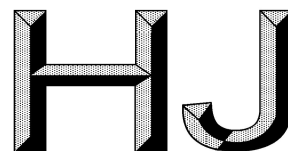


附件 8



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

Soil and sediment—Determination of 8 acetanilide 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.....	3
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	5
8 结果计算与表示.....	6
9 精密度和准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处理.....	9
12 注意事项.....	9
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限.....	10
附录 B（资料性附录）质谱参考条件.....	11
附录 C（资料性附录）方法的精密度和准确度.....	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中酰胺类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中8种酰胺类农药的气相色谱-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。

本标准由环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：湖北省环境监测中心站。

本标准验证单位：武汉市环境监测中心、黄石环境监测站、泰安市环境保护监测站、海南省环境监测中心站、重庆市生态环境监测中心和浙江省环境监测中心。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

警告：实验中所使用的有机溶剂及标准物质均为有毒有害物质，实验操作应在通风橱中进行，并按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中酰胺类农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺 8 种酰胺类农药的测定。其他酰胺类农药若通过验证也可用本方法测定。

当取样量为 10 g，浓缩后定容体积为 1.0 ml 时，采用选择离子扫描方式定量，方法检出限为 0.01 ~ 0.02 mg/kg，测定下限为 0.04 ~ 0.08 mg/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。凡是不注日期的引用文件，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

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 495 水质 采样方案设计技术规定

HJ 613 土壤 干物质和水分测定 重量法

HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

土壤和沉积物中酰胺类农药采用合适的萃取方法（加压流体萃取法、索氏提取法等），用丙酮-正己烷（1+1）混合溶剂提取，根据样品基体干扰情况选择合适的固相萃取小柱净化，浓缩定容后经气相色谱分离、质谱检测。通过与标准物质质谱图、保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性，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分析纯试剂。实验用水为新制备的超纯水或蒸馏水。

4.1 浓硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ 。

4.2 稀硝酸：1+9。

量取 5ml 浓硝酸（4.7），缓慢加入到 45 ml 水中，混匀。

4.3 铜粉（Cu）：纯度 99.5%。

使用前用稀硝酸（4.2）活化，去除表面的氧化物。用蒸馏水洗去残留的酸，再用丙酮清洗，并在氮气流下干燥，使铜粉具光亮的表面。每次临用前处理。

4.4 丙酮（C₃H₆O）：农残级。

4.5 正己烷（C₆H₁₄）：农残级。

4.6 二氯甲烷（CH₂Cl₂）：农残级。

4.7 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

4.8 丙酮-正己烷混合溶剂：1+1。

丙酮（4.4）和正己烷（4.5）按 1:1 体积比混合。

4.9 丙酮-正己烷混合溶剂：5+95。

丙酮（4.4）和正己烷（4.5）按 5:95 体积比混合。

4.10 酰胺类农药标准贮备液： $\rho = 500 \text{ mg/L}$ 。包括甲草胺、乙草胺、丁草胺、异丙甲草胺、丙草胺、异丙草胺、敌稗和杀草丹。保存时间参见标准溶液证书的相关说明。

4.11 酰胺类标准物质使用液 I： $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。

用甲醇（4.7）稀释酰胺类农药标准贮备液（4.10）。4℃以下密封避光冷藏，可保存 1 个月。

4.12 酰胺类标准物质使用液 II： $\rho = 10 \text{ mg/L}$ 。

用甲醇（4.7）稀释酰胺类农药标准使用液 I（4.11）。临用现配。

4.13 替代物标准溶液： $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。

替代物选用乙草胺-d₁₁，市售有证标准溶液。

4.14 内标贮备液： $\rho = 2000 \text{ mg/L}$ 。

内标物选用菲-d₁₀，市售有证标准溶液。也可选用异丙甲草胺-d₆或其他性质相近的半挥发性有机物做内标。

4.15 内标使用液： $\rho = 50 \text{ mg/L}$ 。

用甲醇（4.7）稀释内标贮备液（4.14）。4℃以下密封避光冷藏。

4.16 十氟三苯基膦（DFTPP）： $\rho = 50 \text{ mg/L}$ 。

购买市售有证标准溶液。或使用较高浓度十氟三苯基膦（DFTPP）标准溶液，以二氯甲烷（4.6）为溶剂稀释至 50 mg/L。

4.17 无水硫酸钠（Na₂SO₄）：分析纯。

使用前置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于洁净干燥器中备用。

4.18 粒状硅藻土：40 μm ~ 150 μm（400 目 ~ 100 目）。

使用前置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶，置于洁净干燥器中备用。

4.19 石英砂：150 μm ~ 830 μm（100 目 ~ 20 目）。

使用前置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于洁净干燥器中备用。

4.20 固相萃取小柱：1000 mg/6 ml，市售弗罗里硅土小柱、硅胶小柱、氨基小柱或其他等

效固相萃取小柱。

4.21 玻璃棉或玻璃纤维滤膜。

使用前用二氯甲烷（4.6）浸洗，待其挥发完全后，贮存于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.22 索氏提取套筒：玻璃纤维或天然纤维材质套筒。

玻璃纤维套筒使用前置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h，天然纤维材质套筒使用前应用和样品提取相同的溶剂清洗。

4.23 氮气：纯度≥99.99%

4.24 氦气：纯度≥99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：具有毛细管柱和分流/不分流进样口，可程序升温，质谱带电子轰击电离（EI）源。

5.2 色谱柱：固定相为 35%苯基-甲基聚硅氧烷，柱长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm 的熔融石英毛细管柱，或选用其他同等效果的色谱柱。

5.3 提取装置：索氏提取装置、加压流体萃取仪或其他同等性能的设备。

5.4 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪或其他同等性能的设备。

5.5 固相萃取装置：固相萃取仪，可通过真空泵调节流速。

5.6 真空冷冻干燥仪：空载真空度达 13 Pa 以下。

5.7 采样瓶：250 ml 具磨口塞广口棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口玻璃瓶。

5.8 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关规定采集土壤样品，按照 GB 17378.3、GB 17378.5、HJ 494、HJ 495 和 HJ/T 91 的相关规定采集沉积物或底质样品。

样品采集后，应于洁净的棕色磨口玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口棕色玻璃瓶中保存，运输过程中应避光、密封、4℃以下冷藏，尽快运回实验室分析。若不能及时分析，应于 4℃以下密封避光冷藏保存。若不分析敌稗，则在 10 d 内完成萃取，30 d 内完成萃取液的分析；若需分析敌稗，则在 2 d 内完成萃取，20 d 内完成萃取液的分析。

6.2 样品的制备

将样品置于聚四氟乙烯盘或不锈钢盘中，除去枝棒、叶片、石子等异物，混匀样品。如果土壤或沉积物样品中水分含量较高（大于 30%）或存在明显水相，应先进行离心分离水相，再进行冷冻干燥或干燥剂脱水。

6.2.1 冷冻干燥法：取适量混匀后样品，放入真空冷冻干燥仪（5.6）中干燥脱水。干燥后的样品需研磨、混匀。称取 10 g（精确到 0.01 g）样品进行提取，也可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量。

6.2.2 干燥剂法：称取 10 g（精确到 0.01 g）的新鲜样品，加入一定量的无水硫酸钠（4.12），混匀、脱水并研磨成细小颗粒，充分拌匀直到散粒状，全部转移至提取容器中待用。如果使用加压流体萃取，则用粒状硅藻土（4.14）代替无水硫酸钠（4.12）脱水研磨。

6.3 水分的测定

在提取样品的同时，另取一份样品进行水分含量的测定。按照 HJ 613 的相关规定测定土壤样品干物质含量，按照 GB 17378.5 的相关规定测定沉积物样品含水率。

6.4 试样的制备

6.4.1 提取

提取方法可以选择加压流体萃取法、索氏提取法或其他等效提取方法。

加压流体萃取法：将制备好的土壤或沉积物样品（6.2）装入加压流体萃取仪的萃取池中，加入 10.0 μ l 替代物标准溶液（4.13）后上机萃取，收集萃取液。按以下参考条件进行萃取：萃取溶剂为丙酮-正己烷混合溶剂（4.8）；萃取温度为 80℃；加热时间为 5 min；静态萃取时间为 5 min；萃取压力为 1500 psi；萃取循环次数为 3 次；萃取后氮气吹扫 60 s。或按照 HJ 783 进行萃取条件的设置和优化。

索氏提取法：将制备好的土壤或沉积物样品（6.2）全部转入索氏提取套筒（4.22）中，加入 10.0 μ l 替代物标准溶液（4.13），小心置于索氏提取器回流管中，在底瓶中加入 200 ml 丙酮-正己烷混合溶剂（4.8），提取 15 ~ 18 h，回流速度控制在每小时 4~6 次，收集提取液。

注：如果上述提取液存在明显水分，需要进一步脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜（4.21），加入约 5 g 无水硫酸钠（4.17），将提取液过滤至浓缩器皿中。再用 2~3 ml 丙酮-正己烷混合溶剂（4.9）冲洗漏斗，收集提取液。

6.4.2 净化

6.4.2.1 脱硫

在提取液（6.4.1）中加入 1~2 g 铜粉（4.3）轻轻震摇后静置，使用滴管吸取萃取液并转移至刻度试管。使用 1~2 ml 丙酮-正己烷混合溶剂（4.8）清洗提取液接收瓶 2 次，清洗液转移合并至刻度试管。使用浓缩装置（5.4）浓缩至约 2 ml。

6.4.2.2 固相萃取小柱净化

将固相萃取小柱（4.20）固定在固相萃取装置（5.5）上，用 5 ml 丙酮（4.4）淋洗固相萃取小柱，再用 10 ml 正己烷（4.5）平衡固相萃取小柱，待柱充满后关闭流速控制阀浸润 5 min，缓慢打开控制阀，弃去流出液。在填料暴露于空气之前，关闭控制阀，将浓缩后提取液（6.4.2.1）转移至小柱中，用约 2 ml 正己烷（4.5）分 2~3 次洗涤浓缩器皿，洗液全部转入小柱中，缓慢打开控制阀，在填料暴露于空气之前关闭控制阀，加入 10 ml 丙酮-正己烷

混合溶剂（4.9）进行洗脱，缓慢打开控制阀，并收集全部洗脱液，待浓缩（6.4.3）。

6.4.3 浓缩

用浓缩装置（5.4）将洗脱液（6.4.2.2）浓缩至约 2 ml，加入 5 ml 正己烷（4.5）继续浓缩至约 0.5 ml，加入 20.0 μ l 内标使用液（4.15），定容至 1.0 ml，混匀后转移至 2 ml 进样小瓶中，待测。

6.5 空白试样的制备

用石英砂（4.19）代替实际样品，按照与试样的制备（6.4）相同的步骤进行空白试样的制备。

7 分析步骤

7.1 仪器参考分析条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度：270 $^{\circ}$ C，不分流进样；进样量：1.0 μ l；柱流量：1.0 ml/min；柱箱温度：80 $^{\circ}$ C（保持 1 min），以 30 $^{\circ}$ C/min 升至 190 $^{\circ}$ C，再以 5 $^{\circ}$ C/min 升至 220 $^{\circ}$ C（保持 3 min），再以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 280 $^{\circ}$ C（保持 2 min）。

7.1.2 质谱参考条件

离子源温度：230 $^{\circ}$ C；传输线温度：280 $^{\circ}$ C；电子轰击电离（EI）模式，离子化能量 70 eV。数据采集方式：选择离子扫描。酰胺类农药的定量和定性离子基于全扫描获取的目标物质谱图确定，参见附录 B。

7.2 仪器性能检查

样品分析前，需注入 1.0 μ l 十氟三苯基膦（4.16），对仪器系统进行检查。DFTPP 的关键离子丰度应符合表 1 要求，否则应清洗离子源。

表 1 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子及离子丰度标准

质量离子 (m/z)	丰度标准	质量离子 (m/z)	丰度标准
51	198 峰（基峰）的 10%~80%	199	198 峰的 5%~9%
68	小于 69 峰的 2%	275	基峰的 10%~60%
70	小于 69 峰的 2%	365	大于 198 峰的 1%
127	基峰的 10%~80%	441	存在且小于 443 峰
197	小于 198 峰的 1%	442	基峰，或大于 198 峰的 40%
198	基峰，丰度 100%	443	442 峰的 15%~24%

7.3 标准曲线的建立

分别取适量的酰胺类标准物质使用液 I（4.11）或酰胺类标准物质使用液 II（4.12）于 5 个进样小瓶中，加入 10.0 μl 替代物标准溶液（4.13）和 20.0 μl 内标使用液（4.15），用丙酮-正己烷混合溶剂（4.9）稀释至 1000 μl ，使酰胺类农药的质量浓度分别为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L。也可根据仪器灵敏度或目标物浓度配制能够覆盖样品浓度范围的至少 5 个浓度点的标准系列。

按照仪器参考条件（7.1），从低浓度到高浓度依次进样分析，记录保留时间和峰面积。以标准系列溶液中目标物的质量浓度与内标物浓度比值为横坐标，以对应的色谱峰峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标，建立标准曲线。

7.4 试样测定

按照与标准曲线（7.3）相同的仪器条件进行试样（6.2）的测定。若试样中目标物浓度超出标准曲线范围，样品需要重新萃取，分取提取液后按步骤 6.4.2 和 6.4.3 重新处理后测定。

7.5 空白试验

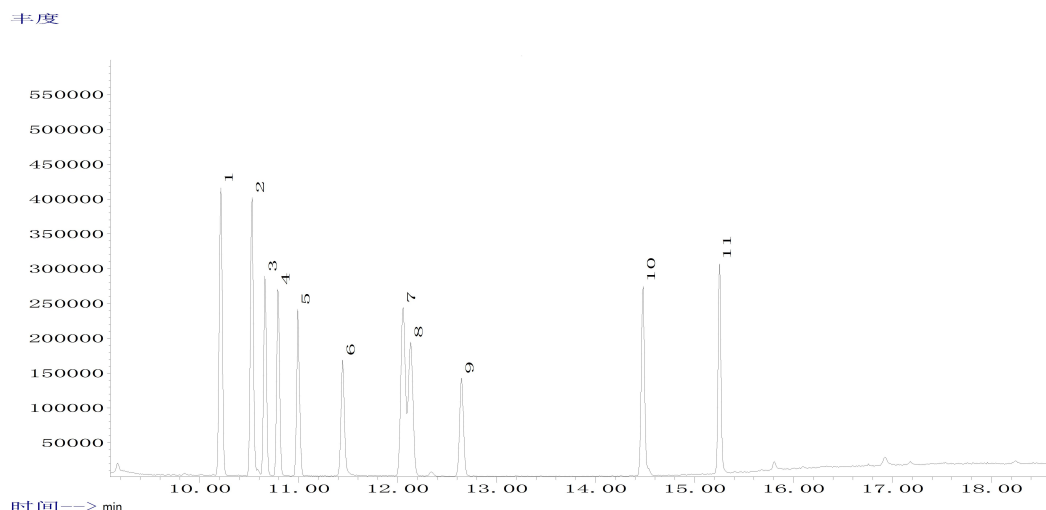
空白试样（6.5）按照与试样测定（7.4）相同的分析步骤进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据目标物、内标物和替代物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性。

样品中目标物定性离子相对于定量离子的相对丰度与最近获得的标准样品的相对丰度比较，其相对偏差应 $\leq 20\%$ 。酰胺类农药的总离子流色谱图见图 1。



1. 菲-d₁₀（内标物，IS）；2. 乙草胺-d₁₁（替代物，SS）；3. 乙草胺；4. 异丙草胺；5. 甲草胺；6. 敌稗；7. 异丙甲草胺-d₆（内标物，IS）；8. 异丙甲草胺；9. 杀草丹；10. 丁草胺；11. 丙草胺

图 1 酰胺类农药的总离子流色谱图（ $\rho_{\text{酰胺}} = 2.0 \text{ mg/L}$ ， $\rho_{\text{IS}} = 1.0 \text{ mg/L}$ ， $\rho_{\text{SS}} = 1.0 \text{ mg/L}$ ）

8.2 定量分析

在对目标物定性判断的基础上,根据定量离子的峰面积,采用内标法进行定量。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时,可使用辅助离子定量。

8.3 结果计算

8.3.1 土壤样品的结果计算

土壤样品中目标物含量 w_i (mg/kg),按照公式(1)计算。

$$w_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中: w_i ——样品中目标物的含量, mg/kg;

ρ_i ——根据内标法标准曲线计算得到的试样中酰胺类农药的浓度, mg/L;

V ——试样的定容体积, ml;

m ——样品的称取量, g;

W_{dm} ——样品干物质含量, %。

8.3.2 沉积物样品的结果计算

沉积物样品中目标物含量 w_i (mg/kg),按照公式(2)计算。

$$w_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times (1 - w_{H_2O})} \quad (2)$$

式中: w_i ——样品中目标物的含量, mg/kg;

ρ_i ——根据内标法标准曲线计算得到的试样中酰胺类农药的浓度, mg/L;

V ——试样的定容体积, ml;

m ——样品的称取量, g;

w_{H_2O} ——样品的含水率, %。

8.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致,最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室对加标质量浓度分别为 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 的空白石英砂进行了 6 次重复测定和统计。实验室内相对偏差范围分别为: 5.1%~29%、2.8%~21%、2.8%~9.4%; 实验室间相对标准偏差分别为: 9.1~17%、5.4%~15%、7.1%~12%; 重复性限为: 0.012 mg/kg ~ 0.023 mg/kg、0.083 mg/kg ~ 0.15 mg/kg、0.18 mg/kg ~ 0.25 mg/kg; 再现性限为: 0.021 mg/kg ~ 0.025 mg/kg、0.098 mg/kg ~ 0.20 mg/kg、0.34 mg/kg ~ 0.50 mg/kg。

六家实验室对加标质量浓度分别为 0.050 mg/kg 的砂土型土壤、0.50 mg/kg 的壤土型土壤、2.00 mg/kg 的黏土型土壤实际样品进行了 6 次重复测定和统计。实验室内相对标准偏差分别为：1.8%~20%，1.6%~7.6%，0.7%~16%；实验室间相对标准偏差分别为：5.7%~16%，4.5%~19%，4.9%~13%；重复性限为：0.005 mg/kg ~0.011 mg/kg, 0.036 mg/kg ~ 0.056 mg/kg, 0.25 mg/kg ~ 0.35 mg/kg, 再现性限为：0.011 mg/kg ~ 0.023 mg/kg, 0.057 mg/kg ~0.18 mg/kg, 0.37 mg/kg ~ 0.56 mg/kg。

六家实验室对加标质量浓度分别为 0.50 mg/kg 的湖库型沉积物、2.00 mg/kg 河流型沉积物实际样品进行了 6 次重复测定和统计。实验室内相对标准偏差分别为：1.2%~14%，2.8%~14%；实验室间相对标准偏差分别为：4.9%~13%，8.7%~16%；重复性限为：0.037 mg/kg ~ 0.075 mg/kg, 0.28 mg/kg ~0.38 mg/kg, 再现性限为：0.067 mg/kg ~0.13 mg/kg, 0.45 mg/kg ~0.78 mg/kg。

9.2 准确度

六家实验室对加标质量浓度分别为 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 的空白石英砂进行了 6 次重复测定和统计。加标回收率平均范围分别为：81%~103%，74%~87%，71%~78%；加标回收率最终值：81%±28% ~103%±29%，74%±8.0% ~ 87%±14%，71%±16% ~ 78%±14%。

六家实验室对加标质量浓度分别为 0.050 mg/kg 的砂土型土壤、0.50 mg/kg 的壤土型土壤、2.00 mg/kg 的黏土型土壤实际样品进行了 6 次重复测定和统计。加标回收率分别为 83%~101%，72%~90%，67%~74%；加标回收率最终值：83%±20%~101%±33%，72%±6.6%~90%±24%，67%±11%~74%±6.6%。

六家实验室对加标质量浓度分别为 0.50 mg/kg 的湖库型沉积物、2.00 mg/kg 河流型沉积物实际样品进行了 6 次重复测定和统计。加标回收率分别为 64%~75%，65%~80%；加标回收率最终值：64%±17%~75%±11%，65%±12%~80%±25%。

精密度和准确度汇总表参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每批样品（不超过 20 个样品）应至少分析 2 个空白，测定结果中目标物浓度不应超过方法检出限。否则，应检查试剂空白、仪器系统以及前处理过程。

10.2 校准

内标峰面积应不低于标准曲线内标峰面积的±50%，标准曲线的相关系数应≥0.995。否则应查找原因，重新绘制标准曲线。

每测定 20 个样品或每批（不超过 20 个样品）需测定一个标准曲线中间点浓度的标准溶液，测定值与初始标准曲线该点浓度的相对误差应在±15%以内。否则，应查找原因，重新建立标准曲线。

10.3 平行样

每批样品（不超过 20 个样品）应至少测定一对平行样，平行双样测定结果的相对偏差应在 $\leq 35\%$ 。

10.4 基体加标

每批样品（不超过 20 个样品）应至少测定 1 个基体加标样。土壤和沉积物加标样品回收率控制范围为 60%~120%。

10.5 替代物的回收率

样品中替代物加标回收率应在 55%~120%之间。

11 废物处理

实验中产生的所有废液和废物（包括分析后的高浓度样品）应集中收集，并做好相应标识，置于密闭容器中保存，委托有资质的单位统一处理。

12 注意事项

12.1 如果仪器条件允许，可同时选择两种扫描模式，利用选择离子扫描定量检测，利用全扫描方式辅助定性。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	选择离子扫描	
		方法检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	乙草胺	0.02	0.08
2	异丙草胺	0.01	0.04
3	甲草胺	0.02	0.08
4	敌稗	0.01	0.04
5	异丙甲草胺	0.01	0.04
6	杀草丹	0.02	0.08
7	丁草胺	0.01	0.04
8	丙草胺	0.01	0.04

附录 B
(资料性附录)
质谱参考条件

表 B.1 目标化合物的测定参考参数

序号	化合物名称	CAS	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	菲-d ₁₀ (内标)	1517-22-2	188	160
2	乙草胺-d ₁₁ (替代物)	1189897-44-6	173	157、233
3	乙草胺	34256-82-1	146	223、162
4	异丙草胺	86763-47-5	162	223、146
5	甲草胺	15972-60-8	160	188、146
6	敌稗	709-98-8	161	163、217
7	异丙甲草胺-d ₆ (内标)	51218-45-2	166	242、244
8	异丙甲草胺	51218-45-2	162	238、146
9	杀草丹	28249-77-6	100	72、125
10	丁草胺	23184-66-9	176	160、188
11	丙草胺	51218-49-6	162	176、238

附录 C
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 C.1 精密度汇总表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	样品类型	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
1	乙草胺	0.050	空白石英砂	8.7~25	15	0.017	0.023
			砂土型土壤	2.2~10	10	0.007	0.014
		0.50	空白石英砂	3.2~21	13	0.15	0.20
			壤土型土壤	2.5~5.4	4.6	0.037	0.0508
			湖库型沉积物	2.7~8.9	13	0.058	0.13
		2.00	空白石英砂	3.4~5.9	11	0.19	0.48
			黏土型土壤	5.8~7.8	7.8	0.27	0.39
			河流型沉积物	5.3~12	9.4	0.34	0.46
2	异丙草胺	0.050	空白石英砂	7.9~29	17	0.020	0.027
			砂土型土壤	2.0~20	15	0.010	0.020
		0.50	空白石英砂	4.5~12	7.7	0.089	0.12
			壤土型土壤	2.3~5.4	5.1	0.040	0.066
			湖库型沉积物	3.2~12	4.9	0.059	0.071
		2.00	空白石英砂	2.8~6.7	12	0.19	0.50
			黏土型土壤	4.8~11	11	0.30	0.53
			河流型沉积物	6.6~12	8.7	0.36	0.47
3	甲草胺	0.050	空白石英砂	8.7~23	10	0.021	0.023
			砂土型土壤	2.0~10	16	0.006	0.021
		0.50	空白石英砂	5.3~12	5.4	0.088	0.098
			壤土型土壤	2.2~4.9	4.5	0.036	0.057
			湖库型沉积物	3.3~8.4	5.1	0.050	0.067
		2.00	空白石英砂	3.2~6.3	7.5	0.19	0.34
			黏土型土壤	0.7~8.7	8.1	0.26	0.39
			河流型沉积物	5.9~12	9.4	0.37	0.49
4	敌稗	0.050	空白石英砂	5.1~11	14	0.012	0.023
			砂土型土壤	1.8~5.3	16	0.005	0.023
		0.50	空白石英砂	4.1~16	14	0.099	0.17
			壤土型土壤	2.3~6.6	11	0.046	0.13
			湖库型沉积物	1.6~14	7.1	0.058	0.091
		2.00	空白石英砂	4.2~9.4	7.1	0.25	0.37

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	样品类型	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
4	敌稗	2.00	黏土型土壤	5.9~16	4.9	0.35	0.37
			河流型沉积物	5.1~11	9.2	0.32	0.49
5	异丙甲 草胺	0.050	空白石英砂	10~28	9.1	0.019	0.021
			砂土型土壤	2.0~15	13	0.009	0.019
		0.50	空白石英砂	4.3~12	13	0.083	0.16
			壤土型土壤	1.8~7.6	12	0.045	0.14
			湖库型沉积物	1.9~7.4	5.3	0.037	0.063
		2.00	空白石英砂	3.3~5.4	8.3	0.21	0.39
			黏土型土壤	5.7~7.8	7.5	0.27	0.38
			河流型沉积物	4.5~9.8	11	0.28	0.56
6	杀草丹	0.050	空白石英砂	7.0~14	17	0.012	0.023
			砂土型土壤	2.2~12	12	0.007	0.016
		0.50	空白石英砂	4.0~14	15	0.097	0.18
			壤土型土壤	1.6~5.3	19	0.043	0.21
			湖库型沉积物	3.1~8.5	7.7	0.046	0.089
		2.00	空白石英砂	2.5~8.8	9.3	0.24	0.44
			黏土型土壤	4.3~7.5	13	0.25	0.56
			河流型沉积物	2.8~14	16	0.38	0.78
7	丁草胺	0.050	空白石英砂	9.5~21	13	0.016	0.022
			砂土型土壤	2.1~19	5.7	0.011	0.013
		0.50	空白石英砂	3.2~10	9.6	0.089	0.14
			壤土型土壤	2.8~5.1	11	0.049	0.14
			湖库型沉积物	1.2~14	6.0	0.061	0.080
		2.00	空白石英砂	3.0~9.4	9.0	0.24	0.44
			黏土型土壤	5.4~7.3	9.3	0.26	0.44
			河流型沉积物	3.8~10	8.8	0.30	0.45
8	丙草胺	0.050	空白石英砂	10~21	11	0.023	0.025
			砂土型土壤	2.0~10	6.4	0.008	0.011
		0.50	空白石英砂	2.8~13	8.3	0.11	0.14
			壤土型土壤	2.7~5.6	14	0.056	0.18
			湖库型沉积物	3.8~14	6.0	0.075	0.090
		2.00	空白石英砂	3.0~5.5	9.2	0.18	0.43
			黏土型土壤	4.8~7.0	10	0.25	0.48
			河流型沉积物	5.3~11	10	0.35	0.52

表 C.2 准确度汇总表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	样品类型	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)	S_p (%)	加标回收率 最终值 (%)
1	乙草胺	0.050	空白石英砂	66~102	86	13	86±26
			砂土型土壤	80~96	86	8.8	86±18
		0.50	空白石英砂	64~90	76	9.8	76±20
			壤土型土壤	68~76	72	3.3	72±6.6
			湖库型沉积物	52~76	64	8.4	64±17
		2.00	空白石英砂	64~82	71	8.1	71±16
			黏土型土壤	62~76	67	5.3	67±11
			河流型沉积物	58~74	65	6.1	65±12
2	异丙草胺	0.050	空白石英砂	66~104	83	14	83±28
			砂土型土壤	74~102	86	12	86±24
		0.50	空白石英砂	66~82	76	5.9	76±12
			壤土型土壤	70~80	76	3.9	76±7.8
			湖库型沉积物	62~72	68	3.3	68±6.6
		2.00	空白石英砂	65~89	73	5.9	73±12
			黏土型土壤	64~85	72	8.1	72±16
			河流型沉积物	61~76	69	6.0	69±12
3	甲草胺	0.050	空白石英砂	78~102	89	8.9	89±18
			砂土型土壤	72~110	91	14	91±28
		0.50	空白石英砂	70~80	74	4.0	74±8.0
			壤土型土壤	68~78	74	3.3	74±6.6
			湖库型沉积物	66~74	69	3.5	69±7.0
		2.00	空白石英砂	66~81	71	5.3	71±11
			黏土型土壤	62~78	74	3.3	74±6.6
			河流型沉积物	60~76	68	6.4	68±13
4	敌稗	0.050	空白石英砂	78~116	103	14	103±28
			砂土型土壤	78~114	101	16	101±32
		0.50	空白石英砂	56~86	74	10	74±20
			壤土型土壤	64~88	79	8.6	79±17
			湖库型沉积物	66~82	75	5.3	75±11
		2.00	空白石英砂	69~81	73	10	73±20
			黏土型土壤	64~73	68	3.3	68±6.6
			河流型沉积物	70~89	76	7.0	76±14
5	异丙甲草胺	0.050	空白石英砂	76~98	90	8.1	90±16
			砂土型土壤	72~102	92	12	92±24

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	样品类型	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)	S_p (%)	加标回收率 最终值 (%)
5	异丙甲 草胺	0.50	空白石英砂	62~90	78	9.8	78±20
			壤土型土壤	68~96	80	9.2	80±18
			湖库型沉积物	66~76	72	3.8	72±7.6
		2.00	空白石英砂	68~79	75	6.2	75±12
			黏土型土壤	64~78	70	5.2	70±10
			河流型沉积物	68~88	77	8.9	77±18
6	杀草丹	0.050	空白石英砂	64~102	81	14	81±28
			砂土型土壤	68~92	83	10	83±20
		0.50	空白石英砂	66~98	76	12	76±24
			壤土型土壤	70~110	80	15	80±30
			湖库型沉积物	66~80	72	5.6	72±11
		2.00	空白石英砂	66~81	74	6.9	74±13
			黏土型土壤	59~74	68	9.2	68±18
			河流型沉积物	69~103	80	12	80±24
7	丁草胺	0.050	空白石英砂	66~98	84	11	84±22
			砂土型土壤	82~96	92	5.3	92±11
		0.50	空白石英砂	76~98	82	7.9	82±16
			壤土型土壤	74~102	85	9.4	85±19
			湖库型沉积物	62~74	69	4.1	69±8.2
		2.00	空白石英砂	71~86	77	6.9	77±14
			黏土型土壤	66~83	72	6.6	72±13
			河流型沉积物	64~82	72	6.3	72±13
8	丙草胺	0.050	空白石英砂	76~102	90	9.7	90±19
			砂土型土壤	86~100	96	6.1	96±12
		0.50	空白石英砂	78~98	87	7.2	87±14
			壤土型土壤	80~112	90	12	90±24
			湖库型沉积物	64~76	69	4.1	69±8.2
		2.00	空白石英砂	71~87	78	7.2	78±14
			黏土型土壤	67~87	73	7.5	73±15
			河流型沉积物	61~82	70	7.2	70±14