

团 体 标 准

T/JPMA 034—2025

人尿液中 41 种抗生素的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of 41 antibiotics in human urine by high performance liquid
chromatography-tandem mass spectrometry

2025 - 06 - 24 发布

2025 - 07 - 01 实施

江苏省预防医学会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器设备	2
7 试样制备	2
8 仪器条件	3
9 测定	3
10 结果表述	4
11 检出限和定量限	4
12 质量控制和质量保证	4
附录 A（资料性） 化合物信息和质谱参考条件	6
附录 B（资料性） 化合物提取离子色谱图	8
附录 C（规范性） 方法检出限和定量限	10
附录 D（资料性） 方法线性范围和相关系数	11
附录 E（资料性） 精密度和回收率	12

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这些专利的责任。

本文件由南京市疾病预防控制中心提出。

本文件由江苏省预防医学会归口。

本文件起草单位：南京市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、苏州市疾病预防控制中心、盐城市疾病预防控制中心、江苏理工学院。

本文件主要起草人：刘祥萍、徐新、范华锋、张昊、戚立凯、王春蕾、霍翔、孙文芳、夏瑜、戴丽、程士。



人尿液中 41 种抗生素的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了人尿液中 41 种抗生素的液相色谱-串联质谱测定方法。41 种抗生素包括：磺胺甲恶唑、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺喹恶啉、磺胺氯吡嗪、磺胺氯吡嗪、甲氧苄啶、磺胺甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺嘧啶、红霉素、克拉霉素、阿奇霉素、罗红霉素、替米考星、泰乐菌素、头孢地尼、头孢噻吩、头孢喹诺、氨苄西林、头孢噻肟、青霉素 G、青霉素 V、阿莫西林、土霉素、金霉素、四环素、强力霉素、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、沙拉沙星、氧氟沙星、二氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考、林可霉素、喹烯酮。

本文件适用于人尿液中 41 种抗生素的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

尿样经固相萃取柱富集净化后，采用液相色谱-串联质谱法检测，以保留时间和离子对相对丰度定性，红霉素以内标法定量，其余 40 种抗生素以外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除特殊注明外，本法所用试剂均为分析纯，试验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 5.1.1 乙腈 (CH₃CN)：色谱纯。
- 5.1.2 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。
- 5.1.3 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯。
- 5.1.4 乙二胺四乙酸二钠二水合物 (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈·2H₂O, Na₂EDTA·2H₂O)。
- 5.1.5 一水合柠檬酸 (C₆H₈O₇·H₂O)。
- 5.1.6 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄)。
- 5.1.7 甲酸水溶液 (0.1%)：量取 1 mL 甲酸 (5.1.2) 溶于水中并定容至 1 000 mL，临用现配。
- 5.1.8 甲酸-乙腈溶液 (0.1%)：量取 1 mL 甲酸 (5.1.2) 溶于乙腈中并定容至 1 000 mL，临用现配。
- 5.1.9 甲醇-水溶液 (10+90)：量取 90 mL 水和 10 mL 甲醇 (5.1.3) 至烧杯中，混匀。
- 5.1.10 柠檬酸溶液 (0.1 mol/L)：称取 21.01 g 一水合柠檬酸 (5.1.5)，用水溶解，定容至 1 000 mL。
- 5.1.11 磷酸氢二钠溶液 (0.2 mol/L)：称取 28.39 g 磷酸氢二钠 (5.1.6)，用水溶解，定容至 1 000 mL。
- 5.1.12 McIlvaine 缓冲溶液：将 1 000 mL 柠檬酸溶液 (5.1.10) 与 625 mL 磷酸氢二钠溶液 (5.1.11)

混合配制成 McIlvaine 溶液，用盐酸或氢氧化钠调节 pH 至 3.5 ± 0.5 。

5.1.13 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲溶液 (0.1 mol/L)：称取 60.5 g Na₂EDTA·2H₂O (5.1.4) 加入 1 625 mL McIlvaine 缓冲溶液 (5.1.12) 中，振摇超声使其溶解。

5.2 标准品

41 种抗生素化合物和 1 种内标化合物的分子式、CAS 号和纯度见附录表 A.1。

5.3 标准溶液

5.3.1 单一抗生素标准储备液 (1.0 g/L)：分别准确称取 41 种抗生素 (附录表 A.1) 10.00 mg (根据标准品纯度折算)，用甲醇溶解并定容至 10 mL 容量瓶中，摇匀备用。配成浓度为 1.0 g/L 的标准储备液，在 -18 °C 冰箱中避光保存，有效期为 3 个月。

5.3.2 混合抗生素标准中间液 (10 mg/L)：分别准确吸取各单一标准储备液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配制浓度为 10 mg/L 的混合标准中间液，在 -18 °C 冰箱中避光保存，临用现配。

5.3.3 红霉素内标储备液 (1.0 g/L)：称取红霉素-¹³C₃D₃ 10.00 mg (根据标准品纯度折算)，用甲醇溶解并定容于 10 mL 容量瓶中，配成浓度为 1.0 g/L 的内标储备液，在 -18 °C 冰箱中避光保存，有效期为 3 个月。

5.3.4 红霉素内标中间液 (1.0 mg/L)：吸取内标储备液 0.1 mL 于 100 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配制浓度为 1.0 mg/L 的内标中间液，在 -18 °C 冰箱中避光保存，临用现配。

5.4 材料

5.4.1 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 N-乙基吡咯烷酮共聚物，规格为 3 mL/60 mg，或同等柱效的萃取柱。

5.4.2 聚丙烯离心管：1.5 mL，15 mL。

6 仪器设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源 (ESI)，自动进样器具备样品冷却功能。

6.2 分析天平：感量为 0.01 mg 和 1 mg。

6.3 涡旋混合器。

6.4 超声波清洗器。

6.5 氮吹仪：可控温。

6.6 固相萃取装置：能同时萃取多个样品的手动或自动固相萃取装置。

6.7 低温离心机：转速 $\geq 14\ 000$ r/min。

7 试样制备

7.1 尿样保存

尿液样本在 0 °C~4 °C 的冰箱环境保存不宜超过 24 h 或室温条件下保存时间不宜超过 4 h。如不能立即测定，可在 -80 °C 以下条件保存不宜超过 6 个月。使用前放置至室温，混匀后应尽快测定尿肌酐或比重。如有浑浊，4 °C、14 000 r/min 离心 5 min，取上清液备用。

7.2 试样处理

7.2.1 预处理

取尿液样品 1.00 mL 于 1.5 mL 离心管中，加入内标中间液 (5.3.4) 10 μ L 和 Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液 0.30 mL，涡旋振荡 30 s，4 °C、14 000 r/min 离心 5 min，取上清液备用。

7.2.2 净化

用 3 mL 甲醇、3 mL 水和 3 mL Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液依次活化固相萃取柱。将上清液 (7.2.1)

以 1.0 mL/min 的速度过柱，弃去滤液，用 1 mL 水淋洗，弃去淋洗液，将小柱抽干，再用 3 mL 甲醇以 1.0 mL/min 洗脱并收集洗脱液至 15 mL 离心管中。将洗脱液置于 35 °C 氮吹仪中浓缩至近干，用 0.5 mL 甲醇-水溶液（10+90）（5.1.9）复溶，涡旋溶解 1 min，转移至 1.5 mL 离心管中，4 °C、14 000 r/min 离心 5 min，取上清液，供仪器测定。

8 仪器条件

8.1 液相色谱参考条件

- 8.1.1 色谱柱：C₁₈ 色谱柱，柱长 50 mm，内径 3.0 mm，粒径 2.6 μm 核壳型颗粒，或等效色谱柱。
 8.1.2 流动相：A 相为 0.1% 甲酸-水溶液（5.1.7）；B 相为 0.1% 甲酸-乙腈溶液（5.1.8）。
 8.1.3 流速：0.3 mL/min。
 8.1.4 梯度洗脱：见表 1。
 8.1.5 柱温：40 °C。
 8.1.6 自动进样器温度：4 °C。
 8.1.7 进样体积：2.0 μL。

表1 液相色谱梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	97	3
1.00	97	3
1.10	85	15
7.00	40	60
7.50	5	95
9.50	5	95
10.00	97	3
11.00	97	3

8.2 质谱参考条件

- 8.2.1 电离方式：电喷雾离子源，自动正负切换。
 8.2.2 离子源温度：550 °C。
 8.2.3 离子化电压：±4.5 kV。
 8.2.4 气帘气：30 psi。
 8.2.5 雾化气：55 psi。
 8.2.6 辅助气：55 psi。
 8.2.7 检测方式：多反应监测模式（MRM），各化合物质谱参数见附录表 A.2。

9 测定

9.1.1 工作曲线的制作

配制基质匹配标准溶液系列。采用经固相萃取柱净化后的空白尿液做基质液配制标准，将混合抗生素标准中间液（5.3.2）逐级稀释配制成基质匹配标准溶液，线性范围为 2.0 μg/L~200.0 μg/L 或 4.0 μg/L~200.0 μg/L，各系列溶液中红霉素-¹³C₃D₃ 内标浓度均为 20.0 μg/L。

标准溶液浓度由低到高依次注入液相色谱-串联质谱仪中，得到各组分的峰面积。其中红霉素通过内标法定量，以红霉素的浓度为横坐标，红霉素的峰面积与红霉素-¹³C₃D₃ 的峰面积之比为纵坐标，绘制工作曲线。其余 40 种抗生素通过外标法定量，以目标化合物的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。

线性相关系数均大于 0.99，各化合物线性范围及相关系数参见附录 D。

9.1.2 色谱图

各化合物标准溶液提取离子色谱图参见附录 B。

9.1.3 样品测定

在与标准系列溶液相同仪器条件下，对样品进行分析测定。

9.1.4 定性测定

在同样测试条件下，试样溶液中各化合物色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，变化范围应在±2.5 %之内，同时被测试样中目标化合物的相对离子丰度与标准溶液中相同浓度目标化合物的相对离子丰度一致，允许的偏差见表 2。

表2 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~≤50	>10~≤20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

9.1.5 定量测定

红霉素以内标法定量，其余 40 种抗生素以外标法定量。以各化合物响应值在工作曲线上查找对应的浓度。如结果超过线性范围，应适当稀释尿液样品使其浓度在线性范围内再测定。

9.1.6 空白实验

用纯水代替样品，采用完全相同的测定步骤进行操作。

10 结果表述

10.1 试样中 41 种化合物的含量按式 (1) 计算：

$$X_i = \frac{C_i \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——尿液样品被测组分浓度，单位为微克每升 (μg/L)；

C_i ——工作曲线计算的样品溶液被测组分浓度，单位为微克每升 (μg/L)；

V_1 ——样品净化后的复溶体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——尿液取样体积，单位为毫升 (mL)。

结果保留小数点后一位。

10.2 应用肌酐或比重校正方法对样品结果进行校正。

11 检出限和定量限

各化合物的检出限和定量限详见附录表 C。

12 质量控制和质量保证

12.1 精密度和准确度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

取空白人尿样或人工模拟尿样，向其中添加 41 种抗生素高、中、低三种浓度标准，混匀，按样品操作制备。将制备好的加标试样上机分析，四个实验室分别测定高、中、低三种加标样品各 5 次。四个实验室精密度试验结果如下：当 41 种抗生素加标浓度为 2.0 μg/L/4.0 μg/L 时 (n=5)，相对标准偏差范围为 0.6%~20.0%；当 41 种抗生素加标浓度为 10.0 μg/L，相对标准偏差范围为 0.7%~13.8%；当 41 种抗生素加标浓度为 100.0 μg/L，相对标准偏差范围为 0.5%~19.5%。四个实验室回收率试验结果如下：当 41 种抗生素加标浓度为 2.0 μg/L/4.0 μg/L 时 (n=5)，回收率范围为 61.6%~120.4%；当 41 种抗生

素加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 时，回收率范围为 67.1%~127.0%；当 41 种抗生素加标浓度为 100.0 $\mu\text{g/L}$ 时，回收率范围为 65.4%~127.0%。各化合物的回收率和相对标准偏差详见附录表 E。

12.2 方法空白

每批样品，需做一次空白试验。41 种抗生素检测结果应低于检出限，否则应排查空白污染。

12.3 质控样品

每批样品，需带一个加标质控样品。41 种抗生素加标回收率范围在 60%~130%内。

附录 A

(资料性)

化合物信息和质谱参考条件

表A.1给出了41种抗生素化合物和1种内标化合物的分子式、CAS号和纯度。

表A.1 41种抗生素化合物和1种内标化合物的分子式、CAS号及纯度

序号	抗生素类型	抗生素	分子式	CAS	纯度/% (≥)
1	磺胺类	磺胺甲噁唑	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	723-46-6	99.8
2		磺胺对甲氧嘧啶	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	651-06-9	98.1
3		磺胺噻唑啉	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	59-40-5	98.7
4		磺胺氯吡嗪	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	80-32-0	97.0
5		甲氧苄啶	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	738-70-5	99.9
6		磺胺甲嘧啶	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	127-79-7	98.0
7		磺胺氯吡嗪	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	102-65-8	93.2
8		磺胺间甲氧嘧啶	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	1220-83-3	98.8
9		磺胺嘧啶	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	68-35-9	99.7
10	大环内酯类	红霉素	C ₃₇ H ₆₇ NO ₁₃	114-07-8	98.4
11		克拉霉素	C ₃₈ H ₆₉ NO ₁₃	81103-11-9	99.7
12		阿奇霉素	C ₃₈ H ₇₂ N ₂ O ₁₂	83905-01-5	98.0
13		罗红霉素	C ₄₁ H ₇₆ N ₂ O ₁₅	80214-83-1	98.9
14		替米考星	C ₄₆ H ₈₀ N ₂ O ₁₃	108050-54-0	86.5
15	泰乐菌素	C ₄₆ H ₇₇ NO ₁₇	1401-69-0	95.9	
16	β-内酰胺类	头孢噻吩	C ₁₉ H ₁₇ N ₅ O ₇ S ₃	103980-44-5	98.7
17		头孢唑啉	C ₂₃ H ₂₄ N ₆ O ₅ S ₂	118443-89-3	94.7
18		氨苄西林	C ₁₆ H ₁₉ N ₃ O ₄ S	69-53-4	98.5
19		头孢噻肟	C ₁₆ H ₁₇ N ₅ O ₇ S ₂	63527-52-6	98.0
20		青霉素 G	C ₁₆ H ₁₈ N ₂ O ₄ S	61-33-6	99.9
21		青霉素 V	C ₁₆ H ₁₈ N ₂ O ₅ S	87-08-1	98.5
22		阿莫西林	C ₁₆ H ₁₉ N ₃ O ₅ S	26787-78-0	94.6
23		头孢地尼	C ₁₄ H ₁₃ N ₅ O ₅ S ₂	91832-40-5	98.0
24	四环素类	土霉素	C ₂₂ H ₂₄ N ₂ O ₉	79-57-2	94.0
25		金霉素	C ₂₂ H ₂₃ ClN ₂ O ₈	64-72-2	84.3
26		四环素	C ₂₂ H ₂₄ N ₂ O ₈	60-54-8	90.6
27		强力霉素	C ₂₂ H ₂₄ N ₂ O ₈	564-25-0	96.9
28	喹诺酮类	培氟沙星	C ₁₇ H ₂₀ FN ₃ O ₃	70458-92-3	98.0
29		洛美沙星	C ₁₇ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃	98079-51-7	98.6
30		达氟沙星	C ₁₉ H ₂₀ FN ₃ O ₃	112398-08-0	98.8
31		沙拉沙星	C ₂₀ H ₁₇ F ₂ N ₃ O ₃	98105-99-8	97.0
32		氧氟沙星	C ₁₈ H ₂₀ FN ₃ O ₄	82419-36-1	99.8
33		二氟沙星	C ₂₁ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃	91296-86-5	99.7
34		恩诺沙星	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₃	93106-60-6	99.3
35		环丙沙星	C ₁₇ H ₁₈ FN ₃ O ₃	85721-33-1	99.9
36		诺氟沙星	C ₁₆ H ₁₈ FN ₃ O ₃	70458-96-7	98.0
37	喹啉类	喹烯酮	C ₁₈ H ₁₄ N ₂ O ₃	81810-66-4	98.6
38	林可酰胺类	林可霉素	C ₁₈ H ₃₄ N ₂ O ₆ S	154-21-2	98.0
39	氯霉素类	氯霉素	C ₁₁ H ₁₂ Cl ₂ N ₂ O ₅	56-75-7	99.8
40		甲砜霉素	C ₁₂ H ₁₅ Cl ₂ NO ₅ S	15318-45-3	98.0
41		氟苯尼考	C ₁₂ H ₁₄ Cl ₂ FNO ₄ S	73231-34-2	99.9
42	内标	红霉素- ¹³ C ₃ D ₃	¹³ CC ₃₆ D ₃ H ₆₄ NO ₁₃	959119-26-7	98.0

表A.2给出了41种抗生素化合物和1种内标化合物的质谱参数。

表A.2 41种抗生素化合物和1种内标化合物的质谱参数

序号	抗生素类型	抗生素	保留时间/min	电离模式	母离子质荷比(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压/V	碰撞能/eV
1	磺胺类	磺胺甲噁唑	3.82	ESI ⁺	254.1	156.0*, 108.0	65	22
2		磺胺对甲氧嘧啶	3.23	ESI ⁺	281.1	156.1*, 108.1	70	25
3		磺胺喹噁啉	4.39	ESI ⁺	301.1	156.0*, 108.0	80	24
4		磺胺氯吡嗪	3.56	ESI ⁺	285.1	108.1*, 156.0	65	22
5		甲氧苄啶	2.79	ESI ⁺	291.1	230.1*, 123.1	95	33
6		磺胺甲嘧啶	2.88	ESI ⁺	265.2	156.1*, 172.1	82	25
7		磺胺氯吡嗪	4.26	ESI ⁺	285.0	108.1*, 92.0	96	40
8		磺胺间甲氧嘧啶	3.45	ESI ⁺	281.1	156.1*, 108.1	70	28
9		磺胺嘧啶	2.63	ESI ⁺	251.1	156.0*, 92.0	40	22
10	大环内酯类	红霉素	4.73	ESI ⁺	734.5	576.4*, 158.0	30	26
11		克拉霉素	5.61	ESI ⁺	748.5	590.4*, 158.0	40	29
12		阿奇霉素	3.92	ESI ⁺	749.6	591.6*, 158.0	40	42
13		罗红霉素	5.65	ESI ⁺	837.6	679.5*, 158.1	50	30
14		替米考星	4.60	ESI ⁺	869.5	696.5*, 174.2	100	52
15		泰乐菌素	4.97	ESI ⁺	916.6	174.0*, 772.5	150	47
16	β-内酰胺类	头孢噻吩	4.08	ESI ⁺	524.0	241.0*, 124.8	60	23
17		头孢唑啉	2.56	ESI ⁺	529.2	134.0*, 108.0	60	26
18		氨苄西林	2.62	ESI ⁺	350.2	106.0*, 108.0	65	30
19		头孢噻肟	2.84	ESI ⁺	456.0	125.0*, 166.9	60	28
20		青霉素G	4.53	ESI ⁺	367.3	160.0*, 108.0	30	21
21		青霉素V	4.99	ESI ⁺	351.2	160.0*, 108.0	74	14
22		阿莫西林	2.27	ESI ⁺	366.0	113.9*, 208.0	60	26
23		头孢地尼	2.58	ESI ⁺	396.1	227.0*, 208.0	75	20
24		四环素类	土霉素	2.90	ESI ⁺	461.2	426.2*, 443.2	80
25	金霉素		3.71	ESI ⁺	479.1	444.0*, 462.0	80	24
26	四环素		3.11	ESI ⁺	445.1	410.1*, 427.1	76	27
27	强力霉素		3.96	ESI ⁺	445.0	428.1*, 154.1	95	24
28	喹诺酮类	培氟沙星	3.10	ESI ⁺	334.1	316.1*, 290.2	80	27
29		洛美沙星	3.22	ESI ⁺	352.0	265.0*, 308.1	80	33
30		达氟沙星	3.18	ESI ⁺	358.1	340.1*, 314.1	77	30
31		沙拉沙星	3.71	ESI ⁺	386.0	342.3*, 299.0	80	25
32		氧氟沙星	3.05	ESI ⁺	362.2	318.1*, 261.1	80	26
33		二氟沙星	3.79	ESI ⁺	400.1	356.1*, 299.1	80	28
34		恩诺沙星	3.34	ESI ⁺	360.0	316.1*, 245.1	80	25
35		环丙沙星	3.12	ESI ⁺	332.1	288.1*, 245.1	80	25
36		诺氟沙星	3.04	ESI ⁺	320.1	276.1*, 233.1	80	26
37	喹啉类	喹烯酮	5.30	ESI ⁺	307.1	273.0*, 197.1	75	26
38	林可酰胺类	林可霉素	2.50	ESI ⁺	407.3	126.1*, 359.2	30	32
39	氯霉素类	氯霉素	4.03	ESI ⁻	321.0	152.1*, 256.9	-75	-24
40		甲砜霉素	2.97	ESI ⁻	353.9	184.9*, 289.9	-75	-28
41		氟苯尼考	3.81	ESI ⁻	356.0	184.9*, 119.0	-80	-16
42	内标	红霉素- ¹³ C ₃ D ₃	4.72	ESI ⁺	738.6	580.3*, 162.0	107	27

注：“*”为定量离子

附录 B
(资料性)
化合物提取离子色谱图

图B给出了41种抗生素化合物提取离子色谱图。

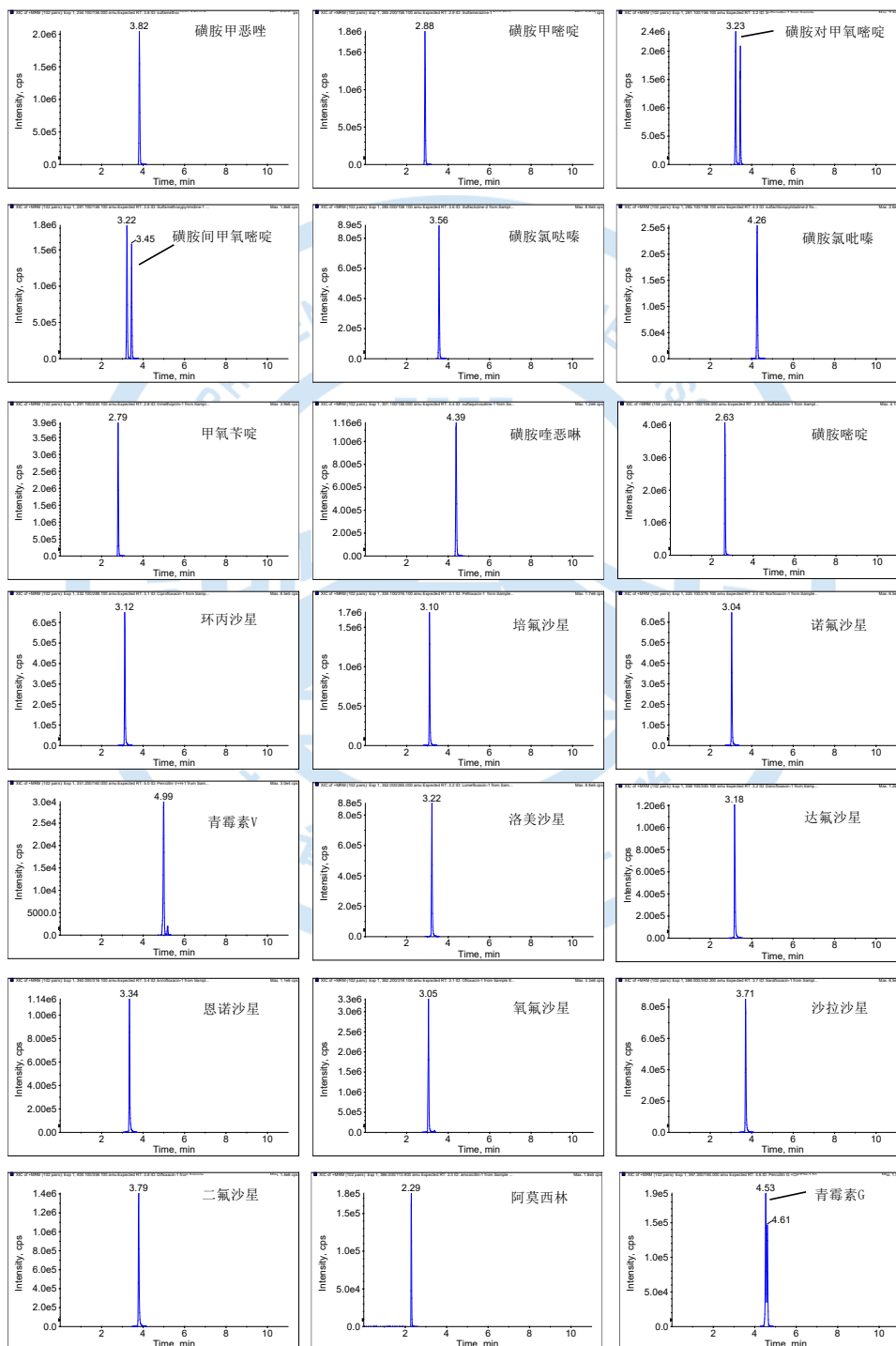


图 B 41 种抗生素化合物和 1 种内标化合物的提取离子色谱图

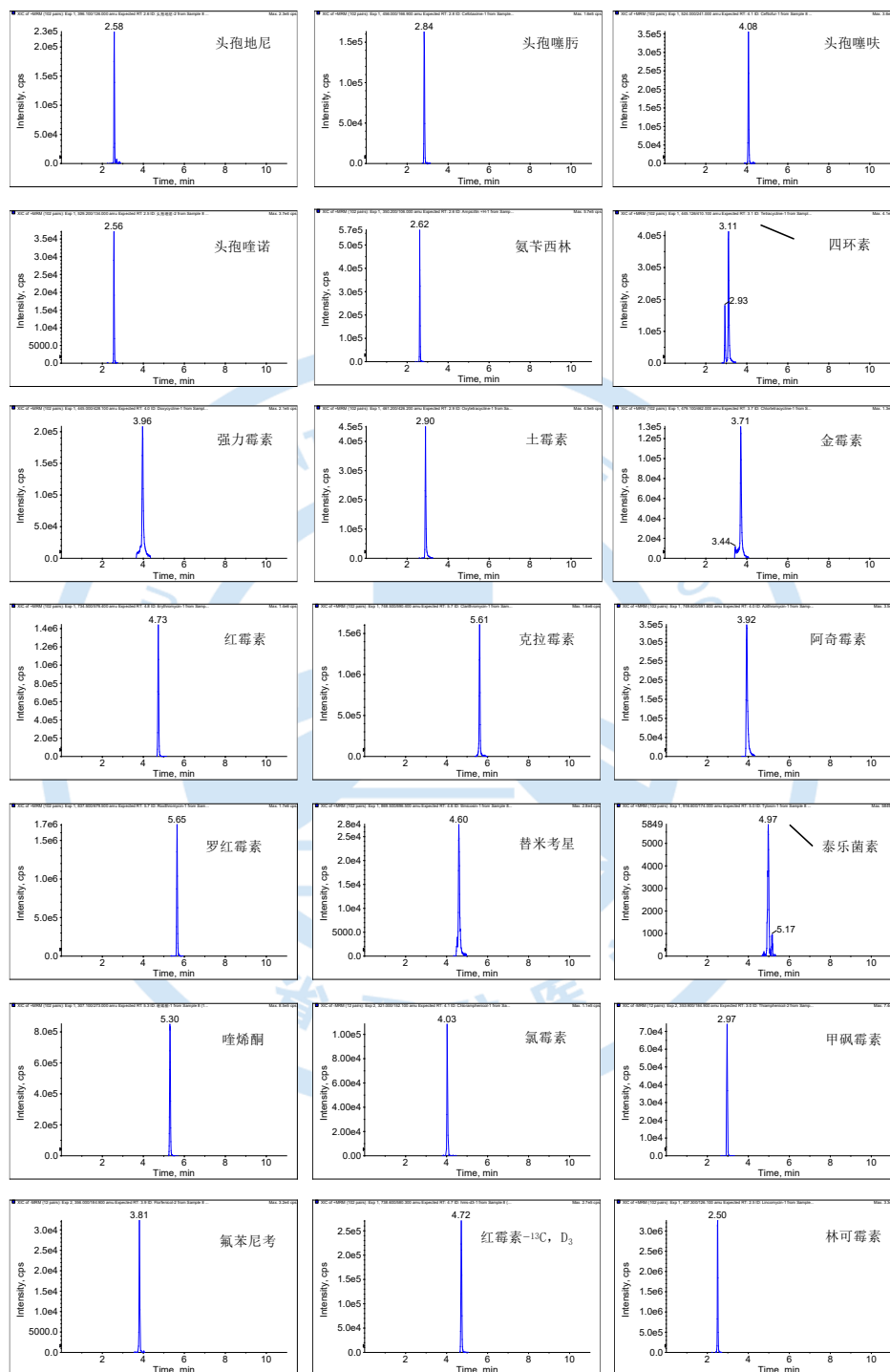


图 B 41 种抗生素化合物和 1 种内标化合物的提取离子色谱图（续）

附 录 C
(规范性)
方法检出限和定量限

表C规定了41种抗生素化合物的检出限和定量限。

表 C 41 种抗生素的检出限和定量限

序号	抗生素类型	名称	检出限($\mu\text{g/L}$)	定量限($\mu\text{g/L}$)
1	磺胺类	磺胺甲恶唑	0.5	1.5
2		磺胺对甲氧嘧啶	0.6	1.8
3		磺胺喹恶啉	0.6	1.8
4		磺胺氯吡嗪	0.6	1.8
5		甲氧苄啶	0.6	1.8
6		磺胺甲噁唑	0.5	1.5
7		磺胺氯吡嗪	0.5	1.5
8		磺胺间甲氧嘧啶	0.5	1.5
9		磺胺嘧啶	0.6	1.8
10	大环内酯类	红霉素	0.4	1.2
11		克拉霉素	0.4	1.2
12		阿奇霉素	0.5	1.5
13		罗红霉素	0.3	0.9
14		替米考星	0.6	1.8
15		泰乐菌素	0.5	1.5
16	β -内酰胺类	头孢噻吩	0.5	1.5
17		头孢唑啉	0.6	1.8
18		氨苄西林	0.6	1.8
19		头孢噻肟	0.8	2.4
20		青霉素 G	0.6	1.8
21		青霉素 V	0.6	1.8
22		阿莫西林	0.6	1.8
23		头孢地尼	0.5	1.5
24	四环素类	土霉素	0.6	1.8
25		金霉素	0.6	1.8
26		四环素	0.6	1.8
27		强力霉素	0.6	1.8
28	喹诺酮类	培氟沙星	0.5	1.5
29		洛美沙星	0.6	1.8
30		达氟沙星	0.6	1.8
31		沙拉沙星	0.6	1.8
32		氧氟沙星	0.5	1.5
33		二氟沙星	0.5	1.5
34		恩诺沙星	0.8	2.4
35		环丙沙星	0.6	1.8
36		诺氟沙星	0.5	1.5
37	喹啉类	喹烯酮	0.6	1.8
38	林可酰胺类	林可霉素	0.5	1.5
39	氯霉素类	氯霉素	1.0	3.0
40		甲砒霉素	1.0	3.0
41		氟苯尼考	0.8	2.4

附 录 D
(资料性)
方法线性范围和相关系数

表D给出了41种抗生素化合物线性范围和相关系数。

表 D 41 种抗生素的线性范围和相关系数

序号	抗生素类型	名称	线性范围($\mu\text{g/L}$)	相关系数
1	磺胺类	磺胺甲恶唑	2.0~200.0	0.990
2		磺胺对甲氧嘧啶	2.0~200.0	0.994
3		磺胺喹恶啉	2.0~200.0	0.994
4		磺胺氯哒嗪	2.0~200.0	0.996
5		甲氧苄啶	2.0~200.0	0.993
6		磺胺甲嘧啶	2.0~200.0	0.995
7		磺胺氯吡嗪	2.0~200.0	0.996
8		磺胺间甲氧嘧啶	2.0~200.0	0.994
9		磺胺嘧啶	2.0~200.0	0.996
10	大环内酯类	红霉素	2.0~100.0	0.993
11		克拉霉素	2.0~200.0	0.994
12		阿奇霉素	2.0~200.0	0.997
13		罗红霉素	2.0~200.0	0.995
14		替米考星	2.0~200.0	0.996
15		泰乐菌素	2.0~200.0	0.997
16	β -内酰胺类	头孢噻呋	2.0~200.0	0.996
17		头孢喹诺	2.0~200.0	0.995
18		氨苄西林	2.0~200.0	0.992
19		头孢噻肟	4.0~200.0	0.994
20		青霉素 G	2.0~200.0	0.994
21		青霉素 V	2.0~100.0	0.994
22		阿莫西林	2.0~200.0	0.993
23		头孢地尼	2.0~200.0	0.997
24	四环素类	土霉素	2.0~200.0	0.998
25		金霉素	2.0~200.0	0.995
26		四环素	2.0~200.0	0.997
27		强力霉素	2.0~200.0	0.995
28	喹诺酮类	培氟沙星	2.0~200.0	0.995
29		洛美沙星	2.0~200.0	0.994
30		达氟沙星	2.0~200.0	0.995
31		沙拉沙星	2.0~200.0	0.995
32		氧氟沙星	2.0~200.0	0.996
33		二氟沙星	2.0~200.0	0.994
34		恩诺沙星	4.0~200.0	0.995
35		环丙沙星	2.0~200.0	0.997
36		诺氟沙星	2.0~200.0	0.997
37	喹啉啉类	喹烯酮	2.0~200.0	0.992
38	林可酰胺类	林可霉素	2.0~200.0	0.997
39	氯霉素类	氯霉素	4.0~200.0	0.996
40		甲砒霉素	4.0~200.0	0.997
41		氟苯尼考	4.0~200.0	0.995

附 录 E
(资料性)
精密度和回收率

表E给出了41种抗生素化合物的精密度和回收率。

表 E 精密度和回收率 (n=5)

抗生素	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	四家实验室平均 加标回收率范围 (%)	四家实验室 RSD范围 (%)	抗生素	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	四家实验室平均 加标回收率范围 (%)	四家实验室 RSD范围 (%)
磺胺甲恶唑	2.0	78.4~92.0	1.1~7.2	头孢地尼	2.0	75.9~105.9	5.7~16.3
	10.0	84.0~93.1	1.9~8.4		10.0	81.6~127.0	3.0~10.1
	100.0	83.5~95.9	1.4~2.4		100.0	84.5~118.9	0.7~19.5
磺胺对甲氧嘧啶	2.0	80.2~99.6	3.3~5.6	阿莫西林	4.0	73.1~116.8	3.2~9.7
	10.0	78.3~101.3	2.3~4.9		10.0	76.6~104.7	2.1~6.1
	100.0	83.4~100.8	2.2~6.4		100.0	74.8~109.9	2.2~4.2
磺胺喹恶啉	2.0	72.1~95.3	2.1~8.2	土霉素	2.0	61.9~105.5	4.1~17.4
	10.0	73.2~99.0	2.1~5.7		10.0	82.1~105.5	3.6~9.6
	100.0	84.2~98.2	1.5~7.9		100.0	81.4~102.3	2.7~19.0
磺胺氯吡嗪	4.0	72.9~99.9	2.2~10.0	金霉素	2.0	77.9~110.5	2.7~10.6
	10.0	78.3~99.6	1.2~9.2		10.0	84.0~107.2	1.8~5.6
	100.0	83.9~100.0	1.7~3.5		100.0	85.7~99.5	1.3~8.2
甲氧苄啶	2.0	80.0~99.0	2.4~8.8	四环素	2.0	96.0~107.2	3.4~7.2
	10.0	89.4~102.4	1.3~6.1		10.0	75.7~105.2	4.0~10.1
	100.0	86.0~111.1	1.3~2.5		100.0	85.0~109.0	1.4~13.9
磺胺甲嘧啶	2.0	77.9~101.1	1.3~5.2	强力霉素	2.0	68.8~120.4	3.4~12.0
	10.0	78.3~99.8	1.8~6.7		10.0	94.2~108.4	1.2~5.1
	100.0	78.2~101.1	1.9~5.9		100.0	97.8~105.8	1.7~4.5
磺胺氯吡嗪	4.0	70.9~97.4	1.8~8.5	培氟沙星	2.0	73.3~118.3	3.9~7.3
	10.0	73.4~97.9	1.5~5.5		10.0	72.9~101.9	1.8~6.4
	100.0	80.9~96.0	3.0~8.0		100.0	76.0~110.4	1.5~11.1
磺胺间甲氧嘧啶	2.0	78.8~101.4	2.4~7.0	洛美沙星	2.0	77.0~96.4	3.3~6.3
	10.0	79.9~100.9	2.2~6.3		10.0	84.8~104.8	2.1~7.7
	100.0	87.9~103.5	1.8~10.9		100.0	84.6~108.6	1.3~4.3
磺胺嘧啶	4.0	75.6~98.4	2.7~5.1	达氟沙星	2.0	80.5~102.3	2.5~6.5
	10.0	68.9~98.4	1.2~8.2		10.0	69.8~102.7	3.1~6.7
	100.0	84.7~103.8	1.2~5.2		100.0	88.1~109.0	1.0~5.1
红霉素 ^[1]	2.0	70.3~115.1	1.6~11.4	沙拉沙星	2.0	76.3~104.3	2.4~7.7
	10.0	77.6~103.7	1.0~9.5		10.0	71.2~102.2	1.5~7.7
	100.0	86.3~107.9	0.5~10.9		100.0	83.9~101.5	2.0~3.1
克拉霉素	2.0	63.0~94.9	2.3~7.9	氧氟沙星	2.0	83.3~97.7	3.6~10.3
	10.0	79.6~102.1	1.9~6.8		10.0	75.9~99.1	1.6~7.7
	100.0	71.9~100.0	0.8~4.9		100.0	76.3~108.0	0.8~4.6
阿奇霉素	2.0	75.2~99.3	2.0~5.2	二氟沙星	2.0	84.5~100.8	2.3~8.0
	10.0	76.7~100.9	0.9~6.5		10.0	85.7~102.1	2.5~5.3
	100.0	83.3~102.0	1.8~3.2		100.0	74.1~99.6	2.0~3.9
罗红霉素	2.0	69.5~80.7	3.5~12.3	恩诺沙星	4.0	77.3~96.2	0.6~6.4
	10.0	72.5~116.9	4.3~12.2		10.0	80.4~96.5	2.6~7.5
	100.0	75.1~96.2	2.1~4.7		100.0	81.5~106.7	1.1~3.9
替米考星	2.0	78.8~113.3	2.1~9.1	环丙沙星	2.0	80.7~101.4	3.8~8.6
	10.0	75.5~109.5	3.3~13.1		10.0	68.6~109.9	1.2~10.2
	100.0	86.4~104.6	2.2~8.6		100.0	71.0~114.3	1.6~4.8
泰乐菌素	2.0	72.5~93.3	2.3~11.0	诺氟沙星	2.0	69.3~101.2	3.7~10.0
	10.0	82.6~117.3	2.0~13.2		10.0	66.9~104.1	3.1~13.2
	100.0	61.1~127.0	1.3~10.9		100.0	85.3~118.1	1.7~2.2
头孢噻吩	2.0	80.2~108.3	3.8~8.1	喹烯酮	2.0	72.1~93.8	6.9~8.9

表E 精密度和回收率 (n=5) (续)

抗生素	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	四家实验室平均 加标回收率范围 (%)	四家实验室 RSD范围 (%)	抗生素	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	四家实验室平均 加标回收率范围 (%)	四家实验室 RSD范围 (%)
	10.0	97.1~104.2	0.7~5.8		10.0	72.1~113.4	2.5~8.6
	100.0	88.8~106.0	1.6~14.1		100.0	77.8~92.7	0.5~3.8
头孢唑诺	2.0	61.6~116.4	3.6~11.6	林可霉素	2.0	71.8~98.6	2.8~9.9
	10.0	74.0~111.3	5.8~12.8		10.0	95.6~122.6	1.0~3.3
	100.0	80.4~119.8	3.9~6.4		100.0	82.5~115.8	1.1~4.1
氨苄西林	2.0	64.7~91.2	5.8~8.8	氯霉素	4.0	83.2~103.6	4.2~11.1
	10.0	70.8~93.5	1.0~9.6		10.0	89.2~116.9	1.3~8.3
	100.0	74.3~90.9	0.6~17.6		100.0	76.7~118.1	2.1~6.6
头孢噻肟	4.0	92.0~101.3	2.7~9.7	甲砒霉素	4.0	84.1~109.4	6.2~11.2
	10.0	89.4~104.5	2.1~4.0		10.0	74.5~104.7	4.0~13.8
	100.0	95.3~106.9	1.8~3.6		100.0	84.1~111.4	1.7~2.7
青霉素 G	2.0	75.8~98.3	1.7~18.0	氟苯尼考	4.0	82.3~107.9	5.4~9.6
	10.0	72.2~105.5	2.9~5.9		10.0	84.0~106.5	1.9~8.5
	100.0	68.5~105.5	2.5~12.5		100.0	78.9~104.7	2.7~8.8
青霉素 V	2.0	84.5~114.5	2.2~15.6				
	10.0	86.8~124.3	0.7~7.3				
	100.0	94.4~123.3	0.8~8.1				

注：^[1]表明该种抗生素定量方式为内标法，其余均为外标法。