧氟沙星	23.1	20.4	19.0	19.6	19.9	19.1	20.2	1.5	7.4
4	培氟沙星	21.7	19.1	17.7	18.0	18.1	17.0	18.6	1.7	9.1
5	依诺沙星	21.8	19.0	17.9	18.6	18.7	17.7	19.0	1.5	7.9
6	诺氟沙星	20.5	18.1	16.6	17.2	17.6	16.8	17.8	1.4	7.9
7	环丙沙星	19.7	18.1	16.6	17.0	17.2	16.2	17.5	1.3	7.4
8	恩诺沙星	20.0	17.6	16.6	16.8	17.3	16.0	17.4	1.4	8.0
9	达氟沙星	21.1	18.2	16.8	17.2	18.0	16.4	18.0	1.7	9.4
10	洛美沙星	22.9	21.8	20.0	20.9	21.6	20.8	21.3	1.0	4.7
11	奥比沙星	21.7	21.1	19.4	20.2	20.7	21.0	20.7	0.80	3.9
12	二氟沙星	21.0	18.4	17.2	17.6	17.9	17.0	18.2	1.5	8.2
13	沙拉沙星	18.9	17.5	16.0	16.4	17.6	17.3	17.3	1.0	5.8
14	加替沙星	21.0	20.3	18.8	19.9	20.3	19.5	20.0	0.76	3.8
15	莫西沙星	18.7	16.7	15.4	16.8	16.9	15.8	16.7	1.1	6.6
16	氟甲喹	21.2	18.8	17.6	18.5	18.7	17.3	18.7	1.4	7.5
17	那氟沙星	19.5	17.8	16.5	17.3	17.4	16.5	17.5	1.1	6.3

表 1-51 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.7	20.3	18.7	19.2	19.6	17.7	19.5	1.4	7.2
2	氟罗沙星	21.3	19.7	18.3	19.3	20.0	18.3	19.5	1.1	5.6
3	氧氟沙星	22.0	19.8	18.7	19.2	19.9	18.6	19.7	1.3	6.6
4	培氟沙星	21.6	19.2	17.8	18.3	18.6	16.5	18.7	1.7	9.1

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
5	依诺沙星	22.2	19.6	18.2	18.7	18.9	17.6	19.2	1.6	8.3
6	诺氟沙星	21.2	19.0	17.5	17.7	18.5	16.9	18.5	1.5	8.1
7	环丙沙星	20.3	19.1	17.3	17.5	18.6	17.1	18.3	1.3	7.1
8	恩诺沙星	19.8	17.5	16.4	17.1	17.4	15.9	17.4	1.4	8
9	达氟沙星	20.1	17.7	16.2	17.0	17.6	15.8	17.4	1.5	8.6
10	洛美沙星	22.2	21.1	19.5	20.4	21.1	20.1	20.7	0.94	4.5
11	奥比沙星	18.5	16.9	15.5	16.1	16.9	15.9	16.6	1.1	6.6
12	二氟沙星	20.6	20.5	19.0	19.8	20.8	20.5	20.2	0.68	3.4
13	沙拉沙星	18.4	17.3	15.9	16.0	17.2	16.4	16.9	0.95	5.6
14	加替沙星	21.2	19.8	18.3	19.0	20.6	19.3	19.7	1.1	5.6
15	莫西沙星	18.6	17.0	15.4	15.7	16.8	15.3	16.5	1.3	7.9
16	氟甲喹	21.4	19.0	17.7	18.5	18.7	17.6	18.8	1.4	7.4
17	那氟沙星	19.3	17.3	16.3	16.9	17.2	16.4	17.2	1.1	6.4

1.3.1.7 中浓度生活污水加标样精密度测试数据

表 1-52~表 1-57 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定中浓度生活污水加标样的精密度测试数据。

表 1-52 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	17.3	18.4	16.0	15.7	20.4	17.7	17.6	1.7	9.7
2	氟罗沙星	19.4	18.8	17.2	16.8	24.4	19.3	19.3	2.7	14
3	氧氟沙星	21.3	20.3	19.1	18.7	25.6	22.0	21.2	2.5	12
4	培氟沙星	18.0	18.2	17.6	16.9	21.1	18.2	18.3	1.5	8.2
5	依诺沙星	17.3	18.7	17.5	16.2	21.3	18.8	18.3	1.8	9.8
6	诺氟沙星	18.0	18.8	16.8	16.6	21.0	18.1	18.2	1.6	8.8
7	环丙沙星	16.6	17.8	15.8	15.9	19.6	17.7	17.2	1.5	8.7
8	恩诺沙星	19.1	18.7	16.8	16.5	23.2	18.8	18.8	2.4	13
9	达氟沙星	19.7	18.6	19.4	21.5	18.3	19.3	19.5	1.1	5.6
10	洛美沙星	19.9	20.2	17.6	17.3	23.8	20.3	19.8	2.4	12
11	奥比沙星	18.8	19.4	16.6	16.8	24.1	19.3	19.2	2.7	14
12	二氟沙星	17.4	16.3	14.4	13.7	20.2	17.7	16.6	2.4	14
13	沙拉沙星	15.8	15.9	14.2	14.0	19.4	17.4	16.1	2.1	13
14	加替沙星	20.1	19.3	16.6	16.4	24.8	19.6	19.5	3.0	15

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
15	莫西沙星	15.2	16.0	14.1	13.8	16.6	15.4	15.2	1.1	7.2
16	氟甲喹	18.2	18.2	16.7	16.2	20.7	18.5	18.1	1.6	8.8
17	那氟沙星	17.5	16.8	17.0	16.1	20.3	17.9	17.6	1.5	8.5

表 1-53 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	16.3	16.2	15.8	15.4	15.0	16.6	15.9	0.60	3.8
2	氟罗沙星	17.8	18.8	18.7	18.4	17.5	18.8	18.3	0.55	3.0
3	氧氟沙星	18.2	18.8	19.5	19.8	18.6	19.4	19.1	0.61	3.2
4	培氟沙星	16.6	16.6	17.0	16.7	15.8	17.0	16.6	0.44	2.7
5	依诺沙星	16.0	16.4	17.1	16.2	15.3	16.4	16.3	0.59	3.6
6	诺氟沙星	16.2	16.2	17.1	16.5	15.6	16.9	16.4	0.54	3.3
7	环丙沙星	15.7	15.5	15.5	16.0	15.1	16.3	15.7	0.43	2.7
8	恩诺沙星	17.3	16.9	17.7	18.2	17.8	18.3	17.7	0.54	3.1
9	达氟沙星	15.8	16.8	16.6	18.6	17.8	16.9	17.1	0.97	5.7
10	洛美沙星	17.8	17.6	18.8	18.8	19.0	19.5	18.6	0.75	4.0
11	奥比沙星	16.3	16.6	16.5	17.3	17.6	17.3	16.9	0.54	3.2
12	二氟沙星	16.5	15.4	16.1	15.7	15.0	16.2	15.8	0.56	3.5
13	沙拉沙星	14.4	15.0	15.2	15.4	15.4	16.2	15.3	0.58	3.8
14	加替沙星	17.0	17.0	18.4	18.2	17.2	18.1	17.7	0.63	3.6
15	莫西沙星	14.2	13.7	13.2	13.3	13.1	14.1	13.6	0.46	3.4
16	氟甲喹	17.8	16.3	16.7	16.1	17.1	16.9	16.8	0.59	3.5
17	那氟沙星	16.2	15.8	16.2	15.3	16.1	15.7	15.9	0.33	2.1

表 1-54 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.8	21.0	21.7	20.8	22.0	21.2	21.4	0.48	2.2
2	氟罗沙星	22.7	21.4	22.1	21.7	22.4	21.0	21.9	0.64	2.9
3	氧氟沙星	23.1	21.9	22.7	21.7	22.4	21.9	22.3	0.55	2.5
4	培氟沙星	21.0	20.4	21.3	21.3	20.8	20.1	20.8	0.49	2.4

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
5	依诺沙星	21.5	20.9	21.6	21.1	21.7	20.7	21.3	0.41	1.9
6	诺氟沙星	20.9	20.7	21.1	20.7	20.9	20.3	20.8	0.27	1.3
7	环丙沙星	20.0	20.1	20.4	19.7	20.5	19.8	20.1	0.32	1.6
8	恩诺沙星	20.3	19.5	20.6	19.3	20.2	19.2	19.9	0.59	3.0
9	达氟沙星	20.7	20.0	20.3	20.2	20.1	19.7	20.2	0.33	1.6
10	洛美沙星	22.5	21.3	22.3	21.4	21.9	21.3	21.8	0.53	2.4
11	奥比沙星	18.9	18.2	18.9	18.0	18.3	18.5	18.5	0.37	2.0
12	二氟沙星	22.2	21.4	21.8	20.4	22.4	21.4	21.6	0.72	3.3
13	沙拉沙星	18.6	18.3	18.7	18.4	18.6	18.1	18.5	0.23	1.2
14	加替沙星	20.9	20.1	20.7	19.8	20.7	19.9	20.4	0.47	2.3
15	莫西沙星	18.0	18.2	18.7	18.5	18.4	18.0	18.3	0.28	1.5
16	氟甲喹	20.2	18.0	18.5	17.9	18.8	18.0	18.6	0.87	4.7
17	那氟沙星	18.1	16.7	16.8	16.7	17.8	17.2	17.2	0.60	3.5

表 1-55 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	20.0	18.2	19.9	23.8	19.1	24.4	20.9	2.6	12
2	氟罗沙星	21.8	23.3	28.0	29.7	28.1	27.8	26.4	3.1	12
3	氧氟沙星	20.1	22.6	25.7	26.2	22.3	22.7	23.3	2.3	9.9
4	培氟沙星	15.4	13.6	14.9	15.3	14.1	14.9	14.7	0.72	4.9
5	依诺沙星	20.0	18.4	19.3	16.0	19.8	20.5	19.0	1.6	8.4
6	诺氟沙星	17.4	16.7	17.3	16.2	17.0	18.4	17.2	0.75	4.4
7	环丙沙星	16.1	16.3	16.9	17.2	17.2	17.8	16.9	0.64	3.8
8	恩诺沙星	18.2	21.6	22.0	23.1	21.3	23.3	21.6	1.8	8.3
9	达氟沙星	17.9	16.7	23.0	23.0	21.0	20.6	20.4	2.6	13
10	洛美沙星	20.5	16.4	21.7	24.5	18.9	23.5	20.9	3.0	14
11	奥比沙星	20.3	20.9	27.6	28.6	23.9	25.5	24.5	3.4	14
12	二氟沙星	14.2	15.4	19.2	18.7	16.9	17.6	17.0	1.9	11
13	沙拉沙星	12.8	13.7	17.2	18.0	15.5	16.4	15.6	2.0	13
14	加替沙星	18.3	17.7	23.0	23.6	20.1	21.3	20.7	2.4	12
15	莫西沙星	14.6	16.4	14.1	17.0	16.5	15.1	15.6	1.2	7.7
16	氟甲喹	17.4	18.0	17.6	15.5	15.4	18.6	17.1	1.3	7.6
17	那氟沙星	18.1	20.0	21.3	23.2	20.6	18.6	20.3	1.9	9.4

表 1-56 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏 差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.1	20.6	21.3	20.6	21.7	20.9	21.0	0.43	2.0
2	氟罗沙星	21.1	20.4	20.5	20.4	21.7	20.3	20.7	0.55	2.7
3	氧氟沙星	21.5	21.1	21.2	21.2	22.2	21.1	21.4	0.43	2.0
4	培氟沙星	21.1	20.1	21.0	20.2	20.9	20.2	20.6	0.46	2.2
5	依诺沙星	21.4	20.4	21.0	20.6	21.3	20.7	20.9	0.40	1.9
6	诺氟沙星	20.9	20.1	20.4	20.1	20.6	20.0	20.4	0.35	1.7
7	环丙沙星	20.1	19.2	20.1	19.6	20.0	19.2	19.7	0.43	2.2
8	恩诺沙星	19.7	18.7	19.1	19.1	19.9	18.7	19.2	0.50	2.6
9	达氟沙星	20.4	18.9	19.0	19.4	20.1	18.6	19.4	0.71	3.7
10	洛美沙星	20.9	20.9	21.2	20.9	21.9	20.5	21.1	0.47	2.2
11	奥比沙星	20.1	19.4	20.2	19.8	21.1	19.2	20.0	0.68	3.4
12	二氟沙星	18.2	17.5	17.6	17.9	18.4	17.3	17.8	0.43	2.4
13	沙拉沙星	18.1	17.5	17.2	17.8	18.6	17.2	17.7	0.55	3.1
14	加替沙星	20.0	19.5	19.6	19.9	20.5	19.2	19.8	0.45	2.3
15	莫西沙星	17.9	17.7	17.9	18.0	18.3	17.6	17.9	0.24	1.3
16	氟甲喹	20.4	18.2	18.6	18.3	18.9	18.4	18.8	0.82	4.4
17	那氟沙星	17.4	16.7	16.7	16.8	17.1	17.2	17.0	0.29	1.7

表 1-57 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏 差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.4	20.6	21.1	20.3	21.4	19.8	20.8	0.65	3.1
2	氟罗沙星	21.5	20.8	20.6	21.3	21.4	20.4	21.0	0.46	2.2
3	氧氟沙星	22.3	22.1	22.1	22.1	22.6	21.6	22.1	0.33	1.5
4	培氟沙星	21.4	20.5	20.8	20.4	21.5	20.0	20.8	0.59	2.8
5	依诺沙星	21.1	20.3	21.1	20.6	21.5	20.3	20.8	0.49	2.4
6	诺氟沙星	20.3	19.5	19.7	19.5	20.3	19.1	19.7	0.48	2.4
7	环丙沙星	19.4	18.4	19.6	19.4	20.0	18.8	19.3	0.58	3.0
8	恩诺沙星	19.7	18.5	18.8	19.1	19.6	18.5	19.0	0.53	2.8
9	达氟沙星	20.4	19.3	19.6	20.0	20.6	19.5	19.9	0.52	2.6
10	洛美沙星	21.8	21.2	21.4	21.9	22.1	21.4	21.6	0.35	1.6

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	20.2	20.1	20.1	20.3	21.1	20.0	20.3	0.40	2.0
12	二氟沙星	20.9	19.7	20.4	19.7	20.8	19.3	20.1	0.66	3.3
13	沙拉沙星	18.5	17.9	17.8	18.7	18.8	18.0	18.3	0.44	2.4
14	加替沙星	20.3	19.7	19.9	20.7	21.0	20.0	20.3	0.50	2.5
15	莫西沙星	19.2	18.1	18.3	18.7	19.2	18.3	18.6	0.48	2.6
16	氟甲喹	20.1	17.9	18.4	18.0	18.7	18.2	18.6	0.81	4.4
17	那氟沙星	18.0	17.0	17.2	17.3	18.0	17.3	17.5	0.43	2.5

1.3.1.8 高浓度工业废水加标样精密度测试数据

表 1-58~表 1-63 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定高浓度工业废水加标样的精密度测试数据。

表 1-58 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	153	151	156	167	142	133	150	12	8.0
2	氟罗沙星	152	144	147	146	145	134	145	5.9	4.1
3	氧氟沙星	165	169	172	166	166	155	166	5.8	3.5
4	培氟沙星	151	150	158	164	141	138	150	9.9	6.6
5	依诺沙星	150	154	152	165	143	136	150	10	6.7
6	诺氟沙星	147	157	150	160	141	131	148	11	7.4
7	环丙沙星	141	145	147	157	139	123	142	11	7.7
8	恩诺沙星	158	153	152	154	149	144	152	4.7	3.1
9	达氟沙星	176	179	184	180	172	187	180	5.2	2.9
10	洛美沙星	150	147	150	160	149	146	150	5.3	3.5
11	奥比沙星	155	150	158	154	145	135	149	8.4	5.6
12	二氟沙星	141	149	145	145	143	132	143	5.5	3.8
13	沙拉沙星	142	134	144	141	141	124	138	7.6	5.5
14	加替沙星	155	163	158	159	156	147	156	5.4	3.5
15	莫西沙星	139	150	149	161	136	125	144	13	9.0
16	氟甲喹	144	147	145	144	139	137	142	4.0	2.8
17	那氟沙星	118	121	122	124	117	112	119	4.4	3.7

表 1-59 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	145	127	148	146	143	142	142	7.5	5.3
2	氟罗沙星	144	134	165	154	151	151	150	11	7.3
3	氧氟沙星	142	131	166	156	155	152	150	12	8.0
4	培氟沙星	147	134	162	159	153	152	151	10	6.6
5	依诺沙星	146	135	164	161	156	155	153	11	7.2
6	诺氟沙星	143	127	152	151	150	151	146	9.7	6.6
7	环丙沙星	138	121	147	151	149	148	142	12	8.5
8	恩诺沙星	143	132	166	160	163	162	154	14	9.1
9	达氟沙星	120	123	154	141	141	151	138	14	10
10	洛美沙星	136	122	150	145	145	148	141	10	7.1
11	奥比沙星	125	118	136	134	131	135	130	7.2	5.5
12	二氟沙星	123	105	132	135	127	141	127	13	10
13	沙拉沙星	120	114	140	133	130	130	128	9.5	7.4
14	加替沙星	130	122	159	145	148	146	142	13	9.2
15	莫西沙星	129	121	135	136	139	137	133	6.7	5.0
16	氟甲喹	139	130	164	160	153	150	149	13	8.7
17	那氟沙星	125	123	155	152	145	135	139	14	10

表 1-60 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	225	228	208	217	202	203	214	11	5.1
2	氟罗沙星	229	232	212	223	208	205	218	11	5
3	氧氟沙星	226	221	209	219	206	202	214	9.6	4.5
4	培氟沙星	217	217	203	208	199	196	207	9.0	4.3
5	依诺沙星	224	226	209	220	206	205	215	9.4	4.4
6	诺氟沙星	232	224	212	224	207	206	217	11	5.1
7	环丙沙星	215	213	206	213	201	198	208	7.0	3.4
8	恩诺沙星	221	221	204	202	197	198	207	11	5.3
9	达氟沙星	230	225	210	218	204	207	216	11	5.1
10	洛美沙星	219	219	206	215	201	196	209	10	4.8

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	199	204	185	196	187	181	192	8.8	4.6
12	二氟沙星	215	221	204	215	199	198	209	9.5	4.5
13	沙拉沙星	205	204	188	197	186	181	193	9.9	5.1
14	加替沙星	214	208	193	200	193	190	200	9.6	4.8
15	莫西沙星	198	190	172	181	169	169	180	12	6.7
16	氟甲喹	202	185	175	178	171	173	181	12	6.6
17	那氟沙星	178	166	159	165	160	160	165	7.1	4.3

表 1-61 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	203	206	202	214	190	186	200	10	5.0
2	氟罗沙星	189	184	232	224	208	165	200	26	13
3	氧氟沙星	205	181	183	195	202	179	191	11	5.8
4	培氟沙星	131	128	147	147	143	140	139	8.0	5.8
5	依诺沙星	168	177	200	178	195	186	184	12	6.5
6	诺氟沙星	162	166	189	190	161	175	174	13	7.5
7	环丙沙星	167	158	192	191	178	177	177	13	7.3
8	恩诺沙星	173	150	162	202	167	152	168	19	11
9	达氟沙星	160	140	176	187	154	141	160	19	12
10	洛美沙星	135	155	196	181	174	154	166	22	13
11	奥比沙星	182	157	200	217	176	158	182	24	13
12	二氟沙星	134	116	147	152	130	117	133	15	11
13	沙拉沙星	128	107	140	151	121	110	126	17	13
14	加替沙星	149	131	159	180	148	130	149	19	13
15	莫西沙星	177	171	201	175	186	185	183	11	6.0
16	氟甲喹	218	197	217	208	226	189	209	14	6.7
17	那氟沙星	176	162	176	189	163	157	171	12	7.0

表 1-62 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	218	192	209	200	196	205	203	9.3	4.6
2	氟罗沙星	217	190	209	201	194	208	203	10	4.9
3	氧氟沙星	227	197	219	209	201	214	211	11	5.2
4	培氟沙星	221	190	210	197	192	201	202	12	5.9
5	依诺沙星	227	198	216	204	199	210	209	11	5.3
6	诺氟沙星	223	196	215	203	197	207	207	11	5.3
7	环丙沙星	209	185	204	191	187	194	195	9.7	5.0
8	恩诺沙星	210	185	204	193	188	197	196	9.6	4.9
9	达氟沙星	217	191	213	198	192	205	202	11	5.4
10	洛美沙星	211	189	209	198	189	202	199	9.6	4.8
11	奥比沙星	194	174	191	180	172	185	183	8.7	4.8
12	二氟沙星	198	180	197	189	177	192	189	8.7	4.6
13	沙拉沙星	192	174	192	181	174	185	183	8.2	4.5
14	加替沙星	203	183	201	192	181	195	193	9.0	4.7
15	莫西沙星	185	170	187	176	167	174	176	8.2	4.7
16	氟甲喹	199	159	174	169	161	168	172	15	8.7
17	那氟沙星	167	137	153	144	139	147	148	11	7.4

表 1-63 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021年12月29日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	218	219	201	208	199	202	208	8.9	3.8
2	氟罗沙星	218	218	205	212	200	206	210	7.3	3.5
3	氧氟沙星	223	224	209	215	205	207	214	8.2	3.8
4	培氟沙星	221	218	203	207	196	202	208	9.6	4.6
5	依诺沙星	226	223	206	210	199	208	212	10	4.7
6	诺氟沙星	220	218	202	206	196	202	207	9.6	4.6
7	环丙沙星	206	205	190	194	187	191	195	8.2	4.2
8	恩诺沙星	211	209	195	202	192	196	201	7.8	3.9
9	达氟沙星	223	218	206	212	200	205	211	8.8	4.2
10	洛美沙星	220	221	208	215	203	205	212	7.7	3.6
11	奥比沙星	206	210	197	205	193	197	201	6.5	3.2
12	二氟沙星	218	214	195	202	192	200	204	10	4.9
13	沙拉沙星	200	202	193	197	187	191	195	5.7	2.9
14	加替沙星	213	215	203	213	198	202	207	7.4	3.6

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
15	莫西沙星	201	203	187	197	184	191	194	7.6	3.9
16	氟甲喹	204	186	176	181	174	175	183	11	6.0
17	那氟沙星	180	166	156	164	160	157	164	8.9	5.4

1.3.1.9 高浓度农业废水加标样精密度测试数据

表 1-64~表 1-69 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定高浓度农业废水加标样的精密度测试数据。

表 1-64 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	157	138	143	157	144	144	147	8.0	5.4
2	氟罗沙星	155	126	145	154	142	153	146	11	7.5
3	氧氟沙星	181	145	172	175	158	173	167	13	7.8
4	培氟沙星	168	140	155	156	143	152	152	10	6.6
5	依诺沙星	151	138	151	166	148	155	151	9.3	6.2
6	诺氟沙星	153	133	150	156	139	151	147	8.9	6.1
7	环丙沙星	150	126	145	154	136	136	141	10	7.1
8	恩诺沙星	162	135	157	160	148	157	153	10	6.5
9	达氟沙星	207	162	197	168	201	181	186	18	9.7
10	洛美沙星	166	130	157	155	153	161	153	13	8.5
11	奥比沙星	170	137	152	158	140	149	151	12	7.9
12	二氟沙星	157	126	152	154	146	150	148	11	7.4
13	沙拉沙星	148	120	143	139	134	137	137	10	7.3
14	加替沙星	176	150	160	172	151	167	163	11	6.7
15	莫西沙星	150	125	148	150	130	133	139	11	7.9
16	氟甲喹	156	136	160	159	145	155	152	9.5	6.3
17	那氟沙星	131	110	126	133	122	131	126	8.4	6.7

表 1-65 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值	标准偏差	相对标准偏差
----	-----	-------------	--	--	--	--	--	-----	------	--------

		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	146	152	156	149	139	149	149	5.7	3.8
2	氟罗沙星	158	157	167	173	153	157	161	7.5	4.7
3	氧氟沙星	153	151	162	166	152	158	157	6.1	3.9
4	培氟沙星	146	153	154	153	153	164	154	5.9	3.8
5	依诺沙星	147	153	157	158	153	162	155	5.5	3.5
6	诺氟沙星	142	150	151	148	145	156	149	4.9	3.3
7	环丙沙星	142	148	147	143	139	152	145	4.9	3.4
8	恩诺沙星	155	154	165	169	150	160	159	7.2	4.5
9	达氟沙星	147	142	162	146	144	150	148	7.4	5.0
10	洛美沙星	151	147	157	162	145	147	151	6.7	4.4
11	奥比沙星	138	140	147	146	127	132	139	8.0	5.8
12	二氟沙星	125	141	135	151	124	135	135	10	7.4
13	沙拉沙星	130	133	139	148	128	134	135	7.3	5.4
14	加替沙星	140	141	149	158	144	151	147	6.8	4.6
15	莫西沙星	130	142	140	138	125	141	136	7.1	5.2
16	氟甲喹	154	152	163	152	152	171	157	8.0	5.1
17	那氟沙星	142	141	149	143	148	164	148	8.4	5.7

表 1-66 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	218	198	219	203	201	201	206	9.3	4.5
2	氟罗沙星	222	199	219	213	204	213	212	8.9	4.2
3	氧氟沙星	221	200	217	213	206	217	212	7.9	3.7
4	培氟沙星	216	195	214	202	197	205	205	8.7	4.2
5	依诺沙星	222	199	220	204	200	208	209	9.9	4.7
6	诺氟沙星	225	203	226	209	206	211	213	10	4.7
7	环丙沙星	216	193	214	196	196	195	202	10	5.0
8	恩诺沙星	211	186	209	198	188	199	198	10	5.1
9	达氟沙星	227	203	218	213	205	213	213	9.0	4.2
10	洛美沙星	209	192	206	201	196	203	201	6.4	3.2
11	奥比沙星	200	179	199	184	176	186	187	10	5.3
12	二氟沙星	209	186	204	197	187	195	197	9.2	4.7
13	沙拉沙星	197	179	193	185	180	185	186	7.2	3.9
14	加替沙星	206	184	199	191	184	191	192	8.6	4.5
15	莫西沙星	200	180	194	180	178	179	185	9.6	5.2

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
16	氟甲喹	200	159	173	168	161	169	172	15	8.7
17	那氟沙星	173	140	156	148	142	148	151	12	7.9

表 1-67 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021年12月21日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	199	183	201	199	211	227	203	15	7.4
2	氟罗沙星	211	229	205	195	182	219	207	17	8.2
3	氧氟沙星	204	216	191	186	168	191	193	17	8.8
4	培氟沙星	142	137	138	135	126	133	135	5.6	4.1
5	依诺沙星	177	182	173	182	170	183	178	5.6	3.1
6	诺氟沙星	175	165	177	177	159	166	170	7.8	4.6
7	环丙沙星	185	171	173	168	159	166	170	8.4	4.9
8	恩诺沙星	158	141	149	139	140	148	146	7.1	4.9
9	达氟沙星	165	171	147	140	131	183	156	20	13
10	洛美沙星	182	148	172	161	152	181	166	15	9.0
11	奥比沙星	186	194	177	168	160	212	183	19	10
12	二氟沙星	142	149	135	124	116	157	137	15	11
13	沙拉沙星	136	147	128	116	110	154	132	17	13
14	加替沙星	157	175	156	145	138	168	157	14	8.9
15	莫西沙星	196	187	195	197	173	195	190	9.3	4.9
16	氟甲喹	206	169	178	175	175	192	183	14	7.7
17	那氟沙星	191	166	176	169	162	187	175	12	6.9

表 1-68 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021年12月28日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	230	217	204	213	204	205	212	10	4.7
2	氟罗沙星	229	218	212	212	201	204	212	10	4.7
3	氧氟沙星	229	220	210	211	202	202	212	10	4.7
4	培氟沙星	223	213	197	202	196	199	205	11	5.4
5	依诺沙星	228	221	205	212	206	207	213	9.3	4.4

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
6	诺氟沙星	226	218	201	207	201	207	210	10	4.8
7	环丙沙星	211	207	189	197	192	194	198	8.5	4.3
8	恩诺沙星	215	211	199	204	193	196	203	8.7	4.3
9	达氟沙星	219	213	204	207	194	197	206	9.5	4.6
10	洛美沙星	221	217	209	212	200	199	210	8.9	4.2
11	奥比沙星	208	207	200	204	194	192	201	6.7	3.3
12	二氟沙星	196	195	189	191	180	181	189	6.8	3.6
13	沙拉沙星	198	197	189	193	181	182	190	7.4	3.9
14	加替沙星	210	207	205	208	193	195	203	7.1	3.5
15	莫西沙星	190	183	172	184	173	178	180	6.9	3.8
16	氟甲喹	203	184	174	181	173	174	181	11	6.1
17	那氟沙星	172	169	152	158	154	159	161	8.1	5.0

表 1-69 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	213	185	207	198	192	202	200	10	5.0
2	氟罗沙星	217	191	215	200	198	203	204	10	4.9
3	氧氟沙星	227	199	226	211	206	215	214	11	5.1
4	培氟沙星	216	192	208	200	194	205	202	9.1	4.5
5	依诺沙星	221	195	212	204	195	209	206	10	4.9
6	诺氟沙星	216	191	208	199	192	201	201	10	5.0
7	环丙沙星	203	180	194	187	181	193	190	9.0	4.7
8	恩诺沙星	210	182	203	196	188	198	196	10	5.1
9	达氟沙星	223	196	221	204	199	206	208	11	5.3
10	洛美沙星	216	190	217	200	198	205	204	11	5.4
11	奥比沙星	203	181	205	191	186	191	193	9.3	4.8
12	二氟沙星	209	188	206	197	190	201	198	8.5	4.3
13	沙拉沙星	201	179	202	187	188	191	191	8.8	4.6
14	加替沙星	211	186	212	197	195	198	200	10	5.0
15	莫西沙星	204	184	202	193	189	195	194	7.5	3.9
16	氟甲喹	202	161	177	169	164	171	174	15	8.6
17	那氟沙星	172	138	156	150	143	149	151	12	7.9

1.3.2 固相萃取法的方法精密度测试数据

1.3.2.1 低浓度空白加标样精密度测试数据

表 1-70~表 1-75 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定低浓度空白加标样的精密度测试数据。

表 1-70 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.61	4.83	4.97	4.33	5.15	4.54	4.74	0.30	6.3
2	氟罗沙星	4.73	4.26	4.80	4.46	4.77	4.43	4.58	0.22	4.8
3	氧氟沙星	4.61	4.21	4.73	4.41	4.65	4.41	4.50	0.19	4.2
4	培氟沙星	5.52	5.75	6.37	5.47	6.07	5.60	5.80	0.35	6.0
5	依诺沙星	4.81	5.10	5.52	4.63	5.70	4.95	5.12	0.42	8.2
6	诺氟沙星	4.55	5.01	5.43	4.87	5.48	4.83	5.03	0.36	7.2
7	环丙沙星	4.19	4.73	4.84	4.26	5.00	4.49	4.59	0.33	7.2
8	恩诺沙星	4.42	4.10	4.65	4.32	4.71	4.33	4.42	0.23	5.2
9	达氟沙星	5.80	5.24	6.14	5.47	5.71	5.62	5.66	0.31	5.5
10	洛美沙星	3.36	3.06	3.37	3.02	3.36	2.98	3.19	0.19	6.0
11	奥比沙星	3.07	2.67	2.90	2.82	2.93	2.68	2.85	0.15	5.3
12	二氟沙星	3.42	3.13	3.64	3.32	3.55	3.06	3.35	0.23	6.9
13	沙拉沙星	2.85	2.86	2.99	3.05	3.14	2.76	2.94	0.14	4.8
14	加替沙星	3.08	2.87	3.19	3.00	3.22	2.93	3.05	0.14	4.6
15	莫西沙星	3.37	3.34	3.74	3.31	3.66	3.33	3.46	0.19	5.5
16	氟甲喹	3.75	3.54	3.79	3.54	4.35	3.75	3.79	0.30	7.9
17	那氟沙星	4.04	3.59	3.72	3.41	4.35	3.53	3.77	0.36	9.5

表 1-71 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.29	3.92	4.59	3.89	4.34	3.92	4.16	0.29	7.0
2	氟罗沙星	4.50	4.31	4.93	4.25	4.39	4.74	4.52	0.27	6.0
3	氧氟沙星	4.21	4.37	4.80	3.99	4.38	4.34	4.35	0.27	6.2
4	培氟沙星	4.95	4.58	5.60	4.71	4.61	4.08	4.75	0.50	11
5	依诺沙星	4.04	4.26	4.73	4.10	4.24	4.25	4.27	0.24	5.6

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
6	诺氟沙星	4.41	4.42	5.19	4.30	4.52	4.19	4.51	0.35	7.8
7	环丙沙星	4.56	4.16	4.78	3.87	4.15	4.50	4.34	0.33	7.6
8	恩诺沙星	4.60	4.22	4.98	4.19	4.82	4.98	4.63	0.36	7.8
9	达氟沙星	4.87	4.72	5.80	4.48	4.96	5.03	4.98	0.45	9.0
10	洛美沙星	4.15	3.82	4.54	3.94	4.04	4.54	4.17	0.31	7.4
11	奥比沙星	3.70	3.39	3.92	3.44	3.91	3.95	3.72	0.25	6.7
12	二氟沙星	4.12	4.04	4.81	4.14	4.13	4.66	4.32	0.33	7.6
13	沙拉沙星	4.19	4.06	4.59	3.82	4.11	4.29	4.18	0.26	6.2
14	加替沙星	3.57	3.56	4.44	3.85	4.16	4.66	4.04	0.46	11
15	莫西沙星	4.17	3.82	4.23	3.36	3.98	4.06	3.94	0.32	8.1
16	氟甲喹	4.24	4.55	4.82	4.86	4.44	4.54	4.57	0.23	5.0
17	那氟沙星	4.41	4.77	5.07	4.94	4.53	4.59	4.72	0.26	5.5

表 1-72 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.30	4.60	4.10	4.00	4.50	4.30	4.30	0.23	5.3
2	氟罗沙星	4.70	5.00	4.50	4.40	4.80	4.80	4.70	0.22	4.7
3	氧氟沙星	4.60	4.80	4.50	4.30	4.90	4.70	4.63	0.22	4.8
4	培氟沙星	5.00	5.50	4.90	4.70	5.10	4.90	5.02	0.27	5.4
5	依诺沙星	4.50	4.90	4.30	4.10	4.60	4.40	4.47	0.27	6.0
6	诺氟沙星	4.60	5.00	4.50	4.40	4.80	4.50	4.63	0.23	5.0
7	环丙沙星	4.50	4.90	4.30	4.10	4.70	4.30	4.47	0.29	6.5
8	恩诺沙星	4.50	4.60	4.30	4.10	4.60	4.40	4.42	0.19	4.3
9	达氟沙星	5.10	5.50	5.00	4.70	5.40	5.20	5.15	0.29	5.6
10	洛美沙星	4.40	4.60	4.10	4.00	4.50	4.30	4.32	0.23	5.3
11	奥比沙星	4.20	4.20	3.90	3.80	4.20	4.20	4.08	0.18	4.4
12	二氟沙星	4.40	4.40	4.10	4.00	4.50	4.30	4.28	0.19	4.4
13	沙拉沙星	4.30	4.40	4.10	3.90	4.40	4.10	4.20	0.20	4.8
14	加替沙星	4.30	4.50	4.00	3.80	4.50	4.30	4.23	0.28	6.6
15	莫西沙星	4.30	4.60	4.00	3.90	4.40	4.20	4.23	0.26	6.1
16	氟甲喹	4.80	4.80	4.40	4.50	4.90	4.70	4.68	0.19	4.1
17	那氟沙星	4.90	5.10	4.40	4.70	5.20	4.60	4.82	0.31	6.4

表 1-73 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.30	4.00	3.60	4.20	3.40	4.00	4.08	0.66	16
2	氟罗沙星	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	0.35	7.1
3	氧氟沙星	5.00	4.80	4.60	4.60	4.00	5.00	4.67	0.37	7.9
4	培氟沙星	6.40	4.10	6.10	5.00	5.40	6.30	5.55	0.90	16
5	依诺沙星	6.50	5.70	4.70	6.40	4.80	5.50	5.60	0.76	14
6	诺氟沙星	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	0.35	7.1
7	环丙沙星	6.40	5.70	5.80	6.00	5.20	7.00	6.02	0.62	10
8	恩诺沙星	5.00	5.30	5.00	5.20	5.40	5.80	5.28	0.30	5.7
9	达氟沙星	6.60	5.50	5.40	5.60	5.50	5.30	5.65	0.48	8.5
10	洛美沙星	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	0.35	7.1
11	奥比沙星	5.50	4.20	4.10	4.20	4.10	4.80	4.48	0.56	13
12	二氟沙星	3.50	3.40	3.10	3.60	3.60	2.80	3.33	0.32	9.6
13	沙拉沙星	5.00	3.70	4.40	5.50	3.90	4.10	4.43	0.69	16
14	加替沙星	3.10	4.10	3.20	4.00	2.90	4.20	3.58	0.58	16
15	莫西沙星	5.50	5.10	4.70	5.10	4.00	4.40	4.80	0.54	11
16	氟甲喹	4.30	2.90	3.10	3.20	3.00	3.40	3.32	0.51	15
17	那氟沙星	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	0.35	7.1

表 1-74 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.50	4.70	4.10	4.00	4.30	4.40	4.33	0.26	6.0
2	氟罗沙星	4.70	5.00	4.60	4.40	4.80	4.70	4.70	0.20	4.3
3	氧氟沙星	4.80	5.00	4.50	4.40	4.90	4.60	4.70	0.24	5.1
4	培氟沙星	5.00	5.50	5.00	4.70	5.20	5.00	5.07	0.27	5.3
5	依诺沙星	4.50	4.90	4.40	4.10	4.70	4.40	4.50	0.28	6.2
6	诺氟沙星	4.70	5.10	4.40	4.20	4.80	4.60	4.63	0.31	6.7
7	环丙沙星	4.70	5.00	4.30	4.10	4.60	4.40	4.52	0.32	7.1
8	恩诺沙星	4.50	4.80	4.30	4.30	4.80	4.50	4.53	0.23	5.1
9	达氟沙星	5.20	5.50	5.00	4.80	5.40	5.20	5.18	0.26	5.0
10	洛美沙星	4.40	4.60	4.10	4.10	4.70	4.40	4.38	0.25	5.7

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	4.30	4.60	4.10	4.10	4.60	4.30	4.33	0.23	5.3
12	二氟沙星	4.30	4.10	3.80	3.80	4.30	4.30	4.10	0.24	5.9
13	沙拉沙星	4.30	4.40	4.10	4.00	4.50	4.10	4.23	0.20	4.7
14	加替沙星	4.40	4.50	4.20	4.10	4.50	4.40	4.35	0.16	3.7
15	莫西沙星	4.30	4.40	4.00	3.90	4.40	4.40	4.23	0.23	5.4
16	氟甲喹	4.70	4.80	4.40	4.40	5.00	4.70	4.67	0.23	4.9
17	那氟沙星	4.80	5.20	4.60	4.40	5.30	4.70	4.83	0.35	7.2

表 1-75 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.50	4.60	4.20	4.10	4.50	4.40	4.38	0.19	4.3
2	氟罗沙星	4.60	4.80	4.30	4.20	4.60	4.60	4.52	0.22	4.9
3	氧氟沙星	4.70	4.70	4.30	4.20	4.80	4.50	4.53	0.24	5.3
4	培氟沙星	4.70	5.00	4.50	4.20	4.70	4.40	4.58	0.28	6.1
5	依诺沙星	4.70	5.10	4.60	4.20	4.80	4.40	4.63	0.31	6.7
6	诺氟沙星	4.90	5.10	4.60	4.30	4.80	4.50	4.70	0.29	6.2
7	环丙沙星	4.20	4.50	4.00	3.90	4.30	4.10	4.17	0.22	5.3
8	恩诺沙星	4.60	4.80	4.30	4.10	4.60	4.40	4.47	0.25	5.6
9	达氟沙星	5.00	5.10	4.60	4.50	5.00	4.70	4.82	0.25	5.2
10	洛美沙星	3.80	4.00	3.50	3.50	3.90	3.70	3.73	0.21	5.6
11	奥比沙星	3.90	3.70	3.40	3.40	3.80	3.80	3.67	0.22	6.0
12	二氟沙星	4.30	4.40	3.90	3.90	4.30	4.20	4.17	0.22	5.3
13	沙拉沙星	3.70	3.90	3.50	3.50	3.90	3.70	3.70	0.18	4.9
14	加替沙星	4.20	4.40	3.90	3.90	4.30	4.20	4.15	0.21	5.1
15	莫西沙星	4.00	4.20	3.60	3.70	4.00	3.90	3.90	0.22	5.6
16	氟甲喹	4.80	4.80	4.40	4.40	4.90	4.60	4.65	0.22	4.7
17	那氟沙星	5.00	4.80	4.50	4.70	5.00	4.80	4.80	0.19	4.0

1.3.2.2 中浓度空白加标样精密度测试数据

表 1-76~表 1-81 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定中浓度空白加标样的精密度测试数据。

表 1-76 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.0	18.1	18.3	17.8	18.0	18.9	18.7	1.2	6.4
2	氟罗沙星	19.0	16.7	17.3	15.6	17.4	17.3	17.2	1.1	6.4
3	氧氟沙星	18.7	16.4	17.0	15.8	16.7	17.0	16.9	1.0	5.9
4	培氟沙星	20.2	18.8	18.6	16.8	18.4	18.3	18.5	1.1	5.9
5	依诺沙星	21.2	19.8	19.1	16.9	18.4	19.2	19.1	1.4	7.3
6	诺氟沙星	21.0	19.5	19.7	18.4	19.0	20.8	19.7	1.0	5.1
7	环丙沙星	20.8	18.9	19.1	17.4	17.7	19.4	18.9	1.2	6.3
8	恩诺沙星	18.2	17.1	17.3	15.9	17.0	16.6	17.0	0.76	4.5
9	达氟沙星	19.5	18.0	19.0	16.1	18.3	18.1	18.2	1.2	6.6
10	洛美沙星	17.2	15.5	15.8	14.2	15.1	15.6	15.6	0.98	6.3
11	奥比沙星	15.3	12.0	13.8	12.8	12.2	12.5	13.1	1.3	9.9
12	二氟沙星	16.9	15.5	15.9	14.7	15.5	15.6	15.7	0.72	4.6
13	沙拉沙星	17.5	15.6	15.3	14.1	15.1	14.9	15.4	1.1	7.1
14	加替沙星	16.9	14.9	14.4	14.3	14.3	15.0	15.0	1.00	6.7
15	莫西沙星	17.4	16.0	17.2	15.8	16.2	16.9	16.6	0.67	4.0
16	氟甲喹	21.1	19.7	18.9	17.7	19.0	18.8	19.2	1.1	5.7
17	那氟沙星	21.8	19.6	18.8	17.5	17.8	18.7	19.0	1.6	8.4

表 1-77 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	20.1	17.1	18.2	17.3	20.1	17.2	18.3	1.4	7.7
2	氟罗沙星	22.2	18.5	20.6	18.8	21.7	18.6	20.1	1.6	8.0
3	氧氟沙星	21.0	18.4	19.8	18.2	19.9	18.1	19.3	1.2	6.2
4	培氟沙星	21.6	19.2	20.2	19.8	21.7	19.8	20.4	1.0	4.9
5	依诺沙星	19.9	18.0	18.7	18.3	19.9	17.8	18.7	0.92	4.9
6	诺氟沙星	20.9	18.9	19.4	19.4	21.1	18.8	19.7	0.99	5.0

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	20.3	18.0	18.4	18.0	20.2	17.3	18.7	1.3	7.0
8	恩诺沙星	22.0	19.3	20.8	19.1	20.9	18.9	20.2	1.2	5.9
9	达氟沙星	22.3	20.3	22.3	19.7	21.6	19.7	21.0	1.2	5.7
10	洛美沙星	20.3	17.6	18.6	17.9	19.7	17.4	18.6	1.2	6.5
11	奥比沙星	19.4	16.5	17.7	16.2	17.8	15.6	17.2	1.4	8.1
12	二氟沙星	20.2	17.2	18.3	18.8	19.6	18.0	18.7	1.1	5.9
13	沙拉沙星	19.6	17.8	18.7	17.4	18.9	17.7	18.4	0.85	4.6
14	加替沙星	18.7	17.9	18.5	17.6	19.1	17.4	18.2	0.68	3.7
15	莫西沙星	18.4	16.9	17.0	17.2	18.5	16.1	17.4	0.93	5.3
16	氟甲喹	20.5	20.3	20.5	19.3	21.1	19.2	20.2	0.75	3.7
17	那氟沙星	20.2	19.9	19.9	19.2	20.2	18.8	19.7	0.58	2.9

表 1-78 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.5	18.0	19.2	17.8	18.2	19.8	19.1	1.4	7.3
2	氟罗沙星	23.1	19.7	20.6	19.3	19.2	20.5	20.4	1.5	7.4
3	氧氟沙星	22.5	19.3	20.4	18.5	19.0	19.8	19.9	1.4	7.0
4	培氟沙星	23.0	20.4	20.5	19.2	21.1	21.0	20.9	1.3	6.2
5	依诺沙星	21.3	19.3	19.1	17.6	19.3	19.6	19.4	1.2	6.2
6	诺氟沙星	21.5	20.0	19.3	18.0	19.7	19.8	19.7	1.1	5.6
7	环丙沙星	21.9	19.6	19.9	18.1	18.6	19.5	19.6	1.3	6.6
8	恩诺沙星	21.1	19.0	19.6	18.3	18.8	19.2	19.3	0.97	5.0
9	达氟沙星	22.9	21.1	21.3	19.2	21.1	21.4	21.2	1.2	5.7
10	洛美沙星	21.5	18.7	19.3	18.2	17.9	19.0	19.1	1.3	6.8
11	奥比沙星	22.8	17.2	20.3	18.4	16.3	19.5	19.1	2.3	12
12	二氟沙星	21.3	18.8	19.6	18.2	18.1	19.2	19.2	1.2	6.3
13	沙拉沙星	20.4	18.3	19.0	17.8	17.3	18.5	18.6	1.1	5.9
14	加替沙星	20.9	18.5	18.7	18.1	17.7	18.7	18.8	1.1	5.9
15	莫西沙星	20.3	18.0	18.3	17.9	17.7	19.2	18.6	1.0	5.4
16	氟甲喹	22.6	20.8	20.3	19.6	19.9	20.1	20.6	1.1	5.3
17	那氟沙星	22.0	21.2	20.4	19.9	20.8	20.9	20.9	0.71	3.4

表 1-79 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	22.2	18.5	20.6	18.8	21.7	18.6	20.1	1.6	8.0
2	氟罗沙星	20.1	17.1	18.2	17.3	20.1	17.2	18.3	1.4	7.7
3	氧氟沙星	21.6	19.2	20.2	19.8	21.7	19.8	20.4	1.0	4.9
4	培氟沙星	19.9	18.0	18.7	18.3	19.9	17.8	18.7	0.92	4.9
5	依诺沙星	21.0	18.4	19.8	18.2	19.9	18.1	19.3	1.2	6.2
6	诺氟沙星	20.9	18.9	19.4	19.4	21.1	18.8	19.7	0.99	5.0
7	环丙沙星	20.3	18.0	18.4	18.0	20.2	17.3	18.7	1.3	7.0
8	恩诺沙星	20.3	17.6	18.6	17.9	19.7	17.4	18.6	1.2	6.5
9	达氟沙星	22.0	19.3	20.8	19.1	20.9	18.9	20.2	1.2	5.9
10	洛美沙星	19.4	16.5	17.7	16.2	17.8	15.6	17.2	1.4	8.1
11	奥比沙星	20.2	17.2	18.3	18.8	19.6	18.0	18.7	1.1	5.9
12	二氟沙星	19.6	17.8	18.7	17.4	18.9	17.7	18.4	0.85	4.6
13	沙拉沙星	18.7	17.9	18.5	17.6	19.1	17.4	18.2	0.68	3.7
14	加替沙星	18.4	16.9	17.0	17.2	18.5	16.1	17.4	0.93	5.3
15	莫西沙星	20.5	20.3	20.5	19.3	21.1	19.2	20.2	0.75	3.7
16	氟甲喹	20.2	19.9	19.9	19.2	20.2	18.8	19.7	0.58	2.9
17	那氟沙星	22.3	20.3	22.3	19.7	21.6	19.7	21.0	1.2	5.7

表 1-80 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	22.0	18.5	19.7	18.1	18.1	19.2	19.3	1.5	7.8
2	氟罗沙星	23.5	19.9	21.4	19.2	19.6	20.9	20.8	1.6	7.7
3	氧氟沙星	22.6	19.7	20.8	19.0	19.4	20.5	20.3	1.3	6.4
4	培氟沙星	23.3	21.4	21.4	19.3	21.2	20.9	21.3	1.3	6.1
5	依诺沙星	21.7	19.6	19.5	17.8	19.5	19.0	19.5	1.3	6.7
6	诺氟沙星	21.8	20.1	20.0	18.3	19.9	19.4	19.9	1.1	5.5
7	环丙沙星	21.6	19.5	20.0	18.2	18.9	19.6	19.6	1.2	6.1
8	恩诺沙星	21.2	19.4	20.1	18.6	19.0	20.0	19.7	0.93	4.7
9	达氟沙星	23.2	20.9	22.6	19.6	21.3	22.1	21.6	1.3	6.0
10	洛美沙星	22.0	18.8	19.6	18.7	18.4	19.5	19.5	1.3	6.7

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	21.4	18.8	20.0	18.5	18.4	19.7	19.5	1.2	6.2
12	二氟沙星	23.3	17.1	19.7	18.4	16.3	19.8	19.1	2.5	13
13	沙拉沙星	21.1	18.5	19.4	18.2	18.0	19.2	19.1	1.1	5.8
14	加替沙星	22.2	19.0	19.6	18.6	18.3	19.6	19.6	1.4	7.1
15	莫西沙星	21.0	18.1	19.2	17.9	17.8	18.7	18.8	1.2	6.4
16	氟甲喹	22.9	20.7	20.2	20.0	19.8	20.4	20.7	1.1	5.3
17	那氟沙星	23.1	21.2	20.8	20.3	20.1	21.0	21.1	1.1	5.2

表 1-81 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	22.2	18.4	20.1	18.2	17.9	19.4	19.4	1.6	8.2
2	氟罗沙星	22.6	19.1	20.3	18.4	19.1	19.8	19.9	1.5	7.5
3	氧氟沙星	21.9	18.9	20.2	18.4	19.2	19.7	19.7	1.2	6.1
4	培氟沙星	21.2	19.2	22.9	20.5	19.2	18.3	20.2	1.7	8.4
5	依诺沙星	22.2	20.4	20.3	18.3	19.4	19.7	20.1	1.3	6.5
6	诺氟沙星	21.7	20.1	20.1	18.6	19.7	19.8	20.0	1.0	5.0
7	环丙沙星	20.0	17.9	18.4	16.7	17.3	18.0	18.1	1.1	6.1
8	恩诺沙星	21.1	19.0	19.8	18.3	19.0	19.7	19.5	0.96	4.9
9	达氟沙星	21.3	19.3	20.8	18.0	20.1	20.5	20.0	1.2	6.0
10	洛美沙星	18.9	16.0	16.8	15.8	15.6	16.7	16.6	1.2	7.2
11	奥比沙星	20.9	15.3	17.9	16.3	14.7	17.7	17.1	2.2	13
12	二氟沙星	20.6	17.6	18.7	17.4	17.5	18.8	18.4	1.2	6.5
13	沙拉沙星	18.4	16.2	16.7	15.7	15.5	16.8	16.6	1.0	6.0
14	加替沙星	20.4	17.9	18.5	17.4	17.5	18.8	18.4	1.1	6.0
15	莫西沙星	18.3	16.3	17.3	16.2	16.1	17.3	16.9	0.87	5.1
16	氟甲喹	22.7	20.5	20.2	20.0	19.8	20.4	20.6	1.1	5.3
17	那氟沙星	22.8	21.5	20.8	20.2	20.3	21.2	21.1	0.96	4.5

1.3.2.3 高浓度空白加标样精密度测试数据

表 1-82~表 1-87 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定高浓度空白加标样的精密度测试数据。

表 1-82 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	164	172	189	169	178	172	174	8.5	4.9
2	氟罗沙星	177	177	199	171	197	187	185	12	6.5
3	氧氟沙星	164	168	188	163	187	174	174	11	6.3
4	培氟沙星	176	195	193	187	185	191	188	7.0	3.7
5	依诺沙星	163	179	191	172	170	178	175	9.7	5.5
6	诺氟沙星	166	182	193	176	173	178	178	9.3	5.2
7	环丙沙星	160	174	186	169	173	173	173	8.4	4.9
8	恩诺沙星	167	180	186	160	186	181	177	11	6.2
9	达氟沙星	185	192	193	193	200	193	193	4.8	2.5
10	洛美沙星	155	157	172	151	175	158	161	9.7	6.0
11	奥比沙星	152	137	157	135	165	146	149	12	8.1
12	二氟沙星	148	164	174	152	161	163	160	9.4	5.9
13	沙拉沙星	160	160	178	156	178	163	166	9.6	5.8
14	加替沙星	156	160	171	151	176	159	162	9.4	5.8
15	莫西沙星	151	165	173	161	163	158	162	7.4	4.6
16	氟甲喹	173	171	192	165	163	168	172	10	5.8
17	那氟沙星	172	169	183	165	162	164	169	7.4	4.4

表 1-83 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	166	157	182	160	169	164	166	8.8	5.3
2	氟罗沙星	153	141	156	142	147	151	148	6.1	4.1
3	氧氟沙星	146	141	149	142	142	144	144	3.0	2.1
4	培氟沙星	144	155	174	152	156	159	157	9.9	6.3
5	依诺沙星	154	156	181	165	163	156	163	10	6.1
6	诺氟沙星	161	164	187	168	161	167	168	9.8	5.8

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	150	158	184	160	161	164	163	11	6.7
8	恩诺沙星	141	141	152	138	137	141	142	5.4	3.8
9	达氟沙星	151	157	165	156	150	162	157	5.9	3.8
10	洛美沙星	136	130	136	131	130	132	133	2.8	2.1
11	奥比沙星	128	110	126	114	126	111	119	8.4	7.1
12	二氟沙星	140	138	150	138	141	136	141	5.0	3.5
13	沙拉沙星	136	128	141	131	136	135	135	4.5	3.3
14	加替沙星	135	135	146	140	136	135	138	4.5	3.3
15	莫西沙星	153	152	174	160	159	155	159	8.1	5.1
16	氟甲喹	155	145	158	146	158	155	153	5.9	3.9
17	那氟沙星	142	127	143	129	143	137	137	7.2	5.3

表 1-84 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	180	175	156	168	184	163	171	11	6.4
2	氟罗沙星	196	185	162	175	190	174	180	12	6.7
3	氧氟沙星	189	179	157	168	178	168	173	11	6.4
4	培氟沙星	203	195	167	181	187	190	187	13	7.0
5	依诺沙星	183	181	159	169	176	174	174	8.8	5.1
6	诺氟沙星	188	187	163	176	181	184	180	10	5.6
7	环丙沙星	180	176	156	169	176	172	171	8.6	5.0
8	恩诺沙星	181	175	148	163	172	168	168	12	7.1
9	达氟沙星	223	217	175	195	197	208	202	17	8.4
10	洛美沙星	170	162	143	154	164	154	158	9.4	5.9
11	奥比沙星	168	153	142	148	175	139	154	15	9.7
12	二氟沙星	179	170	147	159	172	161	165	11	6.7
13	沙拉沙星	171	161	143	157	163	155	158	10	6.3
14	加替沙星	169	158	143	153	159	152	156	8.7	5.6
15	莫西沙星	159	157	141	146	155	151	151	6.8	4.5
16	氟甲喹	174	172	154	166	169	168	167	7.3	4.4
17	那氟沙星	169	175	157	166	167	170	167	5.8	3.5

表 1-85 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	177	177	199	171	197	187	185	12	6.5
2	氟罗沙星	164	172	189	169	178	172	174	8.5	4.9
3	氧氟沙星	176	195	193	187	185	191	188	7.0	3.7
4	培氟沙星	163	179	191	172	170	178	175	9.7	5.5
5	依诺沙星	164	168	188	163	187	174	174	11	6.3
6	诺氟沙星	166	182	193	176	173	178	178	9.3	5.2
7	环丙沙星	160	174	186	169	173	173	173	8.4	4.9
8	恩诺沙星	155	157	172	151	175	158	161	9.7	6.0
9	达氟沙星	167	180	186	160	186	181	177	11	6.2
10	洛美沙星	152	137	157	135	165	146	149	12	8.1
11	奥比沙星	148	164	174	152	161	163	160	9.4	5.9
12	二氟沙星	160	160	178	156	178	163	166	9.6	5.8
13	沙拉沙星	156	160	171	151	176	159	162	9.4	5.8
14	加替沙星	151	165	173	161	163	158	162	7.4	4.6
15	莫西沙星	173	171	192	165	163	168	172	10	5.8
16	氟甲喹	172	169	183	165	162	164	169	7.4	4.4
17	那氟沙星	185	192	193	193	200	193	193	4.8	2.5

表 1-86 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	179	172	151	160	181	162	167	12	7.2
2	氟罗沙星	192	184	160	170	190	172	178	13	7.3
3	氧氟沙星	186	179	154	163	182	170	172	12	7.0
4	培氟沙星	202	199	165	180	191	198	189	14	7.4
5	依诺沙星	185	182	155	169	178	181	175	11	6.3
6	诺氟沙星	191	191	164	175	185	189	182	11	6.0
7	环丙沙星	178	177	153	165	177	173	170	10	5.9
8	恩诺沙星	185	182	154	167	178	176	174	11	6.3
9	达氟沙星	216	214	177	194	200	211	202	15	7.4
10	洛美沙星	168	164	146	151	168	155	159	9.2	5.8

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	176	171	148	158	172	159	164	11	6.7
12	二氟沙星	162	150	140	138	169	129	148	15	10
13	沙拉沙星	171	167	148	156	169	157	161	9.0	5.6
14	加替沙星	169	168	149	155	166	156	160	8.4	5.3
15	莫西沙星	166	164	144	155	164	159	159	8.1	5.1
16	氟甲喹	177	175	157	170	176	170	171	7.4	4.3
17	那氟沙星	173	175	158	168	166	172	169	6.2	3.7

表 1-87 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022年1月2日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	171	175	157	162	183	163	169	9.6	5.7
2	氟罗沙星	185	175	157	163	186	166	172	12	7.0
3	氧氟沙星	178	175	151	162	175	167	168	10	6.0
4	培氟沙星	189	187	178	169	171	188	180	8.9	4.9
5	依诺沙星	187	187	161	174	176	186	178	10	5.6
6	诺氟沙星	190	192	166	176	178	189	182	10	5.5
7	环丙沙星	164	166	144	152	159	159	157	8.0	5.1
8	恩诺沙星	184	180	151	163	173	173	171	12	7.0
9	达氟沙星	203	198	163	179	183	194	187	15	8.0
10	洛美沙星	142	137	125	130	141	131	134	6.9	5.1
11	奥比沙星	146	131	126	126	158	118	134	15	11
12	二氟沙星	167	162	142	151	165	154	157	9.4	6.0
13	沙拉沙星	146	142	129	137	146	138	139	6.4	4.6
14	加替沙星	157	155	141	147	158	150	151	6.5	4.3
15	莫西沙星	153	152	136	139	146	148	146	6.7	4.6
16	氟甲喹	175	176	158	169	173	171	170	6.7	3.9
17	那氟沙星	176	176	166	169	175	176	173	4.4	2.5

1.3.2.4 低浓度地下水加标样精密度测试数据

表 1-88~表 1-93 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定低浓度地下水加标样的精密度原始测试数据。

表 1-88 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.70	3.46	3.06	3.61	3.25	3.78	3.48	0.28	8.0
2	氟罗沙星	3.29	3.40	3.13	3.60	3.12	3.49	3.34	0.19	5.7
3	氧氟沙星	3.92	3.82	3.67	4.13	3.70	4.23	3.91	0.23	5.9
4	培氟沙星	6.17	6.22	4.79	5.11	4.29	4.69	5.21	0.80	15
5	依诺沙星	6.74	6.19	5.35	6.30	5.37	5.93	5.98	0.55	9.2
6	诺氟沙星	5.21	5.92	4.72	5.70	5.38	6.12	5.51	0.51	9.3
7	环丙沙星	4.95	4.70	4.41	5.27	3.96	4.94	4.71	0.46	9.8
8	恩诺沙星	4.35	4.38	4.15	4.53	4.08	4.54	4.34	0.19	4.4
9	达氟沙星	7.67	7.38	7.31	8.07	6.94	7.69	7.51	0.39	5.2
10	洛美沙星	3.09	3.03	2.99	3.28	2.82	3.15	3.06	0.16	5.2
11	奥比沙星	2.94	2.89	2.68	3.09	2.65	2.98	2.87	0.17	5.9
12	二氟沙星	5.28	4.75	4.77	5.31	4.88	5.67	5.11	0.37	7.2
13	沙拉沙星	2.65	2.73	2.53	3.04	2.54	2.73	2.70	0.19	7.0
14	加替沙星	6.38	6.46	6.19	6.95	5.84	6.76	6.43	0.40	6.2
15	莫西沙星	7.26	7.16	5.64	6.99	5.73	6.86	6.61	0.73	11
16	氟甲喹	5.17	4.65	4.43	5.45	4.43	5.21	4.89	0.44	9.0
17	那氟沙星	6.69	4.69	5.57	6.70	4.87	5.01	5.59	0.91	16

表 1-89 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.73	3.90	4.37	4.44	4.78	4.77	4.50	0.34	7.6
2	氟罗沙星	3.21	2.41	3.34	3.22	3.52	3.21	3.15	0.38	12
3	氧氟沙星	3.20	2.79	3.38	2.94	3.28	2.83	3.07	0.25	8.1
4	培氟沙星	6.24	5.92	5.69	6.58	6.40	6.50	6.22	0.35	5.6
5	依诺沙星	5.42	4.18	5.75	5.16	5.80	5.18	5.25	0.59	11
6	诺氟沙星	4.62	3.59	5.44	4.86	4.84	4.35	4.62	0.62	13

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	4.60	3.86	4.91	4.77	4.66	4.51	4.55	0.37	8.1
8	恩诺沙星	3.02	2.67	3.64	3.12	3.61	2.75	3.13	0.41	13
9	达氟沙星	4.61	3.69	5.32	4.75	5.22	4.50	4.68	0.59	13
10	洛美沙星	2.86	2.53	2.61	2.80	2.89	2.55	2.71	0.16	5.9
11	奥比沙星	2.80	2.59	2.65	2.57	2.80	2.55	2.66	0.11	4.1
12	二氟沙星	2.59	2.51	3.14	2.99	2.74	2.72	2.78	0.24	8.6
13	沙拉沙星	2.87	2.89	2.70	2.70	3.23	2.80	2.87	0.20	7.0
14	加替沙星	3.21	2.94	3.71	3.63	3.52	2.88	3.31	0.36	11
15	莫西沙星	6.06	4.71	5.92	5.53	6.18	5.79	5.70	0.53	9.3
16	氟甲喹	5.13	3.65	5.31	5.35	5.60	4.32	4.89	0.75	15
17	那氟沙星	3.31	2.91	3.81	3.64	3.68	2.90	3.37	0.40	12

表 1-90 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.80	3.70	5.00	4.30	4.90	4.60	4.55	0.48	11
2	氟罗沙星	4.70	3.80	5.20	4.90	5.10	4.80	4.75	0.50	11
3	氧氟沙星	4.10	3.30	4.30	3.80	4.10	4.00	3.93	0.35	8.9
4	培氟沙星	5.50	4.60	6.20	5.50	5.90	5.50	5.53	0.54	9.8
5	依诺沙星	5.20	4.00	5.50	4.90	5.30	4.90	4.97	0.53	11
6	诺氟沙星	5.20	4.10	5.60	4.90	5.30	5.10	5.03	0.51	10
7	环丙沙星	4.60	3.70	4.90	4.60	4.80	4.60	4.53	0.43	9.5
8	恩诺沙星	5.00	4.10	5.40	5.10	5.40	5.20	5.03	0.48	9.5
9	达氟沙星	5.60	4.50	6.00	5.70	5.90	5.90	5.60	0.56	10
10	洛美沙星	4.00	3.20	4.40	4.10	4.40	4.20	4.05	0.45	11
11	奥比沙星	3.50	2.70	3.70	3.60	3.80	3.70	3.50	0.40	11
12	二氟沙星	4.40	3.50	4.70	4.40	4.60	4.40	4.33	0.43	9.9
13	沙拉沙星	4.30	3.40	4.70	4.10	4.70	4.40	4.27	0.48	11
14	加替沙星	4.00	3.30	4.40	4.00	4.50	4.20	4.07	0.43	11
15	莫西沙星	4.50	3.50	4.90	4.30	4.70	4.60	4.42	0.49	11
16	氟甲喹	4.70	3.70	4.90	4.50	4.60	4.60	4.50	0.41	9.1
17	那氟沙星	4.50	3.80	4.90	4.60	4.70	4.50	4.50	0.37	8.2

表 1-91 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.80	4.90	3.70	4.10	3.60	3.90	4.00	0.47	12
2	氟罗沙星	4.60	4.70	4.20	4.70	4.30	4.30	4.47	0.23	5.1
3	氧氟沙星	4.00	3.70	4.00	3.30	4.20	4.60	3.97	0.44	11
4	培氟沙星	3.70	2.80	3.10	3.40	2.80	2.40	3.03	0.47	16
5	依诺沙星	2.80	4.30	3.30	3.20	3.30	3.20	3.35	0.50	15
6	诺氟沙星	4.40	3.30	4.20	5.80	4.30	4.00	4.33	0.82	19
7	环丙沙星	3.90	3.90	3.50	3.60	3.40	3.80	3.68	0.21	5.7
8	恩诺沙星	5.60	6.00	4.90	6.40	5.20	4.90	5.50	0.61	11
9	达氟沙星	6.00	5.60	6.50	6.20	5.60	5.90	5.97	0.35	5.9
10	洛美沙星	3.20	2.90	3.20	3.10	3.50	2.80	3.12	0.25	8
11	奥比沙星	3.00	3.20	3.10	3.20	2.60	3.00	3.02	0.22	7.3
12	二氟沙星	3.70	3.80	3.20	3.40	3.20	3.90	3.53	0.31	8.8
13	沙拉沙星	3.60	3.60	3.70	4.10	3.60	3.60	3.70	0.20	5.4
14	加替沙星	3.40	3.20	3.00	3.00	3.00	2.80	3.07	0.21	6.8
15	莫西沙星	5.40	5.00	5.30	4.80	4.80	4.50	4.97	0.34	6.8
16	氟甲喹	3.00	3.10	3.00	3.00	2.60	3.10	2.97	0.19	6.4
17	那氟沙星	4.80	6.40	5.50	6.30	4.30	5.50	5.47	0.82	15

表 1-92 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.40	2.60	3.60	3.50	3.50	3.50	3.35	0.37	11
2	氟罗沙星	4.00	3.20	4.40	4.20	4.20	4.00	4.00	0.42	11
3	氧氟沙星	3.80	3.20	4.10	3.90	3.90	3.80	3.78	0.31	8.2
4	培氟沙星	4.80	3.90	5.20	4.90	5.10	4.80	4.78	0.46	9.6
5	依诺沙星	4.20	3.40	4.50	4.20	4.40	4.30	4.17	0.39	9.4
6	诺氟沙星	5.00	4.00	5.40	5.10	5.30	5.10	4.98	0.50	10
7	环丙沙星	3.90	3.20	4.10	3.90	4.10	3.90	3.85	0.33	8.6
8	恩诺沙星	4.60	3.80	4.90	4.60	4.70	4.50	4.52	0.38	8.4
9	达氟沙星	5.90	5.00	6.60	6.10	6.30	5.90	5.97	0.54	9.0
10	洛美沙星	3.30	2.60	3.50	3.30	3.40	3.30	3.23	0.32	9.9

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	4.40	3.70	4.70	4.60	4.80	4.40	4.43	0.39	8.8
12	二氟沙星	3.00	2.72	3.20	3.00	3.00	3.00	2.99	0.15	5.0
13	沙拉沙星	5.00	4.10	5.40	5.10	5.40	4.90	4.98	0.48	9.6
14	加替沙星	3.40	2.60	3.40	3.30	3.40	3.40	3.25	0.32	9.8
15	莫西沙星	3.80	2.90	3.90	3.90	3.90	3.90	3.72	0.40	11
16	氟甲喹	4.10	3.20	4.20	4.10	4.10	4.00	3.95	0.37	9.4
17	那氟沙星	4.10	3.20	4.50	4.20	4.30	4.00	4.05	0.45	11

表 1-93 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022年1月1日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.90	3.00	4.10	4.00	4.00	4.00	3.83	0.41	11
2	氟罗沙星	4.40	3.30	4.50	4.40	4.20	4.10	4.15	0.44	11
3	氧氟沙星	4.30	3.60	4.50	4.30	4.40	4.30	4.23	0.32	7.6
4	培氟沙星	5.10	4.10	5.70	5.30	5.10	5.30	5.10	0.54	11
5	依诺沙星	4.60	3.70	5.00	4.60	4.70	4.60	4.53	0.44	9.7
6	诺氟沙星	5.10	4.20	5.70	5.40	5.50	5.30	5.20	0.53	10
7	环丙沙星	4.10	3.40	4.50	4.70	4.40	3.70	4.13	0.50	12
8	恩诺沙星	4.60	3.70	5.00	4.60	4.70	4.60	4.53	0.44	9.7
9	达氟沙星	5.30	4.60	6.00	5.50	5.50	5.40	5.38	0.45	8.4
10	洛美沙星	3.80	2.70	4.00	3.80	3.90	3.40	3.60	0.49	14
11	奥比沙星	3.30	2.50	3.50	3.30	3.40	3.30	3.22	0.36	11
12	二氟沙星	3.80	3.00	4.10	3.80	3.90	3.80	3.73	0.38	10
13	沙拉沙星	4.60	3.40	5.00	4.60	4.90	4.60	4.52	0.57	13
14	加替沙星	3.70	2.90	4.00	3.80	3.80	3.70	3.65	0.38	10
15	莫西沙星	4.20	3.20	4.60	4.20	4.30	4.10	4.10	0.47	11
16	氟甲喹	4.20	3.20	4.40	4.20	4.30	4.10	4.07	0.44	11
17	那氟沙星	4.10	3.40	4.30	4.40	4.50	4.10	4.13	0.39	9.4

1.3.2.5 低浓度海水加标样精密度测试数据

表 1-94~表 1-99 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定低浓度海水加标样的精密度测试数据。

表 1-94 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	3.89	3.67	4.37	3.79	4.10	4.37	4.03	0.30	7.4
2	氟罗沙星	4.58	4.33	4.74	4.33	4.81	4.84	4.61	0.23	5.0
3	氧氟沙星	5.15	4.87	5.24	4.72	5.41	5.18	5.10	0.25	4.9
4	培氟沙星	5.36	6.05	6.44	5.67	6.71	6.91	6.19	0.61	9.9
5	依诺沙星	5.10	5.54	5.46	4.95	5.77	5.89	5.45	0.37	6.8
6	诺氟沙星	4.65	5.55	5.15	5.02	5.64	5.64	5.28	0.40	7.6
7	环丙沙星	4.61	4.72	5.00	4.52	5.13	5.25	4.87	0.30	6.2
8	恩诺沙星	4.83	4.53	4.99	4.68	5.18	5.36	4.93	0.31	6.3
9	达氟沙星	6.08	6.50	6.42	6.31	7.35	6.52	6.53	0.43	6.6
10	洛美沙星	3.83	3.29	3.62	3.42	3.65	3.70	3.59	0.20	5.6
11	奥比沙星	3.07	2.95	3.17	2.73	2.60	2.63	2.86	0.24	8.4
12	二氟沙星	4.74	4.21	4.80	4.19	4.68	4.79	4.57	0.29	6.3
13	沙拉沙星	3.51	3.38	3.46	3.45	3.60	3.52	3.49	0.07	2.0
14	加替沙星	4.69	4.60	4.89	3.84	4.80	5.16	4.66	0.45	9.7
15	莫西沙星	4.86	4.70	5.10	4.73	5.06	5.19	4.94	0.21	4.3
16	氟甲喹	4.65	4.82	4.99	4.64	5.20	4.92	4.87	0.21	4.3
17	那氟沙星	5.04	5.58	5.84	5.49	6.11	6.00	5.68	0.39	6.9

表 1-95 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.40	3.75	4.36	4.52	4.45	4.02	4.25	0.30	7.1
2	氟罗沙星	4.75	4.23	4.78	4.57	4.11	4.30	4.46	0.28	6.3
3	氧氟沙星	4.81	4.66	5.05	4.55	4.55	4.44	4.68	0.22	4.7
4	培氟沙星	5.75	5.16	5.61	5.63	5.47	5.23	5.48	0.24	4.4
5	依诺沙星	4.80	4.44	4.91	5.01	4.91	4.55	4.77	0.23	4.8
6	诺氟沙星	5.16	4.68	5.08	5.16	4.88	5.14	5.02	0.20	4.0
7	环丙沙星	5.13	4.65	4.65	4.84	4.86	4.78	4.82	0.18	3.7
8	恩诺沙星	4.17	4.06	4.38	3.31	3.87	4.81	4.10	0.50	12
9	达氟沙星	5.20	5.17	5.21	4.97	5.13	5.47	5.19	0.16	3.1
10	洛美沙星	3.83	3.28	3.80	3.82	3.80	3.78	3.72	0.22	5.9
11	奥比沙星	3.42	3.06	3.23	3.31	3.41	3.15	3.27	0.14	4.3

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
12	二氟沙星	3.67	3.36	3.92	4.07	3.83	3.71	3.76	0.24	6.4
13	沙拉沙星	3.64	3.59	3.91	3.95	3.44	3.74	3.71	0.19	5.1
14	加替沙星	4.07	4.02	4.16	4.53	4.14	4.38	4.22	0.20	4.7
15	莫西沙星	4.89	4.51	4.53	4.76	4.79	4.35	4.64	0.21	4.5
16	氟甲喹	4.92	4.70	4.89	4.54	5.08	4.81	4.82	0.19	3.9
17	那氟沙星	4.44	4.59	4.80	4.01	4.58	4.48	4.48	0.26	5.8

表 1-96 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.30	5.00	5.70	5.20	5.50	5.20	5.32	0.25	4.7
2	氟罗沙星	5.20	4.90	5.50	5.10	5.40	5.10	5.20	0.22	4.2
3	氧氟沙星	4.70	4.50	4.80	4.60	5.00	4.60	4.70	0.18	3.8
4	培氟沙星	5.10	5.30	5.80	5.50	6.20	5.10	5.50	0.43	7.8
5	依诺沙星	5.10	5.00	5.20	5.30	5.70	5.10	5.23	0.25	4.8
6	诺氟沙星	4.70	4.80	5.00	4.70	5.30	4.60	4.85	0.26	5.4
7	环丙沙星	5.10	5.00	5.50	5.10	5.50	5.10	5.22	0.22	4.2
8	恩诺沙星	5.10	5.20	5.30	5.20	5.80	5.30	5.32	0.25	4.7
9	达氟沙星	4.70	5.00	5.10	5.00	5.80	4.70	5.05	0.40	7.9
10	洛美沙星	5.50	5.10	5.30	5.00	5.30	5.40	5.27	0.19	3.6
11	奥比沙星	4.90	4.30	4.80	4.20	4.30	4.70	4.53	0.30	6.6
12	二氟沙星	5.00	5.00	5.10	4.80	5.10	5.10	5.02	0.12	2.4
13	沙拉沙星	4.80	4.50	4.70	4.60	4.80	4.80	4.70	0.13	2.8
14	加替沙星	5.30	5.00	5.20	5.00	5.40	5.30	5.20	0.17	3.3
15	莫西沙星	5.50	5.30	5.60	5.50	5.90	5.40	5.53	0.21	3.8
16	氟甲喹	5.50	5.50	5.70	5.40	5.90	5.50	5.58	0.18	3.2
17	那氟沙星	5.40	5.70	5.70	5.50	6.10	5.30	5.62	0.29	5.2

表 1-97 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	5.10	4.90	4.70	5.30	5.90	4.70	5.10	0.46	9.0

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
2	氟罗沙星	5.40	5.50	5.80	5.30	6.20	6.20	5.73	0.40	7.0
3	氧氟沙星	6.50	6.40	6.40	5.20	5.90	5.90	6.05	0.49	8.1
4	培氟沙星	6.10	5.90	5.40	6.50	5.40	6.80	6.02	0.57	9.5
5	依诺沙星	5.00	5.90	4.30	4.70	4.90	3.70	4.75	0.74	16
6	诺氟沙星	6.10	5.50	5.30	6.00	5.90	5.70	5.75	0.31	5.4
7	环丙沙星	4.60	5.80	4.50	5.10	6.00	6.10	5.35	0.71	13
8	恩诺沙星	4.50	4.60	4.90	4.80	5.20	5.10	4.85	0.27	5.6
9	达氟沙星	6.70	6.10	6.00	6.20	6.90	6.80	6.45	0.39	6.0
10	洛美沙星	4.20	4.40	4.00	4.10	5.20	6.00	4.65	0.79	17
11	奥比沙星	3.90	4.00	3.90	4.10	5.10	5.20	4.37	0.61	14
12	二氟沙星	5.90	5.60	5.80	5.80	5.40	6.00	5.75	0.22	3.8
13	沙拉沙星	4.00	4.20	3.50	4.50	4.40	5.40	4.33	0.63	15
14	加替沙星	4.60	4.10	4.30	3.50	5.00	5.50	4.50	0.70	16
15	莫西沙星	6.50	6.80	6.00	6.70	5.80	5.40	6.20	0.55	8.9
16	氟甲喹	4.10	5.00	4.90	5.00	5.90	4.60	4.92	0.59	12
17	那氟沙星	5.30	6.80	5.20	4.40	5.70	4.10	5.25	0.96	18

表 1-98 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.60	4.50	5.00	4.50	5.00	4.80	4.73	0.23	4.9
2	氟罗沙星	4.60	4.50	5.10	4.70	5.00	4.80	4.78	0.23	4.8
3	氧氟沙星	5.00	4.90	5.30	5.10	5.30	5.10	5.12	0.16	3.1
4	培氟沙星	4.70	5.10	5.40	5.10	6.00	4.90	5.20	0.46	8.8
5	依诺沙星	4.60	4.70	4.90	5.00	5.30	4.60	4.85	0.27	5.6
6	诺氟沙星	4.70	4.90	5.10	5.00	5.40	4.80	4.98	0.25	5.0
7	环丙沙星	4.60	4.60	5.00	4.80	5.20	4.70	4.82	0.24	5.0
8	恩诺沙星	4.70	4.70	4.90	4.70	5.20	4.80	4.83	0.20	4.1
9	达氟沙星	4.60	4.90	5.10	4.90	5.70	4.80	5.00	0.38	7.6
10	洛美沙星	4.70	4.50	4.70	4.50	4.70	4.80	4.65	0.12	2.6
11	奥比沙星	4.50	4.30	4.50	4.40	4.60	4.50	4.47	0.10	2.2
12	二氟沙星	4.80	4.10	4.80	4.20	4.20	4.80	4.48	0.35	7.8
13	沙拉沙星	4.50	4.20	4.40	4.30	4.40	4.50	4.38	0.12	2.7
14	加替沙星	4.60	4.50	4.60	4.60	4.70	4.70	4.62	0.08	1.7
15	莫西沙星	5.00	5.10	5.20	5.00	5.30	5.10	5.12	0.12	2.3

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
16	氟甲喹	5.00	5.00	5.10	4.90	5.30	4.90	5.03	0.15	3.0
17	那氟沙星	4.70	4.80	4.80	4.80	5.10	4.60	4.80	0.17	3.5

表 1-99 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	4.60	4.40	5.00	4.60	4.80	4.70	4.68	0.20	4.3
2	氟罗沙星	4.50	4.50	4.90	4.50	4.90	4.60	4.65	0.20	4.3
3	氧氟沙星	5.00	4.90	5.10	4.90	5.30	5.10	5.05	0.15	3.0
4	培氟沙星	4.80	5.00	5.50	5.00	6.00	5.00	5.22	0.45	8.6
5	依诺沙星	4.60	4.70	5.00	4.90	5.40	4.70	4.88	0.29	5.9
6	诺氟沙星	4.80	4.90	5.30	4.90	5.50	4.80	5.03	0.29	5.8
7	环丙沙星	4.50	4.50	4.50	4.40	4.80	4.30	4.50	0.17	3.8
8	恩诺沙星	4.60	4.70	4.90	4.70	5.10	4.80	4.80	0.18	3.8
9	达氟沙星	4.50	4.90	5.10	4.70	5.60	4.60	4.90	0.40	8.2
10	洛美沙星	4.80	4.00	4.30	4.10	4.30	4.90	4.40	0.37	8.4
11	奥比沙星	4.60	3.90	4.70	4.00	3.90	4.60	4.28	0.39	9.1
12	二氟沙星	4.40	4.30	4.60	4.30	4.40	4.50	4.42	0.12	2.7
13	沙拉沙星	4.20	4.10	4.40	4.10	4.20	4.90	4.32	0.31	7.2
14	加替沙星	4.70	4.50	4.80	4.40	4.80	4.70	4.65	0.16	3.4
15	莫西沙星	4.80	4.90	5.00	4.90	5.20	5.20	5.00	0.17	3.4
16	氟甲喹	5.00	5.10	5.10	5.00	5.40	5.00	5.10	0.15	2.9
17	那氟沙星	4.80	4.80	5.10	4.70	5.40	4.70	4.92	0.28	5.7

1.3.2.6 中浓度地表水加标样精密度测试数据

表 1-100~表 1-105 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定中浓度地表水加标样的精密度测试数据。

表 1-100 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	15.6	14.6	16.0	15.5	15.6	15.6	15.5	0.47	3.0
2	氟罗沙星	16.5	16.4	16.1	16.1	16.6	16.5	16.4	0.22	1.3
3	氧氟沙星	32.1	32.4	32.2	33.0	33.5	33.0	32.7	0.55	1.7
4	培氟沙星	28.1	26.7	29.2	28.3	28.0	28.2	28.1	0.80	2.8
5	依诺沙星	21.3	20.8	21.9	21.4	21.5	21.0	21.3	0.39	1.8
6	诺氟沙星	23.5	22.0	22.8	22.9	22.4	22.8	22.7	0.50	2.2
7	环丙沙星	20.7	19.1	21.8	20.6	20.1	20.1	20.4	0.89	4.4
8	恩诺沙星	20.2	20.9	20.3	20.8	20.5	20.8	20.6	0.29	1.4
9	达氟沙星	26.9	27.8	27.1	27.5	27.9	27.4	27.4	0.39	1.4
10	洛美沙星	15.4	16.1	16.0	15.5	15.8	15.6	15.7	0.28	1.8
11	奥比沙星	12.3	12.4	12.3	12.8	12.7	12.3	12.5	0.23	1.8
12	二氟沙星	22.3	23.4	23.1	23.1	23.0	23.8	23.1	0.50	2.2
13	沙拉沙星	16.2	17.5	16.7	17.4	17.0	17.7	17.1	0.56	3.3
14	加替沙星	25.3	25.0	25.9	25.1	25.0	24.7	25.2	0.41	1.6
15	莫西沙星	26.9	25.4	25.8	26.0	25.8	25.3	25.9	0.57	2.2
16	氟甲喹	23.6	24.8	22.6	22.8	23.6	23.2	23.4	0.78	3.3
17	那氟沙星	19.1	19.8	18.7	19.4	18.8	18.1	19.0	0.59	3.1

表 1-101 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021年11月25日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	18.6	19.1	19.9	19.5	18.7	18.2	19.0	0.64	3.4
2	氟罗沙星	14.7	15.3	15.6	14.0	14.9	14.0	14.8	0.64	4.3
3	氧氟沙星	27.4	27.6	28.5	27.2	28.5	26.4	27.6	0.82	3.0
4	培氟沙星	29.3	29.4	29.8	28.0	29.3	27.7	28.9	0.86	3.0
5	依诺沙星	22.3	22.9	22.9	21.4	22.8	22.6	22.5	0.57	2.5
6	诺氟沙星	21.7	22.3	22.2	21.4	21.9	21.9	21.9	0.34	1.6
7	环丙沙星	20.6	20.7	21.4	20.9	21.1	20.4	20.8	0.38	1.8
8	恩诺沙星	16.7	15.8	17.3	16.7	17.3	16.6	16.7	0.55	3.3
9	达氟沙星	21.8	22.3	24.0	21.3	24.0	22.2	22.6	1.1	4.9
10	洛美沙星	11.2	11.3	12.4	11.5	12.3	10.5	11.5	0.72	6.3
11	奥比沙星	10.6	10.9	11.4	10.8	10.8	11.0	10.9	0.26	2.4
12	二氟沙星	14.6	12.9	13.3	12.9	12.6	12.5	13.1	0.78	6.0
13	沙拉沙星	14.3	14.4	14.7	13.4	14.4	13.6	14.1	0.51	3.6
14	加替沙星	17.1	17.2	17.0	15.1	17.5	16.7	16.8	0.86	5.1

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
15	莫西沙星	22.5	23.3	23.9	24.3	23.1	22.9	23.3	0.67	2.9
16	氟甲喹	20.8	20.7	21.5	23.1	22.7	21.3	21.7	0.99	4.6
17	那氟沙星	16.9	16.3	16.7	18.1	18.5	17.3	17.3	0.87	5.0

表 1-102 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	19.5	19.2	18.9	19.3	19.3	18.9	19.2	0.24	1.3
2	氟罗沙星	20.8	20.9	20.5	21.3	20.8	21.1	20.9	0.28	1.3
3	氧氟沙星	32.3	33.0	31.4	33.5	33.6	32.8	32.8	0.82	2.5
4	培氟沙星	26.0	26.0	25.6	25.5	25.9	25.0	25.7	0.39	1.5
5	依诺沙星	22.6	22.8	21.8	22.4	22.7	22.3	22.4	0.36	1.6
6	诺氟沙星	27.0	26.8	25.8	25.9	27.0	26.1	26.4	0.56	2.1
7	环丙沙星	21.6	21.2	20.7	20.9	21.4	20.9	21.1	0.34	1.6
8	恩诺沙星	21.0	20.7	21.1	21.5	21.2	20.6	21.0	0.33	1.6
9	达氟沙星	25.4	25.7	25.6	25.5	25.9	25.4	25.6	0.19	0.7
10	洛美沙星	17.0	17.2	16.8	16.9	17.4	16.9	17.0	0.23	1.4
11	奥比沙星	16.7	16.9	16.5	17.5	16.9	16.8	16.9	0.34	2.0
12	二氟沙星	19.3	19.0	18.5	19.2	19.2	18.8	19.0	0.30	1.6
13	沙拉沙星	18.7	19.4	19.3	19.1	19.4	18.7	19.1	0.33	1.7
14	加替沙星	17.8	18.5	18.2	18.2	18.6	17.8	18.2	0.34	1.9
15	莫西沙星	19.2	19.4	19.4	19.3	19.5	19.1	19.3	0.15	0.8
16	氟甲喹	18.7	18.7	18.5	18.5	18.2	18.1	18.5	0.25	1.4
17	那氟沙星	19.1	18.9	18.6	18.7	18.8	18.1	18.7	0.34	1.8

表 1-103 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	16.6	16.2	15.5	16.8	15.0	18.0	16.4	1.1	6.7
2	氟罗沙星	16.9	16.7	16.5	17.7	16.6	17.8	17.0	0.57	3.4
3	氧氟沙星	47.5	41.6	39.5	39.6	46.4	48.8	43.9	4.2	9.6
4	培氟沙星	16.1	16.2	16.5	18.9	17.0	18.4	17.2	1.2	7.0

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
5	依诺沙星	19.4	18.9	19.4	19.3	16.3	20.4	19.0	1.4	7.4
6	诺氟沙星	31.0	31.9	27.3	27.6	29.3	28.9	29.3	1.8	6.1
7	环丙沙星	13.6	13.0	14.7	14.3	14.5	15.1	14.2	0.77	5.4
8	恩诺沙星	23.5	21.7	21.9	24.9	22.0	22.8	22.8	1.2	5.3
9	达氟沙星	22.2	22.1	22.9	24.8	23.0	24.8	23.3	1.2	5.2
10	洛美沙星	14.8	15.8	15.7	15.6	14.8	15.8	15.4	0.48	3.1
11	奥比沙星	14.2	14.0	15.0	14.5	14.2	15.0	14.5	0.43	3.0
12	二氟沙星	19.1	17.4	18.1	15.4	17.9	19.6	17.9	1.5	8.4
13	沙拉沙星	15.3	15.4	16.0	15.2	15.2	17.5	15.8	0.90	5.7
14	加替沙星	16.2	15.6	16.1	16.1	16.2	17.6	16.3	0.68	4.2
15	莫西沙星	22.9	21.1	21.4	23.8	21.2	21.4	22.0	1.1	5.0
16	氟甲喹	16.4	15.2	16.0	16.0	14.1	15.5	15.5	0.82	5.3
17	那氟沙星	22.4	24.3	21.0	20.4	22.6	21.2	22.0	1.4	6.4

表 1-104 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	18.9	18.4	18.8	19.2	19.7	19.3	19.1	0.45	2.4
2	氟罗沙星	20.7	20.2	20.3	21.0	21.4	20.3	20.7	0.48	2.3
3	氧氟沙星	33.1	32.5	31.6	33.3	33.1	32.3	32.7	0.64	2
4	培氟沙星	24.9	24.1	24.3	24.7	24.9	24.7	24.6	0.33	1.3
5	依诺沙星	21.8	21.8	21.8	21.9	22.1	22.2	21.9	0.18	0.8
6	诺氟沙星	25.7	25.3	25.0	25.9	25.5	25.9	25.6	0.36	1.4
7	环丙沙星	20.5	20.1	20.1	20.4	20.8	20.8	20.5	0.31	1.5
8	恩诺沙星	21.9	21.6	21.3	22.1	21.8	21.2	21.7	0.35	1.6
9	达氟沙星	25.0	24.8	23.9	25.0	24.7	24.5	24.7	0.41	1.7
10	洛美沙星	17.7	17.4	17.1	17.6	18.0	17.4	17.5	0.31	1.8
11	奥比沙星	19.2	18.5	18.6	19.0	19.0	18.3	18.8	0.35	1.9
12	二氟沙星	16.7	16.4	16.4	17.1	17.0	16.1	16.6	0.39	2.3
13	沙拉沙星	19.6	19.1	18.9	19.5	19.7	18.7	19.3	0.41	2.1
14	加替沙星	18.7	18.2	18.0	18.8	18.3	18.2	18.4	0.31	1.7
15	莫西沙星	20.6	19.8	20.1	20.8	20.6	20.2	20.4	0.38	1.9
16	氟甲喹	19.9	19.7	19.3	20.1	19.8	19.6	19.7	0.27	1.4
17	那氟沙星	20.7	20.6	20.2	20.7	20.4	20.5	20.5	0.19	0.9

表 1-105 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	18.7	18.2	18.2	18.4	18.7	18.0	18.4	0.29	1.6
2	氟罗沙星	20.5	19.6	19.7	19.6	20.3	19.5	19.9	0.42	2.1
3	氧氟沙星	33.2	32.1	31.4	32.0	32.7	32.5	32.3	0.62	1.9
4	培氟沙星	25.1	24.8	24.2	25.0	24.9	24.6	24.8	0.33	1.3
5	依诺沙星	22.3	22.1	21.9	22.6	22.3	21.7	22.2	0.32	1.4
6	诺氟沙星	25.8	25.9	25.6	26.3	25.4	25.4	25.7	0.34	1.3
7	环丙沙星	19.1	19.5	19.1	19.8	19.4	19.1	19.3	0.29	1.5
8	恩诺沙星	22.1	21.4	21.4	21.6	22.2	21.5	21.7	0.36	1.7
9	达氟沙星	25.2	24.4	24.0	24.9	24.7	24.8	24.7	0.42	1.7
10	洛美沙星	18.2	15.5	15.6	16.0	16.0	15.8	16.2	1.0	6.2
11	奥比沙星	16.0	15.5	15.5	16.0	16.3	15.5	15.8	0.35	2.2
12	二氟沙星	19.0	18.6	18.5	18.6	19.3	18.4	18.7	0.34	1.8
13	沙拉沙星	18.6	18.7	18.3	18.4	18.9	18.2	18.5	0.26	1.4
14	加替沙星	18.6	18.4	17.9	18.8	18.9	17.8	18.4	0.46	2.5
15	莫西沙星	19.2	20.0	18.8	19.7	20.0	18.9	19.4	0.54	2.8
16	氟甲喹	20.3	20.3	20.0	20.5	20.3	20.0	20.2	0.20	1.0
17	那氟沙星	20.8	20.3	20.0	20.9	20.2	20.3	20.4	0.35	1.7

1.3.2.7 中浓度生活污水加标样精密度测试数据

表 1-106~表 1-111 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定中浓度生活污水加标样的精密度测试数据。

表 1-106 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	14.1	14.9	17.8	15.9	15.4	15.6	15.6	1.2	8.0
2	氟罗沙星	13.7	13.4	14.6	14.4	13.4	14.5	14.0	0.56	7.7
3	氧氟沙星	27.4	26.7	28.6	28.7	26.4	28.8	27.8	1.2	4.0
4	培氟沙星	19.5	19.3	21.4	22.7	20.3	20.5	20.6	1.3	4.3
5	依诺沙星	18.1	18.3	20.3	21.5	19.1	19.5	19.5	1.3	6.3
6	诺氟沙星	19.3	21.3	21.6	22.1	19.6	21.0	20.8	1.1	6.7

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	17.4	19.3	20.2	20.7	19.0	19.4	19.3	1.1	5.3
8	恩诺沙星	15.6	14.4	16.1	16.8	14.4	16.3	15.6	1.0	5.7
9	达氟沙星	19.9	18.9	19.8	22.0	18.9	20.0	19.9	1.1	6.4
10	洛美沙星	12.4	13.0	13.7	13.7	12.9	14.2	13.3	0.66	5.5
11	奥比沙星	10.4	10.2	12.0	10.4	10.4	11.3	10.8	0.71	5.0
12	二氟沙星	16.9	14.5	17.2	16.8	14.5	16.7	16.1	1.3	6.6
13	沙拉沙星	13.3	12.0	13.8	13.2	12.0	13.5	13.0	0.78	8.1
14	加替沙星	17.4	18.2	18.4	18.1	16.9	17.1	17.7	0.63	6.0
15	莫西沙星	19.3	19.0	20.6	21.3	19.6	19.9	20.0	0.86	3.6
16	氟甲喹	18.6	19.9	20.7	20.4	20.2	20.1	20.0	0.73	4.3
17	那氟沙星	16.8	14.8	17.3	17.2	16.1	15.9	16.4	0.95	3.7

表 1-107 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021年11月25日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	19.1	15.2	18.8	17.6	16.3	17.6	17.4	1.5	8.6
2	氟罗沙星	15.5	14.2	15.3	14.8	14.0	15.1	14.8	0.61	4.1
3	氧氟沙星	28.1	25.3	26.7	25.2	25.5	27.5	26.4	1.2	4.5
4	培氟沙星	24.1	19.5	24.4	23.2	21.8	24.2	22.9	1.9	8.3
5	依诺沙星	21.8	18.5	22.2	20.1	19.1	21.7	20.6	1.6	7.8
6	诺氟沙星	23.6	19.3	22.1	21.8	20.3	21.6	21.5	1.5	7.0
7	环丙沙星	22.4	18.3	21.1	20.4	20.2	20.4	20.5	1.4	6.8
8	恩诺沙星	15.8	13.3	13.1	14.7	14.6	14.4	14.3	0.97	6.8
9	达氟沙星	21.6	18.6	18.6	20.6	19.1	20.4	19.8	1.2	6.1
10	洛美沙星	12.1	11.0	11.1	11.4	11.2	11.4	11.4	0.41	3.6
11	奥比沙星	10.9	11.5	10.8	11.6	11.4	11.2	11.2	0.33	2.9
12	二氟沙星	13.0	10.3	11.8	11.0	11.7	12.1	11.6	0.93	8.0
13	沙拉沙星	13.9	11.7	12.9	12.5	12.7	13.1	12.8	0.73	5.7
14	加替沙星	16.0	14.2	14.5	13.2	13.8	14.6	14.4	0.94	6.5
15	莫西沙星	20.8	16.8	20.5	19.8	18.1	20.3	19.4	1.6	8.2
16	氟甲喹	20.2	18.2	17.7	18.1	18.4	18.7	18.5	0.86	4.6
17	那氟沙星	17.7	15.9	15.1	15.8	16.5	16.1	16.2	0.87	5.4

表 1-108 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	20.9	24.2	24.9	21.1	25.0	24.3	23.4	1.9	8.1
2	氟罗沙星	21.0	23.3	24.0	19.2	22.9	21.3	22.0	1.8	8.2
3	氧氟沙星	30.7	31.8	32.9	25.0	32.2	28.8	30.2	2.9	9.6
4	培氟沙星	17.6	19.7	19.9	15.8	19.5	18.6	18.5	1.6	8.6
5	依诺沙星	19.5	22.8	23.4	19.6	23.4	22.1	21.8	1.8	8.3
6	诺氟沙星	20.1	22.6	23.4	20.1	24.1	22.4	22.1	1.7	7.7
7	环丙沙星	20.7	24.1	24.6	21.3	24.6	24.5	23.3	1.8	7.7
8	恩诺沙星	20.3	22.1	23.1	16.4	22.3	18.9	20.5	2.5	12
9	达氟沙星	19.5	20.3	21.4	15.4	20.3	17.4	19.1	2.2	12
10	洛美沙星	23.7	25.9	26.4	22.2	25.9	23.3	24.6	1.7	6.9
11	奥比沙星	27.2	29.4	25.1	28.2	29.5	29.4	28.1	1.8	6.4
12	二氟沙星	24.5	24.7	25.9	20.6	24.5	23.0	23.9	1.9	7.9
13	沙拉沙星	25.4	25.1	26.3	21.3	26.4	23.7	24.7	1.9	7.7
14	加替沙星	25.3	25.1	26.4	22.1	26.2	23.9	24.8	1.6	6.5
15	莫西沙星	23.4	24.2	25.6	21.3	25.1	24.5	24.0	1.5	6.3
16	氟甲喹	22.4	22.9	22.7	22.3	24.0	23.2	22.9	0.62	2.7
17	那氟沙星	22.3	21.9	22.1	22.1	24.1	22.0	22.4	0.84	3.8

表 1-109 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	18.0	17.7	16.8	17.1	20.0	17.1	17.8	1.2	6.7
2	氟罗沙星	17.8	16.5	17.4	17.9	18.7	17.0	17.6	0.77	4.4
3	氧氟沙星	42.7	39.3	40.1	36.0	43.5	41.9	40.6	2.7	6.7
4	培氟沙星	18.4	18.1	20.3	20.3	18.9	19.2	19.2	0.93	4.8
5	依诺沙星	20.4	18.7	19.0	20.5	20.4	18.8	19.6	0.88	4.5
6	诺氟沙星	18.9	15.6	18.0	19.2	19.8	16.8	18.1	1.6	8.8
7	环丙沙星	15.1	15.8	15.7	17.1	18.3	15.4	16.2	1.2	7.4
8	恩诺沙星	22.8	22.1	23.1	22.7	20.6	19.6	21.8	1.4	6.4
9	达氟沙星	24.8	21.7	22.0	23.7	24.9	22.2	23.2	1.4	6.0
10	洛美沙星	15.8	15.8	16.0	17.3	18.2	17.2	16.7	1.0	6.0

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	15.0	14.7	15.0	14.5	16.3	14.7	15.0	0.65	4.3
12	二氟沙星	19.6	18.4	17.7	19.4	21.6	18.0	19.1	1.4	7.3
13	沙拉沙星	14.5	13.4	13.4	14.8	15.4	12.5	14.0	1.1	7.9
14	加替沙星	14.6	13.8	12.8	14.6	15.8	13.7	14.2	1.0	7.0
15	莫西沙星	21.4	20.7	20.2	22.6	23.8	21.1	21.6	1.3	6.0
16	氟甲喹	12.5	14.4	14.1	12.6	15.2	12.1	13.5	1.3	9.6
17	那氟沙星	21.2	19.4	21.7	19.5	20.4	18.6	20.1	1.2	6.0

表 1-110 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022年1月1日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	21.1	21.2	22.0	17.8	21.2	20.6	20.7	1.5	7.2
2	氟罗沙星	22.9	23.0	23.5	20.4	23.7	23.0	22.8	1.2	5.3
3	氧氟沙星	37.4	38.8	39.3	31.9	39.6	38.6	37.6	2.9	7.7
4	培氟沙星	18.3	18.2	19.5	14.7	18.5	17.3	17.8	1.7	9.6
5	依诺沙星	20.9	21.2	22.5	18.0	21.6	20.5	20.8	1.5	7.2
6	诺氟沙星	23.2	23.7	25.2	20.3	24.4	23.2	23.3	1.7	7.3
7	环丙沙星	20.4	20.6	22.1	17.7	21.2	20.3	20.4	1.5	7.4
8	恩诺沙星	21.4	22.5	22.8	17.6	23.6	21.3	21.5	2.1	9.8
9	达氟沙星	21.4	21.4	22.3	17.4	22.9	20.5	21.0	1.9	9.0
10	洛美沙星	22.3	22.0	23.3	20.9	23.7	23.2	22.6	1.0	4.4
11	奥比沙星	24.3	25.6	26.5	25.9	26.2	28.3	26.1	1.3	5.0
12	二氟沙星	24.2	24.3	25.6	21.0	25.7	25.6	24.4	1.8	7.4
13	沙拉沙星	24.6	24.9	26.2	23.3	26.8	26.6	25.4	1.4	5.5
14	加替沙星	24.2	24.9	26.2	23.0	27.0	26.6	25.3	1.6	6.3
15	莫西沙星	21.2	21.3	23.5	18.1	22.2	21.8	21.4	1.8	8.4
16	氟甲喹	21.5	21.1	21.6	20.9	22.5	21.6	21.5	0.55	2.6
17	那氟沙星	20.0	20.4	20.4	19.5	21.7	19.0	20.2	0.93	4.6

表 1-111 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	22.3	22.9	22.1	18.6	21.6	20.7	21.4	1.5	7.0
2	氟罗沙星	23.9	24.2	24.3	20.8	24.0	23.9	23.5	1.3	5.5
3	氧氟沙星	37.6	38.8	40.0	32.0	38.9	39.3	37.8	2.9	7.7
4	培氟沙星	18.3	18.7	18.5	14.7	18.2	16.7	17.5	1.6	9.1
5	依诺沙星	20.6	21.4	21.2	17.8	21.9	19.8	20.5	1.5	7.3
6	诺氟沙星	23.5	23.9	24.4	20.3	24.6	23.1	23.3	1.6	6.9
7	环丙沙星	21.7	23.0	22.7	18.9	22.9	21.7	21.8	1.5	6.9
8	恩诺沙星	21.3	22.3	23.3	17.4	22.8	21.5	21.4	2.1	9.8
9	达氟沙星	21.5	21.8	23.0	17.0	22.3	21.5	21.2	2.1	9.9
10	洛美沙星	24.7	25.2	26.6	23.0	26.1	26.5	25.4	1.4	5.5
11	奥比沙星	24.4	24.3	26.0	20.9	25.4	25.7	24.5	1.9	7.8
12	二氟沙星	26.2	27.6	26.0	27.3	26.6	27.3	26.8	0.66	2.5
13	沙拉沙星	25.6	26.3	27.8	23.6	27.9	27.9	26.5	1.7	6.4
14	加替沙星	24.7	25.2	26.6	22.6	26.5	25.9	25.3	1.5	5.9
15	莫西沙星	22.5	23.2	23.8	19.6	23.5	21.8	22.4	1.6	7.1
16	氟甲喹	21.1	21.1	21.5	20.5	21.8	21.6	21.3	0.47	2.2
17	那氟沙星	20.2	19.8	19.0	20.1	20.1	19.8	19.8	0.44	2.2

1.3.2.8 高浓度工业废水加标样精密度测试数据

表 1-112~表 1-117 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定高浓度工业废水加标样的精密度测试数据。

表 1-112 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	137	134	139	134	138	136	136	2.1	1.5
2	氟罗沙星	147	147	154	147	145	152	149	3.5	2.3
3	氧氟沙星	240	237	244	233	227	237	236	5.9	2.5
4	培氟沙星	157	151	154	159	159	157	156	3.1	2
5	依诺沙星	152	153	148	156	153	150	152	2.8	1.8
6	诺氟沙星	159	154	160	166	158	164	160	4.3	2.7

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	161	155	153	156	156	162	157	3.5	2.2
8	恩诺沙星	151	158	160	156	150	156	155	3.9	2.5
9	达氟沙星	178	181	186	182	174	188	182	5.1	2.8
10	洛美沙星	140	137	142	138	134	141	139	2.9	2.1
11	奥比沙星	113	105	112	108	108	110	109	2.9	2.7
12	二氟沙星	150	151	161	155	146	154	153	5.1	3.3
13	沙拉沙星	141	138	145	144	137	147	142	4.0	2.8
14	加替沙星	151	148	156	149	147	157	151	4.2	2.8
15	莫西沙星	161	166	162	169	168	165	165	3.2	1.9
16	氟甲喹	138	151	151	142	147	146	146	5.1	3.5
17	那氟沙星	99.0	107	102	101	108	103	103	3.5	3.4

表 1-113 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	150	164	163	160	148	150	156	7.4	4.7
2	氟罗沙星	185	194	190	199	181	186	189	6.6	3.5
3	氧氟沙星	283	295	294	299	274	286	289	9.2	3.2
4	培氟沙星	186	202	200	198	184	191	193	7.7	4
5	依诺沙星	168	180	180	177	164	162	172	7.9	4.6
6	诺氟沙星	169	182	177	178	164	161	172	8.4	4.9
7	环丙沙星	167	178	179	177	163	163	171	7.4	4.3
8	恩诺沙星	190	184	196	199	173	178	187	10	5.3
9	达氟沙星	223	234	223	235	212	210	223	11	4.9
10	洛美沙星	164	165	163	174	157	158	163	6.1	3.7
11	奥比沙星	129	138	135	143	125	139	135	6.5	4.8
12	二氟沙星	165	171	169	168	157	157	165	6.2	3.8
13	沙拉沙星	167	173	175	176	161	163	169	6.4	3.8
14	加替沙星	171	181	174	180	162	166	172	7.3	4.2
15	莫西沙星	173	180	183	181	169	165	175	7.5	4.3
16	氟甲喹	185	178	188	177	156	166	175	12	6.9
17	那氟沙星	170	165	180	166	145	156	164	12	7.3

表 1-114 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	162	178	172	152	160	155	163	9.7	6.0
2	氟罗沙星	177	191	186	172	174	172	179	7.9	4.4
3	氧氟沙星	275	280	280	260	263	260	270	9.8	3.6
4	培氟沙星	203	211	211	188	199	192	201	9.4	4.7
5	依诺沙星	174	188	186	169	173	172	177	8.0	4.5
6	诺氟沙星	184	200	197	180	187	184	189	8.0	4.2
7	环丙沙星	164	181	177	161	165	164	169	8.3	4.9
8	恩诺沙星	175	183	183	172	168	174	176	6.0	3.4
9	达氟沙星	249	259	258	246	243	244	250	7.2	2.9
10	洛美沙星	136	142	139	132	132	130	135	4.6	3.4
11	奥比沙星	109	116	114	105	106	101	108	5.8	5.4
12	二氟沙星	145	153	150	141	137	134	143	7.4	5.2
13	沙拉沙星	132	144	138	133	129	128	134	6.2	4.6
14	加替沙星	136	143	139	134	130	130	135	5.0	3.7
15	莫西沙星	143	156	151	140	140	139	145	7.1	4.9
16	氟甲喹	147	154	154	145	145	144	148	4.9	3.3
17	那氟沙星	142	148	149	142	139	140	143	4.1	2.9

表 1-115 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	176	194	190	181	178	181	183	7.1	3.9
2	氟罗沙星	184	201	212	223	185	219	204	17	8.3
3	氧氟沙星	311	345	349	327	331	343	334	14	4.2
4	培氟沙星	179	186	183	172	167	179	177	7.0	4.0
5	依诺沙星	175	194	191	179	183	180	184	7.2	3.9
6	诺氟沙星	166	169	173	151	152	150	160	10	6.3
7	环丙沙星	146	150	138	143	139	150	144	5.2	3.6
8	恩诺沙星	168	156	178	179	159	163	167	9.5	5.7
9	达氟沙星	166	155	155	171	154	164	161	7.2	4.5
10	洛美沙星	124	134	134	128	123	125	128	4.9	3.8

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	169	159	166	197	167	186	174	14	8.0
12	二氟沙星	146	136	137	154	141	144	143	6.5	4.5
13	沙拉沙星	121	150	148	140	138	136	139	10	7.2
14	加替沙星	138	150	149	138	138	129	140	8.0	5.7
15	莫西沙星	211	227	222	211	211	207	215	7.9	3.7
16	氟甲喹	159	172	172	170	156	170	167	7.2	4.3
17	那氟沙星	167	164	176	170	158	162	166	6.5	3.9

表 1-116 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	160	170	168	157	160	153	161	6.4	4.0
2	氟罗沙星	167	182	180	166	173	164	172	7.5	4.4
3	氧氟沙星	253	275	266	248	259	247	258	11	4.3
4	培氟沙星	199	204	205	191	203	192	199	6.3	3.2
5	依诺沙星	171	182	180	170	174	171	175	5.2	3.0
6	诺氟沙星	187	196	196	184	186	184	189	5.8	3.1
7	环丙沙星	166	175	175	164	165	163	168	5.6	3.3
8	恩诺沙星	168	182	181	167	171	166	173	7.2	4.2
9	达氟沙星	222	240	237	222	226	223	229	8.2	3.6
10	洛美沙星	129	141	139	127	132	128	133	5.8	4.4
11	奥比沙星	138	150	149	137	140	135	141	6.5	4.6
12	二氟沙星	109	120	117	106	111	105	111	6.1	5.5
13	沙拉沙星	131	142	139	129	131	127	133	6.0	4.5
14	加替沙星	129	139	140	126	128	127	131	6.5	5.0
15	莫西沙星	144	154	158	142	143	142	147	7.0	4.8
16	氟甲喹	149	155	156	145	147	144	149	5.4	3.6
17	那氟沙星	143	152	149	142	145	143	146	3.9	2.7

表 1-117 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	155	161	164	146	155	149	155	6.9	4.5
2	氟罗沙星	166	172	180	157	167	160	167	8.1	4.9
3	氧氟沙星	255	265	270	241	254	244	255	11	4.3
4	培氟沙星	188	189	194	178	187	180	186	5.9	3.2
5	依诺沙星	175	183	186	172	174	171	177	6.2	3.5
6	诺氟沙星	188	195	199	183	188	186	190	6.0	3.2
7	环丙沙星	165	171	173	159	163	163	166	5.3	3.2
8	恩诺沙星	170	179	183	166	169	166	172	7.0	4.1
9	达氟沙星	241	254	260	235	242	238	245	9.8	4.0
10	洛美沙星	127	133	135	123	126	123	128	5.0	3.9
11	奥比沙星	97.4	103	105	92.5	98.4	91.1	98.0	5.6	5.7
12	二氟沙星	136	143	145	131	134	131	137	6.2	4.5
13	沙拉沙星	128	135	136	124	125	124	129	5.5	4.3
14	加替沙星	129	135	136	124	126	124	129	5.4	4.2
15	莫西沙星	152	155	159	146	146	142	150	6.2	4.1
16	氟甲喹	152	160	159	150	151	149	153	4.7	3.1
17	那氟沙星	141	148	146	138	142	139	142	4.0	2.8

1.3.2.9 高浓度农业废水加标样精密度测试数据

表 1-118~表 1-123 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定高浓度农业废水加标样的精密度测试数据。

表 1-118 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	124	105	126	113	117	112	116	7.9	6.8
2	氟罗沙星	124	104	118	106	117	110	113	7.8	6.9
3	氧氟沙星	163	136	151	134	150	144	146	11	7.5
4	培氟沙星	204	168	201	176	197	180	188	15	8.0
5	依诺沙星	164	137	162	144	160	143	152	12	7.9
6	诺氟沙星	170	143	176	153	164	154	160	12	7.5

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
7	环丙沙星	164	142	164	153	162	155	157	8.6	5.5
8	恩诺沙星	162	132	154	130	155	141	146	13	8.9
9	达氟沙星	208	163	198	169	202	182	187	19	10
10	洛美沙星	140	124	136	120	131	128	130	7.4	5.7
11	奥比沙星	127	116	119	118	115	125	120	4.9	4.1
12	二氟沙星	212	177	204	180	196	193	194	14	7.2
13	沙拉沙星	156	137	150	136	149	145	146	7.8	5.3
14	加替沙星	238	205	230	200	226	223	220	15	6.8
15	莫西沙星	229	197	235	215	225	216	220	13	5.9
16	氟甲喹	155	140	158	142	159	157	152	8.5	5.6
17	那氟沙星	139	120	149	119	143	136	134	12	9.0

表 1-119 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	136	129	139	129	134	133	133	3.8	2.9
2	氟罗沙星	127	110	110	138	117	113	119	11	9.2
3	氧氟沙星	130	115	113	146	120	121	124	12	9.7
4	培氟沙星	206	185	202	190	200	208	199	9.1	4.6
5	依诺沙星	165	147	160	148	159	159	156	7.1	4.6
6	诺氟沙星	162	153	158	152	156	162	157	4.5	2.9
7	环丙沙星	159	156	156	153	152	162	156	3.5	2.2
8	恩诺沙星	114	108	98.9	132	104	114	112	12	11
9	达氟沙星	165	154	141	192	150	168	162	18	11
10	洛美沙星	98.9	97.7	94.2	113	99.1	93.4	99.4	7.2	7.2
11	奥比沙星	98.5	93.9	91.9	110	91.9	95.0	96.9	7.0	7.2
12	二氟沙星	105	94.4	94.2	123	94.3	95.1	101	12	12
13	沙拉沙星	133	116	115	143	122	118	125	11	8.8
14	加替沙星	148	132	125	163	134	138	140	14	10
15	莫西沙星	184	179	185	167	181	182	180	6.4	3.6
16	氟甲喹	154	148	128	153	160	163	151	12	7.9
17	那氟沙星	120	122	96.4	124	123	134	120	13	11

表 1-120 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	166	140	149	164	143	165	154	12	7.8
2	氟罗沙星	171	154	157	178	155	172	165	10	6.1
3	氧氟沙星	143	126	129	150	126	142	136	10	7.4
4	培氟沙星	173	136	149	167	139	172	156	17	11
5	依诺沙星	171	137	149	174	139	169	156	17	11
6	诺氟沙星	179	144	160	179	150	179	165	16	9.7
7	环丙沙星	171	145	150	172	149	173	160	13	8.1
8	恩诺沙星	171	144	154	184	149	176	163	16	9.8
9	达氟沙星	175	144	159	187	147	178	165	17	10
10	洛美沙星	169	159	156	175	157	169	164	8.0	4.9
11	奥比沙星	173	171	160	171	169	166	168	5.0	3.0
12	二氟沙星	171	162	159	186	158	179	169	11	6.5
13	沙拉沙星	180	165	166	188	167	177	174	9.2	5.3
14	加替沙星	171	158	155	172	156	165	163	7.5	4.6
15	莫西沙星	156	135	136	156	135	153	145	11	7.6
16	氟甲喹	157	142	145	163	143	157	151	8.7	5.8
17	那氟沙星	159	145	147	165	143	160	153	9.1	5.9

表 1-121 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	195	194	193	186	174	188	188	7.9	4.2
2	氟罗沙星	144	159	143	159	161	156	154	8.0	5.2
3	氧氟沙星	232	221	217	208	198	211	215	12	5.6
4	培氟沙星	156	164	130	152	143	143	148	12	8.1
5	依诺沙星	194	187	177	177	164	175	179	10	5.6
6	诺氟沙星	203	211	210	222	209	214	211	6.3	3.0
7	环丙沙星	154	158	155	147	137	146	149	7.7	5.2
8	恩诺沙星	127	129	128	130	131	137	130	3.6	2.8
9	达氟沙星	191	176	199	197	175	200	190	11	5.8
10	洛美沙星	187	186	175	168	166	163	174	10	5.7

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
11	奥比沙星	211	176	210	185	176	204	194	17	8.8
12	二氟沙星	149	136	144	145	138	150	144	5.7	4.0
13	沙拉沙星	171	154	161	146	135	145	152	13	8.6
14	加替沙星	179	163	159	166	144	170	164	12	7.3
15	莫西沙星	167	161	156	153	142	152	155	8.5	5.5
16	氟甲喹	146	148	138	143	144	140	143	3.7	2.6
17	那氟沙星	173	182	192	171	164	158	173	12	6.9

表 1-122 高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021年12月31日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	146	125	132	144	123	139	135	9.7	7.2
2	氟罗沙星	159	137	148	164	136	159	151	12	7.9
3	氧氟沙星	156	132	142	160	131	154	146	13	8.9
4	培氟沙星	162	127	142	155	125	159	145	16	11
5	依诺沙星	154	125	139	159	123	154	142	16	11
6	诺氟沙星	183	152	164	185	149	179	169	16	9.5
7	环丙沙星	154	131	135	152	125	152	141	13	9.2
8	恩诺沙星	159	129	141	165	130	158	147	16	11
9	达氟沙星	173	139	153	184	138	173	160	20	13
10	洛美沙星	156	135	143	157	138	151	147	9.2	6.3
11	奥比沙星	160	141	146	163	139	155	151	10	6.6
12	二氟沙星	174	166	163	169	162	160	166	5.0	3.0
13	沙拉沙星	173	157	163	180	157	172	167	9.4	5.6
14	加替沙星	155	141	144	156	142	150	148	6.7	4.5
15	莫西沙星	144	128	135	146	129	144	137	7.9	5.8
16	氟甲喹	143	133	132	149	133	145	139	7.4	5.3
17	那氟沙星	140	129	130	149	130	145	137	8.8	6.4

表 1-123 高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物	测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	140	120	131	146	120	140	133	11	8.3
2	氟罗沙星	153	137	141	161	132	155	147	12	8.2
3	氧氟沙星	155	136	138	161	131	153	146	12	8.2
4	培氟沙星	162	131	146	162	128	163	149	16	11
5	依诺沙星	153	128	144	162	127	155	145	15	10
6	诺氟沙星	180	152	167	193	150	180	170	17	10
7	环丙沙星	141	123	127	149	124	142	134	11	8.2
8	恩诺沙星	161	132	140	164	131	164	149	16	11
9	达氟沙星	172	139	149	183	138	173	159	19	12
10	洛美沙星	140	129	147	141	123	137	136	8.8	6.5
11	奥比沙星	162	156	153	157	150	153	155	4.1	2.6
12	二氟沙星	157	143	145	166	140	156	151	9.8	6.5
13	沙拉沙星	168	154	153	171	150	167	161	9.1	5.7
14	加替沙星	156	144	144	157	138	155	149	7.9	5.3
15	莫西沙星	138	122	142	142	122	144	135	10	7.4
16	氟甲唑	148	135	135	153	134	148	142	8.4	5.9
17	那氟沙星	143	130	131	150	131	143	138	8.5	6.2

1.4 方法准确度测试数据

1.4.1 直接进样法方法准确度测试数据

1.4.1.1 低浓度空白加标样准确度测试数据

表 1-124~表 1-129 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定低浓度空白加标样的准确度测试数据。

表 1-124 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.16	4.48	4.62	4.32	4.18	4.79	4.59	5	91.8
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.34	4.52	4.85	4.55	4.33	4.89	4.75	5	95.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.33	4.46	4.72	4.30	3.85	4.38	4.51	5	90.2
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.43	4.88	4.74	4.30	4.22	4.98	4.76	5	95.2
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.79	4.91	4.99	4.56	4.72	5.27	5.04	5	101
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.55	4.50	4.57	4.37	4.35	4.97	4.72	5	94.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	4.70	4.65	4.30	4.46	4.92	4.72	5	94.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.54	4.70	4.65	4.60	4.58	4.79	4.81	5	96.2
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	4.94	5.74	4.97	5.11	4.92	5.21	5	104
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.41	4.70	4.67	4.65	4.54	5.01	4.83	5	96.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.97	3.83	4.06	4.38	4.10	4.24	4.26	5	85.2
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.38	4.29	4.22	4.28	4.25	4.52	4.49	5	89.8
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.32	4.91	4.60	4.72	4.39	4.77	4.79	5	95.8
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.12	4.72	4.78	4.47	4.20	4.88	4.70	5	94
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.44	4.62	4.77	4.47	4.43	4.96	4.78	5	95.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.29	4.84	4.19	4.33	4.16	4.68	4.58	5	91.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.62	5.01	4.69	4.67	4.70	4.99	4.95	5	99.0

表 1-125 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	4.86	4.35	4.28	4.31	4.13	4.34	5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.77	4.79	4.38	4.64	4.46	4.89	4.66	5
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.56	4.49	4.35	4.48	4.40	4.79	4.51	5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.46	5.12	4.40	4.45	4.72	4.56	4.62	5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.37	4.98	4.22	4.27	4.59	4.59	4.50	5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.52	4.80	4.32	4.49	4.67	4.39	4.53	5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.35	5.21	4.51	4.35	4.84	4.38	4.61	5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.61	5.00	4.52	4.67	4.53	4.96	4.72	5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.61	4.62	4.35	4.86	4.72	4.72	4.65	5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.41	4.80	4.61	4.68	4.46	4.98	4.66	5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.25	4.41	3.99	4.44	4.60	4.78	4.41	5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.06	4.75	4.09	4.71	4.03	4.46	4.35	5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.73	4.90	4.37	4.90	4.59	4.99	4.75	5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.29	4.63	4.43	4.68	4.70	4.76	4.75	5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.21	4.87	4.40	4.48	4.59	4.46	4.50	5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.64	5.22	4.57	4.85	4.56	4.72	4.76	5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.55	5.00	4.38	4.97	4.67	4.80	4.73	5

表 1-126 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.80	5.40	4.60	4.80	4.70	4.87	5	97.4
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.90	5.50	4.70	4.70	4.60	4.88	5	97.6
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.10	5.60	4.80	4.80	4.80	5.02	5	100
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.60	5.10	4.50	4.50	4.50	4.67	5	93.4
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.60	5.40	4.70	4.70	4.70	4.83	5	96.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.70	5.50	4.60	4.70	4.60	4.82	5	96.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.00	5.60	4.80	4.80	4.80	5.00	5	100
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.80	5.40	4.60	4.70	4.70	4.85	5	97.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.60	5.20	4.40	4.50	4.50	4.65	5	93.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.20	5.80	5.00	5.10	4.90	5.20	5	104
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.00	5.80	4.90	5.00	4.70	5.10	5	102
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.40	5.90	5.20	5.30	5.10	5.33	5	107
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.20	5.80	5.00	5.00	4.90	5.15	5	103
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.20	5.70	4.90	5.00	4.80	5.12	5	102
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.90	5.60	4.80	4.90	4.90	5.00	5	100
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.50	5.10	4.30	4.40	4.30	4.58	5	91.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	4.80	5.00	4.40	4.40	4.20	4.65	5	93.0

表 1-127 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.80	4.40	4.50	4.00	4.40	4.28	5	85.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.00	4.60	4.50	4.20	4.60	4.42	5	88.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	3.80	4.40	4.80	4.10	4.60	4.42	5	88.4
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.30	4.40	4.40	4.00	4.20	4.33	5	86.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	3.90	4.00	3.90	3.60	4.50	4.02	5	80
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.90	4.20	4.40	3.20	4.20	4.08	5	81.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	3.70	4.10	4.30	3.90	4.20	4.15	5	83.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	3.40	3.20	3.90	4.10	4.50	3.90	5	78.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.70	4.30	4.50	3.90	4.20	4.20	5	84.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.00	4.30	4.40	4.10	4.20	4.27	5	85.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	3.80	4.30	4.30	3.80	4.20	4.12	5	82.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	3.80	4.40	4.40	3.70	4.30	4.17	5	83.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.30	4.50	4.50	4.00	4.20	4.38	5	87.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.80	4.80	4.50	4.00	4.20	4.32	5	86.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	4.20	4.90	4.90	4.40	4.80	4.73	5	94.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	3.70	4.00	3.70	3.40	3.60	3.78	5	75.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	4.60	4.80	4.20	5.60	5.40	5.08	5	102

表 1-128 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.70	5.20	4.40	4.60	4.50	4.70	5	94.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.80	5.30	4.60	4.70	4.50	4.80	5	96.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.00	5.40	4.80	4.80	4.60	4.95	5	99.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.70	5.20	4.40	4.70	4.50	4.72	5	94.4
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.70	5.20	4.50	4.70	4.40	4.72	5	94.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.70	5.30	4.40	4.60	4.60	4.75	5	95.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.60	5.30	4.50	4.70	4.50	4.70	5	94.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.60	5.20	4.50	4.50	4.40	4.67	5	93.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.80	5.40	4.60	4.60	4.50	4.80	5	96.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.00	5.40	5.00	4.90	4.70	5.02	5	100
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.10	5.70	5.00	5.00	4.80	5.13	5	103
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.80	5.40	4.40	4.70	4.50	4.78	5	95.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.00	5.80	5.10	5.00	4.90	5.17	5	103
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.00	5.40	5.00	5.00	4.80	5.03	5	101
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.10	5.80	4.80	5.20	5.10	5.20	5	104
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.40	4.90	4.20	4.30	4.20	4.47	5	89.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.60	5.10	4.40	4.40	4.20	4.62	5	92.4

表 1-129 直接进样法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.00	5.40	4.50	4.60	4.50	4.83	5	96.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.90	5.30	4.60	4.70	4.60	4.85	5	97.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	5.00	5.40	4.70	4.70	4.60	4.88	5	97.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.80	5.30	4.50	4.60	4.50	4.75	5	95.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.80	5.40	4.60	4.60	4.50	4.82	5	96.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.80	5.30	4.60	4.60	4.40	4.77	5	95.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.90	5.50	4.70	4.60	4.50	4.87	5	97.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.70	5.20	4.40	4.50	4.40	4.68	5	93.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.70	5.30	4.40	4.60	4.50	4.68	5	93.6
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	4.90	5.50	4.80	4.80	4.60	4.97	5	99
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.10	5.60	4.90	5.00	4.80	5.10	5	102
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.90	5.30	4.60	4.80	4.50	4.82	5	96.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.90	5.40	4.90	4.80	4.60	4.93	5	98.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.90	5.40	4.90	4.70	4.70	4.92	5	98.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.90	5.40	4.50	4.60	4.60	4.82	5	96.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.40	4.90	4.20	4.20	4.10	4.45	5	89.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.60	5.20	4.50	4.50	4.50	4.72	5	94.4

1.4.1.2 中浓度空白加标样准确度测试数据

表 1-130~表 1-135 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定中浓度空白加标样的准确度测试数据。

表 1-130 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.0	15.9	19.6	18.4	17.9	16.4	17.9	20	89.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	18.5	20.9	19.8	20.0	18.2	19.6	20	98.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.2	21.8	23.2	21.3	22.8	19.4	22.0	20	110
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	15.0	20.9	18.5	17.8	18.6	18.6	20	93.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	15.9	19.2	17.9	18.1	17.7	18.2	20	91.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.7	15.4	20.2	17.9	18.1	17.8	18.2	20	91.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.5	15.0	18.6	17.2	17.4	16.8	17.3	20	86.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	16.5	19.7	19.7	18.7	18.2	18.8	20	94.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	17.0	17.9	14.9	17.0	16.7	17.0	20	85.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	19.7	21.7	20.7	21.8	19.3	20.7	20	104
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	20.7	20.0	19.0	21.6	17.9	20.1	20	101
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.3	15.1	17.3	15.8	17.5	15.4	16.2	20	81.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.9	15.6	15.8	15.6	17.7	15.3	16.0	20	80.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	18.1	20.0	19.5	21.9	17.3	19.5	20	97.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.3	12.9	15.1	14.3	14.8	14.6	14.5	20	72.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	16.1	20.4	19.9	19.6	17.9	19.0	20	95.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.2	16.8	20.3	19.9	18.4	18.0	18.8	20	94.0

表 1-131 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.6	16.4	17.2	19.3	17.0	17.1	17.3	20	86.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.1	17.3	17.9	20.0	18.0	17.8	18.2	20	91.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	17.3	18.4	21.0	19.2	19.0	19.0	20	95.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.5	16.0	16.6	18.6	16.5	17.0	16.9	20	84.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.5	16.2	16.6	18.2	16.6	17.2	16.7	20	83.5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.7	15.7	15.7	18.2	16.8	16.4	16.4	20	82.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.5	15.3	15.5	17.2	15.9	16.3	16.0	20	80.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.9	16.2	16.9	19.3	17.7	17.9	17.5	20	87.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.0	15.3	16.5	18.1	17.3	17.0	16.7	20	83.5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	17.8	18.4	20.5	19.3	19.0	19.1	20	95.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.1	15.5	16.1	17.9	17.8	17.5	17.2	20	86.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.9	12.8	13.5	15.5	14.0	13.9	14.1	20	70.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.8	12.8	13.5	15.4	13.8	14.7	14.2	20	71.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.7	15.1	15.2	17.5	17.1	17.2	16.6	20	83.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.0	12.7	12.9	15.7	13.0	14.1	13.6	20	68.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.0	17.0	16.6	20.4	16.6	17.9	17.6	20	88.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.3	14.5	14.8	18.4	15.2	16.1	15.7	20	78.5

表 1-132 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.5	21.7	19.8	21.6	21.1	20.9	20	105
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	20.9	21.5	21.0	22.3	22.0	21.5	20	108
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	21.7	21.8	20.8	22.5	22.4	21.8	20	109
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	20.0	21.0	19.6	21.2	20.9	20.5	20	103
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	20.6	22.1	19.6	21.3	21.1	20.8	20	104
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	20.6	21.6	20.0	21.7	21.4	20.9	20	105
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.8	22.4	20.3	22.2	21.9	21.4	20	107
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	20.8	21.7	20.7	22.2	21.3	21.3	20	107
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	20.8	21.0	20.2	22.1	21.9	21.1	20	106
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	22.1	22.3	21.4	23.2	22.7	22.3	20	112
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	21.7	22.5	20.9	22.5	22.8	22.0	20	110
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	22.5	23.3	22.3	23.9	23.7	22.9	20	115
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	21.5	22.6	21.7	23.7	23.1	22.4	20	112
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	21.7	22.8	21.8	23.5	23.1	22.4	20	112
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	21.1	22.3	21.2	22.8	22.3	21.7	20	109
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	19.0	19.8	18.5	19.9	19.8	19.6	20	98.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	19.4	20.5	18.9	20.2	19.8	20.1	20	101

表 1-133 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)	
		#1	#2	#3	#4	#5	#6				
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/	
		样品加标	17.4	18.6	16.9	17.3	16.2	18.9	17.6	20	88.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.7	20.3	18.5	19.7	18.2	18.4	18.8	20	94.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	19.5	18.1	19.5	18.2	17.8	18.5	20	92.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.1	17.1	13.9	18.5	17.1	18.0	16.3	20	81.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.9	18.4	17.6	18.2	15.1	18.4	17.1	20	85.5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.5	16.4	15.3	16.0	14.1	16.9	15.4	20	77.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.3	16.4	14.2	14.7	13.4	15.4	14.6	20	73.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.0	19.5	16.8	17.3	16.5	17.4	17.3	20	86.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.1	17.2	16.1	16.1	15.6	15.8	16.2	20	81.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.8	19.6	17.3	18.1	16.0	16.8	17.4	20	87.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.9	18.1	14.6	15.0	14.5	15.1	15.4	20	77.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.7	15.3	13.4	13.3	12.8	14.6	14.0	20	70.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	11.9	14.3	11.8	12.5	11.5	14.6	12.8	20	64.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.2	20.3	17.5	18.0	14.5	15.1	17.1	20	85.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.1	15.1	13.6	13.0	12.7	16.0	13.8	20	69.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	18.9	17.9	19.3	17.8	17.9	18.7	20	93.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.2	19.4	17.1	16.2	14.9	18.2	16.8	20	84.0

表 1-134 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.1	20.7	19.3	21.3	21.0	20.6	20	103
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	20.5	21.7	20.3	22.0	21.9	21.3	20	107
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	20.6	22.2	20.6	22.1	22.1	21.6	20	108
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	20.5	21.3	19.6	21.1	21.0	20.8	20	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	20.4	21.2	19.7	21.1	21.0	20.7	20	104
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	20.3	21.4	19.8	21.2	20.7	20.7	20	104
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	20.0	20.8	19.3	20.5	21.0	20.3	20	102
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.1	21.1	20.2	21.4	21.0	20.7	20	104
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	20.8	22.2	20.4	21.6	21.5	21.2	20	106
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.1	21.5	22.8	21.2	22.6	22.6	22.1	20	111
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.1	21.5	23.0	21.3	22.8	22.9	22.3	20	112
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.5	21.3	19.9	21.2	21.1	20.8	20	104
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	21.8	23.3	21.7	23.3	23.1	22.5	20	113
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	21.2	22.6	21.0	22.6	22.4	21.9	20	110
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.1	23.0	23.7	22.2	23.3	22.8	22.9	20	115
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	18.6	19.5	18.3	19.8	19.2	19.3	20	96.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.7	19.3	20.1	18.8	20.3	19.2	19.6	20	98.0

表 1-135 直接进样法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
		#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	20.3	21.4	19.8	22.0	21.3	20.9	20
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	20.2	21.5	20.0	21.7	21.5	21.0	20
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.6	21.5	20.0	21.7	21.9	21.1	20
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.0	21.0	19.4	21.6	20.7	20.6	20
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.4	21.5	19.9	21.8	21.0	20.9	20
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.0	20.9	19.5	21.6	20.8	20.6	20
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	20.5	21.6	19.5	21.7	21.1	20.8	20
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	20.1	21.1	19.7	21.1	21.0	20.5	20
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	19.8	21.1	20.0	21.0	21.3	20.6	20
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	20.7	22.0	20.3	22.1	22.3	21.3	20
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.9	22.4	20.7	22.3	22.6	21.6	20
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.7	21.7	20.2	21.6	21.9	21.1	20
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	20.7	22.0	20.7	22.1	22.1	21.4	20
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	21.3	22.2	20.7	22.0	22.5	21.5	20
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.8	20.9	22.2	20.7	22.7	21.8	21.4	20
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	18.5	19.7	18.4	19.9	19.4	19.4	20
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	19.4	20.1	19.1	20.4	19.6	19.9	20

1.4.1.3 高浓度空白加标样准确度测试数据

表 1-136~表 1-141 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定高浓度空白加标样的准确度测试数据。

表 1-136 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	158	171	172	209	167	172	180	95.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	158	188	176	170	205	169	178	180	98.9
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	182	211	194	180	234	182	197	180	109
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	177	172	175	212	174	179	180	99.4
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	161	174	168	172	207	169	175	180	97.2
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	179	166	175	204	170	175	180	97.2
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	177	173	181	205	167	176	180	97.8
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	211	185	178	223	181	192	180	107
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	155	163	154	148	160	155	180	86.1
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	194	186	186	216	174	187	180	104
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	172	200	185	188	225	180	192	180	107
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	210	180	195	224	191	197	180	109
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	192	189	185	214	172	187	180	104
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	196	219	196	211	240	188	208	180	116
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	191	177	185	215	174	186	180	103
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	167	160	164	181	158	163	180	90.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	125	148	132	140	157	137	140	180	77.8

表 1-137 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	188	172	173	156	178	175	180	97.2
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	186	192	181	172	158	175	177	180	98.3
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	190	191	179	170	152	174	176	180	97.8
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	182	193	169	170	155	176	174	180	96.7
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	191	171	170	157	180	175	180	97.2
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	191	172	168	153	174	173	180	96.1
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	181	194	171	169	152	175	174	180	96.7
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	211	194	189	167	188	193	180	107
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	191	190	182	182	153	167	178	180	98.9
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	194	196	187	181	163	183	184	180	102
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	181	188	172	163	144	169	170	180	94.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	181	196	173	156	155	181	174	180	96.7
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	195	204	187	179	160	180	184	180	102
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	186	198	180	167	155	169	176	180	97.8
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	189	197	180	180	166	180	182	180	101
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	186	165	165	149	160	167	180	92.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	170	179	157	156	145	151	160	180	88.9

表 1-138 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	224	199	215	215	207	199	210	180	117
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	228	205	218	222	213	201	215	180	119
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	203	213	219	212	196	211	180	117
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	193	211	211	198	198	205	180	114
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	224	199	221	219	207	203	212	180	118
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	233	203	225	225	217	213	219	180	122
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	200	216	215	205	201	209	180	116
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	199	217	221	211	203	212	180	118
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	231	203	228	229	220	212	221	180	123
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	200	214	215	216	196	210	180	117
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	222	204	215	215	216	197	212	180	118
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	211	214	213	221	196	212	180	118
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	228	208	224	222	226	202	218	180	121
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	220	202	211	211	216	192	209	180	116
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	214	191	208	202	199	190	201	180	112
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	212	174	184	193	187	176	188	180	104
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	192	169	186	196	190	171	184	180	102

表 1-139 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	188	216	210	219	198	188	203	180	113
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	224	180	210	209	177	203	180	113
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	218	179	197	197	175	195	180	108
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	184	197	167	190	162	152	175	180	97.2
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	212	204	185	201	173	162	190	180	106
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	205	184	173	203	182	172	187	180	104
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	192	206	201	169	163	191	180	106
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	204	210	166	191	176	159	184	180	102
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	198	194	168	199	187	169	186	180	103
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	215	205	177	205	181	167	192	180	107
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	208	207	166	195	185	159	187	180	104
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	192	194	151	196	164	164	177	180	98
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	191	205	178	172	195	169	185	180	103
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	204	202	181	188	197	145	186	180	103
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	236	226	207	226	198	184	213	180	118
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	184	208	180	207	184	210	196	180	109
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	202	196	172	206	190	174	190	180	106

表 1-140 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	193	209	212	205	192	205	180	114
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	220	202	211	217	213	197	210	180	117
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	202	213	217	219	198	211	180	117
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	193	210	219	205	194	207	180	115
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	197	216	218	212	199	211	180	117
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	198	215	221	213	201	212	180	118
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	190	204	210	202	191	201	180	112
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	220	198	209	218	211	200	209	180	116
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	230	203	226	230	218	215	220	180	122
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	201	213	216	220	201	211	180	117
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	222	212	207	212	212	227	215	180	119
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	217	195	209	213	207	210	180	117
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	231	213	223	223	231	211	222	180	123
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	202	213	217	223	202	213	180	118
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	228	204	224	228	223	206	219	180	122
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	210	174	187	191	186	177	188	180	104
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	173	186	195	189	172	186	180	103

表 1-141 直接进样法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓 度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	195	208	208	209	197	206	180	114
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	199	209	214	215	200	209	180	116
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	200	205	209	215	196	207	180	115
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	189	206	215	202	194	204	180	113
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	199	214	223	214	201	212	180	118
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	226	199	218	225	217	203	215	180	119
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	215	193	207	215	208	191	205	180	114
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	198	213	217	213	201	210	180	117
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	222	198	217	221	212	204	212	180	118
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	201	207	210	218	196	208	180	116
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	214	208	208	208	224	193	209	180	116
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	201	213	215	218	198	211	180	117
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	224	209	218	220	227	202	217	180	121
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	204	212	214	221	197	211	180	117
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	195	211	219	210	192	207	180	115
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	174	187	192	188	176	188	180	104
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	202	170	185	192	186	173	185	180	103

1.4.1.4 低浓度地下水加标样准确度测试数据

表 1-142~表 1-147 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定低浓度地下水加标样的准确度测试数据。

表 1-142 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.97	3.52	3.02	4.12	4.14	3.78	3.76	5	75.2
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.66	3.17	2.82	4.05	3.68	3.63	3.50	5	70.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.65	2.88	2.97	3.78	3.63	3.18	3.35	5	67.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.19	3.66	3.00	4.46	4.35	4.24	3.98	5	79.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.44	4.06	3.53	4.54	4.59	4.35	4.25	5	85.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.17	3.60	2.69	4.34	3.95	4.10	3.81	5	76.2
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.68	3.46	2.99	3.93	3.96	3.77	3.63	5	72.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.43	2.93	2.60	3.59	3.40	3.20	3.19	5	63.8
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.94	5.67	6.21	4.81	5.79	5.70	5	114
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.68	3.12	2.72	3.71	3.64	3.30	3.36	5	67
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.75	2.83	2.80	2.98	2.87	2.54	2.80	5	56
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.85	2.89	2.82	3.15	2.75	2.55	2.84	5	56.8
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.06	2.67	2.77	3.11	3.03	2.85	2.92	5	58.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	3.00	2.82	3.35	3.01	2.89	3.03	5	60.6
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.54	3.35	2.89	3.79	3.42	3.84	3.47	5	69.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.11	3.50	2.79	4.14	4.00	3.54	3.68	5	73.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.65	3.28	2.55	3.96	3.81	3.42	3.45	5	69.0

表 1-143 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.27	4.07	4.35	3.08	4.11	3.70	3.76	5	75.2
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.71	4.40	3.79	3.29	3.93	3.87	3.83	5	76.6
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.48	4.25	3.89	3.23	3.93	3.77	3.76	5	75.2
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.64	4.13	4.86	3.41	4.56	3.74	4.06	5	81.2
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.59	4.11	4.55	3.17	4.34	3.63	3.90	5	78.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.19	4.19	4.48	3.14	4.11	3.64	3.79	5	75.8
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.04	4.02	4.07	3.35	3.98	3.49	3.66	5	73.2
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.55	4.37	3.70	3.28	3.60	3.52	3.67	5	73.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.15	4.24	3.57	3.11	3.51	3.45	3.51	5	70.2
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.78	4.78	3.88	3.29	4.08	3.76	3.93	5	78.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.23	3.78	3.44	2.95	3.25	3.15	3.30	5	66.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.92	3.94	3.00	2.88	3.10	2.88	3.12	5	62.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.06	3.85	3.16	2.88	3.40	3.04	3.23	5	64.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.66	3.98	3.85	3.12	3.92	3.39	3.65	5	73.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.02	3.70	3.73	2.82	3.50	3.16	3.32	5	66.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.64	5.05	4.30	3.82	4.23	4.07	4.19	5	83.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.65	4.56	4.20	3.56	4.11	3.99	4.01	5	80.2

表 1-144 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.40	5.40	5.10	5.30	5.10	5.35	5	107
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.70	5.40	5.50	5.20	5.40	5.10	5.38	5	108
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.60	5.60	5.40	5.60	5.30	5.57	5	111
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	5.10	5.10	4.90	5.10	4.80	5.05	5	101
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.20	5.40	4.80	5.20	4.80	5.10	5	102
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.20	5.30	4.80	4.80	4.70	4.98	5	99.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.90	4.90	4.40	4.70	4.50	4.68	5	93.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.80	4.70	4.40	4.60	4.50	4.67	5	93.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.70	4.80	4.60	4.70	4.50	4.72	5	94.4
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.40	5.50	5.30	5.20	5.30	5.42	5	108
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.00	4.20	3.90	4.10	3.90	4.07	5	81.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.20	5.60	5.20	5.40	5.30	5.37	5	107
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.00	4.10	4.00	4.10	3.90	4.07	5	81.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	4.90	5.00	4.80	4.90	4.70	4.90	5	98.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.20	4.30	3.90	4.10	3.90	4.15	5	83.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	5.00	5.00	4.70	4.80	4.60	4.92	5	98.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.40	4.30	4.10	4.20	4.10	4.25	5	85.0

表 1-145 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.20	3.20	3.50	3.20	3.30	3.20	3.27	5	65.4
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.60	3.30	3.80	3.30	3.50	3.30	3.47	5	69.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.20	3.00	3.40	3.20	3.20	3.00	3.17	5	63.4
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.00	3.20	3.30	3.70	3.00	3.30	3.25	5	65.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.90	2.80	3.30	3.10	3.30	3.10	3.08	5	61.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.40	3.50	3.60	3.30	3.50	3.50	3.47	5	69.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	2.90	3.30	3.00	3.00	2.80	3.02	5	60.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	2.70	3.20	2.80	3.00	3.10	2.98	5	59.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.70	2.90	2.80	3.00	2.90	2.80	2.85	5	57.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.90	2.70	3.00	2.80	2.90	2.70	2.83	5	56.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.20	3.00	3.50	3.20	3.30	3.10	3.22	5	64.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	3.50	3.30	3.60	3.90	3.70	3.58	5	71.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	3.60	3.70	3.70	3.70	3.90	3.68	5	73.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.90	3.50	3.70	3.50	3.70	3.72	5	74.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	3.60	4.10	4.00	3.70	3.60	3.82	5	76.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	4.10	4.00	4.00	4.60	4.10	4.13	5	82.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.40	5.20	4.70	4.20	4.60	4.60	5	92.0

表 1-146 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.50	5.30	5.10	5.20	5.00	5.28	5	106
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.40	5.30	5.20	5.20	4.90	5.25	5	105
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.60	5.50	5.30	5.40	5.10	5.45	5	109
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.10	4.90	4.70	4.80	4.60	4.87	5	97.4
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.30	5.20	4.90	5.10	4.90	5.15	5	103
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.10	5.00	4.60	4.90	4.60	4.87	5	97.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.90	4.80	4.70	4.60	4.30	4.72	5	94.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.70	4.60	4.40	4.40	4.30	4.52	5	90.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.60	4.60	4.40	4.50	4.20	4.52	5	90.4
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.60	5.70	5.30	5.30	5.00	5.45	5	109
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.40	5.60	5.20	5.10	4.80	5.27	5	105
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.10	4.20	4.00	4.00	3.80	4.08	5	81.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.10	4.20	4.00	3.90	3.70	4.03	5	80.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	4.90	5.10	4.90	4.90	4.70	4.95	5	99.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.00	4.00	3.80	3.90	3.60	3.93	5	78.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	4.90	5.00	4.80	4.80	4.60	4.90	5	98.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.50	4.60	4.30	4.50	4.10	4.47	5	89.4

表 1-147 直接进样法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.40	5.40	5.30	5.20	5.00	5.32	5	106
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.30	5.50	5.10	5.20	5.00	5.32	5	106
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.60	5.80	5.40	5.60	5.20	5.60	5	112
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.20	5.20	5.00	5.00	4.70	5.05	5	101
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	5.30	5.30	5.00	5.00	4.90	5.15	5	103
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.90	4.90	4.70	4.80	4.40	4.78	5	95.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.70	4.90	4.60	4.50	4.40	4.62	5	92.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.50	4.60	4.30	4.50	4.30	4.48	5	89.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.60	4.70	4.50	4.50	4.20	4.57	5	91.4
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.50	5.80	5.30	5.50	5.20	5.53	5	111
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.70	5.30	5.30	5.10	5.20	4.90	5.25	5	105
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.10	5.10	4.90	4.90	4.50	4.95	5	99.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.20	4.20	4.00	4.10	3.70	4.12	5	82.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	5.10	5.30	4.80	4.90	4.60	5.00	5	100
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.30	4.30	4.00	4.00	3.80	4.18	5	83.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	4.90	4.90	4.60	4.70	4.50	4.82	5	96.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.30	4.50	4.30	4.60	4.10	4.43	5	88.6

1.4.1.5 低浓度海水加标样准确度测试数据

表 1-148~表 1-153 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定低浓度海水加标样的准确度测试数据。

表 1-148 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.62	3.40	3.89	3.63	3.48	3.56	3.60	5	72.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.39	3.87	4.03	4.08	3.57	4.03	4.00	5	80.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.42	3.69	4.24	3.83	3.63	3.78	3.93	5	78.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.16	3.69	4.35	3.83	3.88	3.99	3.98	5	79.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.33	3.73	4.40	4.01	4.02	4.16	4.11	5	82.2
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.74	3.56	4.36	3.54	3.52	4.01	3.79	5	75.8
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	2.95	4.20	3.42	3.48	3.68	3.61	5	72.2
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.68	3.95	4.30	3.99	3.68	4.26	4.14	5	82.8
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.88	6.20	6.02	5.81	6.75	6.82	6.25	5	125
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.32	3.90	4.19	4.14	3.68	3.96	4.03	5	80.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	2.85	3.29	3.23	2.89	3.27	3.17	5	63.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.94	3.55	3.73	3.38	2.88	3.39	3.48	5	69.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.23	3.58	4.05	3.82	3.39	3.93	3.83	5	76.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.94	3.54	3.69	3.70	3.24	3.62	3.62	5	72.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.74	3.30	4.35	3.80	3.27	3.78	3.71	5	74.2
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.01	3.70	4.24	4.00	3.39	3.82	3.86	5	77.2
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.58	3.29	4.24	3.34	2.67	3.72	3.47	5	69.4

表 1-149 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.16	3.71	3.13	3.16	3.28	3.16	3.27	5	65.4
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.27	3.93	3.57	3.19	3.61	3.51	3.51	5	70.2
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.58	5.13	3.63	3.32	3.59	3.46	3.79	5	75.8
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.39	3.62	3.22	3.15	3.44	3.23	3.34	5	66.8
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.35	3.63	3.32	3.20	3.30	3.27	3.35	5	67.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.38	3.91	3.35	3.48	3.60	3.13	3.48	5	69.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.34	3.68	3.35	3.25	3.38	3.08	3.35	5	67.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.61	4.13	3.73	3.45	3.65	3.67	3.71	5	74.2
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.52	4.06	3.74	3.29	3.39	3.29	3.55	5	71.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.61	3.95	3.67	3.49	3.68	3.68	3.68	5	73.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.14	3.47	3.49	3.10	2.99	3.49	3.28	5	65.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.36	3.60	3.27	3.25	3.13	3.21	3.30	5	66.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.21	3.58	3.13	3.11	3.20	3.40	3.27	5	65.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.39	3.78	3.53	3.34	3.55	3.70	3.55	5	71.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.03	3.56	3.16	3.21	3.38	3.32	3.28	5	65.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.56	4.09	3.49	3.41	3.47	3.52	3.59	5	71.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.29	3.59	3.20	3.16	3.28	3.29	3.30	5	66.0

表 1-150 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.70	5.30	5.60	5.90	5.30	5.40	5.53	5	111
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.50	5.90	6.10	5.50	5.70	5.77	5	115
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.60	5.90	6.00	5.70	5.60	5.82	5	116
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.20	5.10	5.90	6.00	5.50	5.60	5.72	5	114
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.20	5.70	5.90	5.40	5.50	5.60	5	112
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.30	5.60	5.90	5.40	5.30	5.58	5	112
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.30	5.50	5.90	5.10	5.30	5.48	5	110
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.30	5.70	5.80	5.30	5.40	5.55	5	111
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.40	5.80	5.90	5.50	5.50	5.67	5	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.80	5.90	5.90	5.50	5.50	5.73	5	115
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.20	5.50	5.50	5.20	5.30	5.37	5	107
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.70	5.90	5.70	5.80	5.60	5.50	5.70	5	114
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	5.50	5.60	5.80	5.30	5.20	5.47	5	109
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.40	5.70	5.60	5.40	5.20	5.48	5	110
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.70	5.10	5.50	5.70	5.30	5.30	5.43	5	109
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	4.40	4.80	5.00	4.60	4.50	4.78	5	95.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.00	4.40	4.60	4.30	4.00	4.38	5	87.6

表 1-151 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	4.00	4.00	3.70	4.00	3.90	3.92	5	78.4
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.90	4.30	3.90	4.00	3.90	4.02	5	80.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.90	3.90	3.70	3.70	3.70	3.82	5	76.4
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.80	4.10	3.80	4.10	3.70	3.93	5	78.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.60	3.50	4.20	4.10	4.30	3.70	3.90	5	78.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	3.80	2.70	3.10	3.30	2.90	3.15	5	63.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.40	4.00	3.80	3.80	3.60	3.70	3.72	5	74.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	3.30	3.50	3.40	3.70	3.70	3.52	5	70.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.90	3.50	3.30	3.10	3.70	3.58	5	71.6
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	3.70	4.00	3.30	3.60	3.80	3.72	5	74.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	3.70	3.80	3.40	3.60	3.60	3.63	5	72.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	3.70	3.60	3.20	3.40	3.40	3.47	5	69.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.60	3.50	3.60	3.30	3.30	3.40	3.45	5	69.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	3.80	3.10	2.80	3.60	3.10	3.25	5	65.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.60	3.80	3.90	3.50	3.60	3.60	3.67	5	73.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	5.00	3.80	5.00	5.90	4.60	4.57	5	91.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	6.10	6.20	4.70	5.40	5.30	5.37	5	107

表 1-152 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.10	5.50	5.80	5.30	5.30	5.48	5	110
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.40	5.70	5.90	5.40	5.40	5.63	5	113
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.20	5.50	5.80	6.00	5.60	5.60	5.78	5	116
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.10	5.90	6.10	5.40	5.50	5.68	5	114
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.30	5.80	6.00	5.50	5.50	5.68	5	114
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.10	5.70	5.70	5.40	5.30	5.50	5	110
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.10	5.70	5.70	5.20	5.20	5.45	5	109
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.10	5.60	5.80	5.30	5.20	5.47	5	109
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.10	5.60	5.80	5.30	5.20	5.48	5	110
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.50	5.70	5.90	5.50	5.40	5.68	5	114
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.70	5.60	5.60	5.80	5.40	5.30	5.57	5	111
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.10	5.50	5.70	5.30	5.10	5.38	5	108
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.30	5.50	5.60	5.30	5.10	5.38	5	108
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.50	5.50	5.80	5.30	5.20	5.48	5	110
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	4.90	5.60	5.70	5.20	5.20	5.33	5	107
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	4.40	4.80	5.00	4.50	4.50	4.80	5	96.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.10	4.30	4.70	4.30	4.20	4.42	5	88.4

表 1-153 直接进样法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.10	5.80	5.80	5.30	5.30	5.52	5	110
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.40	5.80	6.00	5.50	5.50	5.72	5	114
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.20	5.70	5.90	5.90	5.80	5.60	5.85	5	117
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.20	5.30	5.80	6.10	5.40	5.60	5.73	5	115
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.10	5.70	5.70	5.30	5.40	5.52	5	110
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.00	5.50	5.60	5.20	5.10	5.33	5	107
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	5.10	5.60	5.60	5.20	4.90	5.33	5	107
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.00	5.60	5.60	5.10	5.20	5.38	5	108
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.30	5.80	5.90	5.40	5.40	5.63	5	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.70	6.00	6.10	5.50	5.60	5.83	5	117
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.60	5.60	5.80	5.50	5.40	5.62	5	112
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.10	5.50	5.80	5.20	5.30	5.45	5	109
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.40	5.50	5.80	5.30	5.10	5.48	5	110
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.50	5.70	6.00	5.60	5.50	5.70	5	114
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.10	5.60	6.20	5.50	5.60	5.67	5	113
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	4.40	4.90	5.00	4.50	4.40	4.78	5	95.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.10	4.30	4.60	4.10	4.10	4.35	5	87.0

1.4.1.6 中浓度地表水加标样准确度测试数据

表 1-154~表 1-159 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定中浓度地表水加标样的准确度测试数据。

表 1-154 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.1	13.7	12.5	13.2	14.3	13.3	13.5	20	67.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.4	15.2	13.9	14.9	14.8	15.1	14.7	20	73.5
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	15.6	16.7	14.9	16.4	16.2	16.4	16.0	20	80.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.9	13.9	13.4	13.5	15.1	13.3	13.7	20	68.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.0	15.0	13.5	13.7	15.6	13.6	14.2	20	71.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.4	14.8	12.9	14.0	14.4	13.6	13.9	20	69.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.9	14.0	12.7	13.2	14.1	12.8	13.3	20	66.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.1	14.8	13.6	14.0	14.5	14.6	14.1	20	70.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.4	26.1	25.4	25.8	26.0	25.2	25.7	20	129
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.2	15.4	13.8	15.2	15.6	15.6	15.1	20	75.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.1	15.9	14.0	15.3	14.6	15.5	15.1	20	75.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.3	13.4	12.3	12.6	12.9	13.3	12.8	20	64.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.0	12.9	12.2	12.9	13.1	13.2	12.7	20	63.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.5	15.3	13.8	15.6	14.4	15.2	15.0	20	75.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	11.1	12.4	11.0	11.5	12.5	11.7	11.7	20	58.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.5	15.8	15.9	15.3	17.2	15.6	15.7	20	78.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.8	16.0	15.4	14.2	16.6	15.1	15.2	20	76.0

表 1-155 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.2	14.3	14.2	14.3	15.3	13.5	14.3	20	71.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.5	15.6	15.9	14.4	16.0	13.5	15.0	20	75.0
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	15.6	16.5	16.2	15.3	17.1	14.9	15.9	20	79.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.5	14.5	14.2	14.4	15.7	13.9	14.5	20	72.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.2	14.4	14.3	14.0	15.0	13.5	14.2	20	71.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.4	14.8	14.1	14.3	15.6	13.6	14.5	20	72.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.8	13.8	14.1	14.0	15.1	13.5	14.1	20	70.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.4	15.9	15.1	14.8	16.4	14.0	15.1	20	75.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.3	14.6	14.4	14.5	16.1	12.9	14.5	20	72.5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.7	17.1	16.9	16.2	17.9	15.1	16.5	20	82.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.1	16.1	15.2	14.2	16.0	14.1	15.0	20	75.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	11.1	12.4	13.7	12.7	13.6	12.4	12.7	20	63.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.5	13.3	13.7	13.2	14.8	11.9	13.2	20	66.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.8	14.8	15.9	14.2	16.1	14.1	14.8	20	74.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	11.9	12.7	12.8	12.7	13.6	11.4	12.5	20	62.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.1	15.9	16.0	15.2	15.8	14.3	15.4	20	77.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.6	14.5	14.7	13.7	14.8	13.1	14.1	20	70.5

表 1-156 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	20.0	18.4	19.2	19.7	18.0	19.5	20	97.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	21.0	18.9	20.5	19.8	18.7	20.2	20	101
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	22.5	20.3	18.7	20.0	19.7	18.7	20.0	20	100
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.9	19.3	18.0	18.5	19.2	17.4	19.1	20	95.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	19.8	18.5	18.8	19.3	18.3	19.5	20	97.5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	19.5	17.7	18.2	18.8	17.5	18.9	20	94.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	18.6	17.1	18.1	18.2	17.9	18.5	20	92.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	18.3	16.3	17.7	17.0	16.3	17.7	20	88.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	18.8	17.4	18.3	17.7	16.5	18.4	20	92.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.0	21.5	19.7	21.5	20.8	20.1	20.9	20	105
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.8	17.1	15.5	17.2	16.1	15.7	16.7	20	83.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	21.2	19.7	20.9	20.7	20.8	20.8	20	104
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.2	17.7	15.9	17.1	16.9	16.5	17.2	20	86.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	19.6	18.3	19.5	19.2	19.1	19.5	20	97.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	17.0	15.3	16.0	16.6	15.6	16.6	20	83.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.0	17.5	18.2	18.4	17.4	18.6	20	93.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.5	17.4	16.7	17.3	17.3	17.0	17.4	20	87.0

表 1-157 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	20.4	20.6	20.3	19.5	21.1	20.2	20	101
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	20.4	20.5	19.9	21.0	21.0	20.5	20	103
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	18.9	18.1	18.5	18.3	20.3	18.1	18.7	20	93.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.0	14.8	15.2	14.8	15.3	15.1	15.2	20	76.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.5	17.8	19.6	19.4	19.4	15.6	18.4	20	92.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.4	16.4	17.8	17.1	18.3	17.7	17.3	20	86.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.9	18.6	16.0	12.5	17.8	13.3	16.0	20	80.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.4	19.2	18.1	17.9	16.9	18.9	18.2	20	91.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.3	17.1	16.5	16.3	16.3	16.3	16.5	20	82.5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.3	18.6	18.5	16.2	20.7	16.6	18.2	20	91.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.8	19.7	18.0	19.6	20.4	19.9	19.6	20	98.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.3	15.1	14.8	14.2	15.1	14.7	14.7	20	73.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.4	14.2	14.0	13.2	13.7	13.8	13.7	20	68.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.0	16.3	17.6	16.2	16.8	17.0	16.8	20	84.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.8	16.1	17.6	15.2	16.2	16.0	16.2	20	81.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	16.7	16.1	14.1	15.2	14.3	15.7	20	78.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.8	25.2	24.4	24.2	28.5	26.7	25.8	20	129

表 1-158 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	20.3	18.7	19.2	19.6	17.7	19.5	20	97.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	19.7	18.3	19.3	20.0	18.3	19.5	20	97.5
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	22.0	19.8	18.7	19.2	19.9	18.6	19.7	20	98.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	19.2	17.8	18.3	18.6	16.5	18.7	20	93.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	19.6	18.2	18.7	18.9	17.6	19.2	20	96.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.0	17.5	17.7	18.5	16.9	18.5	20	92.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	19.1	17.3	17.5	18.6	17.1	18.3	20	91.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.8	17.5	16.4	17.1	17.4	15.9	17.4	20	87.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	17.7	16.2	17.0	17.6	15.8	17.4	20	87.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	21.1	19.5	20.4	21.1	20.1	20.7	20	104
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	20.5	19.0	19.8	20.8	20.5	20.2	20	101
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.5	16.9	15.5	16.1	16.9	15.9	16.6	20	83.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.4	17.3	15.9	16.0	17.2	16.4	16.9	20	84.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.8	18.3	19.0	20.6	19.3	19.7	20	98.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	17.0	15.4	15.7	16.8	15.3	16.5	20	82.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	19.0	17.7	18.5	18.7	17.6	18.8	20	94.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	17.3	16.3	16.9	17.2	16.4	17.2	20	86.0

表 1-159 直接进样法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	19.6	18.3	19.1	18.9	17.7	19.2	20	96.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.6	20.3	18.9	19.4	20.1	18.8	20.0	20	100
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	23.1	20.4	19.0	19.6	19.9	19.1	20.2	20	101
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	19.1	17.7	18.0	18.1	17.0	18.6	20	93.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	19.0	17.9	18.6	18.7	17.7	19.0	20	95.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	18.1	16.6	17.2	17.6	16.8	17.8	20	89.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.7	18.1	16.6	17.0	17.2	16.2	17.5	20	87.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	17.6	16.6	16.8	17.3	16.0	17.4	20	87.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	18.2	16.8	17.2	18.0	16.4	18.0	20	90.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.9	21.8	20.0	20.9	21.6	20.8	21.3	20	107
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	21.1	19.4	20.2	20.7	21.0	20.7	20	104
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	18.4	17.2	17.6	17.9	17.0	18.2	20	91.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.9	17.5	16.0	16.4	17.6	17.3	17.3	20	86.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	20.3	18.8	19.9	20.3	19.5	20.0	20	100
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	16.7	15.4	16.8	16.9	15.8	16.7	20	83.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	18.8	17.6	18.5	18.7	17.3	18.7	20	93.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.5	17.8	16.5	17.3	17.4	16.5	17.5	20	87.5

1.4.1.7 中浓度生活污水加标样准确度测试数据

表 1-160~表 1-165 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定中浓度生活污水加标样的准确度测试数据。

表 1-160 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.3	18.4	16.0	15.7	20.4	17.7	17.6	20	88.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.4	18.8	17.2	16.8	24.4	19.3	19.3	20	97
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	21.3	20.3	19.1	18.7	25.6	22.0	21.2	20	106
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	18.2	17.6	16.9	21.1	18.2	18.3	20	91.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.3	18.7	17.5	16.2	21.3	18.8	18.3	20	91.5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	18.8	16.8	16.6	21.0	18.1	18.2	20	91.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.6	17.8	15.8	15.9	19.6	17.7	17.2	20	86.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	18.7	16.8	16.5	23.2	18.8	18.9	20	94.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.7	18.6	19.4	21.5	18.3	19.3	19.5	20	97.5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.9	20.2	17.6	17.3	23.8	20.3	19.9	20	100
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.8	19.4	16.6	16.8	24.1	19.3	19.2	20	96.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	16.3	14.4	13.7	20.2	17.7	16.6	20	83.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.8	15.9	14.2	14.0	19.4	17.4	16.1	20	80.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	19.3	16.6	16.4	24.8	19.6	19.5	20	97.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.2	16.0	14.1	13.8	16.6	15.4	15.2	20	76.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.2	18.2	16.7	16.2	20.7	18.5	18.1	20	90.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.5	16.8	17.0	16.1	20.3	17.9	17.6	20	88.0

表 1-161 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.3	16.2	15.8	15.4	15.0	16.6	15.9	20	79.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.8	18.8	18.7	18.4	17.5	18.8	18.3	20	91.5
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	18.2	18.8	19.5	19.8	18.6	19.4	19.1	20	95.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.6	16.6	17.0	16.7	15.8	17.0	16.6	20	83.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.0	16.4	17.1	16.2	15.3	16.4	16.2	20	81.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.2	16.2	17.1	16.5	15.6	16.9	16.4	20	82.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.7	15.5	15.5	16.0	15.1	16.3	15.7	20	78.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.3	16.9	17.7	18.2	17.8	18.3	17.7	20	88.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.8	16.8	16.6	18.6	17.8	16.9	17.1	20	85.5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.8	17.6	18.8	18.8	19.0	19.5	18.6	20	93.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.3	16.6	16.5	17.3	17.6	17.3	16.9	20	84.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.5	15.4	16.1	15.7	15.0	16.2	15.8	20	79.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.4	15.0	15.2	15.4	15.4	16.2	15.3	20	76.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.0	17.0	18.4	18.2	17.2	18.1	17.7	20	88.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.2	13.7	13.2	13.3	13.1	14.1	13.6	20	68.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.8	16.3	16.7	16.1	17.1	16.9	16.8	20	84.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.2	15.8	16.2	15.3	16.1	15.7	15.9	20	79.5

表 1-162 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	21.0	21.7	20.8	22.0	21.2	21.4	20	107
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.7	21.4	22.1	21.7	22.4	21.0	21.9	20	110
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	23.1	21.9	22.7	21.7	22.4	21.9	22.3	20	112
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	20.4	21.3	21.3	20.8	20.1	20.8	20	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	20.9	21.6	21.1	21.7	20.7	21.3	20	107
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.7	21.1	20.7	20.9	20.3	20.8	20	104
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	20.1	20.4	19.7	20.5	19.8	20.1	20	101
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	19.5	20.6	19.3	20.2	19.2	19.9	20	100
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.0	20.3	20.2	20.1	19.7	20.2	20	101
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.5	21.3	22.3	21.4	21.9	21.3	21.8	20	109
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.9	18.2	18.9	18.0	18.3	18.5	18.5	20	92.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	21.4	21.8	20.4	22.4	21.4	21.6	20	108
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	18.3	18.7	18.4	18.6	18.1	18.5	20	92.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.1	20.7	19.8	20.7	19.9	20.4	20	102
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	18.2	18.7	18.5	18.4	18.0	18.3	20	91.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	18.0	18.5	17.9	18.8	18.0	18.6	20	93.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.1	16.7	16.8	16.7	17.8	17.2	17.2	20	86.0

表 1-163 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	18.2	19.9	23.8	19.1	24.4	20.9	20	105
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	23.3	25.4	29.7	28.1	27.8	26.0	20	130
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	20.1	22.6	25.7	26.2	22.3	22.7	23.3	20	117
4	培氟沙星	样品	2.06	2.62	2.83	2.05	2.86	2.77	0.00	/	/
		样品加标	15.4	13.6	14.9	15.3	14.1	14.9	14.7	20	73.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	18.4	19.3	16.0	19.8	20.5	19.0	20	95.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	16.7	17.3	16.2	17.0	18.4	17.2	20	86.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.1	16.3	16.9	17.2	17.2	17.8	16.9	20	84.5
8	恩诺沙星	样品	2.81	2.88	2.80	2.95	2.79	2.65	0.00	/	/
		样品加标	18.2	21.6	22.0	23.1	21.3	23.3	21.6	20	108
9	达氟沙星	样品	1.95	2.03	2.00	2.00	2.00	2.00	0.00	/	/
		样品加标	17.9	16.7	23.0	23.0	21.0	20.6	20.4	20	102
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	16.4	21.7	24.5	18.9	23.5	20.9	20	105
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	20.9	27.6	28.6	23.9	25.5	24.5	20	123
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.2	15.4	19.2	18.7	16.9	17.6	17.0	20	85.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.8	13.7	17.2	18.0	15.5	16.4	15.6	20	78.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.3	17.7	23.0	23.6	20.1	21.3	20.7	20	104
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.6	16.4	14.1	17.0	16.5	15.1	15.6	20	78.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	18.0	17.6	15.5	15.4	18.6	17.1	20	85.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.1	20.0	21.3	23.2	20.6	18.6	20.3	20	102

表 1-164 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	20.6	21.3	20.6	21.7	20.9	21.0	20	105
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	20.4	20.5	20.4	21.7	20.3	20.7	20	104
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	21.5	21.1	21.2	21.2	22.2	21.1	21.4	20	107
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	20.1	21.0	20.2	20.9	20.2	20.6	20	103
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	20.4	21.0	20.6	21.3	20.7	20.9	20	105
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.1	20.4	20.1	20.6	20.0	20.4	20	102
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	19.2	20.1	19.6	20.0	19.2	19.7	20	98.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.7	18.7	19.1	19.1	19.9	18.7	19.2	20	96.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	18.9	19.0	19.4	20.1	18.6	19.4	20	97.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	20.9	21.2	20.9	21.9	20.5	21.1	20	106
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	19.4	20.2	19.8	21.1	19.2	20.0	20	100
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.2	17.5	17.6	17.9	18.4	17.3	17.8	20	89.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.1	17.5	17.2	17.8	18.6	17.2	17.7	20	88.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	19.5	19.6	19.9	20.5	19.2	19.8	20	99.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.9	17.7	17.9	18.0	18.3	17.6	17.9	20	89.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	18.2	18.6	18.3	18.9	18.4	18.8	20	94.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	16.7	16.7	16.8	17.1	17.2	17.0	20	85.0

表 1-165 直接进样法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	20.6	21.1	20.3	21.4	19.8	20.8	20	104
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	20.8	20.6	21.3	21.4	20.4	21.0	20	105
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	22.3	22.1	22.1	22.1	22.6	21.6	22.1	20	111
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	20.5	20.8	20.4	21.5	20.0	20.8	20	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	20.3	21.1	20.6	21.5	20.3	20.8	20	104
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	19.5	19.7	19.5	20.3	19.1	19.7	20	98.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.4	18.4	19.6	19.4	20.0	18.8	19.3	20	96.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.7	18.5	18.8	19.1	19.6	18.5	19.0	20	95.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	19.3	19.6	20.0	20.6	19.5	19.9	20	99.5
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	21.2	21.4	21.9	22.1	21.4	21.6	20	108
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	20.1	20.1	20.3	21.1	20.0	20.3	20	102
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	19.7	20.4	19.7	20.8	19.3	20.1	20	101
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.5	17.9	17.8	18.7	18.8	18.0	18.3	20	91.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	19.7	19.9	20.7	21.0	20.0	20.3	20	102
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.2	18.1	18.3	18.7	19.2	18.3	18.6	20	93.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	17.9	18.4	18.0	18.7	18.2	18.6	20	93.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	17.0	17.2	17.3	18.0	17.3	17.5	20	87.5

1.4.1.8 高浓度工业废水加标样准确度测试数据

表 1-166~表 1-171 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定高浓度工业废水加标样的准确度测试数据。

表 1-166 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	151	156	167	142	133	150	180	83.3
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	152	144	147	146	145	134	145	180	80.6
3	氧氟沙星	样品	1.0	0.9	1.0	1.1	1.0	0.9	0.00	/	/
		样品加标	165	169	172	166	166	155	166	180	92.2
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	150	158	164	141	138	150	180	83.3
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	154	152	165	143	136	150	180	83.3
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	147	157	150	160	141	131	148	180	82.2
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	141	145	147	157	139	123	142	180	78.9
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	158	153	152	154	149	144	152	180	84.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	179	184	180	172	187	180	180	100
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	147	150	160	149	146	150	180	83.3
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	150	158	154	145	135	150	180	83.3
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	141	149	145	145	143	132	143	180	79.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	134	144	141	141	124	138	180	76.7
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	163	158	159	156	147	156	180	86.7
15	莫西沙星	样品	0.4	0.3	0.3	0.4	0.3	0.4	0.00	/	/
		样品加标	139	150	149	161	136	125	143	180	79.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	144	147	145	144	139	137	143	180	79.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	118	121	122	124	117	112	119	180	66.1

表 1-167 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	145	127	148	146	143	142	142	180	78.9
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	144	134	165	154	150	151	150	180	83.3
3	氧氟沙星	样品	2.0	1.6	1.7	1.5	1.6	1.5	0.00	/	/
		样品加标	142	131	166	156	155	152	150	180	83.3
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	147	134	162	159	153	152	151	180	83.9
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	135	164	161	156	155	153	180	85.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	143	127	152	151	150	151	146	180	81.1
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	138	121	147	151	149	148	142	180	78.9
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	143	132	166	160	163	162	154	180	85.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	120	123	154	141	141	151	138	180	76.7
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	122	150	145	145	148	141	180	78.3
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	125	118	136	134	131	135	130	180	72.2
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	123	105	132	135	127	141	127	180	70.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	120	114	140	133	130	130	128	180	71.1
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	130	122	159	145	148	146	142	180	78.9
15	莫西沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	129	121	135	136	139	137	133	180	73.9
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	139	130	164	160	153	150	149	180	82.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	125	123	155	152	145	135	139	180	77.2

表 1-168 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	225	228	208	217	202	203	214	180	119
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	229	232	212	223	208	205	218	180	121
3	氧氟沙星	样品	5.6	5.8	5.8	5.6	5.4	5.6	5.63	/	/
		样品加标	226	221	209	219	206	202	214	180	116
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	217	203	208	199	196	207	180	115
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	224	226	209	220	206	205	215	180	119
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	232	224	212	224	207	206	218	180	121
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	215	213	206	213	201	198	208	180	116
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	221	204	202	197	198	207	180	115
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	230	225	210	218	204	207	216	180	120
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	219	206	215	201	196	209	180	116
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	199	204	185	196	187	181	192	180	107
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	215	221	204	215	199	198	209	180	116
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	205	204	188	197	186	181	194	180	108
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	214	208	193	200	193	190	200	180	111
15	莫西沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	198	190	172	181	169	169	180	180	100
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	202	185	175	178	171	173	181	180	101
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	178	166	159	165	160	160	165	180	91.7

表 1-169 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	206	202	214	190	186	200	180	111
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	189	184	232	224	208	165	200	180	111
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	205	181	183	195	202	179	191	180	106
4	培氟沙星	样品	2.44	2.03	2.48	2.45	2.73	2.02	2.36	/	/
		样品加标	131	128	147	147	143	140	139	180	75.9
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	177	200	178	195	186	184	180	102
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	166	189	190	161	175	174	180	96.7
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	158	192	191	178	177	177	180	98.3
8	恩诺沙星	样品	2.69	2.66	2.65	2.74	2.67	2.65	2.68	/	/
		样品加标	173	150	162	202	167	152	168	180	91.8
9	达氟沙星	样品	2.01	2.00	1.99	0.95	2.00	2.00	0.00	/	/
		样品加标	160	140	176	187	154	141	160	180	88.9
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	135	155	196	181	174	154	166	180	92.2
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	182	157	200	217	176	158	182	180	101
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	134	116	147	152	130	117	133	180	73.9
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	128	107	140	151	121	110	126	180	70.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	149	131	159	180	148	130	150	180	83.3
15	莫西沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	177	171	201	175	186	185	183	180	102
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	197	217	208	226	189	209	180	116
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	162	176	189	163	157	171	180	95.0

表 1-170 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心测试

日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	192	209	200	196	205	203	180	113
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	190	209	201	194	208	203	180	113
3	氧氟沙星	样品	6.1	6.3	6.1	5.9	5.8	6.2	6.07	/	/
		样品加标	227	197	219	209	201	214	211	180	114
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	190	210	197	192	201	202	180	112
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	227	198	216	204	199	210	209	180	116
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	196	215	203	197	207	207	180	115
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	209	185	204	191	187	194	195	180	108
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	210	185	204	193	188	197	196	180	109
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	191	213	198	192	205	203	180	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	189	209	198	189	202	200	180	111
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	198	180	197	189	177	192	189	180	105
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	194	174	191	180	172	185	183	180	102
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	192	174	192	181	174	185	183	180	102
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	183	201	192	181	195	193	180	107
15	莫西沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	185	170	187	176	167	174	177	180	98.3
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	199	159	174	169	161	168	172	180	95.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	137	153	144	139	147	148	180	82.2

表 1-171 直接进样法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	219	201	208	199	202	208	180	116
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	218	205	212	200	206	210	180	117
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	223	224	209	215	205	207	214	180	119
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	218	203	207	196	202	208	180	116
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	226	223	206	210	199	208	212	180	118
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	220	218	202	206	196	202	207	180	115
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	205	190	194	187	191	196	180	109
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	209	195	202	192	196	201	180	112
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	218	206	212	200	205	211	180	117
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	220	221	208	215	203	205	212	180	118
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	210	197	205	193	197	201	180	112
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	214	195	202	192	200	204	180	113
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	200	202	193	197	187	191	195	180	108
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	213	215	203	213	198	202	207	180	115
15	莫西沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	201	203	187	197	184	191	194	180	108
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	204	186	176	181	174	175	183	180	102
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	166	156	164	160	157	164	180	91.1

1.4.1.9 高浓度农业废水加标样准确度测试数据

表 1-172~表 1-177 为 6 家验证实验室采用直接进样法测定高浓度农业废水加标样的准确度测试数据。

表 1-172 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 10 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	230	217	204	213	204	205	212	180	118
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	229	218	212	212	201	204	213	180	118
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	229	220	210	211	202	202	212	180	118
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	213	197	202	196	199	205	180	114
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	228	221	205	212	206	207	213	180	118
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	226	218	201	207	201	207	210	180	117
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	207	189	197	192	194	198	180	110
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	215	211	199	204	193	196	203	180	113
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	219	213	204	207	194	197	206	180	114
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	217	209	212	200	199	210	180	117
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	208	207	200	204	194	192	201	180	112
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	196	195	189	191	180	181	189	180	105
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	198	197	189	193	181	182	190	180	106
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	210	207	205	208	193	195	203	180	113
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	190	183	172	184	173	178	180	180	100
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	184	174	181	173	174	182	180	101
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	172	169	152	158	154	159	161	180	89.4

表 1-173 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2021 年 11 月 08 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	213	185	207	198	192	202	200	180	111
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	217	191	215	200	198	203	204	180	113
3	氧氟沙星	样品	6.3	6.4	6.5	6.2	5.9	6.2	6.25	/	/
		样品加标	227	199	226	211	206	215	214	180	115
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	192	208	200	194	205	203	180	113
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	221	195	212	204	195	209	206	180	114
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	191	208	199	192	201	201	180	112
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	180	194	187	181	193	190	180	106
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	210	182	203	196	188	198	196	180	109
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	196	221	204	199	206	208	180	116
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	190	217	200	198	205	204	180	113
11	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	181	205	191	186	191	193	180	107
12	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	209	188	206	197	190	201	199	180	111
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	201	179	202	187	188	191	191	180	106
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	186	212	197	195	198	200	180	111
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	204	184	202	193	189	195	195	180	108
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	202	161	177	169	164	171	174	180	96.7
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	172	138	156	150	143	149	151	180	83.9

表 1-174 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 18 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	199	183	201	199	211	227	203	180	113
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	229	205	195	182	219	207	180	115
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	204	216	191	186	168	191	193	180	107
4	培氟沙星	样品	2.71	2.26	2.43	2.63	2.55	2.03	2.44	/	/
		样品加标	142	137	138	135	126	133	135	180	78.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	177	182	173	182	170	183	178	180	98.9
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	165	177	177	159	166	170	180	94.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	171	173	168	159	166	170	180	94.4
8	恩诺沙星	样品	3.16	3.10	2.82	2.68	2.68	2.76	2.87	/	/
		样品加标	158	141	149	139	140	148	146	180	79.5
9	达氟沙星	样品	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	0.00	/	/
		样品加标	165	171	147	140	131	183	156	180	86.7
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	182	148	172	161	152	181	166	180	92.2
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	186	194	177	168	160	212	183	180	102
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	149	135	124	116	157	137	180	76.1
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	147	128	116	110	154	132	180	73.3
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	175	156	145	138	168	157	180	87.2
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	196	187	195	197	173	195	191	180	106
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	169	178	175	175	192	183	180	102
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	191	166	176	169	162	187	175	180	97.2

表 1-175 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 21 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	218	198	219	203	201	201	207	180	115
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	222	199	219	213	204	213	212	180	118
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	221	200	217	213	206	217	212	180	118
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	195	214	202	197	205	205	180	114
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	222	199	220	204	200	208	209	180	116
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	225	203	226	209	206	211	213	180	118
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	193	214	196	196	195	202	180	112
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	186	209	198	188	199	199	180	111
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	227	203	218	213	205	213	213	180	118
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	209	192	206	201	196	203	201	180	112
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	200	179	199	184	176	186	187	180	104
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	209	186	204	197	187	195	196	180	109
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	197	179	193	185	180	185	187	180	104
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	184	199	191	184	191	193	180	107
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	200	180	194	180	178	179	185	180	103
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	200	159	173	168	161	169	172	180	95.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	140	156	148	142	148	151	180	83.9

表 1-176 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 12 月 28 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	152	156	149	139	149	149	180	82.8
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	158	157	167	173	153	157	161	180	89.4
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	153	151	162	166	152	158	157	180	87.2
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	153	154	153	153	164	154	180	85.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	147	153	157	158	153	162	155	180	86.1
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	150	151	148	145	156	149	180	82.8
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	148	147	143	139	152	145	180	80.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	154	165	169	150	160	159	180	88.3
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	147	142	162	146	144	150	149	180	82.8
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	147	157	162	145	147	152	180	84.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	138	140	147	146	127	132	138	180	76.7
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	125	141	135	151	124	135	135	180	75.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	130	133	139	148	128	134	135	180	75.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	141	149	158	144	151	147	180	81.7
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	130	142	140	138	125	141	136	180	75.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	154	152	163	152	152	171	157	180	87.2
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	141	149	143	148	164	148	180	82.2

表 1-177 直接进样法高浓度农业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 12 月 29 日

序号	化合物		测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质 浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	138	143	157	144	144	147	180	81.7
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	126	145	154	142	153	146	180	81.1
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	/	/
		样品加标	181	145	172	175	158	173	167	180	92.8
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	140	155	156	143	152	152	180	84.4
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	138	151	166	148	155	152	180	84.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	133	150	156	139	151	147	180	81.7
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	126	145	154	136	136	141	180	78.3
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	135	157	160	148	157	153	180	85.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	207	162	197	168	201	181	186	180	103
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	130	157	155	153	161	154	180	85.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	170	137	152	158	140	149	151	180	83.9
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	126	152	154	146	150	148	180	82.2
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	148	120	143	139	134	137	137	180	76.1
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	150	160	172	151	167	163	180	90.6
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	125	148	150	130	133	139	180	77.2
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	136	160	159	145	155	152	180	84.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	131	110	126	133	122	131	126	180	70.0

1.4.2 固相萃取法准确度测试数据

1.4.2.1 低浓度空白加标样准确度测试数据

表 1-178~表 1-183 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定低浓度空白加标样的准确度测试数据。

表 1-178 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.61	4.83	4.97	4.33	5.15	4.54	4.74	5	94.8
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.73	4.26	4.80	4.46	4.77	4.43	4.58	5	91.6
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.61	4.21	4.73	4.41	4.65	4.41	4.50	5	90.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.52	5.75	6.37	5.47	6.07	5.60	5.80	5	116
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.81	5.10	5.52	4.63	5.70	4.95	5.12	5	102
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.55	5.01	5.43	4.87	5.48	4.83	5.03	5	101
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.19	4.73	4.84	4.26	5.00	4.49	4.59	5	91.8
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.42	4.10	4.65	4.32	4.71	4.33	4.42	5	88.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.80	5.24	6.14	5.47	5.71	5.62	5.66	5	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.36	3.06	3.37	3.02	3.36	2.98	3.19	5	63.8
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.07	2.67	2.90	2.82	2.93	2.68	2.85	5	57.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.42	3.13	3.64	3.32	3.55	3.06	3.35	5	67.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.85	2.86	2.99	3.05	3.14	2.76	2.94	5	58.8
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.08	2.87	3.19	3.00	3.22	2.93	3.05	5	61.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.37	3.34	3.74	3.31	3.66	3.33	3.46	5	69.2
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.75	3.54	3.79	3.54	4.35	3.75	3.79	5	75.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.04	3.59	3.72	3.41	4.35	3.53	3.77	5	75.4

表 1-179 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.29	3.92	4.59	3.89	4.34	3.92	4.16	5	83.2
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.31	4.93	4.25	4.39	4.74	4.52	5	90.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.21	4.37	4.80	3.99	4.38	4.34	4.35	5	87.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.95	4.58	5.60	4.71	4.61	4.08	4.76	5	95.2
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.04	4.26	4.73	4.10	4.24	4.25	4.27	5	85.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.41	4.42	5.19	4.30	4.52	4.19	4.51	5	90.2
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.56	4.16	4.78	3.87	4.15	4.50	4.34	5	86.8
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.22	4.98	4.19	4.82	4.98	4.63	5	92.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.87	4.72	5.80	4.48	4.96	5.03	4.98	5	100
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.15	3.82	4.54	3.94	4.04	4.54	4.17	5	83.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	3.39	3.92	3.44	3.91	3.95	3.72	5	74.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.12	4.04	4.81	4.14	4.13	4.66	4.32	5	86.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.19	4.06	4.59	3.82	4.11	4.29	4.18	5	83.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.57	3.56	4.44	3.85	4.16	4.66	4.04	5	80.8
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.17	3.82	4.23	3.36	3.98	4.06	3.94	5	78.8
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.24	4.55	4.82	4.86	4.44	4.54	4.58	5	91.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.41	4.77	5.07	4.94	4.53	4.59	4.72	5	94.4

表 1-180 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.60	4.10	4.00	4.50	4.30	4.30	5	86.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.00	4.50	4.40	4.80	4.80	4.70	5	94.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.80	4.50	4.30	4.90	4.70	4.63	5	92.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.50	4.90	4.70	5.10	4.90	5.02	5	100
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.90	4.30	4.10	4.60	4.40	4.47	5	89.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	5.00	4.50	4.40	4.80	4.50	4.63	5	92.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.90	4.30	4.10	4.70	4.30	4.47	5	89.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.60	4.30	4.10	4.60	4.40	4.42	5	88.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.50	5.00	4.70	5.40	5.20	5.15	5	103
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.60	4.10	4.00	4.50	4.30	4.32	5	86.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	4.20	3.90	3.80	4.20	4.20	4.08	5	81.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.40	4.10	4.00	4.50	4.30	4.28	5	85.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.40	4.10	3.90	4.40	4.10	4.20	5	84.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.50	4.00	3.80	4.50	4.30	4.23	5	84.6
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.60	4.00	3.90	4.40	4.20	4.23	5	84.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.80	4.40	4.50	4.90	4.70	4.68	5	93.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	5.10	4.40	4.70	5.20	4.60	4.82	5	96.4

表 1-181 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	4.00	3.60	4.20	3.40	4.00	4.08	5	81.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	5	98.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.80	4.60	4.60	4.00	5.00	4.67	5	93.4
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.40	4.10	6.10	5.00	5.40	6.30	5.55	5	111
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.50	5.70	4.70	6.40	4.80	5.50	5.60	5	112
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	5	98.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.40	5.70	5.80	6.00	5.20	7.00	6.02	5	120
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.30	5.00	5.20	5.40	5.80	5.28	5	106
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.60	5.50	5.40	5.60	5.50	5.30	5.65	5	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	5	98.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	4.20	4.10	4.20	4.10	4.80	4.48	5	89.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	3.40	3.10	3.60	3.60	2.80	3.33	5	66.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	3.70	4.40	5.50	3.90	4.10	4.43	5	88.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.10	4.10	3.20	4.00	2.90	4.20	3.58	5	71.6
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.10	4.70	5.10	4.00	4.40	4.80	5	96.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	2.90	3.10	3.20	3.00	3.40	3.32	5	66.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	4.80	4.80	5.30	4.60	4.60	4.92	5	98.4

表 1-182 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.70	4.10	4.00	4.30	4.40	4.33	5	86.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.00	4.60	4.40	4.80	4.70	4.70	5	94.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	5.00	4.50	4.40	4.90	4.60	4.70	5	94.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.50	5.00	4.70	5.20	5.00	5.07	5	101
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.90	4.40	4.10	4.70	4.40	4.50	5	90
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.10	4.40	4.20	4.80	4.60	4.63	5	92.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.00	4.30	4.10	4.60	4.40	4.52	5	90.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.80	4.30	4.30	4.80	4.50	4.53	5	90.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.50	5.00	4.80	5.40	5.20	5.18	5	104
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.60	4.10	4.10	4.70	4.40	4.38	5	87.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.60	4.10	4.10	4.60	4.30	4.33	5	86.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.10	3.80	3.80	4.30	4.30	4.10	5	82.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.40	4.10	4.00	4.50	4.10	4.23	5	84.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.50	4.20	4.10	4.50	4.40	4.35	5	87.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.40	4.00	3.90	4.40	4.40	4.23	5	84.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.80	4.40	4.40	5.00	4.70	4.67	5	93.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	5.20	4.60	4.40	5.30	4.70	4.83	5	96.6

表 1-183 固相萃取法低浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.60	4.20	4.10	4.50	4.40	4.38	5	87.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.80	4.30	4.20	4.60	4.60	4.52	5	90.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.70	4.30	4.20	4.80	4.50	4.53	5	90.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.00	4.50	4.20	4.70	4.40	4.58	5	91.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.10	4.60	4.20	4.80	4.40	4.63	5	92.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	5.10	4.60	4.30	4.80	4.50	4.70	5	94.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	4.50	4.00	3.90	4.30	4.10	4.17	5	83.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.80	4.30	4.10	4.60	4.40	4.47	5	89.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.10	4.60	4.50	5.00	4.70	4.82	5	96.4
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.80	4.00	3.50	3.50	3.90	3.70	3.73	5	74.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	3.70	3.40	3.40	3.80	3.80	3.67	5	73.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	4.40	3.90	3.90	4.30	4.20	4.17	5	83.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	3.90	3.50	3.50	3.90	3.70	3.70	5	74.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	4.40	3.90	3.90	4.30	4.20	4.15	5	83.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	4.20	3.60	3.70	4.00	3.90	3.90	5	78.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.80	4.40	4.40	4.90	4.60	4.65	5	93.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.80	4.50	4.70	5.00	4.80	4.80	5	96.0

1.4.2.2 中浓度空白加标样准确度测试数据

表 1-184~表 1-189 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定中浓度空白加标样样的准确度测试数据。

表 1-184 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	18.1	18.3	17.8	18.0	18.9	18.7	20	93.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.0	16.7	17.3	15.6	17.4	17.3	17.2	20	86.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	16.4	17.0	15.8	16.7	17.0	16.9	20	84.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	18.8	18.6	16.8	18.4	18.3	18.5	20	92.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.8	19.1	16.9	18.4	19.2	19.1	20	95.5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	19.5	19.7	18.4	19.0	20.8	19.7	20	98.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	18.9	19.1	17.4	17.7	19.4	18.9	20	94.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.2	17.1	17.3	15.9	17.0	16.6	17.0	20	85.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.5	18.0	19.0	16.1	18.3	18.1	18.2	20	91.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.2	15.5	15.8	14.2	15.1	15.6	15.6	20	78.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.3	12.0	13.8	12.8	12.2	12.5	13.1	20	65.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.9	15.5	15.9	14.7	15.5	15.6	15.7	20	78.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.5	15.6	15.3	14.1	15.1	14.9	15.4	20	77.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.9	14.9	14.4	14.3	14.3	15.0	15.0	20	75.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	16.0	17.2	15.8	16.2	16.9	16.6	20	83.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	19.7	18.9	17.7	19.0	18.8	19.2	20	96.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	19.6	18.8	17.5	17.8	18.7	19.0	20	95.0

表 1-185 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	17.1	18.2	17.3	20.1	17.2	18.3	20	91.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	18.5	20.6	18.8	21.7	18.6	20.1	20	101
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	18.4	19.8	18.2	19.9	18.1	19.2	20	96.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	19.2	20.2	19.8	21.7	19.8	20.4	20	102
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.9	18.0	18.7	18.3	19.9	17.8	18.8	20	94.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	18.9	19.4	19.4	21.1	18.8	19.8	20	99.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	18.0	18.4	18.0	20.2	17.3	18.7	20	93.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.0	19.3	20.8	19.1	20.9	18.9	20.2	20	101
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	20.3	22.3	19.7	21.6	19.7	21.0	20	105
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	17.6	18.6	17.9	19.7	17.4	18.6	20	93.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.4	16.5	17.7	16.2	17.8	15.6	17.2	20	86.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	17.2	18.3	18.8	19.6	18.0	18.7	20	93.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.6	17.8	18.7	17.4	18.9	17.7	18.4	20	92.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	17.9	18.5	17.6	19.1	17.4	18.2	20	91.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.4	16.9	17.0	17.2	18.5	16.1	17.4	20	87.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.3	20.5	19.3	21.1	19.2	20.2	20	101
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	19.9	19.9	19.2	20.2	18.8	19.7	20	98.5

表 1-187 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	18.5	20.6	18.8	21.7	18.6	20.1	20	101
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	17.1	18.2	17.3	20.1	17.2	18.3	20	91.5
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	19.2	20.2	19.8	21.7	19.8	20.4	20	102
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.9	18.0	18.7	18.3	19.9	17.8	18.8	20	94.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	18.4	19.8	18.2	19.9	18.1	19.2	20	96.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	18.9	19.4	19.4	21.1	18.8	19.8	20	99.0
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	18.0	18.4	18.0	20.2	17.3	18.7	20	93.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	17.6	18.6	17.9	19.7	17.4	18.6	20	93.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.0	19.3	20.8	19.1	20.9	18.9	20.2	20	101
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.4	16.5	17.7	16.2	17.8	15.6	17.2	20	86.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	17.2	18.3	18.8	19.6	18.0	18.7	20	93.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.6	17.8	18.7	17.4	18.9	17.7	18.4	20	92.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	17.9	18.5	17.6	19.1	17.4	18.2	20	91.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.4	16.9	17.0	17.2	18.5	16.1	17.4	20	87.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.3	20.5	19.3	21.1	19.2	20.2	20	101
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	19.9	19.9	19.2	20.2	18.8	19.7	20	98.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	20.3	22.3	19.7	21.6	19.7	21.0	20	105

表 1-188 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.0	18.5	19.7	18.1	18.1	19.2	19.3	20	96.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.5	19.9	21.4	19.2	19.6	20.9	20.8	20	104
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.6	19.7	20.8	19.0	19.4	20.5	20.3	20	102
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.3	21.4	21.4	19.3	21.2	20.9	21.3	20	107
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	19.6	19.5	17.8	19.5	19.0	19.5	20	97.5
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	20.1	20.0	18.3	19.9	19.4	19.9	20	99.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	19.5	20.0	18.2	18.9	19.6	19.6	20	98.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.4	20.1	18.6	19.0	20.0	19.7	20	98.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.2	20.9	22.6	19.6	21.3	22.1	21.6	20	108
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.0	18.8	19.6	18.7	18.4	19.5	19.5	20	97.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	18.8	20.0	18.5	18.4	19.7	19.5	20	97.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.3	17.1	19.7	18.4	16.3	19.8	19.1	20	95.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	18.5	19.4	18.2	18.0	19.2	19.1	20	95.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	19.0	19.6	18.6	18.3	19.6	19.6	20	98.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	18.1	19.2	17.9	17.8	18.7	18.8	20	94.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.9	20.7	20.2	20.0	19.8	20.4	20.7	20	104
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.1	21.2	20.8	20.3	20.1	21.0	21.1	20	106

表 1-189 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	18.4	20.1	18.2	17.9	19.4	19.4	20	97.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.6	19.1	20.3	18.4	19.1	19.8	19.9	20	100
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.9	18.9	20.2	18.4	19.2	19.7	19.7	20	98.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.2	22.9	20.5	19.2	18.3	20.2	20	101
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	20.4	20.3	18.3	19.4	19.7	20.1	20	101
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	20.1	20.1	18.6	19.7	19.8	20.0	20	100
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	17.9	18.4	16.7	17.3	18.0	18.1	20	90.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	19.0	19.8	18.3	19.0	19.7	19.5	20	97.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	19.3	20.8	18.0	20.1	20.5	20.0	20	100
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.9	16.0	16.8	15.8	15.6	16.7	16.6	20	83.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	15.3	17.9	16.3	14.7	17.7	17.1	20	85.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	17.6	18.7	17.4	17.5	18.8	18.4	20	92.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.4	16.2	16.7	15.7	15.5	16.8	16.6	20	83.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	17.9	18.5	17.4	17.5	18.8	18.4	20	92.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.3	16.3	17.3	16.2	16.1	17.3	16.9	20	84.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.7	20.5	20.2	20.0	19.8	20.4	20.6	20	103
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.8	21.5	20.8	20.2	20.3	21.2	21.1	20	106

表 1-186 固相萃取法中浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	18.0	19.2	17.8	18.2	19.8	19.1	20	95.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.1	19.7	20.6	19.3	19.2	20.5	20.4	20	102
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.5	19.3	20.4	18.5	19.0	19.8	19.9	20	99.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.0	20.4	20.5	19.2	21.1	21.0	20.9	20	105
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	19.3	19.1	17.6	19.3	19.6	19.4	20	97.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	20.0	19.3	18.0	19.7	19.8	19.7	20	98.5
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.9	19.6	19.9	18.1	18.6	19.5	19.6	20	98.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	19.0	19.6	18.3	18.8	19.2	19.3	20	97
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.9	21.1	21.3	19.2	21.1	21.4	21.2	20	106
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	18.7	19.3	18.2	17.9	19.0	19.1	20	95.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	18.8	19.6	18.2	18.1	19.2	19.2	20	96.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.8	17.2	20.3	18.4	16.3	19.5	19.1	20	95.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	18.3	19.0	17.8	17.3	18.5	18.6	20	93.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	18.5	18.7	18.1	17.7	18.7	18.8	20	94.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	18.0	18.3	17.9	17.7	19.2	18.6	20	93.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.6	20.8	20.3	19.6	19.9	20.1	20.6	20	103
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.0	21.2	20.4	19.9	20.8	20.9	20.9	20	105

1.4.2.3 高浓度空白加标样准确度测试数据

表 1-190~表 1-195 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定高浓度空白加标样的准确度测试数据。

表 1-190 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	157	182	160	169	164	166	180	92.2
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	141	156	142	147	151	148	180	82.2
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	141	149	142	142	144	144	180	80.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	144	155	174	152	156	159	157	180	87.2
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	154	156	181	165	163	156	163	180	90.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	161	164	187	168	161	167	168	180	93.3
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	158	184	160	161	164	163	180	90.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	141	141	152	138	137	141	142	180	78.9
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	157	165	156	150	162	157	180	87.2
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	130	136	131	130	132	133	180	73.9
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	128	110	126	114	126	111	119	180	66.1
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	138	150	138	141	136	141	180	78.3
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	128	141	131	136	135	135	180	75.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	135	135	146	140	136	135	138	180	76.7
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	152	174	160	159	155	159	180	88.3
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	145	158	146	158	155	153	180	85.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	127	143	129	143	137	137	180	76.1

表 1-191 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	172	189	169	178	172	174	180	96.7
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	177	177	199	171	197	187	185	180	103
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	168	188	163	187	174	174	180	96.7
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	195	193	187	185	191	188	180	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	163	179	191	172	170	178	176	180	97.8
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	182	193	176	173	178	178	180	98.9
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	160	174	186	169	173	173	173	180	96.1
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	180	186	160	186	181	177	180	98.3
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	192	193	193	200	193	193	180	107
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	157	172	151	175	158	161	180	89.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	152	137	157	135	165	146	149	180	82.8
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	148	164	174	152	161	163	160	180	88.9
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	160	160	178	156	178	163	166	180	92.2
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	160	171	151	176	159	162	180	90.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	165	173	161	163	158	162	180	90.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	171	192	165	163	168	172	180	95.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	172	169	183	165	162	164	169	180	93.9

表 1-192 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	175	156	168	184	163	171	180	95.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	196	185	162	175	190	174	180	180	100
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	189	179	157	168	178	168	173	180	96.1
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	195	167	181	187	190	187	180	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	183	181	159	169	176	174	174	180	96.7
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	188	187	163	176	181	184	180	180	100
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	176	156	169	176	172	172	180	95.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	181	175	148	163	172	168	168	180	93.3
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	217	175	195	197	208	203	180	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	170	162	143	154	164	154	158	180	87.8
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	153	142	148	175	139	154	180	85.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	170	147	159	172	161	165	180	91.7
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	161	143	157	163	155	158	180	87.8
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	169	158	143	153	159	152	156	180	86.7
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	157	141	146	155	151	152	180	84.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	174	172	154	166	169	168	167	180	92.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	169	175	157	166	167	170	167	180	92.8

表 1-193 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	177	177	199	171	197	187	185	180	103
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	172	189	169	178	172	174	180	96.7
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	195	193	187	185	191	188	180	104
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	163	179	191	172	170	178	176	180	97.8
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	168	188	163	187	174	174	180	96.7
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	182	193	176	173	178	178	180	98.9
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	160	174	186	169	173	173	173	180	96.1
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	157	172	151	175	158	161	180	89.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	180	186	160	186	181	177	180	98.3
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	152	137	157	135	165	146	149	180	82.8
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	148	164	174	152	161	163	160	180	88.9
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	160	160	178	156	178	163	166	180	92.2
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	160	171	151	176	159	162	180	90.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	165	173	161	163	158	162	180	90.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	171	192	165	163	168	172	180	95.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	172	169	183	165	162	164	169	180	93.9
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	192	193	193	200	193	193	180	107.2

表 1-194 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	172	151	160	181	162	168	180	93.3
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	192	184	160	170	190	172	178	180	98.9
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	186	179	154	163	182	170	172	180	95.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	202	199	165	180	191	198	189	180	105
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	182	155	169	178	181	175	180	97.2
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	191	191	164	175	185	189	183	180	102
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	178	177	153	165	177	173	171	180	95.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	182	154	167	178	176	174	180	96.7
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	216	214	177	194	200	211	202	180	112
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	164	146	151	168	155	159	180	88.3
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	171	148	158	172	159	164	180	91.1
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	150	140	138	169	129	148	180	82.2
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	167	148	156	169	157	161	180	89.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	169	168	149	155	166	156	161	180	89.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	164	144	155	164	159	159	180	88.3
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	177	175	157	170	176	170	171	180	95.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	175	158	168	166	172	169	180	93.9

表 1-195 固相萃取法高浓度空白加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	175	157	162	183	163	169	180	93.9
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	175	157	163	186	166	172	180	95.6
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	178	175	151	162	175	167	168	180	93.3
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	189	187	178	169	171	188	180	180	100
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	187	187	161	174	176	186	179	180	99.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	190	192	166	176	178	189	182	180	101
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	166	144	152	159	159	157	180	87.2
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	184	180	151	163	173	173	171	180	95.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	198	163	179	183	194	187	180	104
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	137	125	130	141	131	134	180	74.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	131	126	126	158	118	134	180	74.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	162	142	151	165	154	157	180	87.2
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	142	129	137	146	138	140	180	77.8
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	155	141	147	158	150	151	180	83.9
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	152	136	139	146	148	146	180	81.1
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	176	158	169	173	171	170	180	94.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	176	166	169	175	176	173	180	96.1

1.4.2.4 低浓度地下水加标样准确度测试数据

表 1-196~表 1-201 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定低浓度地下水加标样的准确度测试数据。

表 1-196 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	3.46	3.06	3.61	3.25	3.78	3.48	5	69.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.29	3.40	3.13	3.60	3.12	3.49	3.34	5	66.8
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.92	3.82	3.67	4.13	3.70	4.23	3.91	5	78.2
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.17	6.22	4.79	5.11	4.29	4.69	5.21	5	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.74	6.19	5.35	6.30	5.37	5.93	5.98	5	120
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.21	5.92	4.72	5.70	5.38	6.12	5.51	5	110
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.95	4.70	4.41	5.27	3.96	4.94	4.71	5	94.2
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.35	4.38	4.15	4.53	4.08	4.54	4.34	5	86.8
9	达氟沙星	样品	1.67	1.15	1.24	1.36	1.53	1.20	0.00	/	/
		样品加标	7.67	7.38	7.31	8.07	6.94	7.69	7.51	5	150
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.09	3.03	2.99	3.28	2.82	3.15	3.06	5	61.2
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.94	2.89	2.68	3.09	2.65	2.98	2.87	5	57.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.28	4.75	4.77	5.31	4.88	5.67	5.11	5	102
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.65	2.73	2.53	3.04	2.54	2.73	2.70	5	54.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.38	6.46	6.19	6.95	5.84	6.76	6.43	5	129
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	7.26	7.16	5.64	6.99	5.73	6.86	6.61	5	132
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.17	4.65	4.43	5.45	4.43	5.21	4.89	5	97.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.69	4.69	5.57	6.70	4.87	5.01	5.59	5	112

表 1-197 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.73	3.90	4.37	4.44	4.78	4.77	4.50	5	90.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.21	2.41	3.34	3.22	3.52	3.21	3.15	5	63.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.20	2.79	3.38	2.94	3.28	2.83	3.07	5	61.4
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.24	5.92	5.69	6.58	6.40	6.50	6.22	5	124
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.42	4.18	5.75	5.16	5.80	5.18	5.25	5	105
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.62	3.59	5.44	4.86	4.84	4.35	4.62	5	92.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.86	4.91	4.77	4.66	4.51	4.55	5	91.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.02	2.67	3.64	3.12	3.61	2.75	3.14	5	62.8
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.61	3.69	5.32	4.75	5.22	4.50	4.68	5	93.6
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.86	2.53	2.61	2.80	2.89	2.55	2.71	5	54.2
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.80	2.59	2.65	2.57	2.80	2.55	2.66	5	53.2
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.59	2.51	3.14	2.99	2.74	2.72	2.78	5	55.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.87	2.89	2.70	2.70	3.23	2.80	2.87	5	57.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.21	2.94	3.71	3.63	3.52	2.88	3.32	5	66.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.06	4.71	5.92	5.53	6.18	5.79	5.70	5	114
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.13	3.65	5.31	5.35	5.60	4.32	4.89	5	97.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.31	2.91	3.81	3.64	3.68	2.90	3.38	5	67.6

表 1-198 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	3.70	5.00	4.30	4.90	4.60	4.55	5	91.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	3.80	5.20	4.90	5.10	4.80	4.75	5	95.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.30	4.30	3.80	4.10	4.00	3.93	5	78.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	4.60	6.20	5.50	5.90	5.50	5.53	5	111
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	4.00	5.50	4.90	5.30	4.90	4.97	5	99
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	4.10	5.60	4.90	5.30	5.10	5.03	5	101
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.70	4.90	4.60	4.80	4.60	4.53	5	90.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.10	5.40	5.10	5.40	5.20	5.03	5	101
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	4.50	6.00	5.70	5.90	5.90	5.60	5	112
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.20	4.40	4.10	4.40	4.20	4.05	5	81.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.50	2.70	3.70	3.60	3.80	3.70	3.50	5	70.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	3.50	4.70	4.40	4.60	4.40	4.33	5	86.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	3.40	4.70	4.10	4.70	4.40	4.27	5	85.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.30	4.40	4.00	4.50	4.20	4.07	5	81.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	3.50	4.90	4.30	4.70	4.60	4.42	5	88.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	3.70	4.90	4.50	4.60	4.60	4.50	5	90.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	3.80	4.90	4.60	4.70	4.50	4.50	5	90.0

表 1-199 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.80	4.90	3.70	4.10	3.60	3.90	4.00	5	80.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.70	4.20	4.70	4.30	4.30	4.47	5	89.4
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.70	4.00	3.30	4.20	4.60	3.97	5	79.4
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	2.80	3.10	3.40	2.80	2.40	3.03	5	60.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	2.80	4.30	3.30	3.20	3.30	3.20	3.35	5	67.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	3.30	4.20	5.80	4.30	4.00	4.33	5	86.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	3.90	3.50	3.60	3.40	3.80	3.68	5	73.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.60	6.00	4.90	6.40	5.20	4.90	5.50	5	110
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.00	5.60	6.50	6.20	5.60	5.90	5.97	5	119
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.20	2.90	3.20	3.10	3.50	2.80	3.12	5	62.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.00	3.20	3.10	3.20	2.60	3.00	3.02	5	60.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	3.80	3.20	3.40	3.20	3.90	3.53	5	70.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.60	3.60	3.70	4.10	3.60	3.60	3.70	5	74.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.40	3.20	3.00	3.00	3.00	2.80	3.07	5	61.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	5.00	5.30	4.80	4.80	4.50	4.97	5	99.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.00	3.10	3.00	3.00	2.60	3.10	2.97	5	59.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	6.40	5.50	6.30	4.30	5.50	5.47	5	109

表 1-200 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.40	2.60	3.60	3.50	3.50	3.50	3.35	5	67.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	3.20	4.40	4.20	4.20	4.00	4.00	5	80.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.80	3.20	4.10	3.90	3.90	3.80	3.78	5	75.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	3.90	5.20	4.90	5.10	4.80	4.78	5	95.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	3.40	4.50	4.20	4.40	4.30	4.17	5	83.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.00	5.40	5.10	5.30	5.10	4.98	5	99.6
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	3.20	4.10	3.90	4.10	3.90	3.85	5	77.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.80	4.90	4.60	4.70	4.50	4.52	5	90.4
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.00	6.60	6.10	6.30	5.90	5.97	5	119
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.30	2.60	3.50	3.30	3.40	3.30	3.23	5	64.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	3.70	4.70	4.60	4.80	4.40	4.43	5	88.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.00	2.72	3.20	3.00	3.00	3.00	2.99	5	59.8
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.10	5.40	5.10	5.40	4.90	4.98	5	99.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.40	2.60	3.40	3.30	3.40	3.40	3.25	5	65.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.80	2.90	3.90	3.90	3.90	3.90	3.72	5	74.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.20	4.20	4.10	4.10	4.00	3.95	5	79.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.20	4.50	4.20	4.30	4.00	4.05	5	81.0

表 1-201 固相萃取法低浓度地下水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	3.00	4.10	4.00	4.00	4.00	3.83	5	76.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	3.30	4.50	4.40	4.20	4.10	4.15	5	83.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.30	3.60	4.50	4.30	4.40	4.30	4.23	5	84.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	4.10	5.70	5.30	5.10	5.30	5.10	5	102
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.70	5.00	4.60	4.70	4.60	4.53	5	90.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	4.20	5.70	5.40	5.50	5.30	5.20	5	104
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.40	4.50	4.70	4.40	3.70	4.13	5	82.6
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.70	5.00	4.60	4.70	4.60	4.53	5	90.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	4.60	6.00	5.50	5.50	5.40	5.38	5	108
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.80	2.70	4.00	3.80	3.90	3.40	3.60	5	72.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.30	2.50	3.50	3.30	3.40	3.30	3.22	5	64.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.80	3.00	4.10	3.80	3.90	3.80	3.73	5	74.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.40	5.00	4.60	4.90	4.60	4.52	5	90.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.70	2.90	4.00	3.80	3.80	3.70	3.65	5	73.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	3.20	4.60	4.20	4.30	4.10	4.10	5	82.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	3.20	4.40	4.20	4.30	4.10	4.07	5	81.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	3.40	4.30	4.40	4.50	4.10	4.13	5	82.6

1.4.2.5 低浓度海水加标样准确度测试数据

表 1-202~表 1-207 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定低浓度海水加标样的准确度测试数据。

表 1-202 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.89	3.67	4.37	3.79	4.10	4.37	4.03	5	80.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.58	4.33	4.74	4.33	4.81	4.84	4.61	5	92.2
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.15	4.87	5.24	4.72	5.41	5.18	5.10	5	102
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.36	6.05	6.44	5.67	6.71	6.91	6.19	5	124
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.54	5.46	4.95	5.77	5.89	5.45	5	109
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.65	5.55	5.15	5.02	5.64	5.64	5.28	5	106
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.61	4.72	5.00	4.52	5.13	5.25	4.87	5	97.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.83	4.53	4.99	4.68	5.18	5.36	4.93	5	98.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.08	6.50	6.42	6.31	7.35	6.52	6.53	5	131
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.83	3.29	3.62	3.42	3.65	3.70	3.59	5	71.8
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.07	2.95	3.17	2.73	2.60	2.63	2.86	5	57.2
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.74	4.21	4.80	4.19	4.68	4.79	4.57	5	91.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.51	3.38	3.46	3.45	3.60	3.52	3.49	5	69.8
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.69	4.60	4.89	3.84	4.80	5.16	4.66	5	93.2
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.86	4.70	5.10	4.73	5.06	5.19	4.94	5	98.8
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.65	4.82	4.99	4.64	5.20	4.92	4.87	5	97.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.04	5.58	5.84	5.49	6.11	6.00	5.68	5	114

表 1-203 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	3.75	4.36	4.52	4.45	4.02	4.25	5	85.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.75	4.23	4.78	4.57	4.11	4.30	4.46	5	89.2
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.81	4.66	5.05	4.55	4.55	4.44	4.68	5	94
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.75	5.16	5.61	5.63	5.47	5.23	5.48	5	110
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.44	4.91	5.01	4.91	4.55	4.77	5	95.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.16	4.68	5.08	5.16	4.88	5.14	5.02	5	100
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.13	4.65	4.65	4.84	4.86	4.78	4.82	5	96.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.17	4.06	4.38	3.31	3.87	4.81	4.10	5	82.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	5.17	5.21	4.97	5.13	5.47	5.19	5	104
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.83	3.28	3.80	3.82	3.80	3.78	3.72	5	74.4
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.42	3.06	3.23	3.31	3.41	3.15	3.26	5	65.2
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.67	3.36	3.92	4.07	3.83	3.71	3.76	5	75.2
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.64	3.59	3.91	3.95	3.44	3.74	3.71	5	74.2
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.07	4.02	4.16	4.53	4.14	4.38	4.22	5	84.4
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.89	4.51	4.53	4.76	4.79	4.35	4.64	5	92.8
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.92	4.70	4.89	4.54	5.08	4.81	4.82	5	96.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.44	4.59	4.80	4.01	4.58	4.48	4.48	5	89.6

表 1-204 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	5.00	5.70	5.20	5.50	5.20	5.32	5	106
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.20	4.90	5.50	5.10	5.40	5.10	5.20	5	104
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.50	4.80	4.60	5.00	4.60	4.70	5	94
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.30	5.80	5.50	6.20	5.10	5.50	5	110
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.00	5.20	5.30	5.70	5.10	5.23	5	105
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.80	5.00	4.70	5.30	4.60	4.85	5	97
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.00	5.50	5.10	5.50	5.10	5.22	5	104
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	5.20	5.30	5.20	5.80	5.30	5.32	5	106
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	5.00	5.10	5.00	5.80	4.70	5.05	5	101
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.10	5.30	5.00	5.30	5.40	5.27	5	105
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.90	4.30	4.80	4.20	4.30	4.70	4.53	5	90.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.00	5.10	4.80	5.10	5.10	5.02	5	100
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.50	4.70	4.60	4.80	4.80	4.70	5	94.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	5.00	5.20	5.00	5.40	5.30	5.20	5	104
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.30	5.60	5.50	5.90	5.40	5.53	5	111
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.50	5.50	5.70	5.40	5.90	5.50	5.58	5	112
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	5.70	5.70	5.50	6.10	5.30	5.62	5	112

表 1-205 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.10	4.90	4.70	5.30	5.90	4.70	5.10	5	102
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.40	5.50	5.80	5.30	6.20	6.20	5.73	5	115
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.50	6.40	6.40	5.20	5.90	5.90	6.05	5	121
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.90	5.40	6.50	5.40	6.80	6.02	5	120
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.90	4.30	4.70	4.90	3.70	4.75	5	95.0
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.10	5.50	5.30	6.00	5.90	5.70	5.75	5	115
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	5.80	4.50	5.10	6.00	6.10	5.35	5	107
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.60	4.90	4.80	5.20	5.10	4.85	5	97.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.70	6.10	6.00	6.20	6.90	6.80	6.45	5	129
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	4.40	4.00	4.10	5.20	6.00	4.65	5	93
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	3.90	4.00	3.90	4.10	5.10	5.20	4.37	5	87.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.90	5.60	5.80	5.80	5.40	6.00	5.75	5	115
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.00	4.20	3.50	4.50	4.40	5.40	4.33	5	86.6
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.10	4.30	3.50	5.00	5.50	4.50	5	90.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	6.50	6.80	6.00	6.70	5.80	5.40	6.20	5	124
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.10	5.00	4.90	5.00	5.90	4.60	4.92	5	98.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.30	6.80	5.20	4.40	5.70	4.10	5.25	5	105

表 1-206 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	1.10	0.00	0.00	0.00	0.00	1.10	0.37	/	/
		样品加标	4.60	4.50	5.00	4.50	5.00	4.80	4.73	5	87.2
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.50	5.10	4.70	5.00	4.80	4.78	5	95.6
3	氧氟沙星	样品	1.60	0.00	0.40	0.40	0.80	1.50	0.78	/	/
		样品加标	5.00	4.90	5.30	5.10	5.30	5.10	5.12	5	86.8
4	培氟沙星	样品	1.20	0.00	0.10	0.10	0.00	1.20	0.43	/	/
		样品加标	4.70	5.10	5.40	5.10	6.00	4.90	5.20	5	95.4
5	依诺沙星	样品	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.33	/	/
		样品加标	4.60	4.70	4.90	5.00	5.30	4.60	4.85	5	90.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.90	5.10	5.00	5.40	4.80	4.98	5	99.6
7	环丙沙星	样品	1.10	0.00	0.00	0.00	0.00	1.10	0.37	/	/
		样品加标	4.60	4.60	5.00	4.80	5.20	4.70	4.82	5	89.0
8	恩诺沙星	样品	1.40	0.00	0.00	0.00	0.00	1.40	0.47	/	/
		样品加标	4.70	4.70	4.90	4.70	5.20	4.80	4.83	5	87.2
9	达氟沙星	样品	1.90	0.00	0.00	0.00	0.00	1.90	0.63	/	/
		样品加标	4.60	4.90	5.10	4.90	5.70	4.80	5.00	5	87.4
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.50	4.70	4.50	4.70	4.80	4.65	5	93.0
11	奥比沙星	样品	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.10	0.35	/	/
		样品加标	4.50	4.30	4.50	4.40	4.60	4.50	4.47	5	82.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.10	4.80	4.20	4.20	4.80	4.48	5	89.6
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.80	0.13	/	/
		样品加标	4.50	4.20	4.40	4.30	4.40	4.50	4.38	5	85.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.50	4.60	4.60	4.70	4.70	4.62	5	92.4
15	莫西沙星	样品	1.30	0.00	0.00	0.00	0.90	1.30	0.58	/	/
		样品加标	5.00	5.10	5.20	5.00	5.30	5.10	5.12	5	90.8
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.00	5.10	4.90	5.30	4.90	5.03	5	101
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.80	4.80	4.80	5.10	4.60	4.80	5	96.0

表 1-207 固相萃取法低浓度海水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.40	5.00	4.60	4.80	4.70	4.68	5	93.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.50	4.90	4.50	4.90	4.60	4.65	5	93.0
3	氧氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	4.90	5.10	4.90	5.30	5.10	5.05	5	101
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	5.00	5.50	5.00	6.00	5.00	5.22	5	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.70	5.00	4.90	5.40	4.70	4.88	5	97.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.90	5.30	4.90	5.50	4.80	5.03	5	101
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.50	4.50	4.40	4.80	4.30	4.50	5	90.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	4.70	4.90	4.70	5.10	4.80	4.80	5	96.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.50	4.90	5.10	4.70	5.60	4.60	4.90	5	98
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.00	4.30	4.10	4.30	4.90	4.40	5	88.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.60	3.90	4.70	4.00	3.90	4.60	4.28	5	85.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.40	4.30	4.60	4.30	4.40	4.50	4.42	5	88.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.20	4.10	4.40	4.10	4.20	4.90	4.32	5	86.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.70	4.50	4.80	4.40	4.80	4.70	4.65	5	93.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.90	5.00	4.90	5.20	5.20	5.00	5	100
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	5.00	5.10	5.10	5.00	5.40	5.00	5.10	5	102
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	4.80	4.80	5.10	4.70	5.40	4.70	4.92	5	98.4

1.4.2.6 中浓度地表水加标样准确度测试数据

表 1-208~表 1-213 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定中浓度地表水加标样的准确度测试数据。

表 1-208 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.6	14.6	16.0	15.5	15.6	15.6	15.5	20	77.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.5	16.4	16.1	16.1	16.6	16.5	16.4	20	82.0
3	氧氟沙星	样品	12.0	12.0	12.6	13.0	12.7	12.0	12.4	/	/
		样品加标	32.1	32.4	32.2	33.0	33.5	33.0	32.7	20	102
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	28.1	26.7	29.2	28.3	28.0	28.2	28.1	20	141
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	20.8	21.9	21.4	21.5	21.0	21.3	20	107
6	诺氟沙星	样品	2.24	2.11	2.31	2.00	2.20	2.25	2.20	/	/
		样品加标	23.5	22.0	22.8	22.9	22.4	22.8	22.7	20	103
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	19.1	21.8	20.6	20.1	20.1	20.4	20	102.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	20.9	20.3	20.8	20.5	20.8	20.6	20	103.0
9	达氟沙星	样品	1.30	1.40	1.24	1.20	1.26	1.45	1.30	/	/
		样品加标	26.9	27.8	27.1	27.5	27.9	27.4	27.4	20	131
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.4	16.1	16.0	15.5	15.8	15.6	15.7	20	78.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.3	12.4	12.3	12.8	12.7	12.3	12.5	20	62.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	23.4	23.1	23.1	23.0	23.8	23.1	20	115.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.2	17.5	16.7	17.4	17.0	17.7	17.1	20	85.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.3	25.0	25.9	25.1	25.0	24.7	25.2	20	126
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	26.9	25.4	25.8	26.0	25.8	25.3	25.9	20	130
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.6	24.8	22.6	22.8	23.6	23.2	23.4	20	117
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	19.8	18.7	19.4	18.8	18.1	19.0	20	95

表 1-209 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	19.1	19.9	19.5	18.7	18.2	19.0	20	95.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.7	15.3	15.6	14.0	14.9	14.0	14.8	20	74.0
3	氧氟沙星	样品	10.0	9.6	10.6	12.3	10.0	9.5	10.3	/	/
		样品加标	27.4	27.6	28.5	27.2	28.5	26.4	27.6	20	87.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	29.3	29.4	29.8	28.0	29.3	27.7	28.9	20	145
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	22.9	22.9	21.4	22.8	22.6	22.5	20	113
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	22.3	22.2	21.4	21.9	21.9	21.9	20	110
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	20.7	21.4	20.9	21.1	20.4	20.9	20	105
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.7	15.8	17.3	16.7	17.3	16.6	16.7	20	83.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	22.3	24.0	21.3	24.0	22.2	22.6	20	113
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	11.2	11.3	12.4	11.5	12.3	10.5	11.5	20	57.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	10.6	10.9	11.4	10.8	10.8	11.0	10.9	20	54.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.6	12.9	13.3	12.9	12.6	12.5	13.1	20	65.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.3	14.4	14.7	13.4	14.4	13.6	14.1	20	70.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.1	17.2	17.0	15.1	17.5	16.7	16.8	20	84.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.5	23.3	23.9	24.3	23.1	22.9	23.3	20	117
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	20.7	21.5	23.1	22.7	21.3	21.7	20	109
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.9	16.3	16.7	18.1	18.5	17.3	17.3	20	86.5

表 1-210 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.6	16.2	15.5	16.8	15.0	18.0	16.4	20	82.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.9	16.7	16.5	17.7	16.6	17.8	17.0	20	85.0
3	氧氟沙星	样品	20.8	25.0	26.0	20.7	23.9	23.3	23.3	/	/
		样品加标	47.5	41.6	39.5	39.6	46.4	48.8	43.9	20	103
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.1	16.2	16.5	18.9	17.0	18.4	17.2	20	86
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.4	18.9	19.4	19.3	16.3	20.4	19.0	20	95.0
6	诺氟沙星	样品	5.10	5.30	4.50	4.30	5.10	4.50	4.80	/	/
		样品加标	31.0	31.9	27.3	27.6	29.3	28.9	29.3	20	123
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.6	13.0	14.7	14.3	14.5	15.1	14.2	20	71.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.5	21.7	21.9	24.9	22.0	22.8	22.8	20	114
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.2	22.1	22.9	24.8	23.0	24.8	23.3	20	117
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.8	15.8	15.7	15.6	14.8	15.8	15.4	20	77.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.2	14.0	15.0	14.5	14.2	15.0	14.5	20	72.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	17.4	18.1	15.4	17.9	19.6	17.9	20	89.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.3	15.4	16.0	15.2	15.2	17.5	15.8	20	79.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.2	15.6	16.1	16.1	16.2	17.6	16.3	20	81.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.9	21.1	21.4	23.8	21.2	21.4	22.0	20	110
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.4	15.2	16.0	16.0	14.1	15.5	15.5	20	77.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.4	24.3	21.0	20.4	22.6	21.2	22.0	20	110

表 1-211 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.5	19.2	18.9	19.3	19.3	18.9	19.2	20	96.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	20.9	20.5	21.3	20.8	21.1	20.9	20	105
3	氧氟沙星	样品	11.9	12.3	12.7	12.4	12.4	11.8	12.3	/	/
		样品加标	32.3	33.0	31.4	33.5	33.6	32.8	32.8	20	103
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	26.0	26.0	25.6	25.5	25.9	25.0	25.7	20	129
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.6	22.8	21.8	22.4	22.7	22.3	22.4	20	112
6	诺氟沙星	样品	1.50	1.50	1.50	1.60	1.60	1.50	1.50	/	/
		样品加标	27.0	26.8	25.8	25.9	27.0	26.1	26.4	20	125
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	21.2	20.7	20.9	21.4	20.9	21.1	20	106
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	20.7	21.1	21.5	21.2	20.6	21.0	20	105
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.4	25.7	25.6	25.5	25.9	25.4	25.6	20	128
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.0	17.2	16.8	16.9	17.4	16.9	17.0	20	85.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.7	16.9	16.5	17.5	16.9	16.8	16.9	20	84.5
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	19.0	18.5	19.2	19.2	18.8	19.0	20	95.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	19.4	19.3	19.1	19.4	18.7	19.1	20	95.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.8	18.5	18.2	18.2	18.6	17.8	18.2	20	91.0
15	莫西沙星	样品	1.00	0.90	0.90	1.00	1.00	1.00	0.00	/	/
		样品加标	19.2	19.4	19.4	19.3	19.5	19.1	19.3	20	96.5
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	18.7	18.5	18.5	18.2	18.1	18.5	20	92.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	18.9	18.6	18.7	18.8	18.1	18.7	20	93.5

表 1-212 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.9	18.4	18.8	19.2	19.7	19.3	19.1	20	95.5
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.2	20.3	21.0	21.4	20.3	20.7	20	104
3	氧氟沙星	样品	11.6	12.5	12.7	12.1	12.0	11.6	12.1	/	/
		样品加标	33.1	32.5	31.6	33.3	33.1	32.3	32.7	20	103
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.9	24.1	24.3	24.7	24.9	24.7	24.6	20	123
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	21.8	21.8	21.9	22.1	22.2	21.9	20	110
6	诺氟沙星	样品	1.50	1.60	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50	/	/
		样品加标	25.7	25.3	25.0	25.9	25.5	25.9	25.6	20	121
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	20.1	20.1	20.4	20.8	20.8	20.5	20	103
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.9	21.6	21.3	22.1	21.8	21.2	21.7	20	109
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.0	24.8	23.9	25.0	24.7	24.5	24.7	20	124
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.7	17.4	17.1	17.6	18.0	17.4	17.5	20	87.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.2	18.5	18.6	19.0	19.0	18.3	18.8	20	94.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.7	16.4	16.4	17.1	17.0	16.1	16.6	20	83.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.6	19.1	18.9	19.5	19.7	18.7	19.3	20	96.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	18.2	18.0	18.8	18.3	18.2	18.4	20	92.0
15	莫西沙星	样品	1.00	0.90	1.00	1.00	1.00	1.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	19.8	20.1	20.8	20.6	20.2	20.4	20	102
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.9	19.7	19.3	20.1	19.8	19.6	19.7	20	98.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	20.6	20.2	20.7	20.4	20.5	20.5	20	103

表 1-213 固相萃取法中浓度地表水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.7	18.2	18.2	18.4	18.7	18.0	18.4	20	92.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.5	19.6	19.7	19.6	20.3	19.5	19.9	20	100
3	氧氟沙星	样品	11.2	12.7	12.7	12.1	12.0	11.4	12.0	/	/
		样品加标	33.2	32.1	31.4	32.0	32.7	32.5	32.3	20	102
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.1	24.8	24.2	25.0	24.9	24.6	24.8	20	124
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	22.1	21.9	22.6	22.3	21.7	22.2	20	111
6	诺氟沙星	样品	1.50	1.50	1.50	1.50	1.60	1.50	1.50	/	/
		样品加标	25.8	25.9	25.6	26.3	25.4	25.4	25.7	20	121
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	19.5	19.1	19.8	19.4	19.1	19.3	20	97
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.1	21.4	21.4	21.6	22.2	21.5	21.7	20	109
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.2	24.4	24.0	24.9	24.7	24.8	24.7	20	124
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.2	15.5	15.6	16.0	16.0	15.8	16.2	20	81.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.0	15.5	15.5	16.0	16.3	15.5	15.8	20	79.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.0	18.6	18.5	18.6	19.3	18.4	18.7	20	93.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	18.7	18.3	18.4	18.9	18.2	18.5	20	92.5
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	18.4	17.9	18.8	18.9	17.8	18.4	20	92.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.2	20.0	18.8	19.7	20.0	18.9	19.4	20	97.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	20.3	20.0	20.5	20.3	20.0	20.2	20	101
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	20.3	20.0	20.9	20.2	20.3	20.4	20	102

1.4.2.7 中浓度生活污水加标样准确度测试数据

表 1-214~表 1-219 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定中浓度生活污水加标样的准确度测试数据。

表 1-214 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.1	14.9	17.8	15.9	15.4	15.6	15.6	20	78.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.7	13.4	14.6	14.4	13.4	14.5	14.0	20	70.0
3	氧氟沙星	样品	15.6	15.0	13.9	13.7	13.0	13.7	14.2	/	/
		样品加标	27.4	26.7	28.6	28.7	26.4	28.8	27.8	20	68.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.5	19.3	21.4	22.7	20.3	20.5	20.6	20	103
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.1	18.3	20.3	21.5	19.1	19.5	19.5	20	98
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	21.3	21.6	22.1	19.6	21.0	20.8	20	104
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	19.3	20.2	20.7	19.0	19.4	19.3	20	96.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.6	14.4	16.1	16.8	14.4	16.3	15.6	20	78.0
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.9	18.9	19.8	22.0	18.9	20.0	19.9	20	100
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.4	13.0	13.7	13.7	12.9	14.2	13.3	20	66.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	10.4	10.2	12.0	10.4	10.4	11.3	10.8	20	54.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.9	14.5	17.2	16.8	14.5	16.7	16.1	20	80.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.3	12.0	13.8	13.2	12.0	13.5	13.0	20	65.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.4	18.2	18.4	18.1	16.9	17.1	17.7	20	88.5
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.3	19.0	20.6	21.3	19.6	19.9	20.0	20	100
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.6	19.9	20.7	20.4	20.2	20.1	20.0	20	100
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.8	14.8	17.3	17.2	16.1	15.9	16.4	20	82.0

表 1-215 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.1	15.2	18.8	17.6	16.3	17.6	17.4	20	87.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.5	14.2	15.3	14.8	14.0	15.1	14.8	20	74.0
3	氧氟沙星	样品	10.4	12.2	13.2	12.0	12.3	11.7	12.0	/	/
		样品加标	28.1	25.3	26.7	25.2	25.5	27.5	26.4	20	72.0
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.1	19.5	24.4	23.2	21.8	24.2	22.9	20	115
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.8	18.5	22.2	20.1	19.1	21.7	20.6	20	103
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.6	19.3	22.1	21.8	20.3	21.6	21.5	20	108
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.4	18.3	21.1	20.4	20.2	20.4	20.5	20	103
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.8	13.3	13.1	14.7	14.6	14.4	14.3	20	71.5
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.6	18.6	18.6	20.6	19.1	20.4	19.8	20	99.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.1	11.0	11.1	11.4	11.2	11.4	11.4	20	57.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	10.9	11.5	10.8	11.6	11.4	11.2	11.2	20	56.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.0	10.3	11.8	11.0	11.7	12.1	11.7	20	58.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	13.9	11.7	12.9	12.5	12.7	13.1	12.8	20	64.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	16.0	14.2	14.5	13.2	13.8	14.6	14.4	20	72.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.8	16.8	20.5	19.8	18.1	20.3	19.4	20	97.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	18.2	17.7	18.1	18.4	18.7	18.6	20	93.0
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.7	15.9	15.1	15.8	16.5	16.1	16.2	20	81.0

表 1-216 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	24.2	24.9	21.1	25.0	24.3	23.4	20	117
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.0	23.3	24.0	19.2	22.9	21.3	22.0	20	110
3	氧氟沙星	样品	11.2	11.7	14.0	11.8	15.6	11.8	12.7	/	/
		样品加标	30.7	31.8	32.9	25.0	32.2	28.8	30.2	20	87.5
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.6	19.7	19.9	15.8	19.5	18.6	18.5	20	92.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.5	22.8	23.4	19.6	23.4	22.1	21.8	20	109
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.1	22.6	23.4	20.1	24.1	22.4	22.1	20	111
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.7	24.1	24.6	21.3	24.6	24.5	23.3	20	117
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.3	22.1	23.1	16.4	22.3	18.9	20.5	20	103
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.5	20.3	21.4	15.4	20.3	17.4	19.1	20	96
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.7	25.9	26.4	22.2	25.9	23.3	24.6	20	123
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.5	24.7	25.9	20.6	24.5	23.0	23.9	20	120
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	27.2	29.4	25.1	28.2	29.5	29.4	28.1	40	70.3
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.4	25.1	26.3	21.3	26.4	23.7	24.7	20	124
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.3	25.1	26.4	22.1	26.2	23.9	24.8	20	124
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.4	24.2	25.6	21.3	25.1	24.5	24.0	20	120
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.4	22.9	22.7	22.3	24.0	23.2	22.9	20	115
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	21.9	22.1	22.1	24.1	22.0	22.4	20	112

表 1-217 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.0	17.7	16.8	17.1	20.0	17.1	17.8	20	89.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	17.8	16.5	17.4	17.9	18.7	17.0	17.6	20	88.0
3	氧氟沙星	样品	15.4	15.4	15.9	18.5	16.3	15.6	16.2	/	/
		样品加标	42.7	39.3	40.1	36.0	43.5	41.9	40.6	20	122
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.4	18.1	20.3	20.3	18.9	19.2	19.2	20	96.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	18.7	19.0	20.5	20.4	18.8	19.6	20	98.0
6	诺氟沙星	样品	1.80	1.70	1.90	2.00	2.10	1.90	1.90	/	/
		样品加标	18.9	15.6	18.0	19.2	19.8	16.8	18.1	20	90.5
7	环丙沙星	样品	1.10	1.20	1.10	1.20	1.10	1.50	0.00	/	/
		样品加标	15.1	15.8	15.7	17.1	18.3	15.4	16.2	20	81.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.8	22.1	23.1	22.7	20.6	19.6	21.8	20	109
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.8	21.7	22.0	23.7	24.9	22.2	23.2	20	116
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.8	15.8	16.0	17.3	18.2	17.2	16.7	20	83.5
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	15.0	14.7	15.0	14.5	16.3	14.7	15.0	20	75.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	19.6	18.4	17.7	19.4	21.6	18.0	19.1	20	95.5
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.5	13.4	13.4	14.8	15.4	12.5	14.0	20	70.0
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	14.6	13.8	12.8	14.6	15.8	13.7	14.2	20	71.0
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	20.7	20.2	22.6	23.8	21.1	21.6	20	108
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	12.5	14.4	14.1	12.6	15.2	12.1	13.5	20	67.5
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	19.4	21.7	19.5	20.4	18.6	20.1	20	101

表 1-218 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	22.9	22.1	18.6	21.6	20.7	21.4	20	107
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.9	24.2	24.3	20.8	24.0	23.9	23.5	20	118
3	氧氟沙星	样品	11.0	11.9	14.2	12.1	15.0	12.5	12.8	/	/
		样品加标	37.6	38.8	40.0	32.0	38.9	39.3	37.8	20	125
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.3	18.7	18.5	14.7	18.2	16.7	17.5	20	87.5
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.6	21.4	21.2	17.8	21.9	19.8	20.5	20	103
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.5	23.9	24.4	20.3	24.6	23.1	23.3	20	117
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.7	23.0	22.7	18.9	22.9	21.7	21.8	20	109
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.3	22.3	23.3	17.4	22.8	21.5	21.4	20	107
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	21.8	23.0	17.0	22.3	21.5	21.2	20	106
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.7	25.2	26.6	23.0	26.1	26.5	25.4	20	127
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.4	24.3	26.0	20.9	25.4	25.7	24.5	20	123
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	26.2	27.6	26.0	27.3	26.6	27.3	26.8	20	134
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	25.6	26.3	27.8	23.6	27.9	27.9	26.5	20	133
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.7	25.2	26.6	22.6	26.5	25.9	25.3	20	127
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.5	23.2	23.8	19.6	23.5	21.8	22.4	20	112
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	21.1	21.5	20.5	21.8	21.6	21.3	20	107
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.2	19.8	19.0	20.1	20.1	19.8	19.8	20	99.0

表 1-219 固相萃取法中浓度生活污水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.1	21.2	22.0	17.8	21.2	20.6	20.7	20	104
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.9	23.0	23.5	20.4	23.7	23.0	22.8	20	114
3	氧氟沙星	样品	11.3	11.3	13.9	12.4	13.3	12.5	12.5	/	/
		样品加标	37.4	38.8	39.3	31.9	39.6	38.6	37.6	20	126
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	18.3	18.2	19.5	14.7	18.5	17.3	17.8	20	89.0
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.9	21.2	22.5	18.0	21.6	20.5	20.8	20	104
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	23.2	23.7	25.2	20.3	24.4	23.2	23.3	20	117
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.4	20.6	22.1	17.7	21.2	20.3	20.4	20	102
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	22.5	22.8	17.6	23.6	21.3	21.5	20	108
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.4	21.4	22.3	17.4	22.9	20.5	21.0	20	105
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	22.3	22.0	23.3	20.9	23.7	23.2	22.6	20	113
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.3	25.6	26.5	25.9	26.2	28.3	26.1	20	131
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.2	24.3	25.6	21.0	25.7	25.6	24.4	20	122
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.6	24.9	26.2	23.3	26.8	26.6	25.4	20	127
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	24.2	24.9	26.2	23.0	27.0	26.6	25.3	20	127
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.2	21.3	23.5	18.1	22.2	21.8	21.4	20	107
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	21.5	21.1	21.6	20.9	22.5	21.6	21.5	20	108
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	20.0	20.4	20.4	19.5	21.7	19.0	20.2	20	101

1.4.2.8 高浓度工业废水加标样准确度测试数据

表 1-220~表 1-225 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定高浓度工业废水加标样的准确度测试数据。

表 1-220 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 19 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	137	134	139	134	138	136	136	180	75.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	147	147	154	147	145	152	149	180	82.8
3	氧氟沙星	样品	95.3	89.3	91.5	88.0	90.9	88.8	90.6	/	/
		样品加标	240	237	244	233	227	237	236	180	80.8
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	151	154	159	159	157	156	180	87
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	152	153	148	156	153	150	152	180	84.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	154	160	166	158	164	160	180	89
7	环丙沙星	样品	3.85	3.72	3.93	3.87	4.26	4.17	3.97	/	/
		样品加标	161	155	153	156	156	162	157	180	85.0
8	恩诺沙星	样品	0.77	0.75	0.89	0.74	0.75	0.76	0.00	/	/
		样品加标	151	158	160	156	150	156	155	180	86.1
9	达氟沙星	样品	1.66	1.64	1.82	1.65	1.66	1.65	1.68	/	/
		样品加标	178	181	186	182	174	188	182	180	100
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	137	142	138	134	141	139	180	77.2
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	113	105	112	108	108	110	109	180	60.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	151	161	155	146	154	153	180	85.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	141	138	145	144	137	147	142	180	78.9
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	151	148	156	149	147	157	151	180	83.9
15	莫西沙星	样品	12.5	12.5	13.6	12.8	13.2	13.2	13.0	/	/
		样品加标	161	166	162	169	168	165	165	180	84.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	138	151	151	142	147	146	146	180	81.1
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	99.0	107	102	101	108	103	103	180	57.2

表 1-221 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	150	164	163	160	148	150	156	180	86.7
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	186	194	190	199	181	186	189	180	105
3	氧氟沙星	样品	115	104	109	107	107	110	109	/	/
		样品加标	283	295	294	299	274	286	289	180	100
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	186	202	200	198	184	191	194	180	108
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	180	180	177	164	162	172	180	95.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	169	182	177	178	164	161	172	180	95.6
7	环丙沙星	样品	4.06	4.23	4.28	4.11	4.25	4.34	4.21	/	/
		样品加标	167	178	179	177	163	163	171	180	92.7
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	190	184	196	199	173	178	187	180	104
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	223	234	223	235	212	210	223	180	124
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	165	163	174	157	158	164	180	91.1
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	129	138	135	143	125	139	135	180	75.0
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	165	171	169	168	157	157	165	180	91.7
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	173	175	176	161	163	169	180	93.9
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	181	174	180	162	166	172	180	95.6
15	莫西沙星	样品	14.4	14.6	14.2	14.2	14.4	14.7	14.4	/	/
		样品加标	173	180	183	181	169	165	175	180	89.2
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	185	178	188	177	156	166	175	180	97.2
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	170	165	180	166	145	156	164	180	91.1

表 1-222 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 22 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	178	172	152	160	155	163	180	90.6
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	177	191	186	172	174	172	179	180	99
3	氧氟沙星	样品	109	99.0	101	100	98.2	106	102	/	/
		样品加标	275	280	280	260	263	260	270	180	93.3
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	203	211	211	188	199	192	201	180	112
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	174	188	186	169	173	172	177	180	98.3
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	184	200	197	180	187	184	189	180	105
7	环丙沙星	样品	4.40	4.60	4.30	4.40	4.40	4.10	4.37	/	/
		样品加标	164	181	177	161	165	164	169	180	91.5
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	183	183	172	168	174	176	180	97.8
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	249	259	258	246	243	244	250	180	139
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	142	139	132	132	130	135	180	75.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	109	116	114	105	106	101	109	180	60.6
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	145	153	150	141	137	134	143	180	79.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	132	144	138	133	129	128	134	180	74.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	143	139	134	130	130	135	180	75.0
15	莫西沙星	样品	13.4	13.1	12.9	12.9	12.9	13.2	13.1	/	/
		样品加标	143	156	151	140	140	139	145	180	73.3
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	147	154	154	145	145	144	148	180	82.2
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	142	148	149	142	139	140	143	180	79.4

表 1-223 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	176	194	190	181	178	181	183	180	102
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	184	201	212	223	185	219	204	180	113
3	氧氟沙星	样品	179	161	164	152	155	150	160	/	/
		样品加标	311	345	349	327	331	343	334	180	96.7
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	186	183	172	167	179	178	180	98.9
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	194	191	179	183	180	184	180	102
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	169	173	151	152	150	160	180	88.9
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	150	138	143	139	150	144	180	80.0
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	156	178	179	159	163	167	180	92.8
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	155	155	171	154	164	161	180	89.4
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	124	134	134	128	123	125	128	180	71.1
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	169	159	166	197	167	186	174	180	96.7
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	136	137	154	141	144	143	180	79.4
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	121	150	148	140	138	136	139	180	77.2
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	138	150	149	138	138	129	140	180	77.8
15	莫西沙星	样品	23.10	21.50	22.60	17.60	20.80	21.20	21.1	/	/
		样品加标	211	227	222	211	211	207	215	180	108
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	172	172	170	156	170	167	180	92.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	164	176	170	158	162	166	180	92.2

表 1-224 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 30 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	160	170	168	157	160	153	161	180	89.4
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	167	182	180	166	173	164	172	180	95.6
3	氧氟沙星	样品	107	96.2	96.6	98.8	96.7	106	100	/	/
		样品加标	253	275	266	248	259	247	258	180	87.8
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	199	204	205	191	203	192	199	180	111
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	182	180	170	174	171	175	180	97.2
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	187	196	196	184	186	184	189	180	105
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	175	175	164	165	163	168	180	93.3
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	182	181	167	171	166	173	180	96.1
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	222	240	237	222	226	223	228	180	127
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	129	141	139	127	132	128	133	180	73.9
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	138	150	149	137	140	135	142	180	78.9
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	109	120	117	106	111	105	111	180	61.7
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	131	142	139	129	131	127	133	180	73.9
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	129	139	140	126	128	127	132	180	73.3
15	莫西沙星	样品	12.5	12.9	13.5	13.1	12.8	13.1	13.0	/	/
		样品加标	144	154	158	142	143	142	147	180	74.4
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	149	155	156	145	147	144	149	180	82.8
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	143	152	149	142	145	143	146	180	81.1

表 1-225 固相萃取法高浓度工业废水加标样测试数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 2 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	161	164	146	155	149	155	180	86.1
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	172	180	157	167	160	167	180	92.8
3	氧氟沙星	样品	103	95.7	96.5	97.0	97.1	104	99	/	/
		样品加标	255	265	270	241	254	244	255	180	86.7
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	188	189	194	178	187	180	186	180	103
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	183	186	172	174	171	177	180	98.3
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	188	195	199	183	188	186	190	180	106
7	环丙沙星	样品	4.40	4.40	4.40	4.30	4.60	4.40	4.42	/	/
		样品加标	165	171	173	159	163	163	166	180	89.8
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	170	179	183	166	169	166	172	180	95.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	241	254	260	235	242	238	245	180	136
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	127	133	135	123	126	123	128	180	71.1
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	97.4	103	105	92.5	98.4	91.1	98	180	54.4
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	143	145	131	134	131	137	180	76.1
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	128	135	136	124	125	124	129	180	71.7
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	129	135	136	124	126	124	129	180	71.7
15	莫西沙星	样品	13.2	12.9	13.2	13.0	13.3	13.7	13.2	/	/
		样品加标	152	155	159	146	146	142	150	180	76.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	152	160	159	150	151	149	154	180	85.6
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	141	148	146	138	142	139	142	180	78.9

1.4.2.9 高浓度农业废水加标样准确度测试数据

表 1-226~表 1-231 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定高浓度农业废水加标样的准确度测试数据。

表 1-226 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	124	105	126	113	117	112	116	180	64.4
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	124	104	118	106	117	110	113	180	62.8
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0	/	/
		样品加标	163	136	151	134	150	144	146	180	81.1
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	204	168	201	176	197	180	188	180	104
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	137	162	144	160	143	152	180	84.4
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	170	143	176	153	164	154	160	180	88.9
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	164	142	164	153	162	155	157	180	87.2
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	132	154	130	155	141	146	180	81.1
9	达氟沙星	样品	1.04	1.21	1.29	1.07	1.43	1.13	1.20	/	/
		样品加标	208	163	198	169	202	182	187	180	104
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	124	136	120	131	128	130	180	72.2
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	127	116	119	118	115	125	120	180	66.7
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	212	177	204	180	196	193	194	180	108
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	137	150	136	149	145	146	180	81.1
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	238	205	230	200	226	223	220	180	122
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.0	/	/
		样品加标	229	197	235	215	225	216	220	180	122
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	140	158	142	159	157	152	180	84.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	139	120	149	119	143	136	134	180	74.4

表 1-227 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2021 年 11 月 25 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	136	129	139	129	134	133	133	180	73.9
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	127	110	110	138	117	113	119	180	66.1
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0	/	/
		样品加标	130	115	113	146	120	121	124	180	68.9
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	206	185	202	190	200	208	199	180	111
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	165	147	160	148	159	159	156	180	86.7
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	153	158	152	156	162	157	180	87.2
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	156	156	153	152	162	156	180	86.7
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	114	108	98.9	132	104	114	112	180	62.2
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	165	154	141	192	150	168	162	180	90.0
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	98.9	97.7	94.2	113	99.1	93.4	99	180	55.0
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	98.5	93.9	91.9	110	91.9	95.0	97	180	53.9
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	105	94.4	94.2	123	94.3	95.1	101	180	56.1
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	133	116	115	143	122	118	125	180	69.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	148	132	125	163	134	138	140	180	77.8
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.0	/	/
		样品加标	184	179	185	167	181	182	180	180	100
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	154	148	128	153	160	163	151	180	83.9
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	120	122	96.4	124	123	134	120	180	66.7

表 1-228 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心

测试日期：2021 年 12 月 23 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	166	140	149	164	143	165	155	180	86.1
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	154	157	178	155	172	165	180	91.7
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0	/	/
		样品加标	143	126	129	150	126	142	136	180	75.6
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	136	149	167	139	172	156	180	86.7
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	137	149	174	139	169	157	180	87.2
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	144	160	179	150	179	165	180	91.7
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	145	150	172	149	173	160	180	88.9
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	144	154	184	149	176	163	180	90.6
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	175	144	159	187	147	178	165	180	91.7
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	169	159	156	175	157	169	164	180	91.1
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	171	160	171	169	166	168	180	93.3
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	162	159	186	158	179	169	180	93.9
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	165	166	188	167	177	174	180	96.7
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	158	155	172	156	165	163	180	90.6
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.0	/	/
		样品加标	156	135	136	156	135	153	145	180	80.6
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	142	145	163	143	157	151	180	83.9
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	145	147	165	143	160	153	180	85.0

表 1-229 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2021 年 12 月 27 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	195	194	193	186	174	188	188	180	104
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	144	159	143	159	161	156	154	180	85.6
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0	/	/
		样品加标	232	221	217	208	198	211	215	180	119
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	164	130	152	143	143	148	180	82.2
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	194	187	177	177	164	175	179	180	99.4
6	诺氟沙星	样品	5.00	4.10	4.00	3.90	4.00	4.00	4.17	/	/
		样品加标	203	211	210	222	209	214	212	180	116
7	环丙沙星	样品	8.10	7.40	7.80	6.90	7.40	7.20	7.47	/	/
		样品加标	154	158	155	147	137	146	150	180	83.3
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	127	129	128	130	131	137	130	180	72.2
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	191	176	199	197	175	200	190	180	106
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	187	186	175	168	166	163	174	180	96.7
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	211	176	210	185	176	204	194	180	108
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	149	136	144	145	138	150	144	180	80.0
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	171	154	161	146	135	145	152	180	84.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	179	163	159	166	144	170	164	180	91.1
15	莫西沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	/	/
		样品加标	167	161	156	153	142	152	155	180	86.1
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	148	138	143	144	140	143	180	79.4
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	182	192	171	164	158	173	180	96.1

表 1-230 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：中国科学院生态环境研究中心

测试日期：2021 年 12 月 31 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	146	125	132	144	123	139	135	180	75.0
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	137	148	164	136	159	151	180	83.9
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0	/	/
		样品加标	156	132	142	160	131	154	146	180	81.1
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	127	142	155	125	159	145	180	80.6
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	154	125	139	159	123	154	142	180	78.9
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	183	152	164	185	149	179	169	180	93.9
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	154	131	135	152	125	152	142	180	78.9
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	159	129	141	165	130	158	147	180	81.7
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	139	153	184	138	173	160	180	88.9
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	135	143	157	138	151	147	180	81.7
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	160	141	146	163	139	155	151	180	83.9
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	174	166	163	169	162	160	166	180	92.2
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	173	157	163	180	157	172	167	180	92.8
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	155	141	144	156	142	150	148	180	82.2
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.0	/	/
		样品加标	144	128	135	146	129	144	138	180	76.7
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	143	133	132	149	133	145	139	180	77.2
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	129	130	149	130	145	137	180	76.1

表 1-231 固相萃取法高浓度农业废水加标样测试原始数据

验证单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司

测试日期：2022 年 1 月 1 日

序号	化合物		测定结果 (ng/L)						平均值 (ng/L)	标准物质 浓度 (ng/L)	加标回收 率 (%)
			#1	#2	#3	#4	#5	#6			
1	马波沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	120	131	146	120	140	133	180	73.9
2	氟罗沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	137	141	161	132	155	147	180	81.7
3	氧氟沙星	样品	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0	/	/
		样品加标	155	136	138	161	131	153	146	180	81.1
4	培氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	131	146	162	128	163	149	180	82.8
5	依诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	153	128	144	162	127	155	145	180	80.6
6	诺氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	180	152	167	193	150	180	170	180	94.4
7	环丙沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	141	123	127	149	124	142	134	180	74.4
8	恩诺沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	161	132	140	164	131	164	149	180	82.8
9	达氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	172	139	149	183	138	173	159	180	88.3
10	洛美沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	140	129	147	141	123	137	136	180	75.6
11	奥比沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	162	156	153	157	150	153	155	180	86.1
12	二氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	157	143	145	166	140	156	151	180	83.9
13	沙拉沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	168	154	153	171	150	167	161	180	89.4
14	加替沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	156	144	144	157	138	155	149	180	82.8
15	莫西沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.0	/	/
		样品加标	138	122	142	142	122	144	135	180	75.0
16	氟甲喹	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	148	135	135	153	134	148	142	180	78.9
17	那氟沙星	样品	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	/	/
		样品加标	143	130	131	150	131	143	138	180	76.7

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限的数据汇总

表 2-1~表 2-2 为 6 家验证实验室与编制组采用直接进样法和固相萃取法测定本标准 17 种目标化合物的方法检出限和测定下限汇总数据。

表 2-1 直接进样的方法检出限、测定下限的数据汇总表

序号	化合物名称	6家验证实验室检出限 (µg/L)						编制组检出限 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6			
1	马波沙星	2	1	2	2	2	0.7	0.2	2	8
2	氟罗沙星	2	0.6	2	1	2	0.8	0.2	2	8
3	氧氟沙星	2	1	2	2	1	2	0.3	2	8
4	培氟沙星	2	1	1	0.8	1	2	0.3	2	8
5	依诺沙星	2	2	2	0.9	1	1	0.3	2	8
6	诺氟沙星	2	0.5	2	2	2	1	0.1	2	8
7	环丙沙星	2	2	2	2	1	2	0.2	2	8
8	恩诺沙星	2	0.6	2	2	0.9	1	0.2	2	8
9	达氟沙星	2	0.5	1	2	2	1	0.3	2	8
10	洛美沙星	2	1	2	0.7	0.8	2	0.2	2	8
11	奥比沙星	2	2	2	0.8	1	0.9	0.2	2	8
12	二氟沙星	2	2	2	2	2	1	0.2	2	8
13	沙拉沙星	2	0.8	2	1	2	0.8	0.3	2	8
14	加替沙星	2	2	2	2	0.6	0.8	0.2	2	8
15	莫西沙星	2	0.7	2	2	1	1	0.2	2	8
16	氟甲喹	2	2	1	2	1	2	0.2	2	8
17	那氟沙星	2	2	2	2	2	1	0.07	2	8

由表 2-1 可知，直接进样法马波沙星检出限为 0.7 µg/L~2 µg/L；氟罗沙星检出限为 0.6 µg/L~2 µg/L；氧氟沙星检出限为 1 µg/L~2 µg/L；培氟沙星检出限为 0.8 µg/L~2 µg/L；依诺沙星检出限为 0.9 µg/L~2 µg/L；诺氟沙星检出限为 0.5 µg/L~2 µg/L；环丙沙星检出限为 1 µg/L~2 µg/L；恩诺沙星检出限为 0.6 µg/L~2 µg/L；达氟沙星检出限为 0.5 µg/L~2 µg/L；洛美沙星检出限为 0.7 µg/L~2 µg/L；奥比沙星检出限为 0.8 µg/L~2 µg/L；二氟沙星检出限为 1 µg/L~2 µg/L；沙拉沙星检出限为 0.8 µg/L~2 µg/L；加替沙星检出限为 0.6 µg/L~2 µg/L；莫西沙星检出限为 0.7 µg/L~2 µg/L；氟甲喹检出限为 1 µg/L~2 µg/L；那氟沙星检出限为 1 µg/L~2 µg/L。

方法检出限选用 6 家实验室中测定的最大值，方法检出限的 4 倍值为测定下限，即当采用直接进样法时，当进样体积为 5 µl 时，17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限为 2 µg/L，测定下限为 8 µg/L。

表 2-2 固相萃取的方法检出限、测定下限的数据汇总表

序号	化合物名称	6家验证实验室检出限 (ng/L)						编制组检出限 (ng/L)	检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)
		1	2	3	4	5	6			
1	马波沙星	2	2	0.9	2	0.8	1	0.3	2	8
2	氟罗沙星	0.7	2	0.7	2	0.7	0.7	0.3	2	8
3	氧氟沙星	0.6	2	0.7	2	0.8	0.7	0.3	2	8
4	培氟沙星	2	2	2	2	2	0.8	0.3	2	8
5	依诺沙星	2	2	0.9	2	1	1	0.2	2	8
6	诺氟沙星	2	2	0.7	2	1	2	0.2	2	8
7	环丙沙星	1	2	1	2	0.9	1	0.09	2	8
8	恩诺沙星	0.7	2	0.7	2	1	0.8	0.4	2	8
9	达氟沙星	2	2	2	2	0.8	0.8	0.4	2	8
10	洛美沙星	0.8	1	1	2	0.8	1	0.2	2	8
11	奥比沙星	0.5	1	0.6	2	0.9	1	0.2	2	8
12	二氟沙星	0.7	2	0.7	1	0.9	0.9	0.2	2	8
13	沙拉沙星	0.5	1	0.9	2	0.6	0.9	0.3	2	8
14	加替沙星	0.5	2	1	2	0.9	0.9	0.2	2	8
15	莫西沙星	0.6	2	1	2	0.9	0.9	0.2	2	8
16	氟甲喹	1	0.7	0.7	2	0.7	1	0.2	2	8
17	那氟沙星	2	0.8	2	2	2	2	0.2	2	8

由表 2-2 可知，直接进样法马波沙星检出限为 0.8 ng/L~2 ng/L；氟罗沙星检出限为 0.7 ng/L~2 ng/L；氧氟沙星检出限为 0.6 ng/L~2 ng/L；培氟沙星检出限为 0.8 ng/L~2 ng/L；依诺沙星检出限为 0.9 ng/L~2 ng/L；诺氟沙星检出限为 0.7 ng/L~2 ng/L；环丙沙星检出限为 0.9 ng/L~2 ng/L；恩诺沙星检出限为 0.7 ng/L~2 ng/L；达氟沙星检出限为 0.8 ng/L~2 ng/L；洛美沙星检出限为 0.8 ng/L~2 ng/L；奥比沙星检出限为 0.5 ng/L~2 ng/L；二氟沙星检出限为 0.7 ng/L~2 ng/L；沙拉沙星检出限为 0.5 ng/L~2 ng/L；加替沙星检出限为 0.5 ng/L~2 ng/L；莫西沙星检出限为 0.6 ng/L~2 ng/L；氟甲喹检出限为 0.7 ng/L~2 ng/L；那氟沙星检出限为 0.8 ng/L~2 ng/L。

方法检出限选用 6 家实验室中测定的最大值，方法检出限的 4 倍值为测定下限，当采用固相萃取法，当取样量为 1 L，定容体积为 1.0 ml，进样体积为 5 μl 时，17 种氟喹诺酮类抗生素的方法检出限为 2 ng/L，测定下限为 8 ng/L。

2.2 精密度数据汇总

表 2-3~表 2-6 为 6 家验证实验室采用直接进样法和固相萃取法测定空白样品加标和实际样品加标的精密度数据。

表 2-3 空白水样加标测定的精密度数据汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	平均值 (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 (μg/L)	再现性限 (μg/L)
----	-------	-------------	------------	----------------	----------------	-------------	-------------

序号	化合物名称	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	马波沙星	5	5	5.7~7.6	5.4	1	1
		20	19	3.4~8.4	9.3	3	6
		180	195	4.2~11	8.7	36	57
2	氟罗沙星	5	5	4.3~7.6	3.6	1	1
		20	20	2.6~5.2	7.0	2	5
		180	199	3.9~9.9	8.5	37	58
3	氧氟沙星	5	5	3.3~11	5.6	1	1
		20	21	2.8~6.8	7.3	3	5
		180	199	3.9~11	6.7	39	52
4	培氟沙星	5	5	5.1~9.5	3.4	1	1
		20	19	3.0~13	11	4	7
		180	191	5.4~10	8.5	39	58
5	依诺沙星	5	5	5.9~8.7	7.7	1	1
		20	19	2.8~9.9	10	3	6
		180	196	5.2~10	9.3	38	61
6	诺氟沙星	5	5	4.0~12	6.0	1	1
		20	19	2.9~9.3	13	3	7
		180	197	4.7~9.7	11	37	67
7	环丙沙星	5	5	6.2~8.2	6.2	1	1
		20	18	3.0~8.2	15	3	8
		180	193	3.9~11	7.7	39	55
8	恩诺沙星	5	5	4.4~13	7.7	1	1
		20	19	2.6~7.4	9.0	3	5
		180	200	4.1~11	5.9	42	50
9	达氟沙星	5	5	3.7~8.3	6.9	1	1
		20	19	3.1~7.6	13	2	7
		180	195	3.7~8.5	14	32	80
10	洛美沙星	5	5	4.5~6.8	6.8	1	1
		20	20	2.9~7.4	9.2	3	6
		180	199	3.8~9.9	6.3	37	49
11	奥比沙星	5	5	5.5~9.2	10	1	2
		20	20	3.3~9.1	14	3	8
		180	197	4.3~11	8.6	41	60
12	二氟沙星	5	5	5.6~10	8.9	1	1
		20	18	2.5~6.9	22	2	11
		180	196	4.1~11	8.8	39	59
13	沙拉沙星	5	5	4.8~6.5	6.0	1	1
		20	18	3.6~10	24	3	13
		180	202	3.8~8.6	9.1	35	61
14	加替沙星	5	5	4.0~8.8	6.0	1	1
		20	20	3.3~12	13	4	8

序号	化合物名称	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 ($\mu\text{g/L}$)
		180	200	4.0~12	7.7	42	58
15	莫西沙星	5	5	4.9~7.9	4.9	1	1
		20	18	2.7~11	25	3	13
		180	201	4.7~9.4	7.3	38	54
16	氟甲喹	5	4	5.3~9.6	7.6	1	1
		20	19	3.6~8.9	3.8	3	4
		180	181	6.9~7.8	7.3	37	50
17	那氟沙星	5	5	5.1~17	3.8	1	2
		20	18	2.9~11	9.7	3	6
		180	174	6.5~8.2	12	35	64

表 2-4 实际水样加标测定的精密度测试汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	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	马波沙星	地下水	5	4	7.6~12	13	1	2
		海水	5	5	4.3~9.0	10	1	2
		地表水	20	18	1.3~6.7	8.9	2	5
		生活污水	20	19	6.7~8.6	15	4	9
		工业废水	180	159	1.5~6.0	9.5	20	46
		农业废水	180	143	2.9~8.3	18	26	74
2	氟罗沙星	地下水	5	4	5.1~12	16	1	2
		海水	5	5	4.2~7.0	9.8	1	1
		地表水	20	18	1.3~4.3	14	1	7
		生活污水	20	19	4.0~8.2	22	3	12
		工业废水	180	177	2.3~8.3	11	26	58
		农业废水	180	142	5.2~9.2	15	29	64
3	氧氟沙星	地下水	5	4	5.9~11	10	1	1
		海水	5	5	3.0~8.1	9.8	1	2
		地表水	20	34	1.7~9.6	16	5	16
		生活污水	20	33	4.3~9.6	18	7	18
		工业废水	180	274	2.5~4.3	13	29	100
		农业废水	180	152	5.6~9.7	21	33	94
4	培氟沙星	地下水	5	5	5.6~16	21	2	3
		海水	5	6	4.4~9.9	7.3	1	2
		地表水	20	25	1.3~7.0	17	2	12
		生活污水	20	19	4.8~9.6	11	4	7
		工业废水	180	185	2.0~4.7	9.1	19	50
		农业废水	180	164	4.6~11	14	40	75
5	依诺沙星	地下水	5	5	9.2~15	19	1	3
		海水	5	5	4.8~16	5.8	1	1

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
		地表水	20	22	0.8~7.4	6.1	2	4
		生活污水	20	21	4.5~8.3	4.1	4	4
		工业废水	180	173	1.8~4.6	6.3	18	35
		农业废水	180	155	4.6~11	8.4	37	50
6	诺氟沙星	地下水	5	5	9.3~19	8.6	2	2
		海水	5	5	4.0~7.6	6.2	1	1
		地表水	20	25	1.3~6.1	11	2	8
		生活污水	20	22	5.3~8.8	9	4	7
		工业废水	180	177	2.7~6.3	8.2	21	45
		农业废水	180	172	2.9~10	11	36	64
7	环丙沙星	地下水	5	4	5.7~12	10	1	2
		海水	5	5	3.7~13	6.3	1	1
		地表水	20	19	1.5~5.4	13	2	7
		生活污水	20	20	5.7~7.7	12	4	8
		工业废水	180	163	2.2~4.9	6.3	17	33
		农业废水	180	150	2.2~9.2	6.8	28	38
8	恩诺沙星	地下水	5	5	4.4~13	18	1	2
		海水	5	5	3.8~12	8.3	1	1
		地表水	20	21	1.4~5.3	10	2	6
		生活污水	20	19	6.4~12	17	5	10
		工业废水	180	172	2.5~5.7	6.1	21	35
		农业废水	180	141	2.8~11	13	38	60
9	达氟沙星	地下水	5	6	5.2~13	16	1	3
		海水	5	6	3.1~8.2	14	1	2
		地表水	20	25	0.7~5.2	6.9	2	5
		生活污水	20	21	5.5~12	7.1	5	6
		工业废水	180	215	2.8~4.9	17	23	102
		农业废水	180	171	5.8~13	8.3	49	60
10	洛美沙星	地下水	5	3	5.2~14	14	1	2
		海水	5	4	2.6~17	14	1	2
		地表水	20	16	1.4~6.3	14	2	6
		生活污水	20	19	3.6~6.9	32	3	17
		工业废水	180	138	2.1~4.4	9.5	14	39
		农业废水	180	142	4.9~7.2	19	24	77
11	奥比沙星	地下水	5	3	4.1~11	19	1	2
		海水	5	4	2.2~14	18	1	2
		地表水	20	15	1.8~3.0	19	1	8
		生活污水	20	19	2.9~7.8	41	4	22
		工业废水	180	128	2.7~8.0	22	22	82
		农业废水	180	148	2.6~8.8	23	26	100
12	二氟沙星	地下水	5	4	5.0~10	24	1	3

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
		海水	5	5	2.4~7.8	14	1	2
		地表水	20	18	1.6~8.4	18	2	9
		生活污水	20	20	2.5~8.1	28	4	17
		工业废水	180	142	3.3~5.5	13	18	53
		农业废水	180	154	3.0~12	20	28	91
13	沙拉沙星	地下水	5	4	5.4~13	24	1	3
		海水	5	4	2.0~15	11	1	2
		地表水	20	17	1.4~5.7	12	2	6
		生活污水	20	19	5.5~7.9	35	4	19
		工业废水	180	141	2.8~7.2	10	18	44
		农业废水	180	154	5.3~8.8	11	28	55
14	加替沙星	地下水	5	4	6.2~11	32	1	4
		海水	5	5	1.7~16	7	1	1
		地表水	20	19	1.6~5.1	17	2	9
		生活污水	20	20	3.6~7.0	27	4	16
		工业废水	180	143	2.8~5.7	11	17	48
		农业废水	180	164	4.5~10	18	31	86
15	莫西沙星	地下水	5	5	6.8~11	22	1	3
		海水	5	5	2.3~8.9	11	1	2
		地表水	20	22	0.8~5.0	12	2	7
		生活污水	20	22	4.3~8.4	7.7	4	6
		工业废水	180	166	1.9~4.9	16	19	76
		农业废水	180	162	3.6~7.6	20	27	95
16	氟甲喹	地下水	5	4	6.4~15	17	1	2
		海水	5	5	2.9~12	5.5	1	1
		地表水	20	20	1.0~5.3	14	2	8
		生活污水	20	20	2.2~9.6	17	2	10
		工业废水	180	156	3.1~6.9	7.6	20	38
		农业废水	180	146	2.6~7.9	3.9	24	27
17	那氟沙星	地下水	5	5	8.2~16	19	2	3
		海水	5	5	3.5~18	9.4	1	2
		地表水	20	20	0.9~6.4	8.4	2	5
		生活污水	20	19	2.2~6.0	13	3	7
		工业废水	180	144	2.7~7.3	16	18	66
		农业废水	180	143	5.9~11	13	30	58

表 2-5 空白水样加标测定的精密度测试汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	加标浓度 (ng/L)	平均值 (ng/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 (ng/L)	再现性限 (ng/L)
1	马波沙星	5	4	4.3~16	4.7	1	1
		20	19	6.4~8.2	3.1	4	4
		180	172	4.9~7.2	4.1	29	33
2	氟罗沙星	5	5	4.3~7.1	4.3	1	1
		20	19	6.4~8.0	7.2	4	5
		180	173	4.1~7.3	7.5	30	46
3	氧氟沙星	5	5	4.2~7.9	2.2	1	1
		20	19	4.9~7.0	6.7	3	5
		180	170	2.1~7.0	8.5	27	47
4	培氟沙星	5	5	5.3~16	9.8	1	2
		20	20	4.9~8.4	6	3	4
		180	179	3.7~7.4	6.8	30	44
5	依诺沙星	5	5	5.6~14	10	1	2
		20	19	4.9~7.3	2.6	3	3
		180	173	5.1~6.3	3	28	30
6	诺氟沙星	5	5	5.0~7.8	4.3	1	1
		20	20	5.0~5.6	0.5	3	3
		180	178	5.2~6.0	2.9	28	29
7	环丙沙星	5	5	5.3~10	15	1	2
		20	19	6.1~7.0	3.2	3	4
		180	168	4.9~6.7	3.9	26	30
8	恩诺沙星	5	5	4.3~7.8	6.5	1	1
		20	19	4.5~6.5	5.8	3	4
		180	165	3.8~7.1	7.7	29	45
9	达氟沙星	5	5	5.0~9.0	5.8	1	1
		20	20	5.7~6.6	5.9	3	5
		180	186	2.5~8.4	9.2	35	58
10	洛美沙星	5	4	5.3~7.4	15	1	2
		20	18	6.3~8.1	8.4	3	5
		180	149	2.1~8.1	8.5	25	42
11	奥比沙星	5	4	4.4~13	15	1	2
		20	17	5.9~13	13	5	8
		180	146	5.9~11	12	34	57
12	二氟沙星	5	4	4.4~9.6	13	1	1
		20	18	4.6~13	7.1	4	5
		180	157	3.5~10	6.3	29	38
13	沙拉沙星	5	4	4.7~16	13	1	2
		20	18	3.7~7.1	7.9	3	5
		180	154	3.3~6.3	8.5	24	42
14	加替沙星	5	4	3.7~16	13	1	2

序号	化合物名称	加标浓度 (ng/L)	平均值 (ng/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 (ng/L)	再现性限 (ng/L)
		20	18	3.7~7.1	8.9	3	5
		180	155	3.3~5.8	6	21	32
15	莫西沙星	5	4	5.4~11	9.8	1	1
		20	18	3.7~6.4	7.7	3	4
		180	158	4.5~5.8	5.7	22	32
16	氟甲喹	5	4	4.1~15	14	1	2
		20	20	2.9~5.7	3	3	3
		180	167	3.9~5.8	4.3	21	28
17	那氟沙星	5	5	4.0~9.5	8.7	1	1
		20	20	2.9~8.4	4.4	3	4
		180	168	2.5~5.3	11	17	53

表 2-6 实际水样加标测定的精密度测试汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	浓度均值 (ng/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 (ng/L)	再现性限 (ng/L)
1	马波沙星	地下水	5	4	7.6~12	13	1	2
		海水	5	5	4.4~8.9	10	0.8	2
		地表水	20	18	1.3~6.4	8.9	2	5
		生活污水	20	19	6.6~8.5	15	4	9
		工业废水	180	159	1.5~6.0	9.5	20	46
		农业废水	180	143	2.9~8.3	18	25	74
2	氟罗沙星	地下水	5	4	5.0~12	16	1	2
		海水	5	5	4.2~8.2	9.7	0.8	2
		地表水	20	18	1.3~4.3	14	1	7
		生活污水	20	19	4.0~8.1	22	3	12
		工业废水	180	177	2.4~8.3	11	20	56
		农业废水	180	141	5.3~9.4	14	33	65
3	氧氟沙星	地下水	5	4	5.8~11	10	0.9	1
		海水	5	5	3.0~8.1	9.7	0.8	2
		地表水	20	34	1.7~9.5	16	5	16
		生活污水	20	33	3.9~9.7	18	7	18
		工业废水	180	274	2.5~4.5	13	28	100
		农业废水	180	152	5.5~9.9	21	34	94
4	培氟沙星	地下水	5	5	5.6~15	22	2	3
		海水	5	6	5.1~9.8	7.4	1	2
		地表水	20	25	1.3~6.9	17	2	12
		生活污水	20	19	4.9~9.3	10	4	7
		工业废水	180	185	2.0~4.7	9.0	22	51
		农业废水	180	164	4.6~11	14	39	74
5	依诺沙星	地下水	5	5	9.1~15	19	1	3

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	浓度均值 (ng/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 (ng/L)	再现性限 (ng/L)
		海水	5	5	4.8~16	5.7	1	1
		地表水	20	22	0.8~7.3	6.2	2	4
		生活污水	20	20	4.5~8.3	4.1	4	4
		工业废水	180	173	1.8~4.6	6.3	20	35
		农业废水	180	155	4.5~11	8.4	36	49
6	诺氟沙星	地下水	5	5	9.3~19	8.4	2	2
		海水	5	5	5.0~7.6	6.3	0.8	1
		地表水	20	25	1.3~6.2	11	2	8
		生活污水	20	22	5.4~8.8	9.1	4	7
		工业废水	180	177	2.7~6.3	8.2	19	44
		农业废水	180	172	2.9~10	12	38	38
7	环丙沙星	地下水	5	4	5.8~12	9.8	1	2
		海水	5	5	3.7~13	6.2	1	1
		地表水	20	19	1.5~5.4	13	2	8
		生活污水	20	20	5.9~7.7	12	4	8
		工业废水	180	162	2.3~4.9	6.3	18	33
		农业废水	180	150	2.3~8.9	6.7	27	37
8	恩诺沙星	地下水	5	5	4.4~13	18	1	3
		海水	5	5	3.7~6.3	8.2	0.9	1
		地表水	20	21	1.4~5.4	10	2	6
		生活污水	20	19	6.4~12	17	5	10
		工业废水	180	172	2.5~5.7	6.1	19	34
		农业废水	180	141	2.6~11	13	39	61
9	达氟沙星	地下水	5	6	5.2~13	16	1	3
		海水	5	6	5.8~8.3	14	1	2
		地表水	20	25	0.8~5.2	6.9	2	5
		生活污水	20	21	5.7~12	7.1	5	6
		工业废水	180	215	2.8~4.7	17	25	103
		农业废水	180	170	6.0~12	8.2	48	59
10	洛美沙星	地下水	5	3	5.1~14	14	0.9	2
		海水	5	4	2.6~17	14	1	2
		地表水	20	16	1.3~6.2	14	2	6
		生活污水	20	19	3.6~7.0	32	3	17
		工业废水	180	138	2.1~4.4	9.7	18	41
		农业废水	180	142	4.9~7.2	19	22	77
11	奥比沙星	地下水	5	3	4.3~11	19	0.7	2
		海水	5	4	2.3~14	20	1	2
		地表水	20	15	1.6~3.0	20	0.9	8
		生活污水	20	19	2.9~7.7	39	3	21
		工业废水	180	128	2.7~8.3	22	24	81
		农业废水	180	150	2.7~8.5	24	24	101

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	浓度均值 (ng/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 (ng/L)	再现性限 (ng/L)
12	二氟沙星	地下水	5	4	5.1~12	21	1	2
		海水	5	5	2.6~7.8	14	0.6	2
		地表水	20	18	1.8~8.2	18	2	9
		生活污水	20	21	2.5~8.0	30	4	18
		工业废水	180	141	3.3~5.5	13	17	55
		农业废水	180	151	3.0~12	20	28	89
13	沙拉沙星	地下水	5	4	5.4~13	24	1	3
		海水	5	4	2.1~15	11	0.9	2
		地表水	20	17	1.4~5.7	12	2	6
		生活污水	20	19	5.4~7.8	35	4	19
		工业废水	180	141	2.8~7.5	10	21	45
		农业废水	180	154	5.3~9.1	11	27	55
14	加替沙星	地下水	5	4	6.2~11	32	1	4
		海水	5	5	1.6~16	6.9	1	1
		地表水	20	19	1.6~5.1	17	2	9
		生活污水	20	20	3.6~7.2	27	4	16
		工业废水	180	143	2.8~5.7	11	20	49
		农业废水	180	164	4.5~9.7	18	29	86
15	莫西沙星	地下水	5	5	6.8~12	22	1	3
		海水	5	5	2.3~9.0	11	0.8	2
		地表水	20	22	0.8~5.1	12	2	7
		生活污水	20	21	4.3~8.4	7.8	4	6
		工业废水	180	166	1.9~4.9	16	19	76
		农业废水	180	162	3.6~7.6	20	27	94
16	氟甲喹	地下水	5	4	6.3~15	17	1	2
		海水	5	5	3.0~12	5.5	0.8	1
		地表水	20	20	1.0~5.3	14	2	8
		生活污水	20	20	2.2~9.3	17	2	10
		工业废水	180	156	3.1~6.7	7.5	18	37
		农业废水	180	146	2.5~8.2	3.9	25	28
17	那氟沙星	地下水	5	5	8.3~16	19	2	3
		海水	5	5	2.9~18	9.2	1	2
		地表水	20	20	0.9~6.4	8.4	2	5
		生活污水	20	19	2.2~5.9	13	3	7
		工业废水	180	144	2.7~7.3	16	22	66
		农业废水	180	143	5.9~10	13	28	57

结论：6家实验室精密度验证结果表明，直接进样法和固相萃取法均具有较好的重复性和再现性。当采用直接进样法时，空白样品加标测定的实验室间重复性限为1 μg/L~42 μg/L，再现性限为1 μg/L~80 μg/L；实际样品加标测定的实验室间重复性限为1 μg/L~38 μg/L，再现性限为1 μg/L~108 μg/L。当采用固相萃取法时，空白样品加标测定的实验室间重复性限为1 ng/L

~35 ng/L, 再现性限为 1 ng/L~58 ng/L; 实际样品加标测定的实验室间重复性限为 1 ng/L~49 ng/L, 再现性限为 1 ng/L~102 ng/L。

2.3 正确度数据汇总

表 2-7~表 2-10 为 6 家验证实验室采用直接进样法和固相萃取法测定空白样品加标和实际样品加标的准确度数据。

表 2-7 空白样品加标正确度测试数据汇总表 (直接进样法)

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	实际样品浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	马波沙星	5	0	85.6~97.4	92.0±9.8
		20	0	86.5~105	96.2±18.0
		180	0	95.6~117	108±19.0
2	氟罗沙星	5	0	88.4~97.6	94.5±6.8
		20	0	91.0~108	101±14.4
		180	0	98.3~119	110±18.6
3	氧氟沙星	5	0	88.4~100	94.2±10.4
		20	0	92.5~110	103±15.2
		180	0	97.8~117	111±14.8
4	培氟沙星	5	0	86.6~95.2	92.8±6.4
		20	0	81.5~104	94.8±20.2
		180	0	96.7~115	106±18.0
5	依诺沙星	5	0	80.0~101	93.1±14.6
		20	0	83.5~105	95.5±20.0
		180	0	97.2~118	109±20.2
6	诺氟沙星	5	0	81.6~96.4	92.2±11.2
		20	0	77.0~105	93.7±24.4
		180	0	96.1~122	109±23.4
7	环丙沙星	5	0	83.0~100	93.5±11.6
		20	0	73.0~107	92.1±28.4
		180	0	96.7~116	107±16.6
8	恩诺沙星	5	0	78.0~97.0	92.1±14.2
		20	0	86.5~107	97.0±17.8
		180	0	102~118	111±13.4
9	达氟沙星	5	0	84.0~104	93.9±12.8
		20	0	81.0~106	94.1±24.2
		180	0	86.1~123	109±29.8
10	洛美沙星	5	0	85.4~104	96.4±13.0
		20	0	87.0~112	103±19.4
		180	0	102~117	111±13.8
11	奥比沙星	5	0	82.4~103	93.8±19.0

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	实际样品浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		20	0	77.0~112	99.0±28.6
		180	0	94.4~119	110±19.4
12	二氟沙星	5	0	83.4~107	93.2±16.8
		20	0	70.0~115	91.1±39.4
		180	0	96.7~118	109±19.6
13	沙拉沙星	5	0	87.6~103	97.2±11.6
		20	0	64.0~113	91.2±44.0
		180	0	102~123	112±20.6
14	加替沙星	5	0	86.4~102	96.1±11.4
		20	0	83.0~112	99.3±25.4
		180	0	97.8~118	111±17.2
15	莫西沙星	5	0	90.0~104	96.8±9.6
		20	0	68.0~115	90.1±44.8
		180	0	101~122	112±16.6
16	氟甲喹	5	0	75.6~95.2	88.7±13.6
		20	0	88.0~98.0	94.7±7.2
		180	0	90.6~109	101±14.6
17	那氟沙星	5	0	92.4~102	95.9±7.6
		20	0	78.5~101	92.5±18.4
		180	0	77.8~106	96.8±22.2

表 2-8 实际样品加标正确度测试数据汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/L)	实际样品浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	马波沙星	地下水	5	0	65.4~107	89.1±38.4
		海水	5	0	65.4~111	91.1±42.8
		地表水	20	0	67.5~101	88.5±29.8
		生活污水	20	0	79.5~107	98.1±23.0
		工业废水	180	0	78.9~119	104±35.2
		农业废水	180	0	81.7~118	104±33.4
2	氟罗沙星	地下水	5	0	69.4~108	89.2±38.0
		海水	5	0	70.2~115	95.4±41.4
		地表水	20	0	73.5~103	91.7±27.2
		生活污水	20	0	91.5~130	106±26.6
		工业废水	180	0	80.6~121	104±35.4
		农业废水	180	0	81.1~118	106±32.4
3	氧氟沙星	地下水	5	0	63.4~112	89.6±46.8
		海水	5	0	75.8~117	96.6±43.2

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实际样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		地表水	20	0	79.5~101	92.1 \pm 19.8
		生活污水	20	0	95.5~117	108 \pm 14.6
		工业废水	180	2	83.3~119	105 \pm 28.8
		农业废水	180	1	87.2~118	106 \pm 26.8
4	培氟沙星	地下水	5	0	65.0~101	87.5 \pm 29.2
		海水	5	0	66.8~115	94.7 \pm 44.0
		地表水	20	0	68.5~95.5	83.2 \pm 24.2
		生活污水	20	0	60.9~104	91.1 \pm 34.0
		工业废水	180	0	75.9~116	97.7 \pm 37.0
		农业废水	180	0	73.6~114	97.4 \pm 36.6
5	依诺沙星	地下水	5	0	61.6~103	88.8 \pm 34.0
		海水	5	0	67.0~114	93.9 \pm 41.0
		地表水	20	0	71~97.5	87.1 \pm 25.2
		生活污水	20	0	81.0~107	97.3 \pm 20.0
		工业废水	180	0	83.3~119	104 \pm 33.0
		农业废水	180	0	84.4~118	103 \pm 30.6
6	诺氟沙星	地下水	5	0	69.4~99.6	85.7 \pm 26.6
		海水	5	0	63.0~112	89.6 \pm 44.8
		地表水	20	0	69.5~94.5	84.1 \pm 21.0
		生活污水	20	0	82.0~104	93.9 \pm 18.0
		工业废水	180	0	81.1~121	102 \pm 35.2
		农业废水	180	0	81.7~118	101 \pm 33.6
7	环丙沙星	地下水	5	0	60.4~94.4	81.1 \pm 28.6
		海水	5	0	67.0~110	89.9 \pm 41.4
		地表水	20	0	66.5~92.5	81.4 \pm 22
		生活污水	20	0	78.5~101	90.8 \pm 18.2
		工业废水	180	0	78.9~116	98.2 \pm 32.0
		农业废水	180	0	78.3~112	96.9 \pm 29.6
8	恩诺沙星	地下水	5	0	59.6~93.4	78.4 \pm 29.4
		海水	5	0	70.4~111	92.6 \pm 37.6
		地表水	20	0	70.5~91.0	83.3 \pm 16.4
		生活污水	20	0	88.5~108	97.0 \pm 13.0
		工业废水	180	0	84.4~115	99.6 \pm 27.8
		农业废水	180	0	79.5~113	97.6 \pm 30.0
9	达氟沙星	地下水	5	0	57.0~114	86.2 \pm 40.0
		海水	5	0	71.0~125	101 \pm 46.6
		地表水	20	0	72.5~129	92.2 \pm 38.6
		生活污水	20	0	85.5~102	97.1 \pm 12.0
		工业废水	180	0	76.7~120	103 \pm 34.4
		农业废水	180	0	82.8~118	103 \pm 30.8

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实际样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
10	洛美沙星	地下水	5	0	56.6~111	88.4 \pm 48.0
		海水	5	0	73.6~117	95.8 \pm 43.2
		地表水	20	0	75.5~107	94.2 \pm 26.4
		生活污水	20	0	93.0~109	103.5 \pm 12
		工业废水	180	0	78.3~118	99.8 \pm 34.8
		农业废水	180	0	84.4~117	101 \pm 29.8
11	奥比沙星	地下水	5	0	56.0~105	79.6 \pm 42.6
		海水	5	0	63.4~112	88.6 \pm 47.4
		地表水	20	0	75.0~104	89.5 \pm 26.2
		生活污水	20	0	84.5~123	99.7 \pm 26.0
		工业废水	180	0	72.2~112	96.8 \pm 31.0
		农业废水	180	0	76.7~112	97.6 \pm 28.0
12	二氟沙星	地下水	5	0	56.8~107	79.7 \pm 40.2
		海水	5	0	66.0~114	89.3 \pm 46.2
		地表水	20	0	63.5~104	79.8 \pm 32.0
		生活污水	20	0	79.0~108	90.8 \pm 22.6
		工业废水	180	0	70.6~116	92.5 \pm 40.6
		农业废水	180	0	75.0~111	93.1 \pm 34.0
13	沙拉沙星	地下水	5	0	58.4~82.4	73.5 \pm 20.0
		海水	5	0	65.4~110	89.7 \pm 43.0
		地表水	20	0	63.5~86.5	75.8 \pm 21.8
		生活污水	20	0	76.5~92.5	84.6 \pm 14.2
		工业废水	180	0	70.0~108	89.3 \pm 37.2
		农业废水	180	0	73.3~106	90.1 \pm 33.6
14	加替沙星	地下水	5	0	60.6~100	84.2 \pm 34.0
		海水	5	0	65.0~114	90.4 \pm 46.2
		地表水	20	0	74.0~100	88.2 \pm 24.0
		生活污水	20	0	88.5~104	98.8 \pm 11.2
		工业废水	180	0	78.9~115	97.0 \pm 31.6
		农业废水	180	0	81.7~113	98.4 \pm 27.0
15	莫西沙星	地下水	5	0	66.4~83.6	76.2 \pm 14.2
		海水	5	0	65.6~113	90.4 \pm 42.8
		地表水	20	0	58.5~83.5	75.2 \pm 23.0
		生活污水	20	0	68.0~93.0	82.7 \pm 20.2
		工业废水	180	0	73.9~108	93.6 \pm 27.2
		农业废水	180	0	75.6~108	95.0 \pm 29.2
16	氟甲喹	地下水	5	0	73.6~98.4	88.8 \pm 20.6
		海水	5	0	71.8~96.0	87.9 \pm 21.4
		地表水	20	0	77.0~94.0	85.8 \pm 17.0
		生活污水	20	0	84.0~94.0	90.0 \pm 8.6

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实际样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		工业废水	180	0	79.4~116	96.1 \pm 27.0
		农业废水	180	0	84.4~102	94.5 \pm 14.4
17	那氟沙星	地下水	5	0	69.0~92.0	84.0 \pm 16.8
		海水	5	0	66.0~107	84.2 \pm 29.8
		地表水	20	0	70.5~129	89.3 \pm 41.2
		生活污水	20	0	79.5~102	88.0 \pm 15.0
		工业废水	180	0	66.1~95.0	83.9 \pm 22.0
		农业废水	180	0	70.0~97.2	84.4 \pm 18.0

表 2-9 空白样品加标正确度测试数据汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 (ng/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	马波沙星	5	0	81.6~94.8	86.6 \pm 9.2
		20	0	91.5~101	95.8 \pm 6.6
		180	0	92.2~103	96.0 \pm 7.8
2	氟罗沙星	5	0	90.4~98.4	93.1 \pm 6.2
		20	0	86.0~104	97.4 \pm 14.2
		180	0	82.2~103	96.0 \pm 14.6
3	氧氟沙星	5	0	87.0~94.0	91.3 \pm 5.2
		20	0	84.5~102	97.1 \pm 13.2
		180	0	80.0~104	94.0 \pm 15.8
4	培氟沙星	5	0	91.6~116	103 \pm 18.6
		20	0	92.5~107	100 \pm 11.6
		180	0	87.2~105	100 \pm 13.4
5	依诺沙星	5	0	85.4~112	95.2 \pm 19.8
		20	0	94.0~101	96.8 \pm 4.8
		180	0	90.6~99.4	96.0 \pm 6.0
6	诺氟沙星	5	0	90.2~101	94.8 \pm 8.2
		20	0	98.5~100	99.1 \pm 1.2
		180	0	93.3~102	99.0 \pm 6.0
7	环丙沙星	5	0	83.4~120	93.6 \pm 26.6
		20	0	90.5~98.0	94.7 \pm 5.8
		180	0	87.2~96.1	93.0 \pm 7.4
8	恩诺沙星	5	0	88.4~106	92.6 \pm 13.6
		20	0	85.0~101	95.3 \pm 11.4
		180	0	78.9~98.3	92.0 \pm 14.2
9	达氟沙星	5	0	96.4~113	105 \pm 13.6
		20	0	91.0~108	102 \pm 12.2

序号	化合物名称	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 (ng/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		180	0	87.2~113	104±19.4
10	洛美沙星	5	0	63.8~98.4	82.4±23.8
		20	0	78.0~97.5	88.8±15.4
		180	0	73.9~89.4	83.0±14.2
11	奥比沙星	5	0	57.0~89.6	77.1±23.6
		20	0	65.5~97.5	87.3±23.6
		180	0	66.1~91.1	81.0±19.0
12	二氟沙星	5	0	66.6~86.4	78.5±18.4
		20	0	78.5~95.5	91.2±12.8
		180	0	78.3~92.2	87.0±11.0
13	沙拉沙星	5	0	58.8~88.6	78.9±22.0
		20	0	77.0~95.5	88.6±14.2
		180	0	75.0~92.2	85.0±14.2
14	加替沙星	5	0	61.0~87.0	78.0±19.8
		20	0	75.0~98.0	89.5±16.0
		180	0	76.7~90.0	86.0±10.4
15	莫西沙星	5	0	69.2~96.0	81.9±17.8
		20	0	83.0~101	90.4±13.6
		180	0	81.1~95.6	88.0±9.8
16	氟甲喹	5	0	66.4~93.6	85.6±23.4
		20	0	96.0~104	101±6.2
		180	0	85.0~95.6	93.0±7.8
17	那氟沙星	5	0	75.4~98.4	92.9±17.4
		20	0	95.0~106	103±9.4
		180	0	76.1~107	93.3±20.0

表 2-10 实际样品加标正确度测试数据汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 (ng/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	马波沙星	地下水	5	0	67.0~91.0	79.0±20.0
		海水	5	0	80.6~106	92.4±20.0
		地表水	20	0	77.5~96.0	89.7±15.8
		生活污水	20	0	78.0~117	97.0±29.4
		工业废水	180	0	75.6~102	88.4±17.0
		农业废水	180	0	64.4~104	79.6±27.6
2	氟罗沙星	地下水	5	0	63.0~95.0	79.5±25.0
		海水	5	0	89.2~115	98.2±19.4
		地表水	20	0	74.0~105	91.7±26.0

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 (ng/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		生活污水	20	0	70.0~118	95.7±42.2
		工业废水	180	0	82.8~113	98.0±20.8
		农业废水	180	0	62.8~91.7	78.6±23.0
3	氧氟沙星	地下水	5	0	61.4~84.6	76.3±15.8
		海水	5	0.1	86.8~121	99.8±23.6
		地表水	20	14	87.0~103	100±12.8
		生活污水	20	13	68.0~126	100±54.8
		工业废水	180	110	80.8~100	90.9±14.2
		农业废水	180	0	68.9~119	84.5±35.2
4	培氟沙星	地下水	5	0	60.6~124	99.5±42.8
		海水	5	0	95.4~124	111±20.8
		地表水	20	0	86.0~145	125±42.0
		生活污水	20	0	87.5~115	97.2±20.6
		工业废水	180	0	87.0~112	103±18.8
		农业废水	180	0	80.6~111	91.2±26.0
5	依诺沙星	地下水	5	0	67.0~120	94.2±36.6
		海水	5	0	90.4~109	98.7±13.8
		地表水	20	0	95.0~113	108±13.4
		生活污水	20	0	98.0~109	103±8.2
		工业废水	180	0	84.4~102	96.0±12.0
		农业废水	180	0	78.9~99.4	86.2±14.6
6	诺氟沙星	地下水	5	0	86.6~110	98.9±16.6
		海水	5	0	97.0~115	103±13.0
		地表水	20	2	103~125	117±17.4
		生活污水	20	0	90.5~117	108±19.8
		工业废水	180	0	88.9~106	98.3±16.2
		农业废水	180	1	87.2~116	95.4±21.0
7	环丙沙星	地下水	5	0	73.6~94.2	84.8±16.8
		海水	5	0	89.0~107	97.3±14.4
		地表水	20	0	71.0~106	97.3±26.6
		生活污水	20	0	81.0~117	101±24.4
		工业废水	180	3	80.0~93.3	88.7±10.4
		农业废水	180	1	74.4~88.9	83.2±11.2
8	恩诺沙星	地下水	5	0	62.8~110	90.3±31.8
		海水	5	0	82.0~106	94.5±17.2
		地表水	20	0	83.5~114	104±21.4
		生活污水	20	0	71.5~109	96.1±33.6
		工业废水	180	0	86.1~104	95.4±11.8
		农业废水	180	0	62.2~90.6	78.4±19.8
9	达氟沙星	地下水	5	0	93.6~150	117±37.4

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 (ng/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		海水	5	0	87.4~131	108±35.4
		地表水	20	0	113~131	123±13.4
		生活污水	20	0	96.0~116	104±14.2
		工业废水	180	0	89.4~139	119±40.2
		农业废水	180	0	88.3~106	94.8±16.0
10	洛美沙星	地下水	5	0	54.2~81	65.9±18.8
		海水	5	0	71.8~105	87.5±25.0
		地表水	20	0	57.5~87.5	77.8±21.4
		生活污水	20	0	57.0~127	95.0±60.2
		工业废水	180	0	71.1~91.1	76.6±15
		农业废水	180	0	55.0~96.7	78.7±29.6
11	奥比沙星	地下水	5	0	53.2~88.6	65.7±25.2
		海水	5	0	57.2~90.6	78.1±27.2
		地表水	20	0	54.5~94	74.5±29.0
		生活污水	20	0	54.0~131	93.2±71.0
		工业废水	180	0	54.4~96.7	71.0±31.4
		农业废水	180	0	53.9~108	82.0±38.4
12	二氟沙星	地下水	5	0	55.6~102	74.9±34.6
		海水	5	0	75.2~115	93.3±26.6
		地表水	20	0	65.5~116	90.4±33.0
		生活污水	20	0	58.5~134	93.5±59.2
		工业废水	180	0	61.7~91.7	78.9±20.2
		农业废水	180	0	56.1~108	85.7±34.8
13	沙拉沙星	地下水	5	0	54.0~99.6	76.8±36.6
		海水	5	0	69.8~94.0	82.7±18.0
		地表水	20	0	70.5~96.5	86.6±20.6
		生活污水	20	0	64.0~133	97.2±68.0
		工业废水	180	0	71.7~93.9	78.3±16.0
		农业废水	180	0	69.4~96.7	85.6±19.4
14	加替沙星	地下水	5	0	61.4~129	79.4±50.6
		海水	5	0	84.4~104	92.8±12.8
		地表水	20	0	81.5~126	94.4±32.2
		生活污水	20	0	71.0~127	102±55.0
		工业废水	180	0	71.7~95.6	79.6±18.0
		农业废水	180	0	77.8~122	91.1±32.0
15	莫西沙星	地下水	5	0	74.4~132	98.4±43.0
		海水	5	0	90.8~124	103±25.0
		地表水	20	0	96.5~130	109±26.2
		生活污水	20	0	97.0~120	107±16.6
		工业废水	180	15	73.3~108	84.2±26.4

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 (ng/L)	\bar{P} (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		农业废水	180	0	75.0~122	90.1±36.2
16	氟甲唑	地下水	5	0	59.4~97.8	84.2±29.0
		海水	5	0	96.4~112	101±11.4
		地表水	20	0	77.5~117	99.3±27.4
		生活污水	20	0	67.5~115	98.4±33.8
		工业废水	180	0	81.1~97.2	87.0±13.2
		农业废水	180	0	77.2~84.4	81.3±6.2
17	那氟沙星	地下水	5	0	67.6~112	90.4±34.4
		海水	5	0	89.6~114	103±19
		地表水	20	0	86.5~110	98.3±16.6
		生活污水	20	0	81.0~112	96.0±24.2
		工业废水	180	0	57.2~92.2	80.0±25.2
		农业废水	180	0	66.7~96.1	79.2±20.2

结论：6家实验室正确度验证结果表明，当采用直接进样法时，空白样品加标回收率最终值为 88.7%±13.6%~112%±20.6%；不同浓度不同基质水样加标回收率最终值为 73.5%±20.0%~108%±14.6%。当采用固相萃取法时，空白样品加标回收率最终值为 77.1%±23.6%~105%±13.6%；不同浓度不同基质水样加标回收率最终值 65.7%±25.2%~125%±42.0%。

2.4 校准控制指标

表 2-11 和表 2-12 为 6 家验证实验室标准曲线中目标化合物相对响应因子的相对标准偏差和标准曲线中间浓度点标准溶液的相对误差数据。

表 2-11 直接进样标曲校准控制指标数据汇总表

序号	化合物	目标化合物响应因子的 RSD (%)						标曲中间点浓度相对误差 (%)					
		#1	#2	#3	#4	#5	#6	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	马波沙星	6.3	5.4	4.9	6.0	4.9	7.8	3.8	4.3	7.8	6.0	4.5	10.4
2	氟罗沙星	5.9	5.1	6.1	6.0	6.6	5.6	6.2	3.8	3.9	6.1	4.7	4.9
3	氧氟沙星	6.1	5.2	7.4	6.5	6.8	4.7	5.3	2.7	2.8	6.6	5.6	7.3
4	培氟沙星	4.6	5.6	4.9	4.9	5.3	9.1	3.5	5.0	3.2	4.1	4.5	5.9
5	依诺沙星	5.7	5.7	5.6	5.4	5.0	7.2	6.2	5.7	8.1	4.8	5.3	10.2
6	诺氟沙星	6.2	5.9	6.4	6.7	6.0	8.0	6.9	6.2	8.3	5.9	7.3	10.9
7	环丙沙星	4.8	6.1	5.9	6.1	5.1	7.3	5.2	5.6	10.6	3.4	5.4	9.6
8	恩诺沙星	5.8	5.3	6.4	7.1	5.8	5.4	3.9	4.2	6.3	7.7	5.0	8.3
9	达氟沙星	7.2	6.9	6.2	7.0	6.6	15.2	7.9	6.3	4.1	6.8	5.7	3.0
10	洛美沙星	7.2	6.4	7.2	7.2	6.9	7.0	6.7	4.3	4.6	7.3	4.7	8.7
11	奥比沙星	7.3	5.8	6.7	8.0	7.5	5.0	7.7	5.1	7.1	6.9	6.0	8.8
12	二氟沙星	7.3	7.0	7.2	8.9	7.8	14.2	7.7	4.5	5.1	7.5	5.6	9.8
13	沙拉沙星	7.1	6.2	6.8	6.9	7.5	6.4	8.3	5.7	4.3	7.4	6.9	9.5
14	加替沙星	6.7	7.0	6.3	7.0	6.4	6.7	5.7	4.8	4.9	7.5	5.3	8.3
15	莫西沙星	4.2	5.3	5.5	5.2	5.9	9.7	6.3	5.1	0.7	6.3	5.0	8.8
16	氟甲喹	6.4	5.2	5.4	5.9	5.4	7.6	4.7	3.6	4.6	5.0	3.6	9.9
17	那氟沙星	6.1	6.4	5.2	8.3	6.2	5.6	3.9	4.0	3.9	4.5	3.2	9.9

表 2-12 固相萃取标曲校准控制指标数据汇总表

序号	化合物	目标化合物响应因子的 RSD (%)						标曲中间点浓度相对误差 (%)					
		#1	#2	#3	#4	#5	#6	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	马波沙星	11.2	6.2	5.6	10.3	4.5	6.1	10.9	7.4	4.0	10.8	2.2	0.4
2	氟罗沙星	11.6	6.8	3.9	14.5	5.4	5.9	11.1	8.1	2.1	12.8	4.1	2.4
3	氧氟沙星	7.8	7.5	5.1	11.1	6.1	5.5	9.6	10.3	2.1	13.5	4.0	3.2
4	培氟沙星	17.7	9.5	3.6	18.3	3.7	3.9	13.5	2.5	2.2	11.3	2.1	1.4
5	依诺沙星	13.5	8.6	6.7	14.1	6.6	7.2	13.2	7.8	4.0	14.6	7.4	3.6
6	诺氟沙星	14.3	8.5	7.7	14.5	7.7	7.2	11.7	9.1	6.6	14.1	7.7	3.3
7	环丙沙星	9.0	7.0	5.3	9.5	8.0	5.8	11.1	6.1	6.8	10.3	3.6	3.2
8	恩诺沙星	9.2	7.6	5.3	11.9	6.1	6.1	12.6	10.4	3.5	14.1	5.0	6.1
9	达氟沙星	16.5	14.1	8.7	17.4	10.9	9.8	13.0	6.8	4.0	12.7	8.6	8.8
10	洛美沙星	10.8	10.2	8.5	9.7	8.7	7.3	3.8	11.9	4.1	4.2	2.8	3.4
11	奥比沙星	8.3	8.2	7.5	6.2	6.2	6.9	6.0	10.9	4.4	4.9	1.8	3.0
12	二氟沙星	16.1	13.8	11.1	15.2	13.4	12.4	4.0	11.5	0.6	5.0	2.8	1.1
13	沙拉沙星	11.1	9.9	8.5	9.9	7.8	9.1	3.3	13.3	2.3	3.5	8.7	4.1
14	加替沙星	11.4	10.3	7.7	9.4	8.5	8.8	2.9	11.2	1.5	2.7	3.8	3.7
15	莫西沙星	8.8	9.0	6.7	7.5	6.7	7.2	2.8	9.0	2.8	5.8	0.8	2.0
16	氟甲喹	7.4	7.8	6.0	3.9	4.6	6.5	2.3	9.9	4.7	0.3	3.9	4.8
17	那氟沙星	9.4	5.3	8.3	6.3	7.0	5.8	2.7	6.3	5.9	2.0	4.5	2.6

结论：由表 2-11 和表 2-12 可知，6 家实验室建立的标准曲线目标化合物相对响应因子的相对标准偏差范围为 3.6%~18.3%，标准曲线中间浓度点标准溶液的相对误差范围为 0.3%~14.6%。

3 方法验证结论

3.1 验证过程中异常值的解释、更正或剔除的情况及理由

异常值的检验和处理按照 GB/T 6379.6-2009 标准执行。在统计分析时未发现异常值。

3.2 各测试水平的方法特性指标的最终结果

(1) 方法检出限和测定下限

6 家实验室方法检出限验证结果表明，直接进样法测定各目标化合物的方法检出限为 2 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 8 $\mu\text{g/L}$ ，固相萃取法测定各目标化合物的方法检出限为 2 ng/L ，测定下限为 8 ng/L 。

(2) 重复性限和再现性限

6 家实验室精密度验证结果表明，直接进样法和固相萃取法均具有较好的重复性和再现性。当采用直接进样法时，空白样品加标测定的实验室间重复性限为 1 $\mu\text{g/L}$ ~42 $\mu\text{g/L}$ ，再现性限为 1 $\mu\text{g/L}$ ~80 $\mu\text{g/L}$ ；实际样品加标测定的实验室间重复性限为 1 $\mu\text{g/L}$ ~38 $\mu\text{g/L}$ ，再现性限为 1 $\mu\text{g/L}$ ~108 $\mu\text{g/L}$ 。当采用固相萃取法时，空白样品加标测定的实验室间重复性限为 1 ng/L ~35 ng/L ，再现性限为 1 ng/L ~58 ng/L ；实际样品加标测定的实验室间重复性限为 1 ng/L ~49 ng/L ，再现性限为 1 ng/L ~102 ng/L 。

(3) 加标回收率最终值

6 家实验室正确度验证结果表明，当采用直接进样法时，空白样品加标回收率最终值为 88.7% \pm 13.6%~112% \pm 20.6%；不同浓度不同基质水样加标回收率最终值为 73.5% \pm 20.0%~108% \pm 14.6%。当采用固相萃取法时，空白样品加标回收率最终值为 77.1% \pm 23.6%~105% \pm 13.6%；不同浓度不同基质水样加标回收率最终值 65.7% \pm 25.2%~125% \pm 42.0%。

3.3 方法各项特性指标是否达到预期要求

方法验证结果显示，直接进样法和固相萃取法均具有较好的重复性和再现性。方法各项特性指标均能达到预期要求。

3.4 各验证实验室达到的方法质控指标范围

(1) 空白实验

根据表 1-124~表 1-141 和表 1-178~表 1-195 显示，不同仪器条件下的实验室空白均低于方法检出限，因此本标准拟规定每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个），应至少做一个空白试样分析，空白试样测定结果应低于方法检出限。

(2) 标准曲线

根据表 2-11 和表 2-12，纯水（pH=2 \pm 0.5）和流动相体系标准曲线目标化合物响应因子的相对标准偏差范围在 3.6%~18.3%，因此本标准拟规定标准曲线的响应因子的相对标准偏差应 \leq 20%。考虑到方法的适用性，如果标准曲线目标化合物线性相关系数 \geq 0.995，也可用于样

品测定；两种体系中间点测定的相对误差范围为 0.3%~14.6%，因此本标准拟规定每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析一个标准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度之间的相对误差应在±20%以内，否则应重新建立标准曲线。

（3）精密度和正确度

根据表 2-3~表 2-6，各类水体平行样测定的相对偏差范围为 0.6%~39%，因此本标准拟规定每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）至少测定一个平行样，平行样测定结果的相对偏差应在±40%以内。

准确度根据表 2-7~表 2-10，各类水体测定的加标回收率范围为 51%~145%，因此本标准拟规定每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）至少测定一个基体加标样，加标回收率应控制在 40%~150%之间。

3.5 根据各验证实验室提出的对方法的各种意见，考虑是否对方法进行改进及理由

各验证实验室均按照验证方案要求顺利完成方法验证工作，未提出改进建议。