ICS 13.080.01

CCS Z.18

团体标准

T/CQEEMA 11-2025

土壤和沉积物 3种氯霉素类抗生素的测定 液相色谱–三重四极杆质谱法

**Soil and sediment—Determination of 3 chloramphenicol antibiotics**

**—Liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry**

（征求意见稿）

202X-XX-XX发布 202X-XX-XX实施

XXXXXXXXX协会  发布

目 次

**[前 言 ii](#_Toc15704)**

**[1 适用范围 1](#_Toc20140)**

**[2 规范性引用文件 1](#_Toc8219)**

**[3 方法原理 1](#_Toc16637)**

**[4 干扰和消除 1](#_Toc28278)**

**[5 试剂和材料 2](#_Toc1693)**

**[6 仪器和设备 3](#_Toc10660)**

**[7 样品 3](#_Toc22155)**

**[8 分析步骤 4](#_Toc17549)**

**[9 结果计算与表示 7](#_Toc14421)**

**[9 结果计算与表示 7](#_Toc4036)**

**[10 准确度 9](#_Toc27792)**

**[11 质量保证和质量控制 10](#_Toc31382)**

**[附录A](#_Toc14905) 12**

**[附录B](#_Toc9160) 13**

**[附录C](#_Toc13024) 14**

前 言

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

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由重庆市生态环境监测中心提出。

本文件由重庆市生态环境监测协会归口。

本文件起草单位：重庆市生态环境监测中心。

本文件验证单位：湖北省生态环境监测中心站、四川省生态环境监测总站、河北省生态环境监测中心、广西壮族自治区生态环境监测中心、青海省生态环境监测中心、四川省宜宾生态环境监测中心站。

本文件主要起草人:杨利利、沈冬君、邹志芬、皮宁宁、刘强、吴晓妍、郑璇、郭志顺、孙静、朱明吉、刘佳林、彭瑜、蹇川、吴暄。

土壤和沉积物 3种氯霉素类抗生素的测定

液相色谱-三重四极杆质谱法

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

# 1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中3种氯霉素类抗生素的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中氯霉素、氟苯尼考和甲砜霉素的测定。

取样量为1 g，试样定容体积1 mL，进样量2 μl时，3种氯霉素类抗生素方法检出限为0.4 µg/kg~0.6 µg/kg，测定下限为1.6 µg/kg~2.4 µg/kg，详见附录A。

# 2 规范性引用文件

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

|  |  |
| --- | --- |
| GB 17378.3 | 海洋监测规范第3部分：样品采集、贮存与运输 |
| GB 17378.5 | 海洋监测规范第5部分：沉积物分析 |
| HJ/T 91 | 地表水和污水监测技术规范 |
| HJ 494 | 水质 采样技术指导 |
| HJ/T 166 | 土壤环境监测技术规范 |
| HJ 442.4 | 近岸海域环境监测技术规范 第四部分 近岸海域沉积物监测 |
| HJ 613 | 土壤干物质和水分的测定 重量法 |
| HJ 783 | 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法 |

# 3 方法原理

土壤和沉积物中的氯霉素类抗生素经甲醇-柠檬酸盐缓冲溶液提取，固相萃取柱净化、浓缩定容，用液相色谱-三重四极杆质谱测定。根据保留时间、特征离子丰度比定性，内标法定量。

# 4 干扰和消除

当样品中存在基质效应干扰时，可通过净化样品、优化色谱条件、减少取样量或进样体积等方法降低或消除干扰。

# 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为不含目标化合物的蒸馏水或通过纯水设备制备。

5.1 甲醇（CH3OH）：色谱纯。

5.2 乙酸铵（NH4CH3COOH）：优级纯。

5.3 柠檬酸一水合物（C6H8O7·H2O）。

5.4 柠檬酸钠二水合物（C6H5Na3O7·2H2O)。

5.5 柠檬酸溶液：0.1mol/L。

称量21.01g的柠檬酸一水合物（5.3），用水稀释至1L。

5.6 柠檬酸钠溶液：0.1mol/L。

称量29.41g的柠檬酸钠二水合物（5.4），用水定容至1L。

5.7 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液

量取80mL的0.1mol/L柠檬酸溶液（5.5）和120mL的0.1mol/L柠檬酸钠溶液（5.6），混合，即可得pH=5.0的柠檬酸-柠檬酸钠的缓冲溶液。

5.8 甲醇-柠檬酸盐缓冲溶液。

量取100 mL甲醇（5.1）和100 mL柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液（5.7）混匀。

5.9 乙酸铵溶液。

称取0.385g乙酸铵（5.2），溶于1L水中，混匀。

5.10 氯霉素类抗生素标准贮备液：*ρ*=100.0 mg/L。

可直接购买市售有证标准溶液，3种氯霉素类抗生素，溶剂为甲醇，贮存液参照产品说明书保存。

5.11 氯霉素类抗生素标准使用液：*ρ*=1.00 mg/L。

移取适量抗生素标准贮备液（5.10），用甲醇配制成各目标化合物质量浓度均为1.00 mg/L的标准使用液，于-18℃以下冷冻、密封、避光保存，保存期为90 d。

5.12 替代物标准贮备液：*ρ*=100.0 mg/L。

替代物为甲砜霉素-*d*3，亦可选用其他性质相近的同位素物质作内标。可直接购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

5.13 替代物标准使用液：*ρ*=1.00 mg/L。

移取适量替代物标准贮备液（5.12），用甲醇配制成各目标化合物质量浓度均为1.00 mg/L的替代物使用液I，于-18℃以下冷冻、密封、避光，保存期为90 d。

5.14 内标贮备液：*ρ*=100 mg/L。

内标物为氯霉素-*d*5，亦可选用其他性质相近的同位素物质作内标。可直接购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇，贮备液参照产品说明书保存。

5.15 内标使用液：*ρ*= 1.00 mg/L。

移取适量内标贮备液（5.14），用甲醇稀释，于-18℃以下冷冻、密封、避光，保存期为90 d。

5.16 硅藻土：粒径250 μm~850 μm。（20目~60目）

马弗炉中 450 ℃灼烧 4 h，稍冷却后置于洁净干燥器中备用。

5.17 石英砂：粒径 150 μm～250 µm（100目～60目）

马弗炉中450℃灼烧4 h，稍冷却后置于洁净干燥器中备用。

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

5.19 针头式过滤器：孔径为0.22 μm，聚四氟乙烯、聚醚砜或其他等效材质滤膜。

5.20 氮气：纯度≥99.99 %。

5.21 氩气：纯度≥99.999 %。

# 6 仪器和设备

6.1 采样瓶：棕色，具有聚四氟乙烯衬垫磨口玻璃瓶。

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

6.3 色谱柱：填料粒径为1.7 μm，柱长为100 mm，内径为2.1 mm的C18液相色谱柱，或其他等效色谱柱

6.4 萃取池：34 mL或其他规格。

6.5 冷冻干燥仪。

6.6 提取装置：加压流体萃取仪等性能相当的设备。

6.7 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪或其他同等性能的设备。

6.8 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

6.9 进样瓶：棕色玻璃瓶，2 mL。

6.10 样品筛：不锈钢材质，孔径为250 μm（60 目）。

6.11 一般实验室常用仪器和设备。

# 7 样品

## 7.1 样品采集和保存

分别按照 HJ/T 166、HJ/T 91、HJ 442.4、GB 17378.3 的相关要求采集和保存土壤和沉积物样品。样品应置于洁净的采样瓶（6.1）中，4 ℃以下避光、冷藏保存，7 d内完成提取。

## 7.2 样品的制备

除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），自然阴干或冷冻干燥后，研磨、均质、过样品筛（6.10）。

## 7.3 水分的测定

土壤样品干物质含量测定按照HJ 613执行，沉积物样品含水率测定按照GB 17378.5执行。

7.4 试样制备

## 7.4.1 提取

称取1 g试样（可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量），加入10 μl替代物（5.13）混匀后，置于萃取池（6.4）中，将萃取池（6.4）置于提取装置（6.6）中，以甲醇-柠檬酸盐缓冲溶液（5.8）为提取溶剂，按以下参考条件进行提取：提取温度为60 ℃，提取压力为10.34 KPa，静态提取时间为15 min，淋洗体积为60%池体积，氮气（5.20）吹扫时间为120s，循环次数为2次，收集提取液，并用实验室水稀释至500 mL，待净化。

## 7.4.2 净化

将固相萃取柱（5.18）固定在固相萃取装置（6.8）上，依次用10 mL甲醇（5.1）、10 mL水活化固相萃取柱（5.18）。将提取液（7.4.1）以8ml/min～10 ml/min的流速通过固相萃取柱后，用10 mL水淋洗固相萃取柱（5.18），然后用真空泵抽气干燥小柱或用氮气（5.20）吹干小柱。再用10 mL甲醇（5.1）以1 ml/min～3 ml/min的流速洗脱固相萃取柱，收集洗脱液。

## 7.4.3 浓缩定容

用浓缩装置（6.7）将洗脱液（7.4.2）浓缩至近干，用甲醇（5.1）定容至1.0 mL，加入10.0 µl内标使用液（5.15），混匀后经针头式过滤器（5.19）过滤至进样瓶（6.9）中，密封、避光，-18℃以下冷冻保存，15 d内完成分析。

7.5 空白试样制备

用石英砂（5.17）代替样品，按照与试样制备（7.4）相同步骤制备空白试样。

# 8 分析步骤

## 8.1 仪器参考条件

### 8.1.1 液相色谱参考条件

流动相 A：乙酸铵溶液（5.9）；流动相B：甲醇（5.1）；参考梯度洗脱程序见表1；流速为0.3 mL/min；进样体积：2 µl；柱温：40ºC。

表1 梯度洗脱程序

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间/min | 流动相 A/% | 流动相 B/% |
| 0 | 90 | 10 |
| 1.00 | 90 | 10 |
| 3.00 | 20 | 80 |
| 5.00 | 20 | 80 |
| 5.10 | 90 | 10 |
| 6.00 | 90 | 10 |

### 8.1.2 质谱参考条件

离子源：电喷雾离子源（ESI），负离子模式；监测方式：多反应监测（MRM）；离子化电压：-4500V；

离子源温度：400℃；雾化气压力：50psi；辅助加热气压力：50psi；气帘气压力：35psi；多反应监测条件参见表2。

| 序号 | 化合物名称 | 母离子  （m/z） | 子离子  （m/z） | 锥孔电压  （eV） | 碰撞能量  （eV） | 定量内标 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 氯霉素 | 321 | 152.0\* | -60 | -24 | 氯霉素-d5 |
| 257.2 | -17 |
| 2 | 氟苯尼考 | 356 | 185.0 | -60 | -26 | 氯霉素-d5 |
| 336.2\* | -12 |
| 3 | 甲砜霉素 | 354 | 185.0\* | -50 | -29 | 氯霉素-d5 |
| 290.1 | -18 |
| 4 | 甲砜霉素-d3 | 357 | 188.0 | -40 | -27 | 氯霉素-d5 |
| 293.1\* | -17 |
| 5 | 氯霉素-d5 | 326 | 157.1\* | -60 | -24 | - |
| 262.0 | -17 |
| \*为定量离子 | | | | | | |

表2 质谱多反应监测条件

### 8.1.3 质谱仪调谐

按照仪器使用说明书调谐仪器并确认仪器性能，仪器性能正常后测定样品。

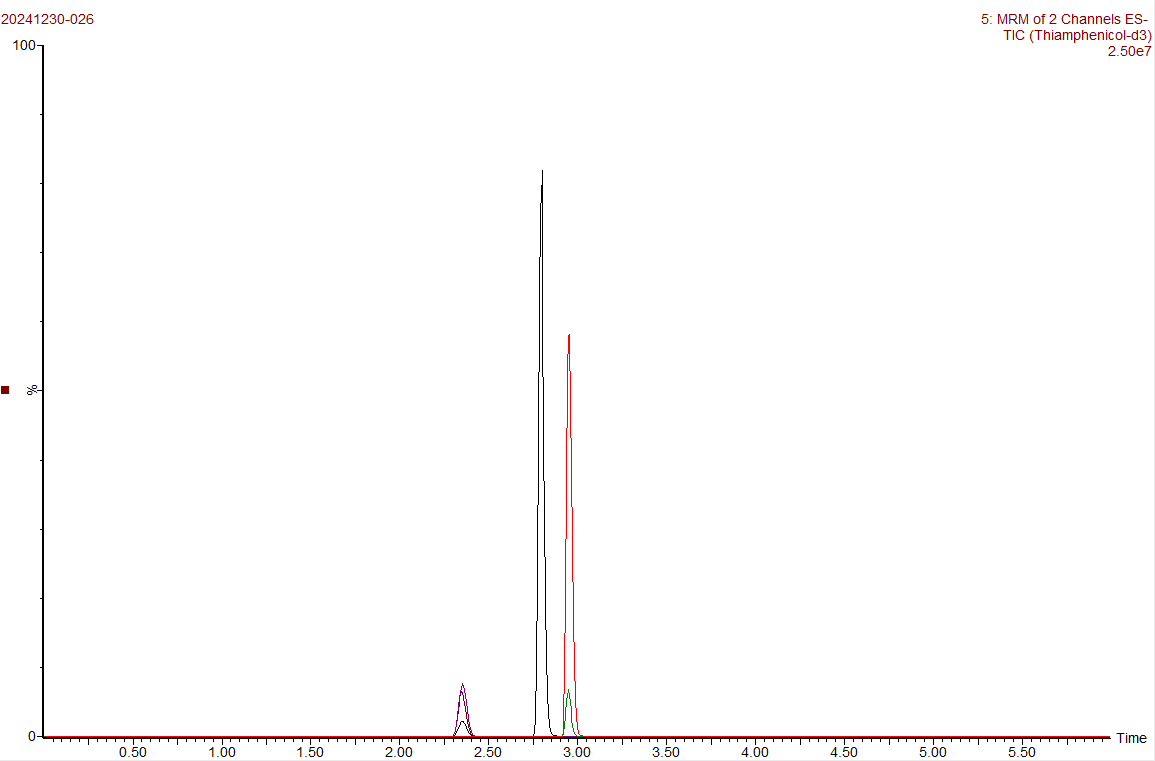
## 8.2 校准

## 8.2.1 标准系列的配制

分别移取适量的氯霉素类抗生素标准使用液（5.11）、替代物使用液（5.13），于进样瓶（6.9）中，用甲醇（5.1）配制不少于5个浓度点的标准系列，目标化合物和替代物的质量浓度分别为1.0 µg/L、2.0 µg/L、5.0 µg/L、10.0 µg/L、20.0 µg/L、50.0 µg/L、和100 µg/L（此为参考浓度）。1mL标准系列中加入10µL内标使用液（5.15），混匀，待测。

## 8.2.2 标准系列的测定

照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进行测定。记录各目标化合物、提取内标、进样内标的保留时间和定量离子峰面积。各总离子色谱图见图1。



5

4

3

1、2

1—— 甲砜霉素；2——甲砜霉素-d3(替代物）；3——氟苯尼考；4——氯霉素；5——氯霉素-*d*5(内标）。

图1 各目标化合物、替代物及内标物的总离子流图

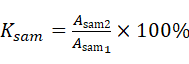
8.2.3 用最小二乘法绘制标准曲线

以标准系列溶液中目标化合物物的质量浓度为横坐标，以其对应峰面积与内标物峰面积的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

8.2.4 平均相对响应因子计算

标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子（），按照公式（1）计算。

 （1）

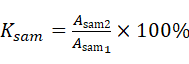


式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*定量离子的峰面积； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*相对应的内标物定量离子的峰面积； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i对应*内标物的质量浓度，µg/L； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的质量浓度，µg/L。 |

标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子（），按照公式（2）计算。

 （2）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——标准系列中目标化合物i的平均相对响应因子； |
|  | ——标准系列中第j点目标化合物i的相对响应因子； |
|  | ——标准系列点数。 |

## 8.3 试样测定

按照与标准系列的配制与测定（8.2.1）相同的仪器条件进行试样（7.4）测定。

## 8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件进行空白试样（7.5）的测定。

# 9 结果计算与表示

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

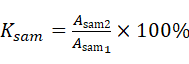
根据保留时间与离子对丰度比例定性分析。在相同的实验条件下，试样中目标化合物的保留时间与标准溶液中该目标化合物的保留时间比较，相差±0.2 min以内；样品中各目标化合物定性离子的相对丰度（）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度（）进行比较，所得偏差在表3规定的最大允许偏差范围内，则可判定样品中存在该目标化合物。和分别按照公式（3）和公式（4）计算。

 （3）

式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——试样中目标化合物i定性离子的相对丰度，%； |
|  | ——试样中目标化合物i定性离子的响应值； |
|  | ——试样中目标化合物i定量离子的响应值。 |

 （4）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——标准溶液中目标化合物i定性离子的相对丰度，%； |
|  | ——标准溶液中目标化合物i定性离子的响应值； |
|  | ——标准溶液中目标化合物i定量离子的响应值。 |

表3 相对离子丰度的最大允许偏差

|  |  |
| --- | --- |
| （%） | 最大允许偏差（%） |
| ＞50 | ±20 |
| 20＜≤50 | ±25 |
| 10＜≤20 | ±30 |
| ≤10 | ±50 |

9.2 定量分析

9.2.1 平均相对响应因子法

土壤样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（5）计算：

 （5）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——样品中目标化合物i的含量，μg/kg； |
|  | ——样品中目标化合物i定量离子的峰面积； |
|  | ——内标物的质量浓度，µg/L； |
|  | ——试样定容的体积，ml； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样干物质含量，%； |
|  | ——内标物定量离子的峰面积； |
|  | ——目标化合物i的平均相对响应因子； |
|  | ——稀释倍数。 |

沉积物样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（6）计算：

 （6）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——样品中目标化合物i的含量，μg/kg； |
|  | ——样品中目标化合物i定量离子的峰面积； |
|  | ——内标物的质量浓度，µg/L； |
|  | ——试样定容的体积，ml； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样含水率，%； |
|  | ——内标物定量离子的峰面积； |
|  | ——目标化合物i的平均相对响应因子； |
|  | ——稀释倍数。 |

9.2.2 最小二乘法

土壤样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（7）计算：

 （7）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——样品中目标化合物i的含量，μg/kg； |
|  | ——试样中目标化合物i的质量浓度，μg/L； |
|  | ——试样定容的体积，ml； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样干物质含量，%； |
|  | ——稀释倍数。 |

沉积物样品中的目标化合物含量i的质量浓度按照公式（8）进行计算：

 （8）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——样品中目标化合物i的含量，μg/kg； |
|  | ——试样中目标化合物i的质量浓度，μg/L； |
|  | ——试样定容的体积，ml； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样含水率，%； |
|  | ——稀释倍数。 |

9.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留3位有效数字。

# 10 准确度

## 10.1 精密度

6家实验室，分别对2 µg/kg、10 µg/kg和90 µg/kg的空白加标样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为6.3 %~15 %、3.2 %~11 %和1.3 %~11 %；实验室间相对标准偏差分别为14 %~33 %、6.7 %~17 %和6.3 %~10 %；重复性限分别为：0.27 µg/kg~0.34 µg/kg、1.2 µg/kg~1.6 µg/kg和7.8 µg/kg~9.0 µg/kg；再现性限分别为：0.49 µg/kg~1.1 µg/kg、1.9 µg/kg~3.8 µg/kg和14 µg/kg~21 µg/kg。

6家实验室，分别对2 µg/kg、10 µg/kg和90 µg/kg的土壤样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为2.8 % ~20 %、3.1 %~19 %和2.5 %~9.9 %；实验室间相对标准偏差分别为13 %~21 % 、8.6 %~17 %和6.4 %~13 %；重复性限分别为：0.26 µg/kg~0.35 µg/kg、1.7 µg/kg~2.4 µg/kg和9.8 µg/kg~13 µg/kg；再现性限分别为：0.49 µg/kg~0.85 µg/kg、2.4 µg/kg~3.8 µg/kg和16 µg/kg~26 µg/kg。

6家实验室，分别对2 µg/kg、10 µg/kg和90 µg/kg的沉积物加标样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为3.0 %~19 %、2.3 %~15 %和2.0 %~13 %；实验室间相对标准偏差分别为14 %~28 %、10 %~23 %和7.0 %~12 %；重复性限分别为：0.29 µg/kg~0.37 µg/kg、1.7 µg/kg~2.2 µg/kg和8.9 µg/kg~9.93 µg/kg；再现性限分别为：0.50 µg/kg~0.98 µg/kg、3.0 µg/kg~5.1 µg/kg和14 µg/kg~21 µg/kg。

精密度结果统计参见附录 C 中表 C.1。

## 10.2 正确度

6家实验室，分别对2 µg/kg、10 µg/kg和90 µg/kg的空白加标样品进行了6次重复测定，加标回收率分别为41.6 %~98.6 %、45.9 %~108 %和54.5 %~87.4 %；加标回收率最终值分别为54.3 %±15 %~60.8 %±40 %、66.6 %±22 %~83.3 %±24 %和66.1 %±13 %~77.6 %±16 %。

6家实验室，分别对2 µg/kg、10µg/kg和90 µg/kg的土壤样品进行了6次重复测定，加标回收率分别为43.3 % ~97.7 %、42.1 %~92.4 %和54.1 %~89.1 %；加标回收率最终值分别为55.4 %±14 %~69.1 %±30 %、63.1 %±22 %~76.1 %±18 %和65.8 %±17 %~79.4 %±18 %。

6家实验室，分别对2 µg/kg、10 µg/kg和90 µg/kg的沉积物加标样品进行了6次重复测定，加标回收率分别为41.9 % ~95.3 %、42.6 %~112 %和47.9 %~76.6 %；加标回收率最终值分别为52.0 %±14 %~60.9 %±34 %、74.1 %±34 %~90.7 %±28 %和58.6 %±14 %~67.0 %±15 %。

正确度统计结果参见附录 C 中表 C.2。

# 11 质量保证和质量控制

## 11.1 空白试验

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）应至少分析1个空白样品，测定结果应低于方法检出限。

## 11.2 校准

采用平均相对响应因子法时，相对响应因子的相对标准偏差应≤20%。采用最小二乘法时，标准曲线线性相关系数应≥0.995。否则应查找原因，重新绘制标准曲线。

每20个或每批次样品（少于20个）至少分析1个曲线中间浓度点标准溶液，测定结果与该点浓度的相对误差应在±20%以内，否则应重新建立标准曲线。

## 11.3 平行样

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）应至少分析1个平行样，平行样品测定结果的相对偏差应在±40%以内。

## 11.4 基体加标

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）应至少分析1个基体加标样品，加标回收率范围应在40%～150%。

## 11.5 替代物的回收率

## 每个样品均需加入替代物，替代物回收率应在40%～150%之间。

# 附录A

（规范性附录）

方法检出限和测定下限

各目标化合物的方法检出限和测定下限见表A.1。

表A.1 方法检出限和测定下限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 化合物  中文名称 | 目标化合物英文名称 | CAS No. | 方法检出限/（µg/kg） | 测定下限/（µg/kg） |
| 1 | 氯霉素 | chloramphenicol | 56-75-7 | 0.6 | 2.4 |
| 2 | 氟苯尼考 | Florfenicol | 732 31-34-2 | 0.4 | 1.6 |
| 3 | 甲砜霉素 | Thiamphenicol | 526 28-58-7 | 0.4 | 1.6 |

# 附录B

（资料性附录）

质谱参考条件

1. 离子化电压：-4500V。
2. 离子源温度：400℃。
3. 雾化气压力：3.45×105Pa（50psi）。
4. 辅助加热气压力：3.45×105Pa（50psi）。
5. 气帘气压力：2.41×105Pa（35psi）。

各目标化合物、替代物及内标物的多反应监测条件见表B.1。

表B.1 目标化合物、替代物及内标物的多反应监测条件

| 序号 | 化合物名称 | 母离子  （m/z） | 子离子  （m/z） | 锥孔电压  （eV） | 碰撞能量  （eV） | 定量内标 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 氯霉素 | 321 | 152.0\* | -60 | -24 | 氯霉素-*d*5 |
| 257.2 | -17 |
| 2 | 氟苯尼考 | 356 | 185.0 | -60 | -26 | 氯霉素-*d*5 |
| 336.2\* | -12 |
| 3 | 甲砜霉素 | 354 | 185.0\* | -50 | -29 | 氯霉素-*d*5 |
| 290.1 | -18 |
| 4 | 甲砜霉素-*d*3 | 357 | 188.0 | -40 | -27 | 氯霉素-*d*5 |
| 293.1\* | -17 |
| 5 | 氯霉素-*d*5 | 326 | 157.1\* | -60 | -24 | - |
| 262.0 | -17 |
| \*为定量离子 | | | | | | |

# 附录C

（资料性附录）

方法的准确度

方法的精密度数据见表C.1，正确度数据见表C.2。

表 C.1 方法精密度

| 化合物 | 样品类型 | 加标浓度（µg/kg） | 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/kg） | 再现性限（µg/kg） |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氯霉素 | 石英砂 | 2.00 | 6.3~15 | 14 | 0.3 | 0.5 |
| 50.0 | 3.6-10 | 6.7 | 1.4 | 1.9 |
| 90.0 | 1.3-6.5 | 6.3 | 8.1 | 14 |
| 土壤 | 2.00 | 4.3-14 | 13 | 0.3 | 0.5 |
| 50.0 | 5.6-11 | 8.6 | 1.7 | 2.3 |
| 90.0 | 4.0-8.7 | 6.4 | 11 | 16 |
| 沉积物 | 2.00 | 7.5-14 | 19 | 0.4 | 0.6 |
| 50.0 | 4.1-9.0 | 10 | 1.8 | 3.0 |
| 90.0 | 3.4-6.8 | 7.1 | 8.9 | 14 |
| 氟苯尼考 | 石英砂 | 2.00 | 6.9-12 | 33 | 0.3 | 1.1 |
| 50.0 | 3.2-9.1 | 15 | 1.6 | 3.8 |
| 90.0 | 1.6-6.2 | 10 | 7.8 | 21 |
| 土壤 | 2.00 | 2.8-12 | 21 | 0.3 | 0.8 |
| 50.0 | 5.1-19 | 12 | 2.2 | 3.3 |
| 90.0 | 2.5-8.7 | 12 | 12 | 26 |
| 沉积物 | 2.00 | 3.0-17 | 28 | 0.4 | 0.6 |
| 50.0 | 2.3-14 | 16 | 2.2 | 4.5 |
| 90.0 | 2.0-12 | 11 | 10 | 21 |
| 甲砜霉素 | 石英砂 | 2.00 | 6.9-11 | 14 | 0.27 | 0.49 |
| 50.0 | 3.9-10 | 17 | 1.2 | 3.3 |
| 90.0 | 2.7-11 | 9.5 | 9.0 | 18 |
| 土壤 | 2.00 | *3.7-20* | 17 | 0.4 | 0.6 |
| 50.0 | *3.1-19* | 17 | 2.4 | 3.8 |
| 90.0 | *2.7-9.9* | 13 | 9.8 | 23 |
| 沉积物 | 2.00 | 4.5-19 | 18 | 0.3 | 0.5 |
| 50.0 | 5.1-13 | 23 | 1.6 | 5.1 |
| 90.0 | 3.9-13 | 12 | 9.9 | 20 |

表 C.2 方法正确度

| 化合物 | 样品类型 | 加标浓度（µg/kg） | 原样浓度测定值（µg/kg） | 加标后浓度均值（µg/kg） | 加标回范围（%） | 加标回收率最终值（%） |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氯霉素 | 石英砂 | 2.00 | N.D. | 1.1 | 42.3-62.9 | 54.3±15 |
| 50.0 | N.D. | 7.7 | 71.8-83.8 | 77.1±10 |
| 90.0 | N.D. | 66.7 | 67.1-18.5 | 74.1±9.4 |
| 土壤 | 2.00 | N.D. | 1.1 | 43.3-58.7 | 55.4±14 |
| 50.0 | N.D. | 7.3 | 62.3-79.5 | 72.6±12 |
| 90.0 | N.D. | 69.4 | 70.0-83.2 | 77.1±10 |
| 沉积物 | 2.00 | N.D. | 1.1 | 42.5-66.0 | 53.9±16 |
| 50.0 | N.D. | 8.6 | 71.4-96.2 | 86.4±18 |
| 90.0 | N.D. | 59.2 | 59.6-71.3 | 65.7±9.2 |
| 氟苯尼考 | 石英砂 | 2.00 | N.D. | 1.2 | 48.9-98.6 | 60.8±40 |
| 50.0 | N.D. | 8.3 | 73.2-108 | 83.3±24 |
| 90.0 | N.D. | 69.9 | 67.4-87.4 | 77.6±16 |
| 土壤 | 2.00 | N.D. | 1.4 | 60.0-97.7 | 69.1±30 |
| 50.0 | N.D. | 7.6 | 68.8-92.4 | 76.1±18 |
| 90.0 | N.D. | 71.4 | 65.5-89.1 | 78.4±18 |
| 沉积物 | 2.00 | N.D. | 1.2 | 50.8-95.3 | 60.9±34 |
| 50.0 | N.D. | 9.1 | 71.3-112 | 90.7±28 |
| 90.0 | N.D. | 60.3 | 58.3-76.6 | 67.0±15 |
| 甲砜霉素 | 石英砂 | 2.00 | N.D. | 1.09 | 42.4-65.7 | 54.4±15 |
| 50.0 | N.D. | 6.6 | 45.9-78.5 | 66.6±22 |
| 90.0 | N.D. | 59.5 | 54.5-73.4 | 66.1±13 |
| 土壤 | 2.00 | N.D. | 1.1 | 44.3-71.3 | 57.1±19 |
| 50.0 | N.D. | 6.3 | 42.1-72.5 | 63.1±22 |
| 90.0 | N.D. | 59.2 | 54.1-78.2 | 65.8±17 |
| 沉积物 | 2.00 | N.D. | 1.0 | 41.9-62.6 | 52.0±14 |
| 50.0 | N.D. | 7.4 | 42.6-93.8 | 74.1±34 |
| 90.0 | N.D. | 52.8 | 47.9-66.7 | 58.6±14 |