《水质　喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定
液相色谱/串联质谱法》编制说明

标 准 名 称：水质　喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定
液相色谱/串联质谱法

制、修订类型：制定

主要起草单位：青海省生态环境监测中心

归 口 单 位：青海省生态环境厅

起草时间：2023 年 6 月---2023 年 12 月

目录

《水质　喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》编制说明 I
一、 工作简况 1
1. 任务来源 1
2. 起草单位 1
3. 主要起草人 1
二、 制定标准的必要性和意义 2
1. 抗生素的危害 2
2. 相关环保标准和环保工作的需要 4
三、 主要起草过程 8
1. 成立标准编制组 8
2. 查询国内外相关标准和文献资料 8
3. 研究建立标准方法，进行标准方法论证实验 11
4. 方法验证和意见征求工作 12
5. 标准制定的技术路线 12
四、 制定标准的原则和依据，与现行法律、法规、标准的关系 13
1. 标准制订的基本原则和依据 13
2. 标准与现行法律、法规和标准的关系 14
五、 主要条款的说明 15
1. 范围 15
2. 规范性引用文件 16
3. 术语和定义 16
4. 方法原理 16
5. 干扰和消除 16
6. 试剂和材料 17
7. 仪器设备 19
8. 样品 20
9. 实验条件的确定 24
10. 结果计算与表示 30
11. 方法检出限和测定下限 34
12. 方法的精密度和正确度 37
13. 质量保证和质量控制 57
14. 废物处理 57
六、重大意见分歧的处理依据和结果 57
七、贯彻实施标准的要求、措施等建议 58
附表 1　地方文件征求意见汇总处理表 61
1. 方法验证方案 63
2. 方法验证过程 64
3. 方法验证数据的取舍 64
方法验证报告 65

一、 工作简况

1. 任务来源

2023 年 5 月，根据《生态环境标准管理办法（部令第 17 号）》，青海省生态环境监测中心向青海省生态环境厅提交《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》地方标准立项申请，经青海省生态环境厅组织的专家审查会审查通过后，青海省生态环境厅下达了《青海省生态环境厅办公室关于印发 2023 年度青海省地方生态环境标准制修订项目计划的通知》（青生办〔2023〕28 号），批准《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》地方标准的制定。

2. 起草单位

青海省生态环境监测中心

3. 主要起草人

姓 名	性别	职务/职称	工作单位	任务分工
窦筱艳	女	正高级工程师	青海省生态环境监测中心	项目负责人
李红红	女	工程师	青海省生态环境监测中心	资料收集、实验分析、数据处理、报告编制
钟丹丹	女	工程师	青海省生态环境监测中心	资料收集、实验分析、数据处理、报告编制
柳春辉	男	工程师	青海省生态环境监测中心	实验分析、数据处理
艾雪	女	工程师	青海省生态环境监测中心	实验分析、数据处理、报告编

				制
王娜	女	助理工程师	青海省生态环境监测中心	实验分析、数据处理、报告编制
姜虹	女	工程师	青海省生态环境监测中心	实验分析、数据处理
邓玉兰	女	工程师	青海省生态环境监测中心	数据处理
王雅雯	女	工程师	青海省生态环境监测中心	数据处理
高海鹏	女	高级工程师	青海省生态环境监测中心	数据处理
陈珂	女	工程师	青海省生态环境监测中心	报告编制
任文婧	女	工程师	青海省生态环境监测中心	报告编制

二、制定标准的必要性和意义

1. 抗生素的危害

1.1 喹诺酮类抗生素的理化性质

喹诺酮类抗生素分子基本骨架均为氮(杂)双并环结构。喹诺酮类抗生素按发明先后及其抗菌性能不同，分为一、二、三、四代。第一代喹诺酮类主要有萘啶酸和吡咯酸等，因疗效不佳现已少用。第二代喹诺酮类主要为吡哌酸是国内主要应用品种。第三代喹诺酮类又称氟喹诺酮类，是一类具有 4-氧代喹啉 6-氟-3 羧基结构化合物的总称，是目前应用最为广泛的抗生素之一。氟喹诺酮类抗生素的熔点大多在 200℃以上，其盐类熔点可超过 300℃，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。本文件涉及的喹诺酮类抗生素见表 1。

表 1 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	吡哌酸	pipemidic acid	51940-44-4	303.3	$C_{14}H_{17}N_5O_3$

2	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	359.4	$C_{19}H_{22}FN_3O_3$
3	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7	351.4	$C_{17}H_{19}F_2N_3O_3$
4	双氟沙星	Difloxacin	98106-17-3	399.4	$C_{21}H_{19}F_2N_3O_3$
5	沙拉沙星	Sarafloxacin	98105-99-8	385.4	$C_{20}H_{17}F_2N_3O_3$
6	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	361.4	$C_{18}H_{20}FN_3O_4$
7	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	319.3	$C_{16}H_{18}FN_3O_3$
8	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3	333.4	$C_{17}H_{20}FN_3O_3$
9	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	331.3	$C_{17}H_{18}FN_3O_3$
10	西诺沙星	cinoxacin	28657-80-9	262.2	$C_{12}H_{10}N_2O_5$
11	达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	357.4	$C_{19}H_{20}FN_3O_3$

1.2 磺胺类抗生素的理化性质

磺胺类化合物指具有对氨基苯磺酰胺结构的一类化合物的总称，是一类用于预防和治疗细菌感染性疾病的化学治疗抗生素，被广泛应用于人体疾病治疗、水产品和畜类疾病预防和治疗过程。磺胺类药物多为白色或淡黄色结晶或结晶性粉末，无臭，几乎无味，难溶于水，易溶于乙醇、丙酮，具有一定的熔点，具有酸碱两性。本文件涉及的磺胺类抗生素见表 2。

表 2 磺胺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	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethoxine	122-11-2	310.3	$C_{12}H_{14}N_4O_4S$
2	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6	310.3	$C_{12}H_{14}N_4O_4S$
3	磺胺二甲嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1	278.3	$C_{12}H_{14}N_4O_2S$
4	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	280.3	$C_{11}H_{12}N_4O_3S$
5	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfameter	651-06-9	280.3	$C_{11}H_{12}N_4O_3S$
6	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7	264.3	$C_{11}H_{12}N_4O_2S$
7	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9	250.3	$C_{10}H_{10}N_4O_2S$
8	磺胺甲恶唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	253.3	$C_{10}H_{11}N_3O_3S$
9	磺胺氯哒嗪	Sulfachloropyridazine	80-32-0	284.7	$C_{10}H_9ClN_4O_2S$

1.3 喹诺酮类和磺胺类抗生素的危害

抗生素作为一种新污染物，主要有风险隐蔽性、危害严重性、环境持久性、治理复杂性、来源广泛性和种类持续增加性等特点。抗生素污染主要来源于抗生素生产工业、医用抗生素、兽用抗生素、水产养殖业和工厂排放等。虽然2011年中国医疗体制改革，抗生素的使用量有所下降，但不可否认的是，我国抗生素污染仍然严重，在中国西部欠发达地区的基层医院，抗生素的过度使用问题尤为突出。研究证明，因为现有的污水处理流程不是针对抗生素设计的，大多数抗生素在污水处理厂中不能被完全去除，大量抗生素随着出水进入地表水，进而进入地下水甚至对饮用水造成污染。

与对其他环境污染物，如重金属、化学肥料、农药、多环芳烃等的高认知程度不同，抗生素污染作为一类新型污染物在近年来才受到国内外学者的重视。我国有关环境中抗生素的研究表明在地表水、地下水甚至饮用水中的磺胺类和喹诺酮类抗生素检出频率较高。在《青海省兽药销售和使用情况调查与分析》中，喹诺酮类抗生素应用普遍。磺胺类药物的不合理使用会导致其在生物体内蓄积，对生态环境造成潜在危害，且磺胺类药物存在严重的副作用和潜在致癌性。如果人类长期饮用含有抗生素的水会影响人体免疫系统，降低机体免疫力。另外，抗生素可通过食物链富集，导致人群高浓度暴露，给人类带来极大危害。

2. 相关环保标准和环保工作的需要

很早之前，欧盟等国家已经开始对抗生素的使用进行限制，2015 年世界卫生组织提出了全球行动计划，号召各成员国制定相应的控制抗生素耐药行动计划。我国于 2016 年 9 月由 14 个部委联合发布了《遏制细菌耐药国家行动计划》，控制抗生素的使用和抗生素耐药性的传播。2015 年国务院发布的《水污染防治行动计划》中明确提出“限制使用抗生素等化学药品”，从国家层面提出了管控要求。

《“十四五”生态环境监测规划》中提到重视新污染物监测，加强新污染物监测顶层设计，结合常规监测网络统筹设置新污染物监测点位。对新污染物检出种类多、暴露潜力大的重点流域进一步加密监测，动态开展其他潜在新污染物的筛查性监测，初步摸清新污染物环境赋存底数，支撑新污染物治理与管控。夯实新污染物监测基础能力，加快技术标准体系、实验能力和人才队伍建设。有条件的地方优先在集中式饮用水水源地开展新污染物监测。

2022 年 5 月 4 日，国务院办公厅印发了《新污染物治理行动方案》，方案中提出要完善法规制度，建立健全新污染物治理体系，完善新污染物环境监测技术体系。

2022 年 12 月 30 日，青海省人民政府办公厅印发了《青海省新污染物治理工作方案》，方案主要目标中指出到 2025 年，按国家要求完成重点管控新污染物信息调查、监测及环境风险评估，动态发布重点管控新污染物清单，明确管控重

点地区、重点行业、重点企业，落实禁止、限制、限排等环境风险管控措施，新污染物治理能力显著提升；主要任务中提到要建立新污染物环境调查监测体系，结合《青海省“十四五”生态环境监测规划》，制定实施青海省新污染物环境调查监测方案。依托现有生态环境监测网络，在重点区域流域、重点行业和典型工业园区，开展持久性有机污染物、内分泌干扰物、微塑料、抗生素等新污染物的调查监测试点。2025年底前，初步建立我省新污染物环境调查监测体系。

但是针对抗生素的测定，国家尚无现行的标准。为真实反映我省环境中抗生素污染状况、适应环境管理的需要，也为今后开展青海省地表水、地下水以及湖水水体监测评价工作提供监管依据，急需制定环境中抗生素的标准方法。

本文件采用超高效液相色谱-三重四级杆质谱联用法测定水质中的喹诺酮类和磺胺类抗生素，为建立抗生素检测的方法提供了可能性。通过选择离子反应监测（MRM），实现更加准确的定性定量，该方法具有更高的选择性、灵敏度和稳定性。

3. 目标物的选择依据

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，报道最多的10种抗生素依次为：磺胺甲噁唑、磺胺甲嘧啶、磺胺嘧啶、诺氟沙星、氧氟沙星、红霉素、环丙沙星、罗红霉素、四环素、土霉素等。其中前三位为磺胺类药物，其次为喹诺酮类药物，相较于其他抗生素，磺胺类和喹诺酮类抗生素在我国主要水体中检测频次多，检出频率高，其残留特性较为突出，这充分说明了建立磺胺类和喹诺酮类抗生素药物监测标准的必要性和紧迫性[1]。

《青海省兽药销售和使用情况调查与分析》文章中汇总了青海省主要兽药种类和药物，其中喹诺酮类抗生素排在前位，主要包括环丙沙星、恩诺沙星、诺氟沙星和氧氟沙星[2]。

《中国典型湖泊四大类抗生素污染特征》文章中指出，四大类抗生素污染在中国典型湖泊中普遍存在，其中水体中抗生素污染水平依次为磺胺类＞喹诺酮类＞四环素类＞大环内酯类，其中湖区（如太湖贡湖湾和青海湖）水体中抗生素污染相对较高[3]。

因此，编制组最终选择磺胺类和喹诺酮类抗生素作为研究对象，建立抗生素检测方法。

本文件参考相关文献报道并结合EPA1694和各地方标准测定喹诺酮类和磺胺类抗生素的种类，同时结合实验条件等确定本文件目标物为吡哌酸、恩诺沙星、洛美沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙

星、西诺沙星、达氟沙星等 11 种喹诺酮类抗生素和磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺甲恶唑、磺胺氯哒嗪等 9 种磺胺类抗生素。

三、主要起草过程

1. 成立标准编制组

2023 年 6 月，青海省生态环境监测中心接到青海省生态环境厅下达的《青海省生态环境厅办公室关于印发 2023 年度青海省地方生态环境标准制修订项目计划的通知》（青生办〔2023〕28 号）的任务后，成立了由技术负责人任组长，由相关监测分析人员组成的标准编制小组。

2. 查询国内外相关标准和文献资料

2023 年 6 月~8 月，编制小组在已有工作的基础上，迅速开展相关标准和资料的调查工作，查阅了大量国内外相关文献和环境质量标准及方法标准。在广泛、认真调研相关资料的基础上，结合实际工作，制定了《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》标准工作方案。

2.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

EPA Method 1694： Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids by

HPLC/MS/MS（EPA 1694, 2007）。2007 年，美国 EPA 推出了使用 HPLC/MS/MS 分析检测水、土壤、沉积物和生物组织等基体中药物及个人护理品的测定方法。该方法目标物包括抗生素（包括磺胺类、四环素类、大环内酯类、喹诺酮类、青霉素类）、镇痛剂、抗酸剂（雷尼替丁）等 74 种药物。根据萃取时样品的酸碱性、仪器分析时 ESI 源的正负性，以及流动相中添加的挥发性酸或盐的种类，74 种药物被分解为四组，其中抗生素药物包含 14 种四环素、6 种大环内酯、9 种磺胺和 10 种喹诺酮。

2.2 国内相关分析方法研究

2013 年 4 月原国家海洋局发布了标准《海洋监测技术规程 第 1 部分：海水》（HY/T 147.1-2013），包含了“磺胺类抗生素的测定——高效液相色谱/串联质谱法”。该标准规定了海水、河口水以及入海排污口污水样品中磺胺醋酰、磺胺嘧啶、磺胺吡啶、磺胺甲基异唑、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噻唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、磺胺甲氧哒嗪、磺胺氯哒嗪、磺胺间二甲氧嘧啶和磺胺多辛 15 种磺胺类抗生素的测定方法。当取样量为 1 L，进样量 10 μl 时，方法检出限 5.0 ng/L ~ 10.0 ng/L，加标回收率 58% ~ 95%，重复性相对标准偏差为 < 10%，再现性相对标准偏差为 < 15%。

随着抗生素药物在水环境中的普遍检出，一些省份正在制订或已经出台了监测抗生素或磺胺类抗生素的地方标准。吉林省于2017年发布《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》（DB 22/T 2838-2017），该标准规定了生活饮用水和水源水中磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑和磺胺氯哒嗪3种磺胺类药物和氧氟沙星1种喹诺酮类药物的监测方法，方法检出限为0.07 μg/L ~ 0.10 μg/L。山东省发布了《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》（DB 37/T 3738-2019），适用于地下水、地表水、工业废水和生活污水中抗生素的测定，方法检出限为0.001 μg/L ~ 0.007 μg/L，包括磺胺间甲氧嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺甲噁唑和磺胺二甲嘧啶等5种磺胺类药物和诺氟沙星、环丙沙星、氧氟沙星、氟罗沙星等4种氟喹诺酮类药物的监测方法。辽宁省大连市站制订了地标《水质 5 种磺胺类抗生素的 测定 固相萃取/高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法》（DB21/T 3286-2020），该标准规定了地下水、地表水、海水、工业废水和生活污水中磺胺嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶和磺胺甲噁唑等5种磺胺类抗生素的高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法，方法检出限为0.009 μg/L ~ 0.010 μg/L。重庆市发布了《水质 磺胺类抗生素的测定 液相色谱-串联质谱法》（DB50/T

1367-2023），适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中抗生素的测定，方法检出限为 0.001 μg/L ~ 0.002 μg/L，包括磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、甲氧卞氨嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、奥美普林、磺胺氯哒嗪、磺胺甲恶唑、磺胺-6-（间）甲氧嘧啶、磺胺二甲氧哒嗪、磺胺异恶唑、磺胺苯吡唑、磺胺多辛、磺胺喹恶啉等 18 种磺胺类抗生素的监测方法。重庆市发布了《水质 喹诺酮类抗生素的测定 液相色谱-串联质谱法》（DB50/T 1366-2023），适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中抗生素的测定，方法检出限为 0.001 μg/L ~ 0.002 μg/L，包括依诺沙星、麻保沙星、诺氟沙星、氧氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、氟罗沙星、丹诺沙星、洛美沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、双氟沙星、氟甲喹等 13 种喹诺酮类抗生素的监测方法。 目前，国内测定抗生素的方法均为液相色谱/串联质谱法。

3. 研究建立标准方法，进行标准方法论证实验

2023 年 6 月~2023 年 12 月，以工作方案为指导，按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2020）的要求开展标准的制定工作，对方法的检出限、精密度、正确度进行大量的分析测定。同时参考 EPA 1694 建立方法，最终确定了水质喹诺酮类和磺胺类抗生素测试的最佳条件，

并编写《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》标准草案和征求意见稿。

4. 方法验证和意见征求工作

为了确保方法的适用性，编制小组于2023年11月组织6家单位对标准进行方法验证和意见征求工作。通过不同实验室间的方法比对验证和意见征求，对方法进行了优化和完善。在此基础上分析整理和汇总数据，编写完成《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》的方法验证报告，并修订完成《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》的征求意见稿及编制说明。

5. 标准制定的技术路线

本文件制订的技术路线见图1。

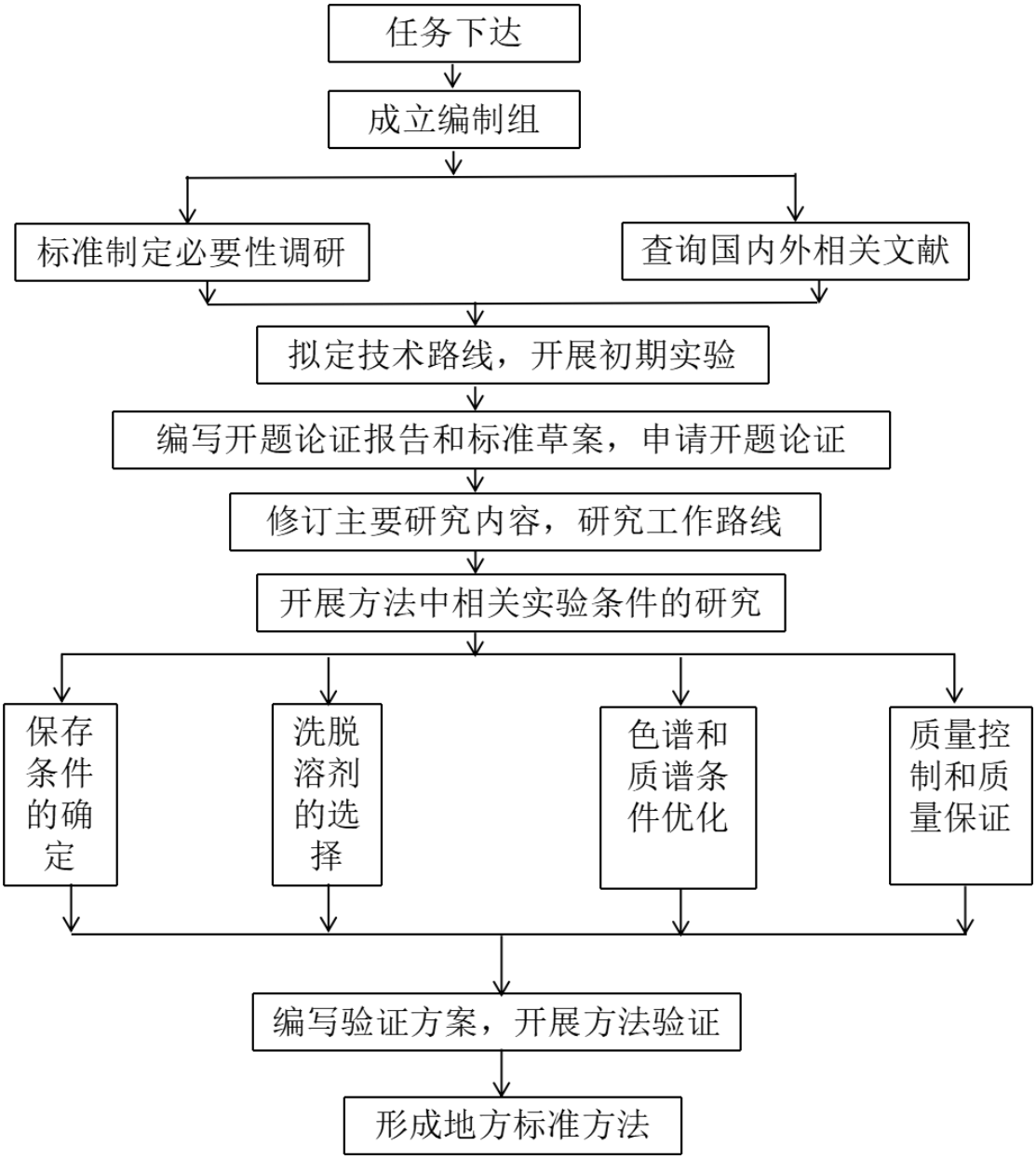

图 1 技术路线

四、制定标准的原则和依据，与现行法律、法规、标准的关系

1. 标准制订的基本原则和依据

本文件编制的基本原则是依据《国家环境保护标准制修

订工作管理办法》和《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，在参考国内外标准方法和技术研究的同时，结合我省监测工作实际情况和发展需求，对优选的技术开展研究与验证，确保方法标准的科学性、先进性和可操作性，并满足以下条件:

（1）方法的检出限和测定范围满足相关环保标准的要求。

（2）方法的精密度、正确度满足地表水、地下水和湖水的监测分析要求。

（3）方法切合我省实际情况，为我省环境监测、环境管理、环保产业服务。

2. 标准与现行法律、法规和标准的关系

本文件方法的制定符合《中华人民共和国标准化法》、《地方标准管理办法》的规定和要求;

本文件的编写符合《标准化工作导则 第 1 部分: 标准化文件的结构和起草规则》GB/T 1.1-2020 和《生态环境标准管理办法》（生态环境部·部令 第 17 号）等相关要求;

本文件的制订符合《标准编写规则》(GB/T20001.4-2020）中（第 4 部分: 试验方法标准）的要求;

本文件按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2020）的要求进行了方法检出限、测定下限和方法

特性指标的测定。

本文件法定计量单位的书写符合《国际单位制及其应用》（GB3100-1993）的规定。

五、主要条款的说明

1. 范围

本文件规定了测定水中喹诺酮类和磺胺类抗生素的液相色谱/串联质谱法。

本文件适用于地表水、地下水和盐度小于15‰的湖水中吡哌酸、恩诺沙星、洛美沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、西诺沙星、达氟沙星等11种喹诺酮类抗生素和磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺甲恶唑、磺胺氯哒嗪等9种磺胺类抗生素的测定。若通过验证，本文件也可适用于其他喹诺酮类和磺胺类抗生素。

当取样100 mL，定容体积为1.0 mL，进样体积为5.0 μL时，11种氟喹诺酮类抗生素和9种磺胺类抗生素的方法检出限为0.003 μg/L~0.011 μg/L，测定下限为0.012~0.044 μg/L。

注：对于低浓度样品，可增加样品取样量，降低方法检出限。

2. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 91.2 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 493 水质 样品的保存和管理技术规定

3. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4. 方法原理

水样中的抗生素类化合物在酸性条件（pH≈2-4）下，经固相萃取法富集、净化后，用液相色谱-三重四极杆质谱法分离检测。根据化合物的保留时间和特征离子峰定性，内标法定量。

5. 干扰和消除

水中余氯等其他具有氧化性的有机物会干扰磺胺类抗生素的测定，可向水中加入抗坏血酸（6.9）消除干扰。

6. 试剂和材料

6.1 除非另有说明，分析时均使用优级纯试剂。

6.2 实验用水为符合 GB/T 6682 要求的一级水。

6.3 盐酸：ρ（HCl）=1.19 g/ml，w∈[36.0%,38.0%]。

6.4 乙腈（CH_3CN）：色谱纯。

6.5 甲醇（CH_3OH）：色谱纯。

6.6 氨水：ρ（$NH_3 \cdot H_2O$）=0.91 g/ml，w∈[25.0%,28.0%]。

6.7 甲酸（HCOOH）：色谱纯。

6.8 乙二胺四乙酸二钠（$Na_2EDTA \cdot 2H_2O$）。

6.9 抗坏血酸（$C_6H_8O_6$）。

6.10 盐酸溶液：1+1（体积比）。

6.11 pH 2～3 去离子水：用盐酸溶液（6.10）调节去离子水至 pH 为 2～3。

6.12 0.1 %甲酸溶液：量取 0.5 ml 甲酸（6.7），缓慢加入水中，用水定容到 500 ml。

6.13 0.1%甲酸甲醇溶液：量取 0.5 ml 甲酸（6.7），缓慢加入甲醇（6.5）中，用甲醇（6.5）定容到 500 ml。

6.14 5%氨水甲醇溶液：量取 25 ml 氨水（6.6），缓慢加入甲醇（6.5）中，用甲醇（6.5）定容到 500 ml。

6.15 0.1%甲酸水-乙腈溶液（95+5: 体积比）: 量取 380 ml 0.1%甲酸水溶液（6.12）和 20 ml 乙腈（6.4）混合。

6.16 标准贮备液：ρ=100 mg/L。可购买有证标准溶液，目标化合物包括吡哌酸、恩诺沙星、洛美沙星、双氟沙星、沙拉沙星、氧氟沙星、诺氟沙星、培氟沙星、环丙沙星、西诺沙星、达氟沙星、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺嘧啶、磺胺甲恶唑、磺胺氯哒嗪，贮备液参照产品说明书保存。

6.17 标准使用液：ρ=1.00 μg/ml。将 20 种抗生素类化合物标准贮备液（6.16）用适量的甲醇（6.5）稀释，于-20 ℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为 2 个月，保存时间参考《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[4]和《水质 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄胺嘧啶的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》编制说明[5]，选择保存时间最短的目标物作为所有目标物的保存时间。

6.18 内标贮备液：ρ=200 μg/ml。喹诺酮类内标物为恩诺沙星-D_5、环丙沙星-D_8，磺胺类内标物为磺胺甲基嘧啶-D_4、磺胺二甲氧嘧啶-D_6。可直接购买有证标准溶液，参照产品说明书保存。

6.19 内标使用液：ρ=2.00 μg/ml。将内标贮备液（6.18）用适量的甲醇（6.5）稀释。内标使用液于-20 ℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为 2 个月，保存时间参考《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[4]和《水质 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄胺嘧啶的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》编制说明[5]，选择保存时间最短的目标物作为所有目标物的保存时间。

6.20 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 N-乙烯基吡咯烷酮共聚物或同等柱效的萃取柱，规格为 6 ml/500 mg。

6.21 滤膜I：0.45 μm 玻璃纤维或其他材质等效滤膜。

6.22 滤膜II：0.22 μm 聚四氟乙烯或其它等效滤膜。

6.23 氮气：纯度≥99.99 %。

7. 仪器设备

7.1 液相色谱/串联质谱仪：配有电喷雾离子化源（ESI）。

7.2 水样抽滤装置：材质为玻璃，带有真空泵。

7.3 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

7.4 浓缩装置：自动氮吹浓缩仪或 K-D 浓缩器等性能相当的设备。

7.5 色谱柱：填料粒径为 1.8 μm，柱长 50 mm，内径 4.6 mm

的 C18 反相色谱柱，或其他等效色谱柱。

7.6 样品瓶：100 ml 带聚四氟乙烯内衬垫瓶盖的棕色玻璃瓶。

7.7 微量注射器：10 μl、20 μl、50 μl、100 μl、250 μl。

7.8 天平：感量 0.01g。

7.9 分析天平：感量 0.0001g。

7.10 一般实验室常用仪器和设备。

8. 样品

8.1 样品采集与保存

按照 HJ 91.2 和 HJ/T 164 的相关规定采集样品。样品采集前，使用样品瓶（7.6）采集 100 ml 样品，采样时应使样品充满样品瓶（7.6），不留液上空间。如果有余氯存在，100 ml 水中加入 10 mg 的抗坏血酸（6.9）。样品采集后应尽快进行分析。如暂不能分析，需在 0 ℃ ~ 4 ℃冷藏避光保存，保存时间推荐为 7 d。

EPA1694 建议样品于 0~4℃冷藏避光保存 7 天。参照该标准对样品的保存条件和天数开展实验室内样品加标回收率的验证。测定加标浓度为 10 μg/L 的地表水样品，分别于 1 天、2 天、3 天、4 天、5 天、7 天测定在不同保存条件下的加标回收率，结果见表 3。

表 3 不同保存条件下样品的加标回收率

回收率（%）	原样，4℃						原样+EDTA，4℃					
	1 天	2 天	3 天	4 天	5 天	7 天	1 天	2 天	3 天	4 天	5 天	7 天
吡哌酸	94.8	92.5	91.7	90.6	95.4	90.4	96.8	93.5	91.7	90.6	93.4	89.6
恩诺沙星	99.8	98.5	98.7	96.6	97.4	95.4	99.6	99.5	95.7	97.6	94.4	92.3
洛美沙星	97.8	96.5	93.7	101.6	98.4	98.3	97.8	99.5	101.7	90.6	93.4	90.4
双氟沙星	95.8	91.5	93.9	99.6	97.4	96.2	96.8	94.5	91.7	90.3	91.4	90.6
沙拉沙星	95.8	91.5	93.9	89.6	87.4	76.3	86.8	84.5	91.7	80.3	81.4	78.8
氧氟沙星	95.8	91.8	93.9	92.6	95.4	90.6	96.4	92.5	86.7	87.3	84.4	82.6
诺氟沙星	88.8	83.5	83.2	91.6	87.4	82.0	96.1	92.5	90.7	80.3	81.4	86.4
培氟沙星	99.4	95.7	93.6	92.8	92.1	87.4	89.6	93.2	95.4	96.1	98.6	90.3
环丙沙星	109	105	103	102	102	96.6	99.6	96.2	95.9	92.1	91.6	89.0
西诺沙星	105.8	103	102	100	98.3	96.4	106	103	105	100	101	97.6
达氟沙星	91.1	93.1	89.3	87.2	84.3	80.6	90.4	91.3	85.6	86.5	89.3	87.0

磺胺间二甲氧嘧啶	79.2	74.4	76.6	73.3	76.2	72.6	76.5	69.1	71.4	73.2	71.3	68.5
磺胺邻二甲氧嘧啶	78.1	73.2	75.6	77.3	72.2	76.3	75.5	79.6	70.3	74.2	73.6	70.8
磺胺二甲嘧啶	71.1	69.4	65.6	68.2	64.2	66.3	72.2	69.1	70.1	67.1	68.1	66.4
磺胺间甲氧嘧啶	76.2	75.2	74.6	71.2	72.6	70.3	77.1	76.5	74.6	72.3	71.6	69.8
磺胺对甲氧嘧啶	70.4	66.6	68.7	67.9	65.4	63.2	70.1	67.1	69.4	68.5	69.9	65.7
磺胺甲基嘧啶	80.6	83.8	77.1	78.1	79.4	75.3	78.6	79.2	76.3	77.4	78.6	72.8
磺胺嘧啶	70.5	67.3	65.5	68.3	64.2	62.3	70.7	67.9	70.5	69.1	66.3	60.3
磺胺甲恶唑	70.6	69.3	68.4	66.6	64.5	65.4	70.3	68.2	70.6	68.7	69.3	67.8
磺胺氯哒嗪	70.2	69.6	66.4	67.3	66.6	61.0	71.9	69.7	70.4	65.2	66.7	60.8

结果表明，喹诺酮类和磺胺类抗生素两种处理方式在 7 天内回收率均大于 60%，EDTA 加入与否对结果无影响。综合考虑，水样应在冷藏避光条件下，7 天内分析完毕。

8.2 试样制备

8.2.1 样品预处理

水样恢复至室温，充分混匀，量取 100 ml 样品，用滤膜 I（6.21）过滤，滤液全部用于固相萃取。《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[4]和《水质 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄胺嘧啶的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》编制说明[5]中研究了悬浮物（颗粒相）对喹诺酮类和磺胺类抗生素回收率的影响，结果表明，悬浮物（颗粒相）对不同浓度氟喹诺酮类和磺胺类抗生素回收率影响不大。因此，确定样品预处理中，只取过滤液进行测定。

8.2.2 固相萃取法

将固相萃取柱（6.20）固定在固相萃取装置（7.3）上。向水样中加入 100 mg 乙二胺四乙酸二钠（6.8），用盐酸溶液（6.10）调节水样 pH 为 2 ~ 4。分别用 10 ml 甲醇（6.5）、5 ml 去离子水、10 ml pH 2 ~ 3 去离子水（6.11）活化萃取柱，待萃取柱上 pH 2 ~ 3 去离子水剩约 2 ml 左右时，水样以 10 ~ 15 ml/min 的流速全部通过萃取柱后，用 5 ml 去离子水淋洗小柱，再用氮气（6.23）吹扫 20 min，使萃取柱干燥。先加入 7 ml 0.1%甲酸甲醇（6.13），再加入 5 ml 5%氨水甲醇（6.14）以 5 ml/min 的流速洗脱，收集洗脱液。洗脱液经氮吹仪浓缩至近干，加入内标使用液（6.19）10.0 μl，用 0.1%甲酸水-乙腈溶液（6.15）定容到 1.0 ml，经滤膜II（6.22）过滤后待测。

8.3 空白试样制备

以实验用水代替样品，按照与试样的制备（8.2）相同步骤进行实验室空白试样的制备。

9. 实验条件的确定

9.1 试样制备

编制组考察了六种洗脱溶剂对喹诺酮类和磺胺类抗生素的回收率影响，分别选用以下六种体系对样品进行了洗脱：10 mL 甲醇、5 mL5%氨水甲醇+5 mL0.1%甲酸甲醇、5 mL5%氨水甲醇+7 mL0.1%甲酸甲醇、5 mL0.1%甲酸甲醇+5 mL5%氨水甲醇、7 mL0.1%甲酸甲醇+5 mL5%氨水甲醇、7 mL0.1%甲酸甲醇+7 mL5%氨水甲醇。六种洗脱溶剂的回收率见表 4。由表 4 可知，7 mL0.1%甲酸甲醇+5 mL5%氨水甲醇和 7 mL0.1%甲酸甲醇+7 mL5%氨水甲醇洗脱溶剂下，各组分的回收率均可，为减少洗脱溶剂的使用量，综合考虑，最终选择 7 mL0.1%甲酸甲醇+5 mL5%氨水甲醇作为洗脱溶剂。

表 4 洗脱溶剂的选择

样品名称	10mL 甲醇	5mL5%氨水甲醇+5mL0.1%甲酸甲醇	5mL5%氨水甲醇+7mL0.1%甲酸甲醇	5mL0.1%甲酸甲醇+5mL5%氨水甲醇	7mL0.1%甲酸甲醇+5mL5%氨水甲醇	7mL0.1%甲酸甲醇+7mL5%氨水甲醇
	回收率（%）	回收率（%）	回收率（%）	回收率（%）	回收率（%）	回收率（%）
吡哌酸	94	84.9	96.0	98	112	107
恩诺沙星	94.4	72.8	80.0	100	103	118

洛美沙星	105	89.7	100	95	110	119
双氟沙星	101	74.9	88.2	94	99.1	115
沙拉沙星	97.0	71.8	85.8	97	99.3	116
氧氟沙星	98.9	80.4	91.0	95	101	113
诺氟沙星	104	87	101	90	107	106
培氟沙星	90.5	68.5	84.6	99	97.1	106
环丙沙星	97.6	79.3	77.4	92	100	101
西诺沙星	66.8	94.2	89	96	105	107
达氟沙星	80.5	78.5	82.6	90	99.1	101
磺胺间二甲氧嘧啶	82.5	76.0	77.9	81	98.2	101
磺胺邻二甲氧嘧啶	88.2	72.3	79.9	84.3	92.0	93.4
磺胺二甲嘧啶	82	76.9	85.9	83.7	83.9	84.6
磺胺间甲氧嘧啶	84	82.3	90.0	83.6	92.7	91.8
磺胺对甲氧嘧啶	94.9	78.1	85.0	82.1	87.9	88.5
磺胺甲基嘧啶	84	75.9	79.6	82.4	86.4	82.1
磺胺嘧啶	75.1	66.2	73.0	74.6	78.8	79.0
磺胺甲恶唑	72	76.7	70.9	74.6	83.0	83.2
磺胺氯哒嗪	74.8	74.7	71.4	70.3	90.6	89.3

9.2 仪器条件的选择

9.2.1 液相色谱条件的选择

研究对比了不同流动相的峰形和分离效果，流动相 1 为使用 5 mmol/L 乙二酸/5 mmol/L 乙酸铵水溶液（流动相 A）和甲醇/乙腈（1/1）（流动相 B）作为流动相。柱温：35℃；进样量：5 μl；流速：0.3 ml/min；梯度洗脱程序见表 5。

表 5 流动相 1 的梯度洗脱程序

时间（min）	流速（ml/min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	0.3	90	10
4	0.3	90	10
15	0.3	25	75
15.1	0.3	5	95
18	0.3	5	95
18.1	0.3	90	10
22	0.3	90	10
15.1-18 min 为色谱柱清洗时间，可根据样品的复杂程度调整，18.1-22.0 min 为色谱柱的平衡时间。			

流动相 2 为使用 0.1%甲酸/水（流动相 A）和乙腈（流动相 B）作为流动相。柱温：40℃；进样量：5.0 μl；流速：0.3 ml/min；梯度洗脱程序见表 6。

表 6 流动相 2 的梯度洗脱程序

时间（min）	流速（ml/min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	0.3	95	5
1.5	0.3	95	5
10.0	0.3	30	70

13.0	0.3	10	90
14.0	0.3	10	90
14.2	0.3	95	5
15.0	0.3	95	5

流动相 1 的总离子流图如图 2

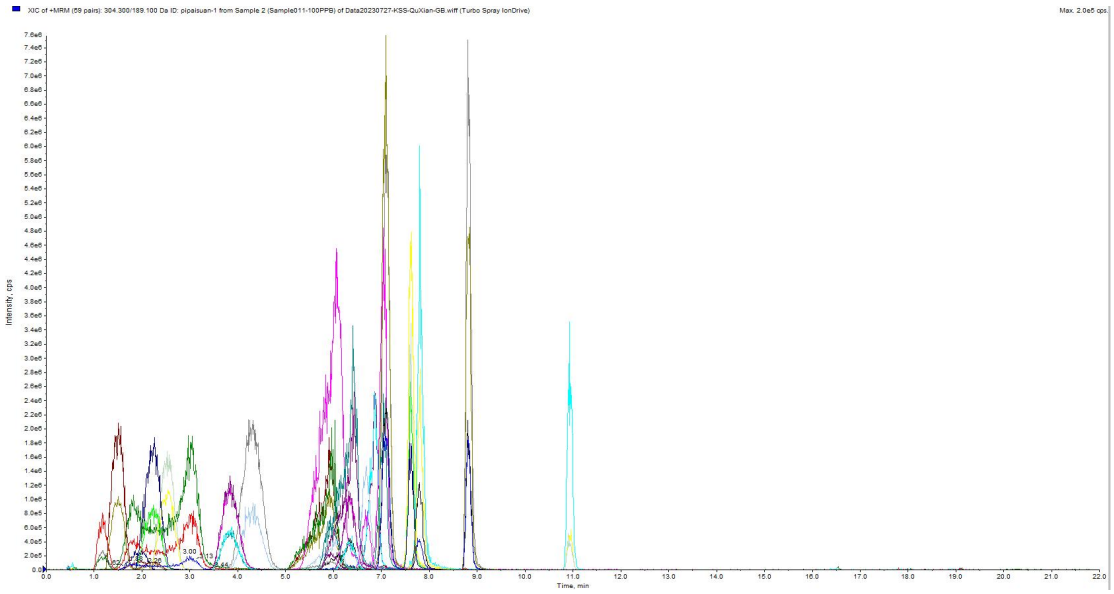

图 2 流动相 1 的总离子流图

流动相 2 的总离子流图如图 3

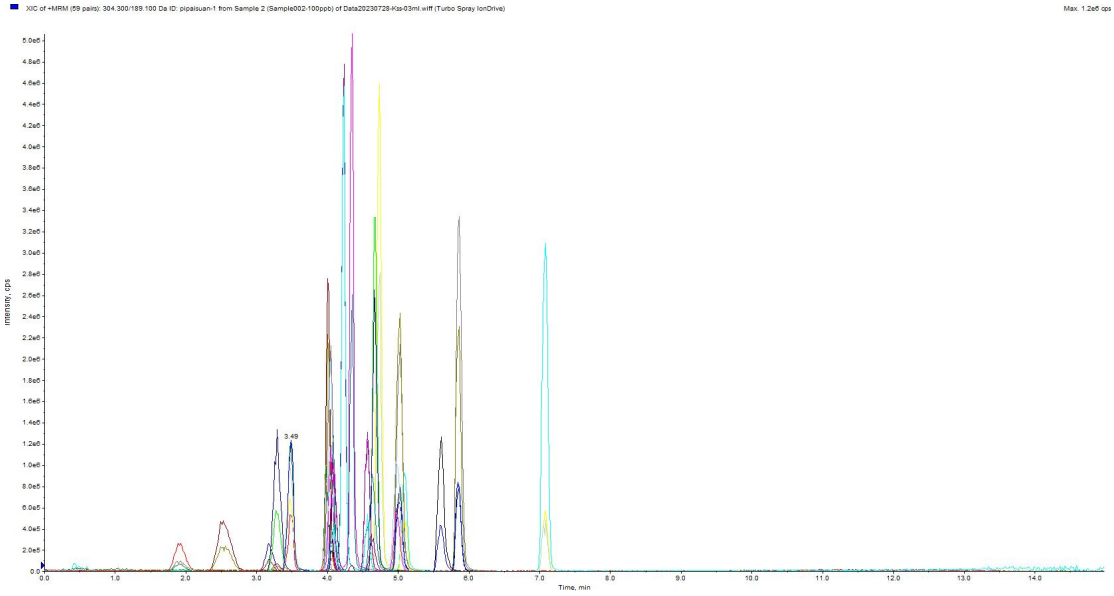

图 3 流动相 2 的总离子流图

对比流动相 1 和流动相 2 的峰形和分离效果发现，流动相 1 中，保留时间在 6.5 min 前的物质（主要为磺胺类物质）峰形差，分离效果不佳。流动相 2 的峰形和分离效果更好，故选择流动相 2 作为最终的流动相条件。

9.2.2 质谱参考条件

正离子模式，喷雾电压：5500 V，离子源温度：500 ℃。

多离子反应监测方式（MRM），具体条件参见表 7。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。

表 7 目标化合物的多离子反应监测条件

化合物	母离子（m/z）	定量、定性离子（m/z）	驻留时间（ms）	锥孔电压（V）	定量、定性碰撞电压（V）	定量内标
吡哌酸	304.3	189.1*、215.2	5	90、90	43、46	恩诺沙星-D_5
恩诺沙星	360.2	316.3*、245.2	5	95、95	25、37	恩诺沙星-D_5
洛美沙星	352.2	265.3*、308.3	5	100、100	31、24	恩诺沙星-D_5
双氟沙星	400.2	356.3*、299.4	5	100、100	27、40	恩诺沙星-D_5
沙拉沙星	386.1	342.2*、299.3	5	100、100	26、39	恩诺沙星-D_5
氧氟沙星	362.2	318.3*、261.3	5	140、140	25、37	恩诺沙星-D_5
诺氟沙星	320.2	302.3*、276.1	5	140、140	29、24	恩诺沙星-D_5
培氟沙星	334.2	290.3*、316.3	5	120、120	24、26	恩诺沙星-D_5

环丙沙星	332.2	314.3*、231.2	5	120、120	28、49	环丙沙星-D_8
西诺沙星	263.1	245.2*、189.1	5	120、120	21、37	环丙沙星-D_8
达氟沙星	358.2	340.1*、283.2	5	140、140	30、31	恩诺沙星-D_5
磺胺间二甲氧嘧啶	311.1	156.2*、108.1	5	60、60	29、33	磺胺二甲氧嘧啶-D_6
磺胺邻二甲氧嘧啶	311.1	156.2*、108.1	5	60、60	24、33	磺胺二甲氧嘧啶-D_6
磺胺二甲嘧啶	279.1	186.2*、124.2	5	45、45	24、29	磺胺甲基嘧啶-D_4
磺胺间甲氧嘧啶	281.1	156.1*、215.3	5	50、50	25、25	磺胺二甲氧嘧啶-D_6
磺胺对甲氧嘧啶	281.1	156.1*、215.3	5	50、50	25、25	磺胺二甲氧嘧啶-D_6
磺胺甲基嘧啶	265.2	172.2*、156.1	5	50、50	22、23	磺胺甲基嘧啶-D_4
磺胺嘧啶	251.1	156.2*、92.1	5	50、50	22、35	磺胺甲基嘧啶-D_4
磺胺甲恶唑	254.1	156.2*、108.2	5	50、50	21、30	磺胺甲基嘧啶-D_4
磺胺氯哒嗪	285.1	156.2*、92.2	5	45、45	21、33	磺胺甲基嘧啶-D_4
恩诺沙星-D_5	365.2	347.4*、245.2	5	95、95	30、40	
环丙沙星-D_8	340.2	322.3*、296.2	5	120、120	28、27	
磺胺甲基嘧啶-D_4	269.1	172.1*、96.1	5	70、70	20、43	
磺胺二甲氧嘧啶-D_6	317.7	162.3*、108.1	5	130、130	28、35	

注：1、带*的为定量离子对

2、定量内标为建议参考内标，若通过验证，其他内标亦可作为本文件的定量内标。

9.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书的要求在规定时间和频次内对液相色谱/串联质谱质谱仪进行仪器质量轴和分辨率调谐，使仪

器处于最佳测试状态。在仪器使用过程中，如发现仪器质量数出现明显偏差或灵敏度明显下降时，应立即重新对仪器进行质量轴和分辨率调谐。

9.4 校准曲线的建立

取一定量抗生素类化合物标准使用液（6.17）、内标使用液（6.19）于2 ml 样品瓶中，制备至少5个浓度点标准系列，抗生素类化合物在各点的质量浓度分别为2.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L和100 μg/L（参考浓度），内标的质量浓度均为20.0 μg/L。 由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，以标准系列溶液中目标组分的质量浓度为横坐标，其对应的峰面积（或峰高）与内标物峰面积（或峰高）的比值乘以内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

9.5 试样测定

按照与标准曲线的建立（9.2）相同的条件进行试样（8.2）测定。

9.6 空白试验

按照与试样测定相同的条件（9.3）进行空白试样（8.3）的测定。

10. 结果计算与表示

10.1 定性分析

每种被测组分选择 1 个母离子和 2 个子离子进行监测。在相同的实验条件下，某待测组分在样品中的保留时间与标准溶液中的保留时间的相对标准偏差小于 2.5 %，且在试样谱图中的定性离子的相对丰度（K_{sam}）与浓度相近的标准溶液谱图中对应的定性离子相对丰度（K_{std}）偏差不超过表 8 的范围，则可判定样品中存在该待测物。

定性离子相对离子丰度分别按照公式（1）和公式（2）计算。

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \quad \ldots\ldots (1)$$

式中:

K_{sam}——样品中某组分定性离子的相对丰度，%;

A_2 ——样品中某组分定性离子对的峰面积(或峰高);

A_1 ——样品中某组分定量离子对的峰面积(或峰高)。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \quad \ldots\ldots (2)$$

式中:

K_{std} ——标准溶液中某组分定性离子的相对丰度，%;

A_{std2}——标准溶液中某组分定性离子对的峰面积（或峰高）;

A_{std1}——标准溶液中某组分定量离子对的峰面积（或峰高）。

表 8 定性确认时相对离子丰度的最大允许偏差

标准溶液中某组分的定性离子的相对离子丰度（K_{std}）	Kstd＞50	20＜Kstd≤50	10＜Kstd≤20	Kstd≤10
样品中某组分的定性离子的相对离子丰度（K_{sam}）的最大允许偏差	±20	±25	±30	±50

10.2 定量分析

标准系列第 i 点中目标化合物的相对响应因子（RRF_i），按照公式（3）进行计算。

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{\rho_{Isi}}{\rho_i} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (3)$$

式中：RRF_i——标准系列第 i 点目标化学物的相对响应因子;

A_i——标准系列第 i 点目标化学物定量离子的响应值;

A_{ISi}——标准系列第 i 点与目标化合物相对应内标定量离子的响应值;

ρ_{ISi}——标准系列中内标物的质量浓度，μg/L;

ρ_i——标准系列第 i 点目标化合物的质量浓度，μg/L。

校准曲线中目标化合物的平均相对响应因子$\overline{RRF}$,按照公

式（4）进行计算。

$$\overline{RRF}=\frac{\sum_{i=1}^{n}RRF_i}{n} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (4)$$

式中：$\overline{RRF}$——校准曲线中目标化合物的平均相对响应因子;

RRF_i——校准曲线中第 i 点目标化合物的相对响应因子;

n——标准系列点数。

10.3 结果计算

样品种目标化合物或替代物的质量浓度按照公式（5）计算。

$$\rho_s=\frac{\rho_x\times V_1}{V_0}\times D \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (5)$$

式中： ρ_s——样品中目标化合物的质量浓度，μg/L;

ρ_x——试样中目标化合物的质量浓度，μg/L;

V_1——试样定容体积，ml;

V_0——取样体积，ml;

D——稀释倍数。

10.4 结果表示

测定结果的小数点位数与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

11. 方法检出限和测定下限

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2020）（附录 A）中的规定，按照样品分析的全部步骤，重复 n（n≥7）次空白试验，将各测定结果换算为样品中的浓度或含量，计算 n 次平行测定的标准偏差，方法检出限 MDL 的计算公式如下:

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

式中：MDL—方法的检出限;

n—样品测平行测定次数;

t—表示自由度为 n-1，置信度为 99%时的 t 分布;

S—n 次平行测定的标准偏差;

其中，当自由度为n-1，置信度为99%时的值可参考表9。

表 9 t 值表

平行测定次数（n）	自由度（n-1）	$t_{(n-1,0.99)}$
7	6	3.143

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2020）(附录 A)中的规定，以 4 倍检出限作为测定下限。

按照 HJ168-2020 的有关规定，使用抗生素的加标浓度为 2.0μg/L 的样品，按方法操作步骤及流程进行 7 次平行测定，计算平均值、标准偏差、检出限及测定下限等各项参数，

结果如表 10 所示。

表 10　方法检出限测试数据表

目标物	测定结果（μg/L）							平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	t 值	计算检出限（μg/L）	方法检出限（μg/L）	测定下限（μg/L）
	1	2	3	4	5	6	7						
磺胺二甲（基）嘧啶	0.014	0.016	0.015	0.015	0.015	0.014	0.014	0.015	0.0010	3.143	0.0031	0.004	0.016
磺胺氯哒嗪	0.015	0.012	0.017	0.016	0.013	0.012	0.013	0.014	0.0019	3.143	0.0061	0.007	0.028
磺胺甲基嘧啶	0.015	0.015	0.013	0.016	0.014	0.012	0.016	0.015	0.0016	3.143	0.0050	0.005	0.020
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.014	0.014	0.015	0.015	0.014	0.013	0.017	0.014	0.0013	3.143	0.0041	0.005	0.020
磺胺对甲氧嘧啶	0.014	0.013	0.013	0.012	0.014	0.012	0.013	0.013	0.0009	3.143	0.0028	0.003	0.012
磺胺间甲氧嘧啶	0.015	0.017	0.016	0.015	0.014	0.014	0.016	0.015	0.0012	3.143	0.0038	0.004	0.016
磺胺嘧啶	0.015	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.0010	3.143	0.0033	0.004	0.016
磺胺甲噁唑	0.016	0.014	0.016	0.017	0.015	0.014	0.014	0.015	0.0013	3.143	0.0040	0.004	0.016
诺氟沙星	0.017	0.019	0.016	0.015	0.016	0.016	0.018	0.017	0.0012	3.143	0.0037	0.004	0.016
氧氟沙星	0.020	0.019	0.017	0.015	0.014	0.018	0.017	0.017	0.0021	3.143	0.0065	0.007	0.028
培氟沙星	0.019	0.018	0.015	0.016	0.015	0.015	0.014	0.016	0.0018	3.143	0.0057	0.006	0.024
环丙沙星	0.020	0.022	0.019	0.020	0.020	0.019	0.018	0.020	0.0012	3.143	0.0039	0.004	0.016
恩诺沙星	0.022	0.022	0.018	0.016	0.016	0.018	0.016	0.018	0.0026	3.143	0.0083	0.009	0.036
沙拉沙星	0.018	0.017	0.016	0.016	0.017	0.016	0.015	0.016	0.0011	3.143	0.0033	0.004	0.016
双氟沙星	0.017	0.017	0.015	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016	0.0010	3.143	0.0032	0.004	0.016
西诺沙星	0.017	0.018	0.019	0.017	0.021	0.016	0.015	0.017	0.0019	3.143	0.0061	0.007	0.028
洛美沙星	0.018	0.017	0.015	0.014	0.014	0.015	0.017	0.016	0.0015	3.143	0.0048	0.005	0.020
吡哌酸	0.016	0.018	0.017	0.016	0.015	0.017	0.017	0.016	0.0010	3.143	0.0030	0.003	0.012
达氟沙星	0.021	0.020	0.018	0.015	0.018	0.016	0.017	0.018	0.0022	3.143	0.0069	0.007	0.028
磺胺间二甲氧嘧啶	0.014	0.015	0.018	0.018	0.015	0.015	0.019	0.016	0.0019	3.143	0.0059	0.006	0.024

由表 10 可知，方法检出限为 0.003~0.009 μg/L，定量限为 0.012~0.036 μg/L。

12. 方法的精密度和正确度

12.1 方法精密度测试数据

方法的精密度按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2020）(附录 A)中规定，分别测定地表水、地下水和湖水样品，加入高、中、低三个浓度水平抗生素标准溶液，按照全程序每个样品平行测定 6 次，分别计算不同样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差，结果如表 11、12、13 所示。

表 11 方法精密度测试数据表（地表水）

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 1						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.016	0.017	0.017	0.016	0.018	0.017	0.017	0.0008	4.9
磺胺氯哒嗪	0.014	0.013	0.014	0.014	0.014	0.016	0.014	0.0010	7.4
磺胺甲基嘧啶	0.015	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016	0.016	0.0007	4.7
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.016	0.017	0.015	0.016	0.018	0.017	0.016	0.0010	5.9
磺胺对甲氧嘧啶	0.012	0.014	0.017	0.015	0.013	0.017	0.015	0.0018	12
磺胺间甲氧嘧啶	0.012	0.014	0.014	0.014	0.015	0.016	0.014	0.0012	8.1
磺胺嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.014	0.014	0.017	0.014	0.0015	11
磺胺甲噁唑	0.016	0.013	0.015	0.016	0.015	0.016	0.015	0.0011	7.2
诺氟沙星	0.018	0.017	0.017	0.019	0.018	0.017	0.018	0.0007	3.9
氧氟沙星	0.015	0.017	0.017	0.016	0.014	0.016	0.016	0.0014	8.9
培氟沙星	0.019	0.015	0.016	0.016	0.020	0.018	0.017	0.0017	9.9
环丙沙星	0.018	0.019	0.015	0.016	0.019	0.019	0.018	0.0017	9.4
恩诺沙星	0.017	0.020	0.016	0.016	0.015	0.020	0.017	0.0021	12

沙拉沙星	0.013	0.014	0.017	0.013	0.013	0.018	0.015	0.0023	16
双氟沙星	0.013	0.014	0.014	0.015	0.016	0.014	0.014	0.0011	7.8
西诺沙星	0.016	0.019	0.017	0.018	0.015	0.016	0.017	0.0014	8.2
洛美沙星	0.013	0.012	0.014	0.015	0.016	0.015	0.014	0.0014	10
吡哌酸	0.015	0.016	0.015	0.013	0.014	0.018	0.015	0.0016	11
达氟沙星	0.017	0.019	0.015	0.019	0.017	0.018	0.017	0.0015	8.6
磺胺间二甲氧嘧啶	0.017	0.016	0.018	0.017	0.017	0.020	0.018	0.0014	8.0

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 2						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.082	0.075	0.083	0.084	0.078	0.080	0.080	0.0033	4.2
磺胺氯哒嗪	0.071	0.070	0.070	0.088	0.067	0.067	0.072	0.0080	11
磺胺甲基嘧啶	0.079	0.072	0.080	0.074	0.074	0.074	0.076	0.0030	3.9
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.076	0.069	0.078	0.075	0.071	0.076	0.074	0.0037	5.0
磺胺对甲氧嘧啶	0.072	0.062	0.067	0.065	0.061	0.070	0.066	0.0043	6.6
磺胺间甲氧嘧啶	0.077	0.070	0.077	0.073	0.069	0.070	0.073	0.0036	5.0
磺胺嘧啶	0.062	0.062	0.066	0.062	0.062	0.067	0.063	0.0023	3.7
磺胺甲噁唑	0.075	0.070	0.071	0.071	0.067	0.068	0.070	0.0031	4.4
诺氟沙星	0.101	0.100	0.101	0.091	0.095	0.097	0.098	0.0040	4.1
氧氟沙星	0.103	0.075	0.094	0.102	0.093	0.091	0.093	0.0101	11
培氟沙星	0.085	0.087	0.077	0.080	0.071	0.083	0.081	0.0056	7.0
环丙沙星	0.092	0.094	0.085	0.090	0.096	0.093	0.092	0.0038	4.2
恩诺沙星	0.103	0.081	0.099	0.091	0.104	0.089	0.094	0.0088	9.3
沙拉沙星	0.071	0.075	0.104	0.103	0.103	0.078	0.089	0.0158	18
双氟沙星	0.073	0.104	0.105	0.096	0.096	0.083	0.093	0.0127	14
西诺沙星	0.098	0.106	0.100	0.099	0.093	0.106	0.100	0.0049	4.9
洛美沙星	0.102	0.072	0.103	0.097	0.086	0.086	0.091	0.0121	13
吡哌酸	0.100	0.074	0.104	0.100	0.102	0.075	0.092	0.0141	15
达氟沙星	0.090	0.095	0.081	0.090	0.092	0.088	0.089	0.0048	5.3
磺胺间二甲氧嘧啶	0.080	0.080	0.080	0.073	0.078	0.079	0.078	0.0026	3.3

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 3						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.515	0.571	0.545	0.589	0.557	0.537	0.552	0.0259	4.7
磺胺氯哒嗪	0.461	0.436	0.461	0.522	0.446	0.374	0.450	0.0478	11
磺胺甲基嘧啶	0.563	0.548	0.564	0.409	0.505	0.549	0.523	0.0598	11
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.548	0.549	0.515	0.557	0.560	0.560	0.548	0.0170	3.1
磺胺对甲氧嘧啶	0.464	0.443	0.546	0.476	0.514	0.497	0.490	0.0372	7.6
磺胺间甲氧嘧啶	0.503	0.498	0.517	0.522	0.496	0.406	0.490	0.0428	8.7
磺胺嘧啶	0.548	0.433	0.481	0.452	0.527	0.495	0.489	0.0438	8.9
磺胺甲噁唑	0.441	0.396	0.483	0.543	0.434	0.396	0.449	0.0565	13
诺氟沙星	0.565	0.524	0.472	0.545	0.548	0.516	0.528	0.0329	6.2
氧氟沙星	0.511	0.506	0.463	0.460	0.501	0.524	0.494	0.0266	5.4
培氟沙星	0.540	0.535	0.510	0.464	0.523	0.531	0.517	0.0281	5.4
环丙沙星	0.494	0.551	0.492	0.568	0.524	0.467	0.516	0.0386	7.5
恩诺沙星	0.507	0.508	0.505	0.505	0.510	0.497	0.505	0.0047	0.9
沙拉沙星	0.480	0.454	0.441	0.504	0.524	0.483	0.481	0.0307	6.4
双氟沙星	0.513	0.548	0.533	0.533	0.532	0.495	0.526	0.0189	3.6
西诺沙星	0.534	0.544	0.495	0.489	0.553	0.506	0.520	0.0270	5.2
洛美沙星	0.493	0.442	0.438	0.446	0.552	0.482	0.475	0.0438	9.2
吡哌酸	0.513	0.453	0.425	0.469	0.526	0.485	0.478	0.0376	7.9
达氟沙星	0.502	0.508	0.504	0.557	0.548	0.537	0.526	0.0243	4.6
磺胺间二甲氧嘧啶	0.576	0.588	0.568	0.548	0.544	0.542	0.561	0.0192	3.4

由表 11 可知，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.014~0.018μg/L，标准偏差为 0.0007~0.0023μg/L，相对标准偏差为 3.9%~16%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.063~0.100μg/L，标准偏差为 0.0023~0.0158μg/L，相对标准偏差为 3.3%~18%；当选择加

标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.449~0.561μg/L，标准偏差为 0.0047~0.0598μg/L，相对标准偏差为 0.9%~13%。

表 12 方法精密度测试数据表（地下水）

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 1						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.016	0.016	0.013	0.017	0.017	0.015	0.016	0.0017	11
磺胺氯哒嗪	0.014	0.013	0.014	0.015	0.013	0.013	0.014	0.0009	6.7
磺胺甲基嘧啶	0.016	0.015	0.014	0.017	0.016	0.016	0.016	0.0013	8.1
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.018	0.017	0.015	0.016	0.016	0.015	0.016	0.0011	6.6
磺胺对甲氧嘧啶	0.014	0.016	0.014	0.015	0.014	0.015	0.015	0.0009	5.8
磺胺间甲氧嘧啶	0.016	0.016	0.014	0.016	0.014	0.013	0.015	0.0015	10
磺胺嘧啶	0.014	0.012	0.013	0.015	0.014	0.012	0.013	0.0011	7.8
磺胺甲噁唑	0.014	0.014	0.013	0.017	0.016	0.016	0.015	0.0015	10
诺氟沙星	0.020	0.014	0.019	0.018	0.020	0.018	0.018	0.0023	13
氧氟沙星	0.017	0.015	0.016	0.016	0.015	0.019	0.016	0.0014	8.6
培氟沙星	0.014	0.012	0.015	0.016	0.015	0.014	0.014	0.0012	8.6
环丙沙星	0.017	0.018	0.017	0.019	0.017	0.017	0.018	0.0006	3.5
恩诺沙星	0.019	0.016	0.020	0.020	0.018	0.018	0.019	0.0014	7.8
沙拉沙星	0.018	0.017	0.016	0.018	0.019	0.019	0.018	0.0014	7.6
双氟沙星	0.018	0.017	0.015	0.017	0.020	0.019	0.018	0.0017	9.5
西诺沙星	0.019	0.017	0.019	0.020	0.018	0.019	0.019	0.0009	4.8
洛美沙星	0.013	0.015	0.013	0.014	0.014	0.013	0.014	0.0007	5.0
吡哌酸	0.019	0.018	0.018	0.016	0.016	0.018	0.018	0.0013	7.5
达氟沙星	0.017	0.018	0.019	0.015	0.017	0.016	0.017	0.0015	8.6
磺胺间二甲氧嘧啶	0.018	0.017	0.014	0.021	0.019	0.017	0.018	0.0022	12
目标物	测定结果（μg/L）-浓度 2						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.093	0.094	0.088	0.093	0.093	0.093	0.092	0.0021	2.2
磺胺氯哒嗪	0.090	0.091	0.088	0.093	0.083	0.090	0.089	0.0034	3.8
磺胺甲基嘧啶	0.099	0.102	0.093	0.095	0.105	0.097	0.098	0.0044	4.4

磺胺邻二甲氧嘧啶	0.108	0.105	0.097	0.098	0.100	0.101	0.102	0.0043	4.2
磺胺对甲氧嘧啶	0.083	0.084	0.086	0.094	0.088	0.086	0.087	0.0038	4.3
磺胺间甲氧嘧啶	0.094	0.098	0.090	0.095	0.091	0.086	0.092	0.0045	4.9
磺胺嘧啶	0.074	0.075	0.071	0.071	0.080	0.083	0.076	0.0049	6.4
磺胺甲噁唑	0.101	0.101	0.086	0.096	0.100	0.102	0.097	0.0061	6.2
诺氟沙星	0.097	0.094	0.090	0.105	0.096	0.091	0.095	0.0054	5.6
氧氟沙星	0.106	0.108	0.105	0.087	0.094	0.099	0.100	0.0083	8.3
培氟沙星	0.082	0.073	0.070	0.057	0.058	0.064	0.067	0.0096	14
环丙沙星	0.091	0.098	0.095	0.104	0.086	0.099	0.096	0.0064	6.7
恩诺沙星	0.104	0.098	0.109	0.099	0.100	0.102	0.102	0.0041	4.0
沙拉沙星	0.106	0.106	0.102	0.101	0.103	0.104	0.104	0.0021	2.0
双氟沙星	0.103	0.107	0.098	0.099	0.101	0.102	0.102	0.0030	2.9
西诺沙星	0.097	0.105	0.088	0.094	0.094	0.103	0.097	0.0063	6.5
洛美沙星	0.068	0.067	0.074	0.075	0.074	0.068	0.071	0.0037	5.3
吡哌酸	0.098	0.107	0.099	0.092	0.095	0.090	0.097	0.0062	6.3
达氟沙星	0.084	0.085	0.083	0.101	0.097	0.095	0.091	0.0078	8.6
磺胺间二甲氧嘧啶	0.106	0.107	0.101	0.114	0.102	0.102	0.105	0.0051	4.8

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 3						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.378	0.382	0.377	0.387	0.376	0.351	0.375	0.0125	3.3
磺胺氯哒嗪	0.380	0.338	0.346	0.358	0.357	0.332	0.352	0.0173	4.9
磺胺甲基嘧啶	0.405	0.383	0.368	0.381	0.371	0.353	0.377	0.0177	4.7
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.447	0.421	0.395	0.422	0.409	0.403	0.416	0.0183	4.4
磺胺对甲氧嘧啶	0.388	0.385	0.356	0.378	0.355	0.337	0.366	0.0200	5.5
磺胺间甲氧嘧啶	0.421	0.364	0.354	0.370	0.360	0.360	0.371	0.0250	6.7
磺胺嘧啶	0.330	0.311	0.327	0.321	0.317	0.328	0.322	0.0071	2.2
磺胺甲噁唑	0.425	0.388	0.375	0.419	0.395	0.377	0.397	0.0213	5.4
诺氟沙星	0.568	0.475	0.488	0.556	0.578	0.609	0.546	0.0532	9.7
氧氟沙星	0.378	0.401	0.376	0.350	0.365	0.393	0.377	0.0184	4.9
培氟沙星	0.316	0.342	0.330	0.336	0.316	0.337	0.330	0.0111	3.4
环丙沙星	0.420	0.475	0.351	0.448	0.358	0.425	0.413	0.0493	12
恩诺沙星	0.386	0.400	0.379	0.387	0.400	0.353	0.384	0.0176	4.6

沙拉沙星	0.388	0.379	0.368	0.360	0.345	0.365	0.367	0.0149	4.0
双氟沙星	0.379	0.380	0.399	0.371	0.362	0.383	0.379	0.0122	3.2
西诺沙星	0.468	0.407	0.398	0.471	0.319	0.476	0.423	0.0612	14
洛美沙星	0.337	0.381	0.397	0.398	0.385	0.369	0.378	0.0227	6.0
吡哌酸	0.337	0.341	0.342	0.324	0.335	0.333	0.335	0.0067	2.0
达氟沙星	0.399	0.344	0.366	0.367	0.348	0.354	0.363	0.0201	5.5
磺胺间二甲氧嘧啶	0.425	0.421	0.388	0.387	0.425	0.386	0.405	0.0201	5.0

由表 12 可知，固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.019μg/L，标准偏差为 0.0006~0.0023μg/L，相对标准偏差为 3.5%~13%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.067~0.105μg/L，标准偏差为 0.0021~0.0096μg/L，相对标准偏差为 2.0%~14%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.322~0.546μg/L，标准偏差为 0.0067~0.0612μg/L，相对标准偏差为 2.0%~14%。

表 13 方法精密度测试数据表（湖水）

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 1						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.016	0.015	0.014	0.014	0.018	0.016	0.015	0.0015	9.5
磺胺氯哒嗪	0.013	0.013	0.013	0.013	0.016	0.014	0.013	0.0014	11
磺胺甲基嘧啶	0.016	0.020	0.019	0.018	0.015	0.019	0.018	0.0018	10
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.015	0.015	0.015	0.013	0.013	0.017	0.015	0.0017	12
磺胺对甲氧嘧啶	0.015	0.015	0.015	0.012	0.013	0.014	0.014	0.0012	8.6

磺胺间甲氧嘧啶	0.015	0.016	0.016	0.014	0.020	0.019	0.017	0.0021	13
磺胺嘧啶	0.014	0.014	0.013	0.014	0.014	0.017	0.014	0.0014	9.9
磺胺甲噁唑	0.015	0.013	0.013	0.014	0.015	0.016	0.014	0.0015	10
诺氟沙星	0.018	0.020	0.019	0.020	0.019	0.020	0.019	0.0008	4.0
氧氟沙星	0.018	0.016	0.016	0.018	0.016	0.017	0.017	0.0009	5.5
培氟沙星	0.014	0.016	0.016	0.015	0.017	0.016	0.016	0.0011	6.8
环丙沙星	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020	0.0008	4.1
恩诺沙星	0.017	0.018	0.017	0.016	0.018	0.017	0.017	0.0008	4.7
沙拉沙星	0.019	0.019	0.018	0.016	0.017	0.019	0.018	0.0013	7.2
双氟沙星	0.018	0.016	0.015	0.013	0.016	0.016	0.016	0.0016	10
西诺沙星	0.018	0.018	0.019	0.017	0.019	0.020	0.019	0.0012	6.7
洛美沙星	0.017	0.015	0.016	0.017	0.019	0.015	0.017	0.0013	8.1
吡哌酸	0.019	0.016	0.016	0.016	0.017	0.017	0.017	0.0010	5.9
达氟沙星	0.019	0.017	0.018	0.016	0.019	0.018	0.018	0.0010	5.7
磺胺间二甲氧嘧啶	0.017	0.016	0.016	0.019	0.020	0.019	0.018	0.0019	11

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 2						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.091	0.089	0.074	0.075	0.079	0.079	0.081	0.0072	8.9
磺胺氯哒嗪	0.084	0.079	0.066	0.063	0.078	0.073	0.074	0.0082	11
磺胺甲基嘧啶	0.088	0.093	0.076	0.082	0.086	0.081	0.084	0.0059	7.1
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.100	0.097	0.080	0.082	0.082	0.088	0.088	0.0086	9.8
磺胺对甲氧嘧啶	0.090	0.082	0.068	0.071	0.076	0.078	0.078	0.0080	10
磺胺间甲氧嘧啶	0.089	0.093	0.076	0.085	0.085	0.078	0.084	0.0064	7.6
磺胺嘧啶	0.079	0.077	0.069	0.072	0.071	0.074	0.074	0.0040	5.4
磺胺甲噁唑	0.086	0.083	0.065	0.066	0.070	0.073	0.074	0.0088	12
诺氟沙星	0.111	0.108	0.106	0.099	0.106	0.104	0.106	0.0040	3.8
氧氟沙星	0.100	0.087	0.086	0.083	0.100	0.086	0.090	0.0076	8.4
培氟沙星	0.103	0.088	0.082	0.089	0.084	0.093	0.090	0.0074	8.3
环丙沙星	0.103	0.103	0.108	0.105	0.100	0.100	0.103	0.0031	3.0
恩诺沙星	0.109	0.095	0.100	0.089	0.086	0.081	0.093	0.0102	11
沙拉沙星	0.106	0.107	0.086	0.098	0.074	0.086	0.093	0.0132	14
双氟沙星	0.100	0.104	0.096	0.097	0.088	0.081	0.094	0.0083	8.8

西诺沙星	0.096	0.109	0.101	0.106	0.100	0.090	0.100	0.0067	6.7
洛美沙星	0.079	0.085	0.077	0.079	0.073	0.077	0.078	0.0040	5.1
吡哌酸	0.108	0.089	0.090	0.087	0.090	0.086	0.092	0.0081	8.8
达氟沙星	0.110	0.117	0.107	0.110	0.093	0.086	0.103	0.0118	11
磺胺间二甲氧嘧啶	0.104	0.102	0.088	0.085	0.087	0.084	0.092	0.0089	9.7

目标物	测定结果（μg/L）-浓度 3						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）
	1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.346	0.349	0.324	0.362	0.371	0.371	0.354	0.0179	5.1
磺胺氯哒嗪	0.320	0.317	0.319	0.358	0.335	0.356	0.334	0.0188	5.6
磺胺甲基嘧啶	0.369	0.362	0.384	0.346	0.376	0.378	0.369	0.0138	3.7
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.392	0.377	0.360	0.374	0.422	0.427	0.392	0.0271	6.9
磺胺对甲氧嘧啶	0.316	0.320	0.317	0.347	0.346	0.342	0.331	0.0152	4.6
磺胺间甲氧嘧啶	0.356	0.361	0.334	0.329	0.384	0.405	0.362	0.0291	8.1
磺胺嘧啶	0.345	0.336	0.316	0.329	0.337	0.344	0.335	0.0108	3.2
磺胺甲噁唑	0.337	0.330	0.318	0.326	0.334	0.351	0.332	0.0110	3.3
诺氟沙星	0.511	0.543	0.565	0.512	0.528	0.575	0.539	0.0266	4.9
氧氟沙星	0.352	0.357	0.336	0.352	0.371	0.363	0.355	0.0119	3.3
培氟沙星	0.417	0.433	0.379	0.419	0.475	0.469	0.432	0.0360	8.3
环丙沙星	0.511	0.516	0.522	0.529	0.570	0.575	0.537	0.0281	5.2
恩诺沙星	0.402	0.411	0.366	0.434	0.488	0.459	0.427	0.0436	10
沙拉沙星	0.382	0.390	0.359	0.405	0.428	0.419	0.397	0.0251	6.3
双氟沙星	0.427	0.446	0.449	0.390	0.509	0.510	0.455	0.0470	10
西诺沙星	0.583	0.555	0.552	0.519	0.555	0.554	0.553	0.0204	3.7
洛美沙星	0.326	0.322	0.315	0.321	0.382	0.351	0.336	0.0258	7.7
吡哌酸	0.336	0.325	0.324	0.321	0.371	0.337	0.336	0.0187	5.6
达氟沙星	0.564	0.588	0.524	0.537	0.593	0.578	0.564	0.0283	5.0
磺胺间二甲氧嘧啶	0.405	0.424	0.381	0.391	0.456	0.462	0.420	0.0336	8.0

由表 13 可知，固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.020μg/L，

标准偏差为 0.0008~0.0021μg/L，相对标准偏差为 4.0%~13%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.074~0.106μg/L，标准偏差为 0.0031~0.0132μg/L，相对标准偏差为 3.0%~14%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.331~0.564μg/L，标准偏差为 0.0108~0.0470μg/L，相对标准偏差为 3.2%~10%。

12.2 方法的正确度

本实验对高、中、低三个浓度水平抗生素加标水样进行正确度测试，每个浓度水平配制 6 份平行样品，结果如表 14、15、16 所示。

表 14 实际样品加标测试数据表（地表水）

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.4
	加标样品	0.016	0.017	0.017	0.016	0.018	0.017	0.017		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.9
	加标样品	0.014	0.013	0.014	0.014	0.014	0.016	0.014		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.3
	加标样品	0.015	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016	0.016		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.4
	加标样品	0.016	0.017	0.015	0.016	0.018	0.017	0.016		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.1
	加标样品	0.012	0.014	0.017	0.015	0.013	0.017	0.015		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.8
	加标样品	0.012	0.014	0.014	0.014	0.015	0.016	0.014		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.6
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.014	0.014	0.017	0.014		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.2
	加标样品	0.016	0.013	0.015	0.016	0.015	0.016	0.015		

诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.1
	加标样品	0.018	0.017	0.017	0.019	0.018	0.017	0.018		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.2
	加标样品	0.015	0.017	0.017	0.016	0.014	0.016	0.016		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.8
	加标样品	0.019	0.015	0.016	0.016	0.020	0.018	0.017		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.1
	加标样品	0.018	0.019	0.015	0.016	0.019	0.019	0.018		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.5
	加标样品	0.017	0.020	0.016	0.016	0.015	0.020	0.017		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.5
	加标样品	0.013	0.014	0.017	0.013	0.013	0.018	0.015		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.6
	加标样品	0.013	0.014	0.014	0.015	0.016	0.014	0.014		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.3
	加标样品	0.016	0.019	0.017	0.018	0.015	0.016	0.017		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.3
	加标样品	0.013	0.012	0.014	0.015	0.016	0.015	0.014		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	76.0
	加标样品	0.015	0.016	0.015	0.013	0.014	0.018	0.015		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.5
	加标样品	0.017	0.019	0.015	0.019	0.017	0.018	0.017		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.1
	加标样品	0.017	0.016	0.018	0.017	0.017	0.020	0.018		

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	80.2
	加标样品	0.082	0.075	0.083	0.084	0.078	0.080	0.080		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.1
	加标样品	0.071	0.070	0.070	0.088	0.067	0.067	0.072		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.6
	加标样品	0.079	0.072	0.080	0.074	0.074	0.074	0.076		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	74.1
	加标样品	0.076	0.069	0.078	0.075	0.071	0.076	0.074		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.0
	加标样品	0.072	0.062	0.067	0.065	0.061	0.070	0.066		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.8
	加标样品	0.077	0.070	0.077	0.073	0.069	0.070	0.073		

磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.5
	加标样品	0.062	0.062	0.066	0.062	0.062	0.067	0.063		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.4
	加标样品	0.075	0.070	0.071	0.071	0.067	0.068	0.070		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.5
	加标样品	0.101	0.100	0.101	0.091	0.095	0.097	0.098		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.9
	加标样品	0.103	0.075	0.094	0.102	0.093	0.091	0.093		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	80.6
	加标样品	0.085	0.087	0.077	0.080	0.071	0.083	0.081		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.6
	加标样品	0.092	0.094	0.085	0.090	0.096	0.093	0.092		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.4
	加标样品	0.103	0.081	0.099	0.091	0.104	0.089	0.094		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	89.0
	加标样品	0.071	0.075	0.104	0.103	0.103	0.078	0.089		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.9
	加标样品	0.073	0.104	0.105	0.096	0.096	0.083	0.093		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	100
	加标样品	0.098	0.106	0.100	0.099	0.093	0.106	0.100		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.0
	加标样品	0.102	0.072	0.103	0.097	0.086	0.086	0.091		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.3
	加标样品	0.100	0.074	0.104	0.100	0.102	0.075	0.092		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	89.3
	加标样品	0.090	0.095	0.081	0.090	0.092	0.088	0.089		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.4
	加标样品	0.080	0.080	0.080	0.073	0.078	0.079	0.078		

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	110
	加标样品	0.515	0.571	0.545	0.589	0.557	0.537	0.552		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	90.0
	加标样品	0.461	0.436	0.461	0.522	0.446	0.374	0.450		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.563	0.548	0.564	0.409	0.505	0.549	0.523		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	110
	加标样品	0.548	0.549	0.515	0.557	0.560	0.560	0.548		

磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.0
	加标样品	0.464	0.443	0.546	0.476	0.514	0.497	0.490		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.1
	加标样品	0.503	0.498	0.517	0.522	0.496	0.406	0.490		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	97.9
	加标样品	0.548	0.433	0.481	0.452	0.527	0.495	0.489		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.7
	加标样品	0.441	0.396	0.483	0.543	0.434	0.396	0.449		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.565	0.524	0.472	0.545	0.548	0.516	0.528		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.8
	加标样品	0.511	0.506	0.463	0.460	0.501	0.524	0.494		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	103
	加标样品	0.540	0.535	0.510	0.464	0.523	0.531	0.517		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	103
	加标样品	0.494	0.551	0.492	0.568	0.524	0.467	0.516		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	101
	加标样品	0.507	0.508	0.505	0.505	0.510	0.497	0.505		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	96.1
	加标样品	0.480	0.454	0.441	0.504	0.524	0.483	0.481		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.513	0.548	0.533	0.533	0.532	0.495	0.526		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	104
	加标样品	0.534	0.544	0.495	0.489	0.553	0.506	0.520		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.1
	加标样品	0.493	0.442	0.438	0.446	0.552	0.482	0.475		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.7
	加标样品	0.513	0.453	0.425	0.469	0.526	0.485	0.478		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.502	0.508	0.504	0.557	0.548	0.537	0.526		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	112
	加标样品	0.576	0.588	0.568	0.548	0.544	0.542	0.561		

由表14可知，固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为0.020 μg/L为加标量时，测定结果显示20种目标物的加标回收率范围是69.6%~89.1%；当使用加标浓度为0.100 μg/L为加

标量时，测定结果显示20种目标物的加标回收率范围是63.5%~100%；当使用加标浓度为0.500 μg/L为加标量时，测定结果显示20种目标物的加标回收率范围是89.7%~112%。

表 15 实际样品加标测试数据（地下水）

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.3
	加标样品	0.016	0.016	0.013	0.017	0.017	0.015	0.016		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.4
	加标样品	0.014	0.013	0.014	0.015	0.013	0.013	0.014		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.3
	加标样品	0.016	0.015	0.014	0.017	0.016	0.016	0.016		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.3
	加标样品	0.018	0.017	0.015	0.016	0.016	0.015	0.016		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.8
	加标样品	0.014	0.016	0.014	0.015	0.014	0.015	0.015		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.4
	加标样品	0.016	0.016	0.014	0.016	0.014	0.013	0.015		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.2
	加标样品	0.014	0.012	0.013	0.015	0.014	0.012	0.013		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.7
	加标样品	0.014	0.014	0.013	0.017	0.016	0.016	0.015		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.6
	加标样品	0.020	0.014	0.019	0.018	0.020	0.018	0.018		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.9
	加标样品	0.017	0.015	0.016	0.016	0.015	0.019	0.016		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.6
	加标样品	0.014	0.012	0.015	0.016	0.015	0.014	0.014		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.7
	加标样品	0.017	0.018	0.017	0.019	0.017	0.017	0.018		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	93.3
	加标样品	0.019	0.016	0.020	0.020	0.018	0.018	0.019		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.9
	加标样品	0.018	0.017	0.016	0.018	0.019	0.019	0.018		

双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.3
	加标样品	0.018	0.017	0.015	0.017	0.020	0.019	0.018		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.0
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.020	0.018	0.019	0.019		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.4
	加标样品	0.013	0.015	0.013	0.014	0.014	0.013	0.014		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.0
	加标样品	0.019	0.018	0.018	0.016	0.016	0.018	0.018		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.3
	加标样品	0.017	0.018	0.019	0.015	0.017	0.016	0.017		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.2
	加标样品	0.018	0.017	0.014	0.021	0.019	0.017	0.018		

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.5
	加标样品	0.093	0.094	0.088	0.093	0.093	0.093	0.092		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	89.1
	加标样品	0.090	0.091	0.088	0.093	0.083	0.090	0.089		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	98.5
	加标样品	0.099	0.102	0.093	0.095	0.105	0.097	0.098		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102
	加标样品	0.108	0.105	0.097	0.098	0.100	0.101	0.102		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	86.9
	加标样品	0.083	0.084	0.086	0.094	0.088	0.086	0.087		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.4
	加标样品	0.094	0.098	0.090	0.095	0.091	0.086	0.092		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.6
	加标样品	0.074	0.075	0.071	0.071	0.080	0.083	0.076		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.5
	加标样品	0.101	0.101	0.086	0.096	0.100	0.102	0.097		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	95.4
	加标样品	0.097	0.094	0.090	0.105	0.096	0.091	0.095		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	99.7
	加标样品	0.106	0.108	0.105	0.087	0.094	0.099	0.100		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.3
	加标样品	0.082	0.073	0.070	0.057	0.058	0.064	0.067		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	95.7
	加标样品	0.091	0.098	0.095	0.104	0.086	0.099	0.096		

恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102
	加标样品	0.104	0.098	0.109	0.099	0.100	0.102	0.102		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104
	加标样品	0.106	0.106	0.102	0.101	0.103	0.104	0.104		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102
	加标样品	0.103	0.107	0.098	0.099	0.101	0.102	0.102		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	96.9
	加标样品	0.097	0.105	0.088	0.094	0.094	0.103	0.097		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.9
	加标样品	0.068	0.067	0.074	0.075	0.074	0.068	0.071		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.0
	加标样品	0.098	0.107	0.099	0.092	0.095	0.090	0.097		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	90.9
	加标样品	0.084	0.085	0.083	0.101	0.097	0.095	0.091		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105
	加标样品	0.106	0.107	0.101	0.114	0.102	0.102	0.105		

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.0
	加标样品	0.378	0.382	0.377	0.387	0.376	0.351	0.375		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.4
	加标样品	0.380	0.338	0.346	0.358	0.357	0.332	0.352		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.4
	加标样品	0.405	0.383	0.368	0.381	0.371	0.353	0.377		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.2
	加标样品	0.447	0.421	0.395	0.422	0.409	0.403	0.416		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.3
	加标样品	0.388	0.385	0.356	0.378	0.355	0.337	0.366		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.3
	加标样品	0.421	0.364	0.354	0.370	0.360	0.360	0.371		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	64.5
	加标样品	0.330	0.311	0.327	0.321	0.317	0.328	0.322		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.3
	加标样品	0.425	0.388	0.375	0.419	0.395	0.377	0.397		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	109
	加标样品	0.568	0.475	0.488	0.556	0.578	0.609	0.546		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.4
	加标样品	0.378	0.401	0.376	0.350	0.365	0.393	0.377		

培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	65.9
	加标样品	0.316	0.342	0.330	0.336	0.316	0.337	0.330		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.6
	加标样品	0.420	0.475	0.351	0.448	0.358	0.425	0.413		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.8
	加标样品	0.386	0.400	0.379	0.387	0.400	0.353	0.384		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.5
	加标样品	0.388	0.379	0.368	0.360	0.345	0.365	0.367		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.8
	加标样品	0.379	0.380	0.399	0.371	0.362	0.383	0.379		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.7
	加标样品	0.468	0.407	0.398	0.471	0.319	0.476	0.423		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.5
	加标样品	0.337	0.381	0.397	0.398	0.385	0.369	0.378		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.1
	加标样品	0.337	0.341	0.342	0.324	0.335	0.333	0.335		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.6
	加标样品	0.399	0.344	0.366	0.367	0.348	0.354	0.363		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	81.1
	加标样品	0.425	0.421	0.388	0.387	0.425	0.386	0.405		

由表 15 可知，固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 67.2%~94.0%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 67.3%~105%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 64.5%~109%。

表 16 实际样品加标测试数据（湖水）

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
	1	2	3	4	5	6			

磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	77.3
	加标样品	0.016	0.015	0.014	0.014	0.018	0.016	0.015		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.2
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.016	0.014	0.013		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.6
	加标样品	0.016	0.020	0.019	0.018	0.015	0.019	0.018		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.4
	加标样品	0.015	0.015	0.015	0.013	0.013	0.017	0.015		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.7
	加标样品	0.015	0.015	0.015	0.012	0.013	0.014	0.014		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.1
	加标样品	0.015	0.016	0.016	0.014	0.020	0.019	0.017		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.4
	加标样品	0.014	0.014	0.013	0.014	0.014	0.017	0.014		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.9
	加标样品	0.015	0.013	0.013	0.014	0.015	0.016	0.014		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	96.5
	加标样品	0.018	0.020	0.019	0.020	0.019	0.020	0.019		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.2
	加标样品	0.018	0.016	0.016	0.018	0.016	0.017	0.017		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.4
	加标样品	0.014	0.016	0.016	0.015	0.017	0.016	0.016		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	100
	加标样品	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.1
	加标样品	0.017	0.018	0.017	0.016	0.018	0.017	0.017		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.6
	加标样品	0.019	0.019	0.018	0.016	0.017	0.019	0.018		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.4
	加标样品	0.018	0.016	0.015	0.013	0.016	0.016	0.016		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.5
	加标样品	0.018	0.018	0.019	0.017	0.019	0.020	0.019		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.8
	加标样品	0.017	0.015	0.016	0.017	0.019	0.015	0.017		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.3
	加标样品	0.019	0.016	0.016	0.016	0.017	0.017	0.017		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.8
	加标样品	0.019	0.017	0.018	0.016	0.019	0.018	0.018		
磺胺间二甲氧嘧	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.7

啶	加标样品	0.017	0.016	0.016	0.019	0.020	0.019	0.018		

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	81.3
	加标样品	0.091	0.089	0.074	0.075	0.079	0.079	0.081		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	74.0
	加标样品	0.084	0.079	0.066	0.063	0.078	0.073	0.074		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	84.3
	加标样品	0.088	0.093	0.076	0.082	0.086	0.081	0.084		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	88.2
	加标样品	0.100	0.097	0.080	0.082	0.082	0.088	0.088		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	77.5
	加标样品	0.090	0.082	0.068	0.071	0.076	0.078	0.078		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	84.3
	加标样品	0.089	0.093	0.076	0.085	0.085	0.078	0.084		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	73.7
	加标样品	0.079	0.077	0.069	0.072	0.071	0.074	0.074		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	73.6
	加标样品	0.086	0.083	0.065	0.066	0.070	0.073	0.074		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	106
	加标样品	0.111	0.108	0.106	0.099	0.106	0.104	0.106		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	90.4
	加标样品	0.100	0.087	0.086	0.083	0.100	0.086	0.090		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	89.8
	加标样品	0.103	0.088	0.082	0.089	0.084	0.093	0.090		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	103
	加标样品	0.103	0.103	0.108	0.105	0.100	0.100	0.103		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.3
	加标样品	0.109	0.095	0.100	0.089	0.086	0.081	0.093		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.8
	加标样品	0.106	0.107	0.086	0.098	0.074	0.086	0.093		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.4
	加标样品	0.100	0.104	0.096	0.097	0.088	0.081	0.094		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	100
	加标样品	0.096	0.109	0.101	0.106	0.100	0.090	0.100		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.4
	加标样品	0.079	0.085	0.077	0.079	0.073	0.077	0.078		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.8

	加标样品	0.108	0.089	0.090	0.087	0.090	0.086	0.092		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	103
	加标样品	0.110	0.117	0.107	0.110	0.093	0.086	0.103		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.6
	加标样品	0.104	0.102	0.088	0.085	0.087	0.084	0.092		

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.8
	加标样品	0.346	0.349	0.324	0.362	0.371	0.371	0.354		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.8
	加标样品	0.320	0.317	0.319	0.358	0.335	0.356	0.334		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.8
	加标样品	0.369	0.362	0.384	0.346	0.376	0.378	0.369		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.4
	加标样品	0.392	0.377	0.360	0.374	0.422	0.427	0.392		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.3
	加标样品	0.316	0.320	0.317	0.347	0.346	0.342	0.331		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.3
	加标样品	0.356	0.361	0.334	0.329	0.384	0.405	0.362		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.9
	加标样品	0.345	0.336	0.316	0.329	0.337	0.344	0.335		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.5
	加标样品	0.337	0.330	0.318	0.326	0.334	0.351	0.332		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	108
	加标样品	0.511	0.543	0.565	0.512	0.528	0.575	0.539		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.0
	加标样品	0.352	0.357	0.336	0.352	0.371	0.363	0.355		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	86.4
	加标样品	0.417	0.433	0.379	0.419	0.475	0.469	0.432		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	107
	加标样品	0.511	0.516	0.522	0.529	0.570	0.575	0.537		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.3
	加标样品	0.402	0.411	0.366	0.434	0.488	0.459	0.427		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.4
	加标样品	0.382	0.390	0.359	0.405	0.428	0.419	0.397		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	91.0
	加标样品	0.427	0.446	0.449	0.390	0.509	0.510	0.455		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	111

	加标样品	0.583	0.555	0.552	0.519	0.555	0.554	0.553		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.2
	加标样品	0.326	0.322	0.315	0.321	0.382	0.351	0.336		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.2
	加标样品	0.336	0.325	0.324	0.321	0.371	0.337	0.336		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	113
	加标样品	0.564	0.588	0.524	0.537	0.593	0.578	0.564		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.9
	加标样品	0.405	0.424	0.381	0.391	0.456	0.462	0.420		

由表16可知，固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为0.020 μg/L为加标量时，测定结果显示20种目标物的加标回收率范围是67.2%~100%；当使用加标浓度为0.100 μg/L为加标量时，测定结果显示20种目标物的加标回收率范围是73.6%~106%；当使用加标浓度为0.500 μg/L为加标量时，测定结果显示20种目标物的加标回收率范围是66.3%~113%。

13. 质量保证和质量控制

13.1 空白实验

每 20 个样品或每批次（≤20 个样品/批）应至少测定 1 个实验室空白样品和 1 个全程序空白样品，测定结果应小于方法检出限。

若空白试验未满足以上要求，则应采取措施排除污染并重新分析同批样品。

13.2 校准

每批次样品应建立标准曲线，相对响应因子的相对标准偏差应≤20%。否则应查找原因，重新建立标准系列。

每 20 个样品或每批次（≤20 个样品/批）应分析测定 1 个校准曲线中间浓度点的标准溶液，测定结果与曲线该点浓度的相对误差应在±20 %以内，否则需重新建立校准曲线。

13.3 平行样的测定

每 20 个样品或每批次（≤20 个样品/批）至少分析 1 个平行样，平行样相对偏差应在 ± 30%以内。

13.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（≤20 个样品/批）需做一个基体加标样，加标回收率应在 50 % ~ 140 %之间。

14. 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

标识和台账，依法委托有资质单位处置。

六、重大意见分歧的处理依据和结果

2023 年 11 月期间，组织西宁市生态环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、黔西南生态环境监测中心、江苏省环境监测中心、吉林省长春生态环境监测中心和国家环境分析测试中心等不同地域、具有有机物检测资质的单位进行了方法的验证和意见征求工作。验证过程严格按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2020）的规定进行样品的分析测试，并按照附录 D 的要求填报方法验证报告。该方法在六家检测机构的验证结果均较为理想，无重大意见分歧产生。参与方法验证和意见征求工作的单位类型和实验室人员情况见《方法验证报告》附表 1-1 和附表 1-2。

《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》（征求意见稿）已分别送至各市州生态环境局、厅机关相关处室、厅属各相关单位、各相关社会检测机构等征求意见。共收到反馈意见 5 条，编制组认真分析了每一条意见，共采纳意见 4 条，部分采纳意见 1 条，无重大意见分歧。处理依据和结果见附表 1“地方文件征求意见汇总处理表”。

2024 年 1 月 12 日，青海省生态环境厅组织相关专家（名单附后）对青海省生态环境监测中心起草的《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱串联质谱法》地方标准进行了初审。专家委员会在听取汇报、审查材料和质询答疑的基础上，形成如下结论：

该文件制定符合法律、法规的规定，标准的编写符合GB/T1.1-2020和HJ168-2020等相关标准和技术规范的要求。

技术路线合理，研究内容较全面，数据详实，方法能够满足水质喹诺酮类和磺胺类抗生素的监测。

专家委员会同意通过初审。建议:

1、在编制说明中补充说明征求意见的过程及处理情况;

2、补充仅测定溶解态目标物的依据;

3、对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

编制组认真分析了每一条意见，专家意见全部采纳并进行了修改，形成了版本《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》（征求意见稿）。

2024年2月27日，青海省生态环境厅组织相关专家（名单附后）对青海省生态环境监测中心起草的《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》地方标准进行了复审。专家委员会在听取汇报、审查材料和质询答疑的基础上，形成如下结论:

1、该标准的编写符合GB/T 1.1-2020的要求。

2、该标准规定了液相色谱/串联质谱法测定水质喹诺酮类和磺胺类抗生素的技术内容。

3、该标准对地表水、地下水和咸水湖水中喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定提供了技术依据，对喹诺酮类和磺胺类抗生素的监测工作起到了重要的指导作用。

专家审查委员会经过表决，同意通过审查，并提出以下修改意

见:

1、补充完善咸水湖水的定义和范围。

2、适用范围增加备注：对于低浓度样品，可增加样品取样量，降低方法检出限。

3、对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

建议： 标准起草单位按专家提出的意见进一步修改完善后上报。

编制组认真分析了每一条意见，专家意见全部采纳并进行了修改，最终形成了当前版本的《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》（征求意见稿）。

七、贯彻实施标准的要求、措施等建议

本文件可用于地表水、地下水和盐度小于15‰的湖水中喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定。

如果预测样品中喹诺酮类和磺胺类抗生素的浓度过高，可通过适当减少进样体积和稀释进样等方式进行分析。

建议加大《水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法》的宣贯力度，以便更好推广使用。

附表 1　地方文件征求意见汇总处理表

序号	意见内容	提出单位（人员）	处理意见及理由
1	按照《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》（GB/T 1.1-2020），要求标准中“本标准”应改为“本文件”;	青海省固体废物污染防治中心	1、已将全部“本标准”改为“本文件”
2	规范性引用文件中建议增加样品采集、贮存与运输文件引用;		2、已增加引用文件“HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定”
3	干扰和消除中建议将“抗坏血酸”改为“抗坏血酸（5.7）”并明确消除余氯等其他具有氧化性的有机物干扰物质加入抗坏血酸的量;		3、将“抗坏血酸”改为“抗坏血酸(5.9)”; 文本 7.1 中已注明抗坏血酸的加入量“100 mL 水中加入 10 mg 的抗坏血酸”
4	5.8 盐酸溶液：1+1 应明确是体积比还是质量比		已修改。“5.8 盐酸溶液：1+1(体积比)。”
5	12 废物处理建议改为废物处置，实验过程中产生的废弃物应分类收集，集中保管，并做好相应标识和台账，依法委托有资质单位处置。		已对相关表述进行修改。 “14 废物处置 实验过程中产生的废弃物应分类收集，集中保管，并做好相应标识和台账，依法委托有资质单位处置。”

参考文献

[1]王丹，隋倩，赵文涛，吕树光，邱兆富，余刚.中国地表水环境中药物和个人护理品的研究进展[J].科学通报 2014,59(09):743-751.

[2]宁鹏. 青海省兽药销售和使用情况调查与分析[J]. 畜禽业，2018，4: 45-46.

[3]张晶晶，陈娟，王沛芳，王超，高寒，胡煜.中国典型湖泊四大类抗生素污染特征[J].中国环境科学 2021,41(9):4271-4283.

[4]《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）》文本及编制说明.

[5]《水质 18 种磺胺类抗生素和甲氧苄胺嘧啶的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》文本及编制说明.

标准起草小组

2024 年 2 月

附件　方法验证

1. 方法验证方案

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T168-2020），组织六家有资质的实验室进行验证。根据影响方法的精密度和正确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度以及正确度等。

本文件编制组选取了有资质方法验证单位进行了方法验证，分别要求六家实验室按如下要求实验。

（1）方法检出限测定：配制低浓度空白水加标样，进行固相萃取法全过程分析测定，将上述 7 次测定结果计算其标准偏差 S，此时检出限 MDL=S×3.143。方法的测定下限参照 HJ168-2020，以 4 倍方法检出限确定为本方法目标物的测定下限。

（2）方法精密度测定：配制高、中、低三种浓度水平的实际水样加标样品，每个浓度水平各 6 份平行样进行全过程分析，将上述各浓度水平的 6 次测定结果计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。

（3）加标回收率：选取 1 个地表水样品、1 个地下水和 1 个湖水样品，每一个样品经全过程分析平行测定 6 次取其平均值作为样品原始浓度；再将实际样品中加入喹诺酮类和磺胺类标准物质，配制为高、中、低三个浓度水平加标样品，平行配制 6 份，经全过程分析测定，后将 6 次测定结果，分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等。

（4）按 HJ168-2020 要求提供实验人员（两人以上）、试剂、仪器及实验室信息和方法验证数据报告。

2. 方法验证过程

（1）通过筛选确定有资质的方法验证单位。按照方法验证方案准备实验用品，与验证单位确定验证时间。在方法验证前，确保参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。

（2）《方法验证报告》见附件。

3. 方法验证数据的取舍

（1）本课题组在进行方法验证报告数据统计时，所有数据全部采用，未进行取舍。

（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。

附件

方法验证报告

方法名称：水质 喹诺酮类和磺胺类抗生素的测定 液相色谱/串联质谱法

项目主编单位：青海省生态环境监测中心

项目负责人及职称：窦筱艳 正高级工程师

通讯地址：青海省西宁市城东区南山东路 116 号

报告编写人及职称：李红红 工程师 王娜 助理工程师

报告日期：2023 年 12 月 28 日

按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的规定和项目承担单位提供的验证方案开展方法验证。

1、原始记录

1.1 实验室基本情况

本方法的6家验证实验室依次为：西宁市生态环境监测站、吉林省长春生态环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、黔西南生态环境监测中心、国家环境分析测试中心、江苏省生态环境监测中心，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	西宁市生态环境监测站	尹晓东	男	41	副高级	农药学	14
		袁玉清	女	43	工程师	环境监测	18
2	吉林省长春生态环境监测中心	李仁声	男	41	工程师	环境科学	15
		蒋雨函	女	29	工程师	环境科学	8
		刘春阳	男	51	高级工程师	环境科学	29
3	重庆市生态环境监测中心	沈东君	女	36	工程师	分析化学	6
		郑璇	女	45	正高级工程师	物理化学	15
4	黔西南生态环境监测中心	郭璇	女	33	高级工程师	分析化学	8
		王文著	男	26	助理工程师	生物工程	2
		陈国军	男	27	助理工程师	化学工程与工艺	3
		滕林	女	26	助理工程师	应用化学	3
5	国家环境分析测试中心	张秀蓝	女	41	副研究员	环境科学	15
		李斯明	女	37	工程师	环境工程	15

6	江苏省环境监测中心	史震宇	男	37	高级工程师	环境科学与工程	12
		高占啟	女	42	正高级工程师	环境科学	17

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（计量/校准状态、量程、 灵敏度等）	备注
1	西宁市生态环境监测站	液质联用仪	TSQ Quantum Acess MAX	TQu02849	已校准	无
2	吉林省长春生态环境监测中心	液相色谱-质谱联用仪	3200 Q TRAP	AF22151002	校准，有效期2024年2月19日，分辨力/u:0.5，质量准确性/u:0.16	无
3	重庆市生态环境监测中心	高效液相色谱-质谱仪	Triple quard 6500+	DZ245232207	良好	无
4	黔西南生态环境监测中心	液相色谱-三重四极杆质谱联用仪	LCTQ5200	LCTQ5200G0044	良好	无
5	国家环境分析测试中心	液相色谱-三重四极杆串联质谱仪	EXPEC 5220	251P2260019	良好	无
6	江苏省环境监测中心	液相色谱三重四极杆质谱	QTRAP 5500	AU28871203	良好	无

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	备注
1	西宁市生态环境监测站	甲醇	默克，4L	无	高效液相色谱纯
		乙腈	默克，4L	无	高效液相色谱纯
		甲酸	默克，50mL	无	色谱纯
		盐酸	国药集团，500mL	无	优级纯
		氨水	国药集团，500mL	无	分析纯

2	吉林省长春生态环境监测中心	甲醇	默克，4L	无	无
		乙腈	默克，4L	无	无
		甲酸	默克，50mL	无	无
		盐酸	国药集团，500mL	无	无
		氨水	国药集团，500mL	无	无
3	重庆市生态环境监测中心	甲醇	默克，4L	无	无
		乙腈	默克，4L	无	无
		甲酸	默克，50mL	无	无
		盐酸	国药集团，500mL	无	无
		氨水	国药集团，500mL	无	无
4	黔西南生态环境监测中心	甲醇	默克，4L	无	无
		乙腈	默克，4L	无	无
		甲酸	默克，50mL	无	无
		盐酸	国药集团，500mL	无	无
		氨水	国药集团，500mL	无	无
5	国家环境分析测试中心	甲醇	默克，4L	无	无
		乙腈	默克，4L	无	无
		甲酸	默克，50mL	无	无
		盐酸	国药集团，500mL	无	无
		氨水	国药集团，500mL	无	无
6	江苏省环境监测中心	甲醇	默克，4L	无	无
		乙腈	默克，4L	无	无
		甲酸	默克，50mL	无	无
		盐酸	国药集团，500mL	无	无
		氨水	国药集团，500mL	无	无

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

6 家验证实验室采用固相萃取法测定本文件中 20 种目标化合物，表 1-4～表 1-9 为固相萃取法方法检出限和测定下限的原始测试数据。

表 1-4 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

平行样品编号		磺胺二甲（基）嘧啶	磺胺氯哒嗪	磺胺甲基嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶	磺胺嘧啶	磺胺甲噁唑	诺氟沙星	氧氟沙星	培氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	沙拉沙星	双氟沙星	西诺沙星	洛美沙星	吡哌酸	达氟沙星	磺胺间二甲氧嘧啶
测定结果（μg/L）	1	0.018	0.015	0.017	0.014	0.016	0.016	0.018	0.016	0.017	0.021	0.015	0.018	0.023	0.018	0.013	0.017	0.016	0.018	0.023	0.018
	2	0.019	0.018	0.019	0.015	0.016	0.016	0.017	0.017	0.013	0.021	0.015	0.018	0.021	0.016	0.017	0.016	0.013	0.014	0.024	0.020
	3	0.019	0.015	0.017	0.013	0.015	0.015	0.016	0.016	0.018	0.025	0.021	0.020	0.022	0.014	0.013	0.017	0.014	0.020	0.016	0.017
	4	0.018	0.016	0.019	0.014	0.015	0.017	0.016	0.018	0.015	0.019	0.019	0.016	0.018	0.014	0.013	0.014	0.019	0.019	0.021	0.017
	5	0.019	0.016	0.017	0.013	0.015	0.015	0.017	0.017	0.019	0.021	0.020	0.020	0.021	0.014	0.017	0.014	0.016	0.016	0.016	0.019
	6	0.017	0.015	0.017	0.012	0.015	0.015	0.016	0.016	0.014	0.018	0.022	0.020	0.019	0.014	0.019	0.016	0.013	0.018	0.023	0.017
	7	0.017	0.016	0.018	0.014	0.014	0.016	0.016	0.016	0.014	0.022	0.022	0.014	0.021	0.015	0.015	0.014	0.018	0.015	0.020	0.019
平均值（μg/L）		0.018	0.016	0.018	0.014	0.015	0.016	0.016	0.017	0.016	0.021	0.019	0.018	0.021	0.015	0.015	0.016	0.016	0.017	0.020	0.018
标准偏差（μg/L）		0.0008	0.0010	0.0009	0.0009	0.0006	0.0007	0.0008	0.0008	0.0024	0.0024	0.0031	0.0020	0.0017	0.0014	0.0022	0.0013	0.0023	0.0022	0.0033	0.0011
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	3.143	3.143	3.143
计算的方法检出限（μg/L）		0.0025	0.0032	0.0027	0.0030	0.0020	0.0022	0.0024	0.0024	0.0076	0.0074	0.0097	0.0064	0.0053	0.0043	0.0068	0.0039	0.0074	0.0069	0.0104	0.0035

方法检出限（μg/L）	0.003	0.004	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003	0.008	0.008	0.010	0.007	0.006	0.005	0.007	0.004	0.008	0.007	0.011	0.004
测定下限（μg/L）	0.012	0.016	0.012	0.012	0.008	0.012	0.012	0.012	0.032	0.032	0.040	0.028	0.024	0.020	0.028	0.016	0.032	0.028	0.044	0.016

结论：固相萃取法实验结果显示，方法检出限为 0.002~0.011 μg/L，定量限为 0.008~0.044 μg/L。

表 1-5　方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

平行样品编号		磺胺二甲（基）嘧啶	磺胺氯哒嗪	磺胺甲基嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶	磺胺嘧啶	磺胺甲噁唑	诺氟沙星	氧氟沙星	培氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	沙拉沙星	双氟沙星	西诺沙星	洛美沙星	吡哌酸	达氟沙星	磺胺间二甲氧嘧啶
测定结果（μg/L）	1	0.016	0.016	0.018	0.014	0.013	0.015	0.018	0.015	0.021	0.019	0.021	0.012	0.018	0.015	0.018	0.015	0.018	0.021	0.020	0.015
	2	0.015	0.016	0.018	0.013	0.014	0.015	0.015	0.016	0.024	0.020	0.022	0.011	0.021	0.017	0.020	0.014	0.019	0.024	0.020	0.017
	3	0.018	0.017	0.021	0.014	0.015	0.016	0.017	0.015	0.015	0.018	0.023	0.014	0.019	0.016	0.019	0.013	0.020	0.022	0.019	0.018
	4	0.017	0.016	0.020	0.014	0.013	0.015	0.016	0.016	0.021	0.021	0.024	0.020	0.020	0.017	0.020	0.015	0.020	0.021	0.020	0.019
	5	0.018	0.017	0.019	0.013	0.013	0.016	0.015	0.016	0.020	0.018	0.020	0.019	0.019	0.015	0.018	0.012	0.018	0.022	0.021	0.018
	6	0.019	0.016	0.020	0.014	0.015	0.016	0.019	0.015	0.020	0.020	0.021	0.014	0.021	0.017	0.019	0.014	0.020	0.024	0.023	0.018
	7	0.018	0.016	0.018	0.013	0.015	0.016	0.016	0.015	0.024	0.019	0.023	0.012	0.022	0.018	0.021	0.014	0.021	0.025	0.020	0.019
平均值（μg/L）		0.017	0.016	0.019	0.013	0.014	0.016	0.017	0.016	0.020	0.019	0.022	0.015	0.020	0.016	0.019	0.014	0.019	0.023	0.021	0.018
标准偏差（μg/L）		0.0013	0.0006	0.0010	0.0006	0.0007	0.0005	0.0015	0.0005	0.0029	0.0013	0.0011	0.0035	0.0013	0.0010	0.0011	0.0009	0.0012	0.0014	0.0011	0.0014
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	3.143	3.143	3.143
计算的方法检出限（μg/L）		0.0042	0.0018	0.0032	0.0020	0.0023	0.0015	0.0048	0.0016	0.0092	0.0039	0.0035	0.0109	0.0040	0.0030	0.0035	0.0028	0.0037	0.0043	0.0035	0.0043

方法检出限（μg/L）	0.005	0.002	0.004	0.002	0.003	0.002	0.005	0.002	0.010	0.004	0.004	0.011	0.004	0.003	0.004	0.003	0.004	0.005	0.004	0.005
测定下限（μg/L）	0.020	0.008	0.016	0.008	0.012	0.008	0.020	0.008	0.040	0.016	0.016	0.044	0.016	0.012	0.016	0.012	0.016	0.020	0.016	0.020

结论：固相萃取法实验结果显示，方法检出限为 0.002~0.011 μg/L，定量限为 0.008~0.044 μg/L。

表 1-6　方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

平行样品编号		磺胺二甲（基）嘧啶	磺胺氯哒嗪	磺胺甲基嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶	磺胺嘧啶	磺胺甲噁唑	诺氟沙星	氧氟沙星	培氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	沙拉沙星	双氟沙星	西诺沙星	洛美沙星	吡哌酸	达氟沙星	磺胺间二甲氧嘧啶
测定结果（μg/L）	1	0.016	0.012	0.014	0.014	0.016	0.015	0.012	0.012	0.013	0.018	0.016	0.014	0.019	0.018	0.025	0.020	0.017	0.014	0.018	0.016
	2	0.012	0.013	0.013	0.014	0.014	0.014	0.012	0.014	0.014	0.014	0.013	0.015	0.019	0.019	0.024	0.022	0.017	0.014	0.014	0.015
	3	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.015	0.014	0.013	0.016	0.015	0.014	0.017	0.017	0.015	0.026	0.020	0.019	0.014	0.020	0.014
	4	0.012	0.012	0.012	0.013	0.015	0.014	0.013	0.013	0.016	0.017	0.015	0.015	0.020	0.018	0.024	0.023	0.020	0.015	0.018	0.013
	5	0.013	0.013	0.012	0.013	0.016	0.013	0.012	0.014	0.014	0.017	0.013	0.014	0.020	0.022	0.024	0.022	0.018	0.015	0.018	0.016
	6	0.014	0.013	0.012	0.014	0.012	0.015	0.012	0.013	0.018	0.017	0.017	0.016	0.021	0.022	0.026	0.019	0.018	0.016	0.017	0.017
	7	0.013	0.015	0.013	0.013	0.013	0.015	0.013	0.012	0.023	0.019	0.013	0.017	0.018	0.023	0.023	0.021	0.021	0.014	0.016	0.014
平均值（μg/L）		0.013	0.013	0.013	0.014	0.014	0.015	0.013	0.013	0.016	0.017	0.014	0.015	0.019	0.020	0.025	0.021	0.019	0.015	0.017	0.015
标准偏差（μg/L）		0.0014	0.0009	0.0007	0.0005	0.0017	0.0009	0.0008	0.0008	0.0033	0.0019	0.0017	0.0012	0.0012	0.0030	0.0010	0.0013	0.0013	0.0006	0.0018	0.0014
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	3.143	3.143	3.143

计算的方法检出限（μg/L）	0.0042	0.0029	0.0021	0.0015	0.0053	0.0028	0.0026	0.0025	0.0104	0.0061	0.0055	0.0039	0.0036	0.0093	0.0031	0.0040	0.0041	0.0018	0.0057	0.0044
方法检出限（μg/L）	0.005	0.003	0.003	0.002	0.006	0.003	0.003	0.003	0.011	0.007	0.006	0.004	0.004	0.010	0.004	0.005	0.005	0.002	0.006	0.005
测定下限（μg/L）	0.020	0.012	0.012	0.008	0.024	0.012	0.012	0.012	0.044	0.028	0.024	0.016	0.016	0.040	0.016	0.020	0.020	0.008	0.024	0.020

结论：固相萃取法实验结果显示，方法检出限为 0.002~0.011 μg/L，定量限为 0.008~0.044 μg/L。

表 1-7　方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

平行样品编号		磺胺二甲（基）嘧啶	磺胺氯哒嗪	磺胺甲基嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶	磺胺嘧啶	磺胺甲噁唑	诺氟沙星	氧氟沙星	培氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	沙拉沙星	双氟沙星	西诺沙星	洛美沙星	吡哌酸	达氟沙星	磺胺间二甲氧嘧啶
测定结果（μg/L）	1	0.019	0.018	0.016	0.021	0.017	0.019	0.021	0.017	0.021	0.022	0.022	0.019	0.018	0.021	0.021	0.016	0.019	0.020	0.018	0.017
	2	0.017	0.021	0.019	0.020	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020	0.022	0.020	0.022	0.018	0.017	0.022	0.018	0.022	0.019	0.021	0.018
	3	0.018	0.021	0.018	0.020	0.019	0.021	0.021	0.021	0.020	0.022	0.019	0.019	0.020	0.021	0.021	0.019	0.020	0.021	0.020	0.019
	4	0.016	0.020	0.019	0.019	0.020	0.021	0.021	0.019	0.020	0.022	0.021	0.020	0.019	0.020	0.021	0.017	0.020	0.019	0.021	0.018
	5	0.019	0.019	0.020	0.021	0.018	0.021	0.020	0.019	0.020	0.021	0.022	0.020	0.020	0.018	0.022	0.019	0.020	0.017	0.020	0.019
	6	0.018	0.020	0.019	0.021	0.018	0.019	0.019	0.018	0.019	0.020	0.020	0.020	0.018	0.018	0.021	0.020	0.021	0.019	0.019	0.020
	7	0.019	0.018	0.017	0.020	0.016	0.020	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.021	0.018	0.020	0.021	0.019	0.019	0.018	0.020	0.018
平均值（μg/L）		0.018	0.019	0.018	0.020	0.018	0.020	0.020	0.019	0.020	0.021	0.021	0.020	0.019	0.019	0.021	0.018	0.020	0.019	0.020	0.018

标准偏差（μg/L）	0.0011	0.0011	0.0013	0.0007	0.0013	0.0008	0.0007	0.0013	0.0006	0.0007	0.0010	0.0009	0.0008	0.0016	0.0004	0.0014	0.0009	0.0013	0.0010	0.0010
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	3.143	3.143	3.143
计算的方法检出限（μg/L）	0.0034	0.0034	0.0041	0.0023	0.0040	0.0024	0.0022	0.0042	0.0020	0.0021	0.0033	0.0028	0.0024	0.0051	0.0011	0.0043	0.0028	0.0040	0.0032	0.0032
方法检出限（μg/L）	0.004	0.004	0.005	0.003	0.004	0.003	0.003	0.005	0.002	0.003	0.004	0.003	0.003	0.006	0.002	0.005	0.003	0.004	0.004	0.004
测定下限（μg/L）	0.016	0.016	0.020	0.012	0.016	0.012	0.012	0.020	0.008	0.012	0.016	0.012	0.012	0.024	0.008	0.020	0.012	0.016	0.016	0.016

结论：固相萃取法实验结果显示，方法检出限为 0.002~0.006 μg/L，定量限为 0.008~0.024 μg/L。

表 1-8　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：2023 年 11 月 26 日

平行样品编号		磺胺二甲（基）嘧啶	磺胺氯哒嗪	磺胺甲基嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶	磺胺嘧啶	磺胺甲噁唑	诺氟沙星	氧氟沙星	培氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	沙拉沙星	双氟沙星	西诺沙星	洛美沙星	吡哌酸	达氟沙星	磺胺间二甲氧嘧啶
测定结果（μg/L）	1	0.015	0.013	0.015	0.013	0.018	0.016	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.014	0.016	0.015	0.016	0.015	0.016	0.013
	2	0.013	0.012	0.012	0.012	0.014	0.013	0.015	0.013	0.013	0.013	0.015	0.013	0.014	0.013	0.013	0.012	0.014	0.013	0.013	0.012
	3	0.012	0.012	0.014	0.012	0.017	0.016	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.014	0.016	0.014	0.014	0.013	0.015	0.015	0.015	0.012
	4	0.015	0.013	0.012	0.012	0.017	0.015	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015	0.015	0.015	0.013	0.015	0.013	0.015	0.015	0.015	0.013
	5	0.012	0.012	0.013	0.013	0.015	0.014	0.014	0.013	0.014	0.014	0.014	0.013	0.014	0.012	0.011	0.014	0.014	0.013	0.013	0.012
	6	0.013	0.012	0.015	0.012	0.016	0.014	0.014	0.014	0.016	0.015	0.014	0.014	0.016	0.015	0.014	0.015	0.014	0.015	0.014	0.012

	7	0.012	0.013	0.017	0.013	0.015	0.014	0.013	0.014	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013	0.014	0.013	0.012	0.013
平均值（μg/L）		0.013	0.012	0.014	0.012	0.016	0.015	0.015	0.014	0.015	0.014	0.015	0.014	0.015	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014	0.012
标准偏差（μg/L）		0.0013	0.0005	0.0018	0.0005	0.0013	0.0013	0.0011	0.0008	0.0015	0.0012	0.0008	0.0012	0.0010	0.0010	0.0015	0.0012	0.0007	0.0012	0.0014	0.0005
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	3.143	3.143	3.143
计算的方法检出限（μg/L）		0.0042	0.0017	0.0057	0.0017	0.0040	0.0039	0.0033	0.0025	0.0046	0.0036	0.0025	0.0037	0.0033	0.0030	0.0049	0.0039	0.0022	0.0037	0.0044	0.0017
方法检出限（μg/L）		0.005	0.002	0.006	0.002	0.004	0.004	0.004	0.003	0.005	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003	0.005	0.004	0.003	0.004	0.005	0.002
测定下限（μg/L）		0.020	0.008	0.024	0.008	0.016	0.016	0.016	0.012	0.020	0.016	0.012	0.016	0.016	0.012	0.020	0.016	0.012	0.016	0.020	0.008

结论：固相萃取法实验结果显示，方法检出限为 0.002~0.006 μg/L，定量限为 0.008~0.024 μg/L。

表 1-9　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：2023 年 11 月 29 日

平行样品编号		磺胺二甲（基）嘧啶	磺胺氯哒嗪	磺胺甲基嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶	磺胺嘧啶	磺胺甲噁唑	诺氟沙星	氧氟沙星	培氟沙星	环丙沙星	恩诺沙星	沙拉沙星	双氟沙星	西诺沙星	洛美沙星	吡哌酸	达氟沙星	磺胺间二甲氧嘧啶
测定结果（μg/L）	1	0.020	0.021	0.019	0.021	0.019	0.019	0.021	0.020	0.020	0.021	0.021	0.020	0.018	0.021	0.020	0.020	0.020	0.020	0.022	0.017
	2	0.019	0.018	0.017	0.020	0.019	0.021	0.019	0.019	0.020	0.019	0.022	0.022	0.020	0.018	0.021	0.019	0.022	0.019	0.021	0.019
	3	0.021	0.021	0.018	0.020	0.020	0.019	0.020	0.019	0.021	0.020	0.019	0.019	0.018	0.020	0.020	0.020	0.021	0.018	0.019	0.020

	4	0.018	0.018	0.019	0.021	0.020	0.020	0.020	0.019	0.019	0.021	0.022	0.019	0.020	0.021	0.022	0.019	0.020	0.021	0.020	0.018
	5	0.019	0.021	0.020	0.020	0.019	0.020	0.021	0.020	0.021	0.020	0.020	0.021	0.018	0.020	0.020	0.020	0.021	0.019	0.021	0.018
	6	0.018	0.021	0.019	0.019	0.018	0.019	0.020	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.020	0.020	0.019	0.018	0.019	0.020	0.021	0.019
	7	0.021	0.019	0.018	0.020	0.018	0.020	0.019	0.019	0.019	0.019	0.021	0.020	0.019	0.020	0.021	0.019	0.019	0.018	0.022	0.019
平均值（μg/L）		0.019	0.020	0.019	0.020	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020	0.019	0.020	0.020	0.019	0.020	0.019	0.021	0.019
标准偏差（μg/L）		0.0013	0.0015	0.0010	0.0007	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	0.0011	0.0011	0.0010	0.0010	0.0010	0.0008	0.0011	0.0011	0.0011	0.0010
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	3.143	3.143	3.143
计算的方法检出限（μg/L）		0.0040	0.0046	0.0031	0.0022	0.0026	0.0024	0.0026	0.0025	0.0026	0.0026	0.0034	0.0034	0.0031	0.0031	0.0031	0.0024	0.0035	0.0035	0.0034	0.0031
方法检出限（μg/L）		0.004	0.005	0.004	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.003	0.004	0.004	0.004	0.004
测定下限（μg/L）		0.016	0.020	0.016	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.012	0.016	0.016	0.016	0.016

结论：固相萃取法实验结果显示，方法检出限为 0.003~0.005 μg/L，定量限为 0.012~0.020 μg/L。

1.3 方法精密度测试数据

1.3.1 地表水加标样精密度测试数据

表 1-10～表 1-15 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地表水加标样的精密度测试数据。

表 1-10 地表水加标样测试数据

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.015	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.0006	3.5	0.061	0.068	0.072	0.065	0.065	0.063	0.066	0.0038	5.7	0.319	0.310	0.322	0.356	0.318	0.353	0.330	0.0196	5.9
磺胺氯哒嗪	0.014	0.014	0.014	0.015	0.015	0.012	0.014	0.0009	6.8	0.065	0.070	0.068	0.062	0.062	0.079	0.067	0.0064	9.4	0.314	0.304	0.315	0.347	0.298	0.322	0.317	0.0173	5.5
磺胺甲基嘧啶	0.017	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018	0.0006	3.4	0.068	0.067	0.073	0.068	0.071	0.063	0.068	0.0036	5.2	0.353	0.323	0.304	0.365	0.321	0.361	0.338	0.0253	7.5
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.012	0.013	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.0006	4.9	0.062	0.072	0.082	0.061	0.073	0.064	0.069	0.0082	12	0.352	0.342	0.379	0.374	0.330	0.384	0.360	0.0222	6.2
磺胺对甲氧嘧啶	0.014	0.014	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013	0.0008	6.0	0.061	0.068	0.068	0.063	0.061	0.058	0.063	0.0041	6.5	0.330	0.320	0.344	0.365	0.333	0.355	0.341	0.0170	5.0
磺胺间甲氧嘧啶	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.014	0.0007	5.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.066	0.0037	5.6	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.333	0.0219	6.6

	15	14	15	14	14	13				69	67	71	64	66	60				21	18	41	60	04	53			
磺胺嘧啶	0.016	0.015	0.014	0.015	0.016	0.016	0.015	0.0006	3.9	0.064	0.076	0.067	0.070	0.070	0.062	0.068	0.0049	7.2	0.310	0.290	0.315	0.343	0.302	0.331	0.315	0.0193	6.1
磺胺甲噁唑	0.016	0.015	0.015	0.014	0.013	0.016	0.015	0.0010	6.5	0.064	0.063	0.070	0.056	0.064	0.077	0.066	0.0072	11	0.304	0.397	0.311	0.338	0.391	0.370	0.352	0.0399	11
诺氟沙星	0.023	0.023	0.024	0.021	0.022	0.024	0.023	0.0010	4.4	0.100	0.102	0.109	0.109	0.089	0.098	0.101	0.0075	7.4	0.433	0.526	0.547	0.406	0.551	0.538	0.500	0.0637	13
氧氟沙星	0.019	0.018	0.017	0.012	0.014	0.015	0.016	0.0025	16	0.065	0.071	0.073	0.072	0.066	0.065	0.068	0.0036	5.2	0.318	0.316	0.337	0.336	0.370	0.349	0.338	0.0200	5.9
培氟沙星	0.021	0.019	0.016	0.014	0.016	0.017	0.017	0.0025	15	0.070	0.073	0.063	0.067	0.062	0.061	0.066	0.0047	7.2	0.307	0.338	0.333	0.360	0.330	0.352	0.337	0.0186	5.5
环丙沙星	0.018	0.015	0.015	0.015	0.013	0.018	0.016	0.0017	11	0.093	0.088	0.087	0.112	0.093	0.094	0.094	0.0092	9.7	0.427	0.377	0.485	0.460	0.503	0.456	0.451	0.0447	9.9
恩诺沙星	0.019	0.019	0.017	0.014	0.015	0.016	0.017	0.0020	12	0.073	0.072	0.068	0.074	0.064	0.062	0.069	0.0049	7.1	0.318	0.345	0.348	0.345	0.351	0.350	0.343	0.0123	3.6
沙拉沙星	0.021	0.021	0.019	0.015	0.016	0.018	0.018	0.0025	13	0.072	0.070	0.083	0.086	0.074	0.073	0.076	0.0065	8.6	0.391	0.344	0.347	0.366	0.379	0.387	0.369	0.0200	5.4
双氟沙星	0.022	0.022	0.021	0.017	0.017	0.020	0.020	0.0024	12	0.073	0.080	0.081	0.085	0.076	0.077	0.078	0.0043	5.5	0.399	0.340	0.365	0.379	0.382	0.382	0.374	0.0199	5.3
西诺沙星	0.020	0.017	0.018	0.017	0.013	0.016	0.017	0.0024	14	0.080	0.080	0.111	0.099	0.086	0.089	0.093	0.0122	13	0.341	0.381	0.438	0.447	0.462	0.494	0.427	0.0562	13
洛美沙星	0.022	0.020	0.018	0.014	0.015	0.018	0.018	0.0029	16	0.066	0.072	0.076	0.075	0.071	0.069	0.072	0.0039	5.5	0.388	0.338	0.327	0.351	0.381	0.370	0.359	0.0243	6.8
吡哌酸	0.023	0.022	0.019	0.017	0.018	0.021	0.020	0.0022	11	0.074	0.080	0.078	0.081	0.072	0.074	0.077	0.0037	4.8	0.326	0.369	0.390	0.397	0.366	0.410	0.376	0.0297	7.9

达氟沙星	0.018	0.018	0.018	0.017	0.019	0.023	0.019	0.0020	11	0.083	0.079	0.096	0.096	0.070	0.072	0.083	0.0113	14	0.345	0.447	0.317	0.438	0.414	0.450	0.402	0.0568	14
磺胺间二甲氧嘧啶	0.017	0.016	0.017	0.018	0.015	0.015	0.016	0.0010	6.0	0.067	0.068	0.072	0.064	0.064	0.058	0.065	0.0049	7.4	0.304	0.384	0.336	0.357	0.323	0.326	0.338	0.0283	8.4

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.023 μg/L，标准偏差为 0.0006~0.0029 μg/L，相对标准偏差为 3.4%~16%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.063~0.101 μg/L，标准偏差为 0.0036~0.0122 μg/L，相对标准偏差为 4.8%~14%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.315~0.500 μg/L，标准偏差为 0.0123~0.0637 μg/L，相对标准偏差为 3.6%~14%。

表 1-11　地表水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.016	0.016	0.016	0.017	0.018	0.017	0.017	0.0008	4.9	0.064	0.062	0.061	0.061	0.066	0.062	0.063	0.0020	3.2	0.313	0.331	0.333	0.332	0.342	0.333	0.331	0.0097	2.9
磺胺氯哒嗪	0.014	0.014	0.015	0.014	0.014	0.016	0.014	0.0007	5.1	0.063	0.061	0.065	0.059	0.064	0.062	0.062	0.0021	3.3	0.307	0.331	0.366	0.313	0.341	0.334	0.332	0.0212	6.4
磺胺甲基嘧啶	0.017	0.018	0.017	0.017	0.018	0.018	0.018	0.0008	4.4	0.072	0.069	0.062	0.066	0.064	0.064	0.066	0.0037	5.6	0.329	0.342	0.359	0.334	0.342	0.336	0.340	0.0107	3.1
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.012	0.0005	3.8	0.062	0.065	0.064	0.070	0.067	0.072	0.067	0.0038	5.6	0.332	0.365	0.355	0.334	0.370	0.339	0.349	0.0164	4.7

磺胺对甲氧嘧啶	0.014	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.0005	3.6	0.062	0.066	0.068	0.062	0.062	0.066	0.064	0.0028	4.4	0.325	0.351	0.339	0.324	0.337	0.313	0.331	0.0134	4.0
磺胺间甲氧嘧啶	0.014	0.015	0.016	0.014	0.014	0.016	0.015	0.0009	6.2	0.066	0.068	0.069	0.065	0.066	0.068	0.067	0.0016	2.3	0.334	0.335	0.353	0.334	0.359	0.321	0.339	0.0140	4.1
磺胺嘧啶	0.015	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016	0.016	0.0007	4.4	0.062	0.062	0.060	0.068	0.064	0.070	0.064	0.0039	6.1	0.321	0.317	0.328	0.319	0.328	0.306	0.320	0.0083	2.6
磺胺甲噁唑	0.014	0.015	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015	0.0005	3.7	0.063	0.066	0.064	0.069	0.070	0.061	0.065	0.0037	5.6	0.301	0.307	0.338	0.304	0.331	0.300	0.313	0.0166	5.3
诺氟沙星	0.020	0.028	0.022	0.023	0.021	0.025	0.023	0.0027	12	0.089	0.094	0.101	0.091	0.093	0.090	0.093	0.0043	4.6	0.431	0.385	0.415	0.378	0.446	0.445	0.416	0.0294	7.1
氧氟沙星	0.017	0.019	0.018	0.018	0.019	0.017	0.018	0.0011	5.9	0.080	0.082	0.066	0.066	0.070	0.068	0.072	0.0070	9.7	0.332	0.335	0.359	0.336	0.376	0.398	0.356	0.0267	7.5
培氟沙星	0.022	0.023	0.023	0.024	0.024	0.023	0.023	0.0006	2.4	0.090	0.094	0.082	0.072	0.084	0.086	0.085	0.0075	8.9	0.408	0.401	0.440	0.372	0.421	0.461	0.417	0.0311	7.5
环丙沙星	0.013	0.012	0.012	0.013	0.015	0.012	0.013	0.0011	8.6	0.079	0.075	0.069	0.070	0.077	0.064	0.072	0.0057	7.8	0.480	0.393	0.383	0.377	0.452	0.448	0.422	0.0434	10
恩诺沙星	0.020	0.021	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020	0.0005	2.6	0.081	0.093	0.078	0.075	0.082	0.085	0.082	0.0062	7.6	0.386	0.379	0.389	0.359	0.392	0.396	0.383	0.0132	3.5
沙拉沙星	0.016	0.016	0.016	0.015	0.017	0.015	0.016	0.0008	5.0	0.068	0.070	0.064	0.069	0.061	0.061	0.065	0.0039	5.9	0.305	0.389	0.325	0.369	0.337	0.357	0.347	0.0305	8.8
双氟沙星	0.019	0.019	0.020	0.019	0.019	0.018	0.019	0.0005	2.6	0.075	0.077	0.071	0.069	0.067	0.070	0.071	0.0037	5.2	0.344	0.338	0.345	0.321	0.345	0.399	0.348	0.0262	7.5
西诺沙星	0.020	0.017	0.014	0.016	0.015	0.016	0.016	0.0020	13	0.078	0.071	0.069	0.065	0.067	0.066	0.068	0.0023	3.3	0.340	0.343	0.352	0.327	0.364	0.400	0.354	0.0254	7.2
洛美沙星	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.017	0.0007	4.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.069	0.0034	5.0	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.342	0.0163	4.8

	17	18	17	16	18	18				71	74	66	67	68	65				33	35	49	26	36	71			
吡哌酸	0.021	0.025	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.0012	5.1	0.089	0.089	0.083	0.079	0.078	0.078	0.082	0.0051	6.2	0.388	0.394	0.406	0.399	0.412	0.438	0.406	0.0175	4.3
达氟沙星	0.020	0.020	0.021	0.019	0.022	0.021	0.021	0.0011	5.5	0.087	0.089	0.085	0.079	0.076	0.078	0.082	0.0054	6.6	0.426	0.395	0.410	0.368	0.445	0.471	0.419	0.0367	8.8
磺胺间二甲氧嘧啶	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017	0.018	0.016	0.0009	5.3	0.069	0.066	0.061	0.061	0.066	0.069	0.065	0.0035	5.3	0.312	0.333	0.337	0.316	0.323	0.331	0.325	0.0098	3.0

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.023μg/L，标准偏差为 0.0005~0.0027μg/L，相对标准偏差为 2.4%~13%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.062~0.093μg/L，标准偏差为 0.0016~0.0075μg/L，相对标准偏差为 2.3%~9.7%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.313~0.422μg/L，标准偏差为 0.0083~0.0434μg/L，相对标准偏差为 2.6%~10%。

表 1-12　地表水加标样测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.014	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012	0.0010	7.8	0.071	0.065	0.066	0.069	0.065	0.062	0.066	0.0032	4.8	0.385	0.370	0.351	0.381	0.362	0.353	0.367	0.0142	3.9
磺胺氯哒嗪	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0003	2.0	0.062	0.067	0.066	0.064	0.068	0.067	0.065	0.0024	3.6	0.356	0.338	0.321	0.347	0.341	0.324	0.338	0.0134	4.0
磺胺甲基嘧	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.013	0.0014	11	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.068	0.0022	3.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.383	0.0126	3.3

啶	13	13	12	15	12	10				70	65	66	68	67	71				87	68	84	93	98	68			
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.014	0.014	0.013	0.012	0.013	0.015	0.014	0.0011	7.8	0.069	0.072	0.067	0.070	0.074	0.067	0.070	0.0029	4.1	0.373	0.395	0.394	0.363	0.374	0.390	0.382	0.0134	3.5
磺胺对甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.013	0.013	0.0003	2.3	0.069	0.066	0.065	0.068	0.072	0.069	0.068	0.0026	3.8	0.410	0.394	0.376	0.384	0.391	0.401	0.393	0.0122	3.1
磺胺间甲氧嘧啶	0.014	0.015	0.014	0.013	0.013	0.015	0.014	0.0006	4.2	0.076	0.063	0.071	0.071	0.075	0.066	0.071	0.0052	7.3	0.385	0.413	0.394	0.382	0.385	0.399	0.393	0.0116	3.0
磺胺嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.015	0.013	0.0008	6.1	0.062	0.059	0.063	0.067	0.066	0.065	0.064	0.0029	4.5	0.369	0.354	0.354	0.387	0.370	0.345	0.363	0.0152	4.2
磺胺甲噁唑	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.014	0.013	0.0010	7.7	0.065	0.064	0.062	0.062	0.061	0.058	0.062	0.0025	4.1	0.345	0.371	0.341	0.324	0.347	0.348	0.346	0.0150	4.3
诺氟沙星	0.023	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.0004	1.7	0.089	0.087	0.096	0.090	0.088	0.098	0.091	0.0045	4.9	0.430	0.447	0.464	0.435	0.449	0.441	0.444	0.0118	2.7
氧氟沙星	0.016	0.014	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015	0.0010	6.4	0.059	0.059	0.065	0.060	0.061	0.066	0.062	0.0033	5.3	0.309	0.312	0.308	0.399	0.312	0.397	0.340	0.0454	13
培氟沙星	0.018	0.013	0.018	0.015	0.018	0.015	0.016	0.0023	14	0.070	0.076	0.077	0.067	0.072	0.073	0.073	0.0034	4.8	0.382	0.391	0.391	0.381	0.377	0.356	0.380	0.0129	3.4
环丙沙星	0.023	0.020	0.022	0.023	0.027	0.022	0.023	0.0023	10	0.088	0.084	0.086	0.084	0.085	0.088	0.086	0.0016	1.9	0.406	0.405	0.409	0.409	0.427	0.425	0.414	0.0097	2.4
恩诺沙星	0.023	0.022	0.024	0.024	0.025	0.023	0.024	0.0009	4.0	0.103	0.097	0.104	0.091	0.099	0.101	0.099	0.0046	4.7	0.462	0.490	0.496	0.481	0.500	0.476	0.484	0.0141	2.9
沙拉沙星	0.024	0.021	0.024	0.023	0.021	0.021	0.022	0.0014	6.5	0.122	0.122	0.126	0.135	0.103	0.113	0.120	0.0109	9.0	0.497	0.566	0.525	0.578	0.573	0.586	0.554	0.0353	6.4
双氟沙星	0.021	0.021	0.023	0.021	0.021	0.022	0.022	0.0008	3.8	0.115	0.115	0.109	0.109	0.092	0.119	0.110	0.0094	8.6	0.540	0.575	0.573	0.581	0.563	0.595	0.571	0.0185	3.2

西诺沙星	0.023	0.021	0.024	0.020	0.022	0.026	0.023	0.0024	10	0.107	0.107	0.104	0.111	0.091	0.098	0.103	0.0072	7.0	0.485	0.506	0.498	0.516	0.556	0.577	0.523	0.0359	6.9
洛美沙星	0.018	0.022	0.017	0.020	0.021	0.020	0.020	0.0018	9.5	0.100	0.097	0.088	0.097	0.085	0.093	0.093	0.0060	6.4	0.441	0.458	0.481	0.451	0.454	0.505	0.465	0.0236	5.1
吡哌酸	0.021	0.023	0.027	0.024	0.020	0.024	0.023	0.0026	11	0.092	0.084	0.082	0.074	0.090	0.094	0.086	0.0074	8.6	0.548	0.501	0.474	0.487	0.496	0.419	0.487	0.0419	8.6
达氟沙星	0.025	0.021	0.023	0.022	0.026	0.022	0.023	0.0018	7.8	0.076	0.082	0.084	0.075	0.086	0.082	0.081	0.0043	5.4	0.409	0.434	0.431	0.433	0.423	0.405	0.422	0.0127	3.0
磺胺间二甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.014	0.013	0.0004	3.2	0.071	0.071	0.068	0.068	0.072	0.068	0.070	0.0017	2.4	0.387	0.388	0.385	0.371	0.369	0.394	0.382	0.0103	2.7

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.024 μg/L，标准偏差为 0.0003~0.0026 μg/L，相对标准偏差为 1.7%~14%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.062~0.120 μg/L，标准偏差为 0.0016~0.0109 μg/L，相对标准偏差为 1.9%~9.0%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.338~0.571 μg/L，标准偏差为 0.0097~0.0454 μg/L，相对标准偏差为 2.4%~13%。

表 1-13　地表水加标样测试数据

验证单位：黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 30 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.019	0.0010	5.3	0.0	0.0	0.1	0.0	0.1	0.1	0.098	0.0219	22	0.4	0.5	0.4	0.4	0.5	0.5	0.496	0.0531	11

（基）嘧啶	19	20	17	19	18	19				71	84	35	91	02	04				76	23	87	14	74	01			
磺胺氯哒嗪	0.020	0.020	0.019	0.021	0.019	0.018	0.020	0.0011	5.3	0.061	0.098	0.103	0.097	0.092	0.083	0.089	0.0152	17	0.466	0.393	0.416	0.487	0.493	0.443	0.450	0.0397	8.8
磺胺甲基嘧啶	0.018	0.017	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.0006	3.1	0.071	0.081	0.076	0.069	0.090	0.077	0.078	0.0076	9.7	0.413	0.415	0.453	0.430	0.466	0.437	0.435	0.0211	4.8
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.021	0.020	0.019	0.019	0.021	0.019	0.020	0.0012	5.8	0.090	0.094	0.115	0.098	0.114	0.115	0.104	0.0117	11	0.553	0.490	0.568	0.550	0.523	0.553	0.540	0.0284	5.3
磺胺对甲氧嘧啶	0.019	0.017	0.019	0.020	0.019	0.018	0.018	0.0008	4.2	0.094	0.082	0.103	0.090	0.093	0.101	0.094	0.0076	8.1	0.468	0.436	0.446	0.535	0.465	0.477	0.471	0.0348	7.4
磺胺间甲氧嘧啶	0.019	0.021	0.020	0.022	0.020	0.020	0.020	0.0009	4.4	0.086	0.080	0.098	0.085	0.102	0.102	0.092	0.0096	10	0.513	0.403	0.511	0.523	0.461	0.545	0.493	0.0518	11
磺胺嘧啶	0.021	0.018	0.020	0.018	0.020	0.020	0.019	0.0012	6.0	0.060	0.074	0.063	0.053	0.062	0.072	0.064	0.0078	12	0.420	0.406	0.437	0.411	0.455	0.414	0.424	0.0187	4.4
磺胺甲噁唑	0.019	0.020	0.018	0.021	0.019	0.020	0.019	0.0011	5.8	0.074	0.117	0.118	0.102	0.113	0.089	0.102	0.0175	17	0.494	0.401	0.543	0.531	0.548	0.470	0.498	0.0561	11
诺氟沙星	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.022	0.020	0.0006	3.1	0.117	0.113	0.111	0.108	0.117	0.105	0.112	0.0049	4.4	0.469	0.580	0.577	0.584	0.605	0.595	0.568	0.0497	8.7
氧氟沙星	0.021	0.023	0.021	0.022	0.020	0.021	0.021	0.0010	4.6	0.080	0.083	0.065	0.101	0.102	0.122	0.092	0.0199	22	0.396	0.486	0.451	0.452	0.420	0.433	0.440	0.0309	7.0
培氟沙星	0.022	0.020	0.022	0.020	0.019	0.019	0.020	0.0012	6.1	0.063	0.070	0.066	0.086	0.086	0.091	0.077	0.0119	15	0.395	0.520	0.443	0.411	0.409	0.438	0.436	0.0450	10
环丙沙星	0.020	0.020	0.021	0.020	0.018	0.022	0.020	0.0012	5.8	0.092	0.080	0.100	0.073	0.078	0.077	0.083	0.0103	12	0.472	0.460	0.515	0.500	0.508	0.551	0.501	0.0325	6.5
恩诺沙星	0.018	0.021	0.019	0.021	0.019	0.020	0.020	0.0012	6.2	0.085	0.074	0.073	0.066	0.094	0.080	0.079	0.0098	12	0.339	0.396	0.400	0.446	0.329	0.354	0.377	0.0445	12

沙拉沙星	0.019	0.020	0.018	0.017	0.016	0.020	0.018	0.0016	8.6	0.141	0.148	0.098	0.102	0.093	0.090	0.112	0.0257	23	0.636	0.761	0.583	0.539	0.458	0.623	0.600	0.1022	17
双氟沙星	0.021	0.020	0.019	0.021	0.021	0.020	0.020	0.0008	3.8	0.089	0.094	0.089	0.088	0.073	0.094	0.088	0.0076	8.7	0.490	0.594	0.534	0.515	0.444	0.497	0.512	0.0502	9.8
西诺沙星	0.018	0.020	0.018	0.017	0.019	0.019	0.018	0.0009	5.0	0.105	0.086	0.090	0.092	0.090	0.084	0.091	0.0074	8.1	0.529	0.477	0.428	0.441	0.496	0.520	0.482	0.0411	8.5
洛美沙星	0.019	0.019	0.021	0.021	0.020	0.021	0.020	0.0008	4.1	0.114	0.108	0.112	0.107	0.119	0.119	0.113	0.0050	4.4	0.547	0.574	0.556	0.573	0.520	0.537	0.551	0.0210	3.8
吡哌酸	0.020	0.018	0.018	0.020	0.019	0.022	0.020	0.0012	5.9	0.088	0.096	0.074	0.074	0.081	0.091	0.084	0.0093	11	0.446	0.458	0.482	0.493	0.527	0.454	0.477	0.0306	6.4
达氟沙星	0.020	0.019	0.020	0.021	0.019	0.022	0.020	0.0012	5.7	0.084	0.085	0.061	0.091	0.076	0.090	0.081	0.0113	14	0.352	0.402	0.442	0.429	0.384	0.401	0.401	0.0321	8.0
磺胺间二甲氧嘧啶	0.019	0.019	0.020	0.019	0.020	0.019	0.019	0.0005	2.6	0.115	0.117	0.108	0.094	0.107	0.127	0.111	0.0110	9.9	0.517	0.550	0.562	0.534	0.553	0.556	0.545	0.0168	3.1

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.018~0.021μg/L，标准偏差为 0.0005~0.0016μg/L，相对标准偏差为 2.6%~8.6%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.064~0.113μg/L，标准偏差为 0.0049~0.0257μg/L，相对标准偏差为 4.4%~23%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.377~0.600μg/L，标准偏差为 0.0168~0.1022μg/L，相对标准偏差为 3.1%~17%。

表 1-14　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：2023 年 11 月 26 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.014	0.013	0.014	0.012	0.012	0.011	0.013	0.0012	9.6	0.072	0.066	0.060	0.066	0.060	0.065	0.065	0.0045	6.9	0.373	0.380	0.413	0.371	0.412	0.390	0.390	0.0188	4.8
磺胺氯哒嗪	0.014	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0010	7.7	0.074	0.068	0.071	0.070	0.074	0.069	0.071	0.0025	3.6	0.393	0.326	0.321	0.312	0.309	0.319	0.330	0.0316	9.6
磺胺甲基嘧啶	0.016	0.016	0.015	0.017	0.016	0.017	0.016	0.0008	4.7	0.070	0.065	0.067	0.066	0.070	0.064	0.067	0.0025	3.8	0.371	0.398	0.419	0.387	0.383	0.397	0.393	0.0163	4.2
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.013	0.014	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012	0.0011	9.0	0.072	0.067	0.068	0.069	0.073	0.067	0.069	0.0026	3.7	0.396	0.313	0.322	0.393	0.389	0.396	0.368	0.0395	11
磺胺对甲氧嘧啶	0.022	0.020	0.021	0.019	0.019	0.018	0.020	0.0014	6.8	0.061	0.065	0.066	0.068	0.066	0.060	0.065	0.0031	4.8	0.441	0.428	0.503	0.437	0.465	0.464	0.456	0.0271	5.9
磺胺间甲氧嘧啶	0.014	0.013	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0008	6.7	0.073	0.071	0.092	0.094	0.080	0.085	0.083	0.0097	12	0.374	0.327	0.397	0.450	0.369	0.325	0.374	0.0466	12

磺胺嘧啶	0.014	0.014	0.015	0.016	0.014	0.014	0.015	0.0008	5.4	0.061	0.065	0.069	0.072	0.062	0.066	0.066	0.0042	6	0.319	0.368	0.349	0.377	0.303	0.376	0.349	0.0311	9
磺胺甲噁唑	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.0004	3.2	0.081	0.084	0.111	0.115	0.095	0.102	0.098	0.0137	14	0.455	0.392	0.500	0.543	0.440	0.395	0.454	0.0594	13
诺氟沙星	0.016	0.015	0.016	0.013	0.017	0.018	0.016	0.0018	11	0.080	0.090	0.103	0.105	0.089	0.091	0.093	0.0091	9.8	0.512	0.452	0.457	0.486	0.505	0.448	0.477	0.0282	5.9
氧氟沙星	0.015	0.020	0.015	0.016	0.014	0.016	0.016	0.0019	12	0.080	0.073	0.080	0.095	0.076	0.097	0.084	0.0102	12	0.509	0.515	0.504	0.535	0.475	0.465	0.501	0.0260	5.2
培氟沙星	0.015	0.013	0.012	0.014	0.012	0.013	0.013	0.0010	8	0.062	0.064	0.060	0.061	0.066	0.062	0.062	0.0022	3.6	0.328	0.321	0.366	0.367	0.358	0.349	0.348	0.0196	5.6
环丙沙星	0.016	0.016	0.014	0.014	0.014	0.015	0.015	0.0009	5.8	0.084	0.065	0.068	0.069	0.069	0.071	0.071	0.0069	9.7	0.418	0.395	0.480	0.476	0.444	0.443	0.443	0.0327	7.4
恩诺沙星	0.018	0.019	0.017	0.019	0.017	0.017	0.018	0.0009	5.0	0.087	0.093	0.122	0.119	0.112	0.111	0.107	0.0140	13	0.473	0.459	0.580	0.560	0.520	0.413	0.501	0.0637	13
沙拉沙星	0.013	0.017	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.0017	13	0.080	0.074	0.077	0.064	0.079	0.082	0.076	0.0065	8.5	0.420	0.442	0.499	0.445	0.489	0.464	0.460	0.0301	6.5
双氟沙星	0.018	0.013	0.017	0.023	0.017	0.016	0.017	0.0033	19	0.070	0.067	0.069	0.065	0.068	0.074	0.069	0.0030	4.4	0.406	0.415	0.473	0.476	0.403	0.438	0.435	0.0330	7.6
西诺沙星	0.022	0.024	0.020	0.026	0.021	0.020	0.022	0.0025	11	0.073	0.086	0.088	0.092	0.085	0.093	0.086	0.0073	8.4	0.434	0.374	0.405	0.505	0.417	0.381	0.419	0.0473	11
洛美沙星	0.013	0.012	0.013	0.012	0.014	0.011	0.012	0.0010	8.0	0.082	0.066	0.087	0.098	0.076	0.094	0.084	0.0119	14	0.337	0.387	0.489	0.453	0.435	0.386	0.414	0.0547	13
吡哌酸	0.015	0.015	0.013	0.014	0.013	0.016	0.014	0.0012	8.7	0.062	0.062	0.077	0.075	0.067	0.070	0.069	0.0063	9	0.335	0.389	0.369	0.380	0.325	0.392	0.365	0.0284	8
达氟沙	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.024	0.0014	5.9	0.07	0.06	0.09	0.09	0.08	0.08	0.081	0.0104	13	0.400	0.350	0.440	0.468	0.386	0.352	0.399	0.0475	12

星	4	2	6	5	2	4				2	7	2	2	4	2												
磺胺间二甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.013	0.015	0.015	0.014	0.0010	7.6	0.070	0.063	0.065	0.063	0.070	0.063	0.066	0.0034	5.2	0.374	0.386	0.414	0.382	0.397	0.386	0.390	0.0140	3.6

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.024μg/L，标准偏差为 0.0004~0.0033μg/L，相对标准偏差为 3.2%~19%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.062~0.107μg/L，标准偏差为 0.0022~0.0140μg/L，相对标准偏差为 3.6%~14%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.330~0.501μg/L，标准偏差为 0.0140~0.0637μg/L，相对标准偏差为 3.6%~13%。

表 1-15　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：2023 年 11 月 29 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.020	0.020	0.021	0.017	0.019	0.018	0.019	0.0015	7.7	0.087	0.077	0.102	0.093	0.086	0.107	0.092	0.0111	12.0	0.484	0.512	0.434	0.479	0.563	0.571	0.507	0.0527	10.4
磺胺氯哒嗪	0.021	0.018	0.020	0.018	0.019	0.021	0.020	0.0014	7.1	0.09	0.091	0.112	0.089	0.099	0.105	0.098	0.0094	9.6	0.466	0.494	0.421	0.457	0.445	0.483	0.461	0.0263	5.7
磺胺甲	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.020	0.0008	4.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.083	0.0067	8.2	0.423	0.48	0.51	0.43	0.45	0.51	0.471	0.0381	8.1

基嘧啶	19	20	21	19	19	19				75	83	85	81	94	77					7	3	7	7	1				
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.021	0.022	0.020	0.019	0.021	0.019	0.020	0.0012	6.0	0.092	0.091	0.103	0.083	0.109	0.088	0.094	0.0098	10.3	0.552	0.547	0.568	0.559	0.503	0.583	0.552	0.0272	4.9
磺胺对甲氧嘧啶	0.019	0.019	0.021	0.020	0.019	0.018	0.019	0.0010	5.3	0.104	0.087	0.101	0.092	0.089	0.106	0.097	0.0082	8.5	0.489	0.459	0.421	0.546	0.436	0.487	0.473	0.0448	9.5
磺胺间甲氧嘧啶	0.019	0.021	0.019	0.021	0.018	0.019	0.020	0.0012	6.3	0.089	0.081	0.094	0.083	0.112	0.107	0.094	0.0127	13.5	0.511	0.476	0.546	0.586	0.426	0.547	0.515	0.0574	11.1
磺胺嘧啶	0.020	0.019	0.021	0.020	0.020	0.020	0.020	0.0006	3.2	0.075	0.074	0.063	0.061	0.082	0.081	0.073	0.0089	12.2	0.402	0.429	0.496	0.424	0.418	0.435	0.434	0.0324	7.5
磺胺甲噁唑	0.020	0.019	0.020	0.021	0.020	0.021	0.020	0.0008	3.7	0.074	0.117	0.118	0.102	0.113	0.089	0.102	0.0176	17.3	0.456	0.448	0.584	0.524	0.573	0.471	0.509	0.0599	11.8
诺氟沙星	0.020	0.020	0.021	0.019	0.020	0.020	0.020	0.0006	3.2	0.109	0.097	0.103	0.111	0.115	0.093	0.105	0.0085	8.1	0.475	0.581	0.554	0.582	0.497	0.561	0.542	0.0450	8.3
氧氟沙星	0.021	0.020	0.021	0.021	0.020	0.020	0.021	0.0005	2.7	0.082	0.087	0.079	0.11	0.107	0.101	0.094	0.0134	14.2	0.472	0.397	0.454	0.523	0.426	0.424	0.449	0.0445	9.9
培氟沙星	0.021	0.020	0.019	0.018	0.020	0.021	0.020	0.0012	5.9	0.078	0.072	0.068	0.087	0.095	0.091	0.082	0.0108	13.2	0.395	0.52	0.443	0.411	0.409	0.438	0.436	0.0450	10.3
环丙沙星	0.020	0.021	0.019	0.019	0.020	0.020	0.020	0.0008	3.8	0.091	0.082	0.087	0.074	0.075	0.079	0.081	0.0067	8.3	0.446	0.463	0.546	0.563	0.518	0.502	0.506	0.0457	9.0
恩诺沙星	0.018	0.020	0.018	0.020	0.018	0.020	0.019	0.0011	5.8	0.091	0.073	0.071	0.086	0.094	0.081	0.083	0.0094	11.4	0.396	0.393	0.376	0.445	0.482	0.474	0.428	0.0453	10.6
沙拉沙星	0.021	0.019	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020	0.0008	3.7	0.119	0.107	0.121	0.102	0.091	0.097	0.106	0.0120	11.3	0.602	0.572	0.543	0.538	0.434	0.612	0.550	0.0643	11.7

双氟沙星	0.020	0.020	0.020	0.021	0.019	0.019	0.020	0.0008	3.8	0.089	0.093	0.089	0.087	0.083	0.097	0.090	0.0048	5.4	0.492	0.389	0.533	0.479	0.443	0.497	0.472	0.0500	10.6
西诺沙星	0.021	0.020	0.021	0.019	0.020	0.018	0.020	0.0012	5.9	0.103	0.097	0.091	0.095	0.098	0.089	0.096	0.0050	5.3	0.539	0.493	0.429	0.425	0.419	0.528	0.472	0.0546	11.6
洛美沙星	0.020	0.021	0.020	0.019	0.021	0.019	0.020	0.0009	4.5	0.113	0.118	0.115	0.093	0.117	0.111	0.111	0.0093	8.3	0.53	0.451	0.528	0.603	0.527	0.538	0.530	0.0483	9.1
吡哌酸	0.021	0.019	0.019	0.020	0.020	0.022	0.020	0.0012	5.8	0.091	0.096	0.086	0.074	0.083	0.092	0.087	0.0078	9.0	0.428	0.427	0.416	0.486	0.517	0.415	0.448	0.0428	9.5
达氟沙星	0.022	0.021	0.020	0.018	0.020	0.021	0.020	0.0014	6.7	0.084	0.078	0.075	0.093	0.079	0.091	0.083	0.0073	8.8	0.461	0.581	0.481	0.416	0.395	0.471	0.468	0.0648	13.9
磺胺间二甲氧嘧啶	0.018	0.019	0.020	0.018	0.020	0.017	0.019	0.0012	6.5	0.112	0.11	0.101	0.091	0.104	0.121	0.107	0.0103	9.7	0.516	0.553	0.516	0.601	0.501	0.448	0.523	0.0514	9.8

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地表水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.019~0.021μg/L，标准偏差为 0.0005~0.0015μg/L，相对标准偏差为 2.7%~7.7%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.073~0.111μg/L，标准偏差为 0.0048~0.0176μg/L，相对标准偏差为 5.3%~17%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.428~0.552μg/L，标准偏差为 0.0263~0.0648μg/L，相对标准偏差为 4.9%~14%。

1.3.2 地下水加标样精密度测试数据

表 1-16～表 1-21 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地下水加标样的精密度测试数据。

表 1-16　地下水加标样测试数据

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.019	0.018	0.016	0.018	0.018	0.017	0.018	0.0008	4.7	0.063	0.068	0.061	0.071	0.068	0.061	0.065	0.0043	6.6	0.375	0.363	0.388	0.371	0.365	0.384	0.374	0.0100	2.7
磺胺氯哒嗪	0.015	0.014	0.014	0.015	0.016	0.015	0.015	0.0008	5.1	0.068	0.063	0.068	0.060	0.079	0.064	0.067	0.0066	9.8	0.337	0.327	0.353	0.323	0.331	0.351	0.337	0.0125	3.7
磺胺甲基嘧啶	0.019	0.020	0.017	0.017	0.018	0.018	0.018	0.0012	6.8	0.066	0.073	0.070	0.067	0.066	0.070	0.068	0.0028	4.1	0.381	0.379	0.409	0.379	0.372	0.385	0.384	0.0128	3.3
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.014	0.013	0.014	0.013	0.012	0.012	0.013	0.0007	5.7	0.067	0.065	0.064	0.062	0.063	0.068	0.065	0.0023	3.6	0.366	0.335	0.409	0.369	0.382	0.357	0.370	0.0250	6.8
磺胺对甲氧嘧啶	0.015	0.014	0.013	0.014	0.014	0.016	0.014	0.0011	7.5	0.069	0.062	0.076	0.062	0.063	0.063	0.066	0.0054	8.2	0.348	0.341	0.362	0.344	0.325	0.351	0.345	0.0121	3.5
磺胺间甲氧嘧啶	0.017	0.015	0.016	0.013	0.015	0.014	0.015	0.0012	8.2	0.068	0.066	0.060	0.065	0.063	0.059	0.063	0.0034	5.4	0.353	0.344	0.373	0.366	0.342	0.349	0.354	0.0124	3.5
磺胺嘧啶	0.019	0.017	0.016	0.017	0.018	0.016	0.017	0.0010	5.9	0.061	0.064	0.061	0.068	0.066	0.064	0.064	0.0026	4.1	0.355	0.353	0.361	0.363	0.345	0.359	0.356	0.0066	1.8
磺胺甲噁唑	0.017	0.016	0.016	0.014	0.016	0.015	0.016	0.0010	6.4	0.072	0.078	0.075	0.061	0.062	0.060	0.068	0.0081	12	0.418	0.418	0.424	0.407	0.414	0.318	0.400	0.0404	10

诺氟沙星	0.017	0.016	0.014	0.013	0.019	0.015	0.015	0.0021	14	0.113	0.105	0.119	0.098	0.104	0.079	0.103	0.0140	14	0.495	0.392	0.382	0.416	0.443	0.382	0.418	0.0442	11
氧氟沙星	0.017	0.015	0.015	0.013	0.014	0.019	0.016	0.0021	14	0.077	0.072	0.072	0.070	0.066	0.068	0.071	0.0038	5.4	0.392	0.413	0.364	0.395	0.393	0.364	0.387	0.0192	5.0
培氟沙星	0.017	0.016	0.016	0.014	0.016	0.015	0.016	0.0010	6.0	0.070	0.069	0.063	0.064	0.066	0.063	0.066	0.0032	4.9	0.387	0.376	0.394	0.385	0.379	0.313	0.372	0.0297	8.0
环丙沙星	0.013	0.013	0.014	0.014	0.018	0.017	0.015	0.0022	15	0.108	0.102	0.088	0.089	0.091	0.060	0.090	0.0164	18	0.378	0.360	0.339	0.387	0.371	0.363	0.367	0.0168	4.6
恩诺沙星	0.016	0.015	0.015	0.014	0.016	0.017	0.016	0.0010	6.4	0.073	0.072	0.077	0.066	0.074	0.063	0.071	0.0050	7.1	0.303	0.369	0.300	0.326	0.399	0.301	0.333	0.0417	13
沙拉沙星	0.016	0.015	0.018	0.016	0.017	0.017	0.017	0.0011	6.9	0.089	0.084	0.082	0.079	0.075	0.065	0.079	0.0083	10	0.388	0.372	0.394	0.390	0.370	0.367	0.380	0.0116	3.1
双氟沙星	0.018	0.016	0.018	0.017	0.018	0.019	0.018	0.0011	6.5	0.088	0.081	0.086	0.084	0.071	0.068	0.080	0.0083	10	0.391	0.386	0.327	0.305	0.380	0.364	0.359	0.0351	9.8
西诺沙星	0.015	0.013	0.016	0.014	0.018	0.015	0.015	0.0016	10	0.105	0.091	0.103	0.087	0.091	0.076	0.092	0.0107	12	0.332	0.386	0.332	0.308	0.307	0.318	0.330	0.0295	8.9
洛美沙星	0.015	0.015	0.016	0.015	0.016	0.019	0.016	0.0017	11	0.082	0.072	0.075	0.069	0.070	0.062	0.072	0.0067	9.4	0.375	0.382	0.303	0.377	0.362	0.368	0.361	0.0293	8.1
吡哌酸	0.018	0.018	0.020	0.017	0.017	0.019	0.018	0.0011	6.2	0.076	0.074	0.070	0.070	0.069	0.061	0.070	0.0050	7.1	0.383	0.383	0.380	0.311	0.305	0.393	0.359	0.0397	11
达氟沙星	0.021	0.016	0.015	0.017	0.015	0.021	0.018	0.0029	17	0.092	0.091	0.075	0.071	0.074	0.069	0.079	0.0101	13	0.316	0.344	0.361	0.392	0.377	0.392	0.364	0.0297	8.2
磺胺间二甲氧嘧啶	0.018	0.018	0.017	0.017	0.018	0.016	0.017	0.0009	5.1	0.079	0.067	0.063	0.066	0.063	0.067	0.067	0.0060	9.0	0.442	0.334	0.367	0.339	0.351	0.350	0.364	0.0401	11

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.018 μg/L，标准偏差为 0.0007~0.0029 μg/L，相对标准偏差为 4.7%~17%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.063~0.103 μg/L，标准偏差为 0.0023~0.0164 μg/L，相对标准偏差为 3.6%~18%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.330~0.418 μg/L，标准偏差为 0.0066~0.0442 μg/L，相对标准偏差为 1.8%~13%。

表 1-17　地下水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.019	0.017	0.018	0.019	0.018	0.017	0.018	0.0008	4.4	0.065	0.066	0.066	0.069	0.062	0.066	0.066	0.0024	3.6	0.358	0.363	0.385	0.395	0.379	0.370	0.375	0.0141	3.8
磺胺氯哒嗪	0.015	0.016	0.015	0.015	0.015	0.014	0.015	0.0008	5.5	0.064	0.065	0.069	0.067	0.067	0.062	0.065	0.0026	4.0	0.347	0.344	0.338	0.352	0.337	0.334	0.342	0.0069	2.0
磺胺甲基嘧啶	0.019	0.018	0.018	0.018	0.019	0.019	0.018	0.0005	3.0	0.071	0.066	0.067	0.065	0.070	0.064	0.067	0.0030	4.5	0.398	0.376	0.391	0.394	0.387	0.378	0.387	0.0088	2.3
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.013	0.014	0.014	0.013	0.013	0.013	0.013	0.0003	2.0	0.065	0.063	0.066	0.060	0.067	0.061	0.064	0.0028	4.5	0.379	0.355	0.362	0.361	0.358	0.363	0.363	0.0083	2.3
磺胺对甲氧嘧啶	0.014	0.014	0.014	0.014	0.015	0.014	0.014	0.0004	2.6	0.067	0.060	0.064	0.070	0.063	0.059	0.064	0.0041	6.4	0.351	0.346	0.335	0.359	0.354	0.341	0.347	0.0090	2.6
磺胺间甲氧嘧啶	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.0004	2.3	0.062	0.062	0.068	0.068	0.067	0.061	0.065	0.0033	5.1	0.350	0.351	0.364	0.362	0.359	0.349	0.356	0.0069	1.9

磺胺嘧啶	0.018	0.017	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.0009	5.2	0.063	0.061	0.062	0.068	0.068	0.062	0.064	0.0030	4.7	0.368	0.362	0.363	0.369	0.359	0.352	0.362	0.0060	1.7
磺胺甲噁唑	0.015	0.015	0.016	0.016	0.018	0.016	0.016	0.0010	6.4	0.061	0.068	0.066	0.063	0.062	0.070	0.065	0.0035	5.4	0.322	0.314	0.315	0.335	0.327	0.311	0.321	0.0091	2.8
诺氟沙星	0.021	0.021	0.023	0.019	0.019	0.019	0.020	0.0016	7.7	0.095	0.086	0.112	0.096	0.107	0.111	0.101	0.0104	10	0.375	0.344	0.414	0.330	0.352	0.453	0.378	0.0472	12
氧氟沙星	0.019	0.018	0.018	0.019	0.017	0.016	0.018	0.0014	7.8	0.079	0.086	0.082	0.075	0.084	0.087	0.082	0.0046	5.6	0.385	0.313	0.346	0.387	0.391	0.347	0.361	0.0312	8.6
培氟沙星	0.022	0.023	0.021	0.022	0.021	0.022	0.022	0.0007	3.0	0.086	0.098	0.098	0.086	0.090	0.093	0.092	0.0055	6.0	0.321	0.357	0.364	0.324	0.348	0.416	0.355	0.0347	9.8
环丙沙星	0.012	0.014	0.012	0.015	0.015	0.017	0.014	0.0018	13	0.073	0.094	0.090	0.078	0.092	0.084	0.085	0.0085	10	0.393	0.313	0.313	0.389	0.398	0.370	0.363	0.0396	11
恩诺沙星	0.021	0.020	0.020	0.019	0.019	0.018	0.019	0.0010	5.2	0.083	0.088	0.088	0.082	0.088	0.087	0.086	0.0028	3.3	0.398	0.328	0.355	0.314	0.329	0.370	0.349	0.0312	9.0
沙拉沙星	0.015	0.016	0.016	0.015	0.015	0.014	0.015	0.0006	4.2	0.061	0.065	0.071	0.064	0.063	0.071	0.066	0.0044	6.7	0.350	0.362	0.378	0.345	0.359	0.305	0.350	0.0246	7.0
双氟沙星	0.018	0.019	0.019	0.018	0.018	0.017	0.018	0.0007	4.1	0.069	0.079	0.082	0.072	0.071	0.080	0.076	0.0056	7.4	0.372	0.386	0.389	0.373	0.364	0.327	0.368	0.0223	6.1
西诺沙星	0.012	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.0004	3.2	0.070	0.086	0.092	0.079	0.083	0.082	0.082	0.0073	8.9	0.388	0.374	0.336	0.365	0.387	0.335	0.364	0.0237	6.5
洛美沙星	0.019	0.017	0.019	0.017	0.018	0.015	0.017	0.0014	8.2	0.072	0.076	0.075	0.074	0.072	0.068	0.073	0.0026	3.6	0.339	0.371	0.392	0.371	0.361	0.307	0.357	0.0297	8.3
吡哌酸	0.022	0.022	0.021	0.023	0.021	0.021	0.022	0.0008	3.8	0.076	0.084	0.089	0.078	0.078	0.081	0.081	0.0049	6.0	0.315	0.335	0.359	0.314	0.333	0.382	0.339	0.0265	7.8
达氟沙星	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.019	0.0018	9.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.092	0.0090	9.7	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4	0.369	0.0408	11

	21	19	20	21	18	16				81	02	94	83	93	01				15	69	98	39	67	29			
磺胺间二甲氧嘧啶	0.017	0.017	0.018	0.017	0.017	0.016	0.017	0.0007	4.3	0.062	0.066	0.067	0.068	0.067	0.064	0.065	0.0021	3.2	0.339	0.332	0.347	0.355	0.365	0.344	0.347	0.0116	3.3

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.022μg/L，标准偏差为 0.0003~0.0018μg/L，相对标准偏差为 2.0%~13%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.064~0.101μg/L，标准偏差为 0.0021~0.0104μg/L，相对标准偏差为 3.2%~10%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.321~0.387μg/L，标准偏差为 0.0060~0.0472μg/L，相对标准偏差为 1.7%~12%。

表 1-18　地下水加标样测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.013	0.013	0.012	0.012	0.014	0.013	0.013	0.0006	4.4	0.060	0.063	0.064	0.061	0.062	0.060	0.062	0.0012	2.0	0.395	0.308	0.386	0.399	0.377	0.384	0.375	0.0335	8.9
磺胺氯哒嗪	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.013	0.013	0.0001	1.0	0.064	0.066	0.068	0.062	0.065	0.065	0.065	0.0021	3.2	0.346	0.346	0.346	0.343	0.331	0.340	0.342	0.0061	1.8
磺胺甲基嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.013	0.013	0.0004	3.2	0.067	0.069	0.065	0.067	0.066	0.071	0.067	0.0020	2.9	0.302	0.310	0.309	0.306	0.382	0.397	0.334	0.0431	13
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.015	0.013	0.014	0.012	0.015	0.015	0.014	0.0011	7.7	0.068	0.071	0.070	0.065	0.068	0.067	0.068	0.0022	3.2	0.380	0.381	0.367	0.385	0.377	0.391	0.380	0.0082	2.2

磺胺对甲氧嘧啶	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.013	0.012	0.0002	1.9	0.069	0.070	0.071	0.064	0.067	0.073	0.069	0.0032	4.6	0.390	0.381	0.385	0.393	0.386	0.381	0.386	0.0048	1.2
磺胺间甲氧嘧啶	0.015	0.014	0.015	0.014	0.013	0.015	0.014	0.0009	6.5	0.068	0.071	0.071	0.068	0.068	0.073	0.070	0.0021	3.0	0.396	0.396	0.381	0.303	0.395	0.302	0.362	0.0467	13
磺胺嘧啶	0.012	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.0003	2.1	0.070	0.073	0.072	0.072	0.071	0.064	0.071	0.0032	4.6	0.390	0.386	0.379	0.365	0.375	0.397	0.382	0.0112	3
磺胺甲噁唑	0.014	0.012	0.012	0.013	0.013	0.014	0.013	0.0008	6.0	0.059	0.064	0.060	0.062	0.066	0.067	0.063	0.0034	5.4	0.348	0.337	0.334	0.341	0.336	0.346	0.341	0.0058	1.7
诺氟沙星	0.023	0.023	0.022	0.024	0.024	0.023	0.023	0.0005	2.3	0.100	0.095	0.099	0.098	0.099	0.101	0.099	0.0021	2.1	0.439	0.420	0.448	0.448	0.424	0.400	0.430	0.0187	4.3
氧氟沙星	0.018	0.017	0.017	0.016	0.015	0.017	0.017	0.0010	5.9	0.073	0.071	0.070	0.076	0.074	0.076	0.073	0.0025	3.4	0.316	0.392	0.393	0.390	0.300	0.373	0.361	0.0417	12
培氟沙星	0.016	0.017	0.017	0.018	0.015	0.017	0.017	0.0011	6.5	0.083	0.080	0.083	0.097	0.087	0.093	0.087	0.0065	7.4	0.481	0.436	0.481	0.395	0.438	0.382	0.436	0.0414	9.5
环丙沙星	0.023	0.022	0.022	0.022	0.023	0.022	0.022	0.0004	1.6	0.096	0.089	0.094	0.090	0.100	0.098	0.095	0.0042	4.5	0.381	0.383	0.396	0.423	0.407	0.382	0.395	0.0171	4.3
恩诺沙星	0.023	0.022	0.024	0.022	0.023	0.021	0.023	0.0009	4.0	0.097	0.110	0.113	0.103	0.103	0.104	0.105	0.0056	5.3	0.441	0.462	0.437	0.441	0.445	0.429	0.442	0.0109	2.5
沙拉沙星	0.023	0.022	0.022	0.023	0.021	0.022	0.022	0.0008	3.6	0.102	0.109	0.114	0.109	0.105	0.108	0.108	0.0041	3.8	0.401	0.394	0.383	0.514	0.408	0.455	0.426	0.0499	12
双氟沙星	0.029	0.022	0.024	0.027	0.026	0.024	0.025	0.0025	9.9	0.103	0.100	0.116	0.109	0.105	0.098	0.105	0.0067	6.4	0.439	0.432	0.432	0.511	0.450	0.491	0.459	0.0339	7.4
西诺沙星	0.020	0.015	0.016	0.022	0.021	0.015	0.018	0.0030	17	0.089	0.099	0.113	0.095	0.095	0.091	0.097	0.0084	8.6	0.352	0.328	0.319	0.451	0.354	0.431	0.373	0.0551	15
洛美沙星	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.020	0.0022	11	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.092	0.0040	4.3	0.3	0.3	0.3	0.4	0.3	0.3	0.360	0.0337	9.4

	21	18	19	23	23	18				88	94	99	92	91	90				45	45	27	15	39	86			
吡哌酸	0.022	0.027	0.024	0.020	0.021	0.025	0.023	0.0025	11	0.093	0.091	0.093	0.096	0.090	0.094	0.093	0.0020	2.1	0.522	0.498	0.497	0.403	0.453	0.398	0.462	0.0524	11
达氟沙星	0.025	0.024	0.025	0.023	0.022	0.025	0.024	0.0014	5.7	0.097	0.090	0.090	0.100	0.098	0.100	0.096	0.0047	4.9	0.498	0.492	0.521	0.432	0.480	0.411	0.472	0.0421	8.9
磺胺间二甲氧嘧啶	0.015	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014	0.0004	2.9	0.072	0.070	0.072	0.064	0.064	0.068	0.068	0.0036	5.3	0.388	0.380	0.373	0.393	0.381	0.374	0.382	0.0076	2.0

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.025 μg/L，标准偏差为 0.0001~0.0030 μg/L，相对标准偏差为 1.0%~17%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.062~0.108 μg/L，标准偏差为 0.0012~0.0084 μg/L，相对标准偏差为 2.0%~8.6%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.334~0.472 μg/L，标准偏差为 0.0048~0.0551 μg/L，相对标准偏差为 1.2%~15%。

表 1-19 地下水加标样测试数据

验证单位： 黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.017	0.018	0.017	0.017	0.017	0.019	0.018	0.0006	3.4	0.078	0.062	0.081	0.094	0.073	0.063	0.075	0.0119	16	0.568	0.432	0.448	0.564	0.572	0.414	0.500	0.0759	15
磺胺氯哒嗪	0.020	0.018	0.019	0.019	0.021	0.022	0.020	0.0014	7.2	0.080	0.065	0.072	0.085	0.075	0.089	0.078	0.0090	12	0.458	0.423	0.406	0.408	0.501	0.435	0.438	0.0361	8.2
磺胺甲基	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.020	0.0012	5.9	0.1	0.1	0.1	0.0	0.1	0.1	0.105	0.0107	10	0.521	0.55	0.60	0.46	0.51	0.55	0.535	0.0488	9.1

嘧啶	20	21	19	22	21	19				15	00	05	88	05	17					8	5	0	4	4			
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.022	0.021	0.019	0.018	0.018	0.020	0.020	0.0016	7.9	0.094	0.058	0.092	0.102	0.078	0.085	0.085	0.0155	18	0.551	0.430	0.505	0.598	0.583	0.483	0.525	0.0641	12
磺胺对甲氧嘧啶	0.018	0.017	0.017	0.021	0.022	0.019	0.019	0.0020	11	0.099	0.077	0.087	0.087	0.087	0.086	0.087	0.0071	8.2	0.417	0.349	0.365	0.480	0.401	0.416	0.404	0.0462	11
磺胺间甲氧嘧啶	0.020	0.020	0.020	0.019	0.021	0.020	0.020	0.0007	3.5	0.093	0.077	0.075	0.084	0.079	0.094	0.084	0.0081	9.7	0.443	0.418	0.407	0.527	0.455	0.460	0.452	0.0423	9.4
磺胺嘧啶	0.020	0.019	0.018	0.019	0.020	0.019	0.019	0.0007	3.7	0.095	0.086	0.096	0.086	0.086	0.100	0.092	0.0064	6.9	0.509	0.533	0.588	0.380	0.485	0.510	0.501	0.0688	14
磺胺甲噁唑	0.019	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.020	0.0006	3.1	0.093	0.076	0.105	0.100	0.094	0.091	0.093	0.0100	11	0.491	0.386	0.427	0.467	0.509	0.511	0.465	0.0497	11
诺氟沙星	0.018	0.020	0.020	0.018	0.018	0.022	0.020	0.0014	7.0	0.108	0.101	0.091	0.096	0.091	0.096	0.097	0.0066	6.8	0.519	0.556	0.540	0.584	0.548	0.522	0.545	0.0241	4.4
氧氟沙星	0.019	0.021	0.020	0.022	0.021	0.021	0.021	0.0009	4.4	0.100	0.098	0.100	0.088	0.098	0.102	0.098	0.0049	5.0	0.488	0.405	0.405	0.421	0.409	0.475	0.434	0.0377	8.7
培氟沙星	0.022	0.019	0.020	0.021	0.019	0.021	0.021	0.0011	5.5	0.083	0.074	0.074	0.075	0.067	0.061	0.072	0.0073	10	0.464	0.419	0.441	0.427	0.415	0.475	0.440	0.0249	5.6
环丙沙星	0.020	0.018	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.0012	5.7	0.078	0.082	0.087	0.076	0.074	0.077	0.079	0.0048	6.1	0.441	0.423	0.467	0.432	0.425	0.447	0.439	0.0164	3.7
恩诺沙星	0.022	0.022	0.020	0.019	0.019	0.021	0.020	0.0013	6.5	0.080	0.085	0.079	0.090	0.069	0.061	0.077	0.0107	14	0.424	0.378	0.358	0.445	0.359	0.394	0.393	0.0355	9.0
沙拉沙星	0.021	0.021	0.020	0.019	0.019	0.020	0.020	0.0006	3.2	0.122	0.118	0.102	0.105	0.081	0.099	0.104	0.0148	14	0.650	0.730	0.603	0.506	0.402	0.490	0.564	0.1196	21
双氟沙星	0.022	0.019	0.021	0.019	0.020	0.022	0.020	0.0012	5.8	0.117	0.115	0.097	0.092	0.091	0.091	0.101	0.0121	12	0.598	0.593	0.564	0.517	0.465	0.495	0.538	0.0546	10

西诺沙星	0.021	0.019	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020	0.0009	4.5	0.115	0.099	0.093	0.111	0.081	0.093	0.099	0.0126	13	0.541	0.560	0.599	0.550	0.567	0.535	0.559	0.0229	4.1
洛美沙星	0.020	0.021	0.021	0.021	0.022	0.021	0.021	0.0004	2.0	0.104	0.097	0.097	0.106	0.110	0.100	0.103	0.0052	5.1	0.564	0.548	0.506	0.524	0.473	0.540	0.526	0.0325	6.2
吡哌酸	0.020	0.019	0.021	0.019	0.021	0.021	0.020	0.0009	4.5	0.085	0.104	0.083	0.091	0.083	0.072	0.086	0.0107	12	0.454	0.413	0.523	0.565	0.421	0.542	0.486	0.0654	13
达氟沙星	0.020	0.019	0.022	0.019	0.020	0.018	0.020	0.0013	6.7	0.084	0.083	0.091	0.085	0.084	0.071	0.083	0.0065	7.8	0.427	0.396	0.377	0.482	0.418	0.510	0.435	0.0510	12
磺胺间二甲氧嘧啶	0.021	0.019	0.021	0.019	0.021	0.019	0.020	0.0010	5.0	0.093	0.083	0.080	0.099	0.095	0.079	0.088	0.0083	9.4	0.560	0.471	0.522	0.513	0.552	0.508	0.521	0.0321	6.2

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.018~0.021μg/L，标准偏差为 0.0004~0.0020μg/L，相对标准偏差为 2.0%~11%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.072~0.105μg/L，标准偏差为 0.0048~0.0155μg/L，相对标准偏差为 5.0%~18%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.393~0.564μg/L，标准偏差为 0.0164~0.1196μg/L，相对标准偏差为 3.7%~21%。

表 1-20　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：2023 年 11 月 26 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.014	0.0005	4.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.062	0.0020	3.2	0.3	0.4	0.4	0.3	0.4	0.4	0.395	0.0177	4.5

（基）嘧啶	13	13	14	13	14	14				60	63	65	63	60	63				79	00	10	67	10	02			
磺胺氯哒嗪	0.012	0.014	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.0008	6.7	0.072	0.066	0.070	0.066	0.070	0.065	0.068	0.0029	4.2	0.367	0.367	0.396	0.359	0.396	0.372	0.376	0.0159	4.2
磺胺甲基嘧啶	0.014	0.013	0.013	0.014	0.014	0.013	0.014	0.0005	4.1	0.072	0.067	0.068	0.069	0.073	0.067	0.069	0.0026	3.7	0.360	0.367	0.384	0.351	0.392	0.365	0.370	0.0153	4.1
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0006	4.5	0.074	0.068	0.071	0.070	0.064	0.069	0.069	0.0033	4.8	0.354	0.328	0.362	0.325	0.375	0.344	0.348	0.0195	5.6
磺胺对甲氧嘧啶	0.016	0.017	0.018	0.016	0.016	0.016	0.017	0.0007	4.1	0.060	0.075	0.068	0.065	0.063	0.080	0.069	0.0076	11	0.590	0.564	0.516	0.566	0.495	0.460	0.532	0.0495	9.3
磺胺间甲氧嘧啶	0.014	0.016	0.014	0.013	0.016	0.014	0.015	0.0014	9.4	0.075	0.081	0.070	0.072	0.068	0.061	0.071	0.0069	10	0.510	0.504	0.453	0.470	0.492	0.363	0.465	0.0545	12
磺胺嘧啶	0.016	0.016	0.016	0.015	0.015	0.015	0.016	0.0006	4.0	0.062	0.067	0.067	0.060	0.066	0.068	0.065	0.0032	5.0	0.477	0.512	0.446	0.429	0.487	0.424	0.462	0.0350	7.6
磺胺甲噁唑	0.017	0.017	0.017	0.015	0.016	0.016	0.017	0.0006	3.8	0.065	0.072	0.069	0.060	0.068	0.060	0.066	0.0050	7.6	0.519	0.518	0.415	0.488	0.463	0.398	0.467	0.0514	11
诺氟沙星	0.018	0.018	0.018	0.017	0.017	0.017	0.017	0.0006	3.5	0.078	0.078	0.072	0.078	0.073	0.071	0.075	0.0033	4.3	0.514	0.544	0.448	0.493	0.493	0.437	0.488	0.0404	8.3
氧氟沙星	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.0005	3.0	0.076	0.074	0.068	0.069	0.065	0.076	0.071	0.0046	6.5	0.469	0.540	0.524	0.547	0.495	0.469	0.508	0.0345	6.8
培氟沙星	0.019	0.017	0.019	0.017	0.019	0.017	0.018	0.0008	4.7	0.067	0.069	0.066	0.074	0.068	0.072	0.069	0.0030	4.0	0.459	0.492	0.418	0.474	0.405	0.379	0.438	0.0440	10
环丙沙星	0.015	0.018	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017	0.0009	5.5	0.068	0.066	0.067	0.069	0.064	0.062	0.066	0.0027	4.1	0.541	0.480	0.515	0.502	0.423	0.407	0.478	0.0529	11
恩诺沙星	0.019	0.018	0.020	0.018	0.018	0.018	0.018	0.0007	4.0	0.077	0.081	0.074	0.079	0.073	0.073	0.076	0.0033	4.3	0.549	0.560	0.449	0.526	0.522	0.442	0.508	0.0502	9.9

63

沙拉沙星	0.015	0.016	0.019	0.019	0.020	0.017	0.018	0.0018	10	0.065	0.074	0.070	0.073	0.060	0.074	0.069	0.0055	7.9	0.530	0.509	0.464	0.502	0.433	0.405	0.474	0.0484	10
双氟沙星	0.014	0.017	0.012	0.014	0.015	0.013	0.014	0.0017	12	0.069	0.066	0.061	0.064	0.066	0.067	0.066	0.0027	4.1	0.514	0.460	0.433	0.507	0.455	0.429	0.466	0.0363	7.8
西诺沙星	0.016	0.015	0.016	0.015	0.017	0.017	0.016	0.0007	4.6	0.069	0.078	0.067	0.069	0.066	0.070	0.070	0.0041	5.9	0.510	0.525	0.415	0.477	0.440	0.397	0.461	0.0517	11
洛美沙星	0.018	0.017	0.018	0.015	0.016	0.017	0.017	0.0011	6.7	0.073	0.078	0.069	0.073	0.064	0.067	0.071	0.0050	7.0	0.536	0.512	0.442	0.512	0.451	0.417	0.478	0.0478	10
吡哌酸	0.016	0.017	0.016	0.015	0.015	0.015	0.016	0.0008	5.1	0.064	0.061	0.063	0.063	0.061	0.068	0.063	0.0026	4.1	0.480	0.486	0.378	0.489	0.410	0.409	0.442	0.0487	11
达氟沙星	0.018	0.018	0.016	0.015	0.014	0.017	0.016	0.0016	9.7	0.070	0.069	0.064	0.064	0.063	0.063	0.066	0.0032	4.8	0.495	0.485	0.419	0.497	0.466	0.423	0.464	0.0351	7.6
磺胺间二甲氧嘧啶	0.012	0.012	0.012	0.013	0.012	0.014	0.012	0.0007	5.7	0.070	0.065	0.067	0.066	0.070	0.064	0.067	0.0025	3.8	0.347	0.373	0.390	0.353	0.369	0.371	0.367	0.0154	4.2

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.018μg/L，标准偏差为 0.0005~0.0018μg/L，相对标准偏差为 3.0%~12%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.062~0.076μg/L，标准偏差为 0.0020~0.0076μg/L，相对标准偏差为 3.2%~11%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.348~0.532μg/L，标准偏差为 0.0153~0.0545μg/L，相对标准偏差为 4.1%~12%。

表 1-21　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：2023 年 11 月 29 日

目标物	测定结果（μg/L）	平均值	标准偏	相对	测定结果（μg/L）	平均值	标准偏	相对	测定结果（μg/L）	平均值	标准偏	相对

	1	2	3	4	5	6	（μg/L）	差（μg/L）	标准偏差（%）	1	2	3	4	5	6	（μg/L）	差（μg/L）	标准偏差（%）	1	2	3	4	5	6	（μg/L）	差（μg/L）	标准偏差（%）
磺胺二甲（基）嘧啶	0.016	0.018	0.017	0.017	0.017	0.018	0.017	0.0008	4.4	0.068	0.067	0.087	0.084	0.071	0.069	0.074	0.0088	12	0.534	0.435	0.425	0.555	0.526	0.409	0.481	0.0644	13
磺胺氯哒嗪	0.021	0.018	0.022	0.019	0.021	0.022	0.021	0.0016	8.0	0.085	0.086	0.097	0.074	0.079	0.082	0.084	0.0078	9.3	0.451	0.421	0.451	0.452	0.552	0.416	0.457	0.0492	11
磺胺甲基嘧啶	0.022	0.021	0.018	0.022	0.021	0.019	0.021	0.0016	8.0	0.103	0.112	0.114	0.093	0.112	0.105	0.107	0.0079	7.4	0.545	0.526	0.601	0.414	0.514	0.546	0.524	0.0617	12
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.021	0.021	0.022	0.018	0.019	0.02	0.020	0.0015	7.3	0.092	0.08	0.092	0.109	0.079	0.086	0.090	0.0110	12	0.518	0.432	0.514	0.508	0.513	0.414	0.483	0.0471	9.7
磺胺对甲氧嘧啶	0.014	0.017	0.017	0.015	0.016	0.019	0.016	0.0018	11	0.091	0.079	0.103	0.093	0.088	0.098	0.092	0.0083	9.0	0.425	0.370	0.350	0.547	0.417	0.466	0.429	0.0709	17
磺胺间甲氧嘧啶	0.022	0.021	0.022	0.019	0.021	0.021	0.021	0.0011	5.2	0.094	0.072	0.079	0.095	0.083	0.092	0.086	0.0093	11	0.452	0.443	0.391	0.601	0.473	0.515	0.479	0.0721	15
磺胺嘧啶	0.022	0.019	0.022	0.019	0.021	0.019	0.020	0.0015	7.4	0.093	0.081	0.094	0.083	0.087	0.107	0.091	0.0095	10	0.519	0.565	0.564	0.433	0.504	0.571	0.526	0.0532	10
磺胺甲噁唑	0.018	0.021	0.022	0.021	0.02	0.021	0.021	0.0014	6.7	0.095	0.077	0.103	0.111	0.087	0.092	0.094	0.0119	13	0.501	0.409	0.410	0.532	0.529	0.572	0.492	0.0681	14
诺氟沙星	0.019	0.021	0.022	0.018	0.019	0.022	0.020	0.0017	8.5	0.12	0.104	0.083	0.094	0.098	0.097	0.099	0.0123	12	0.529	0.589	0.518	0.598	0.570	0.585	0.565	0.0333	5.9
氧氟沙星	0.019	0.018	0.02	0.022	0.022	0.021	0.020	0.0016	8.0	0.121	0.097	0.101	0.086	0.093	0.112	0.102	0.0128	13	0.498	0.429	0.389	0.480	0.425	0.532	0.459	0.0533	12
培氟沙星	0.021	0.019	0.022	0.021	0.018	0.022	0.021	0.0016	8.0	0.083	0.074	0.074	0.075	0.067	0.061	0.072	0.0075	10	0.473	0.444	0.423	0.487	0.432	0.532	0.465	0.0408	8.8

环丙沙星	0.021	0.018	0.021	0.022	0.022	0.02	0.021	0.0015	7.3	0.078	0.082	0.087	0.076	0.074	0.077	0.079	0.0047	6.0	0.450	0.448	0.448	0.492	0.442	0.501	0.464	0.0258	5.6
恩诺沙星	0.022	0.02	0.021	0.019	0.018	0.021	0.020	0.0015	7.3	0.08	0.085	0.079	0.09	0.069	0.061	0.077	0.0106	14	0.432	0.401	0.344	0.507	0.373	0.441	0.416	0.0575	14
沙拉沙星	0.021	0.021	0.021	0.018	0.019	0.022	0.020	0.0015	7.4	0.122	0.118	0.102	0.105	0.081	0.099	0.105	0.0147	14	0.563	0.525	0.579	0.577	0.418	0.549	0.535	0.0607	11
双氟沙星	0.022	0.019	0.021	0.019	0.02	0.022	0.021	0.0014	6.7	0.114	0.113	0.096	0.092	0.093	0.091	0.100	0.0107	11	0.610	0.629	0.541	0.589	0.484	0.554	0.568	0.0527	9.3
西诺沙星	0.02	0.018	0.019	0.021	0.022	0.022	0.020	0.0016	8.0	0.119	0.091	0.093	0.103	0.091	0.092	0.098	0.0112	11	0.552	0.594	0.575	0.427	0.590	0.599	0.556	0.0655	12
洛美沙星	0.021	0.022	0.022	0.021	0.021	0.02	0.021	0.0008	3.6	0.112	0.094	0.092	0.102	0.117	0.105	0.104	0.0098	9.5	0.575	0.581	0.486	0.597	0.492	0.589	0.553	0.0506	9.1
吡哌酸	0.021	0.02	0.022	0.019	0.022	0.021	0.021	0.0012	5.6	0.089	0.1	0.086	0.091	0.073	0.078	0.086	0.0096	11	0.463	0.438	0.502	0.573	0.438	0.563	0.496	0.0605	12
达氟沙星	0.022	0.018	0.022	0.019	0.021	0.019	0.020	0.0017	8.5	0.082	0.082	0.09	0.085	0.081	0.078	0.083	0.0041	4.9	0.436	0.420	0.362	0.549	0.435	0.571	0.462	0.0810	18
磺胺间二甲氧嘧啶	0.02	0.018	0.022	0.02	0.021	0.02	0.020	0.0013	6.6	0.093	0.082	0.083	0.097	0.099	0.073	0.088	0.0101	12	0.571	0.499	0.501	0.585	0.574	0.569	0.550	0.0389	7.1

结论：固相萃取法实验结果显示，选择地下水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.016~0.021μg/L，标准偏差为 0.0008~0.0018μg/L，相对标准偏差为 3.6%~11%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.072~0.107μg/L，标准偏差为 0.0041~0.0147μg/L，相对标准偏差为 4.9%~14%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.416~0.568μg/L，标准偏差为 0.0258~0.0810μg/L，相对标准偏差为 5.6%~18%。

1.3.3 湖水加标样精密度测试数据

表 1-22～表 1-27 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地下水加标样的精密度测试数据。

表 1-22　湖水加标样测试数据

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.017	0.017	0.015	0.015	0.018	0.018	0.017	0.0013	7.7	0.064	0.074	0.070	0.072	0.066	0.071	0.069	0.0036	5.2	0.371	0.406	0.384	0.396	0.368	0.371	0.383	0.0157	4.1
磺胺氯哒嗪	0.013	0.013	0.014	0.015	0.016	0.013	0.014	0.0010	7.4	0.060	0.066	0.066	0.063	0.069	0.069	0.066	0.0036	5.5	0.395	0.394	0.302	0.392	0.395	0.380	0.376	0.0370	9.8
磺胺甲基嘧啶	0.017	0.017	0.017	0.018	0.017	0.017	0.017	0.0005	2.7	0.070	0.071	0.073	0.069	0.068	0.073	0.071	0.0019	2.7	0.406	0.404	0.410	0.387	0.360	0.392	0.393	0.0183	4.7
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.016	0.020	0.017	0.020	0.017	0.016	0.018	0.0017	9.5	0.061	0.060	0.064	0.066	0.063	0.066	0.063	0.0026	4.0	0.404	0.407	0.362	0.391	0.381	0.364	0.385	0.0193	5.0
磺胺对甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.014	0.015	0.016	0.013	0.014	0.0010	7.4	0.060	0.063	0.060	0.067	0.064	0.063	0.063	0.0025	4.0	0.328	0.356	0.328	0.326	0.334	0.332	0.334	0.0111	3.3
磺胺间甲氧嘧啶	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.0002	1.7	0.070	0.069	0.061	0.069	0.067	0.067	0.067	0.0030	4.5	0.389	0.301	0.386	0.300	0.397	0.397	0.362	0.0476	13
磺胺嘧啶	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.014	0.0008	5.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.067	0.0016	2.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.334	0.0120	3.6

	16	15	14	14	14	14				68	70	66	68	68	65				30	44	20	50	40	23			
磺胺甲噁唑	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.0004	3.5	0.065	0.065	0.070	0.062	0.060	0.061	0.064	0.0037	5.8	0.378	0.371	0.336	0.378	0.345	0.340	0.358	0.0197	5.5
诺氟沙星	0.021	0.021	0.021	0.017	0.022	0.019	0.020	0.0017	8.7	0.079	0.077	0.088	0.074	0.069	0.072	0.076	0.0065	8.5	0.374	0.399	0.340	0.389	0.418	0.407	0.388	0.0279	7.2
氧氟沙星	0.013	0.013	0.015	0.013	0.013	0.014	0.013	0.0009	6.4	0.108	0.104	0.109	0.116	0.100	0.112	0.108	0.0057	5.3	0.566	0.597	0.572	0.592	0.561	0.534	0.570	0.0225	4.0
培氟沙星	0.015	0.015	0.015	0.014	0.016	0.013	0.015	0.0009	6.4	0.104	0.101	0.114	0.107	0.106	0.115	0.108	0.0053	4.9	0.358	0.337	0.415	0.368	0.338	0.393	0.368	0.0309	8.4
环丙沙星	0.014	0.014	0.014	0.017	0.014	0.014	0.014	0.0012	8.3	0.109	0.111	0.120	0.106	0.107	0.120	0.112	0.0061	5.4	0.374	0.335	0.321	0.385	0.439	0.410	0.377	0.0445	12
恩诺沙星	0.013	0.015	0.014	0.014	0.012	0.014	0.014	0.0008	5.9	0.113	0.115	0.110	0.102	0.117	0.117	0.112	0.0057	5.1	0.470	0.454	0.418	0.447	0.412	0.426	0.438	0.0229	5.2
沙拉沙星	0.012	0.014	0.012	0.014	0.013	0.014	0.013	0.0009	6.7	0.110	0.099	0.109	0.101	0.112	0.102	0.105	0.0054	5.1	0.455	0.437	0.448	0.449	0.436	0.455	0.446	0.0086	1.9
双氟沙星	0.015	0.014	0.014	0.014	0.014	0.013	0.014	0.0006	4.4	0.116	0.112	0.120	0.119	0.114	0.100	0.114	0.0072	6.4	0.463	0.456	0.417	0.415	0.438	0.415	0.434	0.0216	5.0
西诺沙星	0.015	0.014	0.014	0.018	0.017	0.015	0.015	0.0018	12	0.109	0.118	0.108	0.107	0.118	0.101	0.110	0.0067	6.1	0.499	0.479	0.412	0.465	0.439	0.480	0.462	0.0313	6.8
洛美沙星	0.013	0.013	0.013	0.015	0.012	0.015	0.013	0.0011	7.9	0.108	0.101	0.105	0.102	0.115	0.107	0.106	0.0049	4.6	0.439	0.447	0.426	0.423	0.461	0.401	0.433	0.0210	4.8
吡哌酸	0.014	0.014	0.015	0.013	0.014	0.014	0.014	0.0007	5.3	0.109	0.119	0.101	0.108	0.102	0.102	0.107	0.0071	6.6	0.407	0.407	0.477	0.479	0.477	0.488	0.456	0.0380	8.3
达氟沙星	0.014	0.014	0.013	0.015	0.014	0.013	0.014	0.0007	4.9	0.111	0.107	0.103	0.117	0.102	0.113	0.109	0.0060	5.5	0.440	0.444	0.390	0.441	0.463	0.380	0.426	0.0332	7.8

磺胺间二甲氧嘧啶	0.014	0.013	0.012	0.013	0.014	0.013	0.013	0.0005	3.5	0.067	0.060	0.063	0.069	0.064	0.067	0.065	0.0033	5.0	0.385	0.391	0.339	0.329	0.335	0.342	0.353	0.0271	7.7

结论：固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.020 μg/L，标准偏差为 0.0002~0.0018 μg/L，相对标准偏差为 1.7%~12%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.063~0.114 μg/L，标准偏差为 0.0016~0.0072 μg/L，相对标准偏差为 2.3%~8.5%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.334~0.570 μg/L，标准偏差为 0.0086~0.0476 μg/L，相对标准偏差为 1.9%~13%。

1-23 湖水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.016	0.015	0.015	0.017	0.016	0.016	0.016	0.0007	4.4	0.069	0.070	0.069	0.071	0.070	0.073	0.070	0.0015	2.2	0.391	0.380	0.414	0.392	0.414	0.397	0.398	0.0137	3.4
磺胺氯哒嗪	0.012	0.011	0.012	0.011	0.013	0.013	0.012	0.0006	5.2	0.068	0.066	0.060	0.062	0.066	0.067	0.065	0.0030	4.7	0.319	0.319	0.321	0.313	0.340	0.315	0.321	0.0096	3.0
磺胺甲基嘧啶	0.017	0.016	0.019	0.016	0.018	0.018	0.017	0.0012	6.9	0.072	0.074	0.069	0.075	0.070	0.072	0.072	0.0021	2.9	0.428	0.430	0.440	0.434	0.422	0.424	0.430	0.0065	1.5
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.014	0.015	0.014	0.013	0.014	0.0008	5.9	0.065	0.062	0.066	0.061	0.062	0.065	0.064	0.0024	3.7	0.443	0.439	0.410	0.408	0.408	0.406	0.419	0.0170	4.0
磺胺对甲	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.013	0.0003	2.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.066	0.0014	2.1	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.356	0.0125	3.5

氧嘧啶	13	13	13	13	13	13				64	66	66	66	65	68				60	57	70	33	61	54			
磺胺间甲氧嘧啶	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.013	0.0004	3.1	0.067	0.070	0.067	0.064	0.065	0.069	0.067	0.0022	3.3	0.327	0.324	0.341	0.342	0.329	0.318	0.330	0.0095	2.9
磺胺嘧啶	0.014	0.013	0.014	0.013	0.014	0.014	0.014	0.0005	3.3	0.067	0.063	0.064	0.065	0.061	0.061	0.063	0.0024	3.8	0.366	0.367	0.367	0.354	0.366	0.357	0.363	0.0057	1.6
磺胺甲噁唑	0.014	0.013	0.012	0.012	0.014	0.012	0.013	0.0009	6.8	0.070	0.067	0.066	0.068	0.064	0.069	0.067	0.0021	3.2	0.373	0.386	0.396	0.386	0.358	0.375	0.379	0.0133	3.5
诺氟沙星	0.017	0.019	0.015	0.018	0.013	0.015	0.016	0.0021	13	0.064	0.086	0.069	0.070	0.084	0.084	0.076	0.0097	13	0.312	0.447	0.351	0.380	0.411	0.377	0.380	0.0467	12
氧氟沙星	0.013	0.017	0.013	0.013	0.013	0.015	0.014	0.0016	12	0.102	0.114	0.106	0.108	0.084	0.104	0.103	0.0102	9.9	0.600	0.597	0.516	0.596	0.502	0.539	0.558	0.0449	8.0
培氟沙星	0.018	0.017	0.016	0.017	0.016	0.019	0.017	0.0013	7.6	0.107	0.106	0.113	0.125	0.123	0.121	0.116	0.0082	7.1	0.549	0.586	0.511	0.577	0.548	0.512	0.547	0.0315	5.8
环丙沙星	0.020	0.018	0.023	0.017	0.018	0.016	0.019	0.0024	13	0.126	0.128	0.127	0.111	0.118	0.128	0.123	0.0070	5.7	0.442	0.523	0.430	0.543	0.444	0.454	0.473	0.0478	10
恩诺沙星	0.015	0.014	0.012	0.014	0.013	0.013	0.013	0.0009	7.0	0.103	0.111	0.108	0.107	0.101	0.113	0.107	0.0046	4.3	0.538	0.561	0.529	0.584	0.595	0.596	0.567	0.0291	5.1
沙拉沙星	0.014	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013	0.0005	3.5	0.115	0.122	0.102	0.103	0.106	0.117	0.111	0.0083	7.5	0.591	0.608	0.599	0.621	0.640	0.641	0.616	0.0213	3.4
双氟沙星	0.013	0.014	0.012	0.012	0.013	0.012	0.013	0.0006	4.9	0.109	0.113	0.113	0.109	0.100	0.107	0.109	0.0049	4.5	0.505	0.515	0.580	0.527	0.513	0.570	0.535	0.0318	5.9
西诺沙星	0.013	0.012	0.016	0.012	0.018	0.016	0.014	0.0024	17	0.120	0.122	0.114	0.110	0.123	0.120	0.118	0.0052	4.4	0.537	0.579	0.592	0.549	0.521	0.513	0.549	0.0316	5.8
洛美沙星	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.0003	2.5	0.111	0.108	0.110	0.106	0.112	0.112	0.110	0.0027	2.4	0.602	0.684	0.623	0.591	0.654	0.640	0.632	0.0345	5.5

吡哌酸	0.015	0.017	0.014	0.015	0.015	0.014	0.015	0.0011	7.0	0.120	0.112	0.117	0.109	0.101	0.102	0.110	0.0076	6.9	0.573	0.565	0.553	0.533	0.567	0.511	0.550	0.0240	4.4
达氟沙星	0.015	0.015	0.018	0.020	0.016	0.017	0.017	0.0019	11	0.128	0.117	0.102	0.117	0.119	0.112	0.116	0.0084	7.3	0.428	0.355	0.410	0.440	0.412	0.328	0.396	0.0441	11
磺胺间二甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013	0.0005	3.8	0.064	0.061	0.066	0.070	0.069	0.061	0.065	0.0038	5.9	0.322	0.342	0.337	0.310	0.324	0.346	0.330	0.0136	4.1

结论：固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.019μg/L，标准偏差为 0.0003~0.0024μg/L，相对标准偏差为 2.3%~17%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.063~0.123μg/L，标准偏差为 0.0014~0.0102μg/L，相对标准偏差为 2.1%~13%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.321~0.632μg/L，标准偏差为 0.0057~0.0478μg/L，相对标准偏差为 1.5%~12%。

表 1-24　湖水加标样测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.013	0.0002	1.6	0.063	0.067	0.066	0.070	0.066	0.070	0.067	0.0025	3.8	0.392	0.313	0.393	0.305	0.400	0.394	0.366	0.0446	12
磺胺氯	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.013	0.0003	2.6	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.065	0.0039	5.9	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.317	0.0095	3.0

哒嗪	13	12	12	13	12	13				67	62	69	70	61	63				14	20	25	13	02	28			
磺胺甲基嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.0002	1.7	0.064	0.066	0.069	0.068	0.067	0.067	0.067	0.0018	2.7	0.364	0.300	0.298	0.381	0.388	0.384	0.353	0.0420	12
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.012	0.013	0.011	0.012	0.014	0.013	0.012	0.0010	8.0	0.062	0.063	0.061	0.061	0.061	0.062	0.062	0.0007	1.2	0.388	0.305	0.303	0.315	0.302	0.308	0.320	0.0336	10
磺胺对甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.0003	2.4	0.067	0.069	0.062	0.066	0.063	0.068	0.066	0.0026	4.0	0.358	0.377	0.380	0.365	0.376	0.380	0.373	0.0091	2.4
磺胺间甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.0002	1.5	0.066	0.063	0.069	0.061	0.066	0.067	0.065	0.0027	4.1	0.356	0.376	0.359	0.351	0.358	0.380	0.363	0.0114	3.1
磺胺嘧啶	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.0002	1.7	0.063	0.064	0.064	0.066	0.064	0.065	0.064	0.0009	1.4	0.322	0.334	0.333	0.323	0.341	0.344	0.333	0.0091	2.7
磺胺甲噁唑	0.013	0.013	0.012	0.012	0.012	0.013	0.013	0.0003	2.5	0.066	0.068	0.070	0.069	0.068	0.067	0.068	0.0014	2.1	0.397	0.311	0.307	0.303	0.312	0.320	0.325	0.0359	11
诺氟沙星	0.019	0.016	0.015	0.014	0.017	0.015	0.016	0.0017	11	0.104	0.112	0.103	0.096	0.095	0.100	0.102	0.0061	6.0	0.426	0.451	0.434	0.448	0.404	0.416	0.430	0.0183	4.3
氧氟沙星	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.0004	3.4	0.066	0.067	0.062	0.069	0.065	0.062	0.065	0.0028	4.2	0.390	0.396	0.384	0.380	0.383	0.394	0.388	0.0066	1.7
培氟沙星	0.022	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.021	0.0009	4.3	0.112	0.111	0.094	0.104	0.116	0.102	0.107	0.0079	7.4	0.546	0.539	0.582	0.526	0.526	0.487	0.534	0.0311	5.8
环丙沙星	0.022	0.021	0.022	0.022	0.024	0.023	0.022	0.0009	4.0	0.089	0.100	0.080	0.090	0.091	0.093	0.091	0.0062	6.9	0.394	0.410	0.396	0.395	0.389	0.422	0.401	0.0126	3.2
恩诺沙星	0.023	0.023	0.024	0.023	0.023	0.025	0.023	0.0008	3.5	0.125	0.118	0.111	0.120	0.105	0.109	0.114	0.0075	6.6	0.569	0.534	0.581	0.471	0.516	0.510	0.530	0.0403	7.6

沙拉沙星	0.022	0.025	0.023	0.025	0.025	0.024	0.024	0.0014	6.0	0.081	0.070	0.076	0.067	0.078	0.083	0.076	0.0064	8.5	0.368	0.331	0.386	0.398	0.307	0.396	0.364	0.0373	10
双氟沙星	0.023	0.023	0.022	0.023	0.024	0.019	0.022	0.0017	7.6	0.117	0.116	0.107	0.104	0.102	0.120	0.111	0.0074	6.6	0.545	0.586	0.563	0.503	0.497	0.501	0.533	0.0375	7.0
西诺沙星	0.021	0.025	0.021	0.022	0.023	0.018	0.022	0.0024	11	0.116	0.125	0.106	0.115	0.128	0.114	0.117	0.0077	6.6	0.452	0.553	0.468	0.530	0.535	0.502	0.507	0.0401	7.9
洛美沙星	0.017	0.019	0.015	0.017	0.018	0.016	0.017	0.0014	8.5	0.067	0.066	0.064	0.068	0.074	0.072	0.068	0.0037	5.5	0.382	0.331	0.381	0.397	0.399	0.376	0.378	0.0248	6.6
吡哌酸	0.020	0.018	0.019	0.013	0.014	0.016	0.017	0.0028	16	0.070	0.066	0.067	0.063	0.064	0.069	0.066	0.0027	4.1	0.368	0.370	0.381	0.352	0.365	0.349	0.364	0.0118	3.2
达氟沙星	0.030	0.029	0.030	0.029	0.029	0.029	0.029	0.0007	2.2	0.117	0.118	0.125	0.110	0.124	0.111	0.118	0.0063	5.3	0.620	0.655	0.645	0.631	0.674	0.633	0.643	0.0195	3.0
磺胺间二甲氧嘧啶	0.012	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.012	0.0003	2.3	0.064	0.066	0.067	0.063	0.066	0.063	0.065	0.0015	2.4	0.389	0.316	0.305	0.309	0.299	0.310	0.321	0.0336	10

结论：固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.012~0.029 μg/L，标准偏差为 0.0002~0.0028 μg/L，相对标准偏差为 1.5%~16%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.062~0.118 μg/L，标准偏差为 0.0007~0.0079 μg/L，相对标准偏差为 1.2%~8.5%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.317~0.643 μg/L，标准偏差为 0.0066~0.0446 μg/L，相对标准偏差为 1.7%~12%。

表 1-25　湖水加标样测试数据

验证单位：黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）	平均	标准	相对	测定结果（μg/L）	平均	标准	相对	测定结果（μg/L）	平均	标准	相对

	1	2	3	4	5	6	值（μg/L）	偏差（μg/L）	标准偏差（%）	1	2	3	4	5	6	值（μg/L）	偏差（μg/L）	标准偏差（%）	1	2	3	4	5	6	值（μg/L）	偏差（μg/L）	标准偏差（%）
磺胺二甲（基）嘧啶	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018	0.0006	3.5	0.122	0.121	0.116	0.113	0.110	0.116	0.116	0.0047	4.0	0.731	0.620	0.572	0.568	0.607	0.547	0.607	0.0664	11
磺胺氯哒嗪	0.018	0.017	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017	0.0008	4.6	0.072	0.086	0.072	0.075	0.080	0.069	0.076	0.0061	8.0	0.546	0.492	0.628	0.530	0.466	0.478	0.523	0.0596	11
磺胺甲基嘧啶	0.021	0.020	0.022	0.020	0.020	0.019	0.020	0.0010	4.9	0.117	0.105	0.104	0.108	0.109	0.098	0.107	0.0062	5.8	0.538	0.531	0.459	0.521	0.526	0.573	0.525	0.0373	7.1
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.019	0.020	0.021	0.021	0.020	0.021	0.020	0.0006	3.1	0.104	0.104	0.106	0.102	0.095	0.085	0.099	0.0081	8.1	0.643	0.611	0.562	0.571	0.541	0.626	0.593	0.0403	6.8
磺胺对甲氧嘧啶	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.020	0.018	0.0008	4.3	0.099	0.105	0.106	0.109	0.116	0.107	0.107	0.0056	5.2	0.350	0.382	0.486	0.345	0.404	0.363	0.388	0.0527	14
磺胺间甲氧嘧啶	0.019	0.020	0.022	0.019	0.019	0.021	0.020	0.0012	5.7	0.101	0.121	0.114	0.096	0.101	0.112	0.107	0.0098	9.1	0.416	0.464	0.514	0.471	0.445	0.499	0.468	0.0353	7.5
磺胺嘧啶	0.020	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.0003	1.6	0.084	0.083	0.079	0.076	0.077	0.077	0.079	0.0032	4.0	0.478	0.444	0.457	0.498	0.452	0.449	0.463	0.0208	4.5
磺胺甲噁唑	0.019	0.020	0.020	0.019	0.018	0.018	0.019	0.0008	4.0	0.089	0.110	0.100	0.093	0.081	0.087	0.093	0.0103	11	0.578	0.504	0.539	0.517	0.544	0.580	0.544	0.0310	5.7
诺氟沙星	0.018	0.021	0.019	0.019	0.022	0.018	0.020	0.0016	8.0	0.110	0.113	0.116	0.091	0.091	0.104	0.104	0.0109	10	0.593	0.535	0.528	0.623	0.587	0.548	0.569	0.0378	6.6
氧氟沙星	0.020	0.022	0.021	0.022	0.019	0.021	0.021	0.0010	5.0	0.082	0.098	0.115	0.101	0.097	0.091	0.097	0.0110	11	0.428	0.518	0.403	0.421	0.431	0.461	0.444	0.0410	9.2

培氟沙星	0.021	0.020	0.019	0.020	0.020	0.021	0.020	0.0009	4.5	0.071	0.071	0.077	0.088	0.077	0.072	0.076	0.0064	8.4	0.483	0.469	0.448	0.482	0.484	0.497	0.477	0.0169	3.5
环丙沙星	0.021	0.019	0.020	0.020	0.022	0.020	0.020	0.0011	5.5	0.095	0.107	0.109	0.118	0.102	0.090	0.104	0.0101	9.7	0.569	0.598	0.571	0.597	0.584	0.595	0.586	0.0132	2.2
恩诺沙星	0.020	0.019	0.021	0.020	0.019	0.020	0.020	0.0008	4.0	0.084	0.109	0.087	0.087	0.080	0.079	0.087	0.0109	12	0.429	0.507	0.394	0.512	0.515	0.523	0.480	0.0545	11
沙拉沙星	0.021	0.019	0.020	0.021	0.019	0.021	0.020	0.0009	4.5	0.102	0.117	0.119	0.123	0.111	0.136	0.118	0.0116	9.8	0.438	0.566	0.581	0.660	0.579	0.585	0.568	0.0720	13
双氟沙星	0.020	0.021	0.019	0.020	0.019	0.020	0.020	0.0007	3.6	0.094	0.101	0.119	0.119	0.110	0.113	0.109	0.0098	9.0	0.558	0.617	0.591	0.642	0.604	0.639	0.609	0.0316	5.2
西诺沙星	0.021	0.021	0.021	0.019	0.018	0.019	0.020	0.0015	7.3	0.107	0.106	0.112	0.097	0.108	0.105	0.106	0.0051	4.8	0.515	0.548	0.583	0.578	0.553	0.521	0.549	0.0280	5.1
洛美沙星	0.019	0.019	0.020	0.018	0.021	0.021	0.020	0.0011	5.8	0.103	0.124	0.121	0.109	0.094	0.107	0.110	0.0114	10	0.411	0.546	0.443	0.479	0.502	0.486	0.478	0.0469	9.8
吡哌酸	0.021	0.021	0.021	0.022	0.021	0.021	0.021	0.0004	2.0	0.117	0.079	0.086	0.106	0.112	0.103	0.100	0.0150	15	0.407	0.409	0.491	0.491	0.439	0.434	0.445	0.0379	8.5
达氟沙星	0.021	0.019	0.020	0.018	0.018	0.022	0.020	0.0016	7.9	0.116	0.102	0.099	0.096	0.107	0.105	0.104	0.0070	6.7	0.533	0.551	0.552	0.538	0.572	0.596	0.557	0.0236	4.2
磺胺间二甲氧嘧啶	0.019	0.019	0.020	0.018	0.017	0.016	0.018	0.0016	8.5	0.103	0.087	0.097	0.077	0.086	0.076	0.088	0.0108	12	0.521	0.478	0.426	0.465	0.497	0.568	0.493	0.0489	9.9

结论：固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.017~0.021μg/L，标准偏差为 0.0003~0.0016μg/L，相对标准偏差为 1.6%~8.5%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.076~0.118μg/L，标准偏差为 0.0032~0.0150μg/L，相对标准偏差为 4.0%~15%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.388~0.609μg/L，标准偏差为 0.0132~0.0720μg/L，相对标准偏差为 2.2%~14%。

表 1-26 湖水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2023 年 11 月 26 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.014	0.013	0.0005	3.9	0.071	0.067	0.068	0.071	0.071	0.067	0.069	0.0020	3.0	0.348	0.326	0.340	0.342	0.330	0.350	0.339	0.0096	2.8
磺胺氯哒嗪	0.013	0.013	0.013	0.013	0.012	0.014	0.013	0.0005	4.1	0.107	0.098	0.100	0.090	0.109	0.105	0.101	0.0069	6.8	0.412	0.410	0.392	0.379	0.377	0.371	0.390	0.0175	4.5
磺胺甲基嘧啶	0.014	0.015	0.013	0.013	0.014	0.014	0.014	0.0008	5.4	0.066	0.065	0.071	0.071	0.067	0.068	0.068	0.0025	3.7	0.352	0.394	0.349	0.308	0.394	0.340	0.356	0.0333	9.3
磺胺邻二甲氧嘧啶	0.013	0.014	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.0006	4.9	0.067	0.069	0.065	0.068	0.070	0.062	0.067	0.0029	4.4	0.384	0.357	0.368	0.344	0.325	0.342	0.353	0.0209	5.9
磺胺对甲氧嘧啶	0.018	0.016	0.019	0.018	0.017	0.016	0.017	0.0010	5.6	0.063	0.064	0.070	0.061	0.065	0.064	0.065	0.0032	4.9	0.490	0.467	0.488	0.492	0.433	0.486	0.476	0.0231	4.9
磺胺间甲氧嘧啶	0.018	0.018	0.016	0.017	0.016	0.017	0.017	0.0009	5.5	0.068	0.065	0.070	0.065	0.067	0.068	0.067	0.0021	3.1	0.393	0.438	0.390	0.363	0.346	0.420	0.392	0.0342	8.7
磺胺嘧	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.016	0.0009	5.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.075	0.0014	1.9	0.341	0.36	0.31	0.39	0.37	0.38	0.363	0.0275	8

啶	16	16	15	16	18	17				74	77	76	73	75	75					8	9	1	5	4			
磺胺甲噁唑	0.020	0.020	0.024	0.021	0.019	0.021	0.021	0.0015	7.4	0.079	0.079	0.072	0.078	0.082	0.080	0.078	0.0033	4.2	0.465	0.485	0.441	0.421	0.399	0.531	0.457	0.0473	10
诺氟沙星	0.015	0.014	0.015	0.015	0.015	0.014	0.014	0.0007	4.8	0.076	0.072	0.074	0.073	0.081	0.072	0.075	0.0034	4.5	0.511	0.541	0.476	0.465	0.419	0.478	0.482	0.0415	8.6
氧氟沙星	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015	0.015	0.015	0.0006	3.7	0.077	0.082	0.082	0.081	0.078	0.084	0.081	0.0027	3.4	0.496	0.456	0.503	0.497	0.528	0.569	0.508	0.0374	7.4
培氟沙星	0.014	0.015	0.015	0.017	0.014	0.015	0.015	0.0012	8.0	0.064	0.069	0.061	0.069	0.061	0.060	0.064	0.0040	6.3	0.355	0.343	0.344	0.338	0.314	0.332	0.338	0.0139	4.1
环丙沙星	0.014	0.013	0.015	0.014	0.014	0.013	0.014	0.0008	5.7	0.072	0.074	0.064	0.060	0.071	0.063	0.067	0.0058	9	0.462	0.426	0.433	0.421	0.399	0.415	0.426	0.0211	4.9
恩诺沙星	0.016	0.015	0.017	0.015	0.016	0.015	0.016	0.0009	6.0	0.082	0.082	0.082	0.080	0.084	0.084	0.082	0.0017	2.0	0.526	0.571	0.511	0.488	0.456	0.547	0.517	0.0413	8.0
沙拉沙星	0.015	0.013	0.015	0.014	0.015	0.014	0.014	0.0009	6.4	0.074	0.071	0.078	0.078	0.078	0.062	0.074	0.0061	8.3	0.441	0.456	0.433	0.456	0.425	0.459	0.445	0.0139	3.1
双氟沙星	0.015	0.016	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016	0.0005	3.0	0.066	0.066	0.071	0.068	0.073	0.071	0.069	0.0031	4.5	0.438	0.411	0.442	0.443	0.397	0.414	0.424	0.0194	4.6
西诺沙星	0.014	0.012	0.015	0.013	0.014	0.014	0.014	0.0009	6.5	0.074	0.077	0.072	0.072	0.068	0.076	0.073	0.0033	4.5	0.394	0.352	0.372	0.348	0.351	0.369	0.364	0.0178	4.9
洛美沙星	0.013	0.012	0.014	0.013	0.013	0.012	0.013	0.0006	4.3	0.073	0.074	0.074	0.065	0.083	0.066	0.073	0.0065	8.9	0.455	0.370	0.431	0.402	0.380	0.452	0.415	0.0363	8.7
吡哌酸	0.015	0.014	0.016	0.015	0.015	0.014	0.015	0.0008	5.4	0.062	0.069	0.062	0.060	0.060	0.063	0.063	0.0033	5.2	0.355	0.373	0.337	0.309	0.390	0.392	0.359	0.0324	9
达氟沙星	0.012	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013	0.013	0.0005	3.7	0.065	0.068	0.066	0.065	0.065	0.065	0.066	0.0013	1.9	0.412	0.429	0.368	0.349	0.328	0.458	0.391	0.0501	13

磺胺间二甲氧嘧啶	0.013	0.013	0.013	0.015	0.013	0.014	0.014	0.0008	6.2	0.065	0.061	0.064	0.065	0.067	0.063	0.064	0.0020	3.2	0.319	0.393	0.331	0.328	0.392	0.334	0.349	0.0337	9.7

结论：固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.013~0.021μg/L，标准偏差为 0.0005~0.0015μg/L，相对标准偏差为 3.0%~8.0%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.063~0.101μg/L，标准偏差为 0.0013~0.0069μg/L，相对标准偏差为 1.9%~8.9%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.338~0.517μg/L，标准偏差为 0.0096~0.0501μg/L，相对标准偏差为 2.8%~13%。

表 1-27　湖水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	标准偏差（μg/L）	相对标准偏差（%）	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	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	0.015	0.016	0.014	0.015	0.015	0.017	0.015	0.0011	7.3	0.075	0.056	0.073	0.084	0.064	0.057	0.068	0.0110	16	0.523	0.421	0.430	0.502	0.532	0.398	0.468	0.0580	12
磺胺氯哒嗪	0.017	0.016	0.015	0.017	0.018	0.020	0.017	0.0016	9.5	0.077	0.059	0.065	0.076	0.066	0.080	0.070	0.0084	12	0.467	0.376	0.390	0.363	0.466	0.400	0.410	0.0452	11
磺胺甲基嘧啶	0.017	0.019	0.015	0.020	0.018	0.017	0.018	0.0016	8.9	0.110	0.090	0.095	0.078	0.092	0.105	0.095	0.0114	12	0.531	0.497	0.581	0.409	0.478	0.510	0.501	0.0571	11
磺胺邻	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.017	0.0017	9.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.077	0.0147	19	0.562	0.38	0.48	0.53	0.54	0.44	0.491	0.0683	14

二甲氧嘧啶	19	19	15	16	16	18				90	52	83	91	69	77					3	5	2	2	4			
磺胺对甲氧嘧啶	0.015	0.015	0.014	0.019	0.019	0.017	0.017	0.0022	13	0.095	0.069	0.078	0.077	0.077	0.077	0.079	0.0085	11	0.425	0.311	0.350	0.427	0.373	0.383	0.378	0.0447	12
磺胺间甲氧嘧啶	0.017	0.018	0.016	0.017	0.018	0.018	0.017	0.0009	5.2	0.089	0.069	0.068	0.075	0.070	0.085	0.076	0.0091	12	0.452	0.372	0.391	0.469	0.423	0.423	0.422	0.0363	8.6
磺胺嘧啶	0.017	0.017	0.014	0.017	0.018	0.017	0.017	0.0012	6.9	0.091	0.077	0.086	0.077	0.076	0.090	0.083	0.0071	8.6	0.519	0.474	0.517	0.338	0.451	0.469	0.462	0.0662	14
磺胺甲噁唑	0.016	0.018	0.017	0.019	0.018	0.019	0.018	0.0011	5.9	0.089	0.068	0.095	0.089	0.083	0.082	0.084	0.0091	11	0.501	0.344	0.410	0.416	0.473	0.470	0.436	0.0573	13
诺氟沙星	0.015	0.018	0.016	0.016	0.016	0.020	0.017	0.0017	10	0.104	0.091	0.082	0.085	0.080	0.086	0.088	0.0085	9.7	0.529	0.495	0.518	0.520	0.510	0.480	0.509	0.0181	3.6
氧氟沙星	0.016	0.019	0.016	0.020	0.018	0.019	0.018	0.0015	8.3	0.096	0.088	0.090	0.078	0.086	0.092	0.088	0.0060	6.8	0.498	0.360	0.389	0.375	0.380	0.437	0.407	0.0517	13
培氟沙星	0.019	0.017	0.016	0.019	0.017	0.019	0.018	0.0013	7.2	0.080	0.067	0.067	0.067	0.059	0.055	0.066	0.0085	13	0.473	0.373	0.423	0.380	0.386	0.437	0.412	0.0393	9.5
环丙沙星	0.017	0.016	0.017	0.018	0.018	0.019	0.017	0.0009	5.3	0.075	0.074	0.078	0.068	0.065	0.069	0.072	0.0050	6.9	0.450	0.376	0.448	0.384	0.395	0.411	0.411	0.0318	7.7
恩诺沙星	0.019	0.020	0.016	0.017	0.017	0.019	0.018	0.0015	8.5	0.077	0.077	0.071	0.080	0.061	0.055	0.070	0.0101	14	0.432	0.336	0.344	0.396	0.334	0.362	0.367	0.0393	11
沙拉沙星	0.018	0.019	0.016	0.017	0.017	0.018	0.017	0.0011	6.1	0.101	0.106	0.092	0.093	0.071	0.089	0.092	0.0120	13	0.563	0.550	0.579	0.450	0.474	0.451	0.511	0.0591	12
双氟沙星	0.019	0.017	0.017	0.017	0.018	0.020	0.018	0.0012	6.9	0.112	0.104	0.087	0.082	0.080	0.082	0.091	0.0135	15	0.610	0.528	0.541	0.460	0.432	0.455	0.505	0.0672	13

西诺沙星	0.018	0.017	0.015	0.018	0.018	0.018	0.017	0.0011	6.3	0.110	0.089	0.084	0.099	0.071	0.084	0.089	0.0136	15	0.552	0.498	0.575	0.490	0.527	0.492	0.522	0.0353	6.8
洛美沙星	0.017	0.019	0.017	0.019	0.019	0.019	0.018	0.0010	5.7	0.100	0.087	0.087	0.094	0.097	0.090	0.093	0.0052	5.6	0.575	0.488	0.486	0.466	0.440	0.497	0.492	0.0456	9.3
吡哌酸	0.017	0.017	0.017	0.017	0.018	0.019	0.018	0.0009	5.1	0.082	0.094	0.075	0.081	0.073	0.065	0.078	0.0097	12	0.463	0.368	0.502	0.503	0.392	0.499	0.454	0.0602	13
达氟沙星	0.017	0.017	0.018	0.017	0.018	0.016	0.017	0.0005	3.0	0.081	0.075	0.082	0.076	0.074	0.064	0.075	0.0064	8.5	0.436	0.352	0.362	0.429	0.389	0.469	0.406	0.0458	11
磺胺间二甲氧嘧啶	0.018	0.017	0.017	0.017	0.018	0.017	0.017	0.0007	4.0	0.089	0.075	0.072	0.088	0.084	0.071	0.080	0.0082	10	0.571	0.419	0.501	0.457	0.513	0.467	0.488	0.0527	11

结论：固相萃取法实验结果显示，选择湖水为样品。当选择加标浓度为 0.020μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.015~0.018μg/L，标准偏差为 0.0005~0.0022μg/L，相对标准偏差为 3.0%~13%；当选择加标浓度为 0.100 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.066~0.095μg/L，标准偏差为 0.0050~0.0147μg/L，相对标准偏差为 5.6%~19%；当选择加标浓度为 0.500 μg/L 的样品进行测试时，测定结果显示 20 种目标物的平均测定值为 0.367~0.522μg/L，标准偏差为 0.0181~0.0683μg/L，相对标准偏差为 3.6%~14%。

1.4 方法正确度测试数据

1.4.1 地表水加标样正确度测试数据

表 1-28～表 1-33 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地表水加标样的正确度测试数据。

表 1-28 地表水加标样测试数据

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	81.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	65.9
	加标样品	0.015	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016			0.061	0.068	0.072	0.065	0.065	0.063	0.066			0.319	0.310	0.322	0.356	0.318	0.353	0.330		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	63.4
	加标样品	0.014	0.014	0.014	0.015	0.015	0.012	0.014			0.065	0.070	0.068	0.062	0.062	0.079	0.067			0.314	0.304	0.315	0.347	0.298	0.322	0.317		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.6
	加标样品	0.017	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018			0.068	0.067	0.073	0.068	0.071	0.063	0.068			0.353	0.323	0.304	0.365	0.321	0.361	0.338		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.0
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013			0.062	0.072	0.082	0.061	0.073	0.064	0.069			0.352	0.342	0.379	0.374	0.330	0.384	0.360		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.2
	加标样	0.014	0.014	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013			0.061	0.068	0.068	0.063	0.061	0.058	0.063			0.330	0.320	0.344	0.365	0.333	0.355	0.341		

	品																										
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.6
	加标样品	0.015	0.014	0.015	0.014	0.014	0.013	0.014			0.069	0.067	0.071	0.064	0.066	0.060	0.066			0.321	0.318	0.341	0.360	0.304	0.353	0.333		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	76.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	63.0
	加标样品	0.016	0.015	0.014	0.015	0.016	0.016	0.015			0.064	0.076	0.067	0.070	0.070	0.062	0.068			0.310	0.290	0.315	0.343	0.302	0.331	0.315		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.3
	加标样品	0.016	0.015	0.015	0.014	0.013	0.016	0.015			0.064	0.063	0.070	0.056	0.064	0.077	0.066			0.304	0.397	0.311	0.338	0.391	0.370	0.352		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	115	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	100
	加标样品	0.023	0.023	0.024	0.021	0.022	0.024	0.023			0.100	0.102	0.109	0.109	0.089	0.098	0.101			0.433	0.526	0.547	0.406	0.551	0.538	0.500		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.5
	加标样品	0.019	0.018	0.017	0.012	0.014	0.015	0.016			0.065	0.071	0.073	0.072	0.066	0.065	0.068			0.318	0.316	0.337	0.336	0.370	0.349	0.338		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.3
	加标样品	0.021	0.019	0.016	0.014	0.016	0.017	0.017			0.070	0.073	0.063	0.067	0.062	0.061	0.066			0.307	0.338	0.333	0.360	0.330	0.352	0.337		
环丙沙	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	90.3

星	加标样品	0.018	0.015	0.015	0.015	0.013	0.018	0.016			0.093	0.088	0.087	0.112	0.093	0.094	0.094			0.427	0.377	0.485	0.460	0.503	0.456	0.451		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.6
	加标样品	0.019	0.019	0.017	0.014	0.015	0.016	0.017			0.073	0.072	0.068	0.074	0.064	0.062	0.069			0.318	0.345	0.348	0.345	0.351	0.350	0.343		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.8
	加标样品	0.021	0.021	0.019	0.015	0.016	0.018	0.018			0.072	0.070	0.083	0.086	0.074	0.073	0.076			0.391	0.344	0.347	0.366	0.379	0.387	0.369		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.9
	加标样品	0.022	0.022	0.021	0.017	0.017	0.020	0.020			0.073	0.080	0.081	0.085	0.076	0.077	0.078			0.399	0.340	0.365	0.379	0.382	0.382	0.374		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.4
	加标样品	0.020	0.017	0.018	0.017	0.013	0.016	0.017			0.080	0.080	0.111	0.099	0.086	0.089	0.093			0.341	0.381	0.438	0.447	0.462	0.494	0.427		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.8
	加标样品	0.022	0.020	0.018	0.014	0.015	0.018	0.018			0.066	0.072	0.076	0.075	0.071	0.069	0.072			0.388	0.338	0.327	0.351	0.381	0.370	0.359		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	100	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.3
	加标样品	0.023	0.022	0.019	0.017	0.018	0.021	0.020			0.074	0.080	0.078	0.081	0.072	0.074	0.077			0.326	0.369	0.390	0.397	0.366	0.410	0.376		

达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	80.3
	加标样品	0.018	0.018	0.018	0.017	0.019	0.023	0.019			0.083	0.079	0.096	0.096	0.070	0.072	0.083			0.345	0.447	0.317	0.438	0.414	0.450	0.402		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.7
	加标样品	0.017	0.016	0.017	0.018	0.015	0.015	0.016			0.067	0.068	0.072	0.064	0.064	0.058	0.065			0.304	0.384	0.336	0.357	0.323	0.326	0.338		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.8%~115%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.9%~101%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 63.0%~100%。

表 1-29　地表水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.2
	加标样品	0.016	0.016	0.016	0.017	0.018	0.017	0.017			0.064	0.062	0.061	0.061	0.066	0.062	0.063			0.313	0.331	0.333	0.332	0.342	0.333	0.331		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.4
	加	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.014			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.062			0.30	0.33	0.36	0.31	0.34	0.33	0.332		

	标样品	14	14	15	14	14	16				63	61	65	59	64	62				7	1	6	3	1	4			
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.1
	加标样品	0.017	0.018	0.017	0.017	0.018	0.018	0.018			0.072	0.069	0.062	0.066	0.064	0.064	0.066			0.329	0.342	0.359	0.334	0.342	0.336	0.340		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.8
	加标样品	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.012			0.062	0.065	0.064	0.070	0.067	0.072	0.067			0.332	0.365	0.355	0.334	0.370	0.339	0.349		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.3
	加标样品	0.014	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013			0.062	0.066	0.068	0.062	0.062	0.066	0.064			0.325	0.351	0.339	0.324	0.337	0.313	0.331		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	72.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.9
	加标样品	0.014	0.015	0.016	0.014	0.014	0.016	0.015			0.066	0.068	0.069	0.065	0.066	0.068	0.067			0.334	0.335	0.353	0.334	0.359	0.321	0.339		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	63.9
	加标样品	0.015	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016	0.016			0.062	0.062	0.060	0.068	0.064	0.070	0.064			0.321	0.317	0.328	0.319	0.328	0.306	0.320		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	62.6
	加标样品	0.014	0.015	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015			0.063	0.066	0.064	0.069	0.070	0.061	0.065			0.301	0.307	0.338	0.304	0.331	0.300	0.313		

诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.3
	加标样品	0.020	0.028	0.022	0.023	0.021	0.025	0.023			0.089	0.094	0.101	0.091	0.093	0.090	0.093			0.431	0.385	0.415	0.378	0.446	0.445	0.416		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.2
	加标样品	0.017	0.019	0.018	0.018	0.019	0.017	0.018			0.080	0.082	0.066	0.066	0.070	0.068	0.072			0.332	0.335	0.359	0.336	0.376	0.398	0.356		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	84.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.4
	加标样品	0.022	0.023	0.023	0.024	0.024	0.023	0.023			0.090	0.094	0.082	0.072	0.084	0.086	0.085			0.408	0.401	0.440	0.372	0.421	0.461	0.417		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	65.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.4
	加标样品	0.013	0.012	0.012	0.013	0.015	0.012	0.013			0.079	0.075	0.069	0.070	0.077	0.064	0.072			0.480	0.393	0.383	0.377	0.452	0.448	0.422		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.7
	加标样品	0.020	0.021	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020			0.081	0.093	0.078	0.075	0.082	0.085	0.082			0.386	0.379	0.389	0.359	0.392	0.396	0.383		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.4
	加标样品	0.016	0.016	0.016	0.015	0.017	0.015	0.016			0.068	0.070	0.064	0.069	0.061	0.061	0.065			0.305	0.389	0.325	0.369	0.337	0.357	0.347		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.7
	加标	0.019	0.019	0.020	0.019	0.019	0.018	0.019			0.075	0.077	0.071	0.069	0.067	0.070	0.071			0.344	0.338	0.345	0.321	0.345	0.399	0.348		

	样品																											
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.9
	加标样品	0.020	0.017	0.014	0.016	0.015	0.016	0.016			0.078	0.071	0.069	0.065	0.067	0.066	0.068			0.340	0.343	0.352	0.327	0.364	0.400	0.354		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.3
	加标样品	0.017	0.018	0.017	0.016	0.018	0.018	0.017			0.071	0.074	0.066	0.067	0.068	0.065	0.069			0.333	0.335	0.349	0.326	0.336	0.371	0.342		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	114	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	81.2
	加标样品	0.021	0.025	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023			0.089	0.089	0.083	0.079	0.078	0.078	0.082			0.388	0.394	0.406	0.399	0.412	0.438	0.406		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.8
	加标样品	0.020	0.020	0.021	0.019	0.022	0.021	0.021			0.087	0.089	0.085	0.079	0.076	0.078	0.082			0.426	0.395	0.410	0.368	0.445	0.471	0.419		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	65.1
	加标样品	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017	0.018	0.016			0.069	0.066	0.061	0.061	0.066	0.069	0.065			0.312	0.333	0.337	0.316	0.323	0.331	0.325		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.8%~116%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.2%~93.0%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.6%~84.4%。

表 1-30　地表水加标样测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.3
	加标样品	0.014	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012			0.071	0.065	0.066	0.069	0.065	0.062	0.066			0.385	0.370	0.351	0.381	0.362	0.353	0.367		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.6
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012			0.062	0.067	0.066	0.064	0.068	0.067	0.065			0.356	0.338	0.321	0.347	0.341	0.324	0.338		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.6
	加标样品	0.013	0.013	0.012	0.015	0.012	0.010	0.013			0.070	0.065	0.066	0.068	0.067	0.071	0.068			0.387	0.368	0.384	0.393	0.398	0.368	0.383		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.3
	加标样品	0.014	0.014	0.013	0.012	0.013	0.015	0.014			0.069	0.072	0.067	0.070	0.074	0.067	0.070			0.373	0.395	0.394	0.363	0.374	0.390	0.382		
磺胺对甲氧嘧	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.5
	加	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.013			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.068			0.41	0.39	0.37	0.38	0.39	0.40	0.393		

啶	标样品	13	13	13	12	12	13				69	66	65	68	72	69				0	4	6	4	1	1			
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.6
	加标样品	0.014	0.015	0.014	0.013	0.013	0.015	0.014			0.076	0.063	0.071	0.071	0.075	0.066	0.071			0.385	0.413	0.394	0.382	0.385	0.399	0.393		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.6
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.015	0.013			0.062	0.059	0.063	0.067	0.066	0.065	0.064			0.369	0.354	0.354	0.387	0.370	0.345	0.363		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.2
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.014	0.013			0.065	0.064	0.062	0.062	0.061	0.058	0.062			0.345	0.371	0.341	0.324	0.347	0.348	0.346		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.9
	加标样品	0.023	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022			0.089	0.087	0.096	0.090	0.088	0.098	0.091			0.430	0.447	0.464	0.435	0.449	0.441	0.444		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	61.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.9
	加标样品	0.016	0.014	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015			0.059	0.059	0.065	0.060	0.061	0.066	0.062			0.309	0.312	0.308	0.399	0.312	0.397	0.340		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.9
	加标样品	0.018	0.013	0.018	0.015	0.018	0.015	0.016			0.070	0.076	0.077	0.067	0.072	0.073	0.073			0.382	0.391	0.391	0.381	0.377	0.356	0.380		

环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	115	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.7
	加标样品	0.023	0.020	0.022	0.023	0.027	0.022	0.023			0.088	0.084	0.086	0.084	0.085	0.088	0.086			0.406	0.405	0.409	0.409	0.427	0.425	0.414		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	118	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	98.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	96.9
	加标样品	0.023	0.022	0.024	0.024	0.025	0.023	0.024			0.103	0.097	0.104	0.091	0.099	0.101	0.099			0.462	0.490	0.496	0.481	0.500	0.476	0.484		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	120	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	111
	加标样品	0.024	0.021	0.024	0.023	0.021	0.021	0.022			0.122	0.122	0.126	0.135	0.103	0.113	0.120			0.497	0.566	0.525	0.578	0.573	0.586	0.554		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	108	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	114
	加标样品	0.021	0.021	0.023	0.021	0.021	0.022	0.022			0.115	0.115	0.109	0.109	0.092	0.119	0.110			0.540	0.575	0.573	0.581	0.563	0.595	0.571		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	113	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.023	0.021	0.024	0.020	0.022	0.026	0.023			0.107	0.107	0.104	0.111	0.091	0.098	0.103			0.485	0.506	0.498	0.516	0.556	0.577	0.523		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.0
	加标样品	0.018	0.022	0.017	0.020	0.021	0.020	0.020			0.100	0.097	0.088	0.097	0.085	0.093	0.093			0.441	0.458	0.481	0.451	0.454	0.505	0.465		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	97.5
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.023			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.086			0.54	0.50	0.47	0.48	0.49	0.41	0.487		

	样品	21	23	27	24	20	24				92	84	82	74	90	94				8	1	4	7	6	9			
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	117	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	80.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.5
	加标样品	0.025	0.021	0.023	0.022	0.026	0.022	0.023			0.076	0.082	0.084	0.075	0.086	0.082	0.081			0.409	0.434	0.431	0.433	0.423	0.405	0.422		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.4
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.014	0.013			0.071	0.071	0.068	0.068	0.072	0.068	0.070			0.387	0.388	0.385	0.371	0.369	0.394	0.382		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.3%~118%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.6%~120%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 67.6%~114%。

表 1-31　地表水加标样测试数据

验证单位：黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	99.2
	加标样品	0.019	0.020	0.017	0.019	0.018	0.019	0.019			0.071	0.084	0.135	0.091	0.102	0.104	0.098			0.476	0.523	0.487	0.414	0.574	0.501	0.496		

磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	89.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.9
	加标样品	0.020	0.020	0.019	0.021	0.019	0.018	0.020			0.061	0.098	0.103	0.097	0.092	0.083	0.089			0.466	0.393	0.416	0.487	0.493	0.443	0.450		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	77.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.1
	加标样品	0.018	0.017	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018			0.071	0.081	0.076	0.069	0.090	0.077	0.078			0.413	0.415	0.453	0.430	0.466	0.437	0.435		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	100	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	108
	加标样品	0.021	0.020	0.019	0.019	0.021	0.019	0.020			0.090	0.094	0.115	0.098	0.114	0.115	0.104			0.553	0.490	0.568	0.550	0.523	0.553	0.540		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	94.3
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.020	0.019	0.018	0.018			0.094	0.082	0.103	0.090	0.093	0.101	0.094			0.468	0.436	0.446	0.535	0.465	0.477	0.471		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.5
	加标样品	0.019	0.021	0.020	0.022	0.020	0.020	0.020			0.086	0.080	0.098	0.085	0.102	0.102	0.092			0.513	0.403	0.511	0.523	0.461	0.545	0.493		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.8
	加标样品	0.021	0.018	0.020	0.018	0.020	0.020	0.019			0.060	0.074	0.063	0.053	0.062	0.072	0.064			0.420	0.406	0.437	0.411	0.455	0.414	0.424		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	99.6
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.019			0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.102			0.49	0.40	0.54	0.53	0.54	0.47	0.498		

	样品	19	20	18	21	19	20				74	17	18	02	13	89				4	1	3	1	8	0			
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	114
	加标样品	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.022	0.020			0.117	0.113	0.111	0.108	0.117	0.105	0.112			0.469	0.580	0.577	0.584	0.605	0.595	0.568		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	106	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.9
	加标样品	0.021	0.023	0.021	0.022	0.020	0.021	0.021			0.080	0.083	0.065	0.101	0.102	0.122	0.092			0.396	0.486	0.451	0.452	0.420	0.433	0.440		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.2
	加标样品	0.022	0.020	0.022	0.020	0.019	0.019	0.020			0.063	0.070	0.066	0.086	0.086	0.091	0.077			0.395	0.520	0.443	0.411	0.409	0.438	0.436		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	83.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	100
	加标样品	0.020	0.020	0.021	0.020	0.018	0.022	0.020			0.092	0.080	0.100	0.073	0.078	0.077	0.083			0.472	0.460	0.515	0.500	0.508	0.551	0.501		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.4
	加标样品	0.018	0.021	0.019	0.021	0.019	0.020	0.020			0.085	0.074	0.073	0.066	0.094	0.080	0.079			0.339	0.396	0.400	0.446	0.329	0.354	0.377		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	120
	加标样品	0.019	0.020	0.018	0.017	0.016	0.020	0.018			0.141	0.148	0.098	0.102	0.093	0.090	0.112			0.636	0.761	0.583	0.539	0.458	0.623	0.600		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102

	加标样品	0.021	0.020	0.019	0.021	0.021	0.020	0.020			0.089	0.094	0.089	0.088	0.073	0.094	0.088			0.490	0.594	0.534	0.515	0.444	0.497	0.512		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	96.4
	加标样品	0.018	0.020	0.018	0.017	0.019	0.019	0.018			0.105	0.086	0.090	0.092	0.090	0.084	0.091			0.529	0.477	0.428	0.441	0.496	0.520	0.482		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	113	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	110
	加标样品	0.019	0.019	0.021	0.021	0.020	0.021	0.020			0.114	0.108	0.112	0.107	0.119	0.119	0.113			0.547	0.574	0.556	0.573	0.520	0.537	0.551		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	84.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.3
	加标样品	0.020	0.018	0.018	0.020	0.019	0.022	0.020			0.088	0.096	0.074	0.074	0.081	0.091	0.084			0.446	0.458	0.482	0.493	0.527	0.454	0.477		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	80.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	80.3
	加标样品	0.020	0.019	0.020	0.021	0.019	0.022	0.020			0.084	0.085	0.061	0.091	0.076	0.090	0.081			0.352	0.402	0.442	0.429	0.384	0.401	0.401		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	111	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	109
	加标样品	0.019	0.019	0.020	0.019	0.020	0.019	0.019			0.115	0.117	0.108	0.094	0.107	0.127	0.111			0.517	0.550	0.562	0.534	0.553	0.556	0.545		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 88.0%~106%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 64.3%~113%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 75.4%~120%。

表 1-32　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：2023 年 11 月 26 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.0
	加标样品	0.014	0.013	0.014	0.012	0.012	0.011	0.013			0.072	0.066	0.060	0.066	0.060	0.065	0.065			0.373	0.380	0.413	0.371	0.412	0.390	0.390		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.0
	加标样品	0.014	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012			0.074	0.068	0.071	0.070	0.074	0.069	0.071			0.393	0.326	0.321	0.312	0.309	0.319	0.330		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.5
	加标样品	0.016	0.016	0.015	0.017	0.016	0.017	0.016			0.070	0.065	0.067	0.066	0.070	0.064	0.067			0.371	0.398	0.419	0.387	0.383	0.397	0.393		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.6
	加标样品	0.013	0.014	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012			0.072	0.067	0.068	0.069	0.073	0.067	0.069			0.396	0.313	0.322	0.393	0.389	0.396	0.368		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	91.3
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.020			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.065			0.44	0.42	0.50	0.43	0.46	0.46	0.456		

	样品	22	20	21	19	19	18				61	65	66	68	66	60				1	8	3	7	5	4			
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.7
	加标样品	0.014	0.013	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012			0.073	0.071	0.092	0.094	0.080	0.085	0.083			0.374	0.327	0.397	0.450	0.369	0.325	0.374		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.7
	加标样品	0.014	0.014	0.015	0.016	0.014	0.014	0.015			0.061	0.065	0.069	0.072	0.062	0.066	0.066			0.319	0.368	0.349	0.377	0.303	0.376	0.349		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	90.9
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012			0.081	0.084	0.111	0.115	0.095	0.102	0.098			0.455	0.392	0.500	0.543	0.440	0.395	0.454		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.3
	加标样品	0.016	0.015	0.016	0.013	0.017	0.018	0.016			0.080	0.090	0.103	0.105	0.089	0.091	0.093			0.512	0.452	0.457	0.486	0.505	0.448	0.477		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	83.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	100
	加标样品	0.015	0.020	0.015	0.016	0.014	0.016	0.016			0.080	0.073	0.080	0.095	0.076	0.097	0.084			0.509	0.515	0.504	0.535	0.475	0.465	0.501		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	65.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.7
	加标样品	0.015	0.013	0.012	0.014	0.012	0.013	0.013			0.062	0.064	0.060	0.061	0.066	0.062	0.062			0.328	0.321	0.366	0.367	0.358	0.349	0.348		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.6

	加标样品	0.016	0.016	0.014	0.014	0.014	0.015	0.015			0.084	0.065	0.068	0.069	0.069	0.071	0.071			0.418	0.395	0.480	0.476	0.444	0.443	0.443		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	100
	加标样品	0.018	0.019	0.017	0.019	0.017	0.017	0.018			0.087	0.093	0.122	0.119	0.112	0.111	0.107			0.473	0.459	0.580	0.560	0.520	0.413	0.501		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.0
	加标样品	0.013	0.017	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014			0.080	0.074	0.077	0.064	0.079	0.082	0.076			0.420	0.442	0.499	0.445	0.489	0.464	0.460		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.0
	加标样品	0.018	0.013	0.017	0.023	0.017	0.016	0.017			0.070	0.067	0.069	0.065	0.068	0.074	0.069			0.406	0.415	0.473	0.476	0.403	0.438	0.435		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	86.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.9
	加标样品	0.022	0.024	0.020	0.026	0.021	0.020	0.022			0.073	0.086	0.088	0.092	0.085	0.093	0.086			0.434	0.374	0.405	0.505	0.417	0.381	0.419		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	83.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.9
	加标样品	0.013	0.012	0.013	0.012	0.014	0.011	0.012			0.082	0.066	0.087	0.098	0.076	0.094	0.084			0.337	0.387	0.489	0.453	0.435	0.386	0.414		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.0
	加标样品	0.015	0.015	0.013	0.014	0.013	0.016	0.014			0.062	0.062	0.077	0.075	0.067	0.070	0.069			0.335	0.389	0.369	0.380	0.325	0.392	0.365		

达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	119	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	81.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.9
	加标样品	0.024	0.022	0.026	0.025	0.022	0.024	0.024			0.072	0.067	0.092	0.092	0.084	0.082	0.081			0.400	0.350	0.440	0.468	0.386	0.352	0.399		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.0
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.015	0.015	0.014			0.070	0.063	0.065	0.063	0.070	0.063	0.066			0.374	0.386	0.414	0.382	0.397	0.386	0.390		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.3%~119%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.4%~107%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 66.0%~100%。

表 1-33 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：2023 年 11 月 29 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.7
	加标样品	0.019	0.018	0.016	0.017	0.017	0.017	0.017			0.072	0.075	0.130	0.081	0.095	0.096	0.091			0.486	0.465	0.468	0.368	0.534	0.461	0.464		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.1

	加标样品	0.020	0.018	0.018	0.019	0.018	0.017	0.018			0.062	0.087	0.099	0.086	0.086	0.076	0.083			0.475	0.350	0.399	0.433	0.458	0.408	0.421		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	81.5
	加标样品	0.018	0.015	0.017	0.015	0.017	0.017	0.017			0.072	0.072	0.073	0.061	0.084	0.071	0.072			0.421	0.369	0.435	0.383	0.433	0.402	0.407		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	101
	加标样品	0.021	0.018	0.018	0.017	0.020	0.017	0.019			0.092	0.084	0.110	0.087	0.106	0.106	0.097			0.564	0.436	0.545	0.490	0.486	0.509	0.505		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.0
	加标样品	0.019	0.015	0.018	0.018	0.018	0.017	0.017			0.096	0.073	0.099	0.080	0.086	0.093	0.088			0.477	0.388	0.428	0.476	0.432	0.439	0.440		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	86.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.3
	加标样品	0.019	0.019	0.019	0.020	0.019	0.018	0.019			0.088	0.071	0.094	0.076	0.095	0.094	0.086			0.523	0.359	0.491	0.465	0.429	0.501	0.461		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	59.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.3
	加标样品	0.021	0.016	0.019	0.016	0.019	0.018	0.018			0.061	0.066	0.060	0.047	0.058	0.066	0.060			0.428	0.361	0.420	0.366	0.423	0.381	0.397		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	95.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.2
	加标样品	0.019	0.018	0.017	0.019	0.018	0.018	0.018			0.075	0.104	0.113	0.091	0.105	0.082	0.095			0.504	0.357	0.521	0.473	0.510	0.432	0.466		

诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.020	0.018	0.019	0.018	0.019	0.020	0.019			0.119	0.101	0.107	0.096	0.109	0.097	0.105			0.478	0.516	0.554	0.520	0.563	0.547	0.530		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.0
	加标样品	0.021	0.020	0.020	0.020	0.019	0.019	0.020			0.082	0.074	0.062	0.090	0.095	0.112	0.086			0.404	0.433	0.433	0.402	0.391	0.398	0.410		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	81.3
	加标样品	0.022	0.018	0.021	0.018	0.018	0.017	0.019			0.064	0.062	0.063	0.077	0.080	0.084	0.072			0.403	0.463	0.425	0.366	0.380	0.403	0.407		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.7
	加标样品	0.020	0.018	0.020	0.018	0.017	0.020	0.019			0.094	0.071	0.096	0.065	0.073	0.071	0.078			0.481	0.409	0.494	0.445	0.472	0.507	0.468		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	73.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.4
	加标样品	0.018	0.019	0.018	0.019	0.018	0.018	0.018			0.087	0.066	0.070	0.059	0.087	0.074	0.074			0.346	0.352	0.384	0.397	0.306	0.326	0.352		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	112
	加标样品	0.019	0.018	0.017	0.015	0.015	0.018	0.017			0.144	0.132	0.094	0.091	0.086	0.083	0.105			0.649	0.677	0.560	0.480	0.426	0.573	0.561		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.7
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.019			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.082			0.50	0.52	0.51	0.45	0.41	0.45	0.478		

	样品	21	18	18	19	20	18				91	84	85	78	68	86				0	9	3	8	3	7			
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	90.2
	加标样品	0.018	0.018	0.017	0.015	0.018	0.017	0.017			0.107	0.077	0.086	0.082	0.084	0.077	0.085			0.540	0.425	0.411	0.392	0.461	0.478	0.451		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	106	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	103
	加标样品	0.019	0.017	0.020	0.019	0.019	0.019	0.019			0.116	0.096	0.108	0.095	0.111	0.109	0.106			0.558	0.511	0.534	0.510	0.484	0.494	0.515		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.1
	加标样品	0.020	0.016	0.017	0.018	0.018	0.020	0.018			0.090	0.085	0.071	0.066	0.075	0.084	0.079			0.455	0.408	0.463	0.439	0.490	0.418	0.445		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.0
	加标样品	0.020	0.017	0.019	0.019	0.018	0.020	0.019			0.086	0.076	0.059	0.081	0.071	0.083	0.076			0.359	0.358	0.424	0.382	0.357	0.369	0.375		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.017	0.019	0.017	0.018			0.117	0.104	0.104	0.084	0.100	0.117	0.104			0.527	0.490	0.540	0.475	0.514	0.512	0.510		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地表水为样品，地表水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 82.7%~99.6%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 59.8%~106%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 70.4%~112%。

1.4.2 地下水加标样正确度测试数据

表 1-34～表 1-39 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地下水加标样的正确度测试数据。

表 1-34　地下水加标样测试数据

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.9
	加标样品	0.019	0.018	0.016	0.018	0.018	0.017	0.018			0.063	0.068	0.061	0.071	0.068	0.061	0.065			0.375	0.363	0.388	0.371	0.365	0.384	0.374		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.4
	加标样品	0.015	0.014	0.014	0.015	0.016	0.015	0.015			0.068	0.063	0.068	0.060	0.079	0.064	0.067			0.337	0.327	0.353	0.323	0.331	0.351	0.337		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.8
	加标样品	0.019	0.020	0.017	0.017	0.018	0.018	0.018			0.066	0.073	0.070	0.067	0.066	0.070	0.068			0.381	0.379	0.409	0.379	0.372	0.385	0.384		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.9
	加	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.013			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.065			0.36	0.33	0.40	0.36	0.38	0.35	0.370		

	标样品	14	13	14	13	12	12				67	65	64	62	63	68				6	5	9	9	2	7			
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.1
	加标样品	0.015	0.014	0.013	0.014	0.014	0.016	0.014			0.069	0.062	0.076	0.062	0.063	0.063	0.066			0.348	0.341	0.362	0.344	0.325	0.351	0.345		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.9
	加标样品	0.017	0.015	0.016	0.013	0.015	0.014	0.015			0.068	0.066	0.060	0.065	0.063	0.059	0.063			0.353	0.344	0.373	0.366	0.342	0.349	0.354		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.2
	加标样品	0.019	0.017	0.016	0.017	0.018	0.016	0.017			0.061	0.064	0.061	0.068	0.066	0.064	0.064			0.355	0.353	0.361	0.363	0.345	0.359	0.356		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	80.0
	加标样品	0.017	0.016	0.016	0.014	0.016	0.015	0.016			0.072	0.078	0.075	0.061	0.062	0.060	0.068			0.418	0.418	0.424	0.407	0.414	0.318	0.400		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	76.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.7
	加标样品	0.017	0.016	0.014	0.013	0.019	0.015	0.015			0.113	0.105	0.119	0.098	0.104	0.079	0.103			0.495	0.392	0.382	0.416	0.443	0.382	0.418		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	77.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.3
	加标样品	0.017	0.015	0.015	0.013	0.014	0.019	0.016			0.077	0.072	0.072	0.070	0.066	0.068	0.071			0.392	0.413	0.364	0.395	0.393	0.364	0.387		

培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.5
	加标样品	0.017	0.016	0.016	0.014	0.016	0.015	0.016			0.070	0.069	0.063	0.064	0.066	0.063	0.066			0.387	0.376	0.394	0.385	0.379	0.313	0.372		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	89.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.3
	加标样品	0.013	0.013	0.014	0.014	0.018	0.017	0.015			0.108	0.102	0.088	0.089	0.091	0.060	0.090			0.378	0.360	0.339	0.387	0.371	0.363	0.367		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	77.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.6
	加标样品	0.016	0.015	0.015	0.014	0.016	0.017	0.016			0.073	0.072	0.077	0.066	0.074	0.063	0.071			0.303	0.369	0.300	0.326	0.399	0.301	0.333		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.0
	加标样品	0.016	0.015	0.018	0.016	0.017	0.017	0.017			0.089	0.084	0.082	0.079	0.075	0.065	0.079			0.388	0.372	0.394	0.390	0.370	0.367	0.380		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	79.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.8
	加标样品	0.018	0.016	0.018	0.017	0.018	0.019	0.018			0.088	0.081	0.086	0.084	0.071	0.068	0.080			0.391	0.386	0.327	0.305	0.380	0.364	0.359		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.1
	加标样品	0.015	0.013	0.016	0.014	0.018	0.015	0.015			0.105	0.091	0.103	0.087	0.091	0.076	0.092			0.332	0.386	0.332	0.308	0.307	0.318	0.330		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.2
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.016			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.072			0.37	0.38	0.30	0.37	0.36	0.36	0.361		

	样品	15	15	16	15	16	19				82	72	75	69	70	62				5	2	3	7	2	8			
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.8
	加标样品	0.018	0.018	0.020	0.017	0.017	0.019	0.018			0.076	0.074	0.070	0.070	0.069	0.061	0.070			0.383	0.383	0.380	0.311	0.305	0.393	0.359		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.8
	加标样品	0.021	0.016	0.015	0.017	0.015	0.021	0.018			0.092	0.091	0.075	0.071	0.074	0.069	0.079			0.316	0.344	0.361	0.392	0.377	0.392	0.364		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.8
	加标样品	0.018	0.018	0.017	0.017	0.018	0.016	0.017			0.079	0.067	0.063	0.066	0.063	0.067	0.067			0.442	0.334	0.367	0.339	0.351	0.350	0.364		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 64.8%~90.9%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 63.3%~103%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 66.1%~83.7%。

表 1-35　地下水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
	1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			

磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.0
	加标样品	0.019	0.017	0.018	0.019	0.018	0.017	0.018			0.065	0.066	0.066	0.069	0.062	0.066	0.066			0.358	0.363	0.385	0.395	0.379	0.370	0.375		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.4
	加标样品	0.015	0.016	0.015	0.015	0.015	0.014	0.015			0.064	0.065	0.069	0.067	0.067	0.062	0.065			0.347	0.344	0.338	0.352	0.337	0.334	0.342		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.4
	加标样品	0.019	0.018	0.018	0.018	0.019	0.019	0.018			0.071	0.066	0.067	0.065	0.070	0.064	0.067			0.398	0.376	0.391	0.394	0.387	0.378	0.387		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.6
	加标样品	0.013	0.014	0.014	0.013	0.013	0.013	0.013			0.065	0.063	0.066	0.060	0.067	0.061	0.064			0.379	0.355	0.362	0.361	0.358	0.363	0.363		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.5
	加标样品	0.014	0.014	0.014	0.014	0.015	0.014	0.014			0.067	0.060	0.064	0.070	0.063	0.059	0.064			0.351	0.346	0.335	0.359	0.354	0.341	0.347		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.2
	加标样品	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016			0.062	0.062	0.068	0.068	0.067	0.061	0.065			0.350	0.351	0.364	0.362	0.359	0.349	0.356		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.4
	加标	0.018	0.017	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016			0.063	0.061	0.062	0.068	0.068	0.062	0.064			0.368	0.362	0.363	0.369	0.359	0.352	0.362		

	样品																											
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	64.1
	加标样品	0.015	0.015	0.016	0.016	0.018	0.016	0.016			0.061	0.068	0.066	0.063	0.062	0.070	0.065			0.322	0.314	0.315	0.335	0.327	0.311	0.321		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.6
	加标样品	0.021	0.021	0.023	0.019	0.019	0.019	0.020			0.095	0.086	0.112	0.096	0.107	0.111	0.101			0.375	0.344	0.414	0.330	0.352	0.453	0.378		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.3
	加标样品	0.019	0.018	0.018	0.019	0.017	0.016	0.018			0.079	0.086	0.082	0.075	0.084	0.087	0.082			0.385	0.313	0.346	0.387	0.391	0.347	0.361		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	109	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.0
	加标样品	0.022	0.023	0.021	0.022	0.021	0.022	0.022			0.086	0.098	0.098	0.086	0.090	0.093	0.092			0.321	0.357	0.364	0.324	0.348	0.416	0.355		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.6
	加标样品	0.012	0.014	0.012	0.015	0.015	0.017	0.014			0.073	0.094	0.090	0.078	0.092	0.084	0.085			0.393	0.313	0.313	0.389	0.398	0.370	0.363		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	86.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.8
	加标样品	0.021	0.020	0.020	0.019	0.019	0.018	0.019			0.083	0.088	0.088	0.082	0.088	0.087	0.086			0.398	0.328	0.355	0.314	0.329	0.370	0.349		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.0

	加标样品	0.015	0.016	0.016	0.015	0.015	0.014	0.015			0.061	0.065	0.071	0.064	0.063	0.071	0.066			0.350	0.362	0.378	0.345	0.359	0.305	0.350		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.7
	加标样品	0.018	0.019	0.019	0.018	0.018	0.017	0.018			0.069	0.079	0.082	0.072	0.071	0.080	0.076			0.372	0.386	0.389	0.373	0.364	0.327	0.368		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.8
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013			0.070	0.086	0.092	0.079	0.083	0.082	0.082			0.388	0.374	0.336	0.365	0.387	0.335	0.364		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.4
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.017	0.018	0.015	0.017			0.072	0.076	0.075	0.074	0.072	0.068	0.073			0.339	0.371	0.392	0.371	0.361	0.307	0.357		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	109	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	81.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.9
	加标样品	0.022	0.022	0.021	0.023	0.021	0.021	0.022			0.076	0.084	0.089	0.078	0.078	0.081	0.081			0.315	0.335	0.359	0.314	0.333	0.382	0.339		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	96.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.9
	加标样品	0.021	0.019	0.020	0.021	0.018	0.016	0.019			0.081	0.102	0.094	0.083	0.093	0.101	0.092			0.315	0.369	0.398	0.339	0.367	0.429	0.369		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.4
	加标样品	0.017	0.017	0.018	0.017	0.017	0.016	0.017			0.062	0.066	0.067	0.068	0.067	0.064	0.065			0.339	0.332	0.347	0.355	0.365	0.344	0.347		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.7%~109%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 63.6%~101%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 64.1%~77.4%。

表 1-36　地下水加标样测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	61.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.0
	加标样品	0.013	0.013	0.012	0.012	0.014	0.013	0.013			0.060	0.063	0.064	0.061	0.062	0.060	0.062			0.395	0.308	0.386	0.399	0.377	0.384	0.375		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.4
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.013	0.013			0.064	0.066	0.068	0.062	0.065	0.065	0.065			0.346	0.346	0.346	0.343	0.331	0.340	0.342		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.9
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.013	0.013			0.067	0.069	0.065	0.067	0.066	0.071	0.067			0.302	0.310	0.309	0.306	0.382	0.397	0.334		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.0

	加标样品	0.015	0.013	0.014	0.012	0.015	0.015	0.014			0.068	0.071	0.070	0.065	0.068	0.067	0.068			0.380	0.381	0.367	0.385	0.377	0.391	0.380		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.2
	加标样品	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.013	0.012			0.069	0.070	0.071	0.064	0.067	0.073	0.069			0.390	0.381	0.385	0.393	0.386	0.381	0.386		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.4
	加标样品	0.015	0.014	0.015	0.014	0.013	0.015	0.014			0.068	0.071	0.071	0.068	0.068	0.073	0.070			0.396	0.396	0.381	0.303	0.395	0.302	0.362		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.4
	加标样品	0.012	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012			0.070	0.073	0.072	0.072	0.071	0.064	0.071			0.390	0.386	0.379	0.365	0.375	0.397	0.382		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	68.1
	加标样品	0.014	0.012	0.012	0.013	0.013	0.014	0.013			0.059	0.064	0.060	0.062	0.066	0.067	0.063			0.348	0.337	0.334	0.341	0.336	0.346	0.341		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	98.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.9
	加标样品	0.023	0.023	0.022	0.024	0.024	0.023	0.023			0.100	0.095	0.099	0.098	0.099	0.101	0.099			0.439	0.420	0.448	0.448	0.424	0.400	0.430		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	73.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.1
	加标样品	0.018	0.017	0.017	0.016	0.015	0.017	0.017			0.073	0.071	0.070	0.076	0.074	0.076	0.073			0.316	0.392	0.393	0.390	0.300	0.373	0.361		

培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.1
	加标样品	0.016	0.017	0.017	0.018	0.015	0.017	0.017			0.083	0.080	0.083	0.097	0.087	0.093	0.087			0.481	0.436	0.481	0.395	0.438	0.382	0.436		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.1
	加标样品	0.023	0.022	0.022	0.022	0.023	0.022	0.022			0.096	0.089	0.094	0.090	0.100	0.098	0.095			0.381	0.383	0.396	0.423	0.407	0.382	0.395		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	113	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.5
	加标样品	0.023	0.022	0.024	0.022	0.023	0.021	0.023			0.097	0.110	0.113	0.103	0.103	0.104	0.105			0.441	0.462	0.437	0.441	0.445	0.429	0.442		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	108	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.2
	加标样品	0.023	0.022	0.022	0.023	0.021	0.022	0.022			0.102	0.109	0.114	0.109	0.105	0.108	0.108			0.401	0.394	0.383	0.514	0.408	0.455	0.426		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	127	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	91.8
	加标样品	0.029	0.022	0.024	0.027	0.026	0.024	0.025			0.103	0.100	0.116	0.109	0.105	0.098	0.105			0.439	0.432	0.432	0.511	0.450	0.491	0.459		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.5
	加标样品	0.020	0.015	0.016	0.022	0.021	0.015	0.018			0.089	0.099	0.113	0.095	0.095	0.091	0.097			0.352	0.328	0.319	0.451	0.354	0.431	0.373		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.9
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.020			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.092			0.34	0.34	0.32	0.41	0.33	0.38	0.360		

	样品	21	18	19	23	23	18				88	94	99	92	91	90				5	5	7	5	9	6			
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.3
	加标样品	0.022	0.027	0.024	0.020	0.021	0.025	0.023			0.093	0.091	0.093	0.096	0.090	0.094	0.093			0.522	0.498	0.497	0.403	0.453	0.398	0.462		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	120	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	95.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	94.5
	加标样品	0.025	0.024	0.025	0.023	0.022	0.025	0.024			0.097	0.090	0.090	0.100	0.098	0.100	0.096			0.498	0.492	0.521	0.432	0.480	0.411	0.472		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.3
	加标样品	0.015	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014			0.072	0.070	0.072	0.064	0.064	0.068	0.068			0.388	0.380	0.373	0.393	0.381	0.374	0.382		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.1%~127%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.7%~108%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 66.9%~94.5%。

表 1-37　地下水加标样测试数据

验证单位：黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
	1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			

磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	74.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	99.9
	加标样品	0.017	0.018	0.017	0.017	0.017	0.019	0.018			0.078	0.062	0.081	0.094	0.073	0.063	0.075			0.568	0.432	0.448	0.564	0.572	0.414	0.500		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	77.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.7
	加标样品	0.020	0.018	0.019	0.019	0.021	0.022	0.020			0.080	0.065	0.072	0.085	0.075	0.089	0.078			0.458	0.423	0.406	0.408	0.501	0.435	0.438		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	107
	加标样品	0.020	0.021	0.019	0.022	0.021	0.019	0.020			0.115	0.100	0.105	0.088	0.105	0.117	0.105			0.521	0.558	0.605	0.460	0.514	0.554	0.535		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.022	0.021	0.019	0.018	0.018	0.020	0.020			0.094	0.058	0.092	0.102	0.078	0.085	0.085			0.551	0.430	0.505	0.598	0.583	0.483	0.525		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	86.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	80.9
	加标样品	0.018	0.017	0.017	0.021	0.022	0.019	0.019			0.099	0.077	0.087	0.087	0.087	0.086	0.087			0.417	0.349	0.365	0.480	0.401	0.416	0.404		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	83.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	90.4
	加标样品	0.020	0.020	0.020	0.019	0.021	0.020	0.020			0.093	0.077	0.075	0.084	0.079	0.094	0.084			0.443	0.418	0.407	0.527	0.455	0.460	0.452		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	100
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.019			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.092			0.50	0.53	0.58	0.38	0.48	0.51	0.501		

	样品	20	19	18	19	20	19				95	86	96	86	86	00				9	3	8	0	5	0			
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.1
	加标样品	0.019	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.020			0.093	0.076	0.105	0.100	0.094	0.091	0.093			0.491	0.386	0.427	0.467	0.509	0.511	0.465		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	109
	加标样品	0.018	0.020	0.020	0.018	0.018	0.022	0.020			0.108	0.101	0.091	0.096	0.091	0.096	0.097			0.519	0.556	0.540	0.584	0.548	0.522	0.545		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	86.8
	加标样品	0.019	0.021	0.020	0.022	0.021	0.021	0.021			0.100	0.098	0.100	0.088	0.098	0.102	0.098			0.488	0.405	0.405	0.421	0.409	0.475	0.434		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.0
	加标样品	0.022	0.019	0.020	0.021	0.019	0.021	0.021			0.083	0.074	0.074	0.075	0.067	0.061	0.072			0.464	0.419	0.441	0.427	0.415	0.475	0.440		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	79.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.9
	加标样品	0.020	0.018	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020			0.078	0.082	0.087	0.076	0.074	0.077	0.079			0.441	0.423	0.467	0.432	0.425	0.447	0.439		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	77.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.6
	加标样品	0.022	0.022	0.020	0.019	0.019	0.021	0.020			0.080	0.085	0.079	0.090	0.069	0.061	0.077			0.424	0.378	0.358	0.445	0.359	0.394	0.393		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	113

	加标样品	0.021	0.021	0.020	0.019	0.019	0.020	0.020			0.122	0.118	0.102	0.105	0.081	0.099	0.104			0.650	0.730	0.603	0.506	0.402	0.490	0.564		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	108
	加标样品	0.022	0.019	0.021	0.019	0.020	0.022	0.020			0.117	0.115	0.097	0.092	0.091	0.091	0.101			0.598	0.593	0.564	0.517	0.465	0.495	0.538		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	98.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	112
	加标样品	0.021	0.019	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020			0.115	0.099	0.093	0.111	0.081	0.093	0.099			0.541	0.560	0.599	0.550	0.567	0.535	0.559		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	106	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.020	0.021	0.021	0.021	0.022	0.021	0.021			0.104	0.097	0.097	0.106	0.110	0.100	0.103			0.564	0.548	0.506	0.524	0.473	0.540	0.526		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	86.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	97.3
	加标样品	0.020	0.019	0.021	0.019	0.021	0.021	0.020			0.085	0.104	0.083	0.091	0.083	0.072	0.086			0.454	0.413	0.523	0.565	0.421	0.542	0.486		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.0
	加标样品	0.020	0.019	0.022	0.019	0.020	0.018	0.020			0.084	0.083	0.091	0.085	0.084	0.071	0.083			0.427	0.396	0.377	0.482	0.418	0.510	0.435		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	88.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	104
	加标样品	0.021	0.019	0.021	0.019	0.021	0.019	0.020			0.093	0.083	0.080	0.099	0.095	0.079	0.088			0.560	0.471	0.522	0.513	0.552	0.508	0.521		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 87.7%~106%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 72.3%~105%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 78.6%~113%。

表 1-38　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：2023 年 11 月 26 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.9
	加标样品	0.013	0.013	0.014	0.013	0.014	0.014	0.014			0.060	0.063	0.065	0.063	0.060	0.063	0.062			0.379	0.400	0.410	0.367	0.410	0.402	0.395		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.2
	加标样品	0.012	0.014	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013			0.072	0.066	0.070	0.066	0.070	0.065	0.068			0.367	0.367	0.396	0.359	0.396	0.372	0.376		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.0
	加标样品	0.014	0.013	0.013	0.014	0.014	0.013	0.014			0.072	0.067	0.068	0.069	0.073	0.067	0.069			0.360	0.367	0.384	0.351	0.392	0.365	0.370		
磺胺邻二甲氧	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	61.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.6

嘧啶	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012			0.074	0.068	0.071	0.070	0.064	0.069	0.069			0.354	0.328	0.362	0.325	0.375	0.344	0.348		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.016	0.017	0.018	0.016	0.016	0.016	0.017			0.060	0.075	0.068	0.065	0.063	0.080	0.069			0.590	0.564	0.516	0.566	0.495	0.460	0.532		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	72.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.1
	加标样品	0.014	0.016	0.014	0.013	0.016	0.014	0.015			0.075	0.081	0.070	0.072	0.068	0.061	0.071			0.510	0.504	0.453	0.470	0.492	0.363	0.465		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.5
	加标样品	0.016	0.016	0.016	0.015	0.015	0.015	0.016			0.062	0.067	0.067	0.060	0.066	0.068	0.065			0.477	0.512	0.446	0.429	0.487	0.424	0.462		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.4
	加标样品	0.017	0.017	0.017	0.015	0.016	0.016	0.017			0.065	0.072	0.069	0.060	0.068	0.060	0.066			0.519	0.518	0.415	0.488	0.463	0.398	0.467		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	97.6
	加标样品	0.018	0.018	0.018	0.017	0.017	0.017	0.017			0.078	0.078	0.072	0.078	0.073	0.071	0.075			0.514	0.544	0.448	0.493	0.493	0.437	0.488		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102
	加标样品	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018			0.076	0.074	0.068	0.069	0.065	0.076	0.071			0.469	0.540	0.524	0.547	0.495	0.469	0.508		

培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.6
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.017	0.019	0.017	0.018			0.067	0.069	0.066	0.074	0.068	0.072	0.069			0.459	0.492	0.418	0.474	0.405	0.379	0.438		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.6
	加标样品	0.015	0.018	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017			0.068	0.066	0.067	0.069	0.064	0.062	0.066			0.541	0.480	0.515	0.502	0.423	0.407	0.478		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102
	加标样品	0.019	0.018	0.020	0.018	0.018	0.018	0.018			0.077	0.081	0.074	0.079	0.073	0.073	0.076			0.549	0.560	0.449	0.526	0.522	0.442	0.508		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	87.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	94.8
	加标样品	0.015	0.016	0.019	0.019	0.020	0.017	0.018			0.065	0.074	0.070	0.073	0.060	0.074	0.069			0.530	0.509	0.464	0.502	0.433	0.405	0.474		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.3
	加标样品	0.014	0.017	0.012	0.014	0.015	0.013	0.014			0.069	0.066	0.061	0.064	0.066	0.067	0.066			0.514	0.460	0.433	0.507	0.455	0.429	0.466		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.1
	加标样品	0.016	0.015	0.016	0.015	0.017	0.017	0.016			0.069	0.078	0.067	0.069	0.066	0.070	0.070			0.510	0.525	0.415	0.477	0.440	0.397	0.461		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.7
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.017			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.071			0.53	0.51	0.44	0.51	0.45	0.41	0.478		

	样品	18	17	18	15	16	17				73	78	69	73	64	67				6	2	2	2	1	7			
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.5
	加标样品	0.016	0.017	0.016	0.015	0.015	0.015	0.016			0.064	0.061	0.063	0.063	0.061	0.068	0.063			0.480	0.486	0.378	0.489	0.410	0.409	0.442		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	81.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.9
	加标样品	0.018	0.018	0.016	0.015	0.014	0.017	0.016			0.070	0.069	0.064	0.064	0.063	0.063	0.066			0.495	0.485	0.419	0.497	0.466	0.423	0.464		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.4
	加标样品	0.012	0.012	0.012	0.013	0.012	0.014	0.012			0.070	0.065	0.067	0.066	0.070	0.064	0.067			0.347	0.373	0.390	0.353	0.369	0.371	0.367		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.8%~91.3%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.3%~76.3%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 69.6%~106%。

表 1-39　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：2023 年 11 月 29 日

目标物	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%
	1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			

																														)
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	81.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.6
	加标样品	0.017	0.016	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016			0.080	0.055	0.078	0.084	0.068	0.058	0.070			0.579	0.384	0.430	0.502	0.532	0.381	0.468		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	74.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.1
	加标样品	0.020	0.016	0.018	0.017	0.020	0.020	0.019			0.082	0.067	0.069	0.076	0.070	0.082	0.074			0.467	0.376	0.390	0.363	0.466	0.400	0.410		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	98.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	100
	加标样品	0.020	0.019	0.018	0.020	0.020	0.017	0.019			0.117	0.089	0.101	0.078	0.098	0.108	0.098			0.531	0.497	0.581	0.409	0.478	0.510	0.501		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	79.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.3
	加标样品	0.022	0.019	0.018	0.016	0.017	0.018	0.018			0.096	0.052	0.088	0.091	0.073	0.078	0.080			0.562	0.383	0.485	0.532	0.542	0.444	0.491		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	81.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.6
	加标样品	0.018	0.015	0.016	0.019	0.020	0.017	0.018			0.101	0.069	0.084	0.077	0.081	0.079	0.082			0.425	0.311	0.350	0.427	0.373	0.383	0.378		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	93.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.3
	加标样	0.020	0.018	0.019	0.017	0.020	0.018	0.019			0.095	0.069	0.072	0.075	0.073	0.086	0.078			0.452	0.372	0.391	0.469	0.423	0.423	0.422		

	品																											
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	85.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.9
	加标样品	0.020	0.017	0.017	0.017	0.019	0.017	0.018			0.097	0.077	0.092	0.077	0.080	0.092	0.086			0.519	0.474	0.564	0.338	0.451	0.469	0.469		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.1
	加标样品	0.019	0.018	0.020	0.019	0.020	0.019	0.019			0.095	0.068	0.101	0.089	0.087	0.084	0.087			0.501	0.344	0.410	0.416	0.473	0.470	0.436		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102
	加标样品	0.018	0.018	0.019	0.016	0.017	0.020	0.018			0.110	0.090	0.087	0.085	0.085	0.088	0.091			0.529	0.495	0.518	0.520	0.510	0.480	0.509		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	96.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	91.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	81.3
	加标样品	0.019	0.019	0.019	0.020	0.020	0.019	0.019			0.102	0.087	0.096	0.078	0.091	0.094	0.091			0.498	0.360	0.389	0.375	0.380	0.437	0.407		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.4
	加标样品	0.022	0.017	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019			0.085	0.066	0.071	0.067	0.062	0.056	0.068			0.473	0.373	0.423	0.380	0.386	0.437	0.412		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	93.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	73.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.2
	加标样品	0.020	0.016	0.020	0.018	0.019	0.019	0.019			0.080	0.073	0.084	0.068	0.069	0.071	0.074			0.450	0.376	0.448	0.384	0.395	0.411	0.411		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.5

	加标样品	0.022	0.020	0.019	0.017	0.018	0.019	0.019			0.082	0.076	0.076	0.080	0.064	0.056	0.072			0.432	0.336	0.344	0.396	0.334	0.362	0.367		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	93.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.021	0.019	0.019	0.017	0.018	0.018	0.019			0.124	0.105	0.098	0.093	0.075	0.091	0.098			0.663	0.650	0.579	0.450	0.374	0.451	0.528		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	96.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	101
	加标样品	0.022	0.017	0.020	0.017	0.019	0.020	0.019			0.119	0.102	0.093	0.082	0.085	0.084	0.094			0.610	0.528	0.541	0.460	0.432	0.455	0.505		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	92.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	104
	加标样品	0.021	0.017	0.018	0.018	0.019	0.018	0.019			0.117	0.088	0.089	0.099	0.075	0.086	0.092			0.552	0.498	0.575	0.490	0.527	0.492	0.522		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	95.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.4
	加标样品	0.020	0.019	0.020	0.019	0.020	0.019	0.020			0.106	0.086	0.093	0.094	0.102	0.092	0.096			0.575	0.488	0.486	0.466	0.440	0.497	0.492		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	80.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	90.9
	加标样品	0.020	0.017	0.020	0.017	0.020	0.019	0.019			0.087	0.093	0.080	0.081	0.077	0.066	0.081			0.463	0.368	0.502	0.503	0.392	0.499	0.454		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	77.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	81.2
	加标样品	0.020	0.017	0.021	0.017	0.019	0.017	0.018			0.086	0.074	0.087	0.076	0.078	0.065	0.078			0.436	0.352	0.362	0.429	0.389	0.469	0.406		

磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	93.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	97.6
	加标样品	0.021	0.017	0.020	0.017	0.020	0.017	0.019			0.095	0.074	0.077	0.088	0.088	0.073	0.082			0.571	0.419	0.501	0.457	0.513	0.467	0.488		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择地下水为样品，地下水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 81.8%~98.1%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 67.8%~98.5%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 73.5%~106%。

1.4.3 湖水加标样正确度测试数据

表 1-40～表 1-45 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地下水加标样的正确度测试数据。

表 1-40　湖水加标样测试数据

验证单位：西宁市生态环境监测站

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	76.5
	加标样品	0.017	0.017	0.015	0.015	0.018	0.018	0.017			0.064	0.074	0.070	0.072	0.066	0.071	0.069			0.371	0.406	0.384	0.396	0.368	0.371	0.383		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.2
	加标样	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.014			0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.066			0.39	0.39	0.30	0.39	0.39	0.38	0.376		

	品	13	13	14	15	16	13				60	66	66	63	69	69				5	4	2	2	5	0			
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.6
	加标样品	0.017	0.017	0.017	0.018	0.017	0.017	0.017			0.070	0.071	0.073	0.069	0.068	0.073	0.071			0.406	0.404	0.410	0.387	0.360	0.392	0.393		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.0
	加标样品	0.016	0.020	0.017	0.020	0.017	0.016	0.018			0.061	0.060	0.064	0.066	0.063	0.066	0.063			0.404	0.407	0.362	0.391	0.381	0.364	0.385		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	70.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.8
	加标样品	0.013	0.013	0.014	0.015	0.016	0.013	0.014			0.060	0.063	0.060	0.067	0.064	0.063	0.063			0.328	0.356	0.328	0.326	0.334	0.332	0.334		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.4
	加标样品	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013			0.070	0.069	0.061	0.069	0.067	0.067	0.067			0.389	0.301	0.386	0.300	0.397	0.397	0.362		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.9
	加标样品	0.016	0.015	0.014	0.014	0.014	0.014	0.014			0.068	0.070	0.066	0.068	0.068	0.065	0.067			0.330	0.344	0.320	0.350	0.340	0.323	0.334		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.6
	加标样品	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013			0.065	0.065	0.070	0.062	0.060	0.061	0.064			0.378	0.371	0.336	0.378	0.345	0.340	0.358		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.6

	加标样品	0.021	0.021	0.021	0.017	0.022	0.019	0.020			0.079	0.077	0.088	0.074	0.069	0.072	0.076			0.374	0.399	0.340	0.389	0.418	0.407	0.388		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	108	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	114
	加标样品	0.013	0.013	0.015	0.013	0.013	0.014	0.013			0.108	0.104	0.109	0.116	0.100	0.112	0.108			0.566	0.597	0.572	0.592	0.561	0.534	0.570		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	108	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.7
	加标样品	0.015	0.015	0.015	0.014	0.016	0.013	0.015			0.104	0.101	0.114	0.107	0.106	0.115	0.108			0.358	0.337	0.415	0.368	0.338	0.393	0.368		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	72.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.5
	加标样品	0.014	0.014	0.014	0.017	0.014	0.014	0.014			0.109	0.111	0.120	0.106	0.107	0.120	0.112			0.374	0.335	0.321	0.385	0.439	0.410	0.377		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.6
	加标样品	0.013	0.015	0.014	0.014	0.012	0.014	0.014			0.113	0.115	0.110	0.102	0.117	0.117	0.112			0.470	0.454	0.418	0.447	0.412	0.426	0.438		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.3
	加标样品	0.012	0.014	0.012	0.014	0.013	0.014	0.013			0.110	0.099	0.109	0.101	0.112	0.102	0.105			0.455	0.437	0.448	0.449	0.436	0.455	0.446		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	114	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	86.8
	加标样品	0.015	0.014	0.014	0.014	0.014	0.013	0.014			0.116	0.112	0.120	0.119	0.114	0.100	0.114			0.463	0.456	0.417	0.415	0.438	0.415	0.434		

西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	77.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.4
	加标样品	0.015	0.014	0.014	0.018	0.017	0.015	0.015			0.109	0.118	0.108	0.107	0.118	0.101	0.110			0.499	0.479	0.412	0.465	0.439	0.480	0.462		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	106	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	86.6
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.015	0.012	0.015	0.013			0.108	0.101	0.105	0.102	0.115	0.107	0.106			0.439	0.447	0.426	0.423	0.461	0.401	0.433		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	91.1
	加标样品	0.014	0.014	0.015	0.013	0.014	0.014	0.014			0.109	0.119	0.101	0.108	0.102	0.102	0.107			0.407	0.407	0.477	0.479	0.477	0.488	0.456		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	109	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.3
	加标样品	0.014	0.014	0.013	0.015	0.014	0.013	0.014			0.111	0.107	0.103	0.117	0.102	0.113	0.109			0.440	0.444	0.390	0.441	0.463	0.380	0.426		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	65.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.7
	加标样品	0.014	0.013	0.012	0.013	0.014	0.013	0.013			0.067	0.060	0.063	0.069	0.064	0.067	0.065			0.385	0.391	0.339	0.329	0.335	0.342	0.353		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.8%~99.7%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.7%~114%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 66.8%~114%。

表 1-41　湖水加标样测试数据

验证单位：吉林省长春生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 18 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.5
	加标样品	0.016	0.015	0.015	0.017	0.016	0.016	0.016			0.069	0.070	0.069	0.071	0.070	0.073	0.070			0.391	0.380	0.414	0.392	0.414	0.397	0.398		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	60.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	64.3
	加标样品	0.012	0.011	0.012	0.011	0.013	0.013	0.012			0.068	0.066	0.060	0.062	0.066	0.067	0.065			0.319	0.319	0.321	0.313	0.340	0.315	0.321		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.9
	加标样品	0.017	0.016	0.019	0.016	0.018	0.018	0.017			0.072	0.074	0.069	0.075	0.070	0.072	0.072			0.428	0.430	0.440	0.434	0.422	0.424	0.430		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.8
	加标样品	0.013	0.013	0.014	0.015	0.014	0.013	0.014			0.065	0.062	0.066	0.061	0.062	0.065	0.064			0.443	0.439	0.410	0.408	0.408	0.406	0.419		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.2
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013			0.064	0.066	0.066	0.066	0.065	0.068	0.066			0.360	0.357	0.370	0.333	0.361	0.354	0.356		
磺胺间甲氧嘧	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.0

啶	加标样品	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.013			0.067	0.070	0.067	0.064	0.065	0.069	0.067			0.327	0.324	0.341	0.342	0.329	0.318	0.330		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	63.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.5
	加标样品	0.014	0.013	0.014	0.013	0.014	0.014	0.014			0.067	0.063	0.064	0.065	0.061	0.061	0.063			0.366	0.367	0.367	0.354	0.366	0.357	0.363		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.8
	加标样品	0.014	0.013	0.012	0.012	0.014	0.012	0.013			0.070	0.067	0.066	0.068	0.064	0.069	0.067			0.373	0.386	0.396	0.386	0.358	0.375	0.379		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	81.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.9
	加标样品	0.017	0.019	0.015	0.018	0.013	0.015	0.016			0.064	0.086	0.069	0.070	0.084	0.084	0.076			0.312	0.447	0.351	0.380	0.411	0.377	0.380		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	112
	加标样品	0.013	0.017	0.013	0.013	0.013	0.015	0.014			0.102	0.114	0.106	0.108	0.084	0.104	0.103			0.600	0.597	0.516	0.596	0.502	0.539	0.558		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	109
	加标样品	0.018	0.017	0.016	0.017	0.016	0.019	0.017			0.107	0.106	0.113	0.125	0.123	0.121	0.116			0.549	0.586	0.511	0.577	0.548	0.512	0.547		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	123	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	94.5
	加标样品	0.020	0.018	0.023	0.017	0.018	0.016	0.019			0.126	0.128	0.127	0.111	0.118	0.128	0.123			0.442	0.523	0.430	0.543	0.444	0.454	0.473		

恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	113
	加标样品	0.015	0.014	0.012	0.014	0.013	0.013	0.013			0.103	0.111	0.108	0.107	0.101	0.113	0.107			0.538	0.561	0.529	0.584	0.595	0.596	0.567		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	111	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	123
	加标样品	0.014	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013			0.115	0.122	0.102	0.103	0.106	0.117	0.111			0.591	0.608	0.599	0.621	0.640	0.641	0.616		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	109	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	107
	加标样品	0.013	0.014	0.012	0.012	0.013	0.012	0.013			0.109	0.113	0.113	0.109	0.100	0.107	0.109			0.505	0.515	0.580	0.527	0.513	0.570	0.535		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	72.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	118	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	110
	加标样品	0.013	0.012	0.016	0.012	0.018	0.016	0.014			0.120	0.122	0.114	0.110	0.123	0.120	0.118			0.537	0.579	0.592	0.549	0.521	0.513	0.549		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	126
	加标样品	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013			0.111	0.108	0.110	0.106	0.112	0.112	0.110			0.602	0.684	0.623	0.591	0.654	0.640	0.632		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	75.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	110
	加标样品	0.015	0.017	0.014	0.015	0.015	0.014	0.015			0.120	0.112	0.117	0.109	0.101	0.102	0.110			0.573	0.565	0.553	0.533	0.567	0.511	0.550		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	83.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	79.1
	加标	0.015	0.015	0.018	0.020	0.016	0.017	0.017			0.128	0.117	0.102	0.117	0.119	0.112	0.116			0.428	0.355	0.410	0.440	0.412	0.328	0.396		

	样品																											
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	65.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.0
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013			0.064	0.061	0.066	0.070	0.069	0.061	0.065			0.322	0.342	0.337	0.310	0.324	0.346	0.330		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 60.1%~92.9%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 63.4%~123%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 64.3%~126%。

表 1-42　湖水加标样测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	73.2
	加标样品	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.013			0.063	0.067	0.066	0.070	0.066	0.070	0.067			0.392	0.313	0.393	0.305	0.400	0.394	0.366		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	63.3
	加标样品	0.013	0.012	0.012	0.013	0.012	0.013	0.013			0.067	0.062	0.069	0.070	0.061	0.063	0.065			0.314	0.320	0.325	0.313	0.302	0.328	0.317		
磺胺甲基	样	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.5

嘧啶	品																											
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013			0.064	0.066	0.069	0.068	0.067	0.067	0.067			0.364	0.300	0.298	0.381	0.388	0.384	0.353		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	61.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	64.0
	加标样品	0.012	0.013	0.011	0.012	0.014	0.013	0.012			0.062	0.063	0.061	0.061	0.061	0.062	0.062			0.388	0.305	0.303	0.315	0.302	0.308	0.320		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	74.5
	加标样品	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013			0.067	0.069	0.062	0.066	0.063	0.068	0.066			0.358	0.377	0.380	0.365	0.376	0.380	0.373		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.7
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013			0.066	0.063	0.069	0.061	0.066	0.067	0.065			0.356	0.376	0.359	0.351	0.358	0.380	0.363		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	63.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	66.6
	加标样品	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013			0.063	0.064	0.064	0.066	0.064	0.065	0.064			0.322	0.334	0.333	0.323	0.341	0.344	0.333		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	65.0
	加标样品	0.013	0.013	0.012	0.012	0.012	0.013	0.013			0.066	0.068	0.070	0.069	0.068	0.067	0.068			0.397	0.311	0.307	0.303	0.312	0.320	0.325		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	80.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.9
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.016			0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.1	0.102			0.42	0.45	0.43	0.44	0.40	0.41	0.430		

	样品	19	16	15	14	17	15				04	12	03	96	95	00				6	1	4	8	4	6			
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.6
	加标样品	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012			0.066	0.067	0.062	0.069	0.065	0.062	0.065			0.390	0.396	0.384	0.380	0.383	0.394	0.388		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	107
	加标样品	0.022	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.021			0.112	0.111	0.094	0.104	0.116	0.102	0.107			0.546	0.539	0.582	0.526	0.526	0.487	0.534		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	112	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	90.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	80.2
	加标样品	0.022	0.021	0.022	0.022	0.024	0.023	0.022			0.089	0.100	0.080	0.090	0.091	0.093	0.091			0.394	0.410	0.396	0.395	0.389	0.422	0.401		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	117	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	114	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.023	0.023	0.024	0.023	0.023	0.025	0.023			0.125	0.118	0.111	0.120	0.105	0.109	0.114			0.569	0.534	0.581	0.471	0.516	0.510	0.530		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	120	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.9
	加标样品	0.022	0.025	0.023	0.025	0.025	0.024	0.024			0.081	0.070	0.076	0.067	0.078	0.083	0.076			0.368	0.331	0.386	0.398	0.307	0.396	0.364		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	111	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	111	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	107
	加标样品	0.023	0.023	0.022	0.023	0.024	0.019	0.022			0.117	0.116	0.107	0.104	0.102	0.120	0.111			0.545	0.586	0.563	0.503	0.497	0.501	0.533		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	109	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	117	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	101

	加标样品	0.021	0.025	0.021	0.022	0.023	0.018	0.022			0.116	0.125	0.106	0.115	0.128	0.114	0.117			0.452	0.553	0.468	0.530	0.535	0.502	0.507		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	75.5
	加标样品	0.017	0.019	0.015	0.017	0.018	0.016	0.017			0.067	0.066	0.064	0.068	0.074	0.072	0.068			0.382	0.331	0.381	0.397	0.399	0.376	0.378		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.8
	加标样品	0.020	0.018	0.019	0.013	0.014	0.016	0.017			0.070	0.066	0.067	0.063	0.064	0.069	0.066			0.368	0.370	0.381	0.352	0.365	0.349	0.364		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	147	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	118	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	129
	加标样品	0.030	0.029	0.030	0.029	0.029	0.029	0.029			0.117	0.118	0.125	0.110	0.124	0.111	0.118			0.620	0.655	0.645	0.631	0.674	0.633	0.643		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	62.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	64.3
	加标样品	0.012	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.012			0.064	0.066	0.067	0.063	0.066	0.063	0.065			0.389	0.316	0.305	0.309	0.299	0.310	0.321		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.0%~147%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 61.7%~118%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 63.3%~129%。

表 1-43　湖水加标样测试数据

验证单位：黔西南生态环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 16 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	89.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	116	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	121
	加标样品	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018			0.122	0.121	0.116	0.113	0.110	0.116	0.116			0.731	0.620	0.572	0.568	0.607	0.547	0.607		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.018	0.017	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017			0.072	0.086	0.072	0.075	0.080	0.069	0.076			0.546	0.492	0.628	0.530	0.466	0.478	0.523		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	105
	加标样品	0.021	0.020	0.022	0.020	0.020	0.019	0.020			0.117	0.105	0.104	0.108	0.109	0.098	0.107			0.538	0.531	0.459	0.521	0.526	0.573	0.525		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	99.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	119
	加标样品	0.019	0.020	0.021	0.021	0.020	0.021	0.020			0.104	0.104	0.106	0.102	0.095	0.085	0.099			0.643	0.611	0.562	0.571	0.541	0.626	0.593		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	90.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	77.7
	加标样品	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.020	0.018			0.099	0.105	0.106	0.109	0.116	0.107	0.107			0.350	0.382	0.486	0.345	0.404	0.363	0.388		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	93.6

	加标样品	0.019	0.020	0.022	0.019	0.019	0.021	0.020			0.101	0.121	0.114	0.096	0.101	0.112	0.107			0.416	0.464	0.514	0.471	0.445	0.499	0.468		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	79.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.6
	加标样品	0.020	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021			0.084	0.083	0.079	0.076	0.077	0.077	0.079			0.478	0.444	0.457	0.498	0.452	0.449	0.463		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	109
	加标样品	0.019	0.020	0.020	0.019	0.018	0.018	0.019			0.089	0.110	0.100	0.093	0.081	0.087	0.093			0.578	0.504	0.539	0.517	0.544	0.580	0.544		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	114
	加标样品	0.018	0.021	0.019	0.019	0.022	0.018	0.020			0.110	0.113	0.116	0.091	0.091	0.104	0.104			0.593	0.535	0.528	0.623	0.587	0.548	0.569		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	103	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	88.8
	加标样品	0.020	0.022	0.021	0.022	0.019	0.021	0.021			0.082	0.098	0.115	0.101	0.097	0.091	0.097			0.428	0.518	0.403	0.421	0.431	0.461	0.444		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	100	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	76.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.4
	加标样品	0.021	0.020	0.019	0.020	0.020	0.021	0.020			0.071	0.071	0.077	0.088	0.077	0.072	0.076			0.483	0.469	0.448	0.482	0.484	0.497	0.477		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	117
	加标样品	0.021	0.019	0.020	0.020	0.022	0.020	0.020			0.095	0.107	0.109	0.118	0.102	0.090	0.104			0.569	0.598	0.571	0.597	0.584	0.595	0.586		

恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	96.0
	加标样品	0.020	0.019	0.021	0.020	0.019	0.020	0.020			0.084	0.109	0.087	0.087	0.080	0.079	0.087			0.429	0.507	0.394	0.512	0.515	0.523	0.480		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	118	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	114
	加标样品	0.021	0.019	0.020	0.021	0.019	0.021	0.020			0.102	0.117	0.119	0.123	0.111	0.136	0.118			0.438	0.566	0.581	0.660	0.579	0.585	0.568		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	99.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	109	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	122
	加标样品	0.020	0.021	0.019	0.020	0.019	0.020	0.020			0.094	0.101	0.119	0.119	0.110	0.113	0.109			0.558	0.617	0.591	0.642	0.604	0.639	0.609		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	106	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	110
	加标样品	0.021	0.021	0.021	0.019	0.018	0.019	0.020			0.107	0.106	0.112	0.097	0.108	0.105	0.106			0.515	0.548	0.583	0.578	0.553	0.521	0.549		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.6
	加标样品	0.019	0.019	0.020	0.018	0.021	0.021	0.020			0.103	0.124	0.121	0.109	0.094	0.107	0.110			0.411	0.546	0.443	0.479	0.502	0.486	0.478		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	106	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	100	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.0
	加标样品	0.021	0.021	0.021	0.022	0.021	0.021	0.021			0.117	0.079	0.086	0.106	0.112	0.103	0.100			0.407	0.409	0.491	0.491	0.439	0.434	0.445		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	104	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	111
	加标	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.020			0.1	0.1	0.0	0.0	0.1	0.1	0.104			0.53	0.55	0.55	0.53	0.57	0.59	0.557		

	样品	21	19	20	18	18	22				16	02	99	96	07	05				3	1	2	8	2	6			
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.5
	加标样品	0.019	0.019	0.020	0.018	0.017	0.016	0.018			0.103	0.087	0.097	0.077	0.086	0.076	0.088			0.521	0.478	0.426	0.465	0.497	0.568	0.493		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 85.1%~106%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 75.6%~118%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 77.7%~122%。

表 1-44　湖水加标样测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2023 年 11 月 26 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	66.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.9
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.014	0.013	0.014	0.013			0.071	0.067	0.068	0.071	0.071	0.067	0.069			0.348	0.326	0.340	0.342	0.330	0.350	0.339		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	101	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.0
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.013	0.012	0.014	0.013			0.107	0.098	0.100	0.090	0.109	0.105	0.101			0.412	0.410	0.392	0.379	0.377	0.371	0.390		
磺胺甲基	样	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	69.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	68.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.2

嘧啶	品																											
	加标样品	0.014	0.015	0.013	0.013	0.014	0.014	0.014			0.066	0.065	0.071	0.071	0.067	0.068	0.068			0.352	0.394	0.349	0.308	0.394	0.340	0.356		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	65.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	66.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	70.7
	加标样品	0.013	0.014	0.013	0.012	0.013	0.013	0.013			0.067	0.069	0.065	0.068	0.070	0.062	0.067			0.384	0.357	0.368	0.344	0.325	0.342	0.353		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	86.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	95.2
	加标样品	0.018	0.016	0.019	0.018	0.017	0.016	0.017			0.063	0.064	0.070	0.061	0.065	0.064	0.065			0.490	0.467	0.488	0.492	0.433	0.486	0.476		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.3
	加标样品	0.018	0.018	0.016	0.017	0.016	0.017	0.017			0.068	0.065	0.070	0.065	0.067	0.068	0.067			0.393	0.438	0.390	0.363	0.346	0.420	0.392		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	81.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	75.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.6
	加标样品	0.016	0.016	0.015	0.016	0.018	0.017	0.016			0.074	0.077	0.076	0.073	0.075	0.075	0.075			0.341	0.368	0.319	0.391	0.375	0.384	0.363		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	105	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	78.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	91.4
	加标样品	0.020	0.020	0.024	0.021	0.019	0.021	0.021			0.079	0.079	0.072	0.078	0.082	0.080	0.078			0.465	0.485	0.441	0.421	0.399	0.531	0.457		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	72.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	74.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	96.3
	加标	0.015	0.014	0.015	0.015	0.015	0.014	0.014			0.076	0.072	0.074	0.073	0.081	0.072	0.075			0.511	0.541	0.476	0.465	0.419	0.478	0.482		

	样品																											
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	74.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	80.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102
	加标样品	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015	0.015	0.015			0.077	0.082	0.082	0.081	0.078	0.084	0.081			0.496	0.456	0.503	0.497	0.528	0.569	0.508		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	67.5
	加标样品	0.014	0.015	0.015	0.017	0.014	0.015	0.015			0.064	0.069	0.061	0.069	0.061	0.060	0.064			0.355	0.343	0.344	0.338	0.314	0.332	0.338		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	68.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	67.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	85.2
	加标样品	0.014	0.013	0.015	0.014	0.014	0.013	0.014			0.072	0.074	0.064	0.060	0.071	0.063	0.067			0.462	0.426	0.433	0.421	0.399	0.415	0.426		
恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	103
	加标样品	0.016	0.015	0.017	0.015	0.016	0.015	0.016			0.082	0.082	0.082	0.080	0.084	0.084	0.082			0.526	0.571	0.511	0.488	0.456	0.547	0.517		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	71.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	73.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.0
	加标样品	0.015	0.013	0.015	0.014	0.015	0.014	0.014			0.074	0.071	0.078	0.078	0.078	0.062	0.074			0.441	0.456	0.433	0.456	0.425	0.459	0.445		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	78.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	69.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	84.9
	加标样品	0.015	0.016	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016			0.066	0.066	0.071	0.068	0.073	0.071	0.069			0.438	0.411	0.442	0.443	0.397	0.414	0.424		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.9

	加标样品	0.014	0.012	0.015	0.013	0.014	0.014	0.014			0.074	0.077	0.072	0.072	0.068	0.076	0.073			0.394	0.352	0.372	0.348	0.351	0.369	0.364		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	72.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.0
	加标样品	0.013	0.012	0.014	0.013	0.013	0.012	0.013			0.073	0.074	0.074	0.065	0.083	0.066	0.073			0.455	0.370	0.431	0.402	0.380	0.452	0.415		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	73.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	62.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	71.8
	加标样品	0.015	0.014	0.016	0.015	0.015	0.014	0.015			0.062	0.069	0.062	0.060	0.060	0.063	0.063			0.355	0.373	0.337	0.309	0.390	0.392	0.359		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	64.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	65.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	78.1
	加标样品	0.012	0.013	0.013	0.014	0.013	0.013	0.013			0.065	0.068	0.066	0.065	0.065	0.065	0.066			0.412	0.429	0.368	0.349	0.328	0.458	0.391		
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	67.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	64.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	69.9
	加标样品	0.013	0.013	0.013	0.015	0.013	0.014	0.014			0.065	0.061	0.064	0.065	0.067	0.063	0.064			0.319	0.393	0.331	0.328	0.392	0.334	0.349		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 64.1%~105%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 62.7%~101%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 67.5%~103%。

表 1-45　湖水加标样测试数据

验证单位：江苏省环境监测中心

测试日期：2023 年 11 月 29 日

目标物		测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）	测定结果（μg/L）						平均值（μg/L）	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
		1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6				1	2	3	4	5	6			
磺胺二甲（基）嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	82.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	107	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	107
	加标样品	0.017	0.016	0.017	0.016	0.017	0.016	0.017			0.114	0.108	0.111	0.101	0.102	0.107	0.107			0.541	0.552	0.549	0.506	0.565	0.503	0.536		
磺胺氯哒嗪	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	79.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	70.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.1
	加标样品	0.018	0.015	0.016	0.015	0.015	0.016	0.016			0.073	0.077	0.069	0.067	0.074	0.063	0.071			0.557	0.438	0.603	0.472	0.433	0.440	0.490		
磺胺甲基嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	100	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	98.1
	加标样品	0.021	0.018	0.021	0.018	0.019	0.017	0.019			0.119	0.093	0.100	0.096	0.101	0.090	0.100			0.549	0.473	0.441	0.464	0.489	0.527	0.490		
磺胺邻二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	93.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	108
	加标样品	0.019	0.018	0.020	0.019	0.019	0.019	0.019			0.106	0.093	0.102	0.091	0.088	0.078	0.093			0.556	0.544	0.540	0.508	0.503	0.576	0.538		
磺胺对甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	84.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	99.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	72.7
	加标样品	0.018	0.015	0.017	0.016	0.017	0.018	0.017			0.101	0.093	0.102	0.097	0.108	0.098	0.100			0.357	0.340	0.467	0.307	0.376	0.334	0.363		
磺胺间甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	93.5	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	100	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	87.4

	加标样品	0.019	0.018	0.021	0.017	0.018	0.019	0.019			0.103	0.108	0.109	0.085	0.094	0.103	0.100			0.424	0.413	0.493	0.419	0.414	0.459	0.437		
磺胺嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	96.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	74.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	86.6
	加标样品	0.020	0.018	0.020	0.019	0.020	0.019	0.019			0.086	0.074	0.076	0.068	0.072	0.071	0.074			0.488	0.395	0.439	0.443	0.420	0.413	0.433		
磺胺甲噁唑	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	88.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	87.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	102
	加标样品	0.019	0.018	0.019	0.017	0.017	0.017	0.018			0.091	0.098	0.096	0.083	0.075	0.080	0.087			0.590	0.449	0.517	0.460	0.506	0.534	0.509		
诺氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	91.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.018	0.019	0.018	0.017	0.020	0.017	0.018			0.112	0.101	0.111	0.081	0.085	0.096	0.098			0.605	0.476	0.507	0.554	0.546	0.504	0.532		
氧氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	97.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	90.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	82.8
	加标样品	0.020	0.020	0.020	0.020	0.018	0.019	0.019			0.084	0.087	0.110	0.090	0.090	0.084	0.091			0.437	0.461	0.387	0.375	0.401	0.424	0.414		
培氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	71.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.2
	加标样品	0.021	0.018	0.018	0.018	0.019	0.019	0.019			0.072	0.063	0.074	0.078	0.072	0.066	0.071			0.493	0.417	0.430	0.429	0.450	0.457	0.446		
环丙沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	95.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	96.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	109
	加标样品	0.021	0.017	0.019	0.018	0.020	0.018	0.019			0.097	0.095	0.105	0.105	0.095	0.083	0.097			0.580	0.532	0.548	0.531	0.543	0.547	0.547		

恩诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	81.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.4
	加标样品	0.020	0.017	0.020	0.018	0.018	0.018	0.019			0.086	0.097	0.084	0.077	0.074	0.073	0.082			0.438	0.451	0.378	0.456	0.479	0.481	0.447		
沙拉沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	94.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	110	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	106
	加标样品	0.021	0.017	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019			0.104	0.104	0.114	0.109	0.103	0.125	0.110			0.447	0.504	0.558	0.587	0.538	0.538	0.529		
双氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	114
	加标样品	0.020	0.019	0.018	0.018	0.018	0.018	0.019			0.096	0.090	0.114	0.106	0.102	0.104	0.102			0.569	0.549	0.567	0.571	0.562	0.588	0.568		
西诺沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	99.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	103
	加标样品	0.021	0.019	0.020	0.017	0.017	0.017	0.019			0.109	0.094	0.108	0.086	0.100	0.097	0.099			0.525	0.488	0.560	0.514	0.514	0.479	0.513		
洛美沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	102	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	89.0
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.016	0.020	0.019	0.018			0.105	0.110	0.116	0.097	0.087	0.098	0.102			0.419	0.486	0.425	0.426	0.467	0.447	0.445		
吡哌酸	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	98.9	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	94.2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	83.2
	加标样品	0.021	0.019	0.020	0.020	0.020	0.019	0.020			0.119	0.070	0.083	0.094	0.104	0.095	0.094			0.415	0.364	0.471	0.437	0.408	0.399	0.416		
达氟沙星	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	92.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	97.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	104
	加标	0.021	0.017	0.019	0.016	0.017	0.020	0.018			0.118	0.091	0.095	0.085	0.100	0.097	0.098			0.544	0.490	0.530	0.479	0.532	0.548	0.521		

	样品																											
磺胺间二甲氧嘧啶	样品	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.02	85.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.10	82.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.50	92.1
	加标样品	0.019	0.017	0.019	0.016	0.016	0.015	0.017			0.105	0.077	0.093	0.069	0.080	0.070	0.082			0.531	0.425	0.409	0.414	0.462	0.523	0.461		

结论：固相萃取法实际样品加标试验过程中，选择湖水为样品，湖水中无目标物检出。当使用加标浓度为 0.020 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 79.6%~98.9%；当使用加标浓度为 0.100 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 70.6%~110%；当使用加标浓度为 0.500 μg/L 为加标量时，测定结果显示 20 种目标物的加标回收率范围是 72.7%~114%。

2、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 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定测定本文件 20 种目标化合物的方法检出限和测定下限汇总数据。

表 2-1　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）						检出限（μg/L）	测定下限（μg/L）
		1	2	3	4	5	6		
1	磺胺二甲（基）嘧啶	0.003	0.005	0.005	0.004	0.005	0.004	0.005	0.020
2	磺胺氯哒嗪	0.004	0.002	0.003	0.004	0.002	0.005	0.005	0.020
3	磺胺甲基嘧啶	0.003	0.004	0.003	0.005	0.006	0.004	0.006	0.024
4	磺胺邻二甲氧嘧啶	0.003	0.002	0.002	0.003	0.002	0.003	0.003	0.012
5	磺胺对甲氧嘧啶	0.002	0.003	0.006	0.004	0.004	0.003	0.006	0.024

6	磺胺间甲氧嘧啶	0.003	0.002	0.003	0.003	0.004	0.003	0.004	0.016
7	磺胺嘧啶	0.003	0.005	0.003	0.003	0.004	0.003	0.005	0.020
8	磺胺甲噁唑	0.003	0.002	0.003	0.005	0.003	0.003	0.005	0.020
9	诺氟沙星	0.008	0.010	0.011	0.002	0.005	0.003	0.011	0.044
10	氧氟沙星	0.008	0.004	0.007	0.003	0.004	0.003	0.008	0.032
11	培氟沙星	0.010	0.004	0.006	0.004	0.003	0.004	0.010	0.040
12	环丙沙星	0.007	0.011	0.004	0.003	0.004	0.004	0.011	0.044
13	恩诺沙星	0.006	0.004	0.004	0.003	0.004	0.004	0.006	0.024
14	沙拉沙星	0.005	0.003	0.010	0.006	0.003	0.004	0.010	0.040
15	双氟沙星	0.007	0.004	0.004	0.002	0.005	0.004	0.007	0.028
16	西诺沙星	0.004	0.003	0.005	0.005	0.004	0.003	0.005	0.020
17	洛美沙星	0.008	0.004	0.005	0.003	0.003	0.004	0.008	0.032
18	吡哌酸	0.007	0.005	0.002	0.004	0.004	0.004	0.007	0.028
19	达氟沙星	0.011	0.004	0.006	0.004	0.005	0.004	0.011	0.044
20	磺胺间二甲氧嘧啶	0.004	0.005	0.005	0.004	0.002	0.004	0.005	0.020

结论：由表 2-1 可知，固相萃取法磺胺二甲（基）嘧啶检出限为 0.003 μg/L～0.005 μg/L；磺胺氯哒嗪检出限为 0.002 μg/L～0.005 μg/L；磺胺甲基嘧啶检出限为 0.003 μg/L～0.006 μg/L；磺胺邻二甲氧嘧啶检出限为 0.002 μg/L～0.003 μg/L；磺胺对甲氧嘧啶检出限为 0.002 μg/L～0.006 μg/L；磺胺间甲氧嘧啶检出限为 0.002 μg/L～0.004 μg/L；磺胺嘧啶检出限为 0.003 μg/L～0.005 μg/L；磺胺甲噁唑检出限为 0.002 μg/L～0.005 μg/L；诺氟沙星检出限为 0.002 μg/L～0.011 μg/L；氧氟沙星检出限为 0.003 μg/L～0.008 μg/L；培氟沙星检出限为 0.003 μg/L～0.010 μg/L；环丙沙星检出限为 0.003 μg/L～0.011 μg/L；恩诺沙星检出限为 0.003 μg/L～0.006 μg/L；沙拉沙星检出限为 0.003 μg/L～0.010 μg/L；双氟沙星检出限为 0.002 μg/L～0.007 μg/L；西诺沙星检出限为 0.003 μg/L～0.005 μg/L；洛美沙星检出限为 0.003 μg/L～0.008 μg/L；吡哌酸检出限为 0.002 μg/L～0.007 μg/L；达氟沙星检出限为 0.004 μg/L～0.011 μg/L；磺胺间二甲氧嘧啶检出限为 0.002 μg/L～0.005 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，当采用固相萃取法，取样量为 100 mL，定容体积为 1.0 mL，进样体积为 5μL 时，11 种氟喹诺酮类抗生素和 9 种磺胺类抗生素的方法检出限为 0.003 μg/L~0.011 μg/L，测定下限为 0.012~0.044 μg/L。

2.2 精密度数据汇总

表 2-2 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地表水、地下水、湖水实际样品加标的精密度数据。

表 2-2　实际水样加标测定的精密度数据汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/L）	平均值	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）
1	磺胺二甲（基）嘧啶	地表水	0.02	0.016	4.9~9.6	19	0.003	0.009
			0.10	0.075	3.2~22	21	0.03	0.05
			0.50	0.404	2.9~11	20	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.016	3.4~4.7	14	0.002	0.007
			0.10	0.067	2.0~16	9	0.02	0.02
			0.50	0.417	2.7~15	14	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.015	1.6~7.7	13	0.002	0.006
			0.10	0.077	2.2~16	25	0.01	0.06
			0.50	0.427	2.8~12	23	0.1	0.3
2	磺胺氯哒嗪	地表水	0.02	0.015	2.0~7.7	24	0.003	0.010
			0.10	0.075	3.3~17	19	0.02	0.05
			0.50	0.371	4.0~9.6	18	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.016	1.0~8.0	21	0.003	0.010
			0.10	0.071	3.2~12	11	0.02	0.03
			0.50	0.382	1.8~11	14	0.1	0.2

		湖水	0.02	0.014	2.6~9.5	16	0.003	0.007
			0.10	0.074	4.7~12	19	0.02	0.04
			0.50	0.390	3.0~11	19	0.1	0.2
3	磺胺甲基嘧啶	地表水	0.02	0.017	3.1~11	13	0.002	0.007
			0.10	0.072	3.3~9.7	10	0.01	0.02
			0.50	0.393	3.1~8.1	13	0.06	0.2
		地下水	0.02	0.017	3.0~8.0	18	0.003	0.009
			0.10	0.080	2.9~10	24	0.02	0.06
			0.50	0.422	2.3~13	20	0.1	0.3
		湖水	0.02	0.016	1.7~8.9	16	0.003	0.008
			0.10	0.080	2.7~12	21	0.02	0.05
			0.50	0.426	1.5~12	17	0.1	0.2
4	磺胺邻二甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.015	3.8~9.0	26	0.003	0.011
			0.10	0.079	3.7~12	20	0.02	0.05
			0.50	0.425	3.5~11	22	0.07	0.3
		地下水	0.02	0.015	2.0~7.9	24	0.003	0.011
			0.10	0.073	3.2~18	15	0.02	0.04
			0.50	0.412	2.2~12	18	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.016	3.1~9.7	20	0.003	0.009
			0.10	0.072	1.2~19	20	0.02	0.04
			0.50	0.427	4.0~14	24	0.1	0.3
5	磺胺对甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.016	2.3~6.8	21	0.002	0.010
			0.10	0.075	3.8~8.5	21	0.01	0.05
			0.50	0.411	3.1~9.5	16	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.015	1.9~11	16	0.003	0.008

			0.10	0.075	4.6~11	16	0.02	0.04
			0.50	0.407	1.2~17	17	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.015	2.3~13	14	0.003	0.007
			0.10	0.074	2.1~11	23	0.01	0.05
			0.50	0.384	2.4~14	13	0.1	0.2
6	磺胺间甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.016	4.2~6.7	21	0.002	0.009
			0.10	0.079	2.3~13	16	0.02	0.04
			0.50	0.408	3.0~12	19	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.017	2.3~9.4	17	0.003	0.009
			0.10	0.073	3.0~11	13	0.02	0.03
			0.50	0.411	1.9~15	15	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.016	1.5~5.7	19	0.002	0.009
			0.10	0.075	3.1~12	22	0.02	0.05
			0.50	0.389	2.9~13	13	0.1	0.2
7	磺胺嘧啶	地表水	0.02	0.016	3.2~6.1	16	0.002	0.008
			0.10	0.066	4.5~12	5	0.02	0.02
			0.50	0.368	2.6~9.0	14	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.017	2.1~7.4	17	0.003	0.008
			0.10	0.074	4.1~10	18	0.01	0.04
			0.50	0.432	1.7~14	17	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.016	1.7~6.9	18	0.002	0.008
			0.10	0.072	1.4~8.6	12	0.01	0.02
			0.50	0.386	1.6~14	16	0.1	0.2
8	磺胺甲噁唑	地表水	0.02	0.016	3.2~7.7	21	0.002	0.009
			0.10	0.083	4.1~17	24	0.03	0.06

			0.50	0.412	4.3~13	21	0.1	0.3
		地下水	0.02	0.017	3.1~6.7	16	0.003	0.008
			0.10	0.075	5.4~13	19	0.02	0.05
			0.50	0.414	1.7~14	17	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.016	2.5~7.4	22	0.003	0.010
			0.10	0.076	2.1~11	15	0.02	0.04
			0.50	0.416	2.5~13	19	0.1	0.2
9	诺氟沙星	地表水	0.02	0.021	3.1~12	13	0.004	0.008
			0.10	0.099	4.4~9.8	8	0.02	0.03
			0.50	0.491	2.7~13	12	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.019	2.3~14	15	0.004	0.009
			0.10	0.096	2.1~14	11	0.03	0.04
			0.50	0.471	4.3~12	16	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.017	4.8~13	14	0.005	0.008
			0.10	0.087	4.5~13	15	0.02	0.04
			0.50	0.460	4.3~12	16	0.1	0.2
10	氧氟沙星	地表水	0.02	0.018	2.7~16	14	0.004	0.008
			0.10	0.079	5.2~22	17	0.03	0.05
			0.50	0.404	5.2~13	17	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.018	3.0~14	10	0.004	0.006
			0.10	0.083	3.4~13	17	0.02	0.04
			0.50	0.418	5.0~12	14	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.016	3.4~12	22	0.003	0.010
			0.10	0.090	3.4~11	17	0.02	0.05
			0.50	0.479	1.7~13	14	0.1	0.2

11	培氟沙星	地表水	0.02	0.018	2.4~15	19	0.005	0.011
			0.10	0.074	3.6~15	12	0.02	0.03
			0.50	0.392	3.4~10	11	0.1	0.1
		地下水	0.02	0.019	3.0~8.0	13	0.003	0.007
			0.10	0.076	4.0~10	14	0.02	0.03
			0.50	0.418	5.6~10	10	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.018	4.3~8.0	14	0.003	0.008
			0.10	0.089	4.9~13	26	0.02	0.07
			0.50	0.446	3.5~9.5	19	0.1	0.3
12	环丙沙星	地表水	0.02	0.018	3.8~11	21	0.004	0.011
			0.10	0.081	1.9~12	11	0.02	0.03
			0.50	0.456	2.4~10	9	0.1	0.1
		地下水	0.02	0.018	1.6~15	18	0.004	0.010
			0.10	0.082	4.1~18	12	0.02	0.04
			0.50	0.418	3.7~11	12	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.018	4.0~13	18	0.004	0.010
			0.10	0.095	5.4~9.7	24	0.02	0.07
			0.50	0.446	2.2~12	17	0.1	0.2
13	恩诺沙星	地表水	0.02	0.020	2.6~12	12	0.003	0.007
			0.10	0.086	4.7~13	16	0.02	0.05
			0.50	0.419	2.9~13	15	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.019	4.0~7.3	12	0.003	0.007
			0.10	0.082	3.3~14	15	0.02	0.04
			0.50	0.407	2.5~14	16	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.017	3.5~8.5	22	0.003	0.011

			0.10	0.095	2.0~14	19	0.02	0.05
			0.50	0.483	5.1~11	15	0.1	0.2
14	沙拉沙星	地表水	0.02	0.018	3.7~13	16	0.004	0.009
			0.10	0.093	5.9~23	25	0.04	0.07
			0.50	0.480	5.4~17	22	0.2	0.3
		地下水	0.02	0.019	3.2~10	14	0.003	0.008
			0.10	0.088	3.8~14	22	0.03	0.06
			0.50	0.455	3.1~21	19	0.2	0.3
		湖水	0.02	0.017	3.5~6.7	26	0.003	0.013
			0.10	0.096	5.1~13	19	0.02	0.06
			0.50	0.492	1.9~13	19	0.1	0.3
15	双氟沙星	地表水	0.02	0.020	2.6~19	8	0.005	0.006
			0.10	0.084	4.4~8.7	18	0.02	0.05
			0.50	0.452	3.2~11	19	0.1	0.3
		地下水	0.02	0.019	4.1~12	19	0.004	0.011
			0.10	0.088	4.1~12	18	0.02	0.05
			0.50	0.460	6.1~10	19	0.1	0.3
		湖水	0.02	0.017	3.0~7.6	20	0.003	0.010
			0.10	0.101	4.5~15	17	0.02	0.05
			0.50	0.507	4.6~13	14	0.1	0.2
16	西诺沙星	地表水	0.02	0.019	5.0~14	14	0.006	0.009
			0.10	0.089	3.3~13	13	0.02	0.04
			0.50	0.446	6.9~13	13	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.017	3.2~17	17	0.005	0.009
			0.10	0.090	5.9~13	13	0.03	0.04

			0.50	0.441	4.1~15	23	0.1	0.3
		湖水	0.02	0.017	6.3~17	20	0.005	0.010
			0.10	0.102	4.4~15	17	0.02	0.05
			0.50	0.492	4.9~7.9	14	0.1	0.2
17	洛美沙星	地表水	0.02	0.018	4.1~16	18	0.004	0.010
			0.10	0.090	4.4~14	21	0.02	0.06
			0.50	0.443	3.8~13	20	0.1	0.3
		地下水	0.02	0.019	2.0~11	12	0.004	0.007
			0.10	0.086	3.6~9.5	18	0.02	0.05
			0.50	0.439	6.2~10	21	0.1	0.3
		湖水	0.02	0.016	2.5~8.5	20	0.003	0.009
			0.10	0.093	2.4~10	20	0.02	0.06
			0.50	0.471	4.8~9.8	19	0.1	0.3
18	吡哌酸	地表水	0.02	0.020	5.1~11	16	0.005	0.010
			0.10	0.081	4.8~11	8	0.02	0.03
			0.50	0.427	4.3~9.5	12	0.1	0.2
		地下水	0.02	0.020	3.8~11	13	0.004	0.008
			0.10	0.80	2.1~12	14	0.02	0.04
			0.50	0.431	7.8~13	15	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.017	2.0~16	15	0.004	0.008
			0.10	0.087	4.1~15	24	0.02	0.06
			0.50	0.438	3.2~13	16	0.1	0.2
19	达氟沙星	地表水	0.02	0.021	5.5~11	9	0.004	0.007
			0.10	0.082	5.4~14	1	0.02	0.02
			0.50	0.418	3.0~14	6	0.1	0.1

		地下水	0.02	0.020	5.7~17	14	0.005	0.009
			0.10	0.083	4.8~13	13	0.02	0.03
			0.50	0.428	7.6~18	11	0.1	0.2
		湖水	0.02	0.018	2.2~11	32	0.003	0.016
			0.10	0.098	1.9~9.0	22	0.02	0.06
			0.50	0.470	3.0~13	22	0.1	0.3
20	磺胺间二甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.016	2.6~7.6	15	0.002	0.007
			0.10	0.081	2.4~10	27	0.02	0.06
			0.50	0.417	2.7~9.8	23	0.1	0.3
		地下水	0.02	0.017	2.9~6.6	19	0.002	0.009
			0.10	0.074	3.2~12	15	0.02	0.03
			0.50	0.422	2.0~11	21	0.1	0.3
		湖水	0.02	0.015	2.3~8.5	17	0.002	0.007
			0.10	0.071	2.4~12	14	0.02	0.03
			0.50	0.389	4.1~11	20	0.1	0.2

结论：6 家实验室分别对加标浓度为 0.02 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L 的地表水统一样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为 2.0%～19%、1.9%～23%、2.4%～17%；实验室间相对标准偏差分别为 8%～26%、1%～27%、6%～23%；重复性限分别为 0.002 μg/L~0.006 μg/L、0.01 μg/L~0.04 μg/L、0.06 μg/L~0.2 μg/L；再现性限分别为 0.006 μg/L~0.011 μg/L、0.02 μg/L~0.07 μg/L、0.1 μg/L~0.3 μg/L。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.02 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L 的地下水统一样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为 1.0%～17%、2.0%～18%、1.2%～21%；实验室间相对标准偏差分别为 10%～24%、9%～24%、10%～23%；重复性限分别为 0.002 μg/L~0.005 μg/L、0.01 μg/L~0.03 μg/L、0.1 μg/L~0.2 μg/L；再现性限分别为 0.006 μg/L~0.011 μg/L、0.02 μg/L~0.06 μg/L、0.2 μg/L~0.3 μg/L。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.02 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L 的湖水统一样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为 1.5%～17%、1.2%～19%、1.5%～14%；实验室间相对标准偏差分别为 13%～32%、12%～26%、13%～24%；重复性限分别为 0.002 μg/L~0.005 μg/L、0.01 μg/L~0.02 μg/L、0.1 μg/L；再现性限分别为 0.006 μg/L~0.016 μg/L、0.02 μg/L~0.07 μg/L、0.2 μg/L~0.3 μg/L。

2.3 正确度数据汇总

表 2-3 为 6 家验证实验室采用固相萃取法测定地表水、地下水、湖水实际样品加标的正确度数据。

表 2-3　实际水样加标正确度数据汇总表

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）	$\bar{P}$(%)	$\bar{P}\pm2S_{\bar{P}}$ (%)
1	磺胺二甲（基）嘧啶	地表水	0.02	0.00	61.3~92.6	78.1 ± 23.5
			0.10	0.00	62.6~97.8	74.8 ± 28.4
			0.50	0.00	65.9~99.2	79.2 ± 25.4
		地下水	0.02	0.00	63.7~89.3	79.7±20.6
			0.10	0.00	61.7~74.9	66.7±9.2
			0.50	0.00	74.9~99.9	82.9±20.1
		湖水	0.02	0.00	62.5~89.3	77.1±18.9
			0.10	0.00	67.0~116	83.2±40.5
			0.50	0.00	67.9~121	87.5±39.0
2	磺胺氯哒嗪	地表水	0.02	0.00	61.8~98.5	75.6 ± 28.4
			0.10	0.00	62.2~89.2	73.0 ± 19.4
			0.50	0.00	63.4~89.9	72.9 ± 20.4
		地下水	0.02	0.00	62.5~99.8	78.1±28.1
			0.10	0.00	65.2~77.7	69.6±9.4
			0.50	0.00	67.4~87.7	74.9±15.4
		湖水	0.02	0.00	60.1~85.1	70.2±18.4
			0.10	0.00	64.6~101	73.8±25.5

			0.50	0.00	63.3~105	80.6±31.6
3	磺胺甲基嘧啶	地表水	0.02	0.00	62.6~88.0	81.6 ± 17.9
			0.10	0.00	66.3~77.6	69.8 ± 7.9
			0.50	0.00	67.6~87.1	76.6 ± 13.9
		地下水	0.02	0.00	64.2~101	85.1±28.0
			0.10	0.00	67.0~105	79.3±32.0
			0.50	0.00	66.9~107	83.7±29.2
		湖水	0.02	0.00	63.4~101	83.3±26.6
			0.10	0.00	66.8~107	80.7±32.7
			0.50	0.00	70.5~105	84.9±26.0
4	磺胺邻二甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.00	61.8~100	74.6 ± 31.5
			0.10	0.00	66.5~104	79.4 ± 30.5
			0.50	0.00	69.8~108	83.5 ± 30.3
		地下水	0.02	0.00	61.8~98.7	75.6±28.7
			0.10	0.00	63.6~85.0	71.8±15.6
			0.50	0.00	69.6~105	82.6±27.5
		湖水	0.02	0.00	62.2~102	80.0±31.2
			0.10	0.00	61.7~99.3	74.6±30.8
			0.50	0.00	64.0~119	87.0±39.6
5	磺胺对甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.00	62.7~99.3	78.8 ± 29.4
			0.10	0.00	62.9~94.0	73.6 ± 24.9
			0.50	0.00	66.3~94.3	81.1 ± 21.9
		地下水	0.02	0.00	62.1~95.3	78.3±23.3
			0.10	0.00	63.7~86.9	72.7±17.1
			0.50	0.00	69.1~106	79.7±24.9

		湖水	0.02	0.00	62.8~90.5	76.6±22.2
			0.10	0.00	62.7~107	77.7±36.8
			0.50	0.00	66.8~95.2	76.3±18.1
6	磺胺间甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.00	61.3~102	78.6 ± 29.2
			0.10	0.00	66.1~92.1	77.5 ± 20.0
			0.50	0.00	66.6~98.5	79.8 ± 23.8
		地下水	0.02	0.00	71.6~99.4	82.3±21.1
			0.10	0.00	63.3~83.7	71.8±14.4
			0.50	0.00	70.9~93.1	80.4±18.5
		湖水	0.02	0.00	63.1~101	78.7±30.3
			0.10	0.00	65.5~107	79.0±35.1
			0.50	0.00	66.0~93.6	78.4±18.9
7	磺胺嘧啶	地表水	0.02	0.00	66.9~97.5	80.7 ± 20.9
			0.10	0.00	59.8~68.0	64.3 ± 4.9
			0.50	0.00	63.0~84.8	72.2 ± 15.7
		地下水	0.02	0.00	62.2~95.9	82.3±21.1
			0.10	0.00	63.8~91.6	73.4±22.3
			0.50	0.00	71.2~100	84.4±22.8
		湖水	0.02	0.00	63.9~104	81.0±29.5
			0.10	0.00	63.4~79.3	70.6±11.8
			0.50	0.00	66.6~92.6	76.3±19.7
8	磺胺甲噁唑	地表水	0.02	0.00	61.7~97.5	76.9 ± 26.7
			0.10	0.00	62.2~102	81.4 ± 34.2
			0.50	0.00	62.6~99.6	81.0 ± 28.1
		地下水	0.02	0.00	66.5~102	84.1±23.4

			0.10	0.00	63.1~93.1	73.7±23.7
			0.50	0.00	64.1~93.4	81.0±23.0
		湖水	0.02	0.00	62.7~105	79.6±34.4
			0.10	0.00	63.8~93.4	76.3±21.9
			0.50	0.00	65.0~109	85.8±32.3
9	诺氟沙星	地表水	0.02	0.00	79.3~116	103 ± 25.7
			0.10	0.00	91.3~112	99.2 ± 15.0
			0.50	0.00	83.3~114	97.9 ± 20.5
		地下水	0.02	0.00	76.8~116	94.9±24.8
			0.10	0.00	75.1~103	94.3±18.7
			0.50	0.00	75.6~109	92.3±22.9
		湖水	0.02	0.00	72.0~99.7	87.0±20.3
			0.10	0.00	74.8~104	88.5±25.7
			0.50	0.00	75.9~114	92.7±28.4
10	氧氟沙星	地表水	0.02	0.00	75.9~106	88.5 ± 22.5
			0.10	0.00	61.6~92.2	77.3 ± 21.4
			0.50	0.00	67.5~100	79.4 ± 23.7
		地下水	0.02	0.00	77.7~104	90.0±17.0
			0.10	0.00	70.7~97.7	81.1±20.7
			0.50	0.00	72.1~102	82.0±20.6
		湖水	0.02	0.00	62.4~103	78.8±31.2
			0.10	0.00	65.3~108	90.8±28.7
			0.50	0.00	77.6~114	96.2±28.1
11	培氟沙星	地表水	0.02	0.00	65.7~116	90.6 ± 31.8
			0.10	0.00	62.4~84.5	72.3 ± 14.4

			0.50	0.00	67.3~87.2	77.5 ± 14.4
		地下水	0.02	0.00	79.3~109	93.2±20.9
			0.10	0.00	65.7~91.6	75.7±20.0
			0.50	0.00	71.0~88.0	81.8±13.4
		湖水	0.02	0.00	73.3~103	88.3±23.5
			0.10	0.00	64.1~116	90.4±40.9
			0.50	0.00	67.5~109	90.3±31.1
12	环丙沙星	地表水	0.02	0.00	65.0~115	87.9±34.3
			0.10	0.00	70.9~94.4	80.8±16.2
			0.50	0.00	82.7~100	89.9±11.5
		地下水	0.02	0.00	69.7~112	89.2±29.5
			0.10	0.00	65.9~94.6	81.4±19.3
			0.50	0.00	72.6~95.6	81.8±16.2
		湖水	0.02	0.00	68.6~112	90.3±30.6
			0.10	0.00	67.4~123	98.9±35.1
			0.50	0.00	75.5~117	93.6±30.3
13	恩诺沙星	地表水	0.02	0.00	83.9~118	97.4±22.1
			0.10	0.00	68.8~107	84.9±27.3
			0.50	0.00	68.6~100	81.3±24.9
		地下水	0.02	0.00	77.6~113	96.2±21.4
			0.10	0.00	70.8~105	81.3±23.3
			0.50	0.00	66.6~102	79.8±24.3
		湖水	0.02	0.00	67.2~117	87.1±35.2
			0.10	0.00	81.8~114	97.4±27.8
			0.50	0.00	87.6~113	99.2±18.1

14	沙拉沙星	地表水	0.02	0.00	68.5~112	88.2±26.8
			0.10	0.00	65.5~120	92.5±41.3
			0.50	0.00	69.4~120	96.4±39.0
		地下水	0.02	0.00	75.8~110	91.4±22.3
			0.10	0.00	65.9~108	87.3±33.4
			0.50	0.00	70.0~113	90.8±30.7
		湖水	0.02	0.00	65.9~120	86.6±40.3
			0.10	0.00	73.5~118	98.9±35.2
			0.50	0.00	72.9~123	99.0±33.9
15	双氟沙星	地表水	0.02	0.00	86.7~108	97.5±13.4
			0.10	0.00	68.7~110	83.0±27.2
			0.50	0.00	69.7~114	90.5±30.5
		地下水	0.02	0.00	71.6~127	96.1±33.4
			0.10	0.00	65.6~105	86.8±28.5
			0.50	0.00	71.8~108	89.9±26.5
		湖水	0.02	0.00	62.9~111	85.7±34.0
			0.10	0.00	69.1~114	102±30.6
			0.50	0.00	84.9~122	104±27.0
16	西诺沙星	地表水	0.02	0.00	80.6~113	94.4±25.3
			0.10	0.00	67.5~103	87.7±21.4
			0.50	0.00	70.9~105	88.6±21.3
		地下水	0.02	0.00	62.7~99.3	83.4±24.4
			0.10	0.00	69.9~98.9	88.7±19.9
			0.50	0.00	66.1~112	87.0±34.2
		湖水	0.02	0.00	67.8~109	86.3±29.9

			0.10	0.00	72.9~118	104±30.5
			0.50	0.00	72.9~110	98.2±25.6
17	洛美沙星	地表水	0.02	0.00	62.3~101	88.6±25.4
			0.10	0.00	68.5~113	89.3±33.0
			0.50	0.00	68.3~110	88.2±30.7
		地下水	0.02	0.00	79.8~106	93.0±19.2
			0.10	0.00	70.8~103	84.4±26.1
			0.50	0.00	71.4~105	85.8±28.4
		湖水	0.02	0.00	63.3~98.1	78.4±27.9
			0.10	0.00	68.5~110	94.9±34.9
			0.50	0.00	75.5~126	92.6±32.2
18	吡哌酸	地表水	0.02	0.00	70.7~116	98.3±30.3
			0.10	0.00	68.9~85.9	79.4±11.3
			0.50	0.00	73.0~97.5	85.2±18.8
		地下水	0.02	0.00	78.8~116	98.3±24.4
			0.10	0.00	63.4~92.8	79.0±19.5
			0.50	0.00	67.9~97.3	84.8±21.9
		湖水	0.02	0.00	69.0~106	84.5±27.4
			0.10	0.00	62.7~110	90.1±37.5
			0.50	0.00	71.8~110	86.3±25.7
19	达氟沙星	地表水	0.02	0.00	94.3~119	105±19.8
			0.10	0.00	75.7~82.8	80.6±4.6
			0.50	0.00	75.0~84.5	80.6±6.2
		地下水	0.02	0.00	81.4~120	95.9±24.2
			0.10	0.00	65.6~95.6	82.1±19.8

			0.50	0.00	72.8~94.5	83.7±17.0
		湖水	0.02	0.00	64.8~147	92.5±54.2
			0.10	0.00	65.9~118	102±34.9
			0.50	0.00	78.1~129	97.8±37.3
20	磺胺间二甲氧嘧啶	地表水	0.02	0.00	66.9~95.6	80.9±21.0
			0.10	0.00	65.4~111	80.2±39.0
			0.50	0.00	65.1~109	83.0±33.2
		地下水	0.02	0.00	62.2~99.9	82.8±25.9
			0.10	0.00	65.5~88.2	73.2±17.6
			0.50	0.00	69.4~104	82.3±26.8
		湖水	0.02	0.00	62.0~91.2	72.8±22.2
			0.10	0.00	64.2~87.7	71.5±19.4
			0.50	0.00	64.3~98.5	76.9±26.6

结论：6 家实验室分别对加标浓度为 0.02 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L 的地表水统一样品进行 6 次重复测定，加标回收率范围分别为 61.3%～119%、59.8%～120%、61.3%～120%；加标回收率最终值分别为 74.6%±31.5%～105%±19.8%、64.3%±4.9%～99.2%±15.0%、72.2%±15.7%～97.9%±20.5%。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.02 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L 的地下水统一样品进行 6 次重复测定，加标回收率范围分别为 61.8%～127%、61.7%～108%、64.1%～113%；加标回收率最终值分别为 75.6%±28.7%～98.3%±24.4%、66.7%±9.2%～94.3%±18.7%、74.9%±15.4%～92.3%±22.9%。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.02 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L 的湖水统一样品进行 6 次重复测定，加标回收率范围分别为 60.1%～147%、61.7%～123%、62.5%～129%；加标回收率最终值分别为 70.2%±18.4%～92.5%±54.2%、70.6%±11.8%～104%±30.5%、76.3%±18.1%～104%±27.0%。