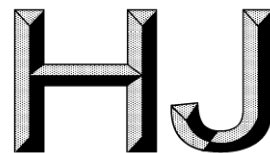


附件 4



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□—201□

水质 有机磷农药的测定
气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of organophosphorus pesticides

—Gas chromatography mass spectrometry

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	6
9 精密度和准确度.....	9
10 质量保证和质量控制.....	10
11 废物处理.....	10
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限	11
附录 B（资料性附录） 目标化合物的测定参考参数	12
附录 C（资料性附录） 方法的精密度和准确度	13

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中有机磷农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、海水、工业废水和生活污水中有机磷农药的气相色谱-质谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：大连市环境监测中心。

本标准验证单位：鞍山市环境监测中心站、沈阳市环境监测中心站、淄博市环境监测站、辽阳市环境监测站、抚顺市环境监测中心站和天津市环境监测中心。

本标准生态环境部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法

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

1 适用范围

本标准规定了测定水中有机磷农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、海水、工业废水和生活污水中敌敌畏、速灭磷、内吸磷、灭线磷、治螟磷、甲拌磷、特丁硫磷、二嗪磷、地虫硫磷、异稻瘟净、乐果、氯唑磷、甲基毒死蜱、磷胺、甲基对硫磷、毒死蜱、杀螟硫磷、马拉硫磷、对硫磷、溴硫磷、甲基异柳磷、水胺硫磷、稻丰散、丙溴磷、苯线磷、三唑磷、蝇毒磷、敌百虫等28种有机磷农药的测定。

当地表水、地下水和海水取样量为1 L，定容体积为1.0 ml时，28种有机磷农药的方法检出限为0.3 $\mu\text{g/L}$ ~0.6 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为1.2 $\mu\text{g/L}$ ~2.4 $\mu\text{g/L}$ ；当生活污水和工业废水取样量为100 ml，定容体积为1.0 ml时，28种有机磷农药的方法检出限为4 $\mu\text{g/L}$ ~7 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为16 $\mu\text{g/L}$ ~28 $\mu\text{g/L}$ 。

本标准测定目标化合物的方法检出限和测定下限详见附录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。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

- GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输
- HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范
- HJ/T 164 地下水环境监测技术规范
- HJ 442 近岸海域环境监测规范
- HJ 493 水质采样 样品的保存和管理技术规定

3 方法原理

水样中有机磷农药经三氯甲烷萃取、浓缩、定容后，用气相色谱分离，质谱检测。水样中的敌百虫经碱解转化为敌敌畏后进行测定。根据保留时间、质谱图或碎片离子质荷比及丰度比定性，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备不含目标物的纯水。

- 4.1 三氯甲烷 (CHCl_3)：色谱纯，在方法推荐条件下无干扰峰。
- 4.2 丙酮 (CH_3COCH_3)：色谱纯，在方法推荐条件下无干扰峰。
- 4.3 浓硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84\text{ g/ml}$ 。
- 4.4 氢氧化钠 (NaOH)。
- 4.5 氯化钠 (NaCl)：经 450°C 烘烤 4 h 后，置于干燥器中冷却至室温后，放入试剂瓶中密封保存。
- 4.6 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：经 450°C 烘烤 4 h 后，置于干燥器中冷却至室温后，放入试剂瓶中密封保

存。

4.7 正己烷 (C₆H₁₄)：色谱纯，在方法推荐条件下无干扰峰。

4.8 硫酸溶液：1+1。

4.9 硫酸溶液：1+10。

4.10 氢氧化钠溶液： ρ (NaOH) =10 g/L。

称取 1.0 g 氢氧化钠 (4.4)，溶于 100 ml 水中，混匀，贮存于具螺口的塑料试剂瓶中。

4.11 氢氧化钠溶液： ρ (NaOH) =1.0 g/L。

称取 1.0 g 氢氧化钠 (4.4)，溶于 1 L 水中，混匀，贮存于具螺口的塑料试剂瓶中。

4.12 有机磷农药标准贮备液（不含敌百虫）： ρ =2000 μ g/ml。

直接购买市售有证标准溶液，或自行配制。有机磷农药组分见附录 A（不含敌百虫）。市售有证标准物质按照说明书要求进行保存；自行配制标准贮备液在 \leq -18 $^{\circ}$ C下冷冻保存，可稳定保存 6 个月。

4.13 敌百虫标准贮备液： ρ =2000 μ g/ml。

直接购买市售有证标准溶液，或自行配制。市售有证标准物质按照说明书要求进行保存；自行配制标准贮备液在 \leq -18 $^{\circ}$ C下冷冻保存，可稳定保存 6 个月。

注：敌百虫标准贮备液只在样品加标时使用。

4.14 有机磷农药使用液： ρ =50.0 μ g/ml。

取适量有机磷农药标准贮备液 (4.12) 配制于一定体积的正己烷：丙酮 (1:1) 中，现用现配。

4.15 有机磷农药柱处理液： ρ =10.0 μ g/ml。

取适量有机磷农药标准贮备液 (4.12) 配制于一定体积的正己烷：丙酮 (1:1) 中，在 \leq -18 $^{\circ}$ C下冷冻保存，可稳定保存 2 个月。

4.16 内标标准贮备液： ρ =2000 μ g/ml。

宜选用萘-D8、萘-D10、菲-D10 和蒽-D12 作为内标。可直接购买市售有证标准溶液，或自行配制。市售有证标准物质按照说明书要求进行保存；自行配制内标标准贮备液在 \leq -18 $^{\circ}$ C下冷冻保存，可稳定保存 12 个月。

4.17 替代物（氘代磷酸三丁酯）标准贮备液： ρ =1000 μ g/ml。

可直接购买市售有证标准溶液，或自行配制。市售有证标准物质按照说明书要求进行保存；自行配制替代物标准贮备液在 \leq -18 $^{\circ}$ C下冷冻保存，可稳定保存 6 个月。

4.18 替代物（氘代磷酸三丁酯）标准使用液： ρ =50.0 μ g/ml。

取适量替代物（氘代磷酸三丁酯）标准贮备液 (4.17) 配制于一定体积的正己烷：丙酮 (1:1) 中，现用现配。

4.19 十氟三苯基膦 (DFTPP) 溶液： ρ =50 mg/L。

可直接购买市售有证标准溶液，或自行配制。自行配制标准溶液在 \leq -18 $^{\circ}$ C下冷冻保存。

4.20 氦气：纯度 \geq 99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具分流/不分流进样口，能对载气进行电子压力控制，可程序升温。

5.2 质谱仪：电子轰击电离源 (EI)，一秒内能从 35 amu 扫描至 500 amu；具 NIST 质谱图库、手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

- 5.3 毛细管柱：30 m × 0.25 mm，膜厚 0.25 μm，固定相为 50%苯基/50%甲基聚硅氧烷，或使用其他等效性能的毛细管柱。
- 5.4 浓缩装置：KD 浓缩器或其他浓缩装置。
- 5.5 样品瓶：棕色磨口具塞玻璃瓶或具有聚四氟乙烯衬垫瓶盖的棕色螺口玻璃瓶。
- 5.6 石墨化炭黑小柱：250 mg/3 ml。
- 5.7 微量注射器：5 μl、10 μl、50 μl、100 μl 和 1 ml。
- 5.8 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集

参照GB17378.3、HJ/T 91、HJ/T 164、HJ 442和HJ 493的相关规定执行。

采集样品后，用硫酸溶液（4.8）或氢氧化钠溶液（4.10）在采水器中调节水样pH至5~8，转移至棕色磨口具塞玻璃瓶或具有聚四氟乙烯衬垫瓶盖的棕色螺口玻璃瓶（5.5）中。

每批样品应至少采集一个全程序空白样品（以同批次实验用水替代样品）。

6.2 样品的保存

样品采集后应于4℃冷藏、避光运输，及时分析。若不能及时分析，应置于4℃冷藏避光保存，保存期为3 d。

6.3 试样的制备

6.3.1 萃取和浓缩

6.3.1.1 地表水、地下水和海水

量取1 L水样至分液漏斗中，加入10.0 μl替代物（氘代磷酸三丁酯）标准贮备液（4.17），混匀。向水样中加入30 g氯化钠（4.5），振荡至完全溶解后，加入25 ml三氯甲烷（4.1），振摇2 min，注意放气。静置分层，将萃取液转移至相应容器中。重复萃取2次，合并萃取液，萃取液经无水硫酸钠（4.6）脱水后收集于浓缩瓶中，浓缩近干后用正己烷：丙酮（1:1）定容至1.0 ml，加入5.0 μl内标标准贮备液（4.16），待测。同时保留水层待测敌百虫。

注1：海水样品可不加氯化钠。

注2：浓缩过程温度不能高于40℃。

注3：若试样中有机磷农药浓度超过曲线最高点，可减少样品取样量，地表水和地下水样品加水稀释至1 L。

6.3.1.2 生活污水和工业废水

量取100 ml水样至分液漏斗中，加入10.0 μl替代物（氘代磷酸三丁酯）标准溶液（4.17），混匀。向水样中加入3 g氯化钠（4.5），振荡至完全溶解后，加入10 ml三氯甲烷（4.1），振摇2 min，注意放气。静置分层，将萃取液转移至相应容器中。重复萃取2次，合并萃取液，萃取液经无水硫酸钠（4.6）脱水后收集于浓缩瓶中，浓缩近干后用正己烷：丙酮（1:1）定容至1.0 ml，加入5.0 μl内标标准贮备液（4.16），待测。同时保留水层待测敌百虫。

注：若试样中有机磷农药浓度超过曲线最高点，可减少样品取样量，生活污水和工业废水加水稀释至 100 ml。

6.3.2 净化和浓缩

对于成分比较复杂的生活污水和工业废水，或提取液颜色较深时，可以对提取液进行净化。

预先用5 ml正己烷：丙酮（1:1）活化石墨化炭黑小柱（5.6），再将1.0 ml未加内标标准溶液的萃取液加入到活化后的石墨化炭黑小柱中，接着用10 ml正己烷：丙酮（1:1）洗脱，收集全部过柱的洗脱液，浓缩近干后用正己烷：丙酮（1:1）定容至1.0 ml，加入5.0 μ l内标标准贮备液（4.16），待测。

6.3.3 敌百虫试样的制备

将6.3.1.1或6.3.1.2收集的水层用氢氧化钠溶液（4.11）调pH至9~10后，倒入锥形瓶中，盖好瓶盖，置于50℃的水浴锅中进行碱解，不断摇动锥形瓶。15 min后取出锥形瓶，冷却至室温，用硫酸溶液（4.9）调pH至5~6后，将此溶液转移至分液漏斗中，按6.3.1进行萃取和浓缩。

注：敌百虫试样不需净化。

6.4 空白试样的制备

以实验用水代替水样，按照与试样的制备（6.3）相同的步骤，制备空白试样。

注：试样若不能及时测定，可置于 $\leq -18^\circ\text{C}$ 下冷冻保存，保存期为 30 d。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样口：温度 220℃，不分流；

载气：氦气；

柱流量：1.0 ml/min（恒流）；

柱温：40℃开始保持 4 min；以 $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}}$ 270℃（12 min）。

7.1.2 质谱参考条件

传输线温度：270℃；

离子源温度：230℃；

离子源电子能量：70 eV；

数据采集方式：全扫描；

扫描质量范围：35 amu~500 amu。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

用微量注射器移取1 μ l~2 μ l十氟三苯基膦（DFTPP）溶液（4.19），直接注入气相色谱仪（5.1）进行分析，得到的十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子丰度应符合表1中规定的标准，否则需对质谱仪（5.2）

的参数进行调整或者考虑清洗离子源。若仪器软件不能自动判定十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子丰度是否符合表1标准时，可通过取峰顶扫描点及其前后两个扫描点离子丰度的平均值扣除背景值后获得关键离子丰度，并应符合表1标准。背景值的选取可以是十氟三苯基膦（DFTPP）出峰前20次扫描点中的任意一点，该背景值应是柱流失或仪器背景离子产生的。

注：使用离子阱或其他类型质谱仪时，十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子丰度标准可参照仪器制造商的说明执行。

7.2.2 标准曲线的建立

7.2.2.1 标准系列的配制和测定

有机磷农药和替代物标准系列共6个质量浓度点，分别为0.5 µg/ml、1.0 µg/ml、5.0 µg/ml、10.0 µg/ml、50.0 µg/ml和100 µg/ml。

分别量取适量的有机磷农药标准贮备液（4.12）和替代物（氘代磷酸三丁酯）标准贮备液（4.17），用正己烷：丙酮（1:1）定容后混匀，配制成2个质量浓度点，目标物及替代物的质量浓度依次为50.0 µg/ml和100 µg/ml；分别量取适量的有机磷农药标准使用液（4.14）和替代物（氘代磷酸三丁酯）标准使用液（4.18），用正己烷：丙酮（1:1）定容后混匀，配制成4个质量浓度点，目标物及替代物的质量浓度依次为0.5 µg/ml、1.0 µg/ml、5.0 µg/ml、10.0 µg/ml。

向标准系列溶液中加入适量内标标准贮备液（4.16），使其内标浓度均为10.0 µg/ml。

用微量注射器依次移取有机磷农药柱处理液（4.15）、标准系列溶液（低浓度到高浓度）各1.0 µl注射到气相色谱仪（5.1）中。按照仪器参考条件（7.1）依次测定并记录标准系列目标物及相对应内标的保留时间、目标离子和辅助离子的峰面积。

表 1 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子丰度标准

质量	离子丰度标准	质量	离子丰度标准
51	基峰的 10%~80%	199	质量 198 的 5%~9%
68	小于质量 69 的 2%	275	基峰的 10%~60%
70	小于质量 69 的 2%	365	大于质量 198 的 1%
127	基峰的 10%~80%	441	存在，但小于质量 442 的 24%
197	小于质量 198 的 2%	442	基峰，或者大于质量 198 的 50%
198	基峰，或者大于质量 442 的 50%	443	质量 442 的 15%~24%

7.2.2.2 平均相对响应因子法

标准曲线第*i*点中目标物（或替代物）的相对响应因子（ RRF_i ），按照公式（1）进行计算。

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

式中： RRF_i ——标准曲线中目标物（或替代物）第*i*点的相对响应因子；

A_i ——标准曲线中目标物（或替代物）定量离子第*i*点的峰面积；

ρ_{ISi} ——标准曲线中与目标物（或替代物）相对应内标的浓度，10.0 µg/ml；

A_{Isi} ——标准曲线中与目标物（或替代物）相对应内标定量离子第 i 点的峰面积；

ρ_i ——标准曲线中目标物（或替代物）第 i 点的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ 。

注：速灭磷定量离子的峰面积为（E）-速灭磷和（Z）-速灭磷的峰面积之和；磷胺定量离子的峰面积为（E）-磷胺和（Z）-磷胺的峰面积之和。

目标物（或替代物）的平均相对响应因子 \overline{RRF} ，按照公式（2）进行计算。

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

式中： \overline{RRF} ——目标物（或替代物）的平均相对响应因子；

RRF_i ——标准曲线中第 i 点目标物（或替代物）的相对响应因子；

n ——标准曲线点数。

RRF 的标准偏差（ SD ），按照公式（3）进行计算。

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

RRF 的相对标准偏差（ RSD ），按照公式（4）进行计算。

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \times 100\% \quad (4)$$

7.2.2.3 标准曲线法

若标准曲线中某个目标物相对响应因子（ RRF ）的相对标准偏差（ RSD ）大于 20%，则此目标物需用标准曲线进行校准。即以目标物和相对应内标的峰面积比为纵坐标，浓度比为横坐标，绘制标准曲线，如公式（5）。

$$y = a + bx \quad (5)$$

式中： y ——标准曲线中目标物（或替代物）的峰面积与其相对应内标物的峰面积的比值；

a ——标准曲线截距；

b ——标准曲线斜率；

x ——标准曲线中目标物（或替代物）的质量浓度与其相对应内标物的质量浓度的比值。

7.3 测定

用微量注射器移取 $1.0 \mu\text{l}$ 试样（6.3），注射到气相色谱仪（5.1）中，按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

7.4 空白试验

用微量注射器移取 $1.0 \mu\text{l}$ 空白试样（6.4），注射到气相色谱仪（5.1）中，按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 目标物的定性分析

以全扫描方式采集数据，以样品中目标化合物相对保留时间（ RRT ）、辅助离子和目标离子丰度比（ Q ）与标准溶液中的变化范围来定性。样品中目标化合物的相对保留时间与标准曲线该化合物的平均相对保留时间（ \overline{RRT} ）的差值应 $\leq \pm 0.06$ 。样品中目标化合物的辅助离子和目标离子丰度比（ $Q_{\text{样品}}$ ）与标准曲线目标化合物的辅助离子和目标离子丰度比（ $Q_{\text{标准}}$ ）的相对偏差应 $\leq \pm 30\%$ 。

目标化合物的相对保留时间（ RRT ）按公式（6）计算。

$$RRT = \frac{RT_C}{RT_{IS}} \quad (6)$$

式中： RRT ——目标化合物的相对保留时间；

RT_C ——目标化合物的保留时间，min；

RT_{IS} ——该化合物对应内标物的保留时间，min。

平均相对保留时间（ \overline{RRT} ）：标准曲线中该目标化合物所有浓度点相对保留时间的平均值。

辅助离子和目标离子丰度比（ Q ）按公式（7）计算。

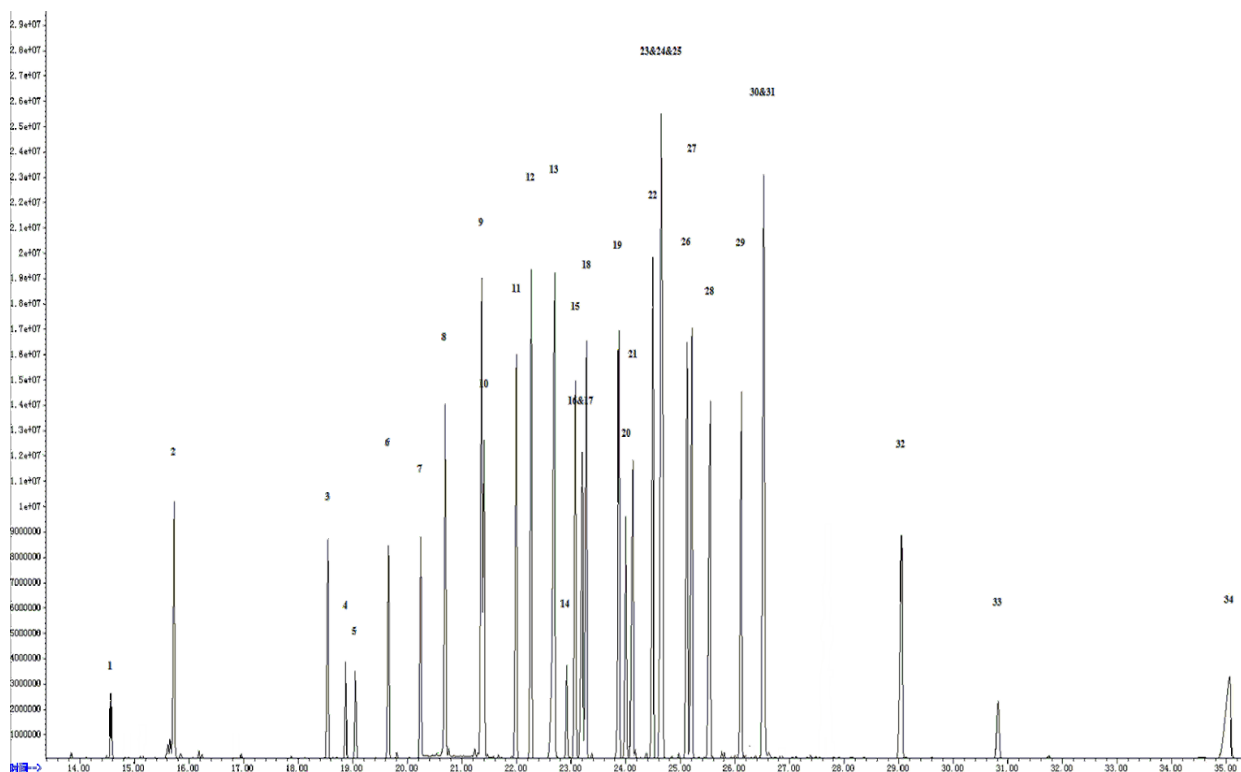
$$Q = \frac{A_a}{A_t} \times 100 \quad (7)$$

式中： Q ——辅助离子和目标离子丰度比，%；

A_a ——辅助离子峰面积；

A_t ——目标离子峰面积。

有机磷农药的总离子流图，见图1。



1-萘-D8；2-敌敌畏；3-(E)-速灭磷；4-(Z)-速灭磷；5-萘-D10；6-氘代磷酸三丁酯；7-内吸磷；8-灭线磷；9-治螟磷；10-甲拌磷；11-特丁硫磷；12-二嗪磷；13-地虫硫磷；14-菲-D10；15-异稻瘟净；16-(E)磷胺；17-乐果；18-氯唑磷；19-甲基毒死蜱；20-(Z)磷胺；21-甲基对硫磷；22-毒死蜱；23-杀螟硫磷；24-马拉硫磷；25-对硫磷；26-溴硫磷；27-甲基异柳磷；28-水胺硫磷；29-稻丰散；30-丙溴磷；31-苯线磷；32-三唑磷；33-蒈-D12；34-蝇毒磷。

图1 有机磷农药总离子流图（100 $\mu\text{g/ml}$ ）

8.2 目标物的定量分析

8.2.1 平均相对响应因子法

当目标物（或替代物）采用平均相对响应因子进行校准时，试样中目标物的质量浓度 ρ 按照公式（8）进行计算。

$$\rho = \frac{A_{ex} \times \rho_{IS} \times V_2}{A_{IS} \times RRF \times V_1} \quad (8)$$

式中： ρ ——样品中目标物（或替代物）的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A_{ex} ——目标物（或替代物）定量离子的峰面积；

ρ_{IS} ——内标物的浓度， $10.0 \mu\text{g/ml}$ ；

V_2 ——试样体积， ml ；

A_{IS} ——与目标物（或替代物）相对应内标定量离子的峰面积；

RRF ——目标物（或替代物）的平均相对响应因子。

V_1 ——样品的体积， L 。

8.2.2 用线性或非线性标准曲线计算

当目标物采用线性或非线性标准曲线法进行校准时，从曲线上查出试样中目标物浓度 ρ_{ex} ，样品中目标物的质量浓度 ρ 按照公式（9）进行计算。

$$\rho = \frac{\rho_{ex} \times V_2}{V_1} \quad (9)$$

式中： ρ ——样品中目标物（或替代物）的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_{ex} ——试样中目标物（或替代物）的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

V_2 ——试样体积， ml ；

V_1 ——样品的体积， L 。

注：当样品中目标化合物的目标离子有干扰时，可使用辅助离子定量，具体参见附录 B。

8.2.3 敌百虫结果的计算

样品中敌百虫的质量浓度 $\rho_{\text{敌百虫}}$ 按照公式（10）进行计算。

$$\rho_{\text{敌百虫}} = \frac{\rho_{\text{敌敌畏}} \times V_2}{V_1 \times 0.86} \quad (10)$$

式中： $\rho_{\text{敌百虫}}$ ——样品中敌百虫的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{\text{敌敌畏}}$ ——试样（6.3.3）中敌敌畏的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

V_2 ——试样体积， ml ；

V_1 ——样品的体积， L ；

0.86 ——敌敌畏与敌百虫的分子量之比。

8.3 结果表示

测定结果小数点位数与检出限一致，最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6家实验室分别对加标浓度为1.0 µg/L、10.0 µg/L和90.0 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为6.2%~19%、4.9%~17%和3.2%~14%；实验室间相对标准偏差分别为0.6%~4.3%、1.3%~4.2%和0.5%~3.7%；重复性限分别为0.1 µg/L~0.4 µg/L、1.6 µg/L~3.5 µg/L和11 µg/L~27 µg/L；再现性限分别为0.2 µg/L~0.4 µg/L、1.8 µg/L~3.8 µg/L和14 µg/L~32 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.0 µg/L、10.0 µg/L和90.0 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为6.1%~19%、4.9%~17%和3.2%~14%；实验室间相对标准偏差分别为0.7%~4.2%、1.4%~4.5%和0.5%~4.1%；重复性限分别为0.1 µg/L~0.4 µg/L、1.6 µg/L~3.6 µg/L和11 µg/L~28 µg/L；再现性限分别为0.2 µg/L~0.5 µg/L、1.8 µg/L~4.2 µg/L和15 µg/L~36 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为10 µg/L、100 µg/L和900 µg/L的生活污水进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为5.2%~14%、4.4%~10%和0.5%~8.6%；实验室间相对标准偏差分别为0.5%~2.2%、0.2%~1.5%和0.4%~2.6%；重复性限分别为2 µg/L~3 µg/L、10 µg/L~24 µg/L和40 µg/L~120 µg/L；再现性限分别为2 µg/L~3 µg/L、14 µg/L~38 µg/L和140 µg/L~256 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为10 µg/L、100 µg/L和900 µg/L的工业废水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.3%~14%、4.0%~10%和0.5%~9.0%；实验室间相对标准偏差分别为0.5%~2.2%、0.2%~1.6%和0.4%~2.5%；重复性限分别为2 µg/L~3 µg/L、10 µg/L~28 µg/L和51 µg/L~141 µg/L；再现性限分别为2 µg/L~3 µg/L、14 µg/L~33 µg/L和146 µg/L~225 µg/L。

实验室内对加标浓度分别为1.0 µg/L、10.0 µg/L和90.0 µg/L的海水样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为5.0%~12%、7.2%~12%和5.2%~10%。

方法精密度数据参见表C.1~表C.4。

9.2 准确度

6家实验室分别对有机磷农药加标浓度为1.0 µg/L、10.0 µg/L和90.0 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为36.1%~99.2%、52.5%~100%和57.2%~110%，加标回收率最终值分别为(37.4±2.0)%~(95.5±5.0)%、(54.3±2.9)%~(96.7±5.2)%和(59.1±3.2)%~(106±5.6)%。

6家实验室分别对加标浓度为1.0 µg/L、10.0 µg/L和90.0 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为35.1%~97.2%、50.9%~98.3%和55.5%~107%，加标回收率最终值分别为(36.4±2.0)%~(93.5±5.1)%、(52.7±2.8)%~(94.7±5.1)%和(57.5±3.0)%~(103±5.6)%。

6家实验室分别对加标浓度为10 µg/L、100 µg/L和900 µg/L的生活污水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为43.6%~98.6%、59.1%~108%和59.3%~109%，加标回收率最终值分别为(49.5±10.7)%~(97.0±2.3)%、(60.0±1.3)%~(107±2.5)%和(60.2±1.3)%~(107±2.5)%。

6家实验室分别对加标浓度为10 µg/L、100 µg/L和900 µg/L的工业废水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为45.3%~93.9%、60.0%~107%和61.1%~104%，加标回收率最终值分别为(51.2±10.7)%~(92.4±2.2)%、(60.9±1.3)%~(104±6.5)%和(62.0±1.4)%~(102±2.3)%。

实验室内对加标浓度为1.0 µg/L、10.0 µg/L和90.0 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：加标回收率

范围为37.5%~98.1%、43.1%~99.3%和59.4%~107%。

方法准确度数据参见表C.5~表C.7。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

10.1.1 每批样品至少做一个空白试验，其测定结果应低于方法检出限。

10.1.2 每批样品至少做一个全程序空白样品，其测定结果应低于方法检出限。

10.2 校准有效性检查

10.2.1 目标物相对响应因子（RRF）的相对标准偏差（RSD） $\leq 20\%$ 或目标物标准曲线的相关系数 $r \geq 0.99$ ，否则应重新绘制标准曲线；

10.2.2 每批（ ≤ 20 个）样品应测定一个曲线中间校核点，其测定结果与标准曲线相应点浓度的相对误差绝对值应 $\leq 20\%$ 。

10.3 精密度控制

每批样品应至少测定 5%的平行双样，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样。平行双样测定结果的相对偏差 $\leq \pm 20\%$ 。

10.4 准确度控制

10.4.1 每批样品应测定5%的基体加标样品，样品数量少于10个时，应至少测定一个基体加标样品，敌百虫、敌敌畏、速灭磷和内吸磷加标回收率应大于30%，其他目标物加标回收率应在60%~120%之间。

注：敌百虫和有机磷标准溶液应同时加标。

10.4.2 替代物的回收率应在 60%~120%之间。

10.5 其他

10.5.1 每批样品分析之前需向气相色谱仪（5.1）注入 1.0 μl 有机磷农药柱处理液（4.15）。

10.5.2 在分析完高浓度样品后，应分析一个或多个空白试验样品检查仪器残留。

10.5.3 样品中内标的保留时间与当天连续校准或者最近绘制的校准曲线中内标保留时间偏差应不超过 30 s，定量离子峰面积变化应在 50%~150%之间。

11 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

附录 A
(规范性附录)

方法检出限和测定下限

28 种目标物的方法检出限和测定下限见表 A。

表 A 方法检出限和测定下限

序号	目标物 中文名称	地表水、地下水和海水		生活污水和工业废水	
		检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	敌敌畏	0.4	1.6	5	20
2	速灭磷	0.4	1.6	5	20
3	内吸磷	0.3	1.2	4	16
4	灭线磷	0.3	1.2	4	16
5	治螟磷	0.4	1.6	4	16
6	甲拌磷	0.4	1.6	4	16
7	特丁硫磷	0.3	1.2	4	16
8	二嗪磷	0.4	1.6	4	16
9	地虫硫磷	0.4	1.6	5	20
10	异稻瘟净	0.4	1.6	5	20
11	乐果	0.4	1.6	5	20
12	氯唑磷	0.5	2.0	5	20
13	甲基毒死蜱	0.4	1.6	4	16
14	磷胺	0.4	1.6	4	16
15	甲基对硫磷	0.4	1.6	5	20
16	毒死蜱	0.4	1.6	5	20
17	杀螟硫磷	0.5	2.0	5	20
18	马拉硫磷	0.5	2.0	6	24
19	对硫磷	0.5	2.0	5	20
20	溴硫磷	0.4	1.6	5	20
21	甲基异柳磷	0.4	1.6	4	16
22	水胺硫磷	0.4	1.6	4	16
23	稻丰散	0.4	1.6	5	20
24	丙溴磷	0.6	2.4	7	28
25	苯线磷	0.4	1.6	5	20
26	三唑磷	0.3	1.2	4	16
27	蝇毒磷	0.3	1.2	4	16
28	敌百虫	0.4	1.6	5	20

附录 B
(资料性附录)

目标化合物的测定参考参数

表 B 给出了目标物和替代物的保留时间、定量内标、目标离子和辅助离子等测定参考参数。

表 B 目标化合物的测定参考参数 (全扫描)

序号	目标物中文名称	目标物英文名称	CAS No.	保留时间 (min)	类型	定量 内标	目标离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
1	萘-D8	Naphthalene-D8	1146-65-2	14.568	内标物1	/	136	/
2	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	15.728	目标物	1	109	185、79
3	(E)-速灭磷	(E)-Mevinphos	298-01-1	18.542	目标物	2	127	192、109
4	(Z)-速灭磷	(Z)-Mevinphos	338-34-7	18.859	目标物	2	127	192、109
5	茛-D10	Acenaphthene-D10	15067-26-2	19.048	内标物2	/	164	/
6	氘代磷酸三丁酯	Tributyl phosphate-D27	126-73-8	19.650	替代物	2	103	167、231
7	内吸磷	Demeton	8065-48-3	20.245	目标物	2	88	60、171
8	灭线磷	Ethoprophos	13194-48-4	20.694	目标物	2	158	126、139
9	治螟磷	Sulfotep	3689-24-5	21.357	目标物	2	322	202、97
10	甲拌磷	Phorate	298-02-2	21.406	目标物	2	75	121、260
11	特丁硫磷	Terbufos	13071-79-9	21.994	目标物	3	231	97、153
12	二嗪磷	Diazinon	333-41-5	22.272	目标物	3	179	137、152
13	地虫硫磷	Fonofos	66767-39-3	22.694	目标物	3	109	137、246
14	菲-D10	Phenanthrene-D10	1517-22-2	22.918	内标物3	/	188	/
15	异稻瘟净	Iprobenfos	26087-47-8	23.074	目标物	3	91	204、123
16	乐果	Dimethoate	60-51-5	23.203	目标物	3	87	93、125
17	(E)-磷胺	(E)-Phosphamidon	297-99-4	23.268	目标物	3	127	264、72
18	氯唑磷	Isazofos	42509-80-8	23.278	目标物	3	161	119、257
19	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-Methyl	5598-13-0	23.872	目标物	3	286	125、79
20	(Z)-磷胺	(Z)-Phosphamidon	23783-98-4	24.005	目标物	3	127	264、72
21	甲基对硫磷	Parathion-Methyl	298-00-0	24.128	目标物	3	109	263、125
22	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	24.498	目标物	3	197	314、97
23	杀螟硫磷	Fenitrothion	122-14-5	24.642	目标物	3	277	260
24	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	24.646	目标物	3	173	158
25	对硫磷	Parathion	56-38-2	24.673	目标物	3	291	139、55
26	溴硫磷	Bromophos	2104-96-3	25.123	目标物	3	331	125、109
27	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	99675-03-3	25.206	目标物	3	199	121、241
28	水胺硫磷	Isocarbophos	24353-61-5	25.544	目标物	3	136	121、110
29	稻丰散	Phenthoate	2597-03-7	26.113	目标物	4	274	125、93
30	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	26.519	目标物	4	208	97、339
31	苯线磷	Fenamiphos	22224-92-6	26.541	目标物	4	303	154、288
32	三唑磷	Triazophos	24017-47-8	29.054	目标物	4	161	77、97
33	蒎-D12	Chrysene-D12	1719-03-5	30.820	内标物4	/	240	/
34	蝇毒磷	Coumaphos	56-72-4	35.056	目标物	4	362	226、109
35	敌百虫	Trichlorfon	52-68-6	/	目标物	/	/	/

附录 C
(资料性附录)

方法的精密度和准确度

表 C.1~C.7 中给出了方法的重复性、再现性和加标回收率等精密度和准确度指标。

表 C.1 精密度汇总表 (地表水和地下水)

序号	化合物名称	浓度 (µg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准偏差 (%)		重复性限 (µg/L)		再现性限 (µg/L)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
1	敌敌畏	1.0	12~16	12~17	1.8	1.8	0.2	0.2	0.2	0.2
		10.0	7.1~14	7.1~14	2.6	2.6	1.7	1.8	2.0	2.1
		90.0	6.5~14	6.3~10	1.5	1.5	13	13	17	17
2	速灭磷	1.0	9.0~19	9.4~19	4.3	4.0	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.9~11	8.2~11	1.5	1.4	1.7	1.8	2.0	2.0
		90.0	6.3~7.8	7.1~8.4	0.5	0.5	13	13	17	17
3	内吸磷	1.0	8.3~19	9.0~20	4.3	4.2	0.2	0.2	0.2	0.2
		10.0	6.6~13	6.6~14	3.2	3.4	1.9	2.0	2.2	2.2
		90.0	5.3~12	5.5~12	2.3	2.2	14	15	18	19
4	灭线磷	1.0	8.9~16	9.1~18	3.3	3.6	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	5.2~12	5.2~14	3.3	3.6	2.7	2.8	3.1	3.5
		90.0	3.2~9.7	3.2~11	2.8	3.2	20	21	26	30
5	治螟磷	1.0	8.7~15	8.8~16	3.0	3.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.3~15	7.3~16	3.3	3.6	3.5	3.6	3.8	4.2
		90.0	5.3~11	5.3~13	2.8	3.2	27	28	32	36
6	甲拌磷	1.0	7.2~17	6.9~17	4.0	4.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.1~13	6.1~15	3.3	3.7	3.0	3.0	3.3	3.7
		90.0	3.9~10	3.9~12	2.9	3.2	22	23	28	32
7	特丁硫磷	1.0	9.0~12	9.1~12	1.3	1.2	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	6.9~14	6.9~15	3.2	3.5	3.1	3.1	3.4	3.7
		90.0	4.7~10	4.7~12	2.5	2.8	22	22	27	31
8	二嗪磷	1.0	8.6~12	8.2~12	1.4	1.2	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.2~14	7.2~16	3.0	3.3	3.1	3.2	3.5	3.7
		90.0	5.1~12	5.4~13	2.7	3.1	24	24	30	33
9	地虫硫磷	1.0	6.2~15	6.2~16	4.1	4.2	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.9~13	5.9~15	3.3	3.6	2.7	2.8	3.1	3.4
		90.0	3.7~10	3.7~12	2.8	3.1	20	21	26	29
10	异稻瘟净	1.0	10~13	10~13	1.1	1.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.7~14	6.7~15	2.9	3.3	2.9	3.0	3.3	3.6
		90.0	4.1~10	4.1~12	2.4	2.8	21	22	27	30
11	乐果	1.0	11~14	11~14	1.3	1.3	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.9~13	5.9~15	2.9	3.3	2.6	2.7	3.0	3.4
		90.0	3.8~10	3.8~12	2.5	2.9	20	21	27	32

表 C.1 精密度汇总表（地表水和地下水）

续表

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
12	氯唑磷	1.0	9.0~15	9.0~15	2.5	2.4	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	5.9~13	5.9~15	3.2	3.6	2.9	2.9	3.3	3.6
		90.0	3.6~10	3.6~11	2.8	3.1	21	22	27	31
13	甲基毒死 蜱	1.0	7.2~11	7.2~12	1.5	1.5	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.6~11	5.6~11	2.1	2.2	2.2	2.2	2.8	3.3
		90.0	3.4~8.0	3.4~8.6	2.0	2.2	16	17	24	28
14	磷胺	1.0	9.1~11	7.1~11	0.7	1.4	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	4.9~8.9	4.9~10	1.7	2.3	2.0	2.2	3.1	3.8
		90.0	3.8~7.3	3.8~8.0	1.3	1.6	15	16	25	31
15	甲基对硫 磷	1.0	8.5~12	9.1~13	1.7	1.7	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	6.6~11	6.6~13	2.1	2.6	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	4.2~7.4	4.2~9.0	1.4	2.1	17	19	28	34
16	毒死蜱	1.0	8.5~12	8.8~12	1.6	1.3	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	6.6~10	6.6~12	1.6	2.2	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	4.3~7.3	4.3~8.7	1.4	1.9	17	19	25	29
17	杀螟硫磷	1.0	10~18	10~19	3.5	3.6	0.4	0.4	0.4	0.5
		10.0	6.2~15	6.2~17	4.2	4.5	2.9	3.2	3.3	3.8
		90.0	3.9~12	3.9~14	3.7	4.1	22	24	28	33
18	马拉硫磷	1.0	8.7~16	8.4~17	3.3	3.3	0.3	0.3	0.4	0.4
		10.0	5.9~9.7	5.9~11	1.8	2.4	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	3.8~7.0	3.8~8.5	1.4	2.0	16	18	24	29
19	对硫磷	1.0	8.7~16	8.8~16	3.2	2.9	0.3	0.4	0.4	0.4
		10.0	6.1~9.8	6.1~12	1.5	2.2	2.1	2.3	2.8	3.3
		90.0	3.8~7.7	3.8~8.7	1.7	2.1	16	18	26	32
20	溴硫磷	1.0	7.4~12	7.5~13	2.3	2.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.0~9.6	6.0~11	1.5	2.2	1.8	2.0	3.1	3.8
		90.0	3.7~7.1	3.7~8.3	1.4	1.8	12	15	27	34
21	甲基异柳 磷	1.0	8.4~10.3	8.8~11	0.7	0.7	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.4~11.2	6.4~13	1.9	2.5	2.3	2.4	2.8	3.2
		90.0	5.1~8.1	4.6~9.3	1.2	1.8	17	18	25	30
22	水胺硫磷	1.0	6.5~9.1	6.1~9.7	0.9	1.2	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	5.9~9.7	5.9~11	1.4	2.2	2.1	2.3	2.6	3.0
		90.0	3.7~6.8	3.7~8.3	1.1	1.8	15	17	23	27
23	稻丰散	1.0	10~14	11~15	1.7	1.4	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	6.8~11	6.8~12	1.4	2.2	2.2	2.5	2.9	3.4
		90.0	4.9~7.7	4.9~9.4	1.1	1.7	17	18	25	30

表 C.1 精密度汇总表（地表水和地下水）

续表

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
24	丙溴磷	1.0	9.9~15	10~16	2.5	2.4	0.4	0.4	0.4	0.4
		10.0	5.4~9.0	5.4~11	1.7	2.3	2.1	2.4	2.7	3.2
		90.0	3.5~6.6	3.5~8.1	1.2	1.8	14	16	22	27
25	苯线磷	1.0	6.9~14	7.1~15	3.3	3.2	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.6~9.1	5.6~11	1.6	2.3	2.0	2.2	2.9	3.5
		90.0	3.7~6.5	3.7~8.0	1.2	1.8	14	16	26	32
26	三唑磷	1.0	11~12	10~13	0.6	0.8	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	9.3~13	9.3~14	1.3	2.0	2.5	2.7	2.8	3.2
		90.0	7.1~10	7.1~11	1.2	1.8	21	23	27	32
27	蝇毒磷	1.0	11~15	11~15	1.8	1.4	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.8~11	5.8~12	2.1	2.7	2.4	2.5	2.9	3.2
		90.0	3.7~8.2	3.7~9.4	2.0	2.3	19	19	26	29
28	敌百虫	1.0	7.6~18	9.0~19	4.2	3.8	0.1	0.1	0.2	0.2
		10.0	7.3~17	7.4~17	3.5	3.4	1.6	1.6	1.8	1.8
		90.0	4.6~14	4.6~14	3.3	3.3	11	11	14	15

表 C.2 精密度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			生活污水	工业废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水
1	敌敌畏	10	11~14	10~14	1.0	1.3	2	2	2	2
		100	6.2~8.7	6.4~9.1	0.8	0.9	12	13	19	20
		900	1.6~4.6	2.5~5.5	1.4	1.4	45	61	218	225
2	速灭磷	10	9.7~14	9.2~14	1.7	1.8	2	2	2	2
		100	5.8~9.8	5.7~10	1.4	1.6	12	12	16	16
		900	1.6~8.6	2.5~9.0	2.6	2.5	101	115	172	181
3	内吸磷	10	9.8~14	9.6~14	2.1	2.2	2	2	2	2
		100	5.5~7.4	4.8~7.8	0.7	1.3	10	10	16	17
		900	1.9~6.4	2.5~5.2	1.7	1.1	68	65	176	175
4	灭线磷	10	9.0~11	9.0~11	0.8	0.8	2	2	3	3
		100	5.9~7.3	5.9~7.3	0.5	0.6	17	18	23	25
		900	0.7~2.8	0.7~3.3	0.7	0.9	45	59	158	172
5	治螟磷	10	8.5~12	10~14	1.4	1.5	3	3	3	3
		100	6.3~8.5	6.4~9.1	0.9	1.0	20	22	26	29
		900	1.5~4.9	2.5~5.5	1.2	1.3	70	100	176	199
6	甲拌磷	10	9.4~12	9.2~14	1.1	1.1	3	3	3	3
		100	6.3~8.4	5.7~10	0.8	0.7	19	21	24	27
		900	1.1~3.9	2.5~9.0	1.0	1.2	55	79	159	179

表 C.2 精密度汇总表（生活污水和工业废水）

续表

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			生活污水	工业废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水
7	特丁硫磷	10	10~13	8.4~12	1.5	1.2	3	3	3	3
		100	6.5~8.6	6.3~8.5	0.8	0.4	19	22	24	27
		900	2.3~3.9	2.0~4.9	0.6	0.6	65	78	160	176
8	二嗪磷	10	11~13	9.4~12	1.1	1.0	3	3	3	3
		100	6.5~10	6.7~8.4	1.5	0.8	24	28	28	33
		900	1.8~6.0	1.1~4.3	1.7	1.2	100	141	186	218
9	地虫硫磷	10	9.3~12	11~13	1.1	1.0	3	2	3	3
		100	6.2~7.7	7.5~8.6	0.5	0.6	18	18	31	24
		900	0.5~3.2	2.4~3.9	0.9	1.2	46	56	242	162
10	异稻瘟净	10	9.0~12	11~13	1.4	1.3	3	3	3	3
		100	6.2~8.0	8.5~10	0.7	0.8	19	20	25	27
		900	1.3~3.9	3.5~6.6	0.9	1.2	57	75	166	184
11	乐果	10	9.3~12	9.3~12	1.2	1.0	3	3	3	3
		100	5.4~8.0	6.2~7.7	1.0	0.7	17	20	26	26
		900	0.5~3.3	0.5~3.4	0.9	1.1	46	63	186	174
12	氯唑磷	10	9.0~12	9.0~12	1.2	1.1	2	3	3	3
		100	4.6~7.5	6.2~8.0	1.1	0.7	15	19	22	25
		900	0.5~3.2	1.3~3.9	1.0	1.2	40	58	161	171
13	甲基毒死 蜱	10	7.7~11	9.6~12	1.5	1.0	2	2	3	3
		100	5.7~7.2	6.4~8.0	0.5	0.6	17	17	38	23
		900	0.6~4.9	0.5~3.4	1.8	1.1	77	51	256	158
14	磷胺	10	11~12	9.1~12	0.5	0.5	3	3	3	3
		100	7.5~8.1	5.9~7.5	0.2	0.2	20	20	24	25
		900	3.5~4.5	0.5~3.3	0.4	0.4	87	91	167	173
15	甲基对硫 磷	10	8.9~12	8.8~11	1.3	1.3	2	2	3	3
		100	6.5~8.3	5.7~7.2	0.8	0.8	18	19	24	24
		900	1.2~4.1	0.6~3.2	1.3	1.3	65	68	159	165
16	毒死蜱	10	8.5~12	11~12	1.4	1.3	3	3	3	3
		100	5.8~7.8	7.5~8.1	0.9	0.9	18	19	24	25
		900	1.4~4.1	3.5~4.5	1.2	1.2	70	73	170	177
17	杀螟硫磷	10	8.9~12	8.9~12	1.2	1.2	2	2	3	3
		100	6.1~7.8	6.5~8.3	0.7	0.7	18	18	23	24
		900	0.9~3.7	1.2~4.1	1.2	1.2	59	61	159	165
18	马拉硫磷	10	9.2~12	8.5~12	1.1	1.1	3	3	3	3
		100	5.9~7.6	5.8~7.8	0.7	0.7	18	19	25	26
		900	0.6~3.4	1.4~4.1	1.2	1.2	59	61	170	177

表 C.2 精密度汇总表 (生活污水和工业废水)

续表

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			生活污水	工业废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水
19	对硫磷	10	9.0~12	8.9~12	1.1	1.1	2	2	3	3
		100	5.9~7.7	6.1~7.8	0.8	0.8	17	18	23	24
		900	0.7~3.6	0.9~3.7	1.2	1.2	57	59	157	163
20	溴硫磷	10	9.0~11	9.2~12	0.9	1.0	2	2	2	3
		100	5.9~7.6	5.9~7.6	0.7	0.7	16	17	22	23
		900	0.8~3.5	0.6~3.4	1.1	1.1	56	58	151	157
21	甲基异柳 磷	10	9.3~13	8.9~12	1.4	1.4	3	3	3	3
		100	6.0~8.3	5.9~7.7	0.9	0.9	19	20	25	26
		900	0.9~4.3	0.7~3.6	1.2	1.2	73	76	170	177
22	水胺硫磷	10	9.6~12	9.0~11	1.1	1.0	3	3	3	3
		100	6.4~7.9	5.9~7.6	0.6	0.6	19	20	25	26
		900	0.7~3.4	0.8~3.5	1.1	1.1	61	63	170	177
23	稻丰散	10	10~13	9.3~13	1.3	1.3	3	3	3	3
		100	6.9~8.7	6.0~8.3	0.7	0.7	20	21	25	26
		900	1.6~4.2	0.9~4.3	1.1	1.1	73	76	169	175
24	丙溴磷	10	8.1~11	9.6~12	1.1	1.1	2	2	3	3
		100	5.0~6.7	6.4~7.9	0.7	0.7	16	17	23	24
		900	0.7~3.6	0.7~3.4	1.1	1.1	62	64	169	176
25	苯线磷	10	7.9~10	10~13	1.0	1.1	2	2	2	2
		100	4.4~6.1	6.9~8.7	0.7	0.7	13	13	20	20
		900	1.2~3.3	1.6~4.2	0.7	0.7	55	57	149	155
26	三唑磷	10	5.2~11	4.3~5.7	2.2	0.5	2	2	2	3
		100	5.4~7.9	4.0~5.9	1.1	0.8	19	20	26	27
		900	3.3~6.0	3.2~5.8	1.1	1.1	120	124	193	201
27	蝇毒磷	10	9.8~12	7.9~11	1.0	1.0	3	3	3	3
		100	6.0~7.4	4.4~6.1	0.6	0.6	18	19	24	25
		900	0.9~2.9	1.2~3.3	0.8	0.8	51	53	164	171
28	敌百虫	10	12~14	5.2~11	0.6	0.7	2	2	2	2
		100	6.8~8.3	5.4~7.9	0.6	0.6	10	11	14	14
		900	1.6~4.8	3.3~6.0	1.4	1.1	48	55	140	146

表 C.3 精密度汇总表 (工业废水实际样品)

序号	化合物名称	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	三唑磷	4.5~7.5	1.1	6	9

表 C.4 精密度汇总表 (海水)

序号	化合物名称	浓度 (μg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)	序号	化合物名称	浓度 (μg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)	序号	化合物名称	浓度 (μg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)
1	敌敌畏	1.0	7.8	11	乐果	1.0	12	21	甲基异柳磷	1.0	9.7
		10.0	9.1			10.0	8.4			10.0	9.5
		90.0	5.9			90.0	6.5			90.0	7.3
2	速灭磷	1.0	11	12	氯唑磷	1.0	11	22	水胺硫磷	1.0	6.8
		10.0	8.0			10.0	8.2			10.0	8.3
		90.0	6.1			90.0	6.0			90.0	6.3
3	内吸磷	1.0	11	13	甲基毒死蜱	1.0	9.0	23	稻丰散	1.0	9.6
		10.0	9.7			10.0	7.8			10.0	9.0
		90.0	6.4			90.0	5.8			90.0	7.1
4	灭线磷	1.0	10	14	磷胺	1.0	11	24	丙溴磷	1.0	9.4
		10.0	7.7			10.0	8.1			10.0	7.3
		90.0	6.0			90.0	7.0			90.0	5.5
5	治螟磷	1.0	7.2	15	甲基对硫磷	1.0	7.8	25	苯线磷	1.0	5.0
		10.0	9.2			10.0	8.8			10.0	7.2
		90.0	7.1			90.0	6.6			90.0	5.2
6	甲拌磷	1.0	10	16	毒死蜱	1.0	9.1	26	三唑磷	1.0	10
		10.0	8.6			10.0	8.5			10.0	12
		90.0	6.6			90.0	6.3			90.0	10
7	特丁硫磷	1.0	11	17	杀螟硫磷	1.0	11	27	蝇毒磷	1.0	10
		10.0	9.1			10.0	8.4			10.0	8.1
		90.0	6.9			90.0	6.3			90.0	6.1
8	二嗪磷	1.0	11	18	马拉硫磷	1.0	8.9	28	敌百虫	1.0	7.9
		10.0	9.8			10.0	8.4			10.0	9.7
		90.0	8.0			90.0	6.2			90.0	5.9
9	地虫硫磷	1.0	8.2	19	对硫磷	1.0	10				
		10.0	8.2			10.0	8.1				
		90.0	6.2			90.0	6.2				
10	异稻瘟净	1.0	10	20	溴硫磷	1.0	7.3				
		10.0	8.7			10.0	8.3				
		90.0	6.2			90.0	6.4				

表 C.5 准确度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范 围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	敌敌畏	1.0	41.7~44.5	1.1	43.0 \pm 2.2	40.7~43.5	1.1	42.1 \pm 2.2
		10.0	60.1~64.6	1.7	62.2 \pm 3.4	59.0~63.3	1.6	61.0 \pm 3.2
		90.0	65.5~70.3	1.8	67.8 \pm 3.6	64.2~68.9	1.8	66.4 \pm 3.5
2	速灭磷	1.0	51.1~60.8	4.0	56.7 \pm 8.0	49.8~59.8	4.1	55.7 \pm 8.3
		10.0	62.6~67.2	1.7	64.7 \pm 3.5	61.3~65.8	1.7	63.4 \pm 3.4
		90.0	68.1~73.1	1.9	70.5 \pm 3.7	66.8~71.7	1.8	69.1 \pm 3.7
3	内吸磷	1.0	40.5~43.3	1.0	41.8 \pm 2.1	39.5~42.3	1.1	40.9 \pm 2.2
		10.0	66.0~70.9	1.8	68.3 \pm 3.7	64.7~69.5	1.8	66.9 \pm 3.6
		90.0	71.8~77.1	2.0	74.3 \pm 4.0	70.4~75.6	2.0	72.8 \pm 3.9
4	灭线磷	1.0	73.7~79.0	2.0	76.2 \pm 4.0	72.2~77.5	2.0	74.7 \pm 4.0
		10.0	85.9~92.1	2.3	88.8 \pm 4.7	84.2~90.3	2.3	87.0 \pm 4.6
		90.0	93.5~100	2.6	96.7 \pm 5.1	91.7~98.4	2.5	94.8 \pm 5.0
5	治螟磷	1.0	69.9~75.2	2.0	72.3 \pm 4.0	68.8~73.8	1.9	71.1 \pm 3.8
		10.0	93.5~100	2.6	96.7 \pm 5.2	91.6~98.3	2.5	94.7 \pm 5.1
		90.0	102~110	2.8	106 \pm 5.6	99.9~107	2.8	103 \pm 5.6
6	甲拌磷	1.0	61.9~66.6	1.7	64.0 \pm 3.5	61.1~65.5	1.6	63.1 \pm 3.2
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5 \pm 4.8	84.8~91.0	2.3	87.7 \pm 4.7
		90.0	94.2~101	2.6	97.4 \pm 5.1	92.3~99.0	2.5	95.4 \pm 5.0
7	特丁硫磷	1.0	69.6~74.5	1.8	71.9 \pm 3.7	68.3~73.2	1.8	70.6 \pm 3.6
		10.0	84.6~90.8	2.3	87.5 \pm 4.7	82.9~89.0	2.3	85.7 \pm 4.6
		90.0	92.0~98.8	2.5	95.2 \pm 5.1	90.2~96.8	2.5	93.3 \pm 5.0
8	二嗪磷	1.0	85.8~92.3	2.3	88.8 \pm 4.7	83.8~90.3	2.4	86.9 \pm 4.8
		10.0	92.9~99.6	2.5	96.0 \pm 5.1	91.0~97.6	2.5	94.1 \pm 5.0
		90.0	101~109	2.7	105 \pm 5.5	99.2~106	2.7	102 \pm 5.4
9	地虫硫磷	1.0	68.7~73.7	1.9	71.1 \pm 3.7	67.5~72.5	1.8	69.9 \pm 3.7
		10.0	80.8~86.7	2.2	83.6 \pm 4.4	79.2~85.0	2.2	81.9 \pm 4.4
		90.0	88.0~94.5	2.4	91.0 \pm 4.9	86.3~92.6	2.4	89.2 \pm 4.7
10	异稻瘟净	1.0	78.7~84.5	2.1	81.4 \pm 4.3	76.9~82.7	2.2	79.6 \pm 4.3
		10.0	90.2~96.9	2.5	93.3 \pm 5.0	88.4~95.0	2.5	91.5 \pm 4.9
		90.0	98.2~105	2.7	102 \pm 5.4	96.3~103	2.6	99.5 \pm 5.3
11	乐果	1.0	79.1~84.7	2.1	81.7 \pm 4.2	77.3~82.9	2.1	79.9 \pm 4.2
		10.0	86.4~92.7	2.4	89.3 \pm 4.8	84.6~90.8	2.3	87.5 \pm 4.6
		90.0	94.0~101	2.6	97.2 \pm 5.1	92.1~98.9	2.5	95.3 \pm 5.1
12	氯唑磷	1.0	80.0~85.6	2.1	82.6 \pm 4.2	78.2~83.7	2.1	80.8 \pm 4.2
		10.0	86.0~92.3	2.4	88.9 \pm 4.7	84.3~90.5	2.3	87.2 \pm 4.7
		90.0	93.7~100	2.6	96.9 \pm 5.1	91.8~98.5	2.5	94.9 \pm 5.0

表 C.5 准确度汇总表（地表水和地下水）

续表

序号	化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范 围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
13	甲基毒死蜱	1.0	86.7~93.2	2.4	89.7 \pm 4.8	85.0~91.2	2.3	87.9 \pm 4.6
		10.0	79.3~85.1	2.2	82.0 \pm 4.4	77.7~83.4	2.1	80.3 \pm 4.3
		90.0	86.3~92.6	2.4	89.3 \pm 4.7	84.6~90.8	2.3	87.5 \pm 4.7
14	磷胺	1.0	88.5~94.9	2.4	91.5 \pm 4.7	86.6~92.9	2.3	89.5 \pm 4.7
		10.0	80.2~86.1	2.2	83.0 \pm 4.4	78.7~84.3	2.1	81.3 \pm 4.2
		90.0	87.5~93.8	2.3	90.4 \pm 4.7	85.7~91.9	2.3	88.6 \pm 4.6
15	甲基对硫磷	1.0	71.8~77.1	2.0	74.3 \pm 3.9	70.4~75.6	1.9	72.8 \pm 3.9
		10.0	80.6~86.5	2.2	83.3 \pm 4.5	79.0~84.8	2.2	81.7 \pm 4.4
		90.0	87.7~94.1	2.4	90.7 \pm 4.8	85.9~92.2	2.4	88.9 \pm 4.7
16	毒死蜱	1.0	89.0~95.6	2.5	92.0 \pm 4.9	87.2~93.5	2.4	90.1 \pm 4.8
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5 \pm 4.8	84.8~91.0	2.3	87.7 \pm 4.7
		90.0	94.1~101	2.6	97.3 \pm 5.2	92.2~99.0	2.5	95.4 \pm 5.1
17	杀螟硫磷	1.0	87.6~94.2	2.5	90.6 \pm 5.0	85.6~92.1	2.4	88.7 \pm 4.9
		10.0	81.9~87.9	2.3	84.7 \pm 4.5	80.2~86.1	2.2	82.9 \pm 4.4
		90.0	89.2~95.7	2.4	92.2 \pm 4.9	87.4~93.8	2.4	90.4 \pm 4.8
18	马拉硫磷	1.0	85.0~91.2	2.3	87.8 \pm 4.6	83.4~89.3	2.2	86.1 \pm 4.4
		10.0	88.3~94.8	2.4	91.3 \pm 4.9	86.5~92.9	2.4	89.5 \pm 4.8
		90.0	96.3~103	2.6	99.6 \pm 5.2	94.4~101	2.6	97.6 \pm 5.2
19	对硫磷	1.0	85.3~91.8	2.5	88.2 \pm 4.9	83.6~89.7	2.3	86.4 \pm 4.6
		10.0	81.4~87.3	2.2	84.1 \pm 4.5	79.8~85.6	2.2	82.5 \pm 4.4
		90.0	88.5~95.0	2.4	91.6 \pm 4.9	86.8~93.1	2.4	89.7 \pm 4.8
20	溴硫磷	1.0	85.6~91.9	2.3	88.5 \pm 4.7	83.7~89.8	2.3	86.5 \pm 4.6
		10.0	77.9~83.6	2.2	80.6 \pm 4.3	76.4~82.0	2.1	79.0 \pm 4.2
		90.0	84.9~91.1	2.3	87.8 \pm 4.6	83.2~89.2	2.2	86.0 \pm 4.5
21	甲基异柳磷	1.0	85.8~91.9	2.3	88.6 \pm 4.6	83.8~89.9	2.3	86.6 \pm 4.6
		10.0	85.9~92.2	2.4	88.9 \pm 4.8	84.2~90.4	2.3	87.1 \pm 4.7
		90.0	93.4~100	2.6	96.6 \pm 5.2	91.5~98.3	2.6	94.7 \pm 5.1
22	水胺硫磷	1.0	84.3~90.5	2.3	87.1 \pm 4.6	82.4~88.4	2.2	85.3 \pm 4.5
		10.0	88.1~94.6	2.4	91.1 \pm 4.9	86.4~92.7	2.4	89.3 \pm 4.7
		90.0	95.8~103	2.6	99.1 \pm 5.2	93.9~101	2.6	97.1 \pm 5.1
23	稻丰散	1.0	79.7~85.6	2.2	82.3 \pm 4.4	77.9~83.7	2.2	80.6 \pm 4.4
		10.0	85.0~91.3	2.4	87.9 \pm 4.7	83.3~89.4	2.3	86.2 \pm 4.6
		90.0	92.6~99.4	2.5	95.8 \pm 5.1	90.8~97.5	2.5	93.9 \pm 5.0
24	丙溴磷	1.0	92.4~99.2	2.5	95.5 \pm 5.0	90.4~97.2	2.5	93.5 \pm 5.1
		10.0	87.1~93.5	2.4	90.1 \pm 4.8	85.4~91.7	2.4	88.3 \pm 4.7
		90.0	95.0~102	2.6	98.2 \pm 5.2	93.1~99.9	2.5	96.3 \pm 5.1

表 C.5 准确度汇总表（地表水和地下水）

续表

序号	化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范 围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
25	苯线磷	1.0	78.4~84.2	2.2	81.1 \pm 4.4	76.6~82.4	2.2	79.4 \pm 4.4
		10.0	77.1~82.8	2.1	79.8 \pm 4.2	75.6~81.2	2.1	78.2 \pm 4.2
		90.0	83.9~90.1	2.3	86.8 \pm 4.7	82.3~88.3	2.3	85.1 \pm 4.5
26	三唑磷	1.0	77.1~83.1	2.2	79.9 \pm 4.5	75.0~80.8	2.1	77.7 \pm 4.3
		10.0	74.4~79.8	2.0	76.9 \pm 4.1	72.2~77.4	2.0	74.6 \pm 3.9
		90.0	81.0~86.8	2.2	83.7 \pm 4.4	78.5~84.2	2.1	81.2 \pm 4.3
27	蝇毒磷	1.0	75.1~80.8	2.1	77.8 \pm 4.3	73.0~78.4	2.0	75.5 \pm 4.0
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5 \pm 4.8	83.9~90.1	2.3	86.8 \pm 4.7
		90.0	94.3~101	2.6	97.5 \pm 5.2	91.4~98.1	2.5	94.6 \pm 5.0
28	敌百虫	1.0	36.1~38.9	1.0	37.4 \pm 2.0	35.1~37.8	1.0	36.4 \pm 2.0
		10.0	52.5~56.3	1.4	54.3 \pm 2.9	50.9~54.6	1.4	52.7 \pm 2.8
		90.0	57.2~61.4	1.6	59.1 \pm 3.2	55.5~59.5	1.5	57.5 \pm 3.0

表 C.6 准确度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范 围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	敌敌畏	10	51.3~62.8	5.4	57.4 \pm 10.8	46.5~58.4	4.6	55.8 \pm 9.2
		100	67.7~69.8	0.8	68.7 \pm 1.6	62.3~64.2	0.7	63.2 \pm 1.4
		900	68.0~70.0	0.7	69.0 \pm 1.5	62.5~64.4	0.7	63.5 \pm 1.4
2	速灭磷	10	55.6~65.4	4.6	61.8 \pm 9.2	50.4~60.2	4.6	56.6 \pm 9.3
		100	70.5~72.6	0.8	71.6 \pm 1.5	64.9~66.8	0.7	65.9 \pm 1.4
		900	70.8~72.9	0.8	71.8 \pm 1.5	65.1~67.1	0.7	66.1 \pm 1.5
3	内吸磷	10	57.3~68.7	5.3	63.4 \pm 10.7	51.9~63.2	5.3	57.9 \pm 10.7
		100	65.2~67.2	0.7	66.2 \pm 1.5	60.0~61.8	0.7	60.9 \pm 1.3
		900	74.6~76.9	0.8	75.7 \pm 1.7	68.7~70.7	0.7	69.7 \pm 1.5
4	灭线磷	10	87.9~90.7	1.0	89.3 \pm 2.1	80.9~83.4	0.9	82.2 \pm 1.8
		100	96.8~99.6	1.0	98.2 \pm 2.1	89.0~91.7	1.0	90.3 \pm 2.0
		900	97.1~100	1.1	98.5 \pm 2.1	89.4~92.0	1.0	90.6 \pm 1.9
5	治螟磷	10	95.5~98.6	1.1	97.0 \pm 2.3	87.8~90.7	1.1	89.3 \pm 2.1
		100	105~108	1.3	107 \pm 2.5	96.7~99.8	1.1	98.2 \pm 2.3
		900	106~109	1.3	107 \pm 2.5	97.0~100	1.1	98.5 \pm 2.3
6	甲拌磷	10	88.4~91.1	1.0	89.7 \pm 2.0	81.3~83.8	0.9	82.5 \pm 1.9
		100	97.5~100	1.1	98.9 \pm 2.1	89.7~92.3	1.0	91.0 \pm 1.9
		900	97.8~101	1.2	99.3 \pm 2.3	90.0~92.6	1.0	91.3 \pm 1.9

表 C.6 准确度汇总表 (生活污水和工业废水)

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
7	特丁硫磷	10	86.3~89.1	1.0	87.7±2.0	79.2~81.9	1.0	80.6±2.0
		100	95.1~98.2	1.1	96.6±2.3	87.5~90.3	1.0	88.9±2.1
		900	95.5~98.4	1.1	97.0±2.2	87.8~90.6	1.0	89.2±2.1
8	二嗪磷	10	94.7~97.6	1.1	96.1±2.2	87.2~89.8	1.0	88.5±1.9
		100	105~108	1.1	106±2.2	96.3~99.1	1.0	97.7±2.1
		900	105~107	0.9	106±1.8	96.5~99.2	1.0	97.9±2.0
9	地虫硫磷	10	82.4~85.2	1.0	83.8±2.1	76.0~78.4	0.9	77.2±1.8
		100	91.0~93.8	1.0	92.4±2.1	83.7~86.3	1.0	85.0±1.9
		900	91.3~94.1	1.0	92.7±2.1	84.0~86.5	0.9	85.3±1.8
10	异稻瘟净	10	92.1~95.2	1.1	93.6±2.3	84.8~87.6	1.0	86.2±2.1
		100	102~105	1.2	103±2.4	93.4~96.3	1.1	94.8±2.2
		900	102~105	1.2	104±2.3	93.8~96.7	1.1	95.2±2.1
11	乐果	10	88.4~91.1	1.0	89.7±2.0	81.3~83.8	0.9	82.5±1.9
		100	97.2~100	1.1	98.7±2.2	89.5~92.2	1.0	90.8±2.0
		900	98.4~101	1.2	99.1±2.4	89.8~92.5	1.0	91.1±2.0
12	氯唑磷	10	88.0~90.8	1.0	89.4±2.1	81.0~83.6	0.9	82.3±1.9
		100	96.8~99.8	1.1	98.3±2.2	89.1~91.8	1.0	90.4±2.0
		900	97.2~100	1.0	98.6±2.1	89.4~92.1	1.0	90.7±2.0
13	甲基毒死蜱	10	80.8~83.5	1.0	82.2±2.0	74.4~76.9	0.9	75.6±1.8
		100	89.2~92.0	1.0	90.6±2.1	82.1~84.6	0.9	83.3±1.8
		900	89.6~92.3	1.0	90.9±2.0	82.5~84.9	0.9	83.7±1.8
14	磷胺	10	82.1~84.4	0.8	83.2±1.7	75.4~77.6	0.8	76.5±1.6
		100	90.7~93.2	0.9	91.9±1.8	83.4~85.7	0.9	84.5±1.7
		900	90.9~93.4	0.9	92.1±1.8	83.6~85.9	0.8	84.8±1.7
15	甲基对硫磷	10	82.3~84.9	1.0	83.6±1.9	75.6~78.1	0.9	76.9±1.8
		100	90.6~93.4	1.0	92.0±2.1	83.4~86.0	1.0	84.7±1.9
		900	91.0~93.8	1.0	92.4±2.1	83.7~86.3	1.0	85.0±1.9
16	毒死蜱	10	88.6~91.3	1.0	89.9±2.0	81.3~84.0	1.0	82.7±2.0
		100	97.4~100	1.1	98.9±2.2	89.6~92.4	1.0	91.0±2.1
		900	97.8~101	1.1	99.2±2.2	89.9~92.7	1.0	91.3±2.1
17	杀螟硫磷	10	83.6~86.2	1.0	84.9±1.9	76.9~79.4	0.9	78.1±1.8
		100	92.1~95.0	1.1	93.6±2.1	84.8~87.4	1.0	86.1±1.9
		900	92.5~95.8	1.2	94.0±2.4	85.1~87.7	1.0	86.4±1.9
18	马拉硫磷	10	90.2~93.1	1.1	91.6±2.1	82.9~85.6	1.0	84.2±2.0
		100	99.4~103	1.2	101±2.3	91.5~94.3	1.0	92.9±2.1
		900	99.8~103	1.0	101±2.1	91.8~94.6	1.0	93.2±2.1

表 C.6 准确度汇总表 (生活污水和工业废水)

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
19	对硫磷	10	82.9~85.6	1.0	84.3±2.0	76.3~78.8	0.9	77.6±1.8
		100	91.6~94.4	1.0	93.0±2.1	84.3~86.8	0.9	85.5±1.9
		900	92.0~95.2	1.1	93.4±2.3	84.6~87.1	0.9	85.9±1.8
20	溴硫磷	10	79.7~82.2	0.9	80.9±1.9	73.3~75.6	0.8	74.5±1.7
		100	87.8~90.4	1.0	89.1±1.9	80.8~83.2	0.9	82.0±1.8
		900	88.1~90.7	1.0	89.4±1.9	81.1~83.4	0.8	82.2±1.7
21	甲基异柳磷	10	88.0~90.6	0.9	89.2±1.9	80.7~83.4	1.0	82.0±2.0
		100	96.6~99.6	1.1	98.1±2.2	88.8~91.6	1.0	90.2±2.1
		900	97.0~99.9	1.1	98.4±2.2	89.2~92.0	1.0	90.6±2.1
22	水胺硫磷	10	89.8~92.6	1.0	91.2±2.1	82.6~85.2	1.0	83.9±1.9
		100	99.2~102	1.1	101±2.3	91.3~94.1	1.0	92.7±2.1
		900	99.6~103	1.1	101±2.2	91.6~94.4	1.0	93.0±2.1
23	稻丰散	10	86.5~89.5	1.1	88.0±2.2	79.6~82.3	1.0	80.9±2.0
		100	95.5~98.6	1.2	97.1±2.3	87.9~90.7	1.0	89.3±2.1
		900	95.9~98.9	1.1	97.4±2.2	88.2~91.0	1.0	89.6±2.0
24	丙溴磷	10	89.1~91.9	1.0	90.5±2.1	81.9~84.6	1.0	83.2±2.0
		100	98.1~101	1.1	99.6±2.3	90.3~93.1	1.0	91.7±2.1
		900	98.6~102	1.1	100±2.2	90.7~93.4	1.0	92.0±2.0
25	苯线磷	10	78.8~81.2	0.9	80.0±1.8	72.3~74.7	0.9	73.5±1.7
		100	86.8~89.5	1.0	88.1±2.0	79.8~82.3	0.9	81.1±1.8
		900	87.2~89.9	1.0	88.5±2.0	80.2~82.7	0.9	81.4±1.9
26	三唑磷	10	89.5~92.3	1.0	90.9±2.1	67.1~92.3	8.3	81.0±16.6
		100	104~107	1.1	106±2.2	98.8~107	3.2	104±6.5
		900	99.1~102	1.0	100±2.1	100~103	1.0	101±2.0
27	蝇毒磷	10	88.3~91.2	1.0	89.7±2.1	90.9~93.9	1.1	92.4±2.2
		100	95.4~98.0	1.0	96.7±1.9	98.3~101	1.0	99.6±2.0
		900	97.8~101	1.1	99.2±2.2	101~104	1.1	102±2.3
28	敌百虫	10	43.6~54.8	5.4	49.5±10.7	45.3~56.5	5.4	51.2±10.7
		100	59.1~60.9	0.7	60.0±1.3	60.9~62.8	0.7	61.8±1.4
		900	59.3~61.1	0.7	60.2±1.3	61.1~63.0	0.7	62.0±1.4

表 C.7 准确度汇总表 (海水)

序号	化合物名称	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)	序号	化合物名称	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)	序号	化合物名称	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
1	敌敌畏	1.0	43.0	11	乐果	1.0	87.0	21	甲基异柳磷	1.0	94.4
		10.0	53.3			10.0	94.9			10.0	94.6
		90.0	68.6			90.0	103			90.0	103
2	速灭磷	1.0	60.8	12	氯唑磷	1.0	87.9	22	水胺硫磷	1.0	89.5
		10.0	65.5			10.0	94.6			10.0	93.6
		90.0	71.2			90.0	103			90.0	102
3	内吸磷	1.0	41.9	13	甲基毒死蜱	1.0	95.7	23	稻丰散	1.0	84.7
		10.0	59.4			10.0	87.2			10.0	90.3
		90.0	75.1			90.0	94.9			90.0	98.4
4	灭线磷	1.0	77.0	14	磷胺	1.0	97.4	24	丙溴磷	1.0	98.0
		10.0	89.8			10.0	88.2			10.0	92.6
		90.0	97.8			90.0	96.1			90.0	101
5	治螟磷	1.0	73.2	15	甲基对硫磷	1.0	78.7	25	苯线磷	1.0	83.4
		10.0	97.8			10.0	88.6			10.0	81.9
		90.0	107			90.0	96.4			90.0	89.2
6	甲拌磷	1.0	64.8	16	毒死蜱	1.0	98.1	26	三唑磷	1.0	82.4
		10.0	90.5			10.0	95.2			10.0	79.0
		90.0	98.4			90.0	104			90.0	85.9
7	特丁硫磷	1.0	72.6	17	杀螟硫磷	1.0	96.4	27	蝇毒磷	1.0	79.9
		10.0	88.5			10.0	90.0			10.0	91.9
		90.0	96.2			90.0	98.0			90.0	100
8	二嗪磷	1.0	89.7	18	马拉硫磷	1.0	94.2	28	敌百虫	1.0	37.5
		10.0	97.0			10.0	89.5			10.0	43.1
		90.0	106			90.0	97.3			90.0	59.4
9	地虫硫磷	1.0	75.3	19	对硫磷	1.0	93.7				
		10.0	88.9			10.0	97.1				
		90.0	96.8			90.0	106				
10	异稻瘟净	1.0	86.5	20	溴硫磷	1.0	94.4				
		10.0	99.3			10.0	85.7				
		90.0	108			90.0	93.3				