

附件 12

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ□□□—202□

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

Water quality—Determination of 17 fluoroquinolone antibiotics

—High performance liquid chromatography-triple quadrupole mass

spectrometry

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	3
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	6
9 准确度.....	8
10 质量保证和质量控制.....	10
11 废物处置.....	10
附录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限.....	11
附录 B（资料性附录） 质谱参考条件.....	12
附录 C（资料性附录） 总离子色谱图.....	14
附录 D（资料性附录） 方法的准确度.....	15

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》和《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中氟喹诺酮类抗生素的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水、农业废水和海水中17种氟喹诺酮类抗生素的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B~附录 D 为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：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。

本标准验证单位：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。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

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

警告：实验中使用的标准物质和有机溶剂均为有毒化合物，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中 17 种氟喹诺酮类抗生素的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水、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的测定。

直接进样法：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：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 。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

酸性条件下，水样过滤后直接进样或用固相萃取柱富集净化，经高效液相色谱-三重四极杆质谱分离检测。根据保留时间和特征离子定性，内标法定量。

4 试剂和材料

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

4.1 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

4.2 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。

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

4.4 甲酸铵 (HCOONH₄)。

4.5 盐酸溶液。

量取适量盐酸 (4.3) 缓慢加入到水中，调节溶液 pH 值为 2.0 ± 0.5 。

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

准确称取 0.315 g 甲酸铵 (4.4)，用水溶解，转移至 1000 ml 容量瓶中，加入 5 ml 甲酸 (4.2)，稀释定容至标线，混匀。

4.7 甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液。

用甲酸铵/甲酸缓冲液 (4.6) 和甲醇 (4.1) 按 1:1 的体积比混合。

4.8 甲醇溶液。

用甲醇 (4.1) 和水按 1:19 的体积比混合。

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

准确移取 0.5 ml 甲酸 (4.2)，转移至预先加入适量甲醇 (4.1) 的 500 ml 容量瓶中，用甲醇 (4.1) 稀释定容至标线，混匀。

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

可直接购买市售有证标准溶液，17 种氟喹诺酮类抗生素，组分详见附录 A，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

4.11 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 (4.10)，用甲醇 (4.1) 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。

4.12 替代物标准贮备液： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

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。

4.13 替代物标准使用液： $\rho=0.5\text{ mg/L}$ 。

移取适量替代物标准贮备液 (4.12)，用甲醇 (4.1) 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。

4.14 内标贮备液I： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

内标物I为选用恩诺沙星-*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。

4.15 内标贮备液II： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

内标物II为 ¹³C₃-氟甲喹，亦可选用其他性质相近的同位素物质作内标。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。

4.16 内标使用液I： $\rho=1.0\text{ mg/L}$ 。

移取适量内标贮备液I (4.14) 用甲醇 (4.1) 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。

4.17 内标使用液II： $\rho=0.2\text{ mg/L}$ 。

移取适量内标贮备液II (4.15) 用甲醇 (4.1) 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。

4.18 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。

4.19 滤膜I：孔径为 0.22 μm，聚四氟乙烯、聚醚砜或其他等效材质滤膜。

4.20 滤膜II：孔径为 0.45 μm，玻璃纤维或其他等效材质滤膜。

4.21 氮气：纯度≥99.99%。

4.22 氩气：纯度≥99.999%。

5 仪器和设备

5.1 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。

5.2 样品瓶：2.0 ml 具聚四氟乙烯内衬垫螺旋盖的棕色玻璃瓶。

5.3 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。

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

5.5 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

5.6 浓缩装置：氮吹浓缩仪或其他性能相当的设备。

5.7 涡旋混匀器：转动频次 0~3000 r/min。

5.8 pH 计：pH 值测定范围为 0~14。

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

5.10 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 和 HJ 442.3 的相关规定采集和运输水样。

水样充满采样瓶（5.1），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。

6.2 试样的制备

6.2.1 直接进样法

水样恢复至室温，充分混匀，水样经滤膜 I（4.19）过滤，弃去至少 1 ml 初滤液后，移取 1.0 ml 滤液于样品瓶（5.2）中，依次加入 10 μl 内标使用液 I（4.16）和 10 μl 内标使用液 II（4.17），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用固相萃取法（6.2.2）分析。

6.2.2 固相萃取法

6.2.2.1 样品预处理

水样恢复至室温，充分混匀，量取 1000 ml 样品，用滤膜II（4.20）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（4.13），待固相萃取（6.2.2.2）。

6.2.2.2 固相萃取

将固相萃取柱（4.18）固定在固相萃取装置（5.5）上，依次用 6 ml 甲醇（4.1）、6 ml 实验用水和 6 ml 盐酸溶液（4.5）进行活化，在活化过程中应确保固相萃取柱中的填料不露出液面。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。上样完毕后，用 6 ml 甲醇溶液（4.8）淋洗固相萃取柱，然后用真空泵干燥固相萃取柱 30 min 或用氮气（4.21）吹干。再用 10 ml 甲酸-甲醇溶液（4.9）以 1 ml/min（约 1 滴/3 秒）的流速洗脱固相萃取柱，收集洗脱液。洗脱液经浓缩装置（5.6）浓缩至近干，用甲酸铵/甲酸缓冲溶液-甲醇溶液（4.7）定容至 1.0 ml，最后依次加入 10 μ l 内标使用液I（4.16）和 10 μ l 内标使用液II（4.17），用涡旋混匀器（5.7）混匀后，经滤膜I（4.19）过滤，置于样品瓶（5.2）中，待测。

6.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（6.2）相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 液相色谱参考条件

流动相 A：甲酸铵/甲酸缓冲液（4.6）；流动相 B：甲醇（4.1）；梯度洗脱程序见表 1；流速：0.5 ml/min；柱温：40 $^{\circ}$ C；进样体积：5 μ l。

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	80	20
1	80	20
11	60	40
14	5	95
17	5	95
17.1	80	20
20	80	20

7.1.2 质谱参考条件

离子源：电喷雾离子源（ESI），正离子模式。

监测方式：多反应监测（MRM）。

其余条件参见附录 B。

参考条件下对应的总离子色谱图参见附录 C。

7.1.3 仪器调谐

不同厂家的仪器调谐参数存在一定差异，应按照仪器使用说明书在规定时间和频次内校正高效液相色谱-三重四极杆质谱仪的质量数和分辨率，以确保仪器处于最佳测试状态。

7.2 校准

7.2.1 标准曲线的建立

分别移取适量目标化合物标准使用液（4.11）、替代物标准使用液（4.13），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 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L 和 200 μg/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（4.16）和 10 μl 内标使用液 II（4.17），混匀后贮存在棕色样品瓶中，待测。

按照仪器参考条件（7.1），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（4.5）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（4.7）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。

7.2.2 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质量浓度，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。

7.3 试样测定

按照与标准曲线的建立（7.2）相同的仪器条件进行试样（6.2）的测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定（7.3）相同的仪器条件进行空白试样（6.3）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

按照质谱参考条件（7.1.2）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，所得偏差不超过表 2 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。

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

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）。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100\% \quad (4)$$

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_{std2} ——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_{std1} ——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 2 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			
	$K_{std} > 50$	$20 < K_{std} \leq 50$	$10 < K_{std} \leq 20$	$K_{std} \leq 10$
K_{sam} 相对于 K_{std} 的最大允许偏差 (%)	±20	±25	±30	±50

8.2 定量分析

8.2.1 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。

8.2.2 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。

8.3 结果计算

8.3.1 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。

8.3.2 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。

8.4 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。

9 准确度

9.1 精密度

9.1.1 直接进样法

6家实验室分别对加标浓度为 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 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ ~4 $\mu\text{g/L}$ 、32 $\mu\text{g/L}$ ~42 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~2 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ ~13 $\mu\text{g/L}$ 、49 $\mu\text{g/L}$ ~80 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~3 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ ~3 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 20.0 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$ ~4 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ ~5 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 6 $\mu\text{g/L}$ ~12 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ ~9 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 180 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$ ~38 $\mu\text{g/L}$ 、24 $\mu\text{g/L}$ ~37 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 61 $\mu\text{g/L}$ ~108 $\mu\text{g/L}$ 、48 $\mu\text{g/L}$ ~92 $\mu\text{g/L}$ 。

9.1.2 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 和 180 ng/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 3.7%~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。

精密度结果统计参见附录D中表D.1~表D.4。

9.2 正确度

9.2.1 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%。

9.2.2 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%±42.0%、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%。

正确度统计结果参见附录D中表D.5~表D.8。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

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。

10.2 校准

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。

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。

10.3 平行样

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。

10.4 基体加标

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。

10.5 替代物加标

采用固相萃取法时，每个样品均需加入替代物，替代物回收率应在 40%~150%之间。

11 废物处置

实验过程中产生的废弃物应分类收集，集中保管，并做好相应标识，依法处置。

附 录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

各目标化合物的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文简称	CAS No.	直接进样法		固相萃取法	
				检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)
1	马波沙星	Marbofloxacin	115550-35-1	2	8	2	8
2	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3	2	8	2	8
3	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	2	8	2	8
4	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	2	8	2	8
5	依诺沙星	Enoxacin	74011-58-8	2	8	2	8
6	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	2	8	2	8
7	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	2	8	2	8
8	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	2	8	2	8
9	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	2	8	2	8
10	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	2	8	2	8
11	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3	2	8	2	8
12	二氟沙星	Difloxacin	98106-17-3	2	8	2	8
13	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	2	8	2	8
14	加替沙星	Gatifloxacin	112811-59-3	2	8	2	8
15	莫西沙星	Moxifloxacin	151096-09-2	2	8	2	8
16	氟甲喹	Flumequine	42835-25-6	2	8	2	8
17	那氟沙星	Nadifloxacin	124858-35-1	2	8	2	8

附 录 B
(资料性附录)
质谱参考条件

- a) 离子化电压: 1500 V。
 b) 脱溶剂温度: 400 °C。
 c) 脱溶剂气流速: 1000 L/h。
 d) 气帘气流速: 150 L/h。
 e) 各目标化合物、替代物及内标物的多反应监测条件见表 B.1。

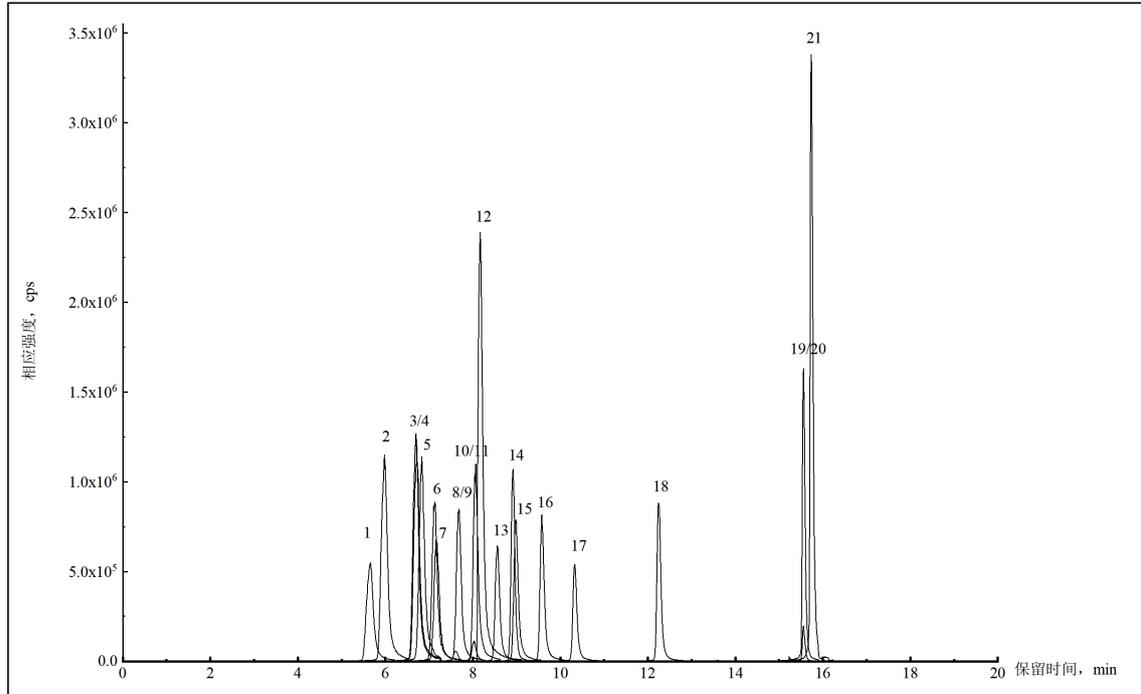
表 B.1 目标化合物、替代物及内标物的多反应监测条件

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- <i>d</i> ₈
		363.1	72.1			23	
2	氟罗沙星	370.1	326.1*	6.5	76	27	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		370.1	269.1			37	
3	氧氟沙星	362.2	318.2*	7.2	76	27	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		362.2	261.1			39	
4	培氟沙星	334.2	316*	7.3	76	29	环丙沙星- <i>d</i> ₈
		334.2	290.1			27	
5	依诺沙星	321.1	303.1*	7.4	70	30	环丙沙星- <i>d</i> ₈
		321.1	232.1			50	
6	诺氟沙星	320.2	302.2*	7.7	65	28	环丙沙星- <i>d</i> ₈
		320.2	276.2			25	
7	环丙沙星	332.1	314.1*	8.3	81	29	环丙沙星- <i>d</i> ₈
		332.1	288.1			27	
8	恩诺沙星	360.2	316.1*	8.7	76	27	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		360.2	245.1			37	
9	达氟沙星	358.2	340.2*	8.8	76	33	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		358.2	82.1			73	
10	洛美沙星	352.2	308.2*	9.1	91	25	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		352.2	265.1			33	
11	奥比沙星	396.0	352*	9.5	80	24	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		396.0	295.2			32	
12	二氟沙星	400.2	356.2*	9.7	81	29	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		400.2	299.1			39	
13	沙拉沙星	386.1	368.2*	10.2	75	31	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		386.1	342.2			27	
14	加替沙星	376.2	332.2*	10.9	81	27	恩诺沙星- <i>d</i> ₅
		376.2	261			41	

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
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
		262.1	202		90	45	$-^{13}C_3$
17	那氟沙星	361.2	343.2*	15.8	110	35	氟甲喹
		361.2	283.1		80	50	$-^{13}C_3$
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。							

附录 C
(资料性附录)
总离子色谱图

17 种氟喹诺酮类抗生素、1 种替代物和 3 种内标标准溶液得到的总离子色谱图见图 C.1。



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——¹³C₃ 氟甲喹（内标物）；21——那氟沙星。

图 C.1 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 μg/L）

附 录 D
(资料性附录)
方法的准确度

6 家实验室测定的精密度数据见表 D.1~表 D.4，正确度数据见表 D.5~表 D.8。

表 D.1 空白样品加标测定的精密度汇总表（直接进样法）

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	3~13	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	4~12	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	3~8.2	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

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 ($\mu\text{g/L}$)
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	4~8.8	6.0	1	1
		20	20	3.3~12	13	4	8
		180	200	4~12	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 D.2 实际样品加标测定的精密度汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	马波沙星	地下水	5	4	7.6~12	13	1	2
		海水	5	5	4.3~9	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	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	9.8	1	1
		地表水	20	18	1.3~4.3	14	1	7
		生活污水	20	19	4~8.2	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	3~8.1	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	17	2	12
		生活污水	20	19	4.8~9.6	11	4	7
		工业废水	180	185	2~4.7	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
		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	4~7.6	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

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
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	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	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	5~10	24	1	3
		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	3~12	20	28	91

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
13	沙拉沙星	地下水	5	4	5.4~13	24	1	3
		海水	5	4	2~15	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	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	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	1~5.3	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	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 D.3 空白样品加标测定的精密度汇总表（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	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	6.7	3	5
		180	170	2.1~7	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	5~7.8	4.3	1	1
		20	20	5~5.6	0.5	3	3
		180	178	5.2~6	2.9	28	29
7	环丙沙星	5	5	5.3~10	15	1	2
		20	19	6.1~7	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	5~9	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

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)
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
		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	4~9.5	8.7	1	1
		20	20	2.9~8.4	4.4	3	4
		180	168	2.5~5.3	11	17	53

表 D.4 实际样品加标测定的精密度汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	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	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
		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

序号	化合物名称	样品类型	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)
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
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

序号	化合物名称	样品类型	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)
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

表 D.5 空白样品加标测定的正确度汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
1	马波沙星	5	85.6~97.4	92.0±9.8
		20	86.5~105	96.2±18.0
		180	95.6~117	108±19.0
2	氟罗沙星	5	88.4~97.6	94.5±6.8
		20	91.0~108	101±14.4
		180	98.3~119	110±18.6
3	氧氟沙星	5	88.4~100	94.2±10.4
		20	92.5~110	103±15.2
		180	97.8~117	111±14.8
4	培氟沙星	5	86.6~95.2	92.8±6.4
		20	81.5~104	94.8±20.2
		180	96.7~115	106±18.0
5	依诺沙星	5	80.0~101	93.1±14.6
		20	83.5~105	95.5±20.0
		180	97.2~118	109±20.2
6	诺氟沙星	5	81.6~96.4	92.2±11.2
		20	77.0~105	93.7±24.4
		180	96.1~122	109±23.4
7	环丙沙星	5	83.0~100	93.5±11.6
		20	73.0~107	92.1±28.4
		180	96.7~116	107±16.6
8	恩诺沙星	5	78.0~97.0	92.1±14.2
		20	86.5~107	97.0±17.8
		180	102~118	111±13.4
9	达氟沙星	5	84.0~104	93.9±12.8
		20	81.0~106	94.1±24.2
		180	86.1~123	109±29.8
10	洛美沙星	5	85.4~104	96.4±13.0
		20	87.0~112	103±19.4
		180	102~117	111±13.8
11	奥比沙星	5	82.4~103	93.8±19.0
		20	77.0~112	99.0±28.6
		180	94.4~119	110±19.4
12	二氟沙星	5	83.4~107	93.2±16.8
		20	70.0~115	91.1±39.4
		180	96.7~118	109±19.6
13	沙拉沙星	5	87.6~103	97.2±11.6
		20	64.0~113	91.2±44.0
		180	102~123	112±20.6

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
14	加替沙星	5	86.4~102	96.1±11.4
		20	83.0~112	99.3±25.4
		180	97.8~118	111±17.2
15	莫西沙星	5	90.0~104	96.8±9.6
		20	68.0~115	90.1±44.8
		180	101~122	112±16.6
16	氟甲喹	5	75.6~95.2	88.7±13.6
		20	88.0~98.0	94.7±7.2
		180	90.6~109	101±14.6
17	那氟沙星	5	92.4~102	95.9±7.6
		20	78.5~101	92.5±18.4
		180	77.8~106	96.8±22.2

表 D.6 实际样品加标测定的正确度汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实际样品浓度 平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值 (%)
1	马波沙星	地下水	5	0	65.4~107	89.1 \pm 38.4
		海水	5	0	65.4~111	91.1 \pm 42.8
		地表水	20	0	67.5~101	88.5 \pm 29.8
		生活污水	20	0	79.5~107	98.1 \pm 23.0
		工业废水	180	0	78.9~119	104 \pm 35.2
		农业废水	180	0	81.7~118	104 \pm 33.4
2	氟罗沙星	地下水	5	0	69.4~108	89.2 \pm 38.0
		海水	5	0	70.2~115	95.4 \pm 41.4
		地表水	20	0	73.5~103	91.7 \pm 27.2
		生活污水	20	0	91.5~130	106 \pm 26.6
		工业废水	180	0	80.6~121	104 \pm 35.4
		农业废水	180	0	81.1~118	106 \pm 32.4
3	氧氟沙星	地下水	5	0	63.4~112	89.6 \pm 46.8
		海水	5	0	75.8~117	96.6 \pm 43.2
		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	102.9 \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

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 平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值 (%)
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 22.0
		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
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 12.0
		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

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 平均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值(%)
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
		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 D.7 空白样品加标测定的正确度汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
1	马波沙星	5	81.6~94.8	86.6±9.2
		20	91.5~101	95.8±6.6
		180	92.2~103	96.0±7.8
2	氟罗沙星	5	90.4~98.4	93.1±6.2
		20	86.0~104	97.4±14.2
		180	82.2~103	96.0±14.6
3	氧氟沙星	5	87.0~94.0	91.3±5.2
		20	84.5~102	97.1±13.2
		180	80.0~104	94.0±15.8
4	培氟沙星	5	91.6~116	103±18.6
		20	92.5~107	100±11.6
		180	87.2~105	100±13.4
5	依诺沙星	5	85.4~112	95.2±19.8
		20	94.0~101	96.8±4.8
		180	90.6~99.4	96.0±6.0
6	诺氟沙星	5	90.2~101	94.8±8.2
		20	98.5~100	99.1±1.2
		180	93.3~102	99.0±6.0
7	环丙沙星	5	83.4~120	93.6±26.6
		20	90.5~98.0	94.7±5.8
		180	87.2~96.1	93.0±7.4
8	恩诺沙星	5	88.4~106	92.6±13.6
		20	85.0~101	95.3±11.4
		180	78.9~98.3	92.0±14.2
9	达氟沙星	5	96.4~113	105±13.6
		20	91.0~108	102±12.2
		180	87.2~113	104±19.4
10	洛美沙星	5	63.8~98.4	82.4±23.8
		20	78.0~97.5	88.8±15.4
		180	73.9~89.4	83.0±14.2
11	奥比沙星	5	57.0~89.6	77.1±23.6
		20	65.5~97.5	87.3±23.6
		180	66.1~91.1	81.0±19.0
12	二氟沙星	5	66.6~86.4	78.5±18.4
		20	78.5~95.5	91.2±12.8
		180	78.3~92.2	87.0±11.0
13	沙拉沙星	5	58.8~88.6	78.9±22.0
		20	77.0~95.5	88.6±14.2
		180	75.0~92.2	85.0±14.2

序号	化合物名称	加标浓度 (ng/L)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
14	加替沙星	5	61.0~87.0	78.0±19.8
		20	75.0~98.0	89.5±16.0
		180	76.7~90.0	86.0±10.4
15	莫西沙星	5	69.2~96.0	81.9±17.8
		20	83.0~101	90.4±13.6
		180	81.1~95.6	88.0±9.8
16	氟甲喹	5	66.4~93.6	85.6±23.4
		20	96.0~104	101±6.2
		180	85.0~95.6	93.0±7.8
17	那氟沙星	5	75.4~98.4	92.9±17.4
		20	95.0~106	103±9.4
		180	76.1~107	93.3±20.0

表 D.8 实际样品加标测定的正确度汇总表（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 平均值 (ng/L)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值 (%)
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
		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

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度平 均值 (ng/L)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值 (%)
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
		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±15.0
		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

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (ng/L)	实际样品浓度 平均值(ng/L)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值(%)
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
		农业废水	180	0	75.0~122	90.1±36.2
16	氟甲喹	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±19.0
		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