

《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定  
气相色谱-质谱法（征求意见稿）》  
编制说明

《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》

标准编制组

二〇一八年六月

---

项目名称：土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

项目统一编号：2015-24

承担单位：湖北省环境监测中心站

编制组主要成员：贺小敏、李爱民、吴昊、刘彬、郭丽、刘宗林、葛

红波、范俊楠、李永蓉、王涌泉

标准所技术管理负责人：李琴

环境监测司负责人：赵国华、曹勤

# 目 录

|                           |    |
|---------------------------|----|
| 1. 项目背景.....              | 1  |
| 1.1 任务来源.....             | 1  |
| 1.2 工作过程.....             | 1  |
| 2. 标准制修订的必要性分析.....       | 2  |
| 2.1 酰胺类农药的环境危害.....       | 2  |
| 2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....   | 5  |
| 3. 国内外相关分析方法研究.....       | 7  |
| 3.1 国外相关标准分析方法研究.....     | 7  |
| 3.2 国内相关标准分析方法.....       | 14 |
| 3.3 国内外文献报道相关分析方法.....    | 14 |
| 3.4 国内外相关分析方法与本标准的联系..... | 18 |
| 4. 标准制修订的基本原则和技术路线.....   | 18 |
| 4.1 标准制修订的基本原则.....       | 18 |
| 4.2 标准制修订的技术路线.....       | 18 |
| 5. 方法研究报告.....            | 19 |
| 5.1 方法研究的目标.....          | 19 |
| 5.2 方法原理.....             | 19 |
| 5.3 试剂和材料.....            | 19 |
| 5.4 仪器和设备.....            | 20 |
| 5.5 样品.....               | 21 |
| 5.6 分析步骤.....             | 23 |
| 5.7 结果计算与表示.....          | 41 |
| 5.8 检出限和测定下限.....         | 42 |
| 5.9 方法精密度和准确度.....        | 43 |
| 5.10 方法适用性.....           | 44 |
| 5.11 质量控制和质量保证.....       | 49 |
| 6. 方法验证.....              | 50 |
| 6.1 方法验证方案.....           | 50 |
| 6.2 方法验证过程.....           | 53 |
| 6.3 方法验证数据的取舍.....        | 54 |
| 7. 与开题报告的差异说明.....        | 54 |
| 8. 标准实施建议.....            | 56 |
| 9. 参考文献.....              | 56 |
| 附一 方法验证报告.....            | 60 |

# 《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》 编制说明

## 1. 项目背景

### 1.1 任务来源

2015 年 3 月，原环境保护部印发《关于开展 2015 年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》（环办函〔2015〕329 号），下达了《土壤和沉积物 敌稗的测定 气相色谱法》标准制订任务，该项目为 2015 年度国家环境保护标准制修订项目之一，项目承担单位为：湖北省环境监测中心站，项目统一编号为：2015-24。

### 1.2 工作过程

#### 1.2.1 任务下达后标准编制组所开展的相关调查、研究工作

湖北省环境监测中心站接到此任务后，于 2015 年 1 月成立了标准编制组，召开了标准制修订工作启动会。随后标准编制组开始查阅国内外相关文献资料，查阅的相关文献主要集中在酰胺类农药的概况、环境危害、国内外相关分析方法和限值标准等方面，调研了气相色谱-质谱法测定酰胺类农药的应用情况，对方法的适用范围和检出限等情况进行分析。编制组参照前期调研情况开展实验测试工作，确定标准方法制定的基本原则和技术路线以及各项特征参数。

#### 1.2.2 标准开题论证会情况

2015 年 12 月 22 日，环境保护部科技标准司所组织召开了本标准的开题论证会，论证委员会听取了标准主编单位所作的标准开题论证报告和标准草案内容介绍，经质询、讨论，形成以下论证意见：1.标准主编单位提供的材料齐全，内容较为详实完整，格式较规范；2.标准主编单位对国内外相关标准及文献进行了充分调研；3.论证委员会通过该标准的开题论证。提出如下修改意见和建议：①通过实验确定有机氯农药的干扰水平，若通过优化净化和仪器分离条件仍无法消除此类干扰，建议方法变更为气相色谱-质谱法，目标物确定为敌稗等酰胺类农药；②进一步优化样品提取（以索氏提取方法为基准）和净化条件；③通过实验确定样品避光冷藏时间和提取保存条件；④方法验证中的样品高、中、低浓度应覆盖相关环保标准限值；⑤方法验证的多家实验室选择应涵盖主流分析仪器；⑥方法质量保证和质量控制指标由多家实验室验证结果确定；⑦按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）进行标准制订工作。

#### 1.2.3 项目研究工作

开题论证后，标准编制组根据专家的意见和建议，进行了有机氯农药的干扰实验，发现通过优化净化和气相色谱分离条件仍无法完全消除此类有机物的干扰，经与标准所有负责人沟通后，建议按照开题论证的专家意见，将方法变更为气相色谱-质谱法，并将目标物确定为敌稗等酰胺类农药（开题论证会建议目标化合物的选择参考正在制定的环保标准《水质

---

酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（编号：2014-47））。在此基础上，编制组进一步研究了酰胺类农药的气相色谱-质谱分析条件、样品保存、提取和净化条件、实验室内分析方法性能等内容。于2017年4月制定了6家实验室验证方案、优化和完善了标准草案和编制说明（初稿），并组织专家对实验室验证方案和编制说明（初稿）进行函审。

#### 1.2.4 方法验证工作

标准编制组根据函审专家意见和建议，进一步优化验证方案、完善编制说明和标准草案，并于2017年6月-8月间组织完成了六家实验室的方法验证工作。2017年9月，项目编制组开始汇总和统计验证数据，编写方法验证报告。

#### 1.2.5 编写标准方法征求意见稿和编制说明

2017年11月，根据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（国环规科技〔2017〕1号）的相关要求，项目编制组编写完成《土壤和沉积物 酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》标准征求意见稿和编制说明，12月邀请5位业内专家对标准文本和编制说明进行函审并形成如下主要修改意见和建议：①在“环保工作的需要”中补充《土壤污染风险管控标准》对于目标物是否有新的要求；②补充净化实验中选择洗脱剂时的萃取小柱信息；③补充保存实验样品和验证实验样品的制备方法；④进一步确认方法质控指标参数；⑤建议在“与开题报告的差异说明”中补充无法分离的目标物的具体名称；⑥进一步统一规范标准中列出的计算式和图表，涉及科技术语、数字、量及单位等应符合国家标准规范要求，对文本和编制说明进行编辑性修改。编制组就专家意见对编制文本和编制说明进行了修改、补充和完善，并上报环境标准研究所和环境监测司。

#### 1.2.6 标准征求意见稿技术审查会

2018年1月31日，环境保护部环境标准研究所在京组织了针对标准征求意见稿和编制说明的技术审查会，审查专家听取了标准主编单位对标准征求意见稿的内容介绍，经质询、讨论，形成以下意见：（1）提供的材料齐全、内容完整；（2）标准定位准确，技术路线合理可行。建议按照要求修改完善后，提请公开征求意见：（1）标准名称更改为《土壤和沉积物 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》；（2）在编制说明中补充本标准与国内、外相关分析方法的关系，完善技术路线图，补充标准使用液的保存实验数据，补充实验室内实际样品（部分目标物有检出）的精密度数据，补充质量控制指标确定的依据，规范有效数字的保留；（3）完善标准文本中“样品制备”相关内容，在原有基础上增加一个合适的内标，规范有效数字的保留；（4）按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

## 2. 标准制修订的必要性分析

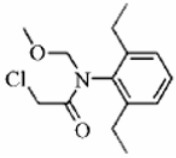
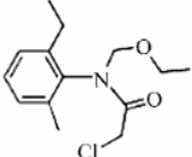
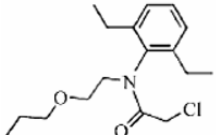
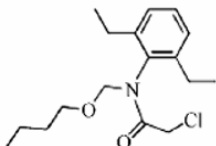
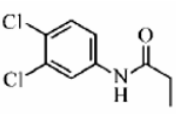
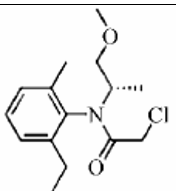
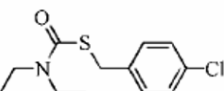
### 2.1 酰胺类农药的环境危害

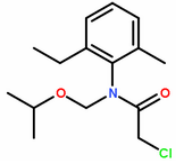
#### 2.1.1 酰胺类农药的基本理化性质

酰胺类化合物是指氨或胺的氮原子上的氢被酰基取代后生成的化合物，其氮原子采取  $sp^2$  杂化，孤对电子所在的 p 轨道和羰基形成  $p-\pi$  共轭，使得酰胺类化合物中的电子云密度和键长趋于平均化，也使 C-N 单键的旋转受阻，C、N 以及与 C、N 相连的四个原子均处在同一平面上。酰胺的这种平面构型在很大程度上影响着酰胺的理化性质和空间结构，常见的酰胺类农药理化性质见表 2-1。

水解是酰胺类农药在土壤中的主要降解反应，通过土壤微生物含有的酰基胺酶使酰胺类农药水解形成苯胺和脂族，脂族作为基质被微生物利用，而苯胺有时能直接形成缩合产物，如敌稗在土壤中水解产生二氯苯胺缩合形成 3,3,4,4-四氯偶氮苯。

表 2-1 常见酰胺类农药理化性质一览表

| 序号 | 中文名称  | 英文名称         | CAS 号      | 结构式                                                                                 | 理化性质                                                                              |
|----|-------|--------------|------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| 1  | 甲草胺   | Alachlor     | 15972-60-8 |    | 纯品乳白色结晶，熔点 39.5~41.5℃，沸点 100℃，水溶性（23℃）：240 mg/L，可溶于丙酮、苯、乙醇、乙酸乙酯等有机溶剂              |
| 2  | 乙草胺   | Acetochlor   | 34256-82-1 |   | 原药为淡黄色至紫色液体，不易挥发，沸点 391.5℃，不溶于水，易溶于有机溶剂                                           |
| 3  | 丙草胺   | Pretilachlor | 51218-49-6 |  | 纯品为无色液体，沸点 135℃，水溶性（20℃）：50 mg/L，易溶于大多数有机溶剂                                       |
| 4  | 丁草胺   | Butachlor    | 23184-66-9 |  | 纯品为淡黄色油状液体，沸点 196℃，难溶于水，可与丙酮、苯、乙醇、乙酸乙酯、己烷等互溶                                      |
| 5  | 敌稗    | Propanil     | 709-98-8   |  | 纯品为白色针状结晶，熔点 91~92℃，沸点 369.9℃，水溶性（25℃）：130 mg/L，能溶于二氯甲烷、丙酮、苯等有机溶剂，对酸、碱不稳定，在土壤中易分解 |
| 6  | 异丙甲草胺 | Metolachlor  | 51218-45-2 |  | 纯品为无色液体，沸点 100℃，水溶性（20℃）：530 mg/L，可与大多数有机溶剂互溶，常温贮存稳定期两年以上                         |
| 7  | 杀草丹   | Thiobencarb  | 28249-77-6 |  | 淡黄色液体，熔点 3.3℃，沸点 126-129℃，水溶性（20℃）：30 mg/L，能溶于大部分有机溶剂                             |

| 序号 | 中文名称 | 英文名称         | CAS 号      | 结构式                                                                               | 理化性质                                                       |
|----|------|--------------|------------|-----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| 8  | 异丙草胺 | Propisochlor | 86763-47-5 |  | 淡棕色至紫色油状液体，熔点 21.6℃，沸点 399.3℃，水溶性（25℃）：184 mg/L，能溶于大部分有机溶剂 |

### 2.1.2 酰胺类农药的使用情况及环境危害

酰胺类农药是目前国际上大量使用的除草剂之一，孟山都（Monsanto）公司于 1956 年成功开发此类除草剂的第一个品种——早田除草剂二丙烯草胺。此后，酰胺类农药有较大的发展，陆续开发出一系列品种。截至 2015 年底，酰胺类农药已商品化的品种有 53 个，在全世界的年产量、应用范围和使用面积仅次于有机磷除草剂，居第 2 位。氯代乙酰胺类占据主导地位，其中，甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺等得到市场广泛认同。全球销售量最大的酰胺类农药品种有 3 种，分别是乙草胺、丁草胺和甲草胺，占该类除草剂总产量的 96%。我国上世纪 70 年代在黑龙江省首先引进甲草胺，其后是异丙草胺。80 年代随着乙草胺国产化以及药效、成本等因素影响，目前，在我国的酰胺类农药市场中，乙草胺占据了绝对优势的份额，丁草胺、甲草胺在相应的应用范围和地域拥有一定的市场，国内酰胺类农药生产概况见表 2-2。

表 2-2 国内主要酰胺类农药生产概况

| 序号 | 产品名称  | 应用分类 | 产量（t/a）   |
|----|-------|------|-----------|
| 1  | 甲草胺   | 除草剂  | ~1000     |
| 2  | 乙草胺   | 除草剂  | ~30000    |
| 3  | 丁草胺   | 除草剂  | 6000~8000 |
| 4  | 丙草胺   | 除草剂  | <300      |
| 5  | 异丙草胺  | 除草剂  | <300      |
| 6  | 异丙甲草胺 | 除草剂  | ~500      |
| 7  | 克草胺   | 除草剂  | <300      |

酰胺类农药主要用于水稻秧田，也可用于直播田防除多种禾本科和双子叶杂草，诸如鸭舌草、水草、水芹、狗尾草等杂草幼苗。由于该类农药具有广谱性、效果好、价格低、使用方便等优点，是目前农业生产中应用较为广泛的一类除草剂。此类除草剂的除草机理为：在杂草植株体内合成多种抑制剂，如细胞分裂或细胞生长抑制剂、脂类抑制剂等，抑制剂主要是抑制植物脂肪与脂肪酸的有机合成，包括抑制油酸与软脂酸的合成，以及抑制发芽种子中的蛋白酶与  $\alpha$ -淀粉酶的生物活性，从而抑制杂草根与幼芽的正常生长，或抑制生物的光合作用与电子传递链，或干扰植物体正常的蛋白质生物合成，破坏植物生物膜的完整性，从而实现抑制杂草的生长。

虽然使用酰胺类农药可以带来很大的经济利益，但是也会引发一系列的问题。使用后会对作物产生隐性药害，在使用量过大、或使用后遭遇持续低温高湿天气时，会严重影响到作物的生长。在施药后容易通过渗漏转移到地表水和浅层地下水中，进而被土壤和沉积物吸附。未起作用的酰胺类农药也会挥发进入空气中，对空气造成污染。有研究表明，大量的农药施用于农田后，只有大约 1% 发挥药效，其余的或残留于土壤，或通过地表径流进入水体，造成环境污染，带来潜在的生态危害。

酰胺类农药对人体造成的急性毒性：轻度中毒表现为头晕、头痛、恶心、口唇轻度紫绀；中度中毒除轻度中毒症状外，伴有呕吐、躁动，口唇及四肢末梢明显紫绀，双侧瞳孔对光反射迟钝；重度中毒可造成患者昏迷，大小便失禁，双侧瞳孔对光反射迟钝或消失，口唇、皮肤重度紫绀，两肺底湿啰音，心率增快。敌稗在哺乳动物体内经水解产生 3,4-二氯苯胺，可

引起高铁血红蛋白(MHb)血症,高铁血红蛋白的三价铁离子能与羟基牢固结合,从而使血红蛋白失去携氧功能,造成组织缺氧,致心、肝、肾脏器受损。乙草胺和丁草胺具有弱的基因毒性,能够引起人类淋巴细胞的姐妹染色单体的交换。乙草胺已被美国环保局定为 B-2 类致癌物。大鼠体内实验研究表明,酰胺类农药通过一系列酶反应会生成具有致癌作用的二烷基脒亚胺。2011 年,欧盟食品安全局对敌稗进行了风险评估,涉及哺乳动物毒性、水生生物毒性、底栖生物毒性、环境行为等。在反复剂量暴露的研究中,观察到血液学参数的变化;导致色素沉积在脾脏和肾脏,并影响肝脏;基于对大鼠睾丸间质细胞瘤发生率的增加和小鼠的多个器官淋巴瘤的发病率增加,专家们一致建议敌稗分类为致癌 3 类;敌稗的代谢产物 3,4-二氯苯胺有着更高的急性毒性;敌稗和它的相关代谢产物,对水生生物的毒性风险是高的。2009 年 10 月,美国农药环境行为与影响研究室(Environment Fate and Effects Division Office of Pesticide Programs)的 Christima Wendel 等人撰写的《敌稗的使用对加利福尼亚红腿蛙的风险》(Risks of Propanil Use to Federally Threatened California Red-legged Frog)一文中指出:对农作物喷洒敌稗而造成的影响很可能是不可逆的,且使用敌稗这种农药最直接的影响则是改变濒危物种的栖息地。

## 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

### 2.2.1 质量标准、排放标准及控制标准对酰胺类农药的监测要求

1996 年,美国环保局颁布的旨在保护人体健康和生态受体安全的《土壤筛选导则》中规定了乙草胺、敌稗和杀草丹的基于地下水保护的土壤筛选限值分别为 0.58 mg/kg、0.10 mg/kg 和 1.3 mg/kg。我国《土壤环境质量标准》(征求意见稿,2008 年)中规定农用地土壤中敌稗的浓度限值为 0.10 mg/kg。美国环保局 2004 年制定的《饮用水水质标准》中规定饮用水中甲草胺的浓度应低于 0.002mg/L。世界卫生组织(World Health Organization, WHO)制定的《饮用水水质标准》中规定饮用水中丙草胺浓度应低于 0.01mg/L。我国 2007 年 7 月 1 日开始实施的《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)已将甲草胺列为检测项目,其限值为 0.02mg/L。美国明尼苏达州法规中对乙草胺也作了相应的规定:MCL(最大污染物浓度)限值为 2.0 µg/L, HAL(终生暴露健康指导值)限值为 2.0 µg/L。由于丁草胺是可疑致癌化合物(致癌性 B2 类),美国环保局对于丁草胺生产企业排放废水中丁草胺活性组分加以控制:现源的最大日排量和月平均排量分别为  $5.19 \times 10^{-3}$  kg/t 农药、 $1.54 \times 10^{-3}$  kg/t 农药;新源的最大日排量和月平均排量分别为  $3.74 \times 10^{-3}$  kg/t 农药、 $1.11 \times 10^{-3}$  kg/t 农药。日本环境省(Ministry of the Environment)1971 年 12 月颁布的环境局通告第 59 号法,即日本的《地表水环境质量标准》中规定了杀草丹的饮用水标准限值为 0.02 mg/L。我国《酰胺类农药工业水污染排放标准》(征求意见稿)中规定了甲草胺、乙草胺、丁草胺的生产车间或设施废水排放口的排放限值均为 0.15 mg/L。

此外,部分国家规定了大米中敌稗的最高残留限量(MRL),美国、德国均为 2.0 mg/kg、俄罗斯为 0.3mg/kg、我国《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》(GB 2763-2016)中也规定了大米中敌稗的最高残留限量为 2.0 mg/kg。

《土壤污染风险管控标准 农用地土壤污染风险筛选值(试行)》(征求意见稿)和《土壤污染风险管控标准 建设用地土壤污染风险筛选值(试行)》(征求意见稿)中均没有对酰胺类农药的管控要求,我国尚无酰胺类农药的土壤环境质量标准和配套的国家或行业标准监测分析方法,水质、大米、水果、蔬菜中我国都已有关于部分酰胺类农药的标准分析方法。酰胺类农药广泛应用于水稻、玉米、花生、大豆、棉花等多种农作物,必然会对土壤造成潜

在的污染。因此，土壤和沉积物中酰胺类农药的分析方法也是需要的，此标准可作为储备方法。

表 2-3 酰胺类农药相关质量标准、排放标准汇总

| 序号 | 标准名称                                       | 目标物         | 限值要求                                                                                                                                                          | 备注             |
|----|--------------------------------------------|-------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| 1  | 《土壤筛选导则》（美国 EPA，1996 年）                    | 乙草胺、敌稗、杀草丹  | 乙草胺 0.58 mg/kg；敌稗 0.10 mg/kg；杀草丹 1.3 mg/kg                                                                                                                    | 基于地下水保护的土壤筛选限值 |
| 2  | 《土壤环境质量标准》（征求意见稿，2008 年）                   | 敌稗          | 敌稗 0.10 mg/kg                                                                                                                                                 | 农用地土壤          |
| 3  | 《饮用水水质标准》（美国 EPA，2004 年）                   | 甲草胺         | 甲草胺低于 0.002 mg/L                                                                                                                                              | 饮用水限值          |
| 4  | 《饮用水水质标准》（世界卫生组织，WHO）                      | 丙草胺         | 丙草胺低于 0.01 mg/L                                                                                                                                               | 饮用水限值          |
| 5  | 《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2006）                  | 甲草胺         | 甲草胺 0.02 mg/L                                                                                                                                                 | 饮用水限值          |
| 6  | 美国明尼达州法规                                   | 乙草胺         | MCL（最大污染物浓度）限值为 2.0 µg/L，HAL（终生暴露健康指导值）限值为 2.0 µg/L                                                                                                           | 饮用水限值          |
| 7  | 美国 EPA                                     | 丁草胺         | 现源的最大日排量和月平均排量分别为 $5.19 \times 10^{-3}$ kg/t 农药、 $1.54 \times 10^{-3}$ kg/t 农药；新源的最大日排量和月平均排量分别为 $3.74 \times 10^{-3}$ kg/t 农药、 $1.11 \times 10^{-3}$ kg/t 农药 | 生产企业排放废水       |
| 8  | 《地表水环境质量标准》（日本环境省 1971 年 12 月环境局通告第 59 号法） | 杀草丹         | 杀草丹 0.02 mg/L                                                                                                                                                 | 饮用水限值          |
| 9  | 《酰胺类农药工业水污染排放标准》（征求意见稿）                    | 甲草胺、乙草胺、丁草胺 | 排放限值均为 0.15 mg/L                                                                                                                                              | 生产车间或设施废水排放口   |
| 10 | 《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763-2016）       | 敌稗          | 2.0 mg/kg                                                                                                                                                     | 大米中最残留量        |
| 11 | 大米中敌稗的残留量（美国、德国）                           | 敌稗          | 2.0 mg/kg                                                                                                                                                     | 大米中最高残留量       |
| 12 | 大米中敌稗的残留量（俄罗斯）                             | 敌稗          | 0.3 mg/kg                                                                                                                                                     | 大米中最高残留量       |

## 2.2.2 环境保护重点工作涉及的酰胺类农药监测要求

我国规定了大米中敌稗的最高残留限量为 2.0 mg/kg，且有配套的国家标准监测分析方法为 GB/T 5009.177-2003 大米中敌稗残留量的测定；《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2006）规定了生活饮用水中甲草胺的限值为 0.01 mg/L。大量的酰胺类农药施用于农田

后，不仅会残留于农作物中，还会残留于土壤中，因此，监测土壤中酰胺类农药的残留量也是必要的。

目前我国不仅缺乏完整、系统的水体、大气中酰胺类农药检测的标准分析方法，也缺乏成熟可靠的土壤和沉积物中酰胺类农药检测的标准分析方法，国内对土壤和沉积物中酰胺类农药残留量分析研究的报道为数也不多。但已有的文献报道表明，部分农田土壤和水体沉积物中有酰胺类农药检出，如曾维爱等<sup>[24]</sup>报道郴州烟区部分土壤中敌稗的残留量为 0.027 ~ 0.112 mg/kg。目前，我国急需建立土壤、沉积物等环境介质中酰胺类农药检测的标准分析方法。方法的建立有利于规范酰胺类农药的使用、监管控制土壤和沉积物中酰胺类农药的污染；利于完善土壤质量标准体系，对于贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障社会和经济的发展，维护人体健康，有着重要的作用和实际应用价值。

### 3. 国内外相关分析方法研究

#### 3.1 国外相关标准分析方法研究

通过前期调研发现，美国 EPA 中涉及酰胺类农药的标准分析方法相对较多，但针对土壤和沉积物介质的方法仅有 US EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90 和 EPA Method 8085 (2007)；国际标准化组织（the International Organization for Standardization, ISO）、日本工业标准（Japanese Industrial Standards, JIS）和 EU 等相关标准分析方法较少，比如 EU 并不指定或限定针对农药残留的分析方法，只要是经过验证的方法都可以采用。下面将对查阅到的酰胺类农药分析方法进行介绍和评述，相关标准分析方法汇总信息见表 3-1。

##### 3.1.1 美国 US EPA Method

###### 3.1.1.1 美国环保局 US EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90 方法

1996 年，美国环保局环境化学实验室（United States, Environmental Protection Agency, Environmental Chemistry Laboratory）发布此方法，用来测定土壤中敌稗及其在土壤中的初级代谢产物 3,4-二氯苯胺。

该方法将质量为 50 g 的土壤样品，用丙酮-甲苯（1+1）振荡提取后过滤得提取液，将提取液旋转蒸发至丙酮全部蒸出。用 0.5 mol/L 甲苯饱和的盐酸溶液洗并将甲苯相和水相分离，此时，敌稗存在于甲苯相中，3,4-二氯苯胺存在于水相中。用磷酸缓冲溶液将水相溶液 pH 值调至中性，甲苯相溶液则经无水硫酸钠脱水、旋干、甲醇复溶后与水相溶液混合。混合液经 C<sub>18</sub> 柱净化、乙酸乙酯洗脱、无水硫酸钠干燥、定容 10 ml 后，用气相色谱仪（NPD 检测器）测定，外标法定量。

旋转蒸发时，温度为 40~50 °C。净化时，所有小柱为 C<sub>18</sub> Mega Bond Elut 柱。先用甲醇预处理，每次 5 ml，淋洗 2 次，再用水淋洗，每次 10 ml，共 2 次，加入样品，流速在 5~10 ml/min，加入 8 ml 乙酸乙酯进行洗脱，流速在 5~10 ml/min，洗脱液用无水硫酸钠干燥，定容 10 ml，待测。分析时，所用色谱柱为 30 m×0.25 μm×0.25 μm（DB-17 或 DB-1701 柱）。进样口温度为 250 °C，检测器温度为 275 °C，载气流速为 3.8 ml/min，空气流速为 110 ml/min，氢气流速为 4.2 ml/min，辅助气流速为 20.2 ml/min，程序升温条件为 50 °C（保持 1.5 min），

以 30 °C/min 升至 195 °C（保持 2.0 min），再以 40 °C/min 升至 240 °C（保持 10 min），进样体积为 2 µl，不分流进样。方法加标回收率均大于 90%，检出限为 0.01 mg/kg。

US EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90 针对的目标物质除敌稗外，还有其代谢产物 3,4-二氯苯胺，所用的萃取方法对土壤中敌稗提取的针对性不强，此外，分析方法中所用氮磷检测器稳定性较差且维护繁琐。鉴于以上原因，本标准制定过程中重点参考了该方法中的净化和仪器分析中的色谱柱。

### 3.1.1.2 美国 EPA Method 8085 (2007)

2007 年，美国环保局环境化学实验室(United States, Environmental Protection Agency, Environmental Chemistry Laboratory)发布此方法，用来测定固体/液体中含甲草胺、丁草胺、丙草胺等共近百余种半挥发性有机卤化物、有机磷、有机氮以及有机硫农药，下面将重点评述一下其中用来测定固体中相关有机物的方法。

该方法中提到对于固体中中性化合物的提取并没有明确规定何种方式，而是建议使用 EPA Method 3500 系列的广谱性萃取方式，包括索氏提取(参考 EPA Method 3540 或 EPA Method 3541)、加压流体萃取(参考 EPA Method 3545)、微波萃取(参考 EPA Method 3456)、超声提取(参考 EPA Method 3550)或其他可行的提取方法，提取溶剂则建议使用正己烷-丙酮(1+1)或二氯甲烷-丙酮(1+1)。

对于样品的净化，方法中也没有明确的规定，建议使用 EPA Method 3600 系列的广谱性的净化方式，包括氧化铝柱净化(EPA Method 3610)、弗罗里硅土柱净化(EPA Method 3620)、硅胶柱净化(EPA Method 3630)、GPC 净化(EPA Method 3640)和脱硫净化(EPA Method 3660)。但对于不同的基质推荐了相应的方法：对于样品基质中含生物物质或大分子物质的推荐 GPC 净化(EPA Method 3640)；对于需要除去邻苯二甲酸酯类杂质的则推荐氧化铝柱净化(EPA Method 3610)；对于需要从有机氯类农药中除去芳香类化合物、含氮化合物或脂肪族化合物的则推荐使用弗罗里硅土柱净化(EPA Method 3620)；对于需要从有机氯类化合物中除去干扰素的则推荐使用硅胶柱净化(EPA Method 3630)；对于需要脱硫的基质的推荐使用浓硫酸脱硫净化(EPA Method 3660)。

方法中所采用的仪器为气相色谱原子发射探测器(GC-AED)，分析时，所用色谱柱为 30 m×0.25 µm×0.25 µm(DB-5 或 DB-17)。进样口温度为 250 °C，进样体积为 3 µl，不分流进样，程序升温条件为 75 °C（保持 0.67 min），以 10 °C/min 升至 140 °C，再以 5 °C/min 升至 250 °C(保持 1 min)，最后以 20 °C/min 升至 300 °C（保持 10 min）。

该方法只推荐了广谱性的样品提取和净化方法，并未明确规定特定的方法，但此方法中涉及到了固体中甲草胺、丁草胺、丙草胺这三种酰胺类农药的测定。因此，其中样品提取、净化的方法及仪器分析过程中所选用的气相色谱柱对后续工作仍有一定的指导意义。

### 3.1.1.3 美国 EPA 关于水体中酰胺类农药的分析方法

由于美国 EPA 方法中关于土壤和沉积物中酰胺类农药的方法少之又少，因此其中水质中涉及到酰胺类农药的测定方法也具有一定的参考意义。涉及水体中酰胺类农药的测定，美国 EPA 建立了较多的分析方法，如 EPA Method 645、EPA Method 525.2、EPA Method 505、EPA Method 507、EPA Method 525.1、EPA Method 632.1、EPA Method 508.1、EPA Method 551.1

及 EPA Method 8085, 但这些方法中并没有专门针对酰胺类农药的, 方法中均涉及许多其他农药或环境污染物, 且部分方法颁布时间较早, 大部分用到的仪器测定方法是 GC-MS, 样品的净化也涉及 Florisil 小柱和 Silica 小柱, 因主要参考其净化和仪器分析方法。

### 3.1.2 日本分析方法

#### 3.1.2.1 环境省 1971 年标准

1971 年 12 月, 日本环境省 (Ministry of the Environment) 颁布了环境局通告第 59 号法, 即日本的《地表水环境质量标准》, 其中规定了杀草丹的标准限值为 0.02 mg/L, 分析方法参照该标准的附录 5, 采用液液萃取或固相萃取-弗罗里土柱或硅胶柱净化-气相色谱质谱(方法一)或气相色谱法(方法二)测定水体中杀草丹。具体方法如下:

(1) 样品提取: ①液液萃取: 量取 1 L 的水样于分液漏斗中, 加入 50 g 氯化钠和 100 ml 二氯甲烷, 振荡 10 min, 静置分离出有机相后加入 100 ml 二氯甲烷萃取 2 次, 合并两次萃取所得有机相, 向其中加入 30 g 无水硫酸钠除水后, 浓缩定容至 5 ml。②固相萃取法: 量取 200 ml 水样, 以 10—20 ml/min 的流速通过固相萃取柱进行萃取, 萃取完成后, 用 3 ml 丙酮洗脱, 浓缩定容至 2 ml。

(2) 样品的净化: 选用弗罗里土柱或硅胶柱进行样品的净化。将提取液转溶剂为正己烷并浓缩至 1 ml 后准备上样。若选用弗罗里土柱净化, 上样后先用 100 ml 正己烷洗脱后弃去, 再用含 35%乙醚的正己烷 100 ml 进行洗脱, 最后浓缩至 1 ml 后上机测定; 若选用硅胶柱净化, 上样后先用 80 ml 正己烷洗脱后弃去, 再用含 35%乙醚的正己烷 100 ml 进行洗脱, 最后浓缩至 1 ml 后上机测定。

(3) 仪器分析方法: 在该附录 5 中, 方法一采用的是 GC-MS 法, 方法二为 GC/ECD 或 GC/FID 法测定。

上述方法虽然是针对水质中杀草丹的测定, 但其中提到的净化(弗罗里土柱、硅胶柱)和仪器测定(GC-MS)方法具有重要的指导意义。

#### 3.1.2.2 厚生劳动省 2005 年标准

2005 年 11 月, 日本厚生劳动省医药食品局食品安全部颁布了《食品中农业化学品残留检测方法》, 用于食品、饲料添加剂和兽药中有机氯类、三嗪类、酰胺类等残留农药的分析。

(1) 萃取方法: 谷类、豆类、种子、水果、蔬菜、草本植物、茶和啤酒花等样品加水浸泡 15 min 后, 加入乙腈均质后抽滤 2 次, 合并所得滤液, 向滤液中加入适量氯化钠和 0.5 mol/L 磷酸缓冲液 (pH=7), 振摇 10 min 后静置, 弃去分离的水相, 待净化; 肌肉、脂肪、肝脏、肾脏和鱼贝类样品加水搅拌均匀后, 先经丙酮-正己烷 (1+2) 搅拌均匀后离心收集有机相, 再加入正己烷均质后离心收集有机相, 合并两次有机相, 用无水硫酸钠脱水过滤, 滤液经浓缩去除溶剂, 残留物用丙酮-正己烷 (1+4) 混合溶剂溶解。

(2) 净化方法: 净化方法涉及固相小柱净化 (C<sub>18</sub> 柱、GCB/酰胺丙基甲硅烷基化硅胶柱和乙二胺正丙基甲硅烷基化硅胶小柱) 和 GPC 净化。

(3) 仪器分析方法: 在该方法中, 不同介质里酰胺类农药的测定可采用 GC-MS 法和 GC (NPD) 法, 采用 GC-MS 法时, 使用 DB-5MS 色谱柱可同时分离检测样品中 223 种农药类有机物。

---

方法主要是针对食品中多种农药残留的分析方法，其重点在样品的提取和净化，采用了 GC-MS 法进行测定，因其净化过程主要是去除大分子和植物色素等，所以该方法在样品净化方面值得借鉴。

### 3.1.3 其他国家、地区及国际组织相关分析方法

2007 年美国分析化学家协会(Association of Official Analytical Chemists)发布了《食品中农药残留量的测定方法》(AOAC Official Method 2007. 01)。该标准的适用范围为葡萄、莴苣和桔子中阿特拉津、联苯菊酯、百菌清、敌敌畏、利谷隆、敌稈等农药的测定。方法原理为样品经乙腈提取后，利用 QuEChERS 净化(PSA+Mg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)，GC-MS 或 LC/MS/MS 测定，检出限为 0.01 mg/kg。虽然上述方法针对的是食品，适用范围稍有不同且检测仪器也不一致，但是其中提到的净化方法仍然可以借鉴。

2008 年 12 月，英国标准政策与策略委员会(Authority of the Standards Policy and Strategy Committee)颁布了《植物源食品中农药残留量的测定 分散式固相净化-QuEChERS 气相色谱质谱/液相色谱串联质谱法》(BS EN 15662:2008)。该方法适用于水果、蔬菜、谷物及由植物加工而成的食品中农药的测定，原理与上一方法类似，其中不同点在于：此方法中 QuEChERS 净化的填料不仅有 PSA，还新增 GCB(石墨化炭黑)和 C<sub>18</sub> 两种填料的净化剂。该方法在净化过程中根据基质不同而选取不同的净化剂，PSA 可去除 90%以上的脂肪酸和 40%左右的色素，GCB 可去除 90%以上的色素，但对脂肪酸的净化能力只有 10%左右，C<sub>18</sub> 属于反相吸附剂，可以除去脂类、花青素、蜡类等非极性干扰物质。该方法对于部分土壤和沉积物的净化有一定的参考价值。

表 3-1 酰胺类农药相关的国外标准分析方法

| 序号 | 标准名称                             | 介质      | 目标物            | 提取                    | 净化                               | 检测仪器   | 色谱柱               | 方法检出限                                                        |
|----|----------------------------------|---------|----------------|-----------------------|----------------------------------|--------|-------------------|--------------------------------------------------------------|
| 1  | US EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90 | 土壤      | 敌稗             | 丙酮-甲苯(1+1)振荡提取        | C <sub>18</sub> Mega Bond Elut 柱 | GC-NPD | DB-17 或 DB-1701 柱 | 0.01 mg/kg                                                   |
| 2  | EPA Method 645 (1993)            | 城市和工业废水 | 甲草胺、丁草胺等       | 二氯甲烷                  | Florisil 小柱                      | GC-NPD | DB-17/DB-1701     | /                                                            |
| 3  | EPA Method 525.1 (1995)          | 饮用水     | 甲草胺、丁草胺、异丙甲草胺等 | C <sub>18</sub> 固相萃取盘 | Silica 小柱                        | GC-MS  | DB-5MS 或等效柱       | 甲草胺<br>0.044 µg/L<br>丁草胺<br>0.025 µg/L<br>异丙草胺<br>0.074 µg/L |
| 4  | EPA Method 505 (1989)            | 水质      | 甲草胺等           | 微波萃取, 己烷              | /                                | GC-MS  | DB-1 或等效柱         | 甲草胺<br>0.225 µg/L                                            |
| 5  | EPA Method 525.2 (1991)          | 饮用水     | 甲草胺等           | C <sub>18</sub> 固相萃取盘 | /                                | GC-MS  | DB-5MS 或等效柱       | 甲草胺<br>0.16 µg/L                                             |
| 6  | EPA Method 508.1 (1995)          | 饮用水和地下水 | 甲草胺、丙草胺等       | C <sub>18</sub> 固相萃取盘 | /                                | GC-ECD | DB-5 或等效柱         | 甲草胺<br>0.093µg/L<br>异丙甲草胺<br>0.012 µg/L                      |
| 7  | EPA Method 507 (1995)            | 水质      | 甲草胺、丁草胺、异丙     | 二氯甲烷                  | /                                | GC-NPD | DB-5 或等效柱         | 甲草胺<br>0.14 µg/L                                             |

| 序号 | 标准名称                    | 介质            | 目标物             | 提取                                                                                   | 净化                    | 检测仪器                | 色谱柱                | 方法检出限                                  |
|----|-------------------------|---------------|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|---------------------|--------------------|----------------------------------------|
|    |                         |               | 甲草胺等            |                                                                                      |                       |                     |                    | 丁草胺<br>0.12 µg/L<br>异丙甲草胺 0.19<br>µg/L |
| 8  | EPA Method 632.1 (1993) | 城市和工业废水       | 敌稗等             | 二氯甲烷                                                                                 | /                     | HPLC-UV             | C <sub>18</sub> 柱  | 0.01 µg/L                              |
| 9  | EPA Method 551.1 (1995) | 饮用水、水源水和洁净地表水 | 甲草胺、丙草胺、异丙甲草胺等  | 液液萃取, 甲基叔丁基醚、戊烷                                                                      | /                     | GC-ECD              | DB-1 和 Rtx-1701 双柱 | 甲草胺<br>0.025 µg/L<br>异丙草胺<br>0.024µg/L |
| 10 | EPA Method 8085 (2007)  | 液体、固体         | 甲草胺等            | 液体样品: 二氯甲烷液液萃取 (EPA3510、EPA 3520) 等<br>固体样品: EPA3500 系列, 正己烷-丙酮 (1+1) 或二氯甲烷-丙酮 (1+1) | /                     | GC-AED              | DB-5、DB-17 或等效柱    | 甲草胺<br>0.20 ng/µL                      |
| 11 | 日本《地表水环境质量标准》附表 5       | 水和废水          | 杀草丹等            | 液液萃取: 二氯甲烷<br>固相萃取: 丙酮                                                               | 弗罗里硅土柱、硅胶柱, 35%乙醚的正己烷 | GC-MS、GC-FID、GC-NPD | /                  | /                                      |
| 12 | 日本肯定列表食品中农业化学品残留检测方法    | 食品、饲料添加剂和兽药   | 敌稗、甲草胺、乙草胺、异丙甲草 | 振荡萃取, 肌肉、脂肪、肝脏、肾脏和鱼贝类样品使用                                                            | GCB/酰胺丙基甲基硅烷基化硅胶柱,    | GC-MS               | DB-5MS             | 敌稗 0.13<br>ng<br>甲草胺                   |

| 序号 | 标准名称                          | 介质                  | 目标物               | 提取                    | 净化                                                                       | 检测仪器             | 色谱柱              | 方法检出限                                                            |
|----|-------------------------------|---------------------|-------------------|-----------------------|--------------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|------------------------------------------------------------------|
|    |                               |                     | 胺、丁草胺、异丙草胺等 223 种 | 丙酮:正己烷 (1+2) , 其他使用乙腈 | 乙腈-甲苯 (3+1) 洗脱; 乙二胺正丙基甲硅烷基化硅胶柱, 丙酮-正己烷 (1+1) 洗脱; GPC 净化, 丙酮-环己烷 (1+4) 洗脱 |                  |                  | 0.002 ng<br>乙草胺<br>0.007 ng<br>异丙甲草胺 0.001 ng<br>丁草胺<br>0.001 ng |
| 13 | AOAC Official Method 2007. 01 | 葡萄、莴苣和桔子            | 含敌稗等 25 种农药       | 振荡萃取, 乙腈              | 分散固相萃取 (含 150 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA/ml)                                     | GC-MS 或 LC-MS/MS | GC-MS 使用 DB-35MS | 0.01 mg/kg                                                       |
| 14 | BS EN 15662:2008              | 水果、蔬菜、谷物及由植物加工而成的食品 | 含敌稗等多种农药          | 振荡萃取, 乙腈              | 分散固相萃取 (PSA、GCB、C <sub>18</sub> )                                        | GC-MS 或 LC-MS/MS | GC-MS 使用 DB-35MS | 0.01 mg/kg                                                       |

### 3.2 国内相关标准分析方法

目前我国涉及酰胺类农药的测试标准主要集中在对相关食品 and 水中酰胺类农药的测定, 如 GB/T 5009.177-2003、GB/T 5009.218-2008、GB/T 19648-2006、GB/T 20771-2006、GB/T 23214-2008 和 SN/T 1605-2005、GB 5749-2006 等, 汇总于表 3-2。

在样品提取方面, 上述方法涉及振荡、高速均质提取、匀浆提取、C<sub>18</sub> 柱富集等, 由于食品和水有别于土壤和沉积物基质, 所以上述提取方法对于土壤和沉积物的提取参考意义不大。

在净化方面, 上述方法涉及弗罗里硅土柱、氨基柱、C<sub>18</sub> 柱、活性炭等固相小柱净化, 凝胶色谱净化等, 这些净化方法为常用的净化方法, 均可作为本标准的参考净化方法。

在仪器检测方面, 上述方法涉及气相色谱 (ECD、FID 检测器)、气相色谱-质谱联用仪、液相色谱质谱联用仪, 本标准的仪器检测方法为气相色谱质谱联用仪, 因此重点参考 GB/T 19648-2006 和 GB/T 5009.218-2008 中的仪器分析方法。

### 3.3 国内外文献报道相关分析方法

#### 3.3.1 国外文献报道相关分析方法

国外文献中鲜有专门研究土壤和沉积物中酰胺类农药的检测分析方法的文章, 一般都是研究某一类农药或有机物的检测分析方法时涉及几种酰胺类农药, 其中较为典型的报道归纳于表 3-3 中。

1998 年, 巴西马拉尼昂联邦大学的 Damia 和 Teresa 在 Environmental Science and Technology 发表了题为 Rapid degradation of propanil in rice crop fields 的文章, 介绍了种植农作物的土壤中敌稗的测定方法: 以甲醇为提取溶剂, 经索氏提取后, 弗罗里硅土柱净化, 正己烷-乙酸乙酯(1+1)作淋洗剂洗脱, 浓缩, 转溶剂为乙腈, 利用高效液相色谱分析(DAD), 方法检出限为 0.01 mg/kg。

2010 年, 西班牙环境评估中心和水研究所的 Silvia 和 Alicia 在 Journal of Hydrology 上发表的文章 Occurrence and transport of PAHs, pesticides and alkylphenols in sediment samples along the Ebro River Basin 提到利用加压流体萃取仪(PLE)提取沉积物中的酰胺类农药, 提取溶剂为正己烷-二氯甲烷(1+1)。

2013 年, 德国学者 Pham Van Toan 在 Science of the Total Environment 上发表的文章 Pesticide management and their residues in sediments and surface and drinking water in the Mekong Delta, Vietnam 中提到土壤和沉积物中酰胺类农药的检测分析方法为: 土壤和沉积物经冷冻干燥后, 取适量样品, 以丙酮-二氯甲烷-水(2+2+1)为提取溶剂, 振荡提取 4 小时, 用二氯甲烷萃取提取液中有机物, 然后经 Florisil 柱净化, GC-MS 测定。

此外, 法国学者 Capdebille 等人指出, 对于痕量分析而言, 为了取得可信的结果, 样品处理时的各种空白实验和回收率结果同等重要, 方法开发时需要加标回收实验, 在样品分析时需做一定数量的平行样。

表 3-2 国内酰胺类农药检测的相关标准分析方法

| 序号 | 方法名称                                                      | 介质       | 目标物                      | 提取                  | 净化                                                    | 仪器       | 检出限            |
|----|-----------------------------------------------------------|----------|--------------------------|---------------------|-------------------------------------------------------|----------|----------------|
| 1  | GB/T 5009.177-2003 大米中敌稗残留量的测定                            | 大米       | 敌稗                       | 丙酮、振荡、提取液经石油醚萃取     | Florisil 柱                                            | GC-ECD   | 0.0004 mg/kg   |
| 2  | GB/T 5009.218-2008 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定                       | 水果蔬菜     | 敌稗、乙草胺、甲草胺、杀草丹、丙草胺、丁草胺等  | 丙酮、高速均质提取           | GPC、活性炭                                               | GC-MS    | 0.20 mg/kg     |
| 3  | GB/T 19648-2006 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法        | 水果蔬菜     | 敌稗、丁草胺、甲草胺、乙草胺等          | 乙腈、匀浆提取             | Envi-18 柱<br>Envi-Carb 柱<br>Sep-Pak NH <sub>2</sub> 柱 | GC-MS    | 0.0125 mg/kg   |
| 4  | GB/T 20771-2008 蜂蜜中 420 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法        | 蜂蜜       | 敌稗、乙草胺、丁草胺、杀草丹、氯甲酰草胺等    | 二氯甲烷                | Envi-Carb 柱串联<br>Sep-Pak NH <sub>2</sub> 柱            | LC/MS/MS | 0.89 µg/kg     |
| 5  | GB/T 23214-2008 饮用水中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法       | 饮用水      | 敌稗、甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、杀草丹等  | 乙酸乙酯、乙腈振荡提取         | Sep-Pak Vac 柱                                         | LC/MS/MS | 2.16 µg/L      |
| 6  | SN/T 1605-2005 进出口植物性产品中氰草津、弗草隆、莠去津、敌稗、利谷隆残留量检验方法 高效液相色谱法 | 植物性产品    | 敌稗等                      | 乙腈均质提取              | C <sub>18</sub> 柱                                     | LC/MS/MS | 0.01 mg/kg     |
| 7  | NY/T 1728-2009 水体中甲草胺等六种酰胺类农药的多残留测定 气相色谱法                 | 水体       | 甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、异丙甲草胺、敌稗 | C <sub>18</sub> 柱富集 | 丙酮-正己烷 (1+1) 洗脱                                       | GC-ECD   | 0.02~0.05 µg/L |
| 8  | 《酰胺类农药工业水污染物排放标准》附录 A~C(征求意见稿)                            | 工业废水和地面水 | 甲草胺、乙草胺、丁草胺              | 石油醚                 | /                                                     | GC-FID   | 0.01 mg/L      |

表 3-3 国外文献报道酰胺类农药检测的相关分析方法

| 序号 | 介质       | 目标物            | 提取         | 提取溶剂              | 净化                               | 仪器       | 检出限        | 参考文献                                        |
|----|----------|----------------|------------|-------------------|----------------------------------|----------|------------|---------------------------------------------|
| 1  | 沉积物      | 敌稗             | PLE        | 正己烷-二氯甲烷 (1+1)    | /                                | GC-MS    | 1.14 µg/kg | J. Hydrol. 2010, 383:5-17.                  |
|    |          | 甲草胺            |            |                   |                                  |          | 0.39 µg/kg |                                             |
| 2  | 稻田土壤     | 敌稗             | 索氏提取       | 甲醇                | Florisil 柱<br>正己烷-乙酸乙酯 (1+1)     | LC(DAD)  | 0.01 mg/kg | Environ. Sci. Technol. 1998, 32: 3479-3484. |
| 3  | 沉积物      | 敌稗             | PLE        | 丙酮-二氯甲烷 (1+1)     | HLB<br>甲醇-二氯甲烷 (1+1)             | LC-MS/MS | 0.22 ng/g  | J. Chromatography. A 2013, 1305:176-187.    |
|    |          | 异丙甲草胺          |            |                   |                                  |          | 0.08 ng/g  |                                             |
|    |          | 甲草胺            |            |                   |                                  |          | 0.36 ng/g  |                                             |
| 4  | 土壤和沉积物   | 敌稗             | 振荡         | 丙酮-乙酸乙酯-水 (2+2+1) | LLE - Florisil 柱                 | GC-MS    | /          | Sci. Total Environ. 2013, 452: 28-39.       |
|    |          | 丙草胺            |            |                   |                                  |          |            |                                             |
|    |          | 丁草胺            |            |                   |                                  |          |            |                                             |
| 5  | 沉积物      | 甲草胺            | PLE        | 丙酮-二氯甲烷 (1+1)     | GCB, 甲酸酸化的二氯甲烷-甲醇(8+2) (pH 2-3)) | LC-MS/MS | /          | J. Hydrol. 2010, 383: 52-61.                |
|    |          | 异丙甲草胺          |            |                   |                                  |          |            |                                             |
|    |          | 敌稗             |            |                   |                                  |          |            |                                             |
| 6  | 地表水 (河水) | 甲草胺、异丙甲草胺等     | C-18 固相萃取盘 | /                 | /                                | GC-MS    | /          | J. Chromatography A, 2002, 963: 107-116     |
| 7  | 排水沟水     | 甲草胺、乙草胺、异丙甲草胺等 | SPME-PDMS  | /                 | /                                | GC-MS    | /          | Environ. Pollution. 2008, 152: 239-244.     |
| 8  | 水样       | 丁草胺、敌稗等        | SPME-PDMS  | /                 | /                                | GC-MS    | /          | Forensic Sci. Int. 1999, 103: 217-226.      |
| 9  | 水样       | 甲草胺、乙草胺、异丙甲草胺等 | C-18 固相萃取盘 | /                 | /                                | GC-MS    | /          | Environ. Sci. Technol. 2000, 248: 115-122.  |

### 3.3.2 国内文献报道分析方法

除了国内酰胺类农药检测的标准分析方法外，文献中也有酰胺类农药检测的相关报道。样品类型包括水、水稻、大米、土壤、烟草、马铃薯等，检测所用仪器有气相色谱仪（ECD、FID、NPD 检测器）、气相色谱-质谱仪、液相色谱仪、液相色谱-质谱联用仪等。酰胺类农药提取过程中常用的提取剂有丙酮、正己烷、甲苯、石油醚、乙腈、二氯甲烷、乙酸乙酯等；固体样品提取方式主要是振荡或涡旋；净化方法有液液分配法、弗罗里硅土柱法、分散固相萃取法等。国内有关酰胺类农药的分析测定方法的文献较少，且部分研究年限久远，参考意义不大，表 3-4 归纳的是部分有代表性的相关报道。

表 3-4 国内文献报道酰胺类农药检测的相关分析方法

| 序号 | 介质   | 目标物              | 提取 | 溶剂 | 净化                 | 仪器     | 检出限<br>(mg/kg) | 参考文献                           |
|----|------|------------------|----|----|--------------------|--------|----------------|--------------------------------|
| 1  | 稻田土壤 | 敌稗               | 振荡 | 乙腈 | /                  | GC-ECD | 0.005          | 农药. 2011, 50(9): 665-667.      |
| 2  | 烟田土壤 | 敌稗               | 振荡 | 乙腈 | Florisil 柱         | GC-ECD | 0.01           | 烟草化学. 2010, 12(281): 43-45.    |
| 3  | 大米   | 敌稗               | 振荡 | 丙酮 | Florisil 柱         | GC-ECD | 0.002          | 中国食品卫生杂志. 2002, 14(2): 9-11.   |
| 4  | 土壤   | 乙草胺、             | 超声 | 丙酮 | 无                  | GC-ECD | /              | 化学试剂. 2010, 32(12): 1103-1107. |
| 5  | 大米   | 敌稗               | 振荡 | 乙腈 | QuEChERS           | GC-MS  | /              | 中国食品学报. 2010, 10(2): 214-220.  |
| 6  | 马铃薯  | 丁草胺、敌稗           | 振荡 | 乙腈 | QuEChERS (PSA+GCB) | GC-MS  | 0.001~0.002    | 农药. 2009, 10(48): 749-753.     |
| 7  | 大豆   | 敌稗、异丙甲草胺、丙草胺、丁草胺 | 振荡 | 丙酮 | Florisil 柱         | LC     | 0.001~0.007    | 色谱. 2006, 24(6): 585-588.      |

3.4 国内外相关分析方法与本标准的联系

本标准在土壤和沉积物前处理方法上参考了国内外相关分析方法并进行了优化，样品的提取部分主要参考了 EPA Method 8085、US EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90，以索氏提取法为基准，并选取相关方法中应用较为普遍的加压流体萃取法进行提取条件的优化；样品的净化部分参考了 EPA 3660 进行脱硫(主要针对沉积物)，选取相关方法中涉及的氨基柱、弗罗里硅土小柱、硅胶柱等固相萃取小柱进行净化条件的优化；仪器分析部分主要选取了相关方法中涉及的 DB-5MS 柱和 DB-35MS 柱进行了仪器分析条件的优化。

4. 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订的基本原则

本标准方法制修订过程中严格遵守《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010），以下为本标准制修订的基本原则：

- （1）本标准的编制原则是既参考国内外现有的土壤、沉积物、水果、蔬菜、大米等介质中酰胺类农药的监测分析技术，又考虑国内现有监测机构的监测能力和实际情况，方法的检出限达到国内外同类方法的同等水平，能够满足环保工作的要求。
- （2）制定的方法必须准确可靠，能够满足各项方法特性指标的要求。方法标准具有一定的科学性、先进性、可行性和可操作性，易于推广使用。

4.2 标准制修订的技术路线

针对土壤和沉积物中敌稗等酰胺类农药在实际检测过程中可能遇到的问题，根据标准适用性的基本原则，制定以下技术路线图 4-1。

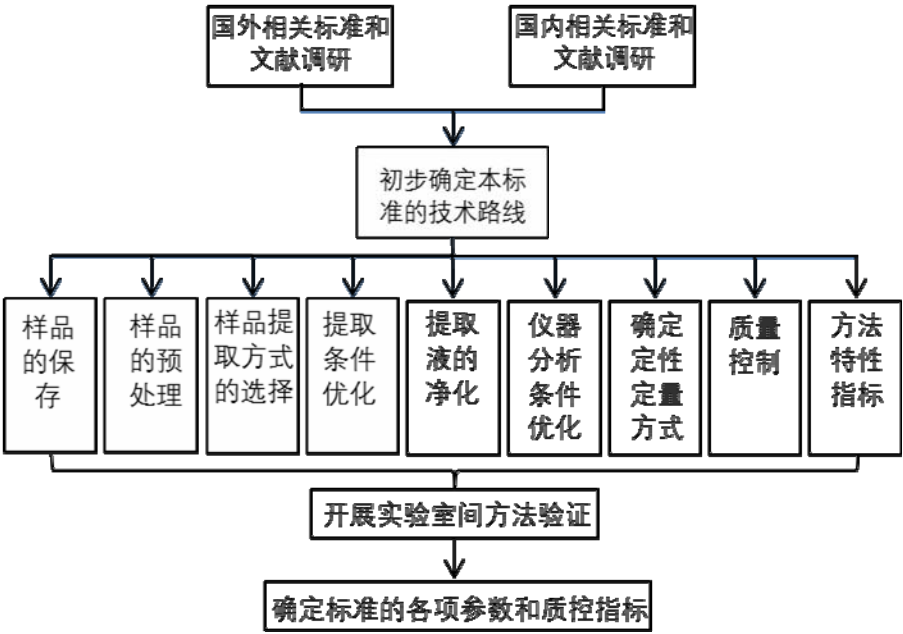


图 4-1 本标准制订的技术路线图

## 5. 方法研究报告

### 5.1 方法研究的目标

#### 5.1.1 方法标准适用的环境要素

本方法适用的环境要素包括土壤和沉积物。

#### 5.1.2 目标化合物的确定

酰胺类农药具有广谱性、效果好、价格低、使用方便等优点，是目前生产应用较为广泛的一类除草剂，且使用面积逐年扩大，氯代乙酰胺类占据主导地位。常见的氯代乙酰胺类农药有甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺、敌稗、杀草丹等，占据该类除草剂总产量的 96% 以上。

为与泰安市环境保护监测站目前承担的《水质 酰胺类除草剂的测定 气相色谱-质谱法》（编号：2014-47）环境保护标准中的目标化合物保持一致；又鉴于目前国内酰胺类农药生产状况及国内外相关的质量标准和排放标准，本标准拟将酰胺类农药目标化合物确定为甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺、敌稗、杀草丹，该名单也符合开题论证委员会专家组给出的意见与建议。

#### 5.1.3 本标准拟达到的特性指标

（1）US EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90 中，土壤中敌稗的检出限为 0.01 mg/kg，但该方法中使用的检测仪器为 GC（NPD），灵敏度较高，本方法采用的检测仪器为 GC-MS，《土壤环境质量标准》（2008 年征求意见稿）中规定农用地土壤中敌稗的限值为 0.10 mg/kg，为满足其监测要求，本方法对土壤和沉积物中 8 种酰胺类农药的检出限须不超过 0.02 mg/kg。

（2）准确度要求：目标化合物回收率 50% ~ 130%。

（3）精密度：三种浓度水平的平行测试结果（≥6 次）相对标准偏差 ≤ 30%。

### 5.2 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）提取，根据样品基体干扰情况选择合适的净化方法去除干扰物，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。

### 5.3 试剂和材料

#### 5.3.1 标准物质

本标准项目中所有酰胺类标准物质包含甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺、敌稗、杀草丹，保存方式参见标准溶液证书的相关说明。标准使用液的保存时间通过具体实验结果确定。

将 8 种酰胺类农药的标准贮备液，经过丙酮-正己烷混合溶剂（5+95）稀释配制成 100 mg/L 的使用液，在 4 °C 下避光冷藏，密封保存，每隔一段时间测定其浓度值，根据测定结

果绘制浓度随时间变化的曲线，浓度下降 10%的时间点即为 8 种酰胺类农药使用液的保存时间。结果如图 5-1 所示。

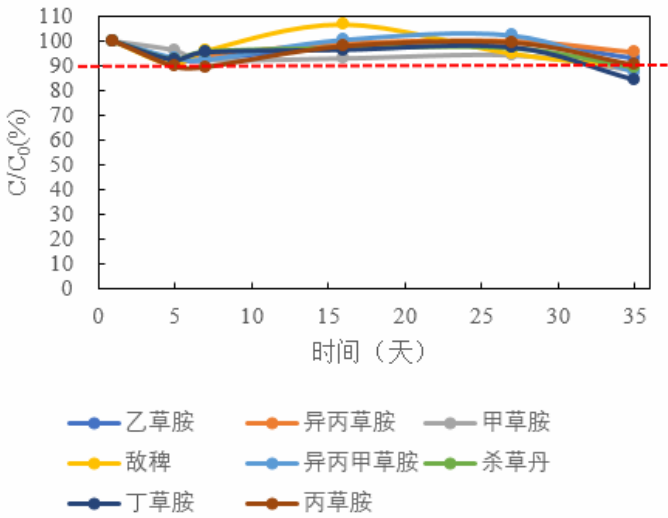


图 5-1 酰胺类农药标准使用液的浓度变化趋势图

由上图可知，在 30 天内，8 种酰胺类农药标准使用液的浓度下降率都在 10%以内，因此，标准使用液的保存时间至少为 1 个月。

### 5.3.2 干燥剂

用作干燥剂的无水硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) 或硅藻土均为分析纯，使用前应置于马弗炉中 400 °C 烘 4 h，以排除干扰物和水分，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。

### 5.3.3 固相萃取柱

土壤或沉积物样品中可能含有极性较强的酚类色素和腐殖酸、中等极性的黄酮类色素和极性较弱的脂肪等。通过国内外分析方法标准和文献调研，用于净化酰胺类农药样品提取液的固相萃取柱涉及弗罗里硅土柱、硅胶柱、氨基柱，本方法比较了这 3 种固相萃取小柱的净化效果。实验中可根据样品基质复杂程度和干扰物情况选择合适的固相萃取柱对提取液净化。

## 5.4 仪器和设备

### 5.4.1 气相色谱-质谱仪

气相色谱-质谱仪应具毛细管柱和分流/不分流进样口，可程序升温，EI 源。通过国内外标准分析及文献调研，酰胺类农药的气相色谱分离多使用填料为 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷，柱长 30 m，色谱柱为内径 0.25 mm 的熔融石英毛细管柱，液膜厚度 0.25  $\mu\text{m}$  (DB-5 MS) 和填料为 35% 苯基-65% 甲基聚硅氧烷，柱长 30 m，色谱柱为内径 0.25 mm 的熔融石英毛细管柱，液膜厚度 0.25  $\mu\text{m}$  (DB-35 MS)，本方法通过比较这两种规格色谱柱的分离效果推荐使用其中合适的色谱柱或具有同等分离效果的色谱柱。

### 5.4.2 提取装置

通过前期调研可知，固体样品中酰胺类农药的提取方式主要包括加压流体萃取法、索氏提取法、振荡萃取法、超声萃取法和微波萃取法。本标准以索氏提取法为基准，选取目前土

壤和沉积物提取较方便快捷且使用较广泛的加压流体萃取法作比较，优化样品的提取方法。其他方法经过验证也可用于土壤和沉积物中酰胺类农药的提取。

5.4.3 浓缩装置

目前常见的液体浓缩装置包括氮吹仪、旋转蒸发仪、平行蒸发仪、K-D 浓缩仪等。其中氮吹仪最为普及，但需要有氮气流量调节功能，以保证在小流量氮气条件下目标化合物浓缩有良好的回收率。

5.4.4 其他仪器设备

固相萃取装置：固相萃取仪，可通过真空泵调节流速。  
马弗炉。  
一般实验室常用仪器和设备。

5.5 样品

5.5.1 样品的采集与保存

按照 HJ/T 166 的相关规定采集和保存土壤样品，按照 GB 17378.3、GB 17378.5、HJ 494、HJ 495 和 HJ/T 91 的相关规定采集和保存沉积物样品。  
样品采集后，应于洁净的棕色磨口玻璃瓶中保存，运输过程中应避光、密封、4℃以下冷藏，尽快运回实验室分析。有文献<sup>[29]</sup>报道，敌稗在自然土壤环境中易被酶分解为 3,4-二氯苯胺，酶在常温下活性较高，在低温条件下易失活，风干处理是在常温状态下进行，所需时间较长，不适合处理此类化合物，如暂不能分析的样品，应在 4℃以下避光保存。新鲜样品保存时间和样品提取液保存时间可根据具体实验结果确定。

5.5.2 样品的保存时间

5.5.2.1 土壤样品的保存时间

称取 40 份 10 g 新鲜土壤样品，分别加标 5.0 μg，于 4℃下避光保存，每隔 1~2 天取 4 份样品分析测定，做出浓度随时间变化的曲线，浓度下降 15%~20%的时间点即为目标物在新鲜土壤样品中的保存时间，结果如图 5-2 所示。

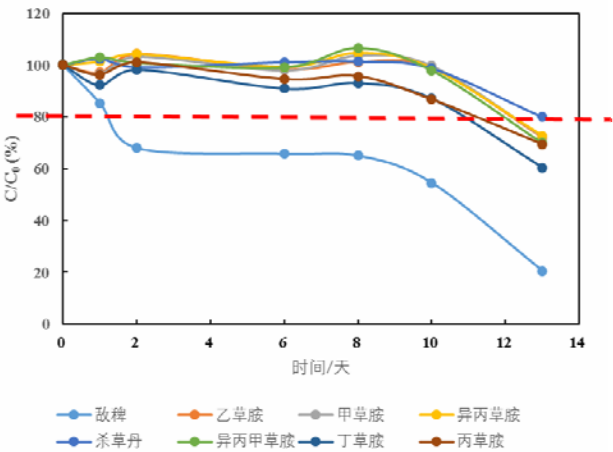


图 5-2 目标物在新鲜土壤样品中浓度变化趋势图

由图可知，敌稗与其他几种酰胺类农药在土壤样品中的浓度变化明显不同，样品保存 1 天后，敌稗的含量损失约为 18%，当保存时间为 2 天时，其浓度下降率高达 35%，但从第 3 天开始，敌稗在土壤中的含量达到一个平衡，直到第 8 天才开始迅速下降，说明敌稗在新鲜土壤中的保存时间为 1~2 天，这也与文献<sup>[29]</sup>报道的在自然土壤环境中，敌稗的半衰期为 1.73 天的结论相一致；除敌稗外的 7 种酰胺类农药在土壤中的浓度变化趋势基本一致，保存时间为 10 天以内时，乙草胺、甲草胺、异丙草胺、杀草丹和异丙甲草胺的含量损失均约为 10%，丁草胺和丙草胺的含量损失约为 15%；土壤样品保存至 12 天时，除敌稗外的 7 种酰胺类农药的含量损失在 20%~40%之间。因此，敌稗在新鲜土壤中的保存时间为 1~2 天，其他 7 种酰胺类农药在新鲜土壤中的保存时间约为 10 天。

### 5.5.2.2 提取液样品保存时间

取 80 ml 土壤提取液，加标 400  $\mu\text{g}$ ，混匀，并于 4℃ 下避光保存，每隔 2~3 天取 4 份样品分析测定，做出浓度随时间变化的曲线，浓度下降 15%~20%的时间点即为目标物在提取液中的保存时间，结果如图 5-3 所示。

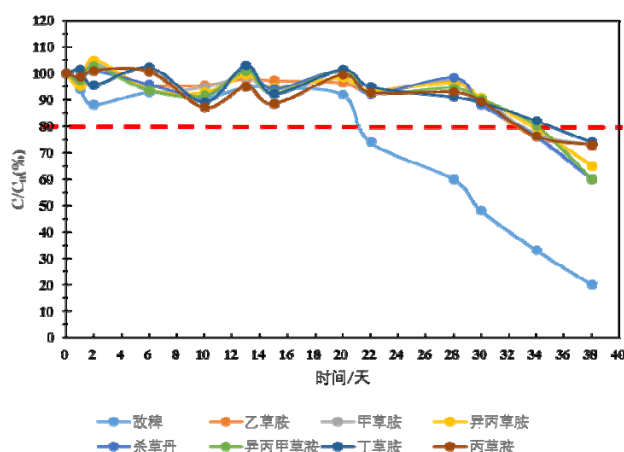


图 5-3 目标物在提取液中浓度变化趋势图

由图可知，当提取液样品保存至第 20 天时，敌稗的含量开始显著下降，说明敌稗在提取液中的最佳保存期约为 20 天；其他 7 种酰胺类农药的含量变化趋势基本一致，当样品保存至第 30 天时，除草剂含量损失达 10%，到第 34 天时，除丁草胺和异丙甲草胺外，其他 5 种酰胺类农药的含量损失均大于 20%，说明这 7 种酰胺类农药在提取液中的保存时间约为 30 天。

### 5.5.3 样品的预处理

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。

冷冻干燥法：取适量混匀后样品，放入真空冷冻干燥仪中干燥脱水。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。

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，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，则用粒状硅藻土代替无水硫酸钠脱水研磨。

另取一份样品进行水分的测定。按照 HJ 613 测定土壤样品干物质含量，按照 GB 17378.5 测定沉积物样品含水率。

5.6 分析步骤

5.6.1 试样的提取

目前，农药残留分析前处理中已报道的提取方法有：索氏提取(SOX)、超临界流体萃取(SFE)、加压流体萃取、微波辅助萃取(MAE)、超声辅助萃取(UE)及振荡提取。其中加压流体萃取(Accelerated Solvent Extraction 或 Pres-surized Liquid Extraction, ASE 或 PLE)为农药的残留分析提供了省时、省溶剂、安全、自动化的萃取技术；索氏提取是经典的固体样品萃取方式，被认为是最稳定的固体样品萃取方法；本研究对比了土壤中酰胺类农药经索氏提取和加压流体萃取两种提取方法的效果。

5.6.1.1 索氏提取

称取约 10 g 土壤或沉积物样品（精确到 0.01 g）（加标 5 μg）加入无水硫酸钠研磨分散后全部转移至萃取纸质套筒中，开启加热装置，用 200 ml 溶剂抽提一段时间（从回流状态开始时计算）。将提取液通过无水硫酸钠收集于玻璃氮吹管中，在 35℃ 下氮吹浓缩，转换溶剂为正己烷，并浓缩至约 0.5 ml，加入 20 μl 氘代菲内标使用液（50 mg/L），定容至 1 ml，混匀后转入 2 ml 样品瓶中，GC-MS 测定。每个样品平行分析 3 次，结果取 3 次实验的平均值。

（1）提取溶剂的选择

参照美国 EPA EN-CAS Method NO.ENC-4/90 方法、GB/T 5009.177-2003 及通过国内外文献调研，酰胺类农药使用的提取溶剂主要涉及甲苯、正己烷、二氯甲烷、丙酮、乙腈、和水。其中甲苯毒性较强，乙腈、水浓缩或转溶剂耗时太长，不予使用。其他 3 种溶剂组合成 3 种体系，即正己烷-丙酮（1+1）、二氯甲烷-丙酮（1+1）、正己烷-二氯甲烷（1+1），比较提取效果，最终确定 1 种体系，抽提时间统一为 15 h，结果如表 5-1 所示。由于土壤是个复杂体系，其表面带有电荷，呈极性，完全采用非极性的正己烷很难进入较小的土壤孔隙，加入一定量的丙酮可以增加提取溶剂的极性，可将土壤表面和孔隙中的农药提取出来。当正己烷-丙酮（1+1）作为提取剂时，8 种酰胺类农药的平均回收率为 74%~106%，高于另外两种提取体系的回收率。因此，选择丙酮-正己烷（1+1）混合溶剂作为提取溶剂。

表 5-1 不同提取溶剂体系下的索氏提取回收率（%）

| 目标化合物 | 二氯甲烷-丙酮（1+1） |     | 正己烷-丙酮（1+1） |     | 正己烷-二氯甲烷（1+1） |     |
|-------|--------------|-----|-------------|-----|---------------|-----|
|       | 平均值（n=3）     | RSD | 平均值（n=3）    | RSD | 平均值（n=3）      | RSD |
| 敌稗    | 70           | 4.7 | 85          | 8.6 | 54            | 30  |

| 目标化合物 | 二氯甲烷-丙酮（1+1） |     | 正己烷-丙酮（1+1） |     | 正己烷-二氯甲烷（1+1） |     |
|-------|--------------|-----|-------------|-----|---------------|-----|
|       | 平均值（n=3）     | RSD | 平均值（n=3）    | RSD | 平均值（n=3）      | RSD |
| 乙草胺   | 101          | 8.2 | 106         | 7.9 | 81            | 26  |
| 甲草胺   | 72           | 24  | 82          | 18  | 53            | 31  |
| 异丙草胺  | 82           | 8.7 | 86          | 7.7 | 67            | 25  |
| 杀草丹   | 83           | 8.5 | 90          | 8.1 | 70            | 25  |
| 异丙甲草胺 | 83           | 9.0 | 89          | 8.2 | 68            | 23  |
| 丁草胺   | 88           | 10  | 94          | 7.5 | 74            | 23  |
| 丙草胺   | 88           | 9.5 | 95          | 7.9 | 74            | 23  |
| 回收率范围 | 70~101       |     | 82~106      |     | 53~81         |     |

#### （2）抽提时间的影响

本次考察了抽提时间分别为 3h、6h、9h、12h、15h 和 18h 下的索氏提取效果，选取的提取溶剂为丙酮-正己烷（1+1），每小时循环 4 ~ 6 次，结果如表 5-2 所示，随着抽提时间的加长，提取回收率呈现先增加后基本保持不变的趋势，当抽提时间为 15 h 时回收率达到稳定值，即抽提时间为 15 h 以上即可。

表 5-2 不同抽提时间下的索氏提取回收率（%）（n=3）

| 目标化合物 | 3 小时  |     | 6 小时  |     | 9 小时  |     | 12 小时 |     | 15 小时  |     | 18 小时  |     |
|-------|-------|-----|-------|-----|-------|-----|-------|-----|--------|-----|--------|-----|
|       | 平均值   | RSD | 平均值   | RSD | 平均值   | RSD | 平均值   | RSD | 平均值    | RSD | 平均值    | RSD |
| 敌稗    | 30    | 28  | 31    | 26  | 48    | 11  | 65    | 9.8 | 85     | 8.6 | 88     | 6.7 |
| 乙草胺   | 64    | 19  | 63    | 5.3 | 67    | 10  | 96    | 11  | 106    | 7.9 | 103    | 8.6 |
| 甲草胺   | 55    | 28  | 43    | 7.1 | 36    | 18  | 73    | 18  | 82     | 18  | 81     | 6.2 |
| 异丙草胺  | 53    | 18  | 51    | 4.6 | 55    | 10  | 79    | 11  | 86     | 7.7 | 84     | 8.5 |
| 杀草丹   | 58    | 13  | 54    | 4.1 | 71    | 10  | 85    | 9.4 | 90     | 8.1 | 86     | 8.8 |
| 异丙甲草胺 | 58    | 16  | 55    | 4.0 | 61    | 10  | 80    | 11  | 89     | 8.2 | 86     | 9.2 |
| 丁草胺   | 63    | 7   | 57    | 4.5 | 92    | 8.4 | 86    | 11  | 94     | 7.5 | 90     | 8.4 |
| 丙草胺   | 64    | 11  | 59    | 5.6 | 95    | 9.4 | 86    | 11  | 95     | 7.9 | 92     | 8.1 |
| 回收率范围 | 30~64 |     | 31~63 |     | 36~95 |     | 65~96 |     | 82~106 |     | 81~102 |     |

#### 5.6.1.2 加压流体萃取

称取 10 g 土壤或沉积物样品（精确到 0.01 g）（加标 5  $\mu\text{g}$ ），加入适量硅藻土研磨分散后全部转移至萃取池中，预热 5 min，1500 psi 下静态提取 5 min，吹扫 90 s，对萃取溶剂、

提取温度和循环次数进行优化。将提取液经无水硫酸钠除水后，收集于玻璃氮吹管中，在 35℃ 下氮吹浓缩，转换溶剂为正己烷，并浓缩至约 0.5 ml，加入 20 µl 氘代菲内标使用液（50 mg/L），定容至 1 ml，混匀后转入 2 ml 样品瓶中，GC-MS 测定。每个样品平行分析 3 次，结果取 3 次实验的平均值。

（1）萃取溶剂的选择

本次考察了正己烷-丙酮（1+1）、二氯甲烷-丙酮（1+1）、正己烷-二氯甲烷（1+1）三种体系的提取效果，结果如表 5-3 所示。当正己烷:丙酮（1+1）作为提取剂时，8 种酰胺类农药的平均回收率为 74%~97%，高于另外两种提取体系的回收率，这也与索氏提取下不同溶剂体系的萃取回收率结果相一致。

表 5-3 不同提取溶剂体系下的加压流体萃取回收率（%）

| 目标化合物 | 二氯甲烷-丙酮（1+1） |     | 正己烷-丙酮（1+1） |     | 正己烷-二氯甲烷（1+1） |     |
|-------|--------------|-----|-------------|-----|---------------|-----|
|       | 平均值（n=3）     | RSD | 平均值（n=3）    | RSD | 平均值（n=3）      | RSD |
| 敌稗    | 71           | 19  | 91          | 20  | 36            | 18  |
| 乙草胺   | 71           | 13  | 87          | 13  | 65            | 19  |
| 甲草胺   | 70           | 16  | 97          | 14  | 64            | 15  |
| 异丙草胺  | 70           | 14  | 86          | 19  | 66            | 14  |
| 杀草丹   | 73           | 18  | 83          | 16  | 90            | 15  |
| 异丙甲草胺 | 71           | 20  | 74          | 12  | 53            | 20  |
| 丁草胺   | 74           | 10  | 81          | 16  | 80            | 19  |
| 丙草胺   | 73           | 20  | 84          | 18  | 56            | 17  |
| 回收率范围 | 70~74        |     | 74~97       |     | 36~90         |     |

（2）萃取温度的影响

本次考察了 3 种温度条件下的加压流体萃取效果，结果如表 5-4 所示。敌稗和丙草胺的萃取回收率都有随萃取温度升高而升高的趋势，但敌稗的变化趋势较明显，萃取回收率从 66%提升至 91%；其他 6 种酰胺类农药的萃取回收率随萃取温度的升高而呈现先升高后降低的趋势，当萃取温度为 80 ℃时，萃取回收率达到最高。当同时萃取 8 种酰胺类农药时，80℃ 时的萃取平均回收率更为满意，在 71%~107%之间。

表 5-4 不同提取温度下加压流体萃取回收率（%）

| 目标化合物 | 60 ℃     |     | 80 ℃     |     | 100 ℃    |     |
|-------|----------|-----|----------|-----|----------|-----|
|       | 平均值（n=3） | RSD | 平均值（n=3） | RSD | 平均值（n=3） | RSD |
| 敌稗    | 66       | 20  | 71       | 12  | 91       | 19  |

| 目标化合物 | 60 ℃      |     | 80 ℃      |     | 100 ℃     |     |
|-------|-----------|-----|-----------|-----|-----------|-----|
|       | 平均值 (n=3) | RSD | 平均值 (n=3) | RSD | 平均值 (n=3) | RSD |
| 乙草胺   | 79        | 13  | 83        | 11  | 67        | 13  |
| 甲草胺   | 78        | 15  | 78        | 12  | 67        | 17  |
| 异丙草胺  | 79        | 15  | 77        | 15  | 66        | 16  |
| 杀草丹   | 93        | 16  | 107       | 17  | 73        | 20  |
| 异丙甲草胺 | 79        | 17  | 82        | 15  | 74        | 24  |
| 丁草胺   | 85        | 13  | 89        | 15  | 81        | 20  |
| 丙草胺   | 75        | 19  | 78        | 23  | 84        | 16  |
| 回收率范围 | 66~93     |     | 71~107    |     | 66~91     |     |

### (3) 萃取次数的影响

考察了静态萃取 1 次、2 次和 3 次下的加压流体萃取效果。结果表明, 8 种酰胺类农药的萃取回收率随着循环次数的增加而升高, 特别是敌稗的萃取回收率提升明显, 从 69%提升到 90%, 循环 3 次时, 8 种酰胺类农药的萃取回收率均能达到较为满意的结果, 在 82%~94%之间。

表 5-5 不同循环次数下的加压流体萃取回收率 (%)

| 目标化合物 | 1 次       |     | 2 次       |     | 3 次       |     |
|-------|-----------|-----|-----------|-----|-----------|-----|
|       | 平均值 (n=3) | RSD | 平均值 (n=3) | RSD | 平均值 (n=3) | RSD |
| 敌稗    | 69        | 24  | 71        | 12  | 90        | 22  |
| 乙草胺   | 74        | 18  | 83        | 11  | 87        | 20  |
| 甲草胺   | 69        | 14  | 78        | 12  | 86        | 20  |
| 异丙草胺  | 75        | 15  | 77        | 15  | 82        | 15  |
| 杀草丹   | 85        | 13  | 107       | 17  | 94        | 15  |
| 异丙甲草胺 | 72        | 19  | 82        | 15  | 83        | 18  |
| 丁草胺   | 89        | 16  | 89        | 15  | 91        | 17  |
| 丙草胺   | 77        | 15  | 78        | 23  | 83        | 17  |
| 回收率范围 | 69~85     |     | 71~107    |     | 82~94     |     |

#### 5.6.1.3 提取方法的比较

由上述实验结果可知，索氏提取法耗时较长、有机溶剂消耗量偏大，但对目标物的提取效果好且成本相对加压流体萃取法低，是最易被推广的广谱性方法；加压流体萃取法耗时短、提取效果好、自动化程度高、有机溶剂消耗量少，但仪器价格较高。虽然二者各有优缺点，但均对土壤和沉积物中 8 种酰胺类农药有较好的提取效果，均可作为提取方法(表 5-6)。本标准建议采用索氏提取仪、加压流体萃取仪或其他性能相当的设备。

表 5-6 两种提取方式的比较

| 提取方法   | 消耗时间<br>(h) | 消耗有机溶剂体积<br>(ml) | 回收率 (%) | 设备价格<br>(万元)  |
|--------|-------------|------------------|---------|---------------|
| 加压流体萃取 | 约 0.7       | 约 60             | 74~97   | 70 左右<br>(进口) |
| 索氏提取   | ≥15 h       | 约 200            | 72~97   | 1 左右<br>(手动)  |

5.6.2 样品净化

环境样品组成较复杂，经初步处理后仍存有大量的腐殖质、脂肪、色素或其他杂质，不能直接进行色谱分析，需要进一步净化处理。图 5-4 显示净化不彻底、引入干扰杂质太多的色谱图，影响了方法的灵敏度和重现性，造成了酰胺类农药的定性定量困难。此外，净化不完全还会产生基质效应，色谱峰保留时间发生漂移，色谱峰前伸或拖尾，造成定性不准确，且易污染气相系统，对后续样品的测试产生影响。

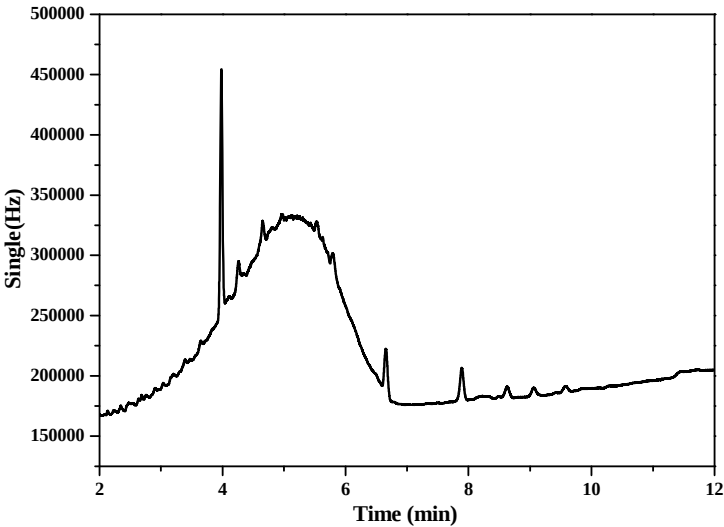


图 5-4 净化不彻底样品测定酰胺类农药的气相色谱图

通过国内外相关标准方法及文献调研可知，涉及的净化方式有脱硫、固相萃取小柱净化。

5.6.2.1 脱硫

沉积物样品提取液中可能含有硫，硫在各种有机溶剂中的溶解度与有机氯和有机磷农药非常相似。因此会贯穿整个提取和净化过程，如果通过净化不能消除硫的干扰，硫会随

着目标物一起被洗脱。本标准方法参考美国环保局标准方法 EPA3660，选择铜粉除硫。样品中含有大量硫的干扰时，可采用活化铜粉去除。提取液加入 1~2 g 铜粉轻轻震荡进行脱硫，待进一步净化。

实验表明一般土壤硫的干扰并不明显，沉积物提取液硫的含量从质谱图上可以看出，需要进行脱硫处理。

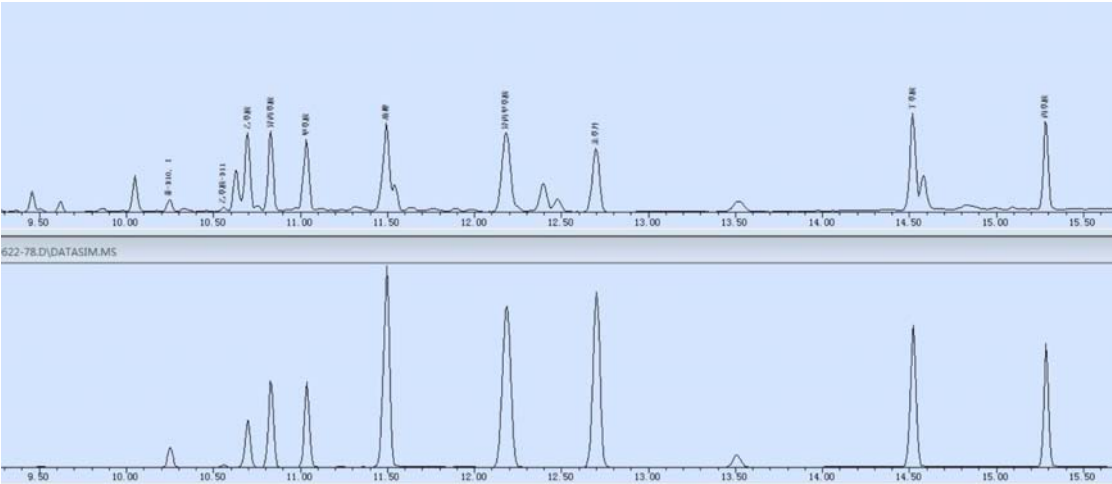
5.6.2.2 固相萃取小柱净化

(1) 固相萃取小柱的选择

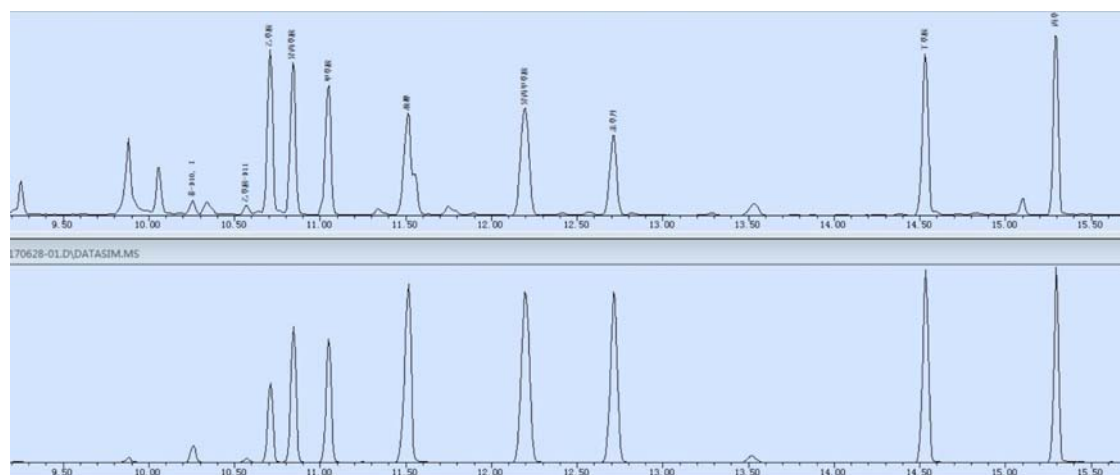
根据国内外标准及文献调研可知，酰胺类农药的净化涉及硅胶柱、弗罗里硅土小柱和氨基柱，本实验选用丙酮-正己烷（5+95）作洗脱剂，考察以上 3 种小柱在 10 ml 淋洗体积时的净化回收率，通过比较，选定合适的小柱作为净化小柱。

3 种净化小柱经丙酮-正己烷（5+95）预淋洗和活化后（每种小柱平行 3 个），分别将加标后的实际土壤提取液（土壤原提取液经测定无目标物，提取液加标浓度为 5.0 mg/L）上样 1 ml，再用 10 ml 丙酮-正己烷（5+95）进行洗脱，洗脱液浓缩转溶剂为正己烷，加入适量内标并定容至 1 ml，上机测定，经固相小柱净化后提取液色谱图如 5-5 所示，8 种酰胺类农药的回收率结果如表 5-7 所示。

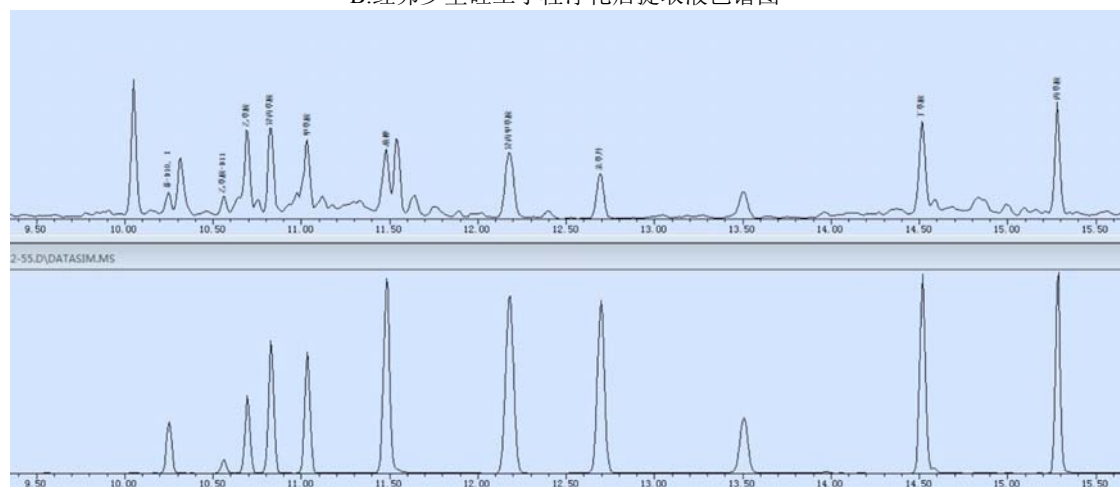
实验结果表明，3 种净化小柱对土壤提取液中的色素类等干扰物都有明显保留，净化后的提取液全扫描色谱图中基线低，杂质峰较少。土壤提取液经氨基小柱、硅胶小柱和弗罗里硅土小柱净化后的回收率分别在 95%~109%、84%~106%和 88%~102%之间。虽然硅胶小柱对异丙草胺的回收率为 84%，较氨基柱和弗罗里硅土小柱的回收率略低，但硅胶小柱对其他 7 种酰胺类农药的回收率均在 90%以上。这 3 种净化小柱的净化效率相当可根据实际情况选择合适的小柱进行净化。



A.经氨基小柱净化后提取液色谱图



B.经弗罗里硅土小柱净化后提取液色谱图



C.经硅胶小柱净化后提取液色谱图

图 5-5 样品经固相萃取小柱净化后色谱图

表 5-7 不同固相柱净化提取液的目标物回收率 (%)

| 目标化合物 | 氨基柱       |      | 硅胶柱       |     | 弗罗里硅土柱    |     |
|-------|-----------|------|-----------|-----|-----------|-----|
|       | 平均值 (n=3) | RSD  | 平均值 (n=3) | RSD | 平均值 (n=3) | RSD |
| 敌稗    | 95        | 5.9  | 106       | 1.9 | 93        | 4.9 |
| 乙草胺   | 103       | 4.8  | 93        | 4.8 | 88        | 5.1 |
| 甲草胺   | 102       | 7.9  | 92        | 8.5 | 96        | 2.8 |
| 异丙草胺  | 102       | 10.2 | 84        | 2.7 | 97        | 6.7 |
| 杀草丹   | 97        | 4.1  | 97        | 9.3 | 90        | 8.3 |
| 异丙甲草胺 | 107       | 5.3  | 99        | 5.4 | 102       | 4.5 |
| 丁草胺   | 103       | 6.6  | 97        | 0.8 | 98        | 0.9 |
| 丙草胺   | 109       | 2.8  | 96        | 3.3 | 97        | 2.3 |
| 回收率范围 | 95~109    |      | 84~106    |     | 88~102    |     |

(2) 洗脱溶剂的选择

根据国内外标准及文献调研可知，酰胺类农药涉及的洗脱剂主要有乙醚、乙腈、正己烷、丙酮、二氯甲烷、甲醇、醋酸。其中，乙醚作为一种麻醉剂，国内鲜有使用；环己烷的性质与正己烷相似；甲醇和乙腈对色素的洗脱能力过强；使用醋酸时浓缩或转溶剂会消耗较长的时间，因而均不作考虑。剩余 3 种溶剂中丙酮的极性较强，二氯甲烷的极性较弱，正己烷为非极性，将其组合成 2 个混合体系，即丙酮-正己烷和二氯甲烷-正己烷，再考察不同配比，即丙酮-正己烷（2+98）、丙酮-正己烷（5+95）、丙酮-正己烷（1+9）、二氯甲烷-正己烷（1+9）、二氯甲烷-正己烷（2+8）、二氯甲烷-正己烷（3+7）的洗脱效果，研究以  $\text{NH}_2$  柱为例。

$\text{NH}_2$  柱经丙酮-正己烷（5+95）预淋洗和活化后，分别将加标后实际土壤提取液（土壤提取液经测定无目标物，提取液加标浓度为 5.0 mg/L）上样 1 ml，以 10 ml 洗脱剂进行洗脱，对目标物的洗脱效果如图 5-6，表 5-8 所示。丙酮-正己烷（2+98）、丙酮-正己烷（5+95）和丙酮-正己烷（1+9）对酰胺类农药的洗脱回收率分别为 67%~85%、95%~109%和 95%~111%，二氯甲烷-正己烷（1+9）、二氯甲烷-正己烷（2+8）和二氯甲烷-正己烷（3+7）对酰胺类农药的洗脱回收率分别为 70%~83%、73%~90%和 77%~88%，说明丙酮-正己烷的洗脱效果整体较二氯甲烷-正己烷体系更好，而丙酮-正己烷（5+95）和丙酮-正己烷（1+9）洗脱效果相当，均在 90%以上。但实验过程中发现，丙酮-正己烷（1+9）在洗脱过程中伴随有色素类干扰物流出，得到的收集液颜色偏深，且色谱图杂峰较多，可能是洗脱剂与其极性相似的色素等干扰物质也一并淋洗了下来，其他洗脱剂均未将填料上保留的色素类干扰物洗脱下来。因此，选择丙酮-正己烷（5+95）作为净化过程中的洗脱剂。

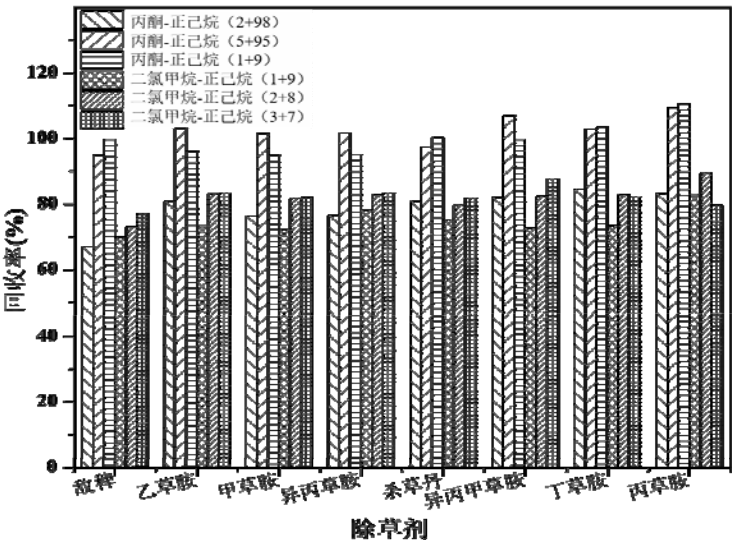


图 5-6 不同洗脱溶剂对目标物的洗脱效果

表 5-8 不同洗脱溶剂对目标物的洗脱回收率 (%)

| 目标化合物 | 丙酮-正己烷<br>(2+98) | 丙酮-正己烷<br>(5+95) | 丙酮-正己烷<br>(1+9) | 二氯甲烷-正<br>己烷 (1+9) | 二氯甲烷-正<br>己烷 (2+8) | 二氯甲烷-正<br>己烷 (3+7) |
|-------|------------------|------------------|-----------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 敌稗    | 67               | 85               | 85              | 70                 | 73                 | 77                 |
| 乙草胺   | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |
| 甲草胺   | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |
| 异丙草胺  | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |
| 禾草丹   | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |
| 异丙甲草胺 | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |
| 丁草胺   | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |
| 丙草胺   | 95               | 109              | 109             | 70                 | 73                 | 77                 |

|       | 平均值<br>(n=3) | RSD | 平均值<br>(n=3) | RSD | 平均值<br>(n=3) | RSD | 平均值<br>(n=3) | RSD | 平均值<br>(n=3) | RSD | 平均值<br>(n=3) | RSD |
|-------|--------------|-----|--------------|-----|--------------|-----|--------------|-----|--------------|-----|--------------|-----|
| 敌稗    | 67           | 5.9 | 95           | 1.5 | 100          | 0.8 | 70           | 3.7 | 73           | 4.6 | 77           | 15  |
| 乙草胺   | 81           | 12  | 103          | 2.9 | 96           | 2.5 | 73           | 5.4 | 83           | 5.2 | 84           | 1.9 |
| 甲草胺   | 76           | 8.7 | 102          | 9.8 | 95           | 2.9 | 72           | 6.6 | 82           | 3.9 | 82           | 8.9 |
| 异丙草胺  | 77           | 3.2 | 102          | 7.2 | 95           | 2.7 | 78           | 8.9 | 83           | 4.7 | 83           | 5.2 |
| 杀草丹   | 81           | 1.9 | 97           | 5.5 | 100          | 4.4 | 75           | 13  | 80           | 8.9 | 82           | 8.1 |
| 异丙甲草胺 | 82           | 12  | 107          | 4.8 | 100          | 6.7 | 73           | 2.8 | 83           | 13  | 88           | 15  |
| 丁草胺   | 85           | 5.9 | 103          | 13  | 104          | 0.7 | 74           | 4.4 | 83           | 3.8 | 82           | 5.6 |
| 丙草胺   | 83           | 3.7 | 109          | 8.9 | 11           | 15  | 83           | 8.7 | 90           | 7.4 | 80           | 7.8 |
| 回收率范围 | 67~85        |     | 95~109       |     | 95~111       |     | 70~83        |     | 73~90        |     | 77~88        |     |

### (3) 洗脱剂用量的选择

通过流出曲线实验确定净化过程中洗脱剂的用量。固相萃取柱经预淋洗和活化后，加入 1 ml 加标样品提取液（目标物含量均为 5  $\mu\text{g}$ ），以丙酮-正己烷（5+95）进行洗脱，洗脱液每流出 1 ml 收集 1 次。选取氨基柱和弗罗里硅土柱 2 种固相萃取小柱，相应的流出曲线见图 5-7 所示，当洗脱溶剂为 5~6 ml 时，杀草丹、甲草胺、丁草胺、异丙甲草胺、异丙草胺、丙草胺和乙草胺的洗脱回收率达 90% 以上且趋于平稳；敌稗的洗脱速率最慢，当洗脱液为 8 ml 时，回收率才趋于稳定。因此，对于酰胺类农药需要至少 8 ml 洗脱剂才能将目标物完全洗脱下来。

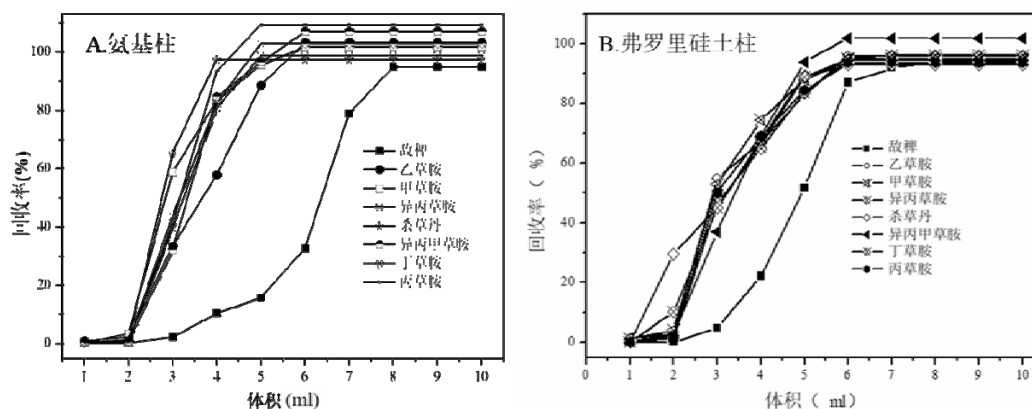


图 5-7 8 种酰胺类农药在固相萃取柱上的流出曲线

## 5.6.3 仪器分析

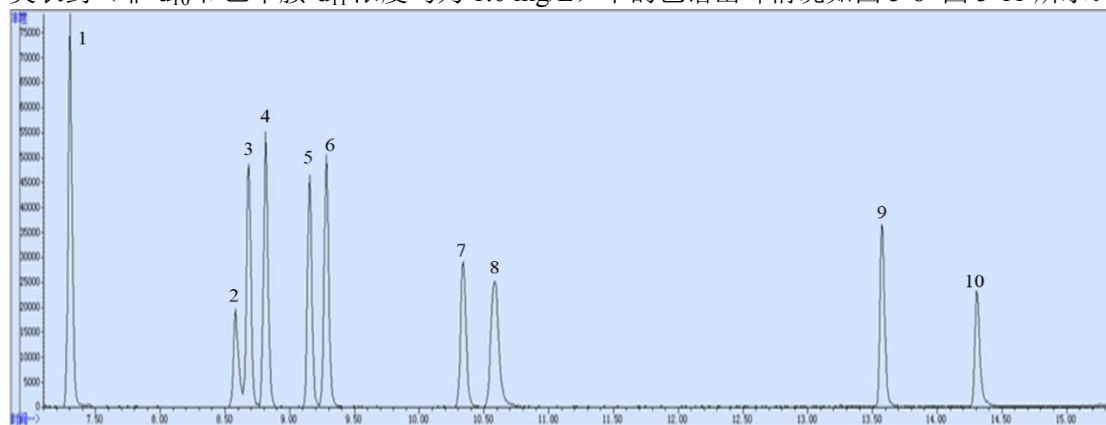
### 5.6.3.1 色谱分析条件

参照国内外酰胺类农药的分析方法，比较了 DB-5MS 和 DB-35MS 色谱柱分离能力，规格均为柱长 30m，内径 0.25mm 的熔融石英毛细管，液膜厚度为 0.25 $\mu\text{m}$ 。具体色谱条件如下：

气相色谱条件：进样口温度：270 $^{\circ}\text{C}$ ，不分流进样；进样体积：1.0  $\mu\text{l}$ ；载气流速：1.0 ml/min；柱箱温度：80 $^{\circ}\text{C}$ （保持 1 min），以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 190 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 220 $^{\circ}\text{C}$ （保持 3 min），再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 280 $^{\circ}\text{C}$ （保持 2 min）。

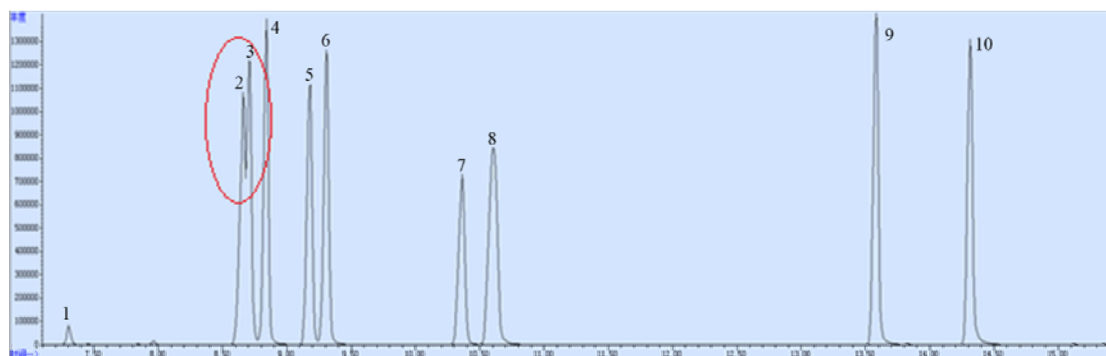
质谱条件：离子源温度：230℃；传输线温度：280℃；电子轰击电离（EI）模式，离子化能量 70 eV。数据采集方式：选择离子扫描。溶剂延迟时间 6 min。

从常用的内标物中选择菲- $d_{10}$  作为内标物，从市售的酰胺类农药氘代物中选取氘代乙草胺作为替代物，根据上述气相色谱-质谱条件，两种不同规格色谱柱在不同浓度 8 种酰胺类农药（菲- $d_{10}$  和乙草胺- $d_{11}$  浓度均为 1.0 mg/L）下的色谱出峰情况如图 5-8~图 5-11 所示。



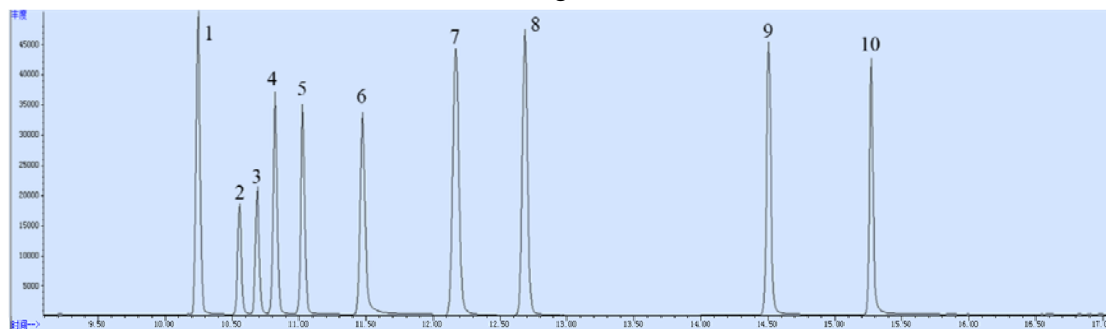
1-菲- $d_{10}$ , 2-敌稗, 3-乙草胺- $d_{11}$ , 4-乙草胺, 5-甲草胺, 6-异丙草胺, 7-杀草丹, 8-异丙甲草胺, 9-丁草胺, 10-丙草胺

图 5-8 DB-5MS 色谱柱低浓度（1 mg/L）8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图



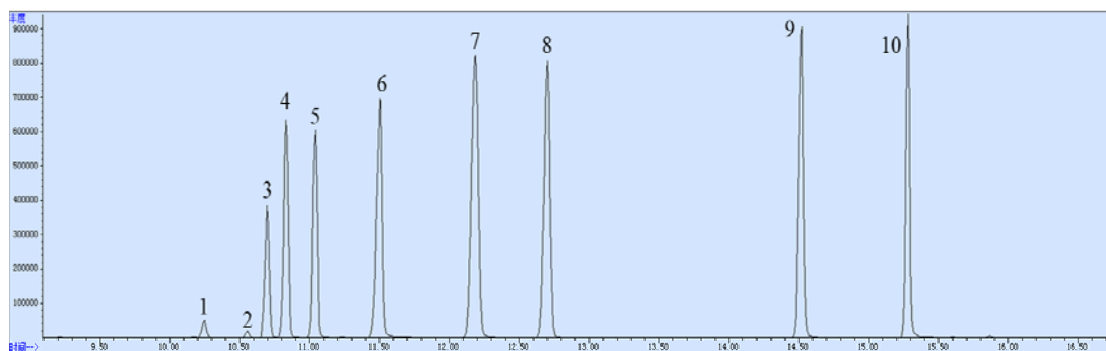
1-菲- $d_{10}$ , 2-敌稗, 3-乙草胺- $d_{11}$ , 4-乙草胺, 5-甲草胺, 6-异丙草胺, 7-杀草丹, 8-异丙甲草胺, 9-丁草胺, 10-丙草胺

图 5-9 DB-5MS 色谱柱高浓度（20 mg/L）8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图



1-菲- $d_{10}$ , 2-乙草胺- $d_{11}$ , 3-乙草胺, 4-异丙草胺, 5-甲草胺, 6-敌稗, 7-异丙甲草胺, 8-杀草丹, 9-丁草胺, 10-丙草胺

图 5-10 DB-35MS 色谱柱低浓度（1 mg/L）8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图



1.菲-d10，2.乙草胺 d<sub>11</sub>，3.乙草胺，4.异丙草胺，5.甲草胺，6.敌稗，7.异丙甲草胺，8.杀草丹，9.丁草胺，10.丙草胺

图 5-11 DB-35MS 色谱柱高浓度（20 mg/L）8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图

实验结果表明，目标化合物在 DB-5MS 色谱柱和 DB-35MS 色谱柱中的出峰顺序不同，使用 DB-5MS 色谱柱时，敌稗和乙草胺-d<sub>11</sub> 的不能达到完全分离，尤其是在高浓度水平时，这两种物质的分离效果更差；但使用 DB-35MS 色谱柱时，高低浓度水平的 8 种酰胺类农药均能实现良好的分离，因此本标准选择 DB-35MS 色谱柱或其他同等性能的色谱柱。

#### 5.6.3.2 质谱条件

##### （1）质谱系统的维护

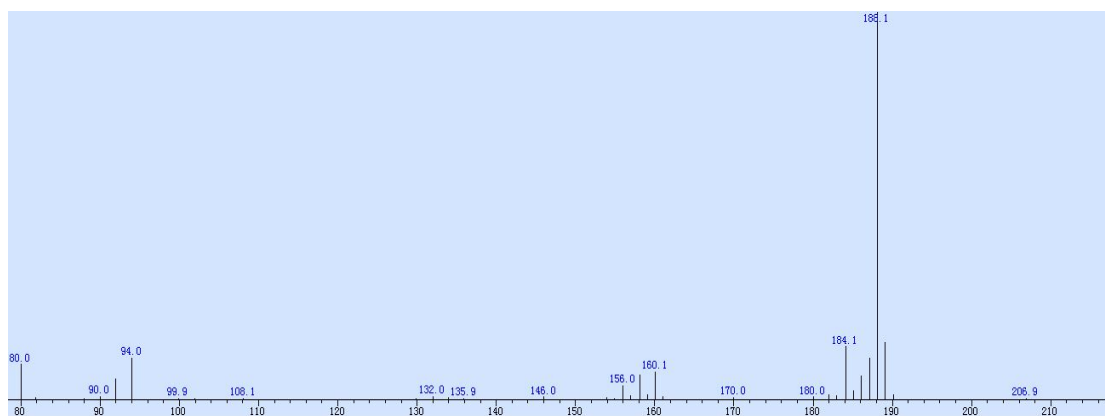
借鉴标准方法《土壤和沉积物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 805-2016）中相关规定，样品分析前，需注入 1.0 μl 十氟三苯基膦（DFTPP，50 μg/ml），对仪器整个系统进行检查。DFTPP 的关键离子丰度应符合下表（表 5-9）要求，或参照制造商的说明。

表 5-9 DFTPP 关键离子及离子丰度标准

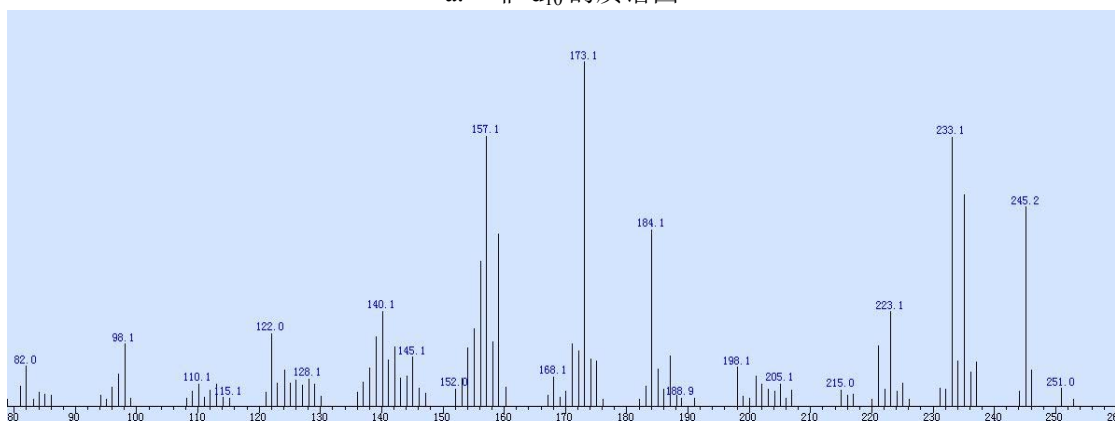
| 质量离子<br>/m/z | 丰度标准               | 质量离子<br>/m/z | 丰度标准              |
|--------------|--------------------|--------------|-------------------|
| 51           | 198 峰（基峰）的 10%~80% | 199          | 198 峰的 5%~9%      |
| 68           | 小于 69 峰的 2%        | 275          | 基峰的 10%~60%       |
| 70           | 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%    |

##### （2）目标物的质谱定性/定量离子

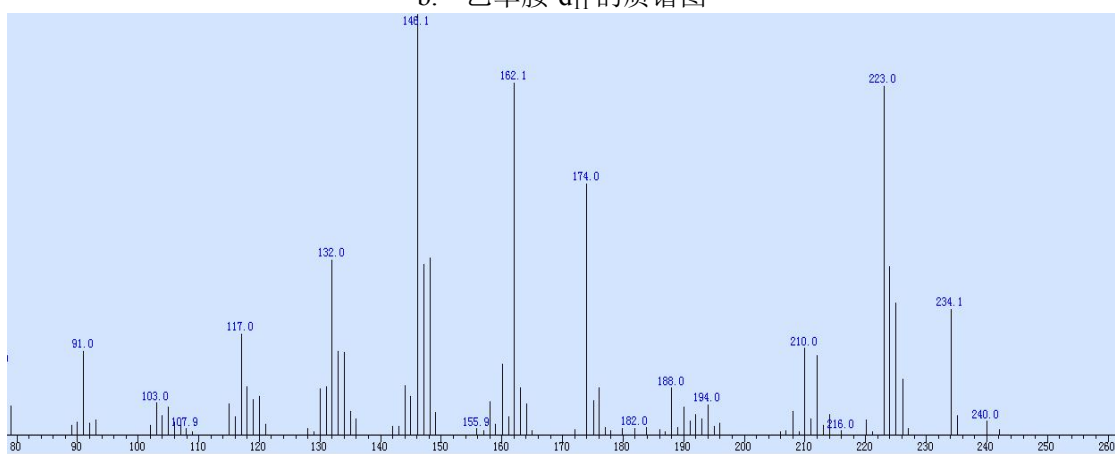
通过全扫描下目标物的质谱图确定各目标物的定性/定量离子，图 5-12 中 a~j 为各目标物的质谱图，各目标物的测定参考参数如表 5-10 所示。



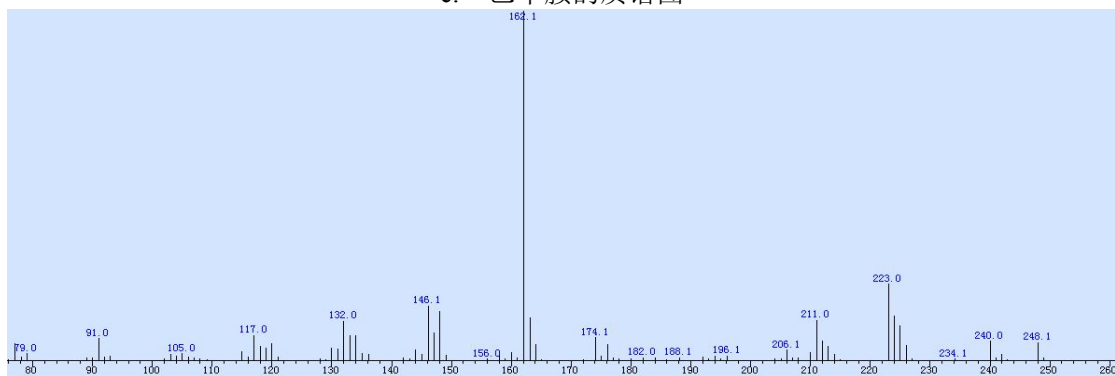
a. 菲-d<sub>10</sub>的质谱图



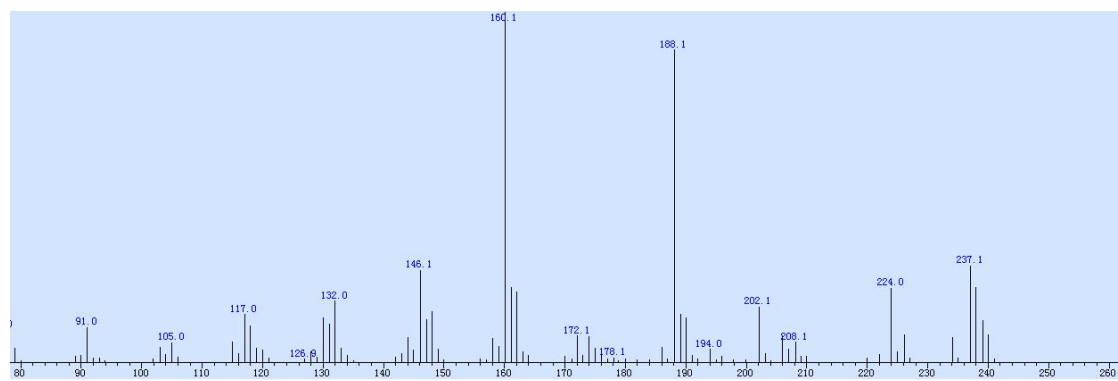
b. 乙草胺-d<sub>11</sub>的质谱图



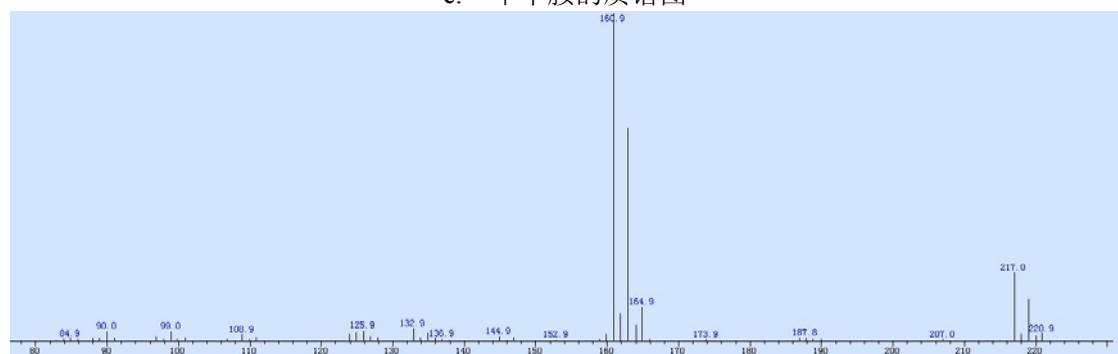
c. 乙草胺的质谱图



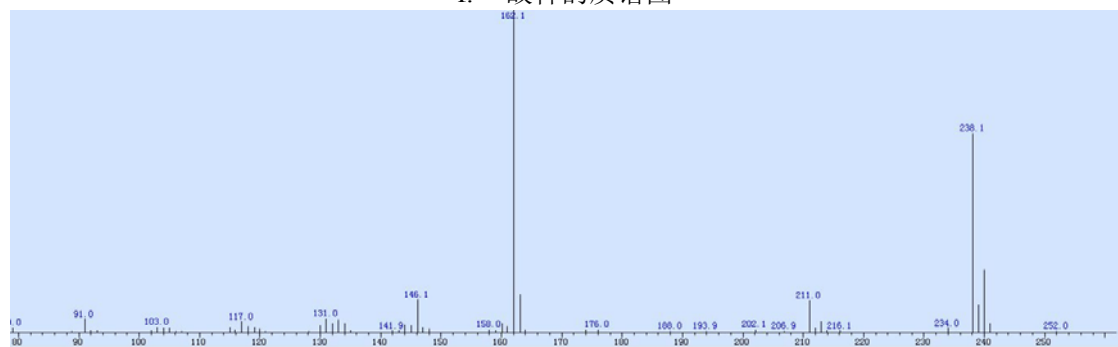
d. 异丙草胺的质谱图



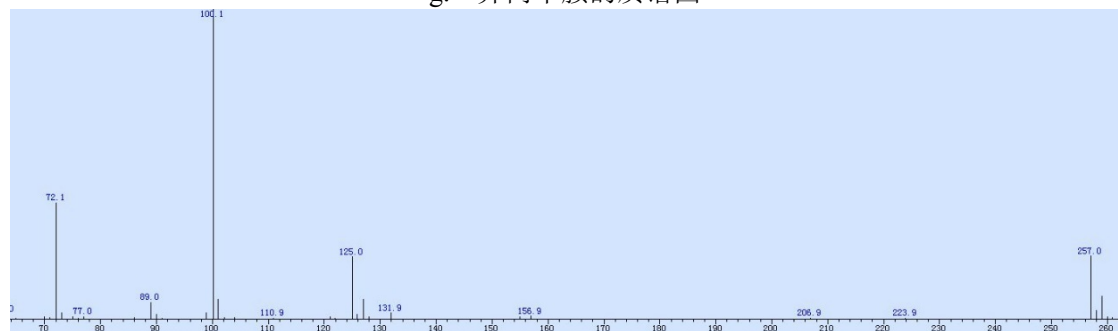
e. 甲草胺的质谱图



f. 敌稗的质谱图



g. 异丙草胺的质谱图



h. 杀草丹的质谱图

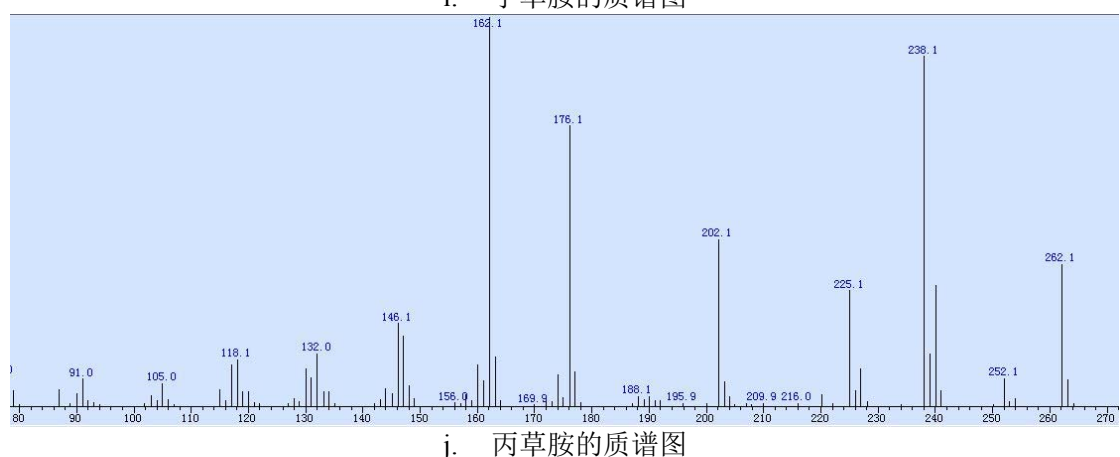
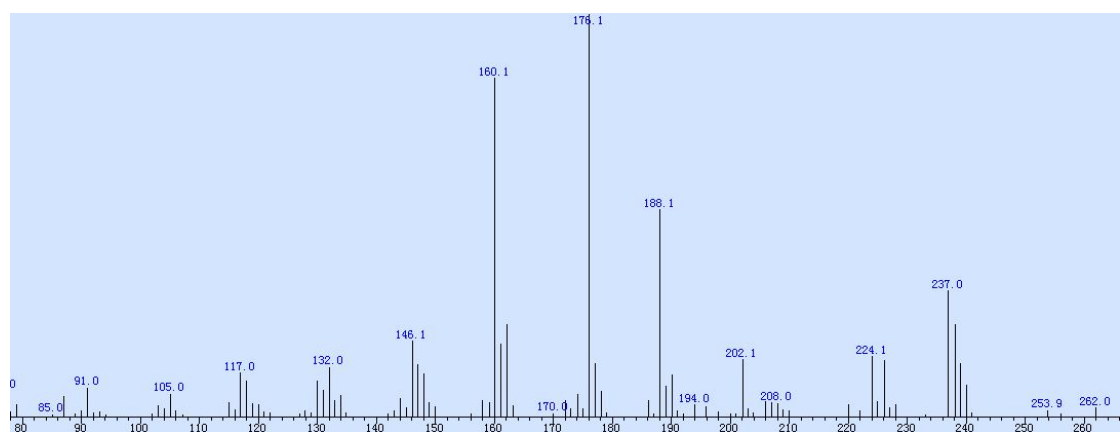


图 5-12 酰胺类农药的质谱图

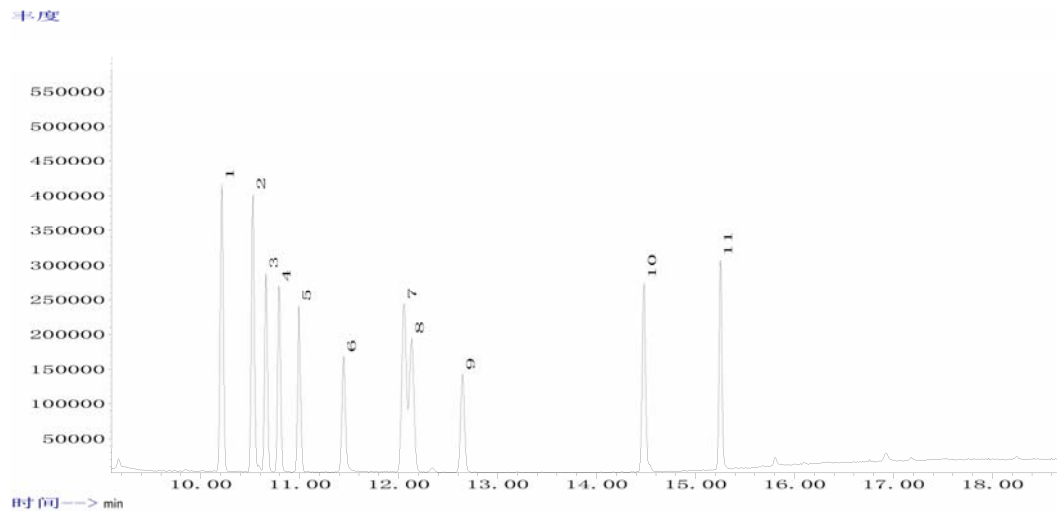
表 5-10 目标化合物的测定参考参数

| 序号 | 化合物名称                     | CAS          | 定量离子 (m/z) | 定性离子 (m/z) |
|----|---------------------------|--------------|------------|------------|
| 1  | 菲-d <sub>10</sub> (内标)    | 1517-22-2    | 188        | 160        |
| 2  | 乙草胺-d <sub>11</sub> (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                     | 51218-45-2   | 162        | 238、146    |
| 8  | 杀草丹                       | 28249-77-6   | 100        | 72、125     |
| 9  | 丁草胺                       | 23184-66-9   | 176        | 160、188    |
| 10 | 丙草胺                       | 51218-49-6   | 162        | 176、238    |

### 5.6.3.3 补选内标物

根据征求意见稿技术审查会专家意见——“在原有基础上增加一个合适的内标”，编制组从与本标准中 8 种酰胺类农药性质相似的酰胺类农药的氘代物中选择合适的氘代物作为内标物。在原有分析条件基础上，异丙甲草胺的出峰位置处于 8 种酰胺类农药出峰顺序的中间，编制组在不改变原有仪器分析条件下，向原标准溶液中加入适量异丙甲草胺-d<sub>6</sub>，通

过各物质的出峰情况，考察了异丙甲草胺- $d_6$ 作为内标物的可能性。图 5-13 为加入异丙甲草胺- $d_6$ 后的总离子流色谱图。由图可知，虽然异丙甲草胺和异丙甲草胺- $d_6$ 虽然不能实现完全分离，但异丙甲草胺- $d_6$ 的定性离子(166)和定量离子(242)与异丙甲草胺的定性离子(238、146)、定量离子(162)不同，对于结果的测定无影响。因此，选择异丙甲草胺- $d_6$ 作为备选内标物。



1. 菲- $d_{10}$  (内标物, IS) ; 2. 乙草胺- $d_{11}$  (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- $d_6$  (内标物, IS) ; 8. 异丙甲草胺; 9. 杀草丹; 10. 丁草胺; 11. 丙草胺

图 5-13 酰胺类农药的总离子流色谱图 ( $\rho_{\text{酰胺}} = 2.0 \text{ mg/L}$ ,  $\rho_{\text{IS}} = 1.0 \text{ mg/L}$ ,  $\rho_{\text{SS}} = 1.0 \text{ mg/L}$ )

5.6.3.4 标准曲线

(1) 标准曲线的配制

分别取适量的酰胺类标准物质使用液 (100 mg/L)、10.0  $\mu\text{l}$  替代物标准溶液 (100 mg/L) 和 20.0  $\mu\text{l}$  内标使用液 (50 mg/L)，用丙酮-正己烷混合溶剂稀释，配制标准曲线系列，使酰胺类农药的质量浓度分别为 0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 和 25.0 mg/L 根据 GC-MS 测定结果绘制标准曲线。

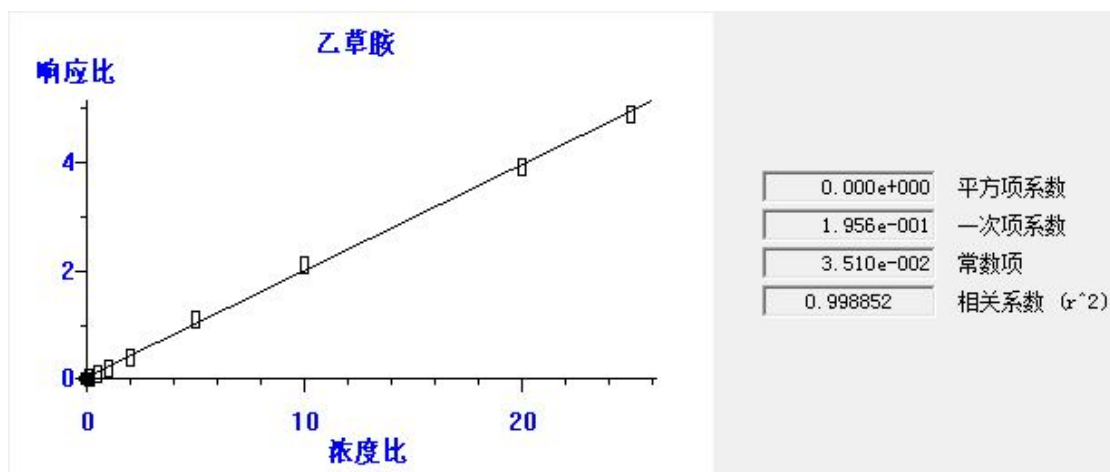
按照参考分析条件，由低到高依次进行 GC-MS 测定。以标准系列质量浓度与内标质量浓度比值为横坐标，对应的色谱峰峰面积与内标物的峰面积比值为纵坐标，绘制校准曲线。

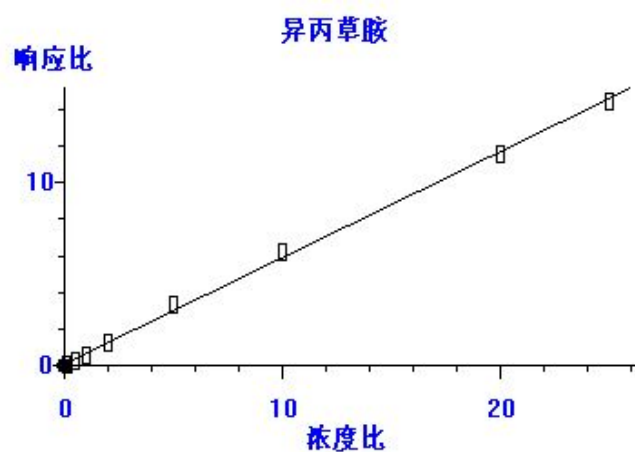
实验室内获得的 8 种酰胺类农药的线性和最终标准曲线的结果信息见表 5-11、图 5-14 和表 5-12，目标物的相关系数 R 均大于 0.9990。

表 5-11 标准曲线测定结果的信息

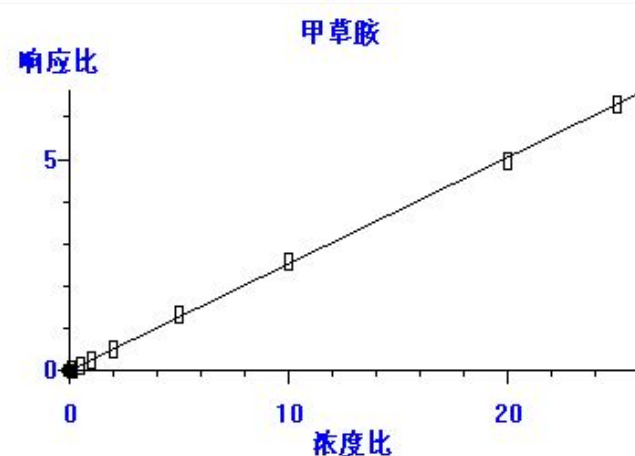
| 级别 | 目标物与内标物的浓度比值 | 目标物浓度 (mg/L) | 峰面积    | 响应比值  | 峰面积     | 响应比值  |
|----|--------------|--------------|--------|-------|---------|-------|
|    |              |              | 乙草胺    |       | 异丙草胺    |       |
| 1  | 0.1          | 0.1          | 2065   | 0.019 | 6132    | 0.055 |
| 2  | 0.5          | 0.5          | 10164  | 0.097 | 30759   | 0.292 |
| 3  | 1.0          | 1.0          | 21177  | 0.200 | 64788   | 0.611 |
| 4  | 5.0          | 5.0          | 110806 | 1.12  | 335247  | 3.39  |
| 5  | 10.0         | 10.0         | 213305 | 2.10  | 635209  | 6.25  |
| 6  | 20.0         | 20.0         | 408251 | 3.93  | 1202148 | 11.6  |

| 7    | 25.0         | 25.0         | 472904   | 4.88  | 1394832  | 14.4  |
|------|--------------|--------------|----------|-------|----------|-------|
| 相关系数 |              |              | R=0.9994 |       | R=0.9992 |       |
| 级别   | 目标物与内标物的浓度比值 | 目标物浓度 (mg/L) | 峰面积      | 响应比值  | 峰面积      | 响应比值  |
|      |              |              | 甲草胺      |       | 敌稗       |       |
| 1    | 0.1          | 0.1          | 3078     | 0.028 | 5405     | 0.049 |
| 2    | 0.5          | 0.5          | 12771    | 0.121 | 26085    | 0.248 |
| 3    | 1.0          | 1.0          | 25901    | 0.244 | 55719    | 0.525 |
| 4    | 5.0          | 5.0          | 130380   | 1.32  | 304036   | 3.07  |
| 5    | 10.0         | 10.0         | 261448   | 2.57  | 588810   | 5.80  |
| 6    | 20.0         | 20.0         | 516424   | 4.97  | 1167096  | 11.2  |
| 7    | 25.0         | 25.0         | 609628   | 6.29  | 1379507  | 14.2  |
| 相关系数 |              |              | R=0.9998 |       | R=0.9998 |       |
| 级别   | 目标物与内标物的浓度比值 | 目标物浓度 (mg/L) | 峰面积      | 响应比值  | 峰面积      | 响应比值  |
|      |              |              | 异丙甲草胺    |       | 杀草丹      |       |
| 1    | 0.1          | 0.1          | 7150     | 0.064 | 6701     | 0.060 |
| 2    | 0.5          | 0.5          | 40753    | 0.387 | 34209    | 0.325 |
| 3    | 1.0          | 1.0          | 85537    | 0.806 | 71998    | 0.679 |
| 4    | 5.0          | 5.0          | 442996   | 4.48  | 366218   | 3.70  |
| 5    | 10.0         | 10.0         | 844735   | 8.32  | 693201   | 6.82  |
| 6    | 20.0         | 20.0         | 1607951  | 15.5  | 1301447  | 12.5  |
| 7    | 25.0         | 25.0         | 1901051  | 19.6  | 1520787  | 15.7  |
| 相关系数 |              |              | R=0.9994 |       | R=0.9991 |       |
| 级别   | 目标物与内标物的浓度比值 | 目标物浓度 (mg/L) | 峰面积      | 响应比值  | 峰面积      | 响应比值  |
|      |              |              | 丁草胺      |       | 丙草胺      |       |
| 1    | 0.1          | 0.1          | 2487     | 0.022 | 2249     | 0.020 |
| 2    | 0.5          | 0.5          | 15119    | 0.144 | 13226    | 0.126 |
| 3    | 1.0          | 1.0          | 33618    | 0.317 | 29572    | 0.279 |
| 4    | 5.0          | 5.0          | 188456   | 1.90  | 169172   | 1.71  |
| 5    | 10.0         | 10.0         | 365871   | 3.60  | 329656   | 3.25  |
| 6    | 20.0         | 20.0         | 696275   | 6.70  | 627302   | 6.04  |
| 7    | 25.0         | 25.0         | 819491   | 8.45  | 735571   | 7.59  |
| 相关系数 |              |              | R=0.9994 |       | R=0.9994 |       |

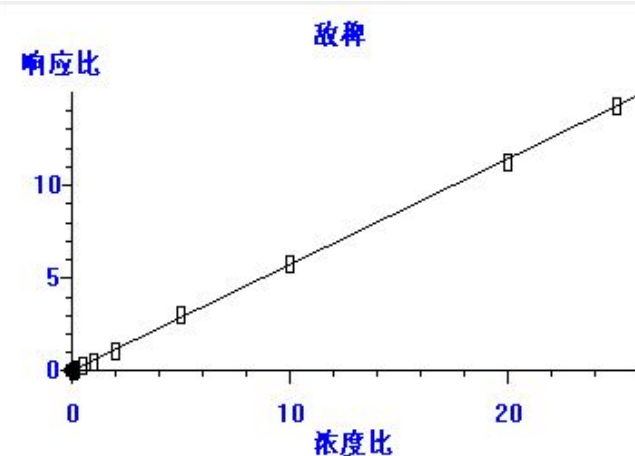




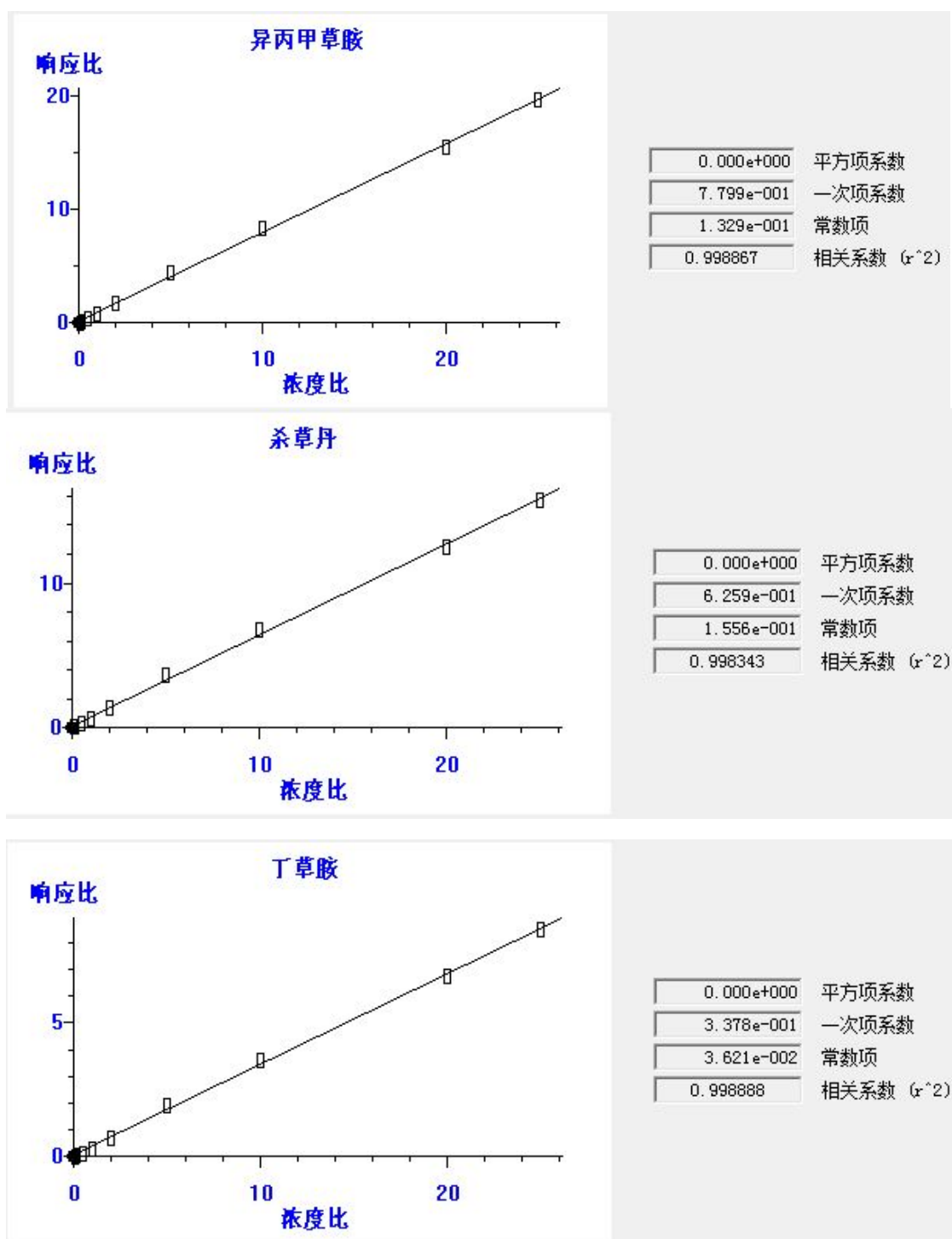
|            |                |
|------------|----------------|
| 0.000e+000 | 平方项系数          |
| 5.758e-001 | 一次项系数          |
| 1.344e-001 | 常数项            |
| 0.998449   | 相关系数 ( $r^2$ ) |



|            |                |
|------------|----------------|
| 0.000e+000 | 平方项系数          |
| 2.504e-001 | 一次项系数          |
| 1.525e-002 | 常数项            |
| 0.999782   | 相关系数 ( $r^2$ ) |



|            |                |
|------------|----------------|
| 0.000e+000 | 平方项系数          |
| 5.672e-001 | 一次项系数          |
| 1.917e-002 | 常数项            |
| 0.999617   | 相关系数 ( $r^2$ ) |



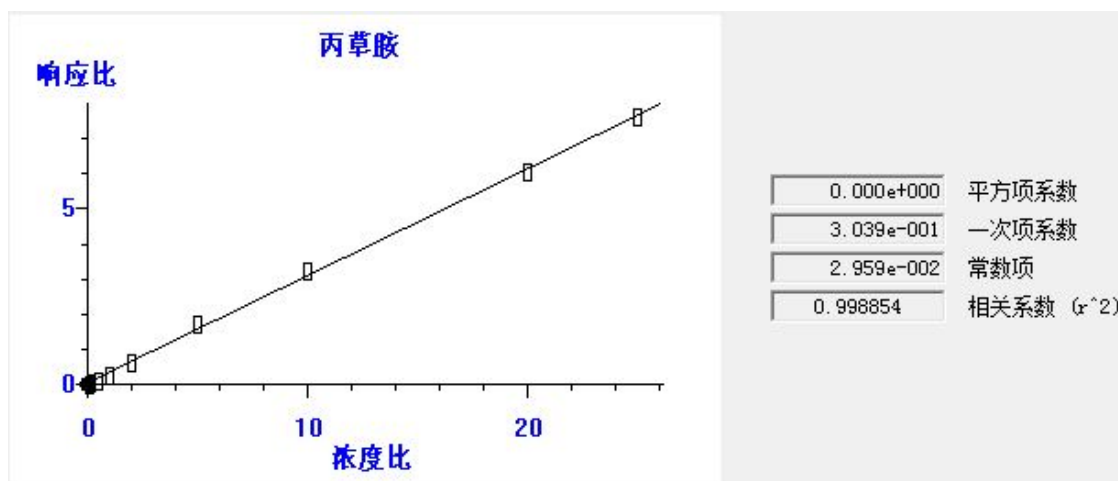


图 5-14 8 种酰胺类农药的标准曲线图

表 5-12 酰胺类农药标准曲线

| 序号 | 化合物名称 | 标准曲线                                             | 线性范围 (mg/L) | 相关系数 (R) |
|----|-------|--------------------------------------------------|-------------|----------|
| 1  | 乙草胺   | $y = 1.96 \times 10^{-1}x + 3.51 \times 10^{-2}$ | 0.1~25.0    | 0.9994   |
| 2  | 异丙草胺  | $y = 5.76 \times 10^{-1}x + 1.34 \times 10^{-1}$ | 0.1~25.0    | 0.9992   |
| 3  | 甲草胺   | $y = 2.50 \times 10^{-1}x + 1.52 \times 10^{-2}$ | 0.1~25.0    | 0.9998   |
| 4  | 敌稗    | $y = 5.67 \times 10^{-1}x + 1.92 \times 10^{-2}$ | 0.1~25.0    | 0.9998   |
| 5  | 异丙甲草胺 | $y = 7.80 \times 10^{-1}x + 1.33 \times 10^{-1}$ | 0.1~25.0    | 0.9994   |
| 6  | 杀草丹   | $y = 6.26 \times 10^{-1}x + 1.56 \times 10^{-1}$ | 0.1~25.0    | 0.9991   |
| 7  | 丁草胺   | $y = 3.38 \times 10^{-1}x + 3.62 \times 10^{-2}$ | 0.1~25.0    | 0.9994   |
| 8  | 丙草胺   | $y = 3.04 \times 10^{-1}x + 2.96 \times 10^{-2}$ | 0.1~25.0    | 0.9994   |

## (2) 标准曲线的校准

每测定 20 个样品或每批（少于 20 个样品/批）需测定一个校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 $\pm 15\%$ 以内。

## 5.7 结果计算与表示

### 5.7.1 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，其相对偏差范围 $\leq 20\%$ 。

### 5.7.2 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。

### 5.7.3 结果计算

#### 5.7.3.1 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；

$\rho_i$ ——根据内标法校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，%。

#### 5.7.3.2 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；

$\rho_i$ ——根据内标法校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，%。

#### 5.7.4 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。

### 5.8 检出限和测定下限

HJ 168-2010 规定，按照样品分析的全部步骤（提取方法为加压流体萃取、净化方法为弗罗里硅土小柱净化），对含量为估计方法检出限 2~5 倍的样品进行不少于 7 次平行测定，根据以下公式计算标准偏差和方法检出限，以 4 倍方法检出限作为测定下限。

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

式中：MDL 为方法检出限；n 为样品的平行测定次数，本实验为 7 次； $t_{(n-1,0.99)}$  取 99% 置信区间时对应自由度下的 t 值，本实验自由度为 6，t 值取 3.143；S 为平行测定结果的标准偏差。

如果样品的浓度（含量）超过计算出的方法检出限 10 倍，或者样品浓度（含量）低于计算出的方法检出限，则都需要调整样品浓度重新进行测定。

本研究取石英砂作为空白基质，在确保空白基质中无酰胺类农药检出的情况下做 7 个平行样品，目标物含量为 0.050 mg/kg，结果如表 5-13 所示，计算出的酰胺类农药的方法检出限在 0.008 mg/kg 至 0.02 mg/kg 之间。其中，有 69.4% 的酰胺类农药测定值在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内；100% 的酰胺类农药测定值在 1~10 倍计算出的方法检出限范围内；没有酰胺类农药测定值超过 20 倍计算出的方法检出限，满足 HJ168-2010 中的要求。

本实验室内 8 种酰胺类农药的方法检出限和测定下限分别在 0.008 mg/kg 至 0.02 mg/kg 之间和 0.04 mg/kg 至 0.08 mg/kg 之间。

表 5-13 方法检出限和定量限（单位：mg/kg）

| 目标物   | 测定次数  |       |       |       |       |       |       | 平均值   | 标准偏差   | 方法检出限 | 方法定量限 |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|
|       | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |       |        |       |       |
| 乙草胺   | 0.044 | 0.040 | 0.039 | 0.040 | 0.042 | 0.037 | 0.045 | 0.041 | 0.0028 | 0.009 | 0.04  |
| 异丙草胺  | 0.038 | 0.040 | 0.042 | 0.038 | 0.044 | 0.038 | 0.046 | 0.041 | 0.0032 | 0.01  | 0.04  |
| 甲草胺   | 0.043 | 0.037 | 0.037 | 0.046 | 0.040 | 0.036 | 0.041 | 0.040 | 0.0037 | 0.02  | 0.08  |
| 敌稗    | 0.039 | 0.046 | 0.042 | 0.041 | 0.042 | 0.037 | 0.039 | 0.041 | 0.0029 | 0.009 | 0.04  |
| 异丙甲草胺 | 0.046 | 0.044 | 0.044 | 0.043 | 0.047 | 0.041 | 0.039 | 0.043 | 0.0028 | 0.009 | 0.04  |
| 杀草丹   | 0.034 | 0.031 | 0.036 | 0.033 | 0.033 | 0.039 | 0.036 | 0.035 | 0.0026 | 0.008 | 0.04  |
| 丁草胺   | 0.044 | 0.045 | 0.051 | 0.047 | 0.051 | 0.046 | 0.051 | 0.048 | 0.0031 | 0.01  | 0.04  |
| 丙草胺   | 0.032 | 0.039 | 0.038 | 0.036 | 0.039 | 0.037 | 0.041 | 0.037 | 0.0029 | 0.009 | 0.04  |

## 5.9 方法精密度和准确度

本标准实验室内精密度和准确度实验采用加压流体萃取、弗罗里硅土柱净化。

本实验对 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg 和 2.00 mg/kg 三个加标含量的空白石英砂进行了精密度和准确度测试。

操作步骤：称取约 10 g（精确至 0.01 g）样品，分别加入相应绝对量的酰胺类农药标准样品，分别平行 6 份样品。按照与样品分析相同的步骤进行萃取（加压流体萃取）、净化（弗罗里硅土柱净化）和测定。分别计算各个基质样品中酰胺类农药含量和 6 个平行样结果的平均值、标准偏差和相对标准偏差。各种类型的样品加标获得的精密度和准确度结果见表 5-14 至表 5-16。测定结果表明：6 次重复测试结果的相对标准偏差为 3.2%~11%，说明方法的精密度良好；6 次重复测试结果的平均回收率在 64%~100%之间。

表 5-14 低浓度（0.050 mg/kg）空白石英砂加标精密度和准确度结果

| 目标物   | 测定次数（mg/kg） |       |       |       |       |       | 平均值（mg/kg） | 标准偏差（mg/kg） | 相对标准偏差（%） | 加标回收率（%） |
|-------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|------------|-------------|-----------|----------|
|       | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |            |             |           |          |
| 乙草胺   | 0.044       | 0.040 | 0.039 | 0.040 | 0.042 | 0.037 | 0.040      | 0.002       | 5.7       | 81       |
| 异丙草胺  | 0.038       | 0.040 | 0.042 | 0.038 | 0.044 | 0.038 | 0.040      | 0.002       | 6.0       | 81       |
| 甲草胺   | 0.043       | 0.037 | 0.037 | 0.046 | 0.040 | 0.036 | 0.040      | 0.004       | 11        | 80       |
| 敌稗    | 0.049       | 0.046 | 0.050 | 0.047 | 0.052 | 0.047 | 0.048      | 0.002       | 5.1       | 97       |
| 异丙甲草胺 | 0.046       | 0.044 | 0.044 | 0.043 | 0.047 | 0.041 | 0.044      | 0.002       | 4.7       | 88       |
| 杀草丹   | 0.043       | 0.041 | 0.041 | 0.041 | 0.043 | 0.039 | 0.041      | 0.001       | 3.2       | 83       |
| 丁草胺   | 0.047       | 0.046 | 0.051 | 0.047 | 0.051 | 0.046 | 0.048      | 0.003       | 5.7       | 96       |
| 丙草胺   | 0.047       | 0.049 | 0.051 | 0.050 | 0.054 | 0.047 | 0.050      | 0.003       | 5.3       | 100      |

表 5-15 中浓度（0.50 mg/kg）空白石英砂加标精密度和准确度结果

| 目标物   | 测定次数（mg/kg） |      |      |      |      |      | 平均值<br>(mg/kg) | 标准偏差<br>(mg/kg) | 相对标准偏差<br>(%) | 加标回收率<br>(%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|---------------|--------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                |                 |               |              |
| 乙草胺   | 0.33        | 0.31 | 0.32 | 0.33 | 0.30 | 0.32 | 0.32           | 0.012           | 3.7           | 64           |
| 异丙草胺  | 0.35        | 0.35 | 0.36 | 0.36 | 0.33 | 0.35 | 0.35           | 0.012           | 3.3           | 70           |
| 甲草胺   | 0.36        | 0.38 | 0.40 | 0.37 | 0.34 | 0.36 | 0.37           | 0.021           | 5.7           | 73           |
| 敌稗    | 0.40        | 0.36 | 0.37 | 0.39 | 0.36 | 0.39 | 0.38           | 0.017           | 4.4           | 76           |
| 异丙甲草胺 | 0.38        | 0.36 | 0.37 | 0.38 | 0.34 | 0.37 | 0.37           | 0.015           | 4.2           | 73           |
| 杀草丹   | 0.33        | 0.34 | 0.34 | 0.37 | 0.33 | 0.35 | 0.34           | 0.015           | 4.5           | 69           |
| 丁草胺   | 0.39        | 0.37 | 0.38 | 0.38 | 0.36 | 0.38 | 0.38           | 0.011           | 2.8           | 75           |
| 丙草胺   | 0.40        | 0.38 | 0.38 | 0.39 | 0.36 | 0.39 | 0.38           | 0.012           | 3.1           | 77           |

表 5-16 高浓度（2.00 mg/kg）空白石英砂加标精密度和准确度结果

| 目标物   | 测定次数（mg/kg） |      |      |      |      |      | 平均值<br>(mg/kg) | 标准偏差<br>(mg/kg) | 相对标准偏差<br>(%) | 加标回收率<br>(%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|---------------|--------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                |                 |               |              |
| 乙草胺   | 1.33        | 1.20 | 1.27 | 1.33 | 1.25 | 1.28 | 1.28           | 0.049           | 3.8           | 64           |
| 异丙草胺  | 1.38        | 1.25 | 1.33 | 1.38 | 1.30 | 1.34 | 1.33           | 0.049           | 3.7           | 66           |
| 甲草胺   | 1.36        | 1.23 | 1.30 | 1.37 | 1.28 | 1.40 | 1.32           | 0.064           | 4.8           | 66           |
| 敌稗    | 1.40        | 1.29 | 1.30 | 1.42 | 1.32 | 1.43 | 1.36           | 0.064           | 4.7           | 68           |
| 异丙甲草胺 | 1.39        | 1.27 | 1.34 | 1.41 | 1.33 | 1.39 | 1.36           | 0.052           | 3.8           | 68           |
| 杀草丹   | 1.37        | 1.24 | 1.32 | 1.38 | 1.31 | 1.32 | 1.32           | 0.049           | 3.7           | 66           |
| 丁草胺   | 1.43        | 1.32 | 1.37 | 1.45 | 1.36 | 1.44 | 1.40           | 0.055           | 3.9           | 70           |
| 丙草胺   | 1.43        | 1.32 | 1.37 | 1.47 | 1.37 | 1.46 | 1.40           | 0.057           | 4.1           | 70           |

## 5.10 方法适用性

### 5.10.1 不同类型土壤的方法适用性检验

土壤的质地大致可以分为砂土、壤土和黏土。为比较全面的考察不同性质土壤样品对本标准的适用性，编制组通过调研和筛选确定了表 5-17 所示三种实际土壤样品作为基体，应用本标准方法进行不同浓度的加标实验，进行适用性检验，结果如表 5-18 所示。结果表明，砂土加标 0.050 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 75%~114%，相对标准偏差在 6.1%~15.8%之间；壤土加标 0.50 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 71%~84%，相对标准偏差在 2.3%~3.9%之间；黏土加标 2.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 62%~66%，相对标准偏差在 5.9%~7.2%之间。综合起来，3 种不同类型土壤基体加标 0.050 mg/kg~2.00 mg/kg 时，8 种酰胺类农药的平均加标回收率为 62%~114%，相对标准偏差在 2.3%~15.8%之间。由此可见，本方法对不同类型土壤样品适用性均良好。

表 5-17 不同类型土壤样品

| 土壤类型 | 采集地点         | 采集时间 | 作物种类 | 干物质含量 | 目标物检出情况 |
|------|--------------|------|------|-------|---------|
| 砂土   | 湖北省仙桃市郊农田    | 8 月  | 花生   | 92.3% | 未检出     |
| 壤土   | 湖北省荆州洪湖市郊农田  | 8 月  | 甘蔗   | 83.2% | 未检出     |
| 黏土   | 湖北省宜昌夷陵区周边菜地 | 8 月  | 西红柿  | 75.6% | 未检出     |

表 5-18 不同类型土壤样品基体加标实验精密度和准确度结果

| 目标物   | 砂土 (n=6)        |         |               | 壤土 (n=6)        |         |               | 黏土 (n=6)        |         |              |
|-------|-----------------|---------|---------------|-----------------|---------|---------------|-----------------|---------|--------------|
|       | 加标含量<br>(mg/kg) | RSD (%) | 平均回收<br>率 (%) | 加标含量<br>(mg/kg) | RSD (%) | 平均回收<br>率 (%) | 加标含量<br>(mg/kg) | RSD (%) | 平均回收率<br>(%) |
| 乙草胺   | 0.05            | 11      | 89            | 0.50            | 2.3     | 72            | 2.00            | 7.2     | 62           |
| 异丙草胺  | 0.05            | 13      | 92            | 0.50            | 2.5     | 73            | 2.00            | 6.8     | 64           |
| 甲草胺   | 0.05            | 12      | 80            | 0.50            | 3.9     | 71            | 2.00            | 7.9     | 62           |
| 敌稗    | 0.05            | 6.1     | 101           | 0.50            | 3.7     | 86            | 2.00            | 5.9     | 63           |
| 异丙甲草胺 | 0.05            | 11      | 103           | 0.50            | 2.8     | 79            | 2.00            | 6.7     | 65           |
| 杀草丹   | 0.05            | 16      | 75            | 0.50            | 2.3     | 74            | 2.00            | 6.5     | 63           |
| 丁草胺   | 0.05            | 8.5     | 109           | 0.50            | 3.1     | 82            | 2.00            | 6.6     | 66           |
| 丙草胺   | 0.05            | 7.7     | 114           | 0.50            | 3.3     | 84            | 2.00            | 6.5     | 66           |

### 5.10.2 不同类型沉积物的方法适用性检验

选用两个不同水域的沉积物样品，包括丹江口水库的湖库型沉积物和汉江武汉段的河流型沉积物（均未检出目标物），分别进行 0.50 mg/kg 和 2.00 mg/kg 含量的加标实验，开展适用性检验，结果如表 5-19 所示。结果表明，湖库型沉积物加标 0.50 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 63%~73%，相对标准偏差在 1.4%~5.7%之间；河流型沉积物加标 2.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 58%~73%，相对标准偏差在 9.3%~10%之间。综合起来，两类沉积物基体加标 0.50 mg/kg 和 2.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 58%~73%，相对标准偏差在 1.4%~10.1%之间。说明本方法对两种类型沉积物样品适用性均良好。

表 5-19 不同类型沉积物样品基体加标实验精密度和准确度结果

| 目标物   | 湖库型沉积物 (n=6)    |         |              | 河流型沉积物 (n=6)    |         |              |
|-------|-----------------|---------|--------------|-----------------|---------|--------------|
|       | 加标含量<br>(mg/kg) | RSD (%) | 平均回收率<br>(%) | 加标含量<br>(mg/kg) | RSD (%) | 平均回收率<br>(%) |
| 乙草胺   | 0.50            | 2.5     | 69           | 2.00            | 10      | 58           |
| 异丙草胺  | 0.50            | 1.7     | 63           | 2.00            | 9.9     | 64           |
| 甲草胺   | 0.50            | 3.5     | 70           | 2.00            | 9.5     | 65           |
| 敌稗    | 0.50            | 1.4     | 73           | 2.00            | 9.3     | 72           |
| 异丙甲草胺 | 0.50            | 3.3     | 68           | 2.00            | 9.3     | 72           |
| 杀草丹   | 0.50            | 3.4     | 67           | 2.00            | 9.0     | 73           |
| 丁草胺   | 0.50            | 1.4     | 65           | 2.00            | 9.9     | 69           |
| 丙草胺   | 0.50            | 5.7     | 69           | 2.00            | 10      | 66           |

### 5.10.3 生产企业周边土壤样品的方法适用性检验

在某农药厂周边采用梅花布点法采集 5 处土壤样品（壤土，干物质含量在 82.5%~89.6% 之间），用本标准方法检测其中的 8 种酰胺类农药含量。其中有两个点位的土壤样品中有乙草胺、甲草胺和丁草胺检出，结果如表 5-20 所示。乙草胺的含量在 0.05 mg/kg~0.07 mg/kg 之间，甲草胺的含量在 0.38 mg/kg~0.51 mg/kg 之间，丁草胺的含量在 0.55 mg/kg~0.68 mg/kg 之间，6 次平行测定相对标准偏差在 5.7%~27%之间。

表 5-20 生产企业周边土壤样品中酰胺类农药检出情况

| 平行测定次数       | 土壤样品 A 测定结果 (mg/kg) |       |      | 土壤样品 B 测定结果 (mg/kg) |      |       |
|--------------|---------------------|-------|------|---------------------|------|-------|
|              | 乙草胺                 | 甲草胺   | 丁草胺  | 乙草胺                 | 甲草胺  | 丁草胺   |
| 1            | 0.04                | 0.33  | 0.48 | 0.082               | 0.57 | 0.72  |
| 2            | 0.03                | 0.29  | 0.45 | 0.077               | 0.54 | 0.71  |
| 3            | 0.05                | 0.39  | 0.55 | 0.067               | 0.49 | 0.65  |
| 4            | 0.06                | 0.47  | 0.66 | 0.063               | 0.46 | 0.62  |
| 5            | 0.05                | 0.38  | 0.56 | 0.069               | 0.49 | 0.66  |
| 6            | 0.06                | 0.44  | 0.62 | 0.074               | 0.52 | 0.69  |
| 平均值 (mg/kg)  | 0.05                | 0.38  | 0.55 | 0.072               | 0.51 | 0.68  |
| 标准偏差 (mg/kg) | 0.013               | 0.067 | 0.08 | 0.007               | 0.04 | 0.038 |
| 相对标准偏差 (%)   | 27                  | 17    | 14   | 9.7                 | 7.8  | 5.7   |

5.11 质量控制和质量保证

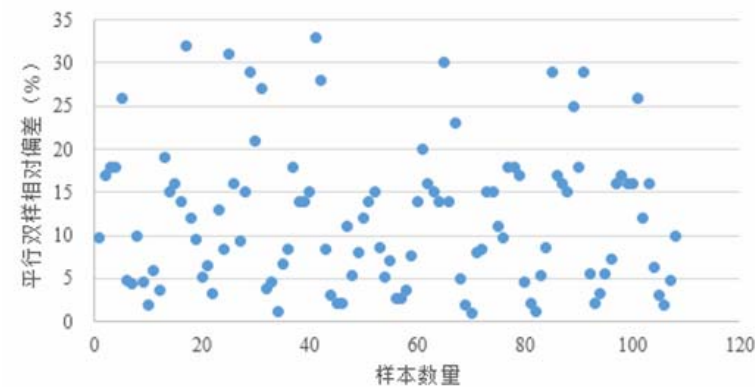
5.11.1 空白试验

每分析一批（不超过 20 个）样品至少做 2 个空白，空白结果应小于方法检出限，如有目标化合物检出，应查明原因。

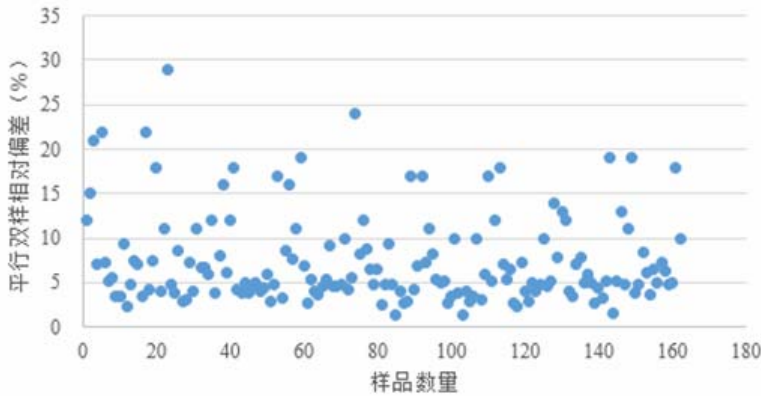
全程序空白除无实际样品外，按照与样品分析相同的操作步骤进行样品制备、前处理仪器分析和数据处理。

5.11.2 平行样

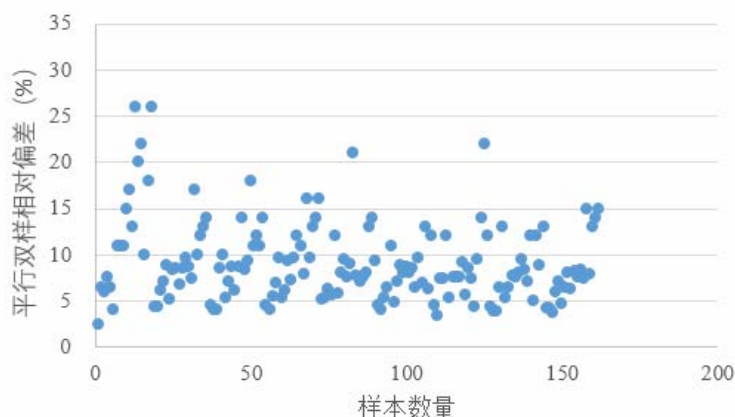
每批样品（不超过 20 个样品）应至少测定一对平行样。六家实验室对加标质量浓度分别为 0.050 mg/kg 的空白石英砂和砂土型土壤实际样品、0.50 mg/kg 的空白石英砂、壤土型土壤和湖库型沉积物实际样品、2.00 mg/kg 的空白石英砂、黏土型土壤和河流型沉积物实际样品进行了 6 次重复测定。精密度验证数据表明，当加标浓度为 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 时，实验室内平行双样最大相对偏差范围分别为 1.0%~33%、1.3%~29%、3.0%~22%，实验室间平行双样最大相对偏差范围分别为 7.5%~23%、5.6%~22%、6.6%~20%。统计的 432 个平行双样相对偏差数据中，加标浓度为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 时，平行双样相对偏差结果均小于 30%，加标浓度为 0.05mg/kg 时，平行双样相对偏差有 97.3%测定结果的小于 30%，100%测定结果小于 35%。实验室间验证平行双样最大相对偏差结果见图 5-15。确定最终平行双样测定结果的相对偏差应≤35%。



A.低浓度加标平行双样相对偏差结果（0.050 mg/kg）



B.中浓度加标平行双样相对偏差结果（0.50 mg/kg）



C.高浓度加标平行双样相对偏差结果（2.00 mg/kg）

图 5-15 六家实验室验证平行双样相对偏差结果统计

### 5.11.3 基体加标

每批样品（20 个样品）至少测定一对基体加标样。本方法验证结果表明：六家实验室对加标质量浓度分别为 0.050 mg/kg 的空白石英砂和砂土型土壤实际样品、0.50 mg/kg 的空白石英砂、壤土型土壤和湖库型沉积物实际样品、2.00 mg/kg 的空白石英砂、黏土型土壤和河流型沉积物实际样品进行了 6 次重复测定。加标回收率分别为 81%~103%，64%~90%，65%~80%；加标回收率最终值：81%±28%~103%±29%，64%±17%~90%±24%，65%±12%~80%±25%。确定最终实际样品的加标回收率范围为 60%~120%

### 5.11.4 替代物的回收率

本方法替代物的添加浓度为 0.10 mg/kg，六家实验室验证的加标回收率范围为 58%~114%，确定本方法中替代物的加标回收率范围为 55%~120%。

### 5.11.5 校准

内标峰面积应不低于标准曲线内标峰面积的±50%，本方法标准曲线相关系数均应≥0.995。否则应查找原因，重新绘制标准曲线。

利用标准曲线中间浓度点进行标准曲线核查，目标化合物的测定值与标准值间的偏差应在±15%以内，否则应重新绘制标准曲线，或说明进样口或色谱柱存在干扰，应进行必要的维护。

## 6. 方法验证

### 6.1 方法验证方案

#### 6.1.1 基本情况

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010），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准确度的主要因素和数理统计学要求，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、准确度及实际样品加标回收率等。

### 6.1.2 方法验证单位

为保证参与本标准方法验证的实验室涵盖不同能力水平且气相色谱-质谱仪涵盖国内主流品牌型号，经过前期调研筛选，最终确定如表 6-1 所述 6 家单位（排名不分先后），相关人员、试剂耗材及仪器情况详见表 6-1、表 6-2、表 6-3。

参与验证的分析人员应在方法验证开始前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仪器、试剂、材料及分析步骤应符合本标准方法相关要求。

表 6-1 参与验证单位及人员情况登记表

| 编号 | 单位          | 姓名  | 性别 | 年龄(岁) | 职务/职称 | 所学专业    | 从事分析工作年限(年) |
|----|-------------|-----|----|-------|-------|---------|-------------|
| 1  | 武汉市环境监测中心   | 刘燕燕 | 女  | 49    | 高级工程师 | 预防医学    | 23          |
|    |             | 吕志勇 | 男  | 31    | 工程师   | 有机化学    | 6           |
|    |             | 白石  | 男  | 29    | 助理工程师 | 分析化学    | 7           |
| 2  | 黄石环境监测站     | 杨玲  | 女  | 33    | 工程师   | 分析化学    | 8           |
|    |             | 王笑媛 | 女  | 31    | 助理工程师 | 化学工程与工艺 | 8           |
|    |             | 张姝姝 | 女  | 30    | 工程师   | 分析化学    | 4           |
| 3  | 泰安市环境保护监测站  | 刘敏  | 女  | 44    | 高级工程师 | 环境科学    | 16          |
|    |             | 崔然  | 女  | 30    | 工程师   | 预防兽医学   | 4           |
|    |             | 李凯  | 男  | 28    | 工程师   | 环境科学    | 3           |
| 4  | 海南省环境监测中心站  | 何书海 | 男  | 36    | 高级工程师 | 农药学     | 10          |
|    |             | 李腾崖 | 男  | 34    | 助理工程师 | 环境科学    | 10          |
|    |             | 张鸣珊 | 女  | 33    | 工程师   | 分析化学    | 5           |
| 5  | 重庆市生态环境监测中心 | 郭志顺 | 男  | 36    | 高工    | 环境科学    | 11          |
|    |             | 朱明吉 | 男  | 36    | 高工    | 环境科学    | 13          |
|    |             | 蹇川  | 男  | 44    | 工程师   | 应用化学    | 20          |
| 6  | 浙江省环境监测中心   | 叶伟红 | 女  | 38    | 高工    | 环境科学    | 13          |
|    |             | 周菁清 | 女  | 27    | 助工    | 环境科学    | 2           |

表 6-2 参与验证单位前处理设备 & 材料使用情况登记表

| 编号 | 单位         | 提取设备                      | 固相萃取小柱                     |
|----|------------|---------------------------|----------------------------|
| 1  | 武汉市环境监测中心  | 自动索氏提取仪<br>步琪 BUCHI B-811 | 弗罗里硅土柱，1000 mg/6 ml，德国 CNW |
| 2  | 黄石环境监测站    | 索氏提取装置<br>上海兰仪 BSXT-04    | 硅胶柱，1000 mg/6 ml，色谱科       |
| 3  | 泰安市环境保护监测站 | 加压流体萃取仪<br>瑞士步琪 E-916     | 氨基柱，1000 mg/6 ml，安捷伦       |
| 4  | 海南省环境监测中心站 | 加压流体萃取仪<br>赛默飞世尔 ASE-350  | 氨基柱，1000 mg/6 ml，Waters    |

|   |             |                          |                           |
|---|-------------|--------------------------|---------------------------|
| 5 | 重庆市生态环境监测中心 | 加压流体萃取仪<br>赛默飞世尔 ASE-300 | 弗罗里硅土柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科 |
| 6 | 浙江省环境监测中心   | 加压流体萃取仪<br>赛默飞世尔 ASE-350 | 氨基柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW |

表 6-3 参与验证单位气相色谱质谱仪情况登记表

| 编号 | 单位          | 仪器厂家及型号                 | 出厂编号           | 性能情况           |
|----|-------------|-------------------------|----------------|----------------|
| 1  | 武汉市环境监测中心   | Agilent 7890B/5977A     | US1547M416     | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 2  | 黄石环境监测站     | 岛津 GC-MS QP2010         | O20525174557US | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 3  | 泰安市环境保护监测站  | 岛津 GC-MSQP2010          | C5689234       | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 4  | 海南省环境监测中心站  | 岛津 GC-MSQP2020          | O2142540045US  | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 5  | 重庆市生态环境监测中心 | Waters Quattro micro GC | RAB239         | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 6  | 浙江省环境监测中心   | Agilent 7890A/5975C     | US 81839185    | 性能良好<br>通过计量检定 |

### 6.1.3 分析方法

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）提取，根据样品基体干扰情况选择合适的净化方法去除干扰物，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。具体实验参数详见《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（标准草案）。

#### 6.1.3.1 方法检出限及定量下限

方法检出限的验证选取不含目标物的空白石英砂进行加标，加标浓度为 0.050 mg/kg。按照《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（标准草案）中样品分析的全部步骤进行处理和测定，计算 7 次平行测定的标准偏差，按 HJ 168-2010 中检出限的计算公式得出方法检出限。最终方法的检出限为各实验室所得检出限数据的最高值。测定下限为检出限值的 4 倍。

#### 6.1.4.2 方法精密度、准确度

分别在空白石英砂、3 种土壤和 2 种沉积物样品中加标，得到如表 6-4 所述目标化合物高、中、低浓度样品，按照《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（标准草案）中样品分析的全部步骤进行处理和测定，每类样品平行分析测定 6 次。计算不同浓度或含量样品的平均值、标准偏差和相对标准偏差，编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限得出方法精密度；计算每个样品的平均值和加标回收率，编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算加标回收率的均值及变动范围得出方法准确度。

6-4 方法检出限、精密度和准确度实验样品信息一览表

| 样品类型   | 目标物加标含量 (mg/kg) |               |               | 样品来源         |
|--------|-----------------|---------------|---------------|--------------|
|        | 低               | 中             | 高             |              |
| 空白石英砂  | 0.05<br>(n≥7)   | 0.50<br>(n≥6) | 2.00<br>(n≥6) | 市售           |
| 黏土型土壤  | —               | —             | 2.00<br>(n≥6) | 湖北省宜昌夷陵区周边菜地 |
| 壤土型土壤  | —               | 0.05<br>(n≥6) | —             | 湖北省荆州洪湖市郊农田  |
| 砂土型土壤  | 0.05<br>(n≥6)   | —             | —             | 湖北省仙桃市郊农田    |
| 河流型沉积物 | —               | —             | 2.00<br>(n≥6) | 汉江武汉段        |
| 湖库型沉积物 | —               | 0.05<br>(n≥6) | —             | 丹江口水库        |

注：表中低浓度样品中目标物含量位于测定下限附近，中、高浓度涵盖美国 EPA《土壤筛选导则》中规定的乙草胺、敌稗和杀草丹的土壤筛选限值（乙草胺为 0.58 mg/kg、敌稗为 0.10 mg/kg、杀草丹为 1.3 mg/kg）。

## 6.2 方法验证过程

（1）通过筛选确定有资质方法验证单位。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。

六家实验室验证结果表明，当样品量为 10.00 g，浓缩定容体积为 1.0 ml 时，8 种酰胺类农药的方法检出限为 0.01 mg/kg ~0.02 mg/kg，测定下限为 0.04 mg/kg ~0.08 mg/kg。

0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品实验室内相对标准偏差分别为：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。0.050 mg/kg、0.50 mg/kg 和 2.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品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。0.50 mg/kg 和 2.00 mg/kg 湖库型沉积物和河流型沉积物的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。

0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品加标回收率分别为 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%。0.050 mg/kg 的砂土型土壤、0.50 mg/kg 的壤土型土壤和 2.00 mg/kg 的黏土型土壤实际样品加标回收率分别为 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%。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%。

(2) 《方法验证报告》见附一。

### 6.3 方法验证数据的取舍

- (1) 方法检出限：检出限选取 6 家实验室测定的结果中的最大值。
- (2) 以本方法确定的 4 倍方法检出限为目标物的测定下限。
- (3) 本编制组在进行方法验证报告数据统计时，采用 Grubbs 检验，剔除异常值。
- (4) 方法精密度和准确度统计结果能满足方法特性指标要求。

## 7. 与开题报告的差异说明

(1) 本方法开题时名称为《土壤和沉积物 敌稗的测定 气相色谱法》，经 2015 年 12 月开题论证建议：通过实验确定有机氯农药的干扰水平，若通过优化净化和仪器分离条件仍无法消除此类干扰，建议方法变更为气相色谱-质谱法，目标物确定为敌稗等酰胺类农药。

开题论证会结束后，编制组即按照专家组建议，进行了仪器分析条件的优化实验以排除有机氯农药的干扰，具体实验方案如下：

配制 100 µg/L 16 种有机氯混标（标准物质编号：AE-00051，包含艾氏剂、p,p'-DDD、p,p'-DDE、o,p'-DDT、p,p'-DDT、狄氏剂、硫丹 I、硫丹 II、异狄氏剂、七氯、环氧七氯、六氯苯、α-六六六、β-六六六、γ-六六六和甲氧滴滴涕）（A 样）、1 mg/L 7 种酰胺类农药混标（包含甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、异丙甲草胺、杀草丹、敌稗）（B 样）及含 100 µg/L 上述 16 种有机氯和 1 mg/L 上述 7 种酰胺类的混标（C 样），分别采用有机氯农药和酰胺类农药通用仪器分析方法上机（GC-ECD）分析测定 A 样、B 样和 C 样，若不能将酰胺类农药和有机氯农药完全分离开来则更改标准名称。

酰胺类农药通用色谱分析条件为：进样口温度：270℃，不分流进样；色谱柱流速：3.0 ml/min；进样体积：1.0 µl；载气：氮气；检测器温度：280℃；柱箱温度：初始 150℃，以 30℃/min 升至 200℃，再以 3℃/min 升至 230℃。分析结果如下：

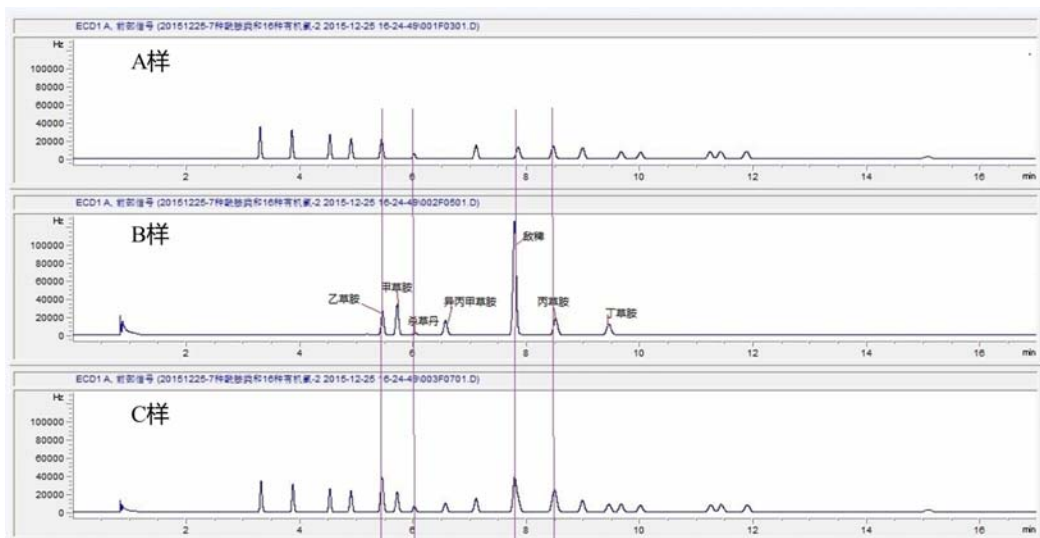


图 7-1 酰胺类农药通用色谱分析条件下 7 酰胺类和 16 种有机氯的气相色谱图

由图 7-1 可知，在酰胺类农药通用气相色谱条件下，7 种酰胺类和 16 种有机氯农药均能实现很好的分离，但当两者混合时， $\delta$ -六六六和乙草胺、艾氏剂和杀草丹、硫丹 I 和敌稈、p,p'-DDE 和丙草胺 4 种酰胺类农药无法排除有机氯农药的干扰。

有机氯农药通用气相分析条件为：进样口温度：250℃，不分流进样；色谱柱流速：1.0 ml/min；进样体积：1.0  $\mu$ l；载气：氮气；检测器温度：300℃；柱箱温度：在 120℃ 下保持 2 min，以 8℃/min 升至 275℃ 并保持 10 min。分析结果如下：

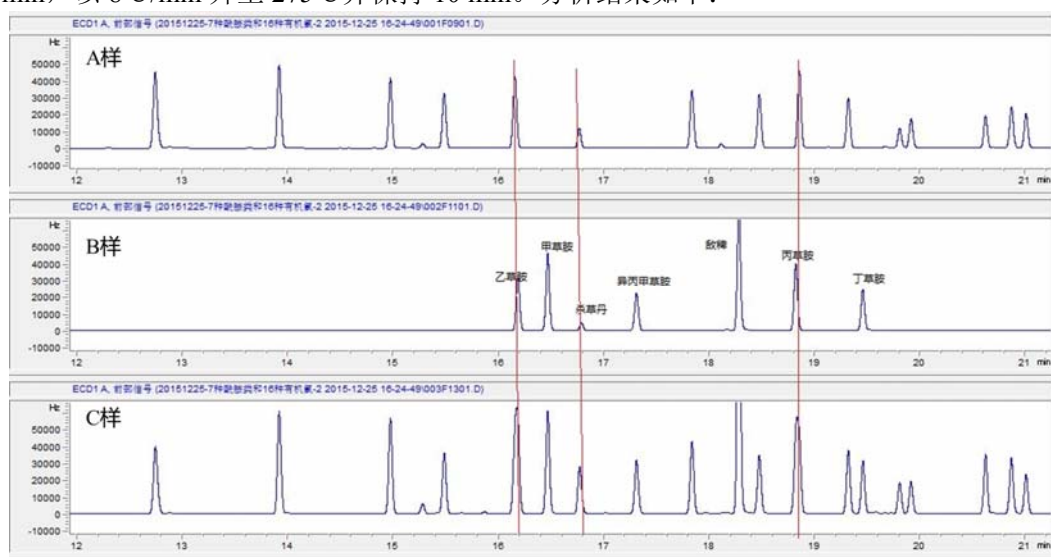


图 7-2 有机氯农药通用气相分析条件下 7 种酰胺类和 16 种有机氯的气相色谱图

由图 7-2 可知，在有机氯农药通用气相分析条件下，7 种酰胺类和 16 种有机氯农药也均能实现很好的分离，但当两者混合时，仍有乙草胺、杀草丹、丙草胺 3 种酰胺类农药不能排除有机氯农药的干扰。

基于以上实验结果，同时考虑到与泰安市环境保护监测站在研环保标准《水质 酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（编号：2014-47）保持一致，本方法改为《土壤和沉积物 酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》，目标物改为敌稈等酰胺类农药，并补充了除敌稈外 7 种酰胺类农药的相关研究内容。

(2) 文本中涉及的资料调研、仪器分析条件、样品保存、提取和净化条件等内容均是围绕 8 种酰胺类农药开展的，比开题报告的内容更丰富。

(3) 优化了气相色谱质谱仪器分析条件、样品提取（以索氏提取方法为基准）和净化条件。

(4) 组织人员采集了具有代表性的土壤和沉积物样品用于方法精密度和准确度的实验分析，包括 3 种土壤样品（黏土、壤土和砂土）和 2 种沉积物样品（河流型沉积物和湖库型沉积物）。

(5) 完成实验室内方法性能实验，包括方法检出限、方法定量下限、方法精密度和准确度方法等。

(6) 补充了样品保存实验，对土壤样品和样品提取液的保存时间给出了建议。

(7) 制定了方法验证方案，参与验证实验室涵盖不同能力水平、气相色谱-质谱仪涵盖国内主流品牌型号且样品高、中、低浓度覆盖美国 EPA《土壤筛选导则》标准限值（敌稗、乙草胺、杀草丹）。

## 8. 标准实施建议

在实施本标准的过程中，建议根据样品来源和特点选择适宜的提取和净化方法。

## 9. 参考文献

- [1] US EPA Method 508. Determination of chlorinated pesticides in water by gas chromatography with an electron capture detector. 1995.
- [2] US EPA Method 525. Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry. 1991.5.
- [3] US EPA Method 8085. Compound-independent elemental quantitation of pesticides by gas chromatography with atomic emission detection (GC/AED). 2007.2.
- [4] US EPA Method 508.1. Determination of chlorinated pesticides, herbicides, and organohalides by liquid-solid extraction and electron capture gas chromatography. 1995.
- [5] US EPA Method 507. Determination of nitrogen and phosphorus-containing pesticides in water by gas chromatography with a nitrogen-phosphorus detector. 1989.
- [6] 全国土壤污染状况调查样品分析测试技术规定（国家环境保护总局）
- [7] GB/T 5009.177-2003. 大米中敌稗残留量的测定[S]. 北京：中国标准出版社，2003.
- [8] GB/T 5009.218-2008. 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定[S].
- [9] GB/T 19648-2006. 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法[S].
- [10] GB/T 23214-2008. 饮用水中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
- [11] SN/T 1605-2005. 进出口植物性产品中氰草津、弗草隆、莠去津、敌稗、利谷隆残留量检验方法 高效液相色谱法[S].

- [12] NY/T 761-2008. 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S].
- [13] US EPA EN-CAS Method No. ENC-4/90.
- [14] US AOAC Official Method 2007, 01.
- [15] BS EN 15662: 2008.
- [16] 日本肯定列表食品中农业化学品残留检测方法.
- [17] GB/T 20771-2008. 蜂蜜中 486 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
- [18] 张洪玲. 气相色谱-质谱法快速测定稻米中酰胺类农药多残留方法研究[D]. 沈阳: 沈阳农业大学, 2006.
- [19] 周瑶敏. 气相色谱质谱法同时测定大米中有机氯、拟除虫菊酯类杀虫剂及酰胺类农药的研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2008.
- [20] 季玉玲, 刘运明, 张莹. 大米中敌稗残留量测定方法的研究[J]. 中国食品卫生杂志, 2002, 14(2): 9-11.
- [21] 金雅慧, 郑尊涛, 施海燕, 等. 敌稗在稻田环境中的残留动态[J]. 农药, 2011, 50(9): 665-667.
- [22] 周艳明, 陈柏, 田宏哲. 高效液相色谱法测定马铃薯中 15 种除草剂的残留量[J]. 农药, 2009, 48(10): 749-754.
- [23] 陆梅, 丁长春. 高效液相色谱法测定水中 4 种酰胺类农药[J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19(3): 35-36.
- [24] 曾维爱, 刘春来, 邓正平, 等. 固相萃取-GC 法同时检测烟田土壤中“敌稗”、“砒嘧磺隆”和“啶禾灵”的残留量[J]. 烟草科技, 2010, 281: 43-45.
- [25] 蔡云梅. 敌稗分析方法的进展[J]. 广东化工, 2015, 17(42): 129-130.
- [26] A. Navarro-Ortega, R. Tauler, S. Lacorte et al., Occurrence and transport of PAHs, pesticides and alkylphenols in sediment samples along the Ebro River Basin[J]. Journal of Hydrology, 2010, 383:5-17.
- [27] T. C. R. Santos, J. C. Rocha, R. M. Alonso, E. Martinez et al., Rapid degradation of propanil in rice crop fields[J]. Environ. Sci. Technol. 1998, 32:3479-3484.
- [28] A. Masia, M. Ibanez, C. Blasco, J. V. Sancho, Y. Pico et al., Combined use of liquid chromatography triple quadrupole mass spectrometry and liquid chromatography quadrupole time-of-flight mass spectrometry in systematic screening of pesticides and other contaminants in water samples[J]. Analytica Chimica. Acta 2013, 761:117-127.
- [29] Y. Li, J. E. George, C. L. Mccarty, S. C. Wendelken. Compliance analysis of phenylurea and related compounds in drinking water by liquid chromatography/electrospray ionization/mass spectrometry coupled with solid-phPLE extraction[J]. Journal of Chromatography A, 2006, 1134:170-176.
- [30] M. Kock-Schulmeyer, M. Olmos, M. L. Alda, D. Barcelo. Development of a multiresidue method for analysis of pesticides in sediments bPLEd on isotope dilution and liquid

- 
- chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography A*, 2013, 1305:176-187.
- [31] K. Vandecasteele, I. Gaus, W. Debreuck and K. Walraevens. Identification and quantification of 77 pesticides in groundwater using solid phPLE coupled to liquid-liquid micro extraction and reversed-phPLE liquid chromatography[J]. *Anal. Chem.* 2000, 72:3039-3101.
- [32] S. S. Caldas, C. Rombaldi, J. L. Oliveira A., L. C. Marube and E. G. Primel, Multi-residue method residue method for determination of 58 pesticides, pharmaceuticals and personal care products in water using solvent demulsification dispersive liquid-liquid micro extraction combined with liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Talanta*, 2015, 6:47.
- [33] A. Navarro-Ortega, R. Tauler, S. Lacorte et al., Occurrence and transport of PAHs, pesticides and alkylphenols in water samples along the Ebro River Basin[J]. *Journal of Hydrology*, 2010, 383:18-29.
- [34] P. V. Toan, Z. Sebesvari, M. Blasing, I. Rosendahl, F. G. Renaud, Pesticide management and their residues in sediments and surface and drinking water in the Mekong Delta, Vietnam[J]. *Sci. Total Environ.* 2013, 452: 28-39.
- [35] M. Ricart, H. Guasch, D. Barcelo, R. Brix, M. H. Conceicao, et al., Primary and complex stressors in polluted mediterranean rivers: Pesticide effects on biological communities[J]. *Journal of Hydrology*, 2010, 383:52-61.
- [36] US EPA Method 508. Determination of chlorinated pesticides in water by gas chromatography with an electron capture detector. 1995.
- [37] US EPA Method 523. Determination of triazine pesticides and their degradates in drinking water by gas chromatography/mass spectrometry (GC-MS) . 2011.2.
- [38] US EPA Method 525. Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry. 1991.5.
- [39] US EPA Method 527. Determination of selected pesticides and flame retardants in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry (GC-MS) . 2005.4.
- [40] US EPA Method 536. Determination of triazine pesticides and their degradates in drinking water by liquid chromatography electrospray ionization tandem mass spectrometry (LC/ESI-MS/MS) . 2007.10.
- [41] US EPA Method 8085. Compound-independent elemental quantitation of pesticides by gas chromatography with atomic emission detection (GC-AED) . 2007.2.
- [42] EPA/Method 645 The Determination of Certain Amine Pesticides and Lethane in Municipal and Industrial Wastewater (1993) [S].
- [43] EPA/Method 632.1 The determination of carbamate and amide pesticides in municipal and industrial wastewater (1993) [S].
- [44] EPA/Method 507 Determination of nitrogen-and phosphorus-containing pesticides in water by gas chromatography with a nitrogen- phosphorus detector (1995) [S].

- [45] 王万红, 王颜红, 王世成, 等. GC-MS 测定土壤中阿特拉津、六氯苯等十种农药残留[J]. 环境化学, 2009, 28 (6) : 899-903.
- [46] 陈虹, 韩勇, 钟明等. GC-ECD 法测定土壤中残留的酰胺类农药[J]. 化学试剂, 2010, 32 (12) : 1103-1107.
- [47] 李建中, 储晓刚, 蔡会霞, 等. 高效液相色谱法同时测定大豆中 12 种酰胺类农药的残留量[J]. 色谱, 2006, 24 (6) : 585-588.
- [48] 刘长令. 世界农药大全[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.
- [49] 常青云, 周欣, 高书涛, 等. 悬浮固化液相微萃取-气相色谱联用测定水样中酰胺类农药残留[J]. 分析化学, 2012, 4 (40) : 523-528.
- [50] Dimitra A. Lambropoulou , Vasilios A. Sakkas , Dimitra G. Hela ,a,\* Triantafyllos A. Albanis, Application of solid-phase microextraction in the monitoring of priority pesticides in the Kalamas River, Journal of Chromatography A, 2002, 963: 107-116.
- [51] D.W. Kolpina,U, E.M. Thurmanb, S.M. Linhart, Finding minimal herbicide concentrations in ground water.Try looking for their degradates. The Science of the Total Environment 2000, 248: 115-122.
- [52] Cleonice Rochaa, Elizabeth A. Pappasb, Chi-hua Huangb, Determination of trace triazine and chloroacetamide herbicides in tile-fed drainage ditch water using solid-phase microextraction coupled with GC-MS, Environmental Pollution 2008, 152: 239-244.
- [53] Akira Namera , Tomohiko Watanabe, Mikio Yashiki,Yasumasa Iwasaki, Tohru Kojima, Simple analysis of arylamide herbicides in serum using headspace-solid phase microextraction and GC-MS, Forensic Science International 1999, 103: 217-226.

---

附一

## 方法验证报告

方法名称：土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

项目主编单位：湖北省环境监测中心站

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

项目负责人及职称：贺小敏（高级工程师）

通讯地址：湖北省武汉市武昌区八一路 338 号 电话：027-87614789

报告编写人及职称：吴 昊（工程师）

报告日期：2017 年 10 月 20 日

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的规定，组织六家有资质的实验室进行方法验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告。

## 1 原始测试数据

### 1.1 实验室基本情况

参加验证的实验室及人员基本情况、仪器使用情况及试剂使用情况，见表 1.1-1~表 1.1-3。

表 1.1-1 参加验证的人员情况登记表

| 编号 | 单位          | 姓名  | 性别 | 年龄(岁) | 职务/职称 | 所学专业    | 从事分析工作年限(年) |
|----|-------------|-----|----|-------|-------|---------|-------------|
| 1  | 武汉市环境监测中心   | 刘燕燕 | 女  | 49    | 高级工程师 | 预防医学    | 23          |
|    |             | 吕志勇 | 男  | 31    | 工程师   | 有机化学    | 6           |
|    |             | 白石  | 男  | 29    | 助理工程师 | 分析化学    | 7           |
| 2  | 黄石环境监测站     | 杨玲  | 女  | 33    | 工程师   | 分析化学    | 8           |
|    |             | 王笑媛 | 女  | 31    | 助理工程师 | 化学工程与工艺 | 8           |
|    |             | 张姝姝 | 女  | 30    | 工程师   | 分析化学    | 4           |
| 3  | 泰安市环境保护监测站  | 刘敏  | 女  | 44    | 高级工程师 | 环境科学    | 16          |
|    |             | 崔然  | 女  | 30    | 工程师   | 预防兽医学   | 4           |
|    |             | 李凯  | 男  | 28    | 工程师   | 环境科学    | 3           |
| 4  | 海南省环境监测中心站  | 何书海 | 男  | 36    | 高级工程师 | 农药学     | 10          |
|    |             | 李腾崖 | 男  | 34    | 助理工程师 | 环境科学    | 10          |
|    |             | 张鸣珊 | 女  | 33    | 工程师   | 分析化学    | 5           |
| 5  | 重庆市生态环境监测中心 | 郭志顺 | 男  | 36    | 高工    | 环境科学    | 11          |
|    |             | 朱明吉 | 男  | 36    | 高工    | 环境科学    | 13          |
|    |             | 蹇川  | 男  | 44    | 工程师   | 应用化学    | 20          |
| 6  | 浙江省环境监测中心   | 叶伟红 | 女  | 38    | 高工    | 环境科学    | 13          |
|    |             | 周菁清 | 女  | 27    | 助工    | 环境科学    | 2           |

表 1.1-2 参与验证单位前处理设备 & 材料使用情况登记表

| 编号 | 单位          | 提取设备                      | 固相萃取小柱                       |
|----|-------------|---------------------------|------------------------------|
| 1  | 武汉市环境监测中心   | 自动索氏提取仪<br>步琪 BUCHI B-811 | 弗罗里硅土柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW |
| 2  | 黄石环境监测站     | 索氏提取装置<br>上海兰仪 BSXT-04    | 硅胶柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科       |
| 3  | 泰安市环境保护监测站  | 加压流体萃取仪<br>瑞士步琪 E-916     | 氨基柱, 1000 mg/6 ml, 安捷伦       |
| 4  | 海南省环境监测中心站  | 加压流体萃取仪<br>赛默飞世尔 ASE-350  | 氨基柱, 1000 mg/6 ml, Waters    |
| 5  | 重庆市生态环境监测中心 | 加压流体萃取仪<br>赛默飞世尔 ASE-300  | 弗罗里硅土柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科    |
| 6  | 浙江省环境监测中心   | 加压流体萃取仪<br>赛默飞世尔 ASE-350  | 氨基柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW    |

表 1.1-3 参加验证单位气相色谱-质谱仪情况登记表

| 编号 | 单位          | 仪器厂家及型号                 | 出厂编号           | 性能情况           |
|----|-------------|-------------------------|----------------|----------------|
| 1  | 武汉市环境监测中心   | Agilent 7890B/5977A     | US1547M416     | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 2  | 黄石环境监测站     | 岛津 GC-MS QP2010         | O20525174557US | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 3  | 泰安市环境保护监测站  | 岛津 GC-MSQP2010          | C5689234       | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 4  | 海南省环境监测中心站  | 岛津 GC-MSQP2020          | O2142540045US  | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 5  | 重庆市生态环境监测中心 | Waters Quattro micro GC | RAB239         | 性能良好<br>通过计量检定 |
| 6  | 浙江省环境监测中心   | Agilent 7890A/5975C     | US 81839185    | 性能良好<br>通过计量检定 |

## 1.2 方法检出限、测定下限测试数据

表 1.2-1 武汉市环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品编号                     | 乙草胺    | 异丙草胺   | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲草胺  | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草胺    |
|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 测定结果<br>(mg/kg)            | 1      | 0.057  | 0.026  | 0.034  | 0.046  | 0.038  | 0.032  | 0.038  |
|                            | 2      | 0.055  | 0.027  | 0.035  | 0.044  | 0.038  | 0.032  | 0.038  |
|                            | 3      | 0.054  | 0.032  | 0.042  | 0.047  | 0.042  | 0.038  | 0.040  |
|                            | 4      | 0.053  | 0.028  | 0.035  | 0.049  | 0.040  | 0.036  | 0.043  |
|                            | 5      | 0.052  | 0.028  | 0.035  | 0.046  | 0.038  | 0.032  | 0.039  |
|                            | 6      | 0.050  | 0.024  | 0.033  | 0.045  | 0.037  | 0.032  | 0.039  |
|                            | 7      | 0.060  | 0.033  | 0.039  | 0.048  | 0.043  | 0.039  | 0.045  |
| 平均值 $\bar{X}_1$<br>(mg/kg) | 0.054  | 0.028  | 0.036  | 0.046  | 0.039  | 0.041  | 0.034  | 0.040  |
| 标准偏差 $S_1$<br>(mg/kg)      | 0.0032 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0017 | 0.0021 | 0.0022 | 0.0031 | 0.0027 |
| $t$ 值                      | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  |
| 检出限 (mg/kg)                | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   |
| 测定下限 (mg/kg)               | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   |

表 1.2-2 黄石环境监测站方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品编号                     | 乙草胺    | 异丙草胺   | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲草胺  | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草胺    |
|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 测定结果<br>(mg/kg)            | 1      | 0.048  | 0.050  | 0.050  | 0.055  | 0.048  | 0.042  | 0.045  |
|                            | 2      | 0.052  | 0.053  | 0.052  | 0.058  | 0.052  | 0.044  | 0.046  |
|                            | 3      | 0.050  | 0.052  | 0.052  | 0.055  | 0.052  | 0.043  | 0.049  |
|                            | 4      | 0.048  | 0.051  | 0.051  | 0.057  | 0.053  | 0.046  | 0.050  |
|                            | 5      | 0.047  | 0.050  | 0.050  | 0.058  | 0.051  | 0.046  | 0.051  |
|                            | 6      | 0.047  | 0.049  | 0.049  | 0.055  | 0.050  | 0.046  | 0.051  |
|                            | 7      | 0.056  | 0.049  | 0.055  | 0.053  | 0.056  | 0.049  | 0.053  |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg) | 0.050  | 0.051  | 0.051  | 0.056  | 0.052  | 0.045  | 0.046  | 0.049  |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)      | 0.0034 | 0.0014 | 0.0021 | 0.0020 | 0.0024 | 0.0023 | 0.0022 | 0.0028 |
| $t$ 值                      | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  |
| 检出限 (mg/kg)                | 0.02   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   |
| 测定下限 (mg/kg)               | 0.08   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   |

表 1.2-3 泰安市环境保护监测站方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品编号          | 乙草胺 | 异丙草胺  | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |
|-----------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 测定结果<br>(mg/kg) | 1   | 0.045 | 0.034 | 0.045 | 0.049 | 0.047 | 0.041 | 0.047 |
|                 | 2   | 0.050 | 0.038 | 0.049 | 0.051 | 0.049 | 0.044 | 0.054 |
|                 | 3   | 0.046 | 0.038 | 0.048 | 0.055 | 0.049 | 0.043 | 0.051 |
|                 | 4   | 0.051 | 0.041 | 0.042 | 0.049 | 0.054 | 0.047 | 0.056 |
|                 | 5   | 0.049 | 0.038 | 0.039 | 0.046 | 0.050 | 0.048 | 0.051 |
|                 | 6   | 0.047 | 0.041 | 0.048 | 0.046 | 0.050 | 0.044 | 0.053 |

| 平行样品编号                     | 乙草胺    | 异丙草胺   | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲草胺  | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草胺    |
|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 7                          | 0.042  | 0.042  | 0.041  | 0.051  | 0.046  | 0.044  | 0.045  | 0.051  |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg) | 0.047  | 0.039  | 0.045  | 0.049  | 0.049  | 0.044  | 0.050  | 0.052  |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)      | 0.0030 | 0.0027 | 0.0040 | 0.0029 | 0.0028 | 0.0022 | 0.0032 | 0.0028 |
| t 值                        | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  |
| 检出限 (mg/kg)                | 0.01   | 0.01   | 0.02   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   |
| 测定下限<br>(mg/kg)            | 0.04   | 0.04   | 0.08   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   |

表 1.2-4 海南省环境监测中心站方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品编号                     |   | 乙草胺    | 异丙草胺   | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲草胺  | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草胺    |
|----------------------------|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 测定结果<br>(mg/kg)            | 1 | 0.045  | 0.047  | 0.045  | 0.057  | 0.047  | 0.043  | 0.046  | 0.049  |
|                            | 2 | 0.048  | 0.049  | 0.049  | 0.061  | 0.051  | 0.044  | 0.049  | 0.052  |
|                            | 3 | 0.046  | 0.047  | 0.047  | 0.056  | 0.048  | 0.042  | 0.047  | 0.049  |
|                            | 4 | 0.042  | 0.053  | 0.051  | 0.057  | 0.052  | 0.045  | 0.050  | 0.053  |
|                            | 5 | 0.039  | 0.049  | 0.048  | 0.054  | 0.049  | 0.047  | 0.047  | 0.048  |
|                            | 6 | 0.045  | 0.048  | 0.047  | 0.059  | 0.044  | 0.043  | 0.047  | 0.052  |
|                            | 7 | 0.042  | 0.043  | 0.049  | 0.056  | 0.051  | 0.049  | 0.046  | 0.055  |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg) |   | 0.044  | 0.048  | 0.048  | 0.057  | 0.049  | 0.045  | 0.047  | 0.051  |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)      |   | 0.0032 | 0.0029 | 0.0021 | 0.0022 | 0.0035 | 0.0026 | 0.0017 | 0.0024 |
| $t$ 值                      |   | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  |
| 检出限 (mg/kg)                |   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   |
| 测定下限<br>(mg/kg)            |   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   |

表 1.2-5 重庆市生态环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：重庆市生态环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品编号                     |   | 乙草胺    | 异丙草胺   | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲草胺  | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草胺    |
|----------------------------|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 测定结果<br>(mg/kg)            | 1 | 0.054  | 0.045  | 0.048  | 0.047  | 0.042  | 0.040  | 0.054  | 0.051  |
|                            | 2 | 0.047  | 0.042  | 0.047  | 0.046  | 0.038  | 0.038  | 0.053  | 0.053  |
|                            | 3 | 0.040  | 0.041  | 0.038  | 0.049  | 0.037  | 0.036  | 0.051  | 0.048  |
|                            | 4 | 0.043  | 0.040  | 0.042  | 0.044  | 0.037  | 0.037  | 0.053  | 0.051  |
|                            | 5 | 0.043  | 0.042  | 0.042  | 0.046  | 0.040  | 0.040  | 0.054  | 0.053  |
|                            | 6 | 0.044  | 0.043  | 0.040  | 0.042  | 0.036  | 0.039  | 0.048  | 0.052  |
|                            | 7 | 0.046  | 0.047  | 0.045  | 0.048  | 0.042  | 0.043  | 0.056  | 0.053  |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg) |   | 0.045  | 0.043  | 0.043  | 0.046  | 0.039  | 0.039  | 0.053  | 0.052  |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)      |   | 0.0043 | 0.0025 | 0.0038 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0018 |
| t 值                        |   | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  |
| 检出限 (mg/kg)                |   | 0.02   | 0.01   | 0.02   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   |
| 测定下限<br>(mg/kg)            |   | 0.08   | 0.04   | 0.08   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   |

表 1.2-6 浙江省环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江省环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品编号                     |   | 乙草胺    | 异丙草胺   | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲草胺  | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草胺    |
|----------------------------|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 测定结果<br>(mg/kg)            | 1 | 0.023  | 0.017  | 0.032  | 0.038  | 0.023  | 0.017  | 0.022  | 0.022  |
|                            | 2 | 0.026  | 0.021  | 0.033  | 0.044  | 0.027  | 0.020  | 0.028  | 0.029  |
|                            | 3 | 0.022  | 0.016  | 0.029  | 0.037  | 0.021  | 0.012  | 0.019  | 0.020  |
|                            | 4 | 0.026  | 0.020  | 0.033  | 0.042  | 0.026  | 0.021  | 0.024  | 0.027  |
|                            | 5 | 0.022  | 0.016  | 0.030  | 0.039  | 0.022  | 0.013  | 0.021  | 0.024  |
|                            | 6 | 0.019  | 0.014  | 0.027  | 0.035  | 0.019  | 0.011  | 0.018  | 0.021  |
|                            | 7 | 0.026  | 0.020  | 0.033  | 0.037  | 0.024  | 0.015  | 0.022  | 0.025  |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg) |   | 0.023  | 0.018  | 0.031  | 0.039  | 0.023  | 0.016  | 0.022  | 0.024  |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)      |   | 0.0028 | 0.0026 | 0.0023 | 0.0033 | 0.0027 | 0.0039 | 0.0033 | 0.0033 |
| t 值                        |   | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  | 3.143  |
| 检出限 (mg/kg)                |   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.01   | 0.02   | 0.01   | 0.01   |
| 测定下限<br>(mg/kg)            |   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.04   | 0.08   | 0.04   | 0.04   |

## 1.3 方法精密度测试数据

表 1.3-1 武汉市环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                             |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d11 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |       | 备注 |
|----------------------------------------|---|------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|----|
|                                        |   | 乙草胺<br>-d11                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                    | 1 | 0.089                                          | 0.037 | 0.043    | 0.044 | 0.061 | 0.049     | 0.038 | 0.037 | 0.043 |    |
|                                        | 2 | 0.101                                          | 0.042 | 0.041    | 0.045 | 0.060 | 0.049     | 0.032 | 0.032 | 0.042 |    |
|                                        | 3 | 0.083                                          | 0.038 | 0.028    | 0.033 | 0.052 | 0.034     | 0.028 | 0.023 | 0.036 |    |
|                                        | 4 | 0.088                                          | 0.040 | 0.031    | 0.039 | 0.054 | 0.038     | 0.029 | 0.030 | 0.038 |    |
|                                        | 5 | 0.091                                          | 0.054 | 0.053    | 0.048 | 0.059 | 0.051     | 0.035 | 0.042 | 0.050 |    |
|                                        | 6 | 0.092                                          | 0.040 | 0.034    | 0.041 | 0.060 | 0.042     | 0.028 | 0.034 | 0.043 |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)             |   | 0.091                                          | 0.042 | 0.038    | 0.042 | 0.058 | 0.044     | 0.032 | 0.033 | 0.042 |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                  |   | 0.006                                          | 0.006 | 0.009    | 0.005 | 0.004 | 0.007     | 0.004 | 0.006 | 0.005 |    |
| 相对标准偏差 $RSD_i$<br>(%)                  |   | 6.5                                            | 14    | 24       | 12    | 6.3   | 15        | 13    | 20    | 11    |    |
| $X_{I\max}$ 和 $X_{I\min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 9.8                                            | 19    | 31       | 18    | 8.0   | 20        | 15    | 29    | 16    |    |

表 1.3-2 武汉市环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号       |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d11 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |      | 备注 |
|------------------|---|----------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|------|----|
|                  |   | 乙草胺<br>-d11                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草胺  |    |
| 测<br>定<br>结<br>果 | 1 | 0.07                                         | 0.51 | 0.40     | 0.37 | 0.38 | 0.39      | 0.36 | 0.41 | 0.41 |    |
|                  | 2 | 0.07                                         | 0.44 | 0.34     | 0.32 | 0.34 | 0.34      | 0.32 | 0.37 | 0.37 |    |
|                  | 3 | 0.07                                         | 0.50 | 0.39     | 0.36 | 0.36 | 0.37      | 0.35 | 0.40 | 0.40 |    |
|                  | 4 | 0.08                                         | 0.51 | 0.40     | 0.38 | 0.37 | 0.38      | 0.35 | 0.40 | 0.40 |    |

| 平行样品<br>编号                             |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |       | 备注 |
|----------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|----|
|                                        |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |    |
| 果<br>(mg/kg)                           | 5 | 0.07                                                     | 0.27  | 0.38     | 0.36  | 0.37  | 0.38      | 0.35  | 0.41  | 0.40  |    |
|                                        | 6 | 0.08                                                     | 0.46  | 0.39     | 0.37  | 0.38  | 0.37      | 0.35  | 0.40  | 0.38  |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)             |   | 0.08                                                     | 0.48  | 0.38     | 0.36  | 0.37  | 0.37      | 0.35  | 0.40  | 0.40  |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                  |   | 0.006                                                    | 0.032 | 0.021    | 0.019 | 0.015 | 0.016     | 0.014 | 0.017 | 0.016 |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_I$ (%)                  |   | 8.0                                                      | 6.6   | 5.4      | 5.3   | 4.2   | 4.4       | 4.0   | 4.2   | 4.1   |    |
| $X_{I\max}$ 和 $X_{I\min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 12                                                       | 7.4   | 8.1      | 8.6   | 5.6   | 6.8       | 5.9   | 5.1   | 5.1   |    |

注：采用格鲁布斯检验法， $G_{95}(6)=1.82$ ；乙草胺 5 号样结果 0.27,  $G_i=1.89>1.82$ , 离群，剔除。

表 1.3-3 武汉市环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                             |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|----------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                        |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)            | 1 | 0.063                                                    | 1.68  | 1.52     | 1.50  | 1.46  | 1.50      | 1.47  | 1.57  | 1.61    |    |
|                                        | 2 | 0.061                                                    | 1.54  | 1.39     | 1.37  | 1.36  | 1.38      | 1.34  | 1.46  | 1.50    |    |
|                                        | 3 | 0.063                                                    | 1.67  | 1.52     | 1.49  | 1.49  | 1.50      | 1.47  | 1.58  | 1.60    |    |
|                                        | 4 | 0.063                                                    | 1.66  | 1.50     | 1.47  | 1.40  | 1.47      | 1.44  | 1.54  | 1.59    |    |
|                                        | 5 | 0.060                                                    | 1.65  | 1.49     | 1.46  | 1.51  | 1.51      | 1.43  | 1.59  | 1.63    |    |
|                                        | 6 | 0.062                                                    | 1.61  | 1.46     | 1.43  | 1.41  | 1.45      | 1.41  | 1.51  | 1.55    |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)             |   | 0.062                                                    | 1.63  | 1.48     | 1.45  | 1.44  | 1.47      | 1.43  | 1.54  | 1.58    |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                  |   | 0.001                                                    | 0.055 | 0.047    | 0.047 | 0.061 | 0.048     | 0.048 | 0.047 | 0.048   |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_I$ (%)                  |   | 1.9                                                      | 3.4   | 3.2      | 3.3   | 4.2   | 3.3       | 3.4   | 3.1   | 3.0     |    |
| $X_{I\max}$ 和 $X_{I\min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 2.4                                                      | 4.3   | 4.5      | 4.5   | 5.2   | 4.5       | 4.6   | 4.3   | 4.2     |    |

表 1.3-4 武汉市环境监测中心精密度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                  |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |       | 备注 |
|-----------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|----|
|                             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg) | 1 | 0.100                                                      | 0.038 | 0.031    | 0.049 | 0.052 | 0.036     | 0.034 | 0.033 | 0.039 |    |
|                             | 2 | 0.098                                                      | 0.046 | 0.040    | 0.056 | 0.059 | 0.049     | 0.039 | 0.048 | 0.051 |    |
|                             | 3 | 0.103                                                      | 0.043 | 0.043    | 0.054 | 0.056 | 0.048     | 0.041 | 0.047 | 0.051 |    |
|                             | 4 | 0.107                                                      | 0.043 | 0.054    | 0.058 | 0.060 | 0.057     | 0.048 | 0.060 | 0.054 |    |
|                             | 5 | 0.103                                                      | 0.041 | 0.045    | 0.056 | 0.059 | 0.049     | 0.043 | 0.049 | 0.053 |    |
|                             | 6 | 0.099                                                      | 0.039 | 0.036    | 0.055 | 0.057 | 0.047     | 0.040 | 0.048 | 0.052 |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)  |   | 0.102                                                      | 0.042 | 0.041    | 0.055 | 0.057 | 0.048     | 0.041 | 0.047 | 0.050 |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)       |   | 0.003                                                      | 0.003 | 0.008    | 0.003 | 0.003 | 0.007     | 0.005 | 0.009 | 0.005 |    |
| 相对标准偏差                      |   | 3.4                                                        | 7.2   | 19       | 5.4   | 5.4   | 14        | 11    | 18    | 11    |    |

| 平行样品<br>编号                                           | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |     |          |     |     |           |     |     |     | 备注 |
|------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|-----|----------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----|----|
|                                                      | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺 | 异丙草<br>胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 |    |
| RSD <sub>I</sub> (%)                                 |                                                            |     |          |     |     |           |     |     |     |    |
| X <sub>I max</sub> 和 X <sub>I min</sub> 相对<br>偏差 (%) | 4.4                                                        | 9.5 | 27       | 8.4 | 7.1 | 23        | 17  | 29  | 16  |    |

表 1.3-5 武汉市环境监测中心精密度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|------------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定结<br>果<br>(mg/kg)                                  | 1 | 0.082                                                    | 0.37  | 0.38     | 0.38  | 0.41  | 0.39      | 0.36  | 0.41  | 0.42    |    |
|                                                      | 2 | 0.089                                                    | 0.38  | 0.40     | 0.39  | 0.44  | 0.42      | 0.38  | 0.43  | 0.44    |    |
|                                                      | 3 | 0.091                                                    | 0.40  | 0.40     | 0.40  | 0.45  | 0.42      | 0.39  | 0.43  | 0.43    |    |
| 测定结<br>果<br>(mg/kg)                                  | 4 | 0.087                                                    | 0.39  | 0.40     | 0.39  | 0.44  | 0.41      | 0.38  | 0.42  | 0.42    |    |
|                                                      | 5 | 0.090                                                    | 0.37  | 0.39     | 0.39  | 0.42  | 0.40      | 0.38  | 0.41  | 0.40    |    |
|                                                      | 6 | 0.088                                                    | 0.38  | 0.41     | 0.40  | 0.45  | 0.43      | 0.40  | 0.44  | 0.44    |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)                           |   | 0.088                                                    | 0.38  | 0.40     | 0.39  | 0.43  | 0.41      | 0.38  | 0.43  | 0.43    |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                                |   | 0.003                                                    | 0.011 | 0.010    | 0.010 | 0.017 | 0.012     | 0.011 | 0.012 | 0.013   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>I</sub> (%)                       |   | 3.5                                                      | 2.9   | 2.6      | 2.6   | 4.0   | 2.9       | 2.9   | 2.7   | 3.0     |    |
| X <sub>I max</sub> 和 X <sub>I min</sub> 相对<br>偏差 (%) |   | 5.2                                                      | 3.9   | 3.8      | 2.6   | 4.7   | 4.9       | 5.3   | 3.5   | 4.8     |    |

表 1.3-6 武汉市环境监测中心精密度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|------------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)                          | 1 | 0.061                                                    | 1.59  | 1.63     | 1.62  | 1.49  | 1.62      | 1.53  | 1.71  | 1.79    |    |
|                                                      | 2 | 0.072                                                    | 1.61  | 1.67     | 1.63  | 1.54  | 1.66      | 1.56  | 1.75  | 1.83    |    |
|                                                      | 3 | 0.069                                                    | 1.36  | 1.45     | 1.44  | 1.34  | 1.44      | 1.34  | 1.54  | 1.61    |    |
|                                                      | 4 | 0.071                                                    | 1.41  | 1.47     | 1.45  | 1.33  | 1.45      | 1.35  | 1.55  | 1.65    |    |
|                                                      | 5 | 0.058                                                    | 1.52  | 1.55     | 1.53  | 1.46  | 1.55      | 1.45  | 1.65  | 1.71    |    |
|                                                      | 6 | 0.068                                                    | 1.60  | 1.66     | 1.63  | 1.56  | 1.65      | 1.56  | 1.71  | 1.76    |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)                           |   | 0.066                                                    | 1.52  | 1.57     | 1.55  | 1.45  | 1.56      | 1.47  | 1.65  | 1.73    |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                                |   | 0.006                                                    | 0.107 | 0.098    | 0.092 | 0.098 | 0.099     | 0.103 | 0.089 | 0.085   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>I</sub> (%)                       |   | 9.0                                                      | 7.1   | 6.3      | 6.0   | 6.8   | 6.3       | 7.0   | 5.4   | 4.9     |    |
| X <sub>I max</sub> 和 X <sub>I min</sub> 相对<br>偏差 (%) |   | 11                                                       | 8.4   | 7.1      | 6.2   | 8.0   | 7.1       | 7.6   | 6.4   | 6.4     |    |

表 1.3-7 武汉市环境监测中心精密度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                 |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |        |           |       |        |         | 备注 |
|--------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|--------|-----------|-------|--------|---------|----|
|                                            |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗     | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺    | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                        | 1 | 0.060                                                    | 0.33  | 0.33     | 0.30  | 0.39   | 0.36      | 0.36  | 0.36   | 0.32    |    |
|                                            | 2 | 0.063                                                    | 0.39  | 0.36     | 0.36  | 0.39   | 0.37      | 0.37  | 0.38   | 0.35    |    |
|                                            | 3 | 0.063                                                    | 0.31  | 0.35     | 0.33  | 0.38   | 0.36      | 0.35  | 0.38   | 0.37    |    |
|                                            | 4 | 0.063                                                    | 0.35  | 0.35     | 0.32  | 0.38   | 0.36      | 0.35  | 0.37   | 0.36    |    |
|                                            | 5 | 0.061                                                    | 0.32  | 0.35     | 0.33  | 0.38   | 0.36      | 0.35  | 0.38   | 0.35    |    |
|                                            | 6 | 0.066                                                    | 0.33  | 0.35     | 0.33  | 0.38   | 0.36      | 0.35  | 0.37   | 0.36    |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)                 |   | 0.063                                                    | 0.34  | 0.35     | 0.33  | 0.38   | 0.36      | 0.36  | 0.37   | 0.35    |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                      |   | 0.0021                                                   | 0.030 | 0.012    | 0.017 | 0.0062 | 0.0066    | 0.011 | 0.0086 | 0.015   |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_I$ (%)                      |   | 3.3                                                      | 8.9   | 3.4      | 5.3   | 1.6    | 1.8       | 3.0   | 2.3    | 4.2     |    |
| $X_{I_{max}}$ 和 $X_{I_{min}}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 4.8                                                      | 11    | 4.3      | 9.1   | 1.3    | 1.4       | 2.8   | 2.7    | 7.2     |    |

表 1.3-8 武汉市环境监测中心精密度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                 |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                            |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                        | 1 | 0.056                                                    | 1.45  | 1.60     | 1.58  | 1.54  | 1.67      | 1.62  | 1.72  | 1.73    |    |
|                                            | 2 | 0.059                                                    | 1.46  | 1.65     | 1.63  | 1.62  | 1.71      | 1.66  | 1.74  | 1.74    |    |
|                                            | 3 | 0.051                                                    | 1.36  | 1.49     | 1.49  | 1.57  | 1.63      | 1.63  | 1.60  | 1.57    |    |
|                                            | 4 | 0.075                                                    | 1.26  | 1.37     | 1.39  | 1.66  | 1.61      | 1.63  | 1.51  | 1.50    |    |
|                                            | 5 | 0.087                                                    | 1.35  | 1.55     | 1.53  | 1.64  | 1.67      | 1.61  | 1.68  | 1.66    |    |
|                                            | 6 | 0.055                                                    | 1.35  | 1.46     | 1.44  | 1.44  | 1.50      | 1.43  | 1.56  | 1.58    |    |
| 平均值 $\bar{X}_I$<br>(mg/kg)                 |   | 0.064                                                    | 1.37  | 1.52     | 1.51  | 1.58  | 1.63      | 1.60  | 1.64  | 1.63    |    |
| 标准偏差 $S_I$<br>(mg/kg)                      |   | 0.014                                                    | 0.072 | 0.10     | 0.089 | 0.080 | 0.074     | 0.082 | 0.094 | 0.096   |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_I$ (%)                      |   | 22                                                       | 5.3   | 6.6      | 5.9   | 5.1   | 4.5       | 5.1   | 5.7   | 5.9     |    |
| $X_{I_{max}}$ 和 $X_{I_{min}}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 26                                                       | 7.4   | 9.3      | 7.9   | 7.1   | 6.5       | 7.4   | 7.1   | 7.4     |    |

表 1.3-9 黄石环境监测站精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.064                                                      | 0.053 | 0.052    | 0.051 | 0.050 | 0.044     | 0.047 | 0.042 | 0.041   |    |
|                                      | 2 | 0.065                                                      | 0.054 | 0.054    | 0.053 | 0.053 | 0.047     | 0.041 | 0.042 | 0.041   |    |
|                                      | 3 | 0.083                                                      | 0.049 | 0.050    | 0.050 | 0.055 | 0.045     | 0.040 | 0.040 | 0.040   |    |
|                                      | 4 | 0.089                                                      | 0.050 | 0.053    | 0.052 | 0.057 | 0.051     | 0.041 | 0.044 | 0.047   |    |
|                                      | 5 | 0.091                                                      | 0.058 | 0.059    | 0.058 | 0.060 | 0.056     | 0.044 | 0.049 | 0.052   |    |
|                                      | 6 | 0.065                                                      | 0.043 | 0.043    | 0.044 | 0.047 | 0.041     | 0.035 | 0.035 | 0.037   |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)           |   | 0.076                                                      | 0.051 | 0.052    | 0.051 | 0.053 | 0.047     | 0.041 | 0.042 | 0.043   |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                |   | 0.013                                                      | 0.005 | 0.005    | 0.005 | 0.005 | 0.005     | 0.004 | 0.004 | 0.005   |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_2$ (%)                |   | 17                                                         | 10    | 9.9      | 9.3   | 9.2   | 11        | 9.6   | 11    | 12      |    |
| $X_{1max}$ 和 $X_{1min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 17                                                         | 15    | 16       | 14    | 12    | 16        | 15    | 17    | 17      |    |

表 1.3-10 黄石环境监测站精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.073                                                    | 0.35  | 0.42     | 0.37  | 0.39  | 0.48      | 0.51  | 0.43  | 0.47    |    |
|                                      | 2 | 0.066                                                    | 0.30  | 0.36     | 0.33  | 0.35  | 0.42      | 0.46  | 0.38  | 0.44    |    |
|                                      | 3 | 0.072                                                    | 0.37  | 0.43     | 0.39  | 0.41  | 0.51      | 0.55  | 0.46  | 0.49    |    |
|                                      | 4 | 0.057                                                    | 0.26  | 0.31     | 0.28  | 0.25  | 0.36      | 0.39  | 0.35  | 0.38    |    |
|                                      | 5 | 0.077                                                    | 0.35  | 0.41     | 0.37  | 0.38  | 0.49      | 0.55  | 0.45  | 0.49    |    |
|                                      | 6 | 0.069                                                    | 0.34  | 0.40     | 0.36  | 0.37  | 0.46      | 0.48  | 0.40  | 0.39    |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)           |   | 0.069                                                    | 0.33  | 0.39     | 0.35  | 0.36  | 0.45      | 0.49  | 0.41  | 0.44    |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                |   | 0.007                                                    | 0.040 | 0.044    | 0.042 | 0.056 | 0.054     | 0.059 | 0.043 | 0.049   |    |
| 相对标准偏差 $RSD_2$<br>(%)                |   | 10                                                       | 12    | 11       | 12    | 16    | 12        | 12    | 10    | 11      |    |
| $X_{2max}$ 和 $X_{2min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 15                                                       | 18    | 16       | 16    | 24    | 17        | 17    | 14    | 13      |    |

表 1.3-11 黄石环境监测站精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号  |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |         | 备注 |
|-------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|---------|----|
|             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结 | 1 | 0.066                                                    | 1.34 | 1.39     | 1.38 | 1.42 | 1.48      | 1.57 | 1.44 | 1.43    |    |
|             | 2 | 0.062                                                    | 1.25 | 1.30     | 1.29 | 1.31 | 1.39      | 1.55 | 1.35 | 1.36    |    |
|             | 3 | 0.061                                                    | 1.29 | 1.34     | 1.33 | 1.45 | 1.46      | 1.63 | 1.44 | 1.46    |    |
|             | 4 | 0.064                                                    | 1.29 | 1.34     | 1.34 | 1.32 | 1.43      | 1.63 | 1.40 | 1.40    |    |

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 果<br>(mg/kg)                         | 5 | 0.064                                                    | 1.34  | 1.40     | 1.39  | 1.46  | 1.51      | 1.66  | 1.46  | 1.48    |    |
|                                      | 6 | 0.058                                                    | 1.23  | 1.29     | 1.28  | 1.36  | 1.39      | 1.60  | 1.36  | 1.38    |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)           |   | 0.003                                                    | 0.041 | 0.041    | 0.042 | 0.060 | 0.045     | 0.038 | 0.043 | 0.045   |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                |   | 0.003                                                    | 0.045 | 0.045    | 0.046 | 0.066 | 0.049     | 0.041 | 0.047 | 0.049   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>2</sub> (%)       |   | 4.6                                                      | 3.5   | 3.3      | 3.4   | 4.7   | 3.4       | 2.6   | 3.3   | 3.5     |    |
| $X_{2max}$ 和 $X_{2min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 6.5                                                      | 4.3   | 4.1      | 4.1   | 5.4   | 4.1       | 3.4   | 3.9   | 4.2     |    |

表 1.3-12 黄石环境监测站精密度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.100                                                      | 0.048 | 0.050    | 0.050 | 0.055 | 0.048     | 0.042 | 0.043 | 0.045   |    |
|                                      | 2 | 0.090                                                      | 0.052 | 0.053    | 0.052 | 0.058 | 0.052     | 0.044 | 0.045 | 0.046   |    |
|                                      | 3 | 0.106                                                      | 0.050 | 0.052    | 0.052 | 0.055 | 0.052     | 0.043 | 0.046 | 0.049   |    |
|                                      | 4 | 0.110                                                      | 0.048 | 0.051    | 0.051 | 0.057 | 0.053     | 0.046 | 0.048 | 0.050   |    |
|                                      | 5 | 0.104                                                      | 0.047 | 0.050    | 0.050 | 0.058 | 0.051     | 0.046 | 0.048 | 0.051   |    |
|                                      | 6 | 0.098                                                      | 0.047 | 0.049    | 0.049 | 0.055 | 0.050     | 0.046 | 0.047 | 0.051   |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)           |   | 0.101                                                      | 0.048 | 0.051    | 0.051 | 0.056 | 0.051     | 0.045 | 0.046 | 0.049   |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                |   | 0.007                                                      | 0.002 | 0.001    | 0.001 | 0.002 | 0.002     | 0.002 | 0.002 | 0.003   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>2</sub> (%)       |   | 6.6                                                        | 4.2   | 2.6      | 2.7   | 3.0   | 3.1       | 3.7   | 4.2   | 5.1     |    |
| $X_{2max}$ 和 $X_{2min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 10                                                         | 5.1   | 3.9      | 3.0   | 2.7   | 5.0       | 4.5   | 5.5   | 6.3     |    |

表 1.3-13 黄石环境监测站精密度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                  |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|-----------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg) | 1 | 0.076                                                    | 0.38  | 0.43     | 0.39  | 0.40  | 0.49      | 0.51  | 0.42  | 0.47    |    |
|                             | 2 | 0.073                                                    | 0.35  | 0.41     | 0.37  | 0.38  | 0.48      | 0.54  | 0.42  | 0.48    |    |
|                             | 3 | 0.069                                                    | 0.34  | 0.40     | 0.36  | 0.36  | 0.46      | 0.52  | 0.39  | 0.44    |    |
|                             | 4 | 0.077                                                    | 0.36  | 0.43     | 0.39  | 0.41  | 0.51      | 0.58  | 0.45  | 0.51    |    |
|                             | 5 | 0.075                                                    | 0.35  | 0.43     | 0.38  | 0.38  | 0.50      | 0.58  | 0.44  | 0.52    |    |
|                             | 6 | 0.071                                                    | 0.32  | 0.39     | 0.35  | 0.37  | 0.46      | 0.55  | 0.42  | 0.49    |    |
| 平均值 $\bar{X}_i$<br>(mg/kg)  |   | 0.074                                                    | 0.35  | 0.41     | 0.37  | 0.38  | 0.48      | 0.55  | 0.42  | 0.48    |    |
| 标准偏差 $S_i$<br>(mg/kg)       |   | 0.003                                                    | 0.019 | 0.019    | 0.018 | 0.020 | 0.020     | 0.029 | 0.017 | 0.027   |    |
| 相对标准偏差                      |   | 4.1                                                      | 5.5   | 4.6      | 4.9   | 5.1   | 4.2       | 5.4   | 4.1   | 5.6     |    |

| 平行样品<br>编号                                         | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |     |          |     |     |           |     |     |         |    |
|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----|----------|-----|-----|-----------|-----|-----|---------|----|
|                                                    | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺 | 异丙草<br>胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草<br>胺 | 备注 |
| RSD <sub>i</sub> (%)                               |                                                          |     |          |     |     |           |     |     |         |    |
| X <sub>2max</sub> 和 X <sub>2min</sub> 相对<br>偏差 (%) | 5.5                                                      | 8.6 | 4.9      | 5.4 | 6.5 | 5.2       | 6.4 | 7.1 | 8.3     |    |

表 1.3-14 黄石环境监测站精密度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                                | 1 | 0.068                                                    | 1.39 | 1.44     | 1.39 | 1.38 | 1.61      | 1.73 | 1.46  | 1.47    |    |
|                                                    | 2 | 0.059                                                    | 1.29 | 1.34     | 1.27 | 1.29 | 1.51      | 1.67 | 1.40  | 1.44    |    |
|                                                    | 3 | 0.074                                                    | 1.39 | 1.44     | 1.37 | 1.37 | 1.61      | 1.79 | 1.47  | 1.49    |    |
|                                                    | 4 | 0.070                                                    | 1.17 | 1.21     | 1.15 | 1.16 | 1.35      | 1.56 | 1.26  | 1.27    |    |
|                                                    | 5 | 0.074                                                    | 1.17 | 1.22     | 1.16 | 1.14 | 1.37      | 1.54 | 1.27  | 1.29    |    |
|                                                    | 6 | 0.064                                                    | 1.34 | 1.38     | 1.32 | 1.31 | 1.57      | 1.74 | 1.44  | 1.45    |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)                         |   | 0.068                                                    | 1.29 | 1.34     | 1.28 | 1.27 | 1.50      | 1.67 | 1.38  | 1.40    |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                              |   | 0.006                                                    | 0.10 | 0.10     | 0.10 | 0.10 | 0.12      | 0.10 | 0.095 | 0.098   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>2</sub> (%)                     |   | 8.8                                                      | 7.8  | 7.8      | 7.9  | 8.0  | 7.8       | 6.0  | 6.9   | 7.0     |    |
| X <sub>2max</sub> 和 X <sub>2min</sub> 相对偏<br>差 (%) |   | 11                                                       | 8.6  | 8.7      | 9.4  | 9.5  | 8.8       | 7.5  | 7.7   | 8.0     |    |

表 1.3-15 黄石环境监测站精密度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                                | 1 | 0.053                                                    | 0.28  | 0.32     | 0.32  | 0.39  | 0.36      | 0.40  | 0.34  | 0.31    |    |
|                                                    | 2 | 0.058                                                    | 0.32  | 0.36     | 0.35  | 0.39  | 0.38      | 0.42  | 0.36  | 0.34    |    |
|                                                    | 3 | 0.057                                                    | 0.30  | 0.34     | 0.34  | 0.38  | 0.36      | 0.40  | 0.35  | 0.34    |    |
|                                                    | 4 | 0.052                                                    | 0.31  | 0.34     | 0.34  | 0.37  | 0.36      | 0.40  | 0.35  | 0.33    |    |
|                                                    | 5 | 0.050                                                    | 0.30  | 0.34     | 0.33  | 0.36  | 0.35      | 0.38  | 0.34  | 0.34    |    |
|                                                    | 6 | 0.053                                                    | 0.28  | 0.32     | 0.32  | 0.37  | 0.36      | 0.40  | 0.33  | 0.30    |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)                         |   | 0.054                                                    | 0.30  | 0.34     | 0.33  | 0.38  | 0.36      | 0.40  | 0.35  | 0.33    |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                              |   | 0.003                                                    | 0.013 | 0.014    | 0.015 | 0.011 | 0.011     | 0.013 | 0.011 | 0.018   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>2</sub> (%)                     |   | 5.7                                                      | 4.5   | 4.1      | 4.4   | 2.9   | 2.9       | 3.3   | 3.3   | 5.4     |    |
| X <sub>2max</sub> 和 X <sub>2min</sub> 相对偏<br>差 (%) |   | 7.4                                                      | 6.7   | 5.9      | 4.5   | 4.0   | 4.1       | 5.0   | 4.3   | 6.3     |    |

表 1.3-16 黄石环境监测站精密度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |       |           |       |      |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|-------|-----------|-------|------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.059                                                    | 1.32 | 1.49     | 1.39 | 1.50  | 1.83      | 2.04  | 1.53 | 1.48    |    |
|                                      | 2 | 0.057                                                    | 1.24 | 1.41     | 1.31 | 1.43  | 1.74      | 2.06  | 1.47 | 1.40    |    |
|                                      | 3 | 0.076                                                    | 1.05 | 1.17     | 1.13 | 1.56  | 1.68      | 2.07  | 1.30 | 1.22    |    |
|                                      | 4 | 0.086                                                    | 1.23 | 1.40     | 1.31 | 1.55  | 1.79      | 2.04  | 1.49 | 1.41    |    |
|                                      | 5 | 0.069                                                    | 1.49 | 1.69     | 1.57 | 1.49  | 1.94      | 2.13  | 1.67 | 1.64    |    |
|                                      | 6 | 0.058                                                    | 1.15 | 1.30     | 1.22 | 1.34  | 1.60      | 1.95  | 1.40 | 1.38    |    |
| 平均值 $\bar{X}_2$<br>(mg/kg)           |   | 0.067                                                    | 1.25 | 1.41     | 1.32 | 1.48  | 1.76      | 2.05  | 1.48 | 1.42    |    |
| 标准偏差 $S_2$<br>(mg/kg)                |   | 0.012                                                    | 0.15 | 0.18     | 0.15 | 0.084 | 0.12      | 0.057 | 0.13 | 0.14    |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>2</sub> (%)       |   | 18                                                       | 12   | 12       | 12   | 5.7   | 6.8       | 2.8   | 8.5  | 9.6     |    |
| $X_{2max}$ 和 $X_{2min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 20                                                       | 17   | 18       | 16   | 7.6   | 9.6       | 4.4   | 12   | 15      |    |

表 1.3-17 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.086                                                      | 0.045 | 0.034    | 0.045 | 0.056 | 0.047     | 0.041 | 0.047 | 0.047   |    |
|                                      | 2 | 0.088                                                      | 0.050 | 0.038    | 0.049 | 0.061 | 0.053     | 0.044 | 0.053 | 0.054   |    |
|                                      | 3 | 0.090                                                      | 0.046 | 0.038    | 0.048 | 0.056 | 0.049     | 0.043 | 0.049 | 0.051   |    |
|                                      | 4 | 0.093                                                      | 0.054 | 0.041    | 0.052 | 0.059 | 0.054     | 0.047 | 0.054 | 0.056   |    |
|                                      | 5 | 0.065                                                      | 0.039 | 0.035    | 0.039 | 0.046 | 0.040     | 0.038 | 0.039 | 0.041   |    |
|                                      | 6 | 0.090                                                      | 0.047 | 0.041    | 0.048 | 0.060 | 0.050     | 0.044 | 0.049 | 0.053   |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)           |   | 0.085                                                      | 0.047 | 0.038    | 0.047 | 0.056 | 0.049     | 0.043 | 0.049 | 0.051   |    |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)                |   | 0.010                                                      | 0.005 | 0.003    | 0.005 | 0.005 | 0.005     | 0.003 | 0.005 | 0.006   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>3</sub> (%)       |   | 12                                                         | 10    | 7.8      | 9.6   | 9.6   | 11        | 7.4   | 11    | 11      |    |
| $X_{3max}$ 和 $X_{3min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 18                                                         | 16    | 9.3      | 14    | 14    | 15        | 11    | 16    | 16      |    |

表 1.3-18 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.082                                                    | 0.37  | 0.32     | 0.42  | 0.44  | 0.43      | 0.41  | 0.41  | 0.45    |    |
|                                      | 2 | 0.079                                                    | 0.38  | 0.35     | 0.42  | 0.46  | 0.44      | 0.40  | 0.41  | 0.45    |    |
|                                      | 3 | 0.082                                                    | 0.36  | 0.32     | 0.40  | 0.41  | 0.42      | 0.39  | 0.40  | 0.43    |    |
|                                      | 4 | 0.092                                                    | 0.37  | 0.34     | 0.42  | 0.43  | 0.43      | 0.40  | 0.40  | 0.44    |    |
|                                      | 5 | 0.060                                                    | 0.38  | 0.31     | 0.39  | 0.41  | 0.40      | 0.40  | 0.35  | 0.44    |    |
|                                      | 6 | 0.083                                                    | 0.35  | 0.33     | 0.36  | 0.39  | 0.38      | 0.37  | 0.37  | 0.41    |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)           |   | 0.080                                                    | 0.37  | 0.33     | 0.40  | 0.43  | 0.42      | 0.39  | 0.39  | 0.44    |    |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)                |   | 0.011                                                    | 0.012 | 0.015    | 0.022 | 0.026 | 0.025     | 0.014 | 0.025 | 0.014   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>3</sub> (%)       |   | 13                                                       | 3.2   | 4.7      | 5.5   | 6.0   | 5.9       | 3.4   | 6.4   | 3.3     |    |
| $X_{3max}$ 和 $X_{3min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 21                                                       | 4.1   | 6.1      | 7.7   | 8.2   | 7.3       | 5.1   | 7.9   | 4.7     |    |

表 1.3-19 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号  |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |         | 备注 |
|-------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|---------|----|
|             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结 | 1 | 0.070                                                    | 1.54 | 1.76     | 1.54 | 1.48 | 1.51      | 1.44 | 1.61 | 1.68    |    |
|             | 2 | 0.076                                                    | 1.56 | 1.68     | 1.54 | 1.51 | 1.52      | 1.46 | 1.66 | 1.71    |    |
|             | 3 | 0.076                                                    | 1.61 | 1.75     | 1.60 | 1.53 | 1.57      | 1.52 | 1.68 | 1.72    |    |
|             | 4 | 0.074                                                    | 1.65 | 1.79     | 1.62 | 1.65 | 1.63      | 1.54 | 1.74 | 1.79    |    |

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 果<br>(mg/kg)                         | 5 | 0.077                                                    | 1.66  | 1.82     | 1.65  | 1.51  | 1.60      | 1.56  | 1.72  | 1.75    |    |
|                                      | 6 | 0.079                                                    | 1.74  | 1.81     | 1.72  | 1.68  | 1.68      | 1.67  | 1.74  | 1.81    |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)           |   | 0.075                                                    | 1.63  | 1.77     | 1.61  | 1.56  | 1.58      | 1.53  | 1.69  | 1.74    |    |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)                |   | 0.003                                                    | 0.072 | 0.050    | 0.068 | 0.084 | 0.067     | 0.084 | 0.051 | 0.052   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>3</sub> (%)       |   | 3.9                                                      | 4.4   | 2.8      | 4.2   | 5.4   | 4.2       | 5.5   | 3.0   | 3.0     |    |
| $X_{3max}$ 和 $X_{3min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 6.0                                                      | 6.1   | 4.0      | 5.5   | 6.3   | 5.3       | 7.4   | 3.9   | 3.7     |    |

表 1.3-20 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.098                                                      | 0.049 | 0.046    | 0.046 | 0.056 | 0.049     | 0.046 | 0.049 | 0.050   |    |
|                                      | 2 | 0.100                                                      | 0.046 | 0.045    | 0.045 | 0.054 | 0.048     | 0.046 | 0.049 | 0.050   |    |
|                                      | 3 | 0.104                                                      | 0.045 | 0.043    | 0.046 | 0.055 | 0.049     | 0.047 | 0.048 | 0.048   |    |
|                                      | 4 | 0.098                                                      | 0.045 | 0.042    | 0.045 | 0.057 | 0.049     | 0.046 | 0.049 | 0.050   |    |
|                                      | 5 | 0.097                                                      | 0.045 | 0.045    | 0.046 | 0.056 | 0.050     | 0.047 | 0.049 | 0.051   |    |
|                                      | 6 | 0.095                                                      | 0.043 | 0.046    | 0.044 | 0.054 | 0.048     | 0.045 | 0.047 | 0.048   |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)           |   | 0.099                                                      | 0.045 | 0.045    | 0.045 | 0.055 | 0.049     | 0.046 | 0.048 | 0.050   |    |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)                |   | 0.003                                                      | 0.002 | 0.001    | 0.001 | 0.001 | 0.001     | 0.001 | 0.001 | 0.001   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>3</sub> (%)       |   | 2.8                                                        | 4.2   | 3.2      | 1.6   | 2.2   | 1.8       | 1.4   | 1.3   | 2.3     |    |
| $X_{3max}$ 和 $X_{3min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 4.5                                                        | 6.5   | 4.5      | 2.2   | 2.7   | 2.0       | 2.2   | 2.1   | 3.0     |    |

表 1.3-21 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                  |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|-----------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg) | 1 | 0.077                                                    | 0.36  | 0.41     | 0.39  | 0.41  | 0.40      | 0.39  | 0.41  | 0.43    |    |
|                             | 2 | 0.074                                                    | 0.34  | 0.39     | 0.36  | 0.39  | 0.38      | 0.37  | 0.37  | 0.42    |    |
|                             | 3 | 0.076                                                    | 0.34  | 0.39     | 0.37  | 0.39  | 0.38      | 0.38  | 0.37  | 0.40    |    |
|                             | 4 | 0.076                                                    | 0.34  | 0.38     | 0.37  | 0.41  | 0.38      | 0.38  | 0.37  | 0.39    |    |
|                             | 5 | 0.073                                                    | 0.34  | 0.39     | 0.36  | 0.40  | 0.38      | 0.38  | 0.36  | 0.38    |    |
|                             | 6 | 0.072                                                    | 0.34  | 0.39     | 0.37  | 0.39  | 0.38      | 0.38  | 0.35  | 0.38    |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)  |   | 0.075                                                    | 0.34  | 0.39     | 0.37  | 0.40  | 0.38      | 0.38  | 0.37  | 0.40    |    |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)       |   | 0.002                                                    | 0.009 | 0.009    | 0.008 | 0.009 | 0.007     | 0.006 | 0.019 | 0.020   |    |
| 相对标准偏差                      |   | 2.7                                                      | 2.7   | 2.4      | 2.2   | 2.3   | 1.8       | 1.5   | 5.1   | 5.1     |    |

| 平行样品<br>编号                                         | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |     |          |     |     |           |     |     |         |    |
|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----|----------|-----|-----|-----------|-----|-----|---------|----|
|                                                    | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺 | 异丙草<br>胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草<br>胺 | 备注 |
| RSD <sub>3</sub> (%)                               |                                                          |     |          |     |     |           |     |     |         |    |
| X <sub>3max</sub> 和 X <sub>3min</sub> 相对<br>偏差 (%) | 3.4                                                      | 2.9 | 3.8      | 4.0 | 2.5 | 2.6       | 2.6 | 7.9 | 6.2     |    |

表 1.3-22 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)                        | 1 | 0.069                                                    | 1.50  | 1.80     | 1.48  | 1.43  | 1.49      | 1.44  | 1.59  | 1.56    |    |
|                                                    | 2 | 0.059                                                    | 1.36  | 1.67     | 1.34  | 1.32  | 1.35      | 1.30  | 1.48  | 1.45    |    |
|                                                    | 3 | 0.063                                                    | 1.44  | 1.77     | 1.41  | 1.35  | 1.40      | 1.34  | 1.58  | 1.54    |    |
|                                                    | 4 | 0.071                                                    | 1.33  | 1.63     | 1.28  | 1.24  | 1.27      | 1.24  | 1.41  | 1.42    |    |
|                                                    | 5 | 0.069                                                    | 1.32  | 1.59     | 1.31  | 1.29  | 1.33      | 1.24  | 1.49  | 1.48    |    |
|                                                    | 6 | 0.074                                                    | 1.51  | 1.69     | 1.47  | 1.44  | 1.48      | 1.41  | 1.64  | 1.61    |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)                         |   | 0.068                                                    | 1.41  | 1.69     | 1.38  | 1.35  | 1.39      | 1.33  | 1.53  | 1.51    |    |
| 标准偏差 S <sub>3</sub><br>(mg/kg)                     |   | 0.006                                                    | 0.082 | 0.081    | 0.086 | 0.080 | 0.086     | 0.083 | 0.087 | 0.073   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>3</sub> (%)                     |   | 8.3                                                      | 5.8   | 4.8      | 6.2   | 5.9   | 6.2       | 6.3   | 5.7   | 4.9     |    |
| X <sub>3max</sub> 和 X <sub>3min</sub> 相对<br>偏差 (%) |   | 11                                                       | 6.7   | 6.2      | 7.2   | 7.5   | 8.0       | 7.5   | 7.5   | 6.3     |    |

表 1.3-23 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)                        | 1 | 0.056                                                    | 0.28  | 0.33     | 0.31  | 0.39  | 0.36      | 0.38  | 0.30  | 0.30    |    |
|                                                    | 2 | 0.060                                                    | 0.32  | 0.35     | 0.34  | 0.39  | 0.37      | 0.39  | 0.32  | 0.32    |    |
|                                                    | 3 | 0.060                                                    | 0.30  | 0.35     | 0.33  | 0.37  | 0.36      | 0.36  | 0.31  | 0.33    |    |
|                                                    | 4 | 0.055                                                    | 0.31  | 0.35     | 0.33  | 0.37  | 0.36      | 0.37  | 0.31  | 0.33    |    |
|                                                    | 5 | 0.053                                                    | 0.30  | 0.33     | 0.32  | 0.37  | 0.35      | 0.36  | 0.30  | 0.33    |    |
|                                                    | 6 | 0.061                                                    | 0.31  | 0.35     | 0.33  | 0.37  | 0.35      | 0.36  | 0.31  | 0.33    |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)                         |   | 0.058                                                    | 0.30  | 0.34     | 0.33  | 0.38  | 0.36      | 0.37  | 0.31  | 0.32    |    |
| 标准偏差 S <sub>3</sub><br>(mg/kg)                     |   | 0.003                                                    | 0.012 | 0.011    | 0.011 | 0.011 | 0.008     | 0.014 | 0.008 | 0.012   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>3</sub> (%)                     |   | 5.7                                                      | 3.8   | 3.3      | 3.3   | 2.9   | 2.3       | 3.7   | 2.7   | 3.8     |    |
| X <sub>3max</sub> 和 X <sub>3min</sub> 相对<br>偏差 (%) |   | 7.0                                                      | 6.7   | 2.9      | 4.6   | 2.6   | 2.8       | 4.0   | 3.2   | 4.8     |    |

表 1.3-24 泰安市环境保护监测站精密度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |       |           |      |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|-------|-----------|------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.069                                                    | 1.48 | 1.25     | 1.47 | 1.53  | 1.53      | 1.53 | 1.46  | 1.44    |    |
|                                      | 2 | 0.068                                                    | 1.45 | 1.43     | 1.46 | 1.49  | 1.50      | 1.55 | 1.41  | 1.40    |    |
|                                      | 3 | 0.057                                                    | 1.36 | 1.32     | 1.33 | 1.46  | 1.40      | 1.42 | 1.37  | 1.40    |    |
|                                      | 4 | 0.062                                                    | 1.36 | 1.38     | 1.34 | 1.51  | 1.49      | 1.53 | 1.45  | 1.35    |    |
|                                      | 5 | 0.089                                                    | 1.21 | 1.34     | 1.22 | 1.56  | 1.40      | 1.49 | 1.32  | 1.23    |    |
|                                      | 6 | 0.069                                                    | 1.29 | 1.56     | 1.21 | 1.33  | 1.33      | 1.28 | 1.43  | 1.38    |    |
| 平均值 $\bar{X}_3$<br>(mg/kg)           |   | 0.069                                                    | 1.36 | 1.38     | 1.34 | 1.48  | 1.44      | 1.47 | 1.41  | 1.37    |    |
| 标准偏差 $S_3$<br>(mg/kg)                |   | 0.011                                                    | 0.10 | 0.11     | 0.11 | 0.081 | 0.073     | 0.10 | 0.054 | 0.073   |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_3$ (%)                |   | 16                                                       | 7.4  | 7.7      | 8.4  | 5.5   | 5.1       | 6.9  | 3.8   | 5.3     |    |
| $X_{3max}$ 和 $X_{3min}$ 相对<br>偏差 (%) |   | 22                                                       | 10   | 11       | 9.7  | 8.0   | 7.0       | 9.5  | 5.0   | 7.9     |    |

表 1.3-25 海南省环境监测中心站精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |       | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.083                                                      | 0.045 | 0.047    | 0.045 | 0.057 | 0.047     | 0.043 | 0.046 | 0.049 |    |
|                                      | 2 | 0.084                                                      | 0.048 | 0.049    | 0.049 | 0.061 | 0.051     | 0.044 | 0.049 | 0.052 |    |
|                                      | 3 | 0.087                                                      | 0.046 | 0.047    | 0.047 | 0.056 | 0.048     | 0.042 | 0.047 | 0.049 |    |
|                                      | 4 | 0.089                                                      | 0.052 | 0.053    | 0.051 | 0.057 | 0.052     | 0.045 | 0.050 | 0.053 |    |
|                                      | 5 | 0.062                                                      | 0.039 | 0.039    | 0.038 | 0.045 | 0.039     | 0.037 | 0.037 | 0.038 |    |
|                                      | 6 | 0.090                                                      | 0.045 | 0.048    | 0.047 | 0.059 | 0.049     | 0.043 | 0.047 | 0.052 |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)           |   | 0.083                                                      | 0.046 | 0.047    | 0.046 | 0.056 | 0.048     | 0.042 | 0.046 | 0.049 |    |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)                |   | 0.010                                                      | 0.004 | 0.005    | 0.004 | 0.006 | 0.005     | 0.003 | 0.005 | 0.005 |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>4</sub> (%)       |   | 12                                                         | 9.5   | 9.7      | 9.4   | 9.9   | 10        | 7.0   | 10    | 11    |    |
| $X_{4max}$ 和 $X_{4min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 18                                                         | 14    | 15       | 15    | 15    | 14        | 9.8   | 15    | 16    |    |

表 1.3-26 海南省环境监测中心站精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.089                                                    | 0.39  | 0.40     | 0.38  | 0.40  | 0.40      | 0.37  | 0.42  | 0.46    |    |
|                                      | 2 | 0.10                                                     | 0.41  | 0.40     | 0.40  | 0.41  | 0.42      | 0.38  | 0.44  | 0.45    |    |
|                                      | 3 | 0.089                                                    | 0.36  | 0.36     | 0.35  | 0.35  | 0.36      | 0.33  | 0.34  | 0.39    |    |
|                                      | 4 | 0.087                                                    | 0.41  | 0.40     | 0.39  | 0.42  | 0.41      | 0.38  | 0.37  | 0.45    |    |
|                                      | 5 | 0.089                                                    | 0.45  | 0.46     | 0.44  | 0.45  | 0.45      | 0.42  | 0.39  | 0.49    |    |
|                                      | 6 | 0.096                                                    | 0.41  | 0.41     | 0.40  | 0.43  | 0.41      | 0.37  | 0.40  | 0.45    |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)           |   | 0.092                                                    | 0.40  | 0.41     | 0.39  | 0.41  | 0.41      | 0.37  | 0.40  | 0.45    |    |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)                |   | 0.006                                                    | 0.029 | 0.030    | 0.030 | 0.032 | 0.029     | 0.031 | 0.038 | 0.030   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>4</sub> (%)       |   | 6.1                                                      | 7.3   | 7.3      | 7.7   | 7.8   | 7.1       | 8.3   | 9.6   | 6.8     |    |
| $X_{4max}$ 和 $X_{4min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 7.0                                                      | 11    | 12       | 11    | 12    | 11        | 12    | 13    | 11      |    |

表 1.3-27 海南省环境监测中心站精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号       |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |         | 备注 |
|------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|---------|----|
|                  |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果 | 1 | 0.079                                                    | 1.43 | 1.47     | 1.45 | 1.45 | 1.48      | 1.45 | 1.53 | 1.55    |    |
|                  | 2 | 0.068                                                    | 1.25 | 1.24     | 1.26 | 1.32 | 1.30      | 1.25 | 1.36 | 1.41    |    |
|                  | 3 | 0.075                                                    | 1.29 | 1.34     | 1.30 | 1.32 | 1.33      | 1.30 | 1.39 | 1.45    |    |
|                  | 4 | 0.079                                                    | 1.40 | 1.43     | 1.41 | 1.37 | 1.43      | 1.42 | 1.51 | 1.56    |    |

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 果<br>(mg/kg)                         | 5 | 0.078                                                    | 1.44  | 1.46     | 1.45  | 1.48  | 1.48      | 1.45  | 1.55  | 1.59    |    |
|                                      | 6 | 0.071                                                    | 1.33  | 1.36     | 1.33  | 1.39  | 1.37      | 1.33  | 1.45  | 1.47    |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)           |   | 0.075                                                    | 1.36  | 1.38     | 1.37  | 1.39  | 1.40      | 1.37  | 1.46  | 1.51    |    |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)                |   | 0.005                                                    | 0.080 | 0.088    | 0.080 | 0.070 | 0.076     | 0.086 | 0.077 | 0.071   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>4</sub> (%)       |   | 6.2                                                      | 5.9   | 6.3      | 5.9   | 5.0   | 5.4       | 6.3   | 5.2   | 4.7     |    |
| $X_{4max}$ 和 $X_{4min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 7.5                                                      | 7.1   | 8.5      | 7.0   | 5.7   | 6.5       | 7.4   | 6.5   | 6.0     |    |

表 1.3-28 海南省环境监测中心站精密度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |        |          |        |        |           |        |        |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|--------|----------|--------|--------|-----------|--------|--------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺    | 异丙草<br>胺 | 甲草胺    | 敌稗     | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹    | 丁草胺    | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.096                                                      | 0.048  | 0.048    | 0.046  | 0.055  | 0.049     | 0.045  | 0.046  | 0.051   |    |
|                                      | 2 | 0.098                                                      | 0.047  | 0.048    | 0.047  | 0.053  | 0.050     | 0.046  | 0.048  | 0.050   |    |
|                                      | 3 | 0.103                                                      | 0.045  | 0.048    | 0.048  | 0.054  | 0.050     | 0.045  | 0.048  | 0.049   |    |
|                                      | 4 | 0.099                                                      | 0.045  | 0.048    | 0.046  | 0.057  | 0.050     | 0.046  | 0.049  | 0.051   |    |
|                                      | 5 | 0.100                                                      | 0.045  | 0.047    | 0.046  | 0.054  | 0.049     | 0.046  | 0.047  | 0.050   |    |
|                                      | 6 | 0.097                                                      | 0.046  | 0.048    | 0.047  | 0.055  | 0.050     | 0.046  | 0.049  | 0.051   |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)           |   | 0.099                                                      | 0.046  | 0.048    | 0.047  | 0.055  | 0.050     | 0.046  | 0.048  | 0.050   |    |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)                |   | 0.0025                                                     | 0.0010 | 0.0004   | 0.0006 | 0.0013 | 0.0004    | 0.0003 | 0.0009 | 0.0007  |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>4</sub> (%)       |   | 2.6                                                        | 2.3    | 0.7      | 1.3    | 2.3    | 0.9       | 0.7    | 2.0    | 1.3     |    |
| $X_{4max}$ 和 $X_{4min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 2.0                                                        | 3.2    | 1.1      | 2.1    | 3.6    | 1.0       | 1.1    | 3.2    | 2.0     |    |

表 1.3-29 海南省环境监测中心站精密度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                  |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|-----------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg) | 1 | 0.085                                                    | 0.386 | 0.394    | 0.383 | 0.411 | 0.403     | 0.368 | 0.404 | 0.443   |    |
|                             | 2 | 0.088                                                    | 0.391 | 0.398    | 0.385 | 0.424 | 0.407     | 0.376 | 0.427 | 0.445   |    |
|                             | 3 | 0.089                                                    | 0.396 | 0.389    | 0.381 | 0.434 | 0.409     | 0.384 | 0.431 | 0.451   |    |
|                             | 4 | 0.085                                                    | 0.381 | 0.367    | 0.369 | 0.417 | 0.395     | 0.373 | 0.416 | 0.433   |    |
|                             | 5 | 0.083                                                    | 0.372 | 0.370    | 0.358 | 0.404 | 0.382     | 0.367 | 0.391 | 0.425   |    |
|                             | 6 | 0.086                                                    | 0.375 | 0.363    | 0.369 | 0.394 | 0.387     | 0.370 | 0.399 | 0.419   |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)  |   | 0.086                                                    | 0.383 | 0.380    | 0.374 | 0.414 | 0.397     | 0.373 | 0.412 | 0.436   |    |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)       |   | 0.002                                                    | 0.009 | 0.015    | 0.011 | 0.014 | 0.011     | 0.006 | 0.016 | 0.012   |    |
| 相对标准偏差                      |   | 2.8                                                      | 2.4   | 4.0      | 2.9   | 3.5   | 2.8       | 1.7   | 3.9   | 2.8     |    |

| 平行样品<br>编号                                         | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |     |          |     |     |           |     |     |     |    |
|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----|----------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----|----|
|                                                    | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺 | 异丙草<br>胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 | 备注 |
| RSD <sub>4</sub> (%)                               |                                                          |     |          |     |     |           |     |     |     |    |
| X <sub>4max</sub> 和 X <sub>4min</sub> 相对<br>偏差 (%) | 3.5                                                      | 3.1 | 4.6      | 3.6 | 4.8 | 3.4       | 2.3 | 4.9 | 3.7 |    |

表 1.3-30 海南省环境监测中心站精密度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |      |      |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|------|------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                                | 1 | 0.064                                                    | 1.33  | 1.38     | 1.36 | 1.39 | 1.38      | 1.36  | 1.41  | 1.45    |    |
|                                                    | 2 | 0.054                                                    | 1.23  | 1.28     | 1.23 | 1.31 | 1.29      | 1.26  | 1.36  | 1.39    |    |
|                                                    | 3 | 0.061                                                    | 1.26  | 1.31     | 1.27 | 1.31 | 1.30      | 1.28  | 1.34  | 1.37    |    |
|                                                    | 4 | 0.070                                                    | 1.12  | 1.17     | 1.14 | 1.16 | 1.17      | 1.15  | 1.21  | 1.24    |    |
|                                                    | 5 | 0.069                                                    | 1.12  | 1.16     | 1.12 | 1.16 | 1.16      | 1.13  | 1.20  | 1.23    |    |
|                                                    | 6 | 0.073                                                    | 1.32  | 1.38     | 1.34 | 1.38 | 1.36      | 1.33  | 1.41  | 1.44    |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)                         |   | 0.065                                                    | 1.23  | 1.28     | 1.24 | 1.29 | 1.27      | 1.25  | 1.32  | 1.35    |    |
| 标准偏差 S <sub>4</sub><br>(mg/kg)                     |   | 0.007                                                    | 0.095 | 0.098    | 0.10 | 0.10 | 0.094     | 0.094 | 0.096 | 0.093   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>4</sub> (%)                     |   | 11                                                       | 7.7   | 7.6      | 8.0  | 7.8  | 7.4       | 7.5   | 7.2   | 6.9     |    |
| X <sub>4max</sub> 和 X <sub>4min</sub> 相对偏<br>差 (%) |   | 15                                                       | 8.6   | 8.7      | 9.7  | 9.0  | 8.7       | 9.2   | 8.0   | 8.2     |    |

表 1.3-31 海南省环境监测中心站精密度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                                | 1 | 0.071                                                    | 0.321 | 0.324    | 0.319 | 0.422 | 0.384     | 0.390 | 0.343 | 0.327   |    |
|                                                    | 2 | 0.073                                                    | 0.362 | 0.356    | 0.351 | 0.424 | 0.396     | 0.401 | 0.363 | 0.360   |    |
|                                                    | 3 | 0.072                                                    | 0.329 | 0.335    | 0.326 | 0.400 | 0.369     | 0.366 | 0.349 | 0.351   |    |
|                                                    | 4 | 0.071                                                    | 0.347 | 0.348    | 0.339 | 0.414 | 0.384     | 0.381 | 0.345 | 0.361   |    |
|                                                    | 5 | 0.072                                                    | 0.338 | 0.342    | 0.334 | 0.412 | 0.374     | 0.365 | 0.328 | 0.359   |    |
|                                                    | 6 | 0.076                                                    | 0.348 | 0.346    | 0.345 | 0.411 | 0.378     | 0.378 | 0.346 | 0.361   |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)                         |   | 0.073                                                    | 0.341 | 0.342    | 0.336 | 0.414 | 0.381     | 0.380 | 0.346 | 0.353   |    |
| 标准偏差 S <sub>4</sub><br>(mg/kg)                     |   | 0.002                                                    | 0.014 | 0.011    | 0.012 | 0.009 | 0.010     | 0.014 | 0.011 | 0.013   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>4</sub> (%)                     |   | 2.5                                                      | 4.2   | 3.3      | 3.5   | 2.2   | 2.5       | 3.6   | 3.2   | 3.7     |    |
| X <sub>4max</sub> 和 X <sub>4min</sub> 相对偏<br>差 (%) |   | 3.4                                                      | 6.0   | 4.7      | 4.8   | 2.9   | 3.5       | 4.7   | 5.1   | 4.9     |    |

表 1.3-32 海南省环境监测中心站精密度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.070                                                    | 1.29 | 1.30     | 1.30 | 1.44 | 1.44      | 1.46 | 1.37 | 1.33    |    |
|                                      | 2 | 0.068                                                    | 1.19 | 1.22     | 1.22 | 1.37 | 1.36      | 1.39 | 1.30 | 1.24    |    |
|                                      | 3 | 0.059                                                    | 1.06 | 1.09     | 1.08 | 1.32 | 1.23      | 1.23 | 1.16 | 1.14    |    |
|                                      | 4 | 0.062                                                    | 1.10 | 1.13     | 1.13 | 1.40 | 1.33      | 1.40 | 1.19 | 1.06    |    |
|                                      | 5 | 0.057                                                    | 1.36 | 1.38     | 1.39 | 1.61 | 1.55      | 1.58 | 1.48 | 1.37    |    |
|                                      | 6 | 0.064                                                    | 1.08 | 1.11     | 1.08 | 1.25 | 1.19      | 1.20 | 1.16 | 1.15    |    |
| 平均值 $\bar{X}_4$<br>(mg/kg)           |   | 0.063                                                    | 1.18 | 1.21     | 1.20 | 1.40 | 1.35      | 1.38 | 1.28 | 1.21    |    |
| 标准偏差 $S_4$<br>(mg/kg)                |   | 0.005                                                    | 0.12 | 0.12     | 0.13 | 0.12 | 0.13      | 0.14 | 0.13 | 0.12    |    |
| 相对标准偏差<br>$RSD_4$ (%)                |   | 8.3                                                      | 11   | 9.7      | 11   | 8.8  | 9.8       | 10   | 10   | 9.7     |    |
| $X_{4max}$ 和 $X_{4min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 10                                                       | 12   | 12       | 13   | 13   | 13        | 14   | 12   | 13      |    |

表 1.3-33 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.124                                                      | 0.058 | 0.050    | 0.052 | 0.049 | 0.053     | 0.057 | 0.048 | 0.045   |    |
|                                      | 2 | 0.151                                                      | 0.044 | 0.053    | 0.056 | 0.048 | 0.057     | 0.053 | 0.053 | 0.046   |    |
|                                      | 3 | 0.089                                                      | 0.031 | 0.032    | 0.030 | 0.044 | 0.033     | 0.040 | 0.037 | 0.031   |    |
|                                      | 4 | 0.094                                                      | 0.030 | 0.029    | 0.028 | 0.043 | 0.031     | 0.046 | 0.035 | 0.028   |    |
|                                      | 5 | 0.132                                                      | 0.040 | 0.053    | 0.049 | 0.051 | 0.053     | 0.058 | 0.053 | 0.048   |    |
|                                      | 6 | 0.097                                                      | 0.037 | 0.031    | 0.029 | 0.047 | 0.032     | 0.050 | 0.032 | 0.033   |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)           |   | 0.114                                                      | 0.040 | 0.041    | 0.041 | 0.047 | 0.043     | 0.051 | 0.043 | 0.038   |    |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)                |   | 0.025                                                      | 0.010 | 0.012    | 0.013 | 0.003 | 0.012     | 0.007 | 0.009 | 0.009   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>5</sub> (%)       |   | 22                                                         | 25    | 28       | 32    | 6.5   | 28        | 13    | 22    | 23      |    |
| $X_{5max}$ 和 $X_{5min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 26                                                         | 32    | 29       | 33    | 8.5   | 30        | 18    | 25    | 26      |    |

表 1.3-34 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.059                                                    | 0.38  | 0.39     | 0.37  | 0.31  | 0.33      | 0.35  | 0.52  | 0.50    |    |
|                                      | 2 | 0.072                                                    | 0.34  | 0.38     | 0.35  | 0.29  | 0.32      | 0.32  | 0.48  | 0.47    |    |
|                                      | 3 | 0.057                                                    | 0.28  | 0.31     | 0.28  | 0.26  | 0.28      | 0.31  | 0.42  | 0.40    |    |
|                                      | 4 | 0.052                                                    | 0.43  | 0.42     | 0.36  | 0.28  | 0.29      | 0.37  | 0.46  | 0.52    |    |
|                                      | 5 | 0.057                                                    | 0.43  | 0.42     | 0.41  | 0.28  | 0.32      | 0.37  | 0.51  | 0.59    |    |
|                                      | 6 | 0.082                                                    | 0.51  | 0.45     | 0.37  | 0.27  | 0.32      | 0.26  | 0.53  | 0.44    |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)           |   | 0.063                                                    | 0.40  | 0.40     | 0.36  | 0.28  | 0.31      | 0.33  | 0.49  | 0.49    |    |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)                |   | 0.012                                                    | 0.081 | 0.049    | 0.043 | 0.017 | 0.020     | 0.045 | 0.042 | 0.065   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>5</sub> (%)       |   | 18                                                       | 20    | 12       | 12    | 6.1   | 6.4       | 14    | 8.6   | 13      |    |
| $X_{5max}$ 和 $X_{5min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 22                                                       | 29    | 18       | 19    | 8.8   | 8.2       | 18    | 12    | 19      |    |

表 1.3-35 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号       |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |         | 备注 |
|------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|---------|----|
|                  |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果 | 1 | 0.068                                                    | 1.47 | 1.43     | 1.47 | 1.79 | 1.71      | 1.66 | 1.72 | 1.81    |    |
|                  | 2 | 0.066                                                    | 1.23 | 1.32     | 1.27 | 1.61 | 1.44      | 1.44 | 1.45 | 1.57    |    |
|                  | 3 | 0.071                                                    | 1.34 | 1.40     | 1.42 | 1.57 | 1.76      | 1.78 | 1.63 | 1.69    |    |
|                  | 4 | 0.067                                                    | 1.35 | 1.46     | 1.45 | 1.52 | 1.70      | 1.85 | 1.89 | 1.66    |    |

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 果<br>(mg/kg)                         | 5 | 0.074                                                    | 1.35  | 1.48     | 1.48  | 1.41  | 1.73      | 1.58  | 1.74  | 1.81    |    |
|                                      | 6 | 0.075                                                    | 1.46  | 1.61     | 1.54  | 1.80  | 1.79      | 1.72  | 1.88  | 1.76    |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)           |   | 0.070                                                    | 1.37  | 1.45     | 1.44  | 1.62  | 1.69      | 1.67  | 1.72  | 1.72    |    |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)                |   | 0.004                                                    | 0.089 | 0.097    | 0.091 | 0.152 | 0.126     | 0.147 | 0.162 | 0.095   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>5</sub> (%)       |   | 5.2                                                      | 6.5   | 6.7      | 6.3   | 9.4   | 7.5       | 8.8   | 9.5   | 5.5     |    |
| $X_{5max}$ 和 $X_{5min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 6.4                                                      | 8.9   | 9.9      | 9.6   | 12    | 11        | 12    | 13    | 7.1     |    |

表 1.3-36 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |       | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.096                                                      | 0.047 | 0.040    | 0.044 | 0.040 | 0.040     | 0.039 | 0.048 | 0.042 |    |
|                                      | 2 | 0.106                                                      | 0.042 | 0.037    | 0.043 | 0.039 | 0.036     | 0.037 | 0.047 | 0.044 |    |
|                                      | 3 | 0.107                                                      | 0.036 | 0.036    | 0.035 | 0.042 | 0.035     | 0.035 | 0.045 | 0.040 |    |
|                                      | 4 | 0.095                                                      | 0.038 | 0.035    | 0.038 | 0.037 | 0.036     | 0.036 | 0.048 | 0.042 |    |
|                                      | 5 | 0.095                                                      | 0.038 | 0.037    | 0.039 | 0.040 | 0.038     | 0.039 | 0.048 | 0.044 |    |
|                                      | 6 | 0.101                                                      | 0.039 | 0.038    | 0.036 | 0.036 | 0.034     | 0.038 | 0.043 | 0.043 |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)           |   | 0.100                                                      | 0.040 | 0.037    | 0.039 | 0.039 | 0.036     | 0.037 | 0.047 | 0.043 |    |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)                |   | 0.006                                                      | 0.004 | 0.002    | 0.004 | 0.002 | 0.002     | 0.002 | 0.002 | 0.001 |    |
| 相对标准偏差 RSD <sub>5</sub><br>(%)       |   | 5.6                                                        | 10    | 4.7      | 9.4   | 5.3   | 5.8       | 4.6   | 4.2   | 3.5   |    |
| $X_{5max}$ 和 $X_{5min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 5.9                                                        | 13    | 6.7      | 11    | 7.7   | 8.1       | 5.4   | 5.5   | 4.8   |    |

表 1.3-37 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                  |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |       | 备注 |
|-----------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|----|
|                             |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草胺   |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg) | 1 | 0.077                                                    | 0.33  | 0.39     | 0.34  | 0.35  | 0.38      | 0.36  | 0.50  | 0.58  |    |
|                             | 2 | 0.086                                                    | 0.35  | 0.42     | 0.35  | 0.33  | 0.34      | 0.37  | 0.54  | 0.56  |    |
|                             | 3 | 0.081                                                    | 0.34  | 0.38     | 0.32  | 0.29  | 0.31      | 0.33  | 0.48  | 0.51  |    |
|                             | 4 | 0.089                                                    | 0.36  | 0.42     | 0.35  | 0.34  | 0.34      | 0.35  | 0.53  | 0.57  |    |
|                             | 5 | 0.093                                                    | 0.37  | 0.42     | 0.35  | 0.31  | 0.33      | 0.34  | 0.52  | 0.54  |    |
|                             | 6 | 0.085                                                    | 0.32  | 0.39     | 0.34  | 0.33  | 0.35      | 0.32  | 0.51  | 0.58  |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)  |   | 0.085                                                    | 0.35  | 0.40     | 0.34  | 0.32  | 0.34      | 0.35  | 0.51  | 0.56  |    |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)       |   | 0.006                                                    | 0.018 | 0.019    | 0.014 | 0.021 | 0.026     | 0.017 | 0.023 | 0.027 |    |
| 相对标准偏差                      |   | 6.9                                                      | 5.2   | 4.7      | 4.0   | 6.6   | 7.5       | 5.0   | 4.5   | 4.8   |    |

| 平行样品<br>编号                                         | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |     |          |     |     |           |     |     |     |    |
|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----|----------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----|----|
|                                                    | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺 | 异丙草<br>胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 | 备注 |
| RSD <sub>5</sub> (%)                               |                                                          |     |          |     |     |           |     |     |     |    |
| X <sub>5max</sub> 和 X <sub>5min</sub> 相对<br>偏差 (%) | 9.4                                                      | 7.2 | 5.0      | 4.5 | 9.4 | 10        | 7.2 | 5.9 | 6.4 |    |

表 1.3-38 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                                | 1 | 0.071                                                    | 1.26  | 1.25     | 1.16  | 1.14  | 1.30      | 1.16  | 1.19  | 1.22    |    |
|                                                    | 2 | 0.082                                                    | 1.45  | 1.47     | 1.33  | 1.30  | 1.33      | 1.11  | 1.37  | 1.31    |    |
|                                                    | 3 | 0.100                                                    | 1.38  | 1.42     | 1.30  | 1.28  | 1.34      | 1.13  | 1.32  | 1.31    |    |
|                                                    | 4 | 0.092                                                    | 1.48  | 1.65     | 1.48  | 1.76  | 1.40      | 1.10  | 1.44  | 1.42    |    |
|                                                    | 5 | 0.078                                                    | 1.31  | 1.40     | 1.30  | 1.40  | 1.53      | 1.23  | 1.34  | 1.41    |    |
|                                                    | 6 | 0.093                                                    | 1.22  | 1.25     | 1.16  | 1.48  | 1.39      | 1.17  | 1.24  | 1.28    |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)                         |   | 0.086                                                    | 1.35  | 1.41     | 1.29  | 1.39  | 1.38      | 1.15  | 1.32  | 1.33    |    |
| 标准偏差 S <sub>5</sub><br>(mg/kg)                     |   | 0.011                                                    | 0.105 | 0.151    | 0.119 | 0.215 | 0.079     | 0.049 | 0.090 | 0.076   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>5</sub> (%)                     |   | 12                                                       | 7.8   | 11       | 9.2   | 15    | 5.7       | 4.3   | 6.8   | 5.7     |    |
| X <sub>5max</sub> 和 X <sub>5min</sub> 相对偏<br>差 (%) |   | 17                                                       | 9.6   | 14       | 12    | 21    | 8.1       | 5.6   | 9.5   | 7.6     |    |

表 1.3-39 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                                         |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|----------------------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                                    |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                                | 1 | 0.087                                                    | 0.36  | 0.38     | 0.38  | 0.31  | 0.34      | 0.32  | 0.37  | 0.41    |    |
|                                                    | 2 | 0.083                                                    | 0.34  | 0.35     | 0.36  | 0.30  | 0.32      | 0.30  | 0.35  | 0.37    |    |
|                                                    | 3 | 0.081                                                    | 0.41  | 0.38     | 0.38  | 0.30  | 0.33      | 0.31  | 0.38  | 0.43    |    |
|                                                    | 4 | 0.099                                                    | 0.43  | 0.42     | 0.42  | 0.31  | 0.35      | 0.31  | 0.44  | 0.43    |    |
|                                                    | 5 | 0.071                                                    | 0.36  | 0.30     | 0.35  | 0.42  | 0.39      | 0.37  | 0.30  | 0.34    |    |
|                                                    | 6 | 0.064                                                    | 0.39  | 0.32     | 0.34  | 0.32  | 0.35      | 0.35  | 0.34  | 0.30    |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)                         |   | 0.081                                                    | 0.38  | 0.36     | 0.37  | 0.33  | 0.35      | 0.33  | 0.36  | 0.38    |    |
| 标准偏差 S <sub>5</sub><br>(mg/kg)                     |   | 0.012                                                    | 0.034 | 0.045    | 0.031 | 0.046 | 0.026     | 0.028 | 0.049 | 0.054   |    |
| 相对标准偏差 RSD <sub>i</sub><br>(%)                     |   | 15                                                       | 8.9   | 12       | 8.3   | 14    | 7.5       | 8.6   | 13    | 14      |    |
| X <sub>5max</sub> 和 X <sub>5min</sub> 相对偏<br>差 (%) |   | 22                                                       | 12    | 17       | 10    | 17    | 9.9       | 10    | 19    | 18      |    |

表 1.3-40 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测<br>定<br>结<br>果<br>(mg/kg)          | 1 | 0.058                                                    | 1.43 | 1.42     | 1.52 | 1.61 | 1.63      | 1.70 | 1.38  | 1.38    |    |
|                                      | 2 | 0.056                                                    | 1.35 | 1.37     | 1.40 | 1.55 | 1.68      | 1.25 | 1.35  | 1.31    |    |
|                                      | 3 | 0.056                                                    | 1.44 | 1.46     | 1.47 | 1.72 | 1.66      | 1.86 | 1.46  | 1.25    |    |
|                                      | 4 | 0.066                                                    | 1.71 | 1.65     | 1.76 | 1.92 | 1.85      | 1.73 | 1.43  | 1.50    |    |
|                                      | 5 | 0.069                                                    | 1.31 | 1.33     | 1.34 | 1.89 | 1.73      | 1.75 | 1.51  | 1.62    |    |
|                                      | 6 | 0.081                                                    | 1.57 | 1.58     | 1.63 | 2.04 | 1.79      | 1.95 | 1.61  | 1.65    |    |
| 平均值 $\bar{X}_5$<br>(mg/kg)           |   | 0.064                                                    | 1.47 | 1.47     | 1.52 | 1.78 | 1.72      | 1.71 | 1.46  | 1.45    |    |
| 标准偏差 $S_5$<br>(mg/kg)                |   | 0.010                                                    | 0.15 | 0.12     | 0.15 | 0.19 | 0.086     | 0.24 | 0.094 | 0.16    |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>5</sub> (%)       |   | 15                                                       | 10   | 8.4      | 10   | 11   | 5.0       | 14   | 6.4   | 11      |    |
| $X_{5max}$ 和 $X_{5min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 18                                                       | 13   | 11       | 14   | 14   | 6.3       | 22   | 8.8   | 14      |    |

表 1.3-41 浙江省环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.090                                                      | 0.028 | 0.027    | 0.034 | 0.003 | 0.032     | 0.027 | 0.032 | 0.036   |    |
|                                      | 2 | 0.093                                                      | 0.036 | 0.033    | 0.036 | 0.003 | 0.039     | 0.033 | 0.039 | 0.042   |    |
|                                      | 3 | 0.098                                                      | 0.035 | 0.041    | 0.058 | 0.003 | 0.042     | 0.039 | 0.046 |         |    |
|                                      | 4 | 0.093                                                      | 0.033 | 0.033    | 0.036 | 0.003 | 0.038     | 0.032 | 0.038 | 0.039   |    |
|                                      | 5 | 0.092                                                      | 0.035 | 0.035    | 0.035 | 0.003 | 0.042     | 0.034 | 0.042 | 0.046   |    |
|                                      | 6 | 0.089                                                      | 0.031 | 0.029    | 0.033 | 0.003 | 0.036     | 0.033 | 0.037 | 0.041   |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.092                                                      | 0.033 | 0.033    | 0.039 | 0.003 | 0.038     | 0.033 | 0.039 | 0.041   |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.003                                                      | 0.003 | 0.005    | 0.009 | 0.002 | 0.004     | 0.004 | 0.005 | 0.004   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>6</sub> (%)       |   | 3.5                                                        | 8.9   | 14       | 24    | 3.9   | 10        | 12    | 12    | 9.1     |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 4.8                                                        | 12    | 21       | 28    | 5.1   | 14        | 18    | 18    | 12      |    |

注：采用格鲁布斯检验法，G<sub>95</sub>（6）=1.82；丙草胺 3 号结果 0.078, G<sub>i</sub>=1.94>1.82, 离群，剔除。

表 1.3-42 浙江省环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.075                                                    | 0.33  | 0.36     | 0.36  | 0.39  | 0.38      | 0.36  | 0.39  | 0.40    |    |
|                                      | 2 | 0.071                                                    | 0.33  | 0.36     | 0.39  | 0.41  | 0.39      | 0.34  | 0.39  | 0.40    |    |
|                                      | 3 | 0.074                                                    | 0.31  | 0.35     | 0.34  | 0.36  | 0.36      | 0.34  | 0.38  | 0.38    |    |
|                                      | 4 | 0.082                                                    | 0.33  | 0.36     | 0.36  | 0.37  | 0.37      | 0.34  | 0.38  | 0.38    |    |
|                                      | 5 | 0.076                                                    | 0.33  | 0.37     | 0.38  | 0.39  | 0.39      | 0.38  | 0.37  | 0.40    |    |
|                                      | 6 | 0.076                                                    | 0.30  | 0.34     | 0.34  | 0.37  | 0.35      | 0.33  | 0.36  | 0.37    |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.076                                                    | 0.32  | 0.36     | 0.36  | 0.38  | 0.37      | 0.35  | 0.38  | 0.39    |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.004                                                    | 0.012 | 0.012    | 0.023 | 0.018 | 0.017     | 0.016 | 0.012 | 0.011   |    |
| 相对标准偏差 RSD <sub>6</sub><br>(%)       |   | 5.0                                                      | 3.7   | 3.3      | 6.3   | 4.8   | 4.5       | 4.7   | 3.3   | 2.9     |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 7.2                                                      | 4.8   | 4.2      | 6.8   | 6.5   | 5.4       | 7.0   | 4.0   | 3.9     |    |

表 1.3-43 浙江省环境监测中心精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号 |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |      |          |      |      |           |      |      |         | 备注 |
|------------|---|----------------------------------------------------------|------|----------|------|------|-----------|------|------|---------|----|
|            |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺  | 异丙草<br>胺 | 甲草胺  | 敌稗   | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹  | 丁草胺  | 丙草<br>胺 |    |
| 测定         | 1 | 0.064                                                    | 1.32 | 1.40     | 1.38 | 1.41 | 1.40      | 1.38 | 1.43 | 1.44    |    |
|            | 2 | 0.061                                                    | 1.19 | 1.26     | 1.24 | 1.29 | 1.28      | 1.24 | 1.32 | 1.33    |    |
|            | 3 | 0.062                                                    | 1.25 | 1.32     | 1.30 | 1.33 | 1.34      | 1.30 | 1.37 | 1.37    |    |

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 结果<br>(mg/kg)                        | 4 | 0.059                                                    | 1.28  | 1.36     | 1.31  | 1.45  | 1.39      | 1.32  | 1.45  | 1.46    |    |
|                                      | 5 | 0.062                                                    | 1.28  | 1.36     | 1.33  | 1.32  | 1.37      | 1.33  | 1.40  | 1.39    |    |
|                                      | 6 | 0.062                                                    | 1.32  | 1.40     | 1.38  | 1.42  | 1.41      | 1.37  | 1.47  | 1.46    |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.062                                                    | 1.28  | 1.35     | 1.32  | 1.37  | 1.36      | 1.32  | 1.41  | 1.41    |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.001                                                    | 0.049 | 0.052    | 0.053 | 0.066 | 0.051     | 0.050 | 0.056 | 0.054   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>6</sub> (%)       |   | 2.1                                                      | 3.9   | 3.9      | 4.0   | 4.8   | 3.7       | 3.8   | 4.0   | 3.8     |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 4.1                                                      | 5.2   | 5.3      | 5.3   | 5.8   | 4.8       | 5.3   | 5.4   | 4.7     |    |

表 1.3-44 浙江省环境监测中心精密度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）1：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.050 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|------------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                    | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.091                                                      | 0.039 | 0.033    | 0.035 | 0.040 | 0.040     | 0.033 | 0.039 | 0.045   |    |
|                                      | 2 | 0.093                                                      | 0.036 | 0.033    | 0.036 | 0.039 | 0.039     | 0.033 | 0.039 | 0.042   |    |
|                                      | 3 | 0.094                                                      | 0.036 | 0.035    | 0.037 | 0.043 | 0.043     | 0.035 | 0.044 | 0.048   |    |
|                                      | 4 | 0.093                                                      | 0.033 | 0.033    | 0.036 | 0.038 | 0.038     | 0.032 | 0.038 | 0.039   |    |
|                                      | 5 | 0.092                                                      | 0.035 | 0.035    | 0.035 | 0.042 | 0.042     | 0.034 | 0.042 | 0.046   |    |
|                                      | 6 | 0.098                                                      | 0.038 | 0.039    | 0.039 | 0.045 | 0.045     | 0.038 | 0.044 | 0.047   |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.093                                                      | 0.036 | 0.035    | 0.036 | 0.041 | 0.041     | 0.034 | 0.041 | 0.045   |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.002                                                      | 0.002 | 0.002    | 0.001 | 0.002 | 0.002     | 0.002 | 0.003 | 0.003   |    |
| 相对标准偏差 RSD <sub>6</sub><br>(%)       |   | 2.7                                                        | 5.7   | 6.7      | 3.7   | 5.7   | 5.7       | 6.3   | 7.1   | 7.4     |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 3.7                                                        | 8.3   | 8.3      | 5.4   | 7.7   | 8.4       | 8.6   | 7.3   | 10      |    |

表 1.3-45 浙江省环境监测中心精密度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                 |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|----------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                            |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)        | 1 | 0.088                                                    | 0.38  | 0.39     | 0.39  | 0.45  | 0.40      | 0.38  | 0.42  | 0.42    |    |
|                            | 2 | 0.086                                                    | 0.36  | 0.37     | 0.36  | 0.43  | 0.39      | 0.36  | 0.40  | 0.41    |    |
|                            | 3 | 0.088                                                    | 0.37  | 0.37     | 0.38  | 0.45  | 0.39      | 0.36  | 0.40  | 0.40    |    |
|                            | 4 | 0.084                                                    | 0.36  | 0.36     | 0.40  | 0.43  | 0.38      | 0.36  | 0.39  | 0.40    |    |
|                            | 5 | 0.085                                                    | 0.35  | 0.36     | 0.36  | 0.41  | 0.37      | 0.35  | 0.38  | 0.38    |    |
|                            | 6 | 0.085                                                    | 0.37  | 0.38     | 0.37  | 0.44  | 0.40      | 0.37  | 0.41  | 0.41    |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg) |   | 0.086                                                    | 0.36  | 0.37     | 0.38  | 0.43  | 0.39      | 0.37  | 0.40  | 0.40    |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)      |   | 0.002                                                    | 0.009 | 0.011    | 0.014 | 0.015 | 0.012     | 0.011 | 0.015 | 0.015   |    |

| 平行样品<br>编号                           | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |     |          |     |     |           |     |     |     |    |
|--------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----|----------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----|----|
|                                      | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺 | 异丙草<br>胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 | 备注 |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>6</sub> (%)       | 1.9                                                      | 2.5 | 3.0      | 3.8 | 3.5 | 3.0       | 2.9 | 3.9 | 3.6 |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对<br>偏差 (%) | 2.3                                                      | 4.1 | 4.0      | 5.3 | 4.7 | 3.9       | 4.1 | 5.0 | 5.0 |    |

表 1.3-46 浙江省环境监测中心精密度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.065                                                    | 1.37  | 1.40     | 1.39  | 1.44  | 1.43      | 1.39  | 1.45  | 1.46    |    |
|                                      | 2 | 0.055                                                    | 1.26  | 1.29     | 1.27  | 1.35  | 1.33      | 1.29  | 1.37  | 1.38    |    |
|                                      | 3 | 0.060                                                    | 1.34  | 1.37     | 1.34  | 1.40  | 1.40      | 1.37  | 1.44  | 1.43    |    |
|                                      | 4 | 0.069                                                    | 1.18  | 1.21     | 1.16  | 1.24  | 1.24      | 1.22  | 1.27  | 1.27    |    |
|                                      | 5 | 0.067                                                    | 1.16  | 1.20     | 1.15  | 1.24  | 1.23      | 1.19  | 1.26  | 1.26    |    |
|                                      | 6 | 0.071                                                    | 1.38  | 1.42     | 1.44  | 1.45  | 1.46      | 1.41  | 1.49  | 1.49    |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.065                                                    | 1.28  | 1.31     | 1.29  | 1.35  | 1.35      | 1.31  | 1.38  | 1.38    |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.006                                                    | 0.097 | 0.096    | 0.120 | 0.093 | 0.098     | 0.094 | 0.096 | 0.097   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>6</sub> (%)       |   | 9.4                                                      | 7.6   | 7.3      | 9.3   | 6.9   | 7.2       | 7.2   | 7.0   | 7.0     |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 13                                                       | 8.7   | 8.4      | 11    | 7.8   | 8.6       | 8.5   | 8.4   | 8.4     |    |

表 1.3-47 浙江省环境监测中心精密度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）2：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 0.5 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         |    |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 | 备注 |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.059                                                    | 0.27  | 0.32     | 0.37  | 0.37  | 0.34      | 0.35  | 0.32  | 0.39    |    |
|                                      | 2 | 0.059                                                    | 0.26  | 0.31     | 0.35  | 0.36  | 0.33      | 0.32  | 0.32  | 0.33    |    |
|                                      | 3 | 0.059                                                    | 0.26  | 0.31     | 0.34  | 0.36  | 0.33      | 0.33  | 0.32  | 0.33    |    |
|                                      | 4 | 0.057                                                    | 0.26  | 0.31     | 0.36  | 0.35  | 0.33      | 0.33  | 0.32  | 0.33    |    |
|                                      | 5 | 0.057                                                    | 0.25  | 0.30     | 0.34  | 0.34  | 0.32      | 0.32  | 0.31  | 0.32    |    |
|                                      | 6 | 0.062                                                    | 0.27  | 0.32     | 0.37  | 0.36  | 0.33      | 0.33  | 0.32  | 0.34    |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.059                                                    | 0.26  | 0.31     | 0.36  | 0.36  | 0.33      | 0.33  | 0.32  | 0.34    |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.002                                                    | 0.007 | 0.006    | 0.012 | 0.008 | 0.008     | 0.013 | 0.004 | 0.024   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>6</sub> (%)       |   | 2.9                                                      | 2.5   | 2.0      | 3.3   | 2.2   | 2.4       | 4.0   | 1.2   | 7.0     |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 4.2                                                      | 3.8   | 3.2      | 4.2   | 4.2   | 3.0       | 4.5   | 1.6   | 9.9     |    |

表 1.3-48 浙江省环境监测中心精密度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 平行样品<br>编号                           |   | 浓度（含量）3：乙草胺-d <sub>11</sub> 浓度 0.1 mg/kg，其余浓度为 2.0 mg/kg |       |          |       |       |           |       |       |         | 备注 |
|--------------------------------------|---|----------------------------------------------------------|-------|----------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|----|
|                                      |   | 乙草胺<br>-d <sub>11</sub>                                  | 乙草胺   | 异丙草<br>胺 | 甲草胺   | 敌稗    | 异丙甲<br>草胺 | 杀草丹   | 丁草胺   | 丙草<br>胺 |    |
| 测定<br>结果<br>(mg/kg)                  | 1 | 0.058                                                    | 1.23  | 1.33     | 1.34  | 1.48  | 1.44      | 1.46  | 1.38  | 1.34    |    |
|                                      | 2 | 0.056                                                    | 1.16  | 1.27     | 1.30  | 1.40  | 1.38      | 1.42  | 1.32  | 1.26    |    |
|                                      | 3 | 0.051                                                    | 1.07  | 1.16     | 1.17  | 1.42  | 1.36      | 1.44  | 1.24  | 1.14    |    |
|                                      | 4 | 0.086                                                    | 1.15  | 1.24     | 1.27  | 1.51  | 1.41      | 1.43  | 1.33  | 1.29    |    |
|                                      | 5 | 0.062                                                    | 1.34  | 1.46     | 1.52  | 1.45  | 1.53      | 1.53  | 1.53  | 1.54    |    |
|                                      | 6 | 0.054                                                    | 1.02  | 1.11     | 1.10  | 1.25  | 1.20      | 1.20  | 1.18  | 1.15    |    |
| 平均值 $\bar{X}_6$<br>(mg/kg)           |   | 0.061                                                    | 1.16  | 1.26     | 1.28  | 1.42  | 1.39      | 1.42  | 1.33  | 1.29    |    |
| 标准偏差 $S_6$<br>(mg/kg)                |   | 0.013                                                    | 0.116 | 0.126    | 0.146 | 0.090 | 0.109     | 0.109 | 0.124 | 0.147   |    |
| 相对标准偏差<br>RSD <sub>6</sub> (%)       |   | 21                                                       | 10    | 10       | 11    | 6.4   | 7.9       | 7.7   | 9.3   | 11      |    |
| $X_{6max}$ 和 $X_{6min}$ 相对偏<br>差 (%) |   | 26                                                       | 14    | 14       | 16    | 9.4   | 12        | 12    | 13    | 15      |    |

# 1.4 方法准确度测试数据

表 1.4-1 武汉市环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 91                     |
|                         | 加标测定 | 0.089       | 0.10  | 0.083 | 0.088 | 0.091 | 0.092 | 0.091          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 84                     |
|                         | 加标测定 | 0.037       | 0.042 | 0.038 | 0.040 | 0.054 | 0.040 | 0.042          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.043       | 0.041 | 0.028 | 0.031 | 0.053 | 0.034 | 0.038          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 84                     |
|                         | 加标测定 | 0.044       | 0.045 | 0.033 | 0.039 | 0.048 | 0.041 | 0.042          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 115                    |
|                         | 加标测定 | 0.061       | 0.060 | 0.052 | 0.054 | 0.059 | 0.060 | 0.058          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 88                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.049 | 0.034 | 0.038 | 0.051 | 0.042 | 0.044          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 63                     |
|                         | 加标测定 | 0.038       | 0.032 | 0.028 | 0.029 | 0.035 | 0.028 | 0.032          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.037       | 0.032 | 0.023 | 0.030 | 0.042 | 0.034 | 0.033          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.05         | 84                     |
|                         | 加标测定 | 0.043       | 0.042 | 0.036 | 0.038 | 0.050 | 0.043 | 0.042          |              |                        |

表 1.4-2 武汉市环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.074       | 0.066 | 0.075 | 0.084 | 0.074 | 0.080 | 0.075          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 90                     |
|                         | 加标测定 | 0.51        | 0.44  | 0.50  | 0.51  | 0.27  | 0.46  | 0.45           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.34  | 0.39  | 0.40  | 0.38  | 0.39  | 0.38           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.32  | 0.36  | 0.38  | 0.36  | 0.37  | 0.36           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.34  | 0.36  | 0.37  | 0.37  | 0.38  | 0.37           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.34  | 0.37  | 0.38  | 0.38  | 0.37  | 0.37           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.32  | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.35           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.37  | 0.40  | 0.40  | 0.41  | 0.40  | 0.40           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.5          | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.37  | 0.40  | 0.40  | 0.40  | 0.38  | 0.40           |              |                        |

表 1.4-3 武汉市环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 0.063       | 0.061 | 0.063 | 0.063 | 0.060 | 0.062 | 0.062          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 1.68        | 1.54  | 1.67  | 1.66  | 1.65  | 1.61  | 1.63           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 1.52        | 1.39  | 1.52  | 1.50  | 1.49  | 1.46  | 1.48           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.50        | 1.37  | 1.49  | 1.47  | 1.46  | 1.43  | 1.45           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 1.46        | 1.36  | 1.49  | 1.40  | 1.51  | 1.41  | 1.44           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.50        | 1.38  | 1.50  | 1.47  | 1.51  | 1.45  | 1.47           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 1.47        | 1.34  | 1.47  | 1.44  | 1.43  | 1.41  | 1.43           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 1.57        | 1.46  | 1.58  | 1.54  | 1.59  | 1.51  | 1.54           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 1.61        | 1.50  | 1.60  | 1.59  | 1.63  | 1.55  | 1.58           |              |                        |

表 1.4-4 武汉市环境监测中心准确度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 102                    |
|                         | 加标测定 | 0.100       | 0.098 | 0.103 | 0.107 | 0.103 | 0.099 | 0.102          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 83                     |
|                         | 加标测定 | 0.038       | 0.046 | 0.043 | 0.043 | 0.041 | 0.039 | 0.042          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 83                     |
|                         | 加标测定 | 0.031       | 0.040 | 0.043 | 0.054 | 0.045 | 0.036 | 0.041          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 109                    |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.056 | 0.054 | 0.058 | 0.056 | 0.055 | 0.055          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 114                    |
|                         | 加标测定 | 0.052       | 0.059 | 0.056 | 0.060 | 0.059 | 0.057 | 0.057          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 95                     |
|                         | 加标测定 | 0.036       | 0.049 | 0.048 | 0.057 | 0.049 | 0.047 | 0.048          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.034       | 0.039 | 0.041 | 0.048 | 0.043 | 0.040 | 0.041          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 95                     |
|                         | 加标测定 | 0.033       | 0.048 | 0.047 | 0.060 | 0.049 | 0.048 | 0.047          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 100                    |
|                         | 加标测定 | 0.039       | 0.051 | 0.051 | 0.054 | 0.053 | 0.052 | 0.050          |              |                        |

表 1.4-5 武汉市环境监测中心准确度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 88                     |
|                         | 加标测定 | 0.082       | 0.089 | 0.091 | 0.087 | 0.090 | 0.088 | 0.088          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.38  | 0.40  | 0.39  | 0.37  | 0.38  | 0.38           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.40  | 0.40  | 0.40  | 0.39  | 0.41  | 0.40           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.39  | 0.40  | 0.39  | 0.39  | 0.40  | 0.39           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 87                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.44  | 0.45  | 0.44  | 0.42  | 0.45  | 0.43           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.42  | 0.42  | 0.41  | 0.40  | 0.43  | 0.41           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.38  | 0.39  | 0.38  | 0.38  | 0.40  | 0.38           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.43  | 0.43  | 0.42  | 0.41  | 0.44  | 0.43           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.44  | 0.43  | 0.42  | 0.40  | 0.44  | 0.43           |              |                        |

表 1.4-6 武汉市环境监测中心准确度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.061       | 0.072 | 0.069 | 0.071 | 0.058 | 0.068 | 0.066          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 1.59        | 1.61  | 1.36  | 1.41  | 1.52  | 1.60  | 1.52           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 1.63        | 1.67  | 1.45  | 1.47  | 1.55  | 1.66  | 1.57           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 1.62        | 1.63  | 1.44  | 1.45  | 1.53  | 1.63  | 1.55           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.49        | 1.54  | 1.34  | 1.33  | 1.46  | 1.56  | 1.45           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 1.62        | 1.66  | 1.44  | 1.45  | 1.55  | 1.65  | 1.56           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.53        | 1.56  | 1.34  | 1.35  | 1.45  | 1.56  | 1.47           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 83                     |
|                         | 加标测定 | 1.71        | 1.75  | 1.54  | 1.55  | 1.65  | 1.71  | 1.65           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 1.79        | 1.83  | 1.61  | 1.65  | 1.71  | 1.76  | 1.73           |              |                        |

表 1.4-7 武汉市环境监测中心准确度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 63                     |
|                         | 加标测定 | 0.060       | 0.063 | 0.063 | 0.063 | 0.061 | 0.066 | 0.063          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.33        | 0.39  | 0.31  | 0.35  | 0.32  | 0.33  | 0.34           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 0.33        | 0.36  | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.35           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.30        | 0.36  | 0.33  | 0.32  | 0.33  | 0.33  | 0.33           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.39  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.37  | 0.36  | 0.36  | 0.36  | 0.36  | 0.36           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.37  | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.36           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.38  | 0.38  | 0.37  | 0.38  | 0.37  | 0.37           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.35  | 0.37  | 0.36  | 0.35  | 0.36  | 0.35           |              |                        |

表 1-4-8 武汉市环境监测中心准确度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：武汉市环境监测中心

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 0.056       | 0.059 | 0.051 | 0.075 | 0.087 | 0.055 | 0.064          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.45        | 1.46  | 1.36  | 1.26  | 1.35  | 1.35  | 1.37           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 1.60        | 1.65  | 1.49  | 1.37  | 1.55  | 1.46  | 1.52           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 1.58        | 1.63  | 1.49  | 1.39  | 1.53  | 1.44  | 1.51           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 1.54        | 1.62  | 1.57  | 1.66  | 1.64  | 1.44  | 1.58           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 1.67        | 1.71  | 1.63  | 1.61  | 1.67  | 1.50  | 1.63           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 1.62        | 1.66  | 1.63  | 1.63  | 1.61  | 1.43  | 1.60           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 1.72        | 1.74  | 1.60  | 1.51  | 1.68  | 1.56  | 1.64           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 1.73        | 1.74  | 1.57  | 1.50  | 1.66  | 1.58  | 1.63           |              |                        |

表 1.4-9 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.064       | 0.065 | 0.083 | 0.089 | 0.091 | 0.065 | 0.076          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 102                    |
|                         | 加标测定 | 0.053       | 0.054 | 0.049 | 0.050 | 0.058 | 0.043 | 0.051          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 104                    |
|                         | 加标测定 | 0.052       | 0.054 | 0.050 | 0.053 | 0.059 | 0.043 | 0.052          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 103                    |
|                         | 加标测定 | 0.051       | 0.053 | 0.050 | 0.052 | 0.058 | 0.044 | 0.051          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 107                    |
|                         | 加标测定 | 0.050       | 0.053 | 0.055 | 0.057 | 0.060 | 0.047 | 0.053          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.044       | 0.047 | 0.045 | 0.051 | 0.056 | 0.041 | 0.047          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 83                     |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.041 | 0.040 | 0.041 | 0.044 | 0.035 | 0.041          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 84                     |
|                         | 加标测定 | 0.042       | 0.042 | 0.040 | 0.044 | 0.049 | 0.035 | 0.042          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 86                     |
|                         | 加标测定 | 0.041       | 0.041 | 0.040 | 0.047 | 0.052 | 0.037 | 0.043          |              |                        |

表 1.4-10 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.073       | 0.066 | 0.072 | 0.057 | 0.077 | 0.069 | 0.069          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.35        | 0.30  | 0.37  | 0.26  | 0.35  | 0.34  | 0.33           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.36  | 0.43  | 0.31  | 0.41  | 0.40  | 0.39           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.33  | 0.39  | 0.28  | 0.37  | 0.36  | 0.35           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.35  | 0.41  | 0.25  | 0.38  | 0.37  | 0.36           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 90                     |
|                         | 加标测定 | 0.48        | 0.42  | 0.51  | 0.36  | 0.49  | 0.46  | 0.45           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 98                     |
|                         | 加标测定 | 0.51        | 0.46  | 0.55  | 0.39  | 0.55  | 0.48  | 0.49           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.43        | 0.38  | 0.46  | 0.35  | 0.45  | 0.40  | 0.41           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 89                     |
|                         | 加标测定 | 0.47        | 0.44  | 0.49  | 0.38  | 0.49  | 0.39  | 0.44           |              |                        |

表 1.4-11 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 0.066       | 0.062 | 0.061 | 0.064 | 0.064 | 0.058 | 0.062          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 1.34        | 1.25  | 1.29  | 1.29  | 1.34  | 1.23  | 1.29           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.30  | 1.34  | 1.34  | 1.40  | 1.29  | 1.34           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.29  | 1.33  | 1.34  | 1.39  | 1.28  | 1.34           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.42        | 1.31  | 1.45  | 1.32  | 1.46  | 1.36  | 1.39           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.39  | 1.46  | 1.43  | 1.51  | 1.39  | 1.44           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 1.57        | 1.55  | 1.63  | 1.63  | 1.66  | 1.60  | 1.61           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.35  | 1.44  | 1.40  | 1.46  | 1.36  | 1.41           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.36  | 1.46  | 1.40  | 1.48  | 1.38  | 1.42           |              |                        |

表 1.4-12 黄石环境监测站准确度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 101                    |
|                         | 加标测定 | 0.100       | 0.090 | 0.106 | 0.110 | 0.104 | 0.098 | 0.101          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 97                     |
|                         | 加标测定 | 0.048       | 0.052 | 0.050 | 0.048 | 0.047 | 0.047 | 0.048          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 102                    |
|                         | 加标测定 | 0.050       | 0.053 | 0.052 | 0.051 | 0.050 | 0.049 | 0.051          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 101                    |
|                         | 加标测定 | 0.050       | 0.052 | 0.052 | 0.051 | 0.050 | 0.049 | 0.051          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 113                    |
|                         | 加标测定 | 0.055       | 0.058 | 0.055 | 0.057 | 0.058 | 0.055 | 0.056          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 102                    |
|                         | 加标测定 | 0.048       | 0.052 | 0.052 | 0.053 | 0.051 | 0.050 | 0.051          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 89                     |
|                         | 加标测定 | 0.042       | 0.044 | 0.043 | 0.046 | 0.046 | 0.046 | 0.045          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 93                     |
|                         | 加标测定 | 0.043       | 0.045 | 0.046 | 0.048 | 0.048 | 0.047 | 0.046          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 98                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.046 | 0.049 | 0.050 | 0.051 | 0.051 | 0.049          |              |                        |

表 1.4-13 黄石环境监测站准确度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|--------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                    |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 74                 |
|                         | 加标测定 | 0.076       | 0.073 | 0.069 | 0.077 | 0.075 | 0.071 | 0.074          |              |                    |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 70                 |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.35  | 0.34  | 0.36  | 0.35  | 0.32  | 0.35           |              |                    |
| 异丙草胺                    | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 83                 |
|                         | 加标测定 | 0.43        | 0.41  | 0.40  | 0.43  | 0.43  | 0.39  | 0.41           |              |                    |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                 |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.37  | 0.36  | 0.39  | 0.38  | 0.35  | 0.37           |              |                    |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                 |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.38  | 0.36  | 0.41  | 0.38  | 0.37  | 0.38           |              |                    |
| 异丙甲草胺                   | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 96                 |
|                         | 加标测定 | 0.49        | 0.48  | 0.46  | 0.51  | 0.50  | 0.46  | 0.48           |              |                    |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 110                |
|                         | 加标测定 | 0.51        | 0.54  | 0.52  | 0.58  | 0.58  | 0.55  | 0.55           |              |                    |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 85                 |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.42  | 0.39  | 0.45  | 0.44  | 0.42  | 0.42           |              |                    |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 97                 |
|                         | 加标测定 | 0.47        | 0.48  | 0.44  | 0.51  | 0.52  | 0.49  | 0.48           |              |                    |

表 1.4-14 黄石环境监测站准确度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|--------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                    |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 68                 |
|                         | 加标测定 | 0.068       | 0.059 | 0.074 | 0.070 | 0.074 | 0.064 | 0.068          |              |                    |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 65                 |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.29  | 1.39  | 1.17  | 1.17  | 1.34  | 1.29           |              |                    |
| 异丙草胺                    | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                 |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.34  | 1.44  | 1.21  | 1.22  | 1.38  | 1.34           |              |                    |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                 |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.27  | 1.37  | 1.15  | 1.16  | 1.32  | 1.28           |              |                    |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                 |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.29  | 1.37  | 1.16  | 1.14  | 1.31  | 1.27           |              |                    |
| 异丙甲草胺                   | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 75                 |
|                         | 加标测定 | 1.61        | 1.51  | 1.61  | 1.35  | 1.37  | 1.57  | 1.50           |              |                    |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 84                 |
|                         | 加标测定 | 1.73        | 1.67  | 1.79  | 1.56  | 1.54  | 1.74  | 1.67           |              |                    |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                 |
|                         | 加标测定 | 1.46        | 1.40  | 1.47  | 1.26  | 1.27  | 1.44  | 1.38           |              |                    |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                 |
|                         | 加标测定 | 1.47        | 1.44  | 1.49  | 1.27  | 1.29  | 1.45  | 1.40           |              |                    |

表 1.4-15 黄石环境监测站准确度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 54                     |
|                         | 加标测定 | 0.053       | 0.058 | 0.057 | 0.052 | 0.050 | 0.053 | 0.054          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 59                     |
|                         | 加标测定 | 0.28        | 0.32  | 0.30  | 0.31  | 0.30  | 0.28  | 0.30           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.36  | 0.34  | 0.34  | 0.34  | 0.32  | 0.34           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.35  | 0.34  | 0.34  | 0.33  | 0.32  | 0.33           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.39  | 0.38  | 0.37  | 0.36  | 0.37  | 0.38           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.38  | 0.36  | 0.36  | 0.35  | 0.36  | 0.36           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.42  | 0.40  | 0.40  | 0.38  | 0.40  | 0.40           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.34        | 0.36  | 0.35  | 0.35  | 0.34  | 0.33  | 0.35           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.31        | 0.34  | 0.34  | 0.33  | 0.34  | 0.30  | 0.33           |              |                        |

表 1.4-16 黄石环境监测站准确度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：黄石环境监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 0.059       | 0.057 | 0.076 | 0.086 | 0.069 | 0.058 | 0.067          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 1.32        | 1.24  | 1.05  | 1.23  | 1.49  | 1.15  | 1.25           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.49        | 1.41  | 1.17  | 1.40  | 1.69  | 1.30  | 1.41           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.31  | 1.13  | 1.31  | 1.57  | 1.22  | 1.32           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 1.50        | 1.43  | 1.56  | 1.55  | 1.49  | 1.34  | 1.48           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 88                     |
|                         | 加标测定 | 1.83        | 1.74  | 1.68  | 1.79  | 1.94  | 1.60  | 1.76           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 102                    |
|                         | 加标测定 | 2.04        | 2.06  | 2.07  | 2.04  | 2.13  | 1.95  | 2.05           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 1.53        | 1.47  | 1.30  | 1.49  | 1.67  | 1.40  | 1.48           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.40  | 1.22  | 1.41  | 1.64  | 1.38  | 1.42           |              |                        |

表 1.4-17 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 0.086       | 0.088 | 0.090 | 0.093 | 0.065 | 0.090 | 0.085          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.050 | 0.046 | 0.054 | 0.039 | 0.047 | 0.047          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.034       | 0.038 | 0.038 | 0.041 | 0.035 | 0.041 | 0.038          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.049 | 0.048 | 0.052 | 0.039 | 0.048 | 0.047          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 112                    |
|                         | 加标测定 | 0.056       | 0.061 | 0.056 | 0.059 | 0.046 | 0.060 | 0.056          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 98                     |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.053 | 0.049 | 0.054 | 0.040 | 0.050 | 0.049          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 86                     |
|                         | 加标测定 | 0.041       | 0.044 | 0.043 | 0.047 | 0.038 | 0.044 | 0.043          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 97                     |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.053 | 0.049 | 0.054 | 0.039 | 0.049 | 0.049          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 101                    |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.054 | 0.051 | 0.056 | 0.041 | 0.053 | 0.051          |              |                        |

表 1.4-18 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.082       | 0.079 | 0.082 | 0.092 | 0.060 | 0.083 | 0.080          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.38  | 0.36  | 0.37  | 0.38  | 0.35  | 0.37           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.35  | 0.32  | 0.34  | 0.31  | 0.33  | 0.33           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.42  | 0.40  | 0.42  | 0.39  | 0.36  | 0.40           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 0.44        | 0.46  | 0.41  | 0.43  | 0.41  | 0.39  | 0.43           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 84                     |
|                         | 加标测定 | 0.43        | 0.44  | 0.42  | 0.43  | 0.40  | 0.38  | 0.42           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.40  | 0.39  | 0.40  | 0.40  | 0.37  | 0.39           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.41  | 0.40  | 0.40  | 0.35  | 0.37  | 0.39           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 87                     |
|                         | 加标测定 | 0.45        | 0.45  | 0.43  | 0.44  | 0.44  | 0.41  | 0.44           |              |                        |

表 1.4-19 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.070       | 0.076 | 0.076 | 0.074 | 0.077 | 0.079 | 0.075          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 1.54        | 1.56  | 1.61  | 1.65  | 1.66  | 1.74  | 1.63           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 88                     |
|                         | 加标测定 | 1.76        | 1.68  | 1.75  | 1.79  | 1.82  | 1.81  | 1.77           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 1.54        | 1.54  | 1.60  | 1.62  | 1.65  | 1.72  | 1.61           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.51  | 1.53  | 1.65  | 1.51  | 1.68  | 1.56           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 1.51        | 1.52  | 1.57  | 1.63  | 1.60  | 1.68  | 1.58           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.46  | 1.52  | 1.54  | 1.56  | 1.67  | 1.53           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 1.61        | 1.66  | 1.68  | 1.74  | 1.72  | 1.74  | 1.69           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 87                     |
|                         | 加标测定 | 1.68        | 1.71  | 1.72  | 1.79  | 1.75  | 1.81  | 1.74           |              |                        |

表 1.4-20 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 99                     |
|                         | 加标测定 | 0.098       | 0.100 | 0.104 | 0.098 | 0.097 | 0.095 | 0.099          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 91                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.046 | 0.045 | 0.045 | 0.045 | 0.043 | 0.045          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 89                     |
|                         | 加标测定 | 0.046       | 0.045 | 0.043 | 0.042 | 0.045 | 0.046 | 0.045          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 91                     |
|                         | 加标测定 | 0.046       | 0.045 | 0.046 | 0.045 | 0.046 | 0.044 | 0.045          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 110                    |
|                         | 加标测定 | 0.056       | 0.054 | 0.055 | 0.057 | 0.056 | 0.054 | 0.055          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 98                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.048 | 0.049 | 0.049 | 0.050 | 0.048 | 0.049          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.046       | 0.046 | 0.047 | 0.046 | 0.047 | 0.045 | 0.046          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 97                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.049 | 0.048 | 0.049 | 0.049 | 0.047 | 0.048          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 99                     |
|                         | 加标测定 | 0.050       | 0.050 | 0.048 | 0.050 | 0.051 | 0.048 | 0.050          |              |                        |

表 1.4-21 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.077       | 0.074 | 0.076 | 0.076 | 0.073 | 0.072 | 0.075          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.34  | 0.34  | 0.34  | 0.34  | 0.34  | 0.34           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.39  | 0.39  | 0.38  | 0.39  | 0.39  | 0.39           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.36  | 0.37  | 0.37  | 0.36  | 0.37  | 0.37           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.39  | 0.39  | 0.41  | 0.40  | 0.39  | 0.40           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.37  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.38           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.37  | 0.37  | 0.37  | 0.36  | 0.35  | 0.37           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.43        | 0.42  | 0.40  | 0.39  | 0.38  | 0.38  | 0.40           |              |                        |

表 1.4-22 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.069       | 0.059 | 0.063 | 0.071 | 0.069 | 0.074 | 0.068          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 1.50        | 1.36  | 1.44  | 1.33  | 1.32  | 1.51  | 1.41           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 1.80        | 1.67  | 1.77  | 1.63  | 1.59  | 1.69  | 1.69           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.34  | 1.41  | 1.28  | 1.31  | 1.47  | 1.38           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.32  | 1.35  | 1.24  | 1.29  | 1.44  | 1.35           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.49        | 1.35  | 1.40  | 1.27  | 1.33  | 1.48  | 1.39           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.30  | 1.34  | 1.24  | 1.24  | 1.41  | 1.33           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 1.59        | 1.48  | 1.58  | 1.41  | 1.49  | 1.64  | 1.53           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 1.56        | 1.45  | 1.54  | 1.42  | 1.48  | 1.61  | 1.51           |              |                        |

表 1.4-23 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 58                     |
|                         | 加标测定 | 0.056       | 0.060 | 0.060 | 0.055 | 0.053 | 0.061 | 0.058          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 61                     |
|                         | 加标测定 | 0.28        | 0.32  | 0.30  | 0.31  | 0.30  | 0.31  | 0.30           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.33        | 0.35  | 0.35  | 0.35  | 0.33  | 0.35  | 0.34           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.31        | 0.34  | 0.33  | 0.33  | 0.32  | 0.33  | 0.33           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.39  | 0.37  | 0.37  | 0.37  | 0.37  | 0.38           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.37  | 0.36  | 0.36  | 0.35  | 0.35  | 0.36           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.39  | 0.36  | 0.37  | 0.36  | 0.36  | 0.37           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 61                     |
|                         | 加标测定 | 0.30        | 0.32  | 0.31  | 0.31  | 0.30  | 0.31  | 0.31           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 0.30        | 0.32  | 0.33  | 0.33  | 0.33  | 0.33  | 0.32           |              |                        |

表 1.4-24 泰安市环境保护监测站准确度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：泰安市环境保护监测站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.069       | 0.068 | 0.057 | 0.062 | 0.089 | 0.069 | 0.069          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.45  | 1.36  | 1.36  | 1.21  | 1.29  | 1.36           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.25        | 1.43  | 1.32  | 1.38  | 1.34  | 1.56  | 1.38           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.47        | 1.46  | 1.33  | 1.34  | 1.22  | 1.21  | 1.34           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 1.53        | 1.49  | 1.46  | 1.51  | 1.56  | 1.33  | 1.48           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 1.53        | 1.50  | 1.40  | 1.49  | 1.40  | 1.33  | 1.44           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.53        | 1.55  | 1.42  | 1.53  | 1.49  | 1.28  | 1.47           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.46        | 1.41  | 1.37  | 1.45  | 1.32  | 1.43  | 1.41           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.40  | 1.40  | 1.35  | 1.23  | 1.38  | 1.37           |              |                        |

表 1.4-25 海南省环境监测中心站准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 83                     |
|                         | 加标测定 | 0.083       | 0.084 | 0.087 | 0.089 | 0.062 | 0.090 | 0.083          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.048 | 0.046 | 0.052 | 0.039 | 0.045 | 0.046          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.049 | 0.047 | 0.053 | 0.039 | 0.048 | 0.047          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.049 | 0.047 | 0.051 | 0.038 | 0.047 | 0.046          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 111                    |
|                         | 加标测定 | 0.057       | 0.061 | 0.056 | 0.057 | 0.045 | 0.059 | 0.056          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 95                     |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.051 | 0.048 | 0.052 | 0.039 | 0.049 | 0.048          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 84                     |
|                         | 加标测定 | 0.043       | 0.044 | 0.042 | 0.045 | 0.037 | 0.043 | 0.042          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.046       | 0.049 | 0.047 | 0.050 | 0.037 | 0.047 | 0.046          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 98                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.052 | 0.049 | 0.053 | 0.038 | 0.052 | 0.049          |              |                        |

表 1.4-26 海南省环境监测中心站准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.089       | 0.101 | 0.089 | 0.087 | 0.089 | 0.096 | 0.092          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.41  | 0.36  | 0.41  | 0.45  | 0.41  | 0.40           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.40  | 0.36  | 0.40  | 0.46  | 0.41  | 0.41           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.40  | 0.35  | 0.39  | 0.44  | 0.40  | 0.39           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.41  | 0.35  | 0.42  | 0.45  | 0.43  | 0.41           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.42  | 0.36  | 0.41  | 0.45  | 0.41  | 0.41           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.38  | 0.33  | 0.38  | 0.42  | 0.37  | 0.37           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.44  | 0.34  | 0.37  | 0.39  | 0.40  | 0.40           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 90                     |
|                         | 加标测定 | 0.46        | 0.45  | 0.39  | 0.45  | 0.49  | 0.45  | 0.45           |              |                        |

表 1.4-27 海南省环境监测中心站准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.079       | 0.068 | 0.075 | 0.079 | 0.078 | 0.071 | 0.075          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.25  | 1.29  | 1.40  | 1.44  | 1.33  | 1.36           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.47        | 1.24  | 1.34  | 1.43  | 1.46  | 1.36  | 1.38           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.45        | 1.26  | 1.30  | 1.41  | 1.45  | 1.33  | 1.37           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.45        | 1.32  | 1.32  | 1.37  | 1.48  | 1.39  | 1.39           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.30  | 1.33  | 1.43  | 1.48  | 1.37  | 1.40           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.45        | 1.25  | 1.30  | 1.42  | 1.45  | 1.33  | 1.37           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.53        | 1.36  | 1.39  | 1.51  | 1.55  | 1.45  | 1.46           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           |              | 75                     |
|                         | 加标测定 | 1.55        | 1.41  | 1.45  | 1.56  | 1.59  | 1.47  | 1.51           |              |                        |

表 1.4-28 海南省环境监测中心站准确度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 99                     |
|                         | 加标测定 | 0.096       | 0.098 | 0.103 | 0.099 | 0.100 | 0.097 | 0.099          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.048       | 0.047 | 0.045 | 0.045 | 0.045 | 0.046 | 0.046          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 96                     |
|                         | 加标测定 | 0.048       | 0.048 | 0.048 | 0.048 | 0.047 | 0.048 | 0.048          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.046       | 0.047 | 0.048 | 0.046 | 0.046 | 0.047 | 0.047          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 109                    |
|                         | 加标测定 | 0.055       | 0.053 | 0.054 | 0.057 | 0.054 | 0.055 | 0.055          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 99                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.049 | 0.050 | 0.050          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 91                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.046 | 0.045 | 0.046 | 0.046 | 0.046 | 0.046          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 96                     |
|                         | 加标测定 | 0.046       | 0.048 | 0.048 | 0.049 | 0.047 | 0.049 | 0.048          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 101                    |
|                         | 加标测定 | 0.051       | 0.050 | 0.049 | 0.051 | 0.050 | 0.051 | 0.050          |              |                        |

表 1.4-29 海南省环境监测中心站准确度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 0.085       | 0.088 | 0.089 | 0.085 | 0.083 | 0.086 | 0.086          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.386       | 0.391 | 0.396 | 0.381 | 0.372 | 0.375 | 0.383          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.394       | 0.398 | 0.389 | 0.367 | 0.370 | 0.363 | 0.380          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.383       | 0.385 | 0.381 | 0.369 | 0.358 | 0.369 | 0.374          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 83                     |
|                         | 加标测定 | 0.411       | 0.424 | 0.434 | 0.417 | 0.404 | 0.394 | 0.414          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.403       | 0.407 | 0.409 | 0.395 | 0.382 | 0.387 | 0.397          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.368       | 0.376 | 0.384 | 0.373 | 0.367 | 0.370 | 0.373          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.404       | 0.427 | 0.431 | 0.416 | 0.391 | 0.399 | 0.412          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 87                     |
|                         | 加标测定 | 0.443       | 0.445 | 0.451 | 0.433 | 0.425 | 0.419 | 0.436          |              |                        |

表 1.4-30 海南省环境监测中心站准确度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.064       | 0.054 | 0.061 | 0.070 | 0.069 | 0.073 | 0.065          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 1.33        | 1.23  | 1.26  | 1.12  | 1.12  | 1.32  | 1.23           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.28  | 1.31  | 1.17  | 1.16  | 1.38  | 1.28           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 1.36        | 1.23  | 1.27  | 1.14  | 1.12  | 1.34  | 1.24           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.31  | 1.31  | 1.16  | 1.16  | 1.38  | 1.29           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.29  | 1.30  | 1.17  | 1.16  | 1.36  | 1.27           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 1.36        | 1.26  | 1.28  | 1.15  | 1.13  | 1.33  | 1.25           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.41        | 1.36  | 1.34  | 1.21  | 1.20  | 1.41  | 1.32           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.45        | 1.39  | 1.37  | 1.24  | 1.23  | 1.44  | 1.35           |              |                        |

表 1.4-31 海南省环境监测中心站准确度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.071       | 0.073 | 0.072 | 0.071 | 0.072 | 0.076 | 0.073          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.321       | 0.362 | 0.329 | 0.347 | 0.338 | 0.348 | 0.341          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.324       | 0.356 | 0.335 | 0.348 | 0.342 | 0.346 | 0.342          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 0.319       | 0.351 | 0.326 | 0.339 | 0.334 | 0.345 | 0.336          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 83                     |
|                         | 加标测定 | 0.422       | 0.424 | 0.400 | 0.414 | 0.412 | 0.411 | 0.414          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.384       | 0.396 | 0.369 | 0.384 | 0.374 | 0.378 | 0.381          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.390       | 0.401 | 0.366 | 0.381 | 0.365 | 0.378 | 0.380          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.343       | 0.363 | 0.349 | 0.345 | 0.328 | 0.346 | 0.346          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 0.327       | 0.360 | 0.351 | 0.361 | 0.359 | 0.361 | 0.353          |              |                        |

表 1.4-32 海南省环境监测中心站准确度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：海南省环境监测中心站

验证时间：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 63                     |
|                         | 加标测定 | 0.070       | 0.068 | 0.059 | 0.062 | 0.057 | 0.064 | 0.063          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 59                     |
|                         | 加标测定 | 1.29        | 1.19  | 1.06  | 1.10  | 1.36  | 1.08  | 1.18           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 60                     |
|                         | 加标测定 | 1.30        | 1.22  | 1.09  | 1.13  | 1.38  | 1.11  | 1.21           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 60                     |
|                         | 加标测定 | 1.30        | 1.22  | 1.08  | 1.13  | 1.39  | 1.08  | 1.20           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.37  | 1.32  | 1.40  | 1.61  | 1.25  | 1.40           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.36  | 1.23  | 1.33  | 1.55  | 1.19  | 1.35           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.46        | 1.39  | 1.23  | 1.40  | 1.58  | 1.20  | 1.38           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.37        | 1.30  | 1.16  | 1.19  | 1.48  | 1.16  | 1.28           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 61                     |
|                         | 加标测定 | 1.33        | 1.24  | 1.14  | 1.06  | 1.37  | 1.15  | 1.21           |              |                        |

表 1.4-33 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 114                    |
|                         | 加标测定 | 0.124       | 0.151 | 0.089 | 0.094 | 0.132 | 0.097 | 0.114          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.058       | 0.044 | 0.031 | 0.030 | 0.040 | 0.037 | 0.040          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.050       | 0.053 | 0.032 | 0.029 | 0.053 | 0.031 | 0.041          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 81                     |
|                         | 加标测定 | 0.052       | 0.056 | 0.030 | 0.028 | 0.049 | 0.029 | 0.041          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.049       | 0.048 | 0.044 | 0.043 | 0.051 | 0.047 | 0.047          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 87                     |
|                         | 加标测定 | 0.053       | 0.057 | 0.033 | 0.031 | 0.053 | 0.032 | 0.043          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 101                    |
|                         | 加标测定 | 0.057       | 0.053 | 0.040 | 0.046 | 0.058 | 0.050 | 0.051          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 86                     |
|                         | 加标测定 | 0.048       | 0.053 | 0.037 | 0.035 | 0.053 | 0.032 | 0.043          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.046 | 0.031 | 0.028 | 0.048 | 0.033 | 0.038          |              |                        |

表 1.4-34 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 63                     |
|                         | 加标测定 | 0.059       | 0.072 | 0.057 | 0.052 | 0.057 | 0.082 | 0.063          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.34  | 0.28  | 0.43  | 0.43  | 0.51  | 0.40           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 79                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.38  | 0.31  | 0.42  | 0.42  | 0.45  | 0.40           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.35  | 0.28  | 0.36  | 0.41  | 0.37  | 0.36           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 57                     |
|                         | 加标测定 | 0.31        | 0.29  | 0.26  | 0.28  | 0.28  | 0.27  | 0.28           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 0.33        | 0.32  | 0.28  | 0.29  | 0.32  | 0.32  | 0.31           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.35        | 0.32  | 0.31  | 0.37  | 0.37  | 0.26  | 0.33           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 97                     |
|                         | 加标测定 | 0.52        | 0.48  | 0.42  | 0.46  | 0.51  | 0.53  | 0.49           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 97                     |
|                         | 加标测定 | 0.50        | 0.47  | 0.40  | 0.52  | 0.59  | 0.44  | 0.49           |              |                        |

表 1.4-35 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 0.068       | 0.066 | 0.071 | 0.067 | 0.074 | 0.075 | 0.070          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.47        | 1.23  | 1.34  | 1.35  | 1.35  | 1.46  | 1.37           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.32  | 1.40  | 1.46  | 1.48  | 1.61  | 1.45           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 1.47        | 1.27  | 1.42  | 1.45  | 1.48  | 1.54  | 1.44           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 1.79        | 1.61  | 1.57  | 1.52  | 1.41  | 1.80  | 1.62           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 84                     |
|                         | 加标测定 | 1.71        | 1.44  | 1.76  | 1.70  | 1.73  | 1.79  | 1.69           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 84                     |
|                         | 加标测定 | 1.66        | 1.44  | 1.78  | 1.85  | 1.58  | 1.72  | 1.67           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 1.72        | 1.45  | 1.63  | 1.89  | 1.74  | 1.88  | 1.72           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 1.81        | 1.57  | 1.69  | 1.66  | 1.81  | 1.76  | 1.72           |              |                        |

表 1.4-36 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 100                    |
|                         | 加标测定 | 0.096       | 0.106 | 0.107 | 0.095 | 0.095 | 0.101 | 0.100          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.047       | 0.042 | 0.036 | 0.038 | 0.038 | 0.039 | 0.040          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.040       | 0.037 | 0.036 | 0.035 | 0.037 | 0.038 | 0.037          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.044       | 0.043 | 0.035 | 0.038 | 0.039 | 0.036 | 0.039          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.040       | 0.039 | 0.042 | 0.037 | 0.040 | 0.036 | 0.039          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.040       | 0.036 | 0.035 | 0.036 | 0.038 | 0.034 | 0.036          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.039       | 0.037 | 0.035 | 0.036 | 0.039 | 0.038 | 0.037          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 93                     |
|                         | 加标测定 | 0.048       | 0.047 | 0.045 | 0.048 | 0.048 | 0.043 | 0.047          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 85                     |
|                         | 加标测定 | 0.042       | 0.044 | 0.040 | 0.042 | 0.044 | 0.043 | 0.043          |              |                        |

表 1.4-37 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 0.077       | 0.086 | 0.081 | 0.089 | 0.093 | 0.085 | 0.085          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.33        | 0.35  | 0.34  | 0.36  | 0.37  | 0.32  | 0.35           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.42  | 0.38  | 0.42  | 0.42  | 0.39  | 0.40           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.34        | 0.35  | 0.32  | 0.35  | 0.35  | 0.34  | 0.34           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.35        | 0.33  | 0.29  | 0.34  | 0.31  | 0.33  | 0.32           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.34  | 0.31  | 0.34  | 0.33  | 0.35  | 0.34           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.37  | 0.33  | 0.35  | 0.34  | 0.32  | 0.35           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 102                    |
|                         | 加标测定 | 0.50        | 0.54  | 0.48  | 0.53  | 0.52  | 0.51  | 0.51           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 111                    |
|                         | 加标测定 | 0.58        | 0.56  | 0.51  | 0.57  | 0.54  | 0.58  | 0.56           |              |                        |

表 1.4-38 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 0.071       | 0.082 | 0.100 | 0.092 | 0.078 | 0.093 | 0.086          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.26        | 1.45  | 1.38  | 1.48  | 1.31  | 1.22  | 1.35           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.25        | 1.47  | 1.42  | 1.65  | 1.40  | 1.25  | 1.41           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.16        | 1.33  | 1.30  | 1.48  | 1.30  | 1.16  | 1.29           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.14        | 1.30  | 1.28  | 1.76  | 1.40  | 1.48  | 1.39           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.30        | 1.33  | 1.34  | 1.40  | 1.53  | 1.39  | 1.38           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 58                     |
|                         | 加标测定 | 1.16        | 1.11  | 1.13  | 1.10  | 1.23  | 1.17  | 1.15           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.19        | 1.37  | 1.32  | 1.44  | 1.34  | 1.24  | 1.32           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.22        | 1.31  | 1.31  | 1.42  | 1.41  | 1.28  | 1.33           |              |                        |

表 1.4-39 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 0.087       | 0.083 | 0.081 | 0.099 | 0.071 | 0.064 | 0.081          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.34  | 0.41  | 0.43  | 0.36  | 0.39  | 0.38           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.35  | 0.38  | 0.42  | 0.30  | 0.32  | 0.36           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.36  | 0.38  | 0.42  | 0.35  | 0.34  | 0.37           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.31        | 0.30  | 0.30  | 0.31  | 0.42  | 0.32  | 0.33           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 0.34        | 0.32  | 0.33  | 0.35  | 0.39  | 0.35  | 0.35           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.30  | 0.31  | 0.31  | 0.37  | 0.35  | 0.33           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.35  | 0.38  | 0.44  | 0.30  | 0.34  | 0.36           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.41        | 0.37  | 0.43  | 0.43  | 0.34  | 0.30  | 0.38           |              |                        |

表 1.4-40 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 0.058       | 0.056 | 0.056 | 0.066 | 0.069 | 0.081 | 0.064          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.35  | 1.44  | 1.71  | 1.31  | 1.57  | 1.47           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.42        | 1.37  | 1.46  | 1.65  | 1.33  | 1.58  | 1.47           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 1.52        | 1.40  | 1.47  | 1.76  | 1.34  | 1.63  | 1.52           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 89                     |
|                         | 加标测定 | 1.61        | 1.55  | 1.72  | 1.92  | 1.89  | 2.04  | 1.78           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 1.63        | 1.68  | 1.66  | 1.85  | 1.73  | 1.79  | 1.72           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 85                     |
|                         | 加标测定 | 1.70        | 1.25  | 1.86  | 1.73  | 1.75  | 1.95  | 1.71           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.35  | 1.46  | 1.43  | 1.51  | 1.61  | 1.46           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.31  | 1.25  | 1.50  | 1.62  | 1.65  | 1.45           |              |                        |

表 1.4-41 浙江省环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 92                     |
|                         | 加标测定 | 0.090       | 0.093 | 0.098 | 0.093 | 0.092 | 0.089 | 0.092          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.028       | 0.036 | 0.035 | 0.033 | 0.035 | 0.031 | 0.033          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.027       | 0.033 | 0.041 | 0.033 | 0.035 | 0.029 | 0.033          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.034       | 0.036 | 0.058 | 0.036 | 0.035 | 0.033 | 0.039          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.037       | 0.038 | 0.040 | 0.038 | 0.041 | 0.038 | 0.039          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.032       | 0.039 | 0.042 | 0.038 | 0.042 | 0.036 | 0.038          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.027       | 0.033 | 0.039 | 0.032 | 0.034 | 0.033 | 0.033          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.032       | 0.039 | 0.046 | 0.038 | 0.042 | 0.037 | 0.039          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 94                     |
|                         | 加标测定 | 0.036       | 0.042 | 0.078 | 0.039 | 0.046 | 0.041 | 0.047          |              |                        |

表 1.4-42 浙江省环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.075       | 0.071 | 0.074 | 0.082 | 0.076 | 0.076 | 0.076          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 0.33        | 0.33  | 0.31  | 0.33  | 0.33  | 0.30  | 0.32           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.36  | 0.35  | 0.36  | 0.37  | 0.34  | 0.36           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.39  | 0.34  | 0.36  | 0.38  | 0.34  | 0.36           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.41  | 0.36  | 0.37  | 0.39  | 0.37  | 0.38           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 75                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.39  | 0.36  | 0.37  | 0.39  | 0.35  | 0.37           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 0.36        | 0.34  | 0.34  | 0.34  | 0.38  | 0.33  | 0.35           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.39  | 0.38  | 0.38  | 0.37  | 0.36  | 0.38           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 77                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.40  | 0.38  | 0.38  | 0.40  | 0.37  | 0.39           |              |                        |

表 1.4-43 浙江省环境监测中心准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 0.064       | 0.061 | 0.062 | 0.059 | 0.062 | 0.062 | 0.062          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.32        | 1.19  | 1.25  | 1.28  | 1.28  | 1.32  | 1.28           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.40        | 1.26  | 1.32  | 1.36  | 1.36  | 1.40  | 1.35           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.24  | 1.30  | 1.31  | 1.33  | 1.38  | 1.32           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.41        | 1.29  | 1.33  | 1.45  | 1.32  | 1.42  | 1.37           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.40        | 1.28  | 1.34  | 1.39  | 1.37  | 1.41  | 1.36           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.24  | 1.30  | 1.32  | 1.33  | 1.37  | 1.32           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.32  | 1.37  | 1.45  | 1.40  | 1.47  | 1.41           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 70                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.33  | 1.37  | 1.46  | 1.39  | 1.46  | 1.41           |              |                        |

表 1.4-44 浙江省环境监测中心准确度测试数据（砂土型土壤样品低浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 93                     |
|                         | 加标测定 | 0.091       | 0.093 | 0.094 | 0.093 | 0.092 | 0.098 | 0.093          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.039       | 0.036 | 0.036 | 0.033 | 0.035 | 0.038 | 0.036          |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 70                     |
|                         | 加标测定 | 0.033       | 0.033 | 0.035 | 0.033 | 0.035 | 0.039 | 0.035          |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 72                     |
|                         | 加标测定 | 0.035       | 0.036 | 0.037 | 0.036 | 0.035 | 0.039 | 0.036          |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.040       | 0.039 | 0.043 | 0.038 | 0.042 | 0.045 | 0.041          |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.040       | 0.039 | 0.043 | 0.038 | 0.042 | 0.045 | 0.041          |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.033       | 0.033 | 0.035 | 0.032 | 0.034 | 0.038 | 0.034          |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 82                     |
|                         | 加标测定 | 0.039       | 0.039 | 0.044 | 0.038 | 0.042 | 0.044 | 0.041          |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.050        | 89                     |
|                         | 加标测定 | 0.045       | 0.042 | 0.048 | 0.039 | 0.046 | 0.047 | 0.045          |              |                        |

表 1.4-45 浙江省环境监测中心准确度测试数据（壤土型土壤样品中浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 86                     |
|                         | 加标测定 | 0.088       | 0.086 | 0.088 | 0.084 | 0.085 | 0.085 | 0.086          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.36  | 0.37  | 0.36  | 0.35  | 0.37  | 0.36           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 74                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.37  | 0.37  | 0.36  | 0.36  | 0.38  | 0.37           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 76                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.36  | 0.38  | 0.40  | 0.36  | 0.37  | 0.38           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 87                     |
|                         | 加标测定 | 0.45        | 0.43  | 0.45  | 0.43  | 0.41  | 0.44  | 0.43           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 78                     |
|                         | 加标测定 | 0.40        | 0.39  | 0.39  | 0.38  | 0.37  | 0.40  | 0.39           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 73                     |
|                         | 加标测定 | 0.38        | 0.36  | 0.36  | 0.36  | 0.35  | 0.37  | 0.37           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 80                     |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.40  | 0.40  | 0.39  | 0.38  | 0.41  | 0.40           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 81                     |
|                         | 加标测定 | 0.42        | 0.41  | 0.40  | 0.40  | 0.38  | 0.41  | 0.40           |              |                        |

表 1.4-46 浙江省环境监测中心准确度测试数据（黏土型土壤样品高浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 0.065       | 0.055 | 0.060 | 0.069 | 0.067 | 0.071 | 0.065          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.37        | 1.26  | 1.34  | 1.18  | 1.16  | 1.38  | 1.28           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.40        | 1.29  | 1.37  | 1.21  | 1.20  | 1.42  | 1.31           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 65                     |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.27  | 1.34  | 1.16  | 1.15  | 1.44  | 1.29           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.35  | 1.40  | 1.24  | 1.24  | 1.45  | 1.35           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.43        | 1.33  | 1.40  | 1.24  | 1.23  | 1.46  | 1.35           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 1.39        | 1.29  | 1.37  | 1.22  | 1.19  | 1.41  | 1.31           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.45        | 1.37  | 1.44  | 1.27  | 1.26  | 1.49  | 1.38           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.46        | 1.38  | 1.43  | 1.27  | 1.26  | 1.49  | 1.38           |              |                        |

表 1.4-47 浙江省环境监测中心准确度测试数据（湖库型沉积物样品中浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 59                     |
|                         | 加标测定 | 0.059       | 0.059 | 0.059 | 0.057 | 0.057 | 0.062 | 0.059          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 53                     |
|                         | 加标测定 | 0.27        | 0.26  | 0.26  | 0.26  | 0.25  | 0.27  | 0.26           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 62                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.31  | 0.31  | 0.31  | 0.30  | 0.32  | 0.31           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.35  | 0.34  | 0.36  | 0.34  | 0.37  | 0.36           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 0.37        | 0.36  | 0.36  | 0.35  | 0.34  | 0.36  | 0.36           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.34        | 0.33  | 0.33  | 0.33  | 0.32  | 0.33  | 0.33           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 66                     |
|                         | 加标测定 | 0.35        | 0.32  | 0.33  | 0.33  | 0.32  | 0.33  | 0.33           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 0.32        | 0.32  | 0.32  | 0.32  | 0.31  | 0.32  | 0.32           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.50         | 68                     |
|                         | 加标测定 | 0.39        | 0.33  | 0.33  | 0.33  | 0.32  | 0.34  | 0.34           |              |                        |

表 1.4-48 浙江省环境监测中心准确度测试数据（河流型沉积物样品高浓度加标）

验证单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2017 年 7 月

| 实验室编号                   |      | 测定结果(mg/kg) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(mg/kg) | 加标量<br>mg/kg | 加标回<br>收率 $P_i$<br>(%) |
|-------------------------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|--------------|------------------------|
|                         |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                |              |                        |
| 乙草胺<br>-d <sub>11</sub> | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 0.10         | 61                     |
|                         | 加标测定 | 0.058       | 0.056 | 0.051 | 0.086 | 0.062 | 0.054 | 0.061          |              |                        |
| 乙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 58                     |
|                         | 加标测定 | 1.23        | 1.16  | 1.07  | 1.15  | 1.34  | 1.02  | 1.16           |              |                        |
| 异丙草<br>胺                | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 63                     |
|                         | 加标测定 | 1.33        | 1.27  | 1.16  | 1.24  | 1.46  | 1.11  | 1.26           |              |                        |
| 甲草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.34        | 1.30  | 1.17  | 1.27  | 1.52  | 1.10  | 1.28           |              |                        |
| 敌稗                      | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 1.48        | 1.40  | 1.42  | 1.51  | 1.45  | 1.25  | 1.42           |              |                        |
| 异丙甲<br>草胺               | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 69                     |
|                         | 加标测定 | 1.44        | 1.38  | 1.36  | 1.41  | 1.53  | 1.20  | 1.39           |              |                        |
| 杀草丹                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 71                     |
|                         | 加标测定 | 1.46        | 1.42  | 1.44  | 1.43  | 1.53  | 1.20  | 1.42           |              |                        |
| 丁草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 67                     |
|                         | 加标测定 | 1.38        | 1.32  | 1.24  | 1.33  | 1.53  | 1.18  | 1.33           |              |                        |
| 丙草胺                     | 本底值  | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.           | 2.00         | 64                     |
|                         | 加标测定 | 1.34        | 1.26  | 1.14  | 1.29  | 1.54  | 1.15  | 1.29           |              |                        |

## 1.5 其他需要说明的问题

(1) 测试中的异常或意外情况：无

(2) 对方法适用性、分析步骤、干扰消除等方面的意见和建议：六家实验室对方法适用性、分析步骤、干扰消除等方面无意见和建议。

## 2 方法验证数据汇总

### 2.1 方法检出限、测定下限汇总

按照《土壤和沉积物 酰胺类除草剂的测定 气相色谱-质谱法》中样品分析的全部步骤，进行 7 次平行测定。计算 7 次平行测定的标准偏差，计算方法检出限，当自由度为 6，置信度为 99%时，t 值为 3.143。实验室编号 1 为武汉市环境监测中心，实验室编号 2 为黄石环境监测站，实验室编号 3 为泰安市环境保护监测站，实验室编号 4 为海南省环境监测中心站，实验室编号 5 为重庆市生态环境监测中心，实验室编号 6 为浙江省环境监测中心。六家实验室对方法检出限和测定下限进行了验证，方法检出限和测定下限的汇总情况，见表 2.1-1。

表 2.1-1 方法检出限、测定下限汇总表（单位：mg/kg）

| 化合物名称 | 实验室编号 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | MDL  | RQL  |
|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|       | 1     |      | 2    |      | 3    |      | 4    |      | 5    |      | 6    |      |      |      |
|       | MDL   | RQL  | MDL  | RQL  | MDL  | RQL  | MDL  | RQL  | MDL  | RQL  | MDL  | RQL  |      |      |
| 乙草胺   | 0.01  | 0.04 | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 | 0.02 | 0.08 |
| 异丙草胺  | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 |
| 甲草胺   | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 | 0.02 | 0.08 |
| 敌稗    | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 |
| 异丙甲草胺 | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 |
| 杀草丹   | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.02 | 0.08 | 0.02 | 0.08 |
| 丁草胺   | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 |
| 丙草胺   | 0.01  | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 |

结论：六家实验室按照《土壤和沉积物 酰胺类除草剂的测定 气相色谱-质谱法》（草案）中样品分析的全部步骤进行分析，按 HJ 168-2010 中检出限的计算公式得出方法检出限（MDL）及测定下限（RQL）。该标准的检出限为各实验室所得检出限数据的最高值：方法检出限为 0.01~0.02 mg/kg，测定下限为 0.04~0.08 mg/kg。

### 2.2 方法精密度汇总

六家实验室进行了方法精密度的验证工作，数据汇总见表 2.2-1 至表 2.2-9。实验室编号 1 为武汉市环境监测中心，实验室编号 2 为黄石环境监测站，实验室编号 3 为泰安市环境保护监测站，实验室编号 4 为海南省环境监测中心站，实验室编号 5 为重庆市生态环境监测中心，实验室编号 6 为浙江省环境监测中心。

表 2.2-1 乙草胺-d<sub>11</sub>(替代物)精密度数据 (单位: mg/kg)

| 实验<br>室编<br>号                | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |                      |           |           |                      | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |                      |           |           |                      |           |           |                      | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |                      |           |           |                      |           |           |                      |
|------------------------------|------------------|-----------|----------------------|-----------|-----------|----------------------|-----------------|-----------|----------------------|-----------|-----------|----------------------|-----------|-----------|----------------------|-----------------|-----------|----------------------|-----------|-----------|----------------------|-----------|-----------|----------------------|
|                              | 石英砂              |           |                      | 砂土        |           |                      | 石英砂             |           |                      | 壤土        |           |                      | 湖库型沉积物    |           |                      | 石英砂             |           |                      | 黏土        |           |                      | 河流型沉积物    |           |                      |
|                              | $X_i$            | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>D <sub>i</sub> |
| 1                            | 0.09<br>1        | 0.00<br>6 | 6.6                  | 0.10<br>2 | 0.00<br>3 | 2.9                  | 0.07<br>5       | 0.00<br>6 | 8.0                  | 0.08<br>8 | 0.00<br>3 | 3.4                  | 0.06<br>3 | 0.00<br>2 | 3.2                  | 0.06<br>2       | 0.00<br>1 | 1.6                  | 0.06<br>6 | 0.00<br>6 | 9.1                  | 0.06<br>4 | 0.01<br>4 | 22                   |
| 2                            | 0.07<br>6        | 0.01<br>3 | 17                   | 0.10      | 0.00<br>7 | 7.0                  | 0.06<br>9       | 0.00<br>7 | 10                   | 0.07<br>4 | 0.00<br>3 | 4.1                  | 0.05<br>4 | 0.00<br>3 | 5.6                  | 0.06<br>2       | 0.00<br>3 | 4.8                  | 0.06<br>8 | 0.00<br>6 | 8.8                  | 0.06<br>7 | 0.01<br>2 | 18                   |
| 3                            | 0.08<br>5        | 0.01<br>0 | 12                   | 0.09<br>9 | 0.00<br>3 | 3.0                  | 0.08<br>0       | 0.01<br>1 | 14                   | 0.07<br>5 | 0.00<br>2 | 2.7                  | 0.05<br>8 | 0.00<br>3 | 5.2                  | 0.07<br>5       | 0.00<br>3 | 4.0                  | 0.06<br>8 | 0.00<br>6 | 8.8                  | 0.06<br>9 | 0.01<br>1 | 16                   |
| 4                            | 0.08<br>3        | 0.01<br>0 | 12                   | 0.09<br>9 | 0.00<br>3 | 3.0                  | 0.09<br>2       | 0.00<br>6 | 6.5                  | 0.08<br>6 | 0.00<br>2 | 2.3                  | 0.07<br>3 | 0.00<br>2 | 2.7                  | 0.07<br>5       | 0.00<br>5 | 6.7                  | 0.06<br>5 | 0.00<br>7 | 11                   | 0.06<br>3 | 0.00<br>5 | 7.9                  |
| 5                            | 0.11<br>4        | 0.02<br>5 | 22                   | 0.10<br>0 | 0.00<br>6 | 6.0                  | 0.06<br>3       | 0.01<br>2 | 19                   | 0.08<br>5 | 0.00<br>6 | 7.1                  | 0.08<br>1 | 0.01<br>2 | 15                   | 0.07<br>0       | 0.00<br>4 | 5.7                  | 0.08<br>6 | 0.01<br>1 | 13                   | 0.06<br>4 | 0.01<br>0 | 16                   |
| 6                            | 0.09<br>2        | 0.00<br>3 | 3.3                  | 0.09<br>3 | 0.00<br>2 | 2.2                  | 0.07<br>6       | 0.00<br>4 | 5.3                  | 0.08<br>6 | 0.00<br>2 | 2.3                  | 0.05<br>9 | 0.00<br>2 | 3.4                  | 0.06<br>2       | 0.00<br>1 | 1.6                  | 0.06<br>5 | 0.00<br>6 | 9.2                  | 0.06<br>1 | 0.01<br>3 | 21                   |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/k<br>g)   | 0.090            |           |                      | 0.099     |           |                      | 0.076           |           |                      | 0.082     |           |                      | 0.065     |           |                      | 0.068           |           |                      | 0.070     |           |                      | 0.065     |           |                      |
| $S$<br>(mg/k<br>g)           | 0.013            |           |                      | 0.003     |           |                      | 0.010           |           |                      | 0.006     |           |                      | 0.010     |           |                      | 0.006           |           |                      | 0.008     |           |                      | 0.003     |           |                      |
| RSD<br>(%)                   | 14               |           |                      | 3.1       |           |                      | 13              |           |                      | 7.5       |           |                      | 16        |           |                      | 9.6             |           |                      | 12        |           |                      | 4.4       |           |                      |
| 重复<br>性限 r<br>(mg/k<br>g)    | 0.037            |           |                      | 0.012     |           |                      | 0.023           |           |                      | 0.009     |           |                      | 0.015     |           |                      | 0.009           |           |                      | 0.020     |           |                      | 0.031     |           |                      |
| 再现<br>性限<br>R<br>(mg/k<br>g) | 0.050            |           |                      | 0.014     |           |                      | 0.035           |           |                      | 0.019     |           |                      | 0.032     |           |                      | 0.020           |           |                      | 0.029     |           |                      | 0.030     |           |                      |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-2 乙草胺精密度数据 (单位: mg/kg)

| 实验<br>室编<br>号                  | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |             |           |           |             | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |             |          |           |             |          |           |             | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |             |          |           |             |          |           |             |
|--------------------------------|------------------|-----------|-------------|-----------|-----------|-------------|-----------------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|-----------------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|
|                                | 石英砂              |           |             | 砂土        |           |             | 石英砂             |           |             | 壤土       |           |             | 湖库型沉积物   |           |             | 石英砂             |           |             | 黏土       |           |             | 河流型沉积物   |           |             |
|                                | $X_i$            | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ |
| 1                              | 0.04<br>2        | 0.00<br>6 | 14          | 0.04<br>2 | 0.00<br>3 | 7.1         | 0.4<br>5        | 0.09<br>5 | 21          | 0.3<br>8 | 0.01<br>1 | 2.9         | 0.3<br>4 | 0.03      | 8.8         | 1.6<br>3        | 0.05<br>5 | 3.4         | 1.5<br>2 | 0.11      | 7.0         | 1.3<br>7 | 0.07<br>2 | 5.3         |
| 2                              | 0.05<br>1        | 0.00<br>5 | 9.8         | 0.04<br>8 | 0.00<br>2 | 4.2         | 0.3<br>3        | 0.04      | 12          | 0.3<br>5 | 0.01<br>9 | 5.4         | 0.3<br>0 | 0.01<br>3 | 4.3         | 1.2<br>9        | 0.04<br>5 | 3.5         | 1.2<br>9 | 0.10      | 7.8         | 1.2<br>5 | 0.15      | 12          |
| 3                              | 0.04<br>7        | 0.00<br>5 | 11          | 0.04<br>5 | 0.00<br>2 | 4.4         | 0.3<br>7        | 0.01<br>2 | 3.2         | 0.3<br>4 | 0.00<br>9 | 2.6         | 0.3<br>0 | 0.01<br>2 | 4.0         | 1.6<br>3        | 0.07<br>2 | 4.4         | 1.4<br>1 | 0.08<br>2 | 5.8         | 1.3<br>6 | 0.10      | 7.4         |
| 4                              | 0.04<br>6        | 0.00<br>4 | 8.7         | 0.04<br>6 | 0.00<br>1 | 2.2         | 0.4             | 0.02<br>9 | 7.3         | 0.3<br>8 | 0.00<br>9 | 2.4         | 0.3<br>4 | 0.01<br>4 | 4.1         | 1.3<br>6        | 0.08<br>0 | 5.9         | 1.2<br>3 | 0.09<br>5 | 7.7         | 1.1<br>8 | 0.12      | 11          |
| 5                              | 0.04<br>0        | 0.01<br>0 | 25          | 0.04<br>0 | 0.00<br>4 | 10          | 0.4             | 0.08<br>1 | 20          | 0.3<br>5 | 0.01<br>8 | 5.1         | 0.3<br>8 | 0.03<br>4 | 8.9         | 1.3<br>7        | 0.08<br>9 | 6.5         | 1.3<br>5 | 0.10      | 7.8         | 1.4<br>7 | 0.15      | 10          |
| 6                              | 0.03<br>3        | 0.00<br>3 | 9.1         | 0.03<br>6 | 0.00<br>2 | 5.6         | 0.3<br>2        | 0.01<br>2 | 3.8         | 0.3<br>6 | 0.00<br>9 | 2.5         | 0.2<br>6 | 0.00<br>7 | 2.7         | 1.2<br>8        | 0.04<br>9 | 3.8         | 1.2<br>8 | 0.09<br>7 | 7.6         | 1.1<br>6 | 0.12      | 10          |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/k<br>g)     | 0.043            |           |             | 0.043     |           |             | 0.38            |           |             | 0.36     |           |             | 0.32     |           |             | 1.43            |           |             | 1.35     |           |             | 1.30     |           |             |
| $S$<br>(mg/k<br>g)             | 0.006            |           |             | 0.004     |           |             | 0.049           |           |             | 0.017    |           |             | 0.042    |           |             | 0.16            |           |             | 0.10     |           |             | 0.12     |           |             |
| RSD<br>(%)                     | 15               |           |             | 10        |           |             | 13              |           |             | 4.6      |           |             | 13       |           |             | 11              |           |             | 7.8      |           |             | 9.4      |           |             |
| 重复<br>性限 $r$<br>(mg/k<br>g)    | 0.017            |           |             | 0.007     |           |             | 0.15            |           |             | 0.037    |           |             | 0.058    |           |             | 0.19            |           |             | 0.27     |           |             | 0.34     |           |             |
| 再现<br>性限<br>$R$<br>(mg/k<br>g) | 0.023            |           |             | 0.014     |           |             | 0.20            |           |             | 0.058    |           |             | 0.13     |           |             | 0.48            |           |             | 0.39     |           |             | 0.46     |           |             |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-3 异丙草胺精密度数据（单位：mg/kg）

| 实验室编号                  | 低浓度(0.050 mg/kg) |       |             |       |       |             | 中浓度(0.50 mg/kg) |       |             |       |       |             |        |       |             | 高浓度(2.00 mg/kg) |       |             |       |       |             |        |       |             |
|------------------------|------------------|-------|-------------|-------|-------|-------------|-----------------|-------|-------------|-------|-------|-------------|--------|-------|-------------|-----------------|-------|-------------|-------|-------|-------------|--------|-------|-------------|
|                        | 石英砂              |       |             | 砂土    |       |             | 石英砂             |       |             | 壤土    |       |             | 湖库型沉积物 |       |             | 石英砂             |       |             | 黏土    |       |             | 河流型沉积物 |       |             |
|                        | $X_i$            | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$ | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$           | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$ | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$  | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$           | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$ | $S_i$ | RS<br>$D_i$ | $X_i$  | $S_i$ | RS<br>$D_i$ |
| 1                      | 0.038            | 0.009 | 24          | 0.041 | 0.008 | 20          | 0.38            | 0.021 | 5.5         | 0.40  | 0.010 | 2.5         | 0.35   | 0.012 | 3.4         | 1.48            | 0.047 | 3.2         | 1.57  | 0.098 | 6.2         | 1.52   | 0.10  | 6.6         |
| 2                      | 0.052            | 0.005 | 9.6         | 0.051 | 0.001 | 2.0         | 0.39            | 0.044 | 11          | 0.35  | 0.019 | 5.4         | 0.34   | 0.014 | 4.1         | 1.29            | 0.045 | 3.5         | 1.34  | 0.10  | 7.8         | 1.41   | 0.18  | 12          |
| 3                      | 0.038            | 0.003 | 7.9         | 0.045 | 0.001 | 2.2         | 0.33            | 0.015 | 4.5         | 0.39  | 0.009 | 2.3         | 0.34   | 0.011 | 3.2         | 1.77            | 0.050 | 2.8         | 1.69  | 0.081 | 4.8         | 1.38   | 0.11  | 7.8         |
| 4                      | 0.047            | 0.005 | 11          | 0.048 | 0.001 | 2.1         | 0.41            | 0.030 | 7.3         | 0.38  | 0.015 | 3.9         | 0.34   | 0.011 | 3.2         | 1.38            | 0.088 | 6.4         | 1.28  | 0.098 | 7.7         | 1.21   | 0.12  | 9.8         |
| 5                      | 0.041            | 0.012 | 29          | 0.037 | 0.002 | 5.4         | 0.40            | 0.049 | 12          | 0.40  | 0.019 | 4.8         | 0.36   | 0.045 | 12          | 1.45            | 0.097 | 6.7         | 1.41  | 0.15  | 11          | 1.47   | 0.12  | 8.2         |
| 6                      | 0.033            | 0.005 | 15          | 0.035 | 0.002 | 5.7         | 0.36            | 0.012 | 3.3         | 0.37  | 0.011 | 3.0         | 0.31   | 0.006 | 1.9         | 1.35            | 0.052 | 3.9         | 1.31  | 0.096 | 7.3         | 1.26   | 0.13  | 10          |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/kg) | 0.042            |       |             | 0.043 |       |             | 0.38            |       |             | 0.38  |       |             | 0.34   |       |             | 1.45            |       |             | 1.43  |       |             | 1.38   |       |             |
| $S$<br>(mg/kg)         | 0.007            |       |             | 0.006 |       |             | 0.029           |       |             | 0.019 |       |             | 0.017  |       |             | 0.17            |       |             | 0.16  |       |             | 0.12   |       |             |
| RSD<br>(%)             | 17               |       |             | 15    |       |             | 7.7             |       |             | 5.1   |       |             | 4.9    |       |             | 12              |       |             | 11    |       |             | 8.7    |       |             |
| 重复性限 $r$<br>(mg/kg)    | 0.020            |       |             | 0.010 |       |             | 0.089           |       |             | 0.040 |       |             | 0.059  |       |             | 0.19            |       |             | 0.30  |       |             | 0.36   |       |             |
| 再现性限 $R$<br>(mg/kg)    | 0.027            |       |             | 0.020 |       |             | 0.12            |       |             | 0.066 |       |             | 0.071  |       |             | 0.50            |       |             | 0.53  |       |             | 0.47   |       |             |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-4 甲草胺精密度数据 (单位: mg/kg)

| 实验<br>室编<br>号                  | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |          |           |           |          | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |          |          |           |          |          |           |          | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |          |          |           |          |          |           |          |
|--------------------------------|------------------|-----------|----------|-----------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|
|                                | 石英砂              |           |          | 砂土        |           |          | 石英砂             |           |          | 壤土       |           |          | 湖库型沉积物   |           |          | 石英砂             |           |          | 黏土       |           |          | 河流型沉积物   |           |          |
|                                | $X_i$            | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di |
| 1                              | 0.04<br>2        | 0.00<br>5 | 12       | 0.05<br>5 | 0.00<br>3 | 5.5      | 0.3<br>6        | 0.01<br>9 | 5.3      | 0.3<br>9 | 0.01<br>0 | 2.6      | 0.3<br>3 | 0.01<br>7 | 5.2      | 1.4<br>5        | 0.04<br>7 | 3.2      | 1.5<br>5 | 0.09<br>2 | 5.9      | 1.5<br>1 | 0.08<br>9 | 5.9      |
| 2                              | 0.05<br>1        | 0.00<br>5 | 9.8      | 0.05<br>1 | 0.00<br>1 | 2.0      | 0.3<br>5        | 0.04<br>2 | 12       | 0.3<br>7 | 0.01<br>8 | 4.9      | 0.3<br>3 | 0.01<br>5 | 4.5      | 1.3<br>4        | 0.04<br>6 | 3.4      | 1.2<br>9 | 0.10      | 7.8      | 1.3<br>2 | 0.15      | 12       |
| 3                              | 0.04<br>7        | 0.00<br>5 | 11       | 0.04<br>5 | 0.00<br>1 | 2.2      | 0.4             | 0.02<br>2 | 5.5      | 0.3<br>7 | 0.00<br>8 | 2.2      | 0.3<br>3 | 0.01<br>1 | 3.3      | 1.6<br>1        | 0.06<br>8 | 4.2      | 1.3<br>8 | 0.08<br>6 | 6.2      | 1.3<br>4 | 0.11      | 8.4      |
| 4                              | 0.04<br>6        | 0.00<br>4 | 8.7      | 0.04<br>7 | 0.00<br>1 | 2.1      | 0.3<br>9        | 0.03      | 7.7      | 0.3<br>7 | 0.01<br>1 | 3.0      | 0.3<br>4 | 0.01<br>2 | 3.5      | 1.3<br>7        | 0.08<br>0 | 5.8      | 1.2<br>4 | 0.10      | 8.1      | 1.2<br>0 | 0.13      | 11       |
| 5                              | 0.04<br>1        | 0.01<br>3 | 32       | 0.03<br>9 | 0.00<br>4 | 10       | 0.3<br>6        | 0.04<br>3 | 12       | 0.3<br>4 | 0.01<br>4 | 4.1      | 0.3<br>7 | 0.03<br>1 | 8.4      | 1.4<br>4        | 0.09<br>1 | 6.3      | 1.2<br>9 | 0.00<br>9 | 0.7      | 1.5<br>2 | 0.15      | 9.9      |
| 6                              | 0.03<br>9        | 0.00<br>9 | 23       | 0.03<br>6 | 0.00<br>1 | 2.8      | 0.3<br>6        | 0.02<br>3 | 6.4      | 0.3<br>8 | 0.01<br>4 | 3.7      | 0.3<br>6 | 0.01<br>2 | 3.3      | 1.3<br>2        | 0.05<br>3 | 4.0      | 1.3<br>8 | 0.12      | 8.7      | 1.2<br>8 | 0.15      | 10       |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/k<br>g)     | 0.044            |           |          | 0.046     |           |          | 0.37            |           |          | 0.37     |           |          | 0.34     |           |          | 1.42            |           |          | 1.36     |           |          | 1.36     |           |          |
| $S$<br>(mg/k<br>g)             | 0.004            |           |          | 0.007     |           |          | 0.020           |           |          | 0.017    |           |          | 0.018    |           |          | 0.106           |           |          | 0.110    |           |          | 0.128    |           |          |
| RSD<br>(%)                     | 10               |           |          | 16        |           |          | 5.4             |           |          | 4.5      |           |          | 5.1      |           |          | 7.5             |           |          | 8.1      |           |          | 9.4      |           |          |
| 重复<br>性限 $r$<br>(mg/k<br>g)    | 0.021            |           |          | 0.006     |           |          | 0.088           |           |          | 0.036    |           |          | 0.050    |           |          | 0.19            |           |          | 0.26     |           |          | 0.37     |           |          |
| 再现<br>性限<br>$R$<br>(mg/k<br>g) | 0.023            |           |          | 0.021     |           |          | 0.098           |           |          | 0.057    |           |          | 0.067    |           |          | 0.34            |           |          | 0.39     |           |          | 0.49     |           |          |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-5 敌稗精密度数据（单位：mg/kg）

| 实验<br>室编<br>号                  | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |          |             |           |          | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |          |             |           |          |             |           |          | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |          |             |           |          |             |           |          |
|--------------------------------|------------------|-----------|----------|-------------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|-------------|-----------|----------|-------------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|-------------|-----------|----------|-------------|-----------|----------|
|                                | 石英砂              |           |          | 砂土          |           |          | 石英砂             |           |          | 壤土          |           |          | 湖库型沉积物      |           |          | 石英砂             |           |          | 黏土          |           |          | 河流型沉积物      |           |          |
|                                | $\bar{X}_i$      | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$ | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$     | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$ | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$ | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$     | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$ | $S_i$     | RS<br>Di | $\bar{X}_i$ | $S_i$     | RS<br>Di |
| 1                              | 0.05<br>8        | 0.00<br>4 | 6.9      | 0.05<br>7   | 0.00<br>3 | 5.3      | 0.3<br>7        | 0.01<br>5 | 4.1      | 0.4<br>4    | 0.01<br>7 | 3.9      | 0.3<br>8    | 0.00<br>6 | 1.6      | 1.4<br>4        | 0.06<br>1 | 4.2      | 1.4<br>5    | 0.09<br>8 | 6.8      | 1.5<br>8    | 0.08<br>0 | 5.1      |
| 2                              | 0.05<br>3        | 0.00<br>5 | 9.4      | 0.05<br>6   | 0.00<br>2 | 3.6      | 0.3<br>6        | 0.05<br>6 | 16       | 0.3<br>8    | 0.02<br>0 | 5.3      | 0.3<br>8    | 0.01<br>1 | 2.9      | 1.3<br>9        | 0.06<br>6 | 4.7      | 1.2<br>7    | 0.10<br>2 | 8.0      | 1.4<br>8    | 0.08<br>4 | 5.7      |
| 3                              | 0.05<br>6        | 0.00<br>5 | 8.9      | 0.05<br>5   | 0.00<br>1 | 1.8      | 0.4<br>3        | 0.02<br>6 | 6.0      | 0.4<br>0    | 0.00<br>9 | 2.3      | 0.3<br>8    | 0.01<br>1 | 2.9      | 1.5<br>6        | 0.08<br>4 | 5.4      | 1.3<br>5    | 0.08<br>0 | 5.9      | 1.4<br>8    | 0.08<br>1 | 5.5      |
| 4                              | 0.05<br>6        | 0.00<br>6 | 11       | 0.05<br>5   | 0.00<br>1 | 1.8      | 0.4<br>1        | 0.03<br>2 | 7.8      | 0.4<br>1    | 0.01<br>4 | 3.4      | 0.4<br>1    | 0.00<br>9 | 2.2      | 1.3<br>9        | 0.07<br>0 | 5.0      | 1.2<br>9    | 0.10<br>1 | 7.8      | 1.4<br>0    | 0.12      | 8.8      |
| 5                              | 0.04<br>7        | 0.00<br>3 | 6.4      | 0.03<br>9   | 0.00<br>2 | 5.1      | 0.2<br>8        | 0.04<br>3 | 15       | 0.3<br>2    | 0.02<br>1 | 6.6      | 0.3<br>3    | 0.04<br>6 | 14       | 1.6<br>2        | 0.15<br>2 | 9.4      | 1.3<br>9    | 0.21<br>5 | 16       | 1.7<br>8    | 0.19      | 11       |
| 6                              | 0.03<br>9        | 0.00<br>2 | 5.1      | 0.04<br>1   | 0.00<br>2 | 4.9      | 0.3<br>8        | 0.02<br>3 | 6.1      | 0.4<br>3    | 0.01<br>5 | 3.5      | 0.3<br>6    | 0.00<br>8 | 2.2      | 1.3<br>7        | 0.06<br>6 | 4.8      | 1.3<br>5    | 0.09<br>3 | 6.9      | 1.4<br>2    | 0.09<br>0 | 6.3      |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/k<br>g)     | 0.052            |           |          | 0.051       |           |          | 0.37            |           |          | 0.40        |           |          | 0.37        |           |          | 1.46            |           |          | 1.35        |           |          | 1.52        |           |          |
| $S$<br>(mg/k<br>g)             | 0.007            |           |          | 0.008       |           |          | 0.052           |           |          | 0.043       |           |          | 0.027       |           |          | 0.10            |           |          | 0.066       |           |          | 0.14        |           |          |
| RSD<br>(%)                     | 14               |           |          | 16          |           |          | 14              |           |          | 11          |           |          | 7.1         |           |          | 7.1             |           |          | 4.9         |           |          | 9.2         |           |          |
| 重复<br>性限 $r$<br>(mg/k<br>g)    | 0.012            |           |          | 0.005       |           |          | 0.099           |           |          | 0.046       |           |          | 0.058       |           |          | 0.25            |           |          | 0.35        |           |          | 0.32        |           |          |
| 再现<br>性限<br>$R$<br>(mg/k<br>g) | 0.023            |           |          | 0.023       |           |          | 0.17            |           |          | 0.13        |           |          | 0.091       |           |          | 0.37            |           |          | 0.37        |           |          | 0.49        |           |          |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-6 异丙甲草胺精密度数据（单位：mg/kg）

| 实验<br>室编<br>号              | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |          |           |           |          | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |          |          |           |          |          |           |          | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |          |          |           |          |          |           |          |
|----------------------------|------------------|-----------|----------|-----------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|
|                            | 石英砂              |           |          | 砂土        |           |          | 石英砂             |           |          | 壤土       |           |          | 湖库型沉积物   |           |          | 石英砂             |           |          | 黏土       |           |          | 河流型沉积物   |           |          |
|                            | $X_i$            | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di |
| 1                          | 0.04<br>4        | 0.00<br>7 | 16       | 0.04<br>8 | 0.00<br>7 | 15       | 0.3<br>7        | 0.01<br>6 | 4.3      | 0.4<br>1 | 0.01<br>2 | 2.9      | 0.3<br>6 | 0.00<br>7 | 1.9      | 1.4<br>7        | 0.04<br>8 | 3.3      | 1.5<br>6 | 0.09<br>9 | 6.3      | 1.6<br>3 | 0.07<br>4 | 4.5      |
| 2                          | 0.04<br>7        | 0.00<br>5 | 11       | 0.05<br>1 | 0.00<br>2 | 3.9      | 0.4<br>5        | 0.05<br>4 | 12       | 0.4<br>8 | 0.02<br>0 | 4.2      | 0.3<br>8 | 0.01<br>1 | 2.9      | 1.4<br>4        | 0.04<br>9 | 3.4      | 1.5<br>0 | 0.12      | 7.8      | 1.7<br>6 | 0.12      | 6.8      |
| 3                          | 0.04<br>9        | 0.00<br>5 | 10       | 0.04<br>9 | 0.00<br>1 | 2.0      | 0.4<br>2        | 0.02<br>5 | 6.0      | 0.3<br>8 | 0.00<br>7 | 1.8      | 0.3<br>6 | 0.00<br>8 | 2.2      | 1.5<br>8        | 0.06<br>7 | 4.2      | 1.3<br>9 | 0.08<br>6 | 6.2      | 1.4<br>4 | 0.07<br>3 | 5.1      |
| 4                          | 0.04<br>8        | 0.00<br>5 | 10       | 0.05<br>1 | 0.00<br>1 | 2.0      | 0.4<br>1        | 0.02<br>9 | 7.1      | 0.4<br>0 | 0.01<br>1 | 2.8      | 0.3<br>8 | 0.01<br>0 | 2.6      | 1.4<br>0        | 0.07<br>6 | 5.4      | 1.2<br>7 | 0.09<br>4 | 7.4      | 1.3<br>5 | 0.13      | 9.8      |
| 5                          | 0.04<br>3        | 0.01<br>2 | 28       | 0.03<br>6 | 0.00<br>2 | 5.6      | 0.3<br>1        | 0.02      | 6.5      | 0.3<br>4 | 0.02<br>6 | 7.6      | 0.3<br>5 | 0.02<br>6 | 7.4      | 1.6<br>9        | 0.13      | 7.5      | 1.3<br>8 | 0.07<br>9 | 5.7      | 1.7<br>2 | 0.08<br>6 | 5.0      |
| 6                          | 0.03<br>8        | 0.00<br>4 | 10       | 0.04<br>1 | 0.00<br>2 | 4.9      | 0.3<br>7        | 0.01<br>7 | 4.6      | 0.3<br>9 | 0.01<br>2 | 3.1      | 0.3<br>3 | 0.00<br>8 | 2.4      | 1.3<br>6        | 0.05<br>1 | 3.8      | 1.3<br>5 | 0.09<br>8 | 7.3      | 1.3<br>9 | 0.11      | 7.8      |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/kg)     | 0.045            |           |          | 0.046     |           |          | 0.39            |           |          | 0.40     |           |          | 0.36     |           |          | 1.49            |           |          | 1.41     |           |          | 1.55     |           |          |
| $S$<br>(mg/kg)             | 0.004            |           |          | 0.006     |           |          | 0.049           |           |          | 0.046    |           |          | 0.019    |           |          | 0.12            |           |          | 0.10     |           |          | 0.18     |           |          |
| RSD<br>(%)                 | 9.1              |           |          | 13        |           |          | 13              |           |          | 12       |           |          | 5.3      |           |          | 8.3             |           |          | 7.5      |           |          | 11       |           |          |
| 重复<br>性限 $r$<br>(mg/kg)    | 0.019            |           |          | 0.009     |           |          | 0.083           |           |          | 0.045    |           |          | 0.037    |           |          | 0.21            |           |          | 0.27     |           |          | 0.28     |           |          |
| 再现<br>性限<br>$R$<br>(mg/kg) | 0.021            |           |          | 0.019     |           |          | 0.16            |           |          | 0.14     |           |          | 0.063    |           |          | 0.39            |           |          | 0.38     |           |          | 0.56     |           |          |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-7 杀草丹精密度数据（单位：mg/kg）

| 实验室编号                  | 低浓度(0.050 mg/kg) |       |      |             |       |      | 中浓度(0.50 mg/kg) |       |      |             |       |      |             |       |      | 高浓度(2.00 mg/kg) |       |      |             |       |      |             |       |      |
|------------------------|------------------|-------|------|-------------|-------|------|-----------------|-------|------|-------------|-------|------|-------------|-------|------|-----------------|-------|------|-------------|-------|------|-------------|-------|------|
|                        | 石英砂              |       |      | 砂土          |       |      | 石英砂             |       |      | 壤土          |       |      | 湖库型沉积物      |       |      | 石英砂             |       |      | 黏土          |       |      | 河流型沉积物      |       |      |
|                        | $\bar{X}_i$      | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$ | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$     | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$ | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$ | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$     | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$ | $S_i$ | RSDi | $\bar{X}_i$ | $S_i$ | RSDi |
| 1                      | 0.032            | 0.004 | 12   | 0.041       | 0.005 | 12   | 0.35            | 0.014 | 4.0  | 0.38        | 0.011 | 2.9  | 0.36        | 0.011 | 3.1  | 1.43            | 0.048 | 3.4  | 1.47        | 0.10  | 7.0  | 1.60        | 0.082 | 5.1  |
| 2                      | 0.041            | 0.004 | 9.8  | 0.045       | 0.002 | 4.4  | 0.49            | 0.059 | 12   | 0.55        | 0.029 | 5.3  | 0.40        | 0.013 | 3.3  | 1.61            | 0.041 | 2.5  | 1.67        | 0.10  | 6.0  | 2.05        | 0.057 | 2.8  |
| 3                      | 0.043            | 0.003 | 7.0  | 0.046       | 0.001 | 2.2  | 0.39            | 0.017 | 4.4  | 0.38        | 0.006 | 1.6  | 0.37        | 0.014 | 3.8  | 1.53            | 0.084 | 5.5  | 1.33        | 0.083 | 6.2  | 1.47        | 0.10  | 6.9  |
| 4                      | 0.042            | 0.003 | 7.1  | 0.046       | 0.001 | 2.2  | 0.37            | 0.031 | 8.4  | 0.37        | 0.006 | 1.6  | 0.38        | 0.014 | 3.7  | 1.37            | 0.086 | 6.3  | 1.25        | 0.094 | 7.5  | 1.38        | 0.14  | 10   |
| 5                      | 0.051            | 0.007 | 14   | 0.037       | 0.002 | 5.4  | 0.33            | 0.045 | 14   | 0.35        | 0.017 | 4.9  | 0.33        | 0.028 | 8.5  | 1.67            | 0.147 | 8.8  | 1.15        | 0.049 | 4.3  | 1.71        | 0.24  | 14   |
| 6                      | 0.033            | 0.004 | 12   | 0.034       | 0.002 | 5.9  | 0.35            | 0.016 | 4.6  | 0.37        | 0.011 | 3.0  | 0.33        | 0.013 | 3.9  | 1.32            | 0.050 | 3.8  | 1.31        | 0.094 | 7.2  | 1.42        | 0.11  | 7.7  |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/kg) | 0.040            |       |      | 0.042       |       |      | 0.38            |       |      | 0.40        |       |      | 0.36        |       |      | 1.49            |       |      | 1.36        |       |      | 1.60        |       |      |
| $S$<br>(mg/kg)         | 0.007            |       |      | 0.005       |       |      | 0.058           |       |      | 0.074       |       |      | 0.028       |       |      | 0.14            |       |      | 0.18        |       |      | 0.25        |       |      |
| RSD<br>(%)             | 17               |       |      | 12          |       |      | 15              |       |      | 19          |       |      | 7.7         |       |      | 9.3             |       |      | 13          |       |      | 16          |       |      |
| 重复性限 r<br>(mg/kg)      | 0.012            |       |      | 0.007       |       |      | 0.097           |       |      | 0.043       |       |      | 0.046       |       |      | 0.24            |       |      | 0.25        |       |      | 0.38        |       |      |
| 再现性限 R<br>(mg/kg)      | 0.023            |       |      | 0.016       |       |      | 0.18            |       |      | 0.21        |       |      | 0.089       |       |      | 0.44            |       |      | 0.56        |       |      | 0.78        |       |      |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub> 的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-8 丁草胺精密度数据（单位：mg/kg）

| 实验<br>室编<br>号              | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |          |           |           |          | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |          |          |           |          |          |           |          | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |          |          |           |          |          |           |          |
|----------------------------|------------------|-----------|----------|-----------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|-----------------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|
|                            | 石英砂              |           |          | 砂土        |           |          | 石英砂             |           |          | 壤土       |           |          | 湖库型沉积物   |           |          | 石英砂             |           |          | 黏土       |           |          | 河流型沉积物   |           |          |
|                            | $X_i$            | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>Di |
| 1                          | 0.03<br>3        | 0.00<br>6 | 18       | 0.04<br>7 | 0.00<br>9 | 19       | 0.4<br>0        | 0.01<br>7 | 4.3      | 0.4<br>3 | 0.01<br>2 | 2.8      | 0.3<br>7 | 0.00<br>9 | 2.4      | 1.5<br>4        | 0.04<br>7 | 3.1      | 1.6<br>5 | 0.08<br>9 | 5.4      | 1.6<br>4 | 0.09<br>4 | 5.7      |
| 2                          | 0.04<br>2        | 0.00<br>4 | 9.5      | 0.04<br>6 | 0.00<br>2 | 4.3      | 0.4<br>1        | 0.04<br>3 | 10       | 0.4<br>2 | 0.01<br>7 | 4.0      | 0.3<br>5 | 0.01<br>1 | 3.1      | 1.4<br>1        | 0.04<br>7 | 3.3      | 1.3<br>8 | 0.09<br>5 | 6.9      | 1.4<br>8 | 0.12      | 8.4      |
| 3                          | 0.04<br>9        | 0.00<br>5 | 10       | 0.04<br>8 | 0.00<br>1 | 2.1      | 0.3<br>9        | 0.02<br>5 | 6.4      | 0.3<br>7 | 0.01<br>9 | 5.1      | 0.3<br>1 | 0.00<br>8 | 2.6      | 1.6<br>9        | 0.05<br>1 | 3.0      | 1.5<br>3 | 0.08<br>7 | 5.7      | 1.4<br>1 | 0.05<br>4 | 3.8      |
| 4                          | 0.04<br>6        | 0.00<br>5 | 11       | 0.04<br>8 | 0.00<br>1 | 2.1      | 0.4<br>0        | 0.03<br>8 | 9.5      | 0.4<br>1 | 0.01<br>6 | 3.9      | 0.3<br>5 | 0.01<br>1 | 3.1      | 1.4<br>6        | 0.07<br>7 | 5.3      | 1.3<br>2 | 0.09<br>6 | 7.3      | 1.2<br>8 | 0.13      | 10       |
| 5                          | 0.04<br>3        | 0.00<br>9 | 21       | 0.04<br>7 | 0.00<br>2 | 4.3      | 0.4<br>9        | 0.04<br>2 | 8.6      | 0.5<br>1 | 0.02<br>3 | 4.5      | 0.3<br>6 | 0.04<br>9 | 14       | 1.7<br>2        | 0.16<br>2 | 9.4      | 1.3<br>2 | 0.09<br>0 | 6.8      | 1.4<br>6 | 0.09<br>4 | 6.4      |
| 6                          | 0.03<br>9        | 0.00<br>5 | 13       | 0.04<br>1 | 0.00<br>3 | 7.3      | 0.3<br>8        | 0.01<br>2 | 3.2      | 0.4<br>0 | 0.01<br>5 | 3.8      | 0.3<br>4 | 0.00<br>4 | 1.2      | 1.4<br>1        | 0.05<br>6 | 4.0      | 1.3<br>8 | 0.09<br>6 | 7.0      | 1.3<br>3 | 0.12      | 9.3      |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/kg)     | 0.042            |           |          | 0.046     |           |          | 0.41            |           |          | 0.42     |           |          | 0.35     |           |          | 1.54            |           |          | 1.43     |           |          | 1.43     |           |          |
| $S$<br>(mg/kg)             | 0.006            |           |          | 0.003     |           |          | 0.040           |           |          | 0.047    |           |          | 0.021    |           |          | 0.14            |           |          | 0.13     |           |          | 0.13     |           |          |
| RSD<br>(%)                 | 13               |           |          | 5.7       |           |          | 9.6             |           |          | 11       |           |          | 6.0      |           |          | 9.0             |           |          | 9.3      |           |          | 8.8      |           |          |
| 重复<br>性限 $r$<br>(mg/kg)    | 0.016            |           |          | 0.011     |           |          | 0.089           |           |          | 0.049    |           |          | 0.061    |           |          | 0.24            |           |          | 0.26     |           |          | 0.30     |           |          |
| 再现<br>性限<br>$R$<br>(mg/kg) | 0.022            |           |          | 0.013     |           |          | 0.14            |           |          | 0.14     |           |          | 0.080    |           |          | 0.44            |           |          | 0.44     |           |          | 0.45     |           |          |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

表 2.2-9 丙草胺精密度数据（单位：mg/kg）

| 实验<br>室编<br>号                  | 低浓度(0.050 mg/kg) |           |             |           |           |             | 中浓度(0.50 mg/kg) |           |             |          |           |             |          |           |             | 高浓度(2.00 mg/kg) |           |             |          |           |             |          |           |             |
|--------------------------------|------------------|-----------|-------------|-----------|-----------|-------------|-----------------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|-----------------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|----------|-----------|-------------|
|                                | 石英砂              |           |             | 砂土        |           |             | 石英砂             |           |             | 壤土       |           |             | 湖库型沉积物   |           |             | 石英砂             |           |             | 黏土       |           |             | 河流型沉积物   |           |             |
|                                | $X_i$            | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$     | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$           | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ | $X_i$    | $S_i$     | RS<br>$D_i$ |
| 1                              | 0.04<br>2        | 0.00<br>5 | 11.9        | 0.05      | 0.00<br>5 | 10.0        | 0.4<br>0        | 0.01<br>6 | 4.0         | 0.4<br>3 | 0.01<br>3 | 3.0         | 0.3<br>5 | 0.01<br>5 | 4.3         | 1.5<br>8        | 0.04<br>8 | 3.0         | 1.7<br>3 | 0.08<br>5 | 4.9         | 1.6<br>3 | 0.09<br>6 | 5.9         |
| 2                              | 0.04<br>3        | 0.00<br>5 | 11.6        | 0.04<br>9 | 0.00<br>3 | 6.1         | 0.4<br>4        | 0.04<br>9 | 11.1        | 0.4<br>8 | 0.02<br>7 | 5.6         | 0.3<br>3 | 0.01<br>8 | 5.5         | 1.4<br>2        | 0.04<br>9 | 3.5         | 1.4<br>0 | 0.09<br>8 | 7.0         | 1.4<br>2 | 0.13<br>6 | 9.6         |
| 3                              | 0.05<br>1        | 0.00<br>6 | 11.8        | 0.05      | 0.00<br>1 | 2.0         | 0.4<br>4        | 0.02<br>5 | 5.7         | 0.4<br>0 | 0.02<br>0 | 5.0         | 0.3<br>2 | 0.01<br>2 | 3.8         | 1.7<br>4        | 0.05<br>2 | 3.0         | 1.5<br>1 | 0.07<br>3 | 4.8         | 1.3<br>7 | 0.07<br>3 | 5.3         |
| 4                              | 0.04<br>9        | 0.00<br>5 | 10.2        | 0.05      | 0.00<br>1 | 2.0         | 0.4<br>5        | 0.03      | 6.7         | 0.4<br>4 | 0.01<br>2 | 2.7         | 0.3<br>5 | 0.01<br>3 | 3.7         | 1.5<br>1        | 0.07<br>1 | 4.7         | 1.3<br>5 | 0.09<br>3 | 6.9         | 1.2<br>1 | 0.11<br>8 | 9.8         |
| 5                              | 0.03<br>8        | 0.00<br>9 | 23.7        | 0.04<br>3 | 0.00<br>1 | 2.3         | 0.4<br>9        | 0.06<br>5 | 13.3        | 0.5<br>6 | 0.02<br>7 | 4.8         | 0.3<br>8 | 0.05<br>4 | 14.2        | 1.7<br>2        | 0.09<br>5 | 5.5         | 1.3<br>3 | 0.07<br>6 | 5.7         | 1.4<br>5 | 0.16<br>0 | 11.0        |
| 6                              | 0.04<br>7        | 0.01<br>5 | 31.9        | 0.04<br>5 | 0.00<br>3 | 6.7         | 0.3<br>9        | 0.01<br>1 | 2.8         | 0.4<br>0 | 0.01<br>5 | 3.8         | 0.3<br>4 | 0.02<br>4 | 7.1         | 1.4<br>1        | 0.05<br>4 | 3.8         | 1.3<br>8 | 0.09<br>7 | 7.0         | 1.2<br>9 | 0.14<br>7 | 11.4        |
| $\bar{X}_i$<br>(mg/k<br>g)     | 0.045            |           |             | 0.048     |           |             | 0.44            |           |             | 0.45     |           |             | 0.34     |           |             | 1.56            |           |             | 1.45     |           |             | 1.40     |           |             |
| $S$<br>(mg/k<br>g)             | 0.005            |           |             | 0.003     |           |             | 0.036           |           |             | 0.061    |           |             | 0.021    |           |             | 0.143           |           |             | 0.151    |           |             | 0.145    |           |             |
| RSD<br>(%)                     | 11               |           |             | 6.4       |           |             | 8.3             |           |             | 14       |           |             | 6.0      |           |             | 9.2             |           |             | 10       |           |             | 10       |           |             |
| 重复<br>性限 $r$<br>(mg/k<br>g)    | 0.023            |           |             | 0.008     |           |             | 0.106           |           |             | 0.056    |           |             | 0.075    |           |             | 0.18            |           |             | 0.25     |           |             | 0.35     |           |             |
| 再现<br>性限<br>$R$<br>(mg/k<br>g) | 0.025            |           |             | 0.011     |           |             | 0.14            |           |             | 0.18     |           |             | 0.090    |           |             | 0.43            |           |             | 0.48     |           |             | 0.52     |           |             |

注：替代物乙草胺-d<sub>11</sub>的加标量均为 0.10 mg/kg，低浓度、中浓度、高浓度为酰胺类化合物的加标量。

结论：六家实验室分别对空白基质石英砂、砂土型土壤、壤土型土壤、黏土型土壤、湖库型沉积物和河流型沉积物含有乙草胺- $d_{11}$ （替代物）、乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺浓度为 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 样品进行了测定和统计。实验室内相对标准偏差分别为：1.8%~32%、1.2%~21%、0.7%~16%；实验室间相对标准偏差为：5.7%~17%、4.6%~19%、4.9%~16%；重复性限(r)分别为 0.005 mg/kg~0.023 mg/kg、0.036 mg/kg~0.15 mg/kg、0.18 mg/kg~0.38 mg/kg；再现性限(R)分别为：0.011 mg/kg~0.027 mg/kg、0.057 mg/kg~0.21 mg/kg、0.34 mg/kg~0.78 mg/kg。

### 2.3 方法准确度数据汇总

六家实验室进行了方法准确度的验证工作，数据汇总见表 2.3-1 至表 2.3-9。实验室编号 1 为武汉市环境监测中心，实验室编号 2 为黄石环境监测站，实验室编号 3 为泰安市环境保护监测站，实验室编号 4 为海南省环境监测中心站，实验室编号 5 为重庆市生态环境监测中心，实验室编号 6 为浙江省环境监测中心。

表 2.3-1 乙草胺-d<sub>11</sub>（替代物）准确度数据汇总（乙草胺-d<sub>11</sub>加标量均为 0.10 mg/kg）

| 土壤类型      |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|-----------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|           |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
| 石英砂低浓度    | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 90                | 13       |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.091 | 0.076 | 0.085 | 0.083 | 0.114 | 0.092 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 91    | 76    | 85    | 83    | 114   | 92    |                   |          |
| 石英砂中浓度    | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 76                | 9.9      |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.075 | 0.069 | 0.08  | 0.092 | 0.063 | 0.076 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 75    | 69    | 80    | 92    | 63    | 76    |                   |          |
| 石英砂高浓度    | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 68                | 6.5      |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.062 | 0.062 | 0.075 | 0.075 | 0.07  | 0.062 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 62    | 62    | 75    | 75    | 70    | 62    |                   |          |
| 砂土低浓度     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 99                | 3.1      |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.102 | 0.1   | 0.099 | 0.099 | 0.1   | 0.093 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 102   | 100   | 99    | 99    | 100   | 93    |                   |          |
| 壤土中浓度     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 82                | 6.2      |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.088 | 0.074 | 0.075 | 0.086 | 0.085 | 0.086 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 88    | 74    | 75    | 86    | 85    | 86    |                   |          |
| 黏土高浓度     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 70                | 8.1      |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.066 | 0.068 | 0.068 | 0.065 | 0.086 | 0.065 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 66    | 68    | 68    | 65    | 86    | 65    |                   |          |
| 湖库型沉积物中浓度 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 65                | 10       |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.063 | 0.054 | 0.058 | 0.073 | 0.081 | 0.059 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 63    | 54    | 58    | 73    | 81    | 59    |                   |          |
| 河流型沉积物高浓度 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 65                | 2.9      |
|           | 加标测定值(mg/kg)    | 0.064 | 0.067 | 0.069 | 0.063 | 0.064 | 0.061 |                   |          |
|           | 加标回收率 $P_i$ (%) | 64    | 67    | 69    | 63    | 64    | 61    |                   |          |

表 2.3-2 乙草胺准确度数据汇总

| 土壤类型 |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|      |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
| 石英砂  | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 86                | 13       |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.042 | 0.051 | 0.047 | 0.046 | 0.040 | 0.033 |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 84    | 102   | 94    | 92    | 80    | 66    |                   |          |
| 石英砂  | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 76                | 9.8      |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.45  | 0.33  | 0.37  | 0.4   | 0.4   | 0.32  |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 90    | 66    | 74    | 80    | 80    | 64    |                   |          |
|      | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 71                | 8.1      |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 1.63  | 1.29  | 1.63  | 1.36  | 1.37  | 1.28  |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 82    | 65    | 82    | 68    | 69    | 64    |                   |          |
| 砂土   | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 86                | 8.8      |

| 土壤类型   |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|--------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|        |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.042 | 0.048 | 0.045 | 0.046 | 0.040 | 0.036 |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 84    | 96    | 90    | 92    | 80    | 72    |                   |          |
|        |                 |       |       |       |       |       |       |                   |          |
| 壤土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 72                | 3.3      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.38  | 0.35  | 0.34  | 0.38  | 0.35  | 0.36  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 70    | 68    | 76    | 70    | 72    |                   |          |
| 黏土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 67                | 5.3      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.52  | 1.29  | 1.41  | 1.23  | 1.35  | 1.28  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 65    | 71    | 62    | 68    | 64    |                   |          |
| 湖库型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 64                | 8.4      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.34  | 0.30  | 0.30  | 0.34  | 0.38  | 0.26  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 68    | 60    | 60    | 68    | 76    | 52    |                   |          |
| 河流型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 65                | 6.1      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.37  | 1.25  | 1.36  | 1.18  | 1.47  | 1.16  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 69    | 63    | 68    | 59    | 74    | 58    |                   |          |

表 2.3-3 异丙草胺准确度数据汇总

| 土壤类型   |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|--------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|        |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
| 石英砂    | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 83                | 14       |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.038 | 0.052 | 0.038 | 0.047 | 0.041 | 0.033 |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 104   | 76    | 94    | 82    | 66    | 76                | 5.9      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.38  | 0.39  | 0.33  | 0.41  | 0.40  | 0.36  |                   |          |
| 石英砂    | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 78    | 66    | 82    | 80    | 72    | 73                | 8.5      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.48  | 1.29  | 1.77  | 1.38  | 1.45  | 1.35  |                   |          |
| 砂土     | 加标回收率 $P_i$ (%) | 74    | 65    | 89    | 69    | 73    | 68    | 86                | 12       |
|        | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.041 | 0.051 | 0.045 | 0.048 | 0.037 | 0.035 |                   |          |
| 壤土     | 加标回收率 $P_i$ (%) | 82    | 102   | 90    | 96    | 74    | 70    | 76                | 3.9      |
|        | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.40  | 0.35  | 0.39  | 0.38  | 0.40  | 0.37  |                   |          |
| 黏土     | 加标回收率 $P_i$ (%) | 80    | 70    | 78    | 76    | 80    | 74    | 72                | 8.1      |
|        | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.57  | 1.34  | 1.69  | 1.28  | 1.41  | 1.31  |                   |          |
| 湖库型沉积物 | 加标回收率 $P_i$ (%) | 79    | 67    | 85    | 64    | 71    | 66    | 68                | 3.3      |
|        | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        |                 |       |       |       |       |       |       |                   |          |

| 土壤类型       |                 | 实验室编号 |      |      |      |      |      | 平均加<br>标回收<br>率 $P_i$ (%) | 标准偏<br>差 (%) |
|------------|-----------------|-------|------|------|------|------|------|---------------------------|--------------|
|            |                 | 1     | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.35  | 0.34 | 0.34 | 0.34 | 0.36 | 0.31 |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 70    | 68   | 68   | 68   | 72   | 62   |                           |              |
| 河流型<br>沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | 69                        | 6.0          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.52  | 1.41 | 1.38 | 1.21 | 1.47 | 1.26 |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 71   | 69   | 61   | 74   | 63   |                           |              |

表 2.3-4 甲草胺准确度数据汇总

| 土壤类型       |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加<br>标回收<br>率 $P_i$ (%) | 标准偏<br>差 (%) |
|------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------------|--------------|
|            |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                           |              |
| 石英砂        | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 89                        | 8.9          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.042 | 0.051 | 0.047 | 0.046 | 0.041 | 0.039 |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 84    | 102   | 94    | 9.2   | 82    | 78    |                           |              |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 74                        | 4.0          |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.36  | 0.35  | 0.4   | 0.39  | 0.36  | 0.36  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 72    | 70    | 80    | 78    | 72    | 72    |                           |              |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 71                        | 5.3          |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.45  | 1.34  | 1.61  | 1.37  | 1.44  | 1.32  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 73    | 67    | 81    | 69    | 72    | 66    |                           |              |
| 砂土         | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 91                        | 14           |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.055 | 0.051 | 0.045 | 0.047 | 0.039 | 0.036 |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 110   | 102   | 90    | 94    | 78    | 72    |                           |              |
| 壤土         | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 74                        | 3.3          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.39  | 0.37  | 0.37  | 0.37  | 0.34  | 0.38  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 78    | 74    | 74    | 74    | 68    | 76    |                           |              |
| 黏土         | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 68                        | 5.5          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.55  | 1.29  | 1.38  | 1.24  | 1.29  | 1.38  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 78    | 65    | 69    | 62    | 65    | 69    |                           |              |
| 湖库型<br>沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 69                        | 3.5          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.33  | 0.33  | 0.33  | 0.34  | 0.37  | 0.36  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 66    | 66    | 66    | 68    | 74    | 72    |                           |              |
| 河流型<br>沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 68                        | 6.4          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.51  | 1.32  | 1.34  | 1.20  | 1.52  | 1.28  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 66    | 67    | 60    | 76    | 64    |                           |              |

表 2.3-5 敌稗准确度数据汇总

| 土壤类型 |            | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加<br>标回收<br>率 $P_i$ (%) | 标准偏<br>差 (%) |
|------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------------|--------------|
|      |            | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                           |              |
| 石英砂  | 本底值(mg/kg) | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 103                       | 14           |
|      | 加标量(mg/kg) | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                           |              |

| 土壤类型   |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|--------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|        |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.058 | 0.053 | 0.056 | 0.056 | 0.047 | 0.039 | 74                | 10       |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 116   | 106   | 112   | 112   | 94    | 78    |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.37  | 0.36  | 0.43  | 0.41  | 0.28  | 0.38  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 74    | 72    | 86    | 82    | 56    | 76    | 73                | 5.2      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.44  | 1.39  | 1.56  | 1.39  | 1.62  | 1.37  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 72    | 70    | 78    | 70    | 81    | 69    |                   |          |
| 砂土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 101               | 16       |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.057 | 0.056 | 0.055 | 0.055 | 0.039 | 0.041 |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 114   | 112   | 110   | 110   | 78    | 82    |                   |          |
| 壤土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 79                | 8.6      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.44  | 0.38  | 0.40  | 0.41  | 0.32  | 0.43  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 88    | 76    | 80    | 82    | 64    | 86    |                   |          |
| 黏土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 68                | 3.3      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.45  | 1.27  | 1.35  | 1.29  | 1.39  | 1.35  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 73    | 64    | 68    | 65    | 70    | 68    |                   |          |
| 湖库型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 75                | 5.3      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.38  | 0.38  | 0.38  | 0.41  | 0.33  | 0.36  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 76    | 76    | 82    | 66    | 72    |                   |          |
| 河流型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 76                | 7.0      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.58  | 1.48  | 1.48  | 1.40  | 1.78  | 1.42  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 79    | 74    | 74    | 70    | 89    | 71    |                   |          |

表 2.3-6 异丙甲草胺准确度数据汇总

| 土壤类型 |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|      |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
| 石英砂  | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 90                | 8.1      |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.044 | 0.047 | 0.049 | 0.048 | 0.043 | 0.038 |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 88    | 94    | 98    | 96    | 86    | 76    |                   |          |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 78                | 9.8      |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.37  | 0.45  | 0.42  | 0.41  | 0.31  | 0.37  |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 74    | 90    | 84    | 82    | 62    | 74    |                   |          |
|      | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 75                | 6.2      |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 1.47  | 1.44  | 1.58  | 1.40  | 1.69  | 1.36  |                   |          |
| 砂土   | 加标回收率 $P_i$ (%) | 74    | 72    | 79    | 70    | 85    | 68    | 92                | 12       |
|      | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  |                   |          |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.048 | 0.051 | 0.049 | 0.05  | 0.036 | 0.041 |                   |          |
| 壤土   | 加标回收率 $P_i$ (%) | 96    | 102   | 98    | 100   | 72    | 82    | 80                | 9.2      |
|      | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  |                   |          |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|      | 加标测定值(mg/kg)    |       |       |       |       |       |       |                   |          |

| 土壤类型            |                 | 实验室编号 |      |      |      |      |      | 平均加<br>标回收<br>率 $P_i$ (%) | 标准偏<br>差 (%) |
|-----------------|-----------------|-------|------|------|------|------|------|---------------------------|--------------|
|                 |                 | 1     | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                           |              |
| 加标测定值(mg/kg)    |                 | 0.41  | 0.48 | 0.38 | 0.40 | 0.34 | 0.39 |                           |              |
| 加标回收率 $P_i$ (%) |                 | 82    | 96   | 76   | 80   | 68   | 78   |                           |              |
| 黏土              | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | 70                        | 5.2          |
|                 | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 |                           |              |
|                 | 加标测定值(mg/kg)    | 1.56  | 1.50 | 1.39 | 1.27 | 1.38 | 1.35 |                           |              |
|                 | 加标回收率 $P_i$ (%) | 78    | 75   | 70   | 64   | 69   | 68   |                           |              |
| 湖库型<br>沉积物      | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | 72                        | 3.8          |
|                 | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 |                           |              |
|                 | 加标测定值(mg/kg)    | 0.36  | 0.38 | 0.36 | 0.38 | 0.35 | 0.33 |                           |              |
|                 | 加标回收率 $P_i$ (%) | 72    | 76   | 72   | 76   | 70   | 66   |                           |              |
| 河流型<br>沉积物      | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | 77                        | 8.9          |
|                 | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 |                           |              |
|                 | 加标测定值(mg/kg)    | 1.63  | 1.76 | 1.44 | 1.35 | 1.72 | 1.39 |                           |              |
|                 | 加标回收率 $P_i$ (%) | 82    | 88   | 72   | 68   | 86   | 70   |                           |              |

表 2.3-7 杀草丹准确度数据 (汇总)

| 土壤类型       |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加<br>标回收<br>率 $P_i$ (%) | 标准偏<br>差 (%) |
|------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------------|--------------|
|            |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                           |              |
| 石英砂        | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 81                        | 14           |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.032 | 0.041 | 0.043 | 0.042 | 0.051 | 0.033 |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 64    | 82    | 86    | 84    | 102   | 66    |                           |              |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 76                        | 12           |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.35  | 0.49  | 0.39  | 0.37  | 0.33  | 0.35  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 70    | 98    | 78    | 74    | 66    | 70    |                           |              |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 74                        | 6.9          |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.43  | 1.61  | 1.53  | 1.37  | 1.67  | 1.32  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 72    | 81    | 77    | 69    | 84    | 66    |                           |              |
| 砂土         | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 83                        | 10           |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.041 | 0.045 | 0.046 | 0.046 | 0.037 | 0.034 |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 82    | 90    | 92    | 92    | 74    | 68    |                           |              |
| 壤土         | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 80                        | 15           |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.38  | 0.55  | 0.38  | 0.37  | 0.35  | 0.37  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 76    | 110   | 76    | 74    | 70    | 74    |                           |              |
| 黏土         | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 68                        | 9.2          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.47  | 1.67  | 1.33  | 1.25  | 1.15  | 1.31  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 74    | 84    | 67    | 63    | 58    | 66    |                           |              |
| 湖库型<br>沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 72                        | 5.6          |
|            | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 0.36  | 0.40  | 0.37  | 0.38  | 0.33  | 0.33  |                           |              |
|            | 加标回收率 $P_i$ (%) | 72    | 80    | 74    | 76    | 66    | 66    |                           |              |
| 河流型<br>沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 80                        | 12           |
|            | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                           |              |
|            | 加标测定值(mg/kg)    | 1.60  | 2.05  | 1.47  | 1.38  | 1.71  | 1.42  |                           |              |

| 土壤类型 |                 | 实验室编号 |     |    |    |    |    | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|------|-----------------|-------|-----|----|----|----|----|-------------------|----------|
|      |                 | 1     | 2   | 3  | 4  | 5  | 6  |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 80    | 103 | 74 | 69 | 86 | 71 |                   |          |

表 2.3-8 丁草胺准确度数据汇总

| 土壤类型   |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|--------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|        |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
| 石英砂    | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 84                | 11       |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.033 | 0.042 | 0.049 | 0.046 | 0.043 | 0.039 |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 66    | 84    | 98    | 92    | 86    | 78    |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 82                | 7.9      |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.40  | 0.41  | 0.39  | 0.40  | 0.49  | 0.38  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 80    | 82    | 78    | 80    | 98    | 76    |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 77                | 6.9      |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.54  | 1.41  | 1.69  | 1.46  | 1.72  | 1.41  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 77    | 71    | 85    | 73    | 86    | 71    |                   |          |
| 砂土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 92                | 5.3      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.047 | 0.046 | 0.048 | 0.048 | 0.047 | 0.041 |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 94    | 92    | 96    | 96    | 94    | 82    |                   |          |
| 壤土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 85                | 9.4      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.43  | 0.42  | 0.37  | 0.41  | 0.51  | 0.40  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 86    | 84    | 74    | 82    | 102   | 80    |                   |          |
| 黏土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 72                | 6.6      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.65  | 1.38  | 1.53  | 1.32  | 1.32  | 1.38  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 83    | 69    | 77    | 66    | 66    | 69    |                   |          |
| 湖库型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 69                | 4.1      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.37  | 0.35  | 0.31  | 0.35  | 0.36  | 0.34  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 74    | 70    | 62    | 70    | 72    | 68    |                   |          |
| 河流型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 72                | 6.3      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.64  | 1.48  | 1.41  | 1.28  | 1.46  | 1.33  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 82    | 74    | 71    | 64    | 73    | 67    |                   |          |

表 2.3-9 丙草胺准确度数据汇总

| 土壤类型 |                 | 实验室编号 |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|      |                 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
| 石英砂  | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 90                | 9.7      |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.042 | 0.043 | 0.051 | 0.049 | 0.038 | 0.047 |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 84    | 86    | 102   | 98    | 76    | 94    |                   |          |
|      | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 87                | 7.2      |
|      | 加标测定值(mg/kg)    | 0.40  | 0.44  | 0.44  | 0.45  | 0.49  | 0.39  |                   |          |
|      | 加标回收率 $P_i$ (%) | 80    | 88    | 88    | 90    | 98    | 78    |                   |          |

| 土壤类型   | 实验室编号           |       |       |       |       |       | 平均加标回收率 $P_i$ (%) | 标准偏差 (%) |
|--------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------|
|        | 1               | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |                   |          |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 78                | 7.2      |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.58  | 1.42  | 1.74  | 1.51  | 1.72  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 79    | 71    | 87    | 76    | 86    |                   |          |
|        |                 |       |       |       |       |       |                   |          |
| 砂土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 96                | 6.1      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.05  | 0.049 | 0.05  | 0.05  | 0.043 |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 100   | 98    | 100   | 100   | 86    |                   |          |
| 壤土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 90                | 12       |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.43  | 0.48  | 0.40  | 0.44  | 0.56  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 86    | 96    | 80    | 88    | 112   |                   |          |
| 黏土     | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 73                | 7.5      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.73  | 1.40  | 1.51  | 1.35  | 1.33  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 87    | 70    | 76    | 68    | 67    |                   |          |
| 湖库型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 69                | 4.1      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  | 0.50  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 0.35  | 0.33  | 0.32  | 0.35  | 0.38  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 70    | 66    | 64    | 70    | 76    |                   |          |
| 河流型沉积物 | 本底值(mg/kg)      | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | 70                | 7.2      |
|        | 加标量(mg/kg)      | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |                   |          |
|        | 加标测定值(mg/kg)    | 1.63  | 1.42  | 1.37  | 1.21  | 1.45  |                   |          |
|        | 加标回收率 $P_i$ (%) | 82    | 71    | 69    | 61    | 73    |                   |          |

结论：六家实验室分别对空白基质、砂土型土壤、壤土型土壤、黏土型土壤、湖库型沉积物和河流型沉积物含有乙草胺-d11、乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺浓度为 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 样品进行了测定和统计。加标回收率范围 81%~103%、64%~90%、65%~80%，标准偏差范围 5.2%-16%、3.3%~15%、3.3%~12%，加标回收率最终值 81%±28%~103%±29%、64%±17%~ 90%±24%、65%±12%~80%±25%。

### 3 方法验证结论

#### 3.1 验证过程中异常值的解释、更正或剔除的情况及理由

六家实验室所有的验证数据按照《测量方法与结果的准确度（正确度和精密度）》（GB/T 6379）要求进行检验，数据剔除异常值后用于统计。

#### 3.2 经过实验室内和六家实验室间的验证得到如下结论：

（1）方法的检出限和测定下限实验室内验证数据表明，该标准的检出限为各实验室所得检出限数据的最高值：方法检出限为 0.01 mg/kg ~ 0.02 mg/kg，测定下限为 0.04mg/kg ~0.08 mg/kg。详见汇总表 3.2-1。

表 3.2-1 方法检出限和测定下限

| 序号 | 化合物名称 | 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         |

| 序号 | 化合物名称 | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----|-------|---------------|--------------|
| 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         |

(2) 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。详见汇总表 3.2-2。

选取每组样品测定值的最大值和最小值计算平行双样相对偏差，实验室内平行双样相对偏差范围分别为 1.0%~33%、1.3%~29%、3.0%~22%，实验室间平行双样相对偏差范围分别为 7.5%~23%、5.6%~22%、6.6%~20%。详见汇总表 3.2-3。

表 3.2-2 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        | 0.058        |
|    |       |              | 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         |

| 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) |
|----|-------|--------------|--------|----------------|----------------|--------------|--------------|
| 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         |
|    |       |              | 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         |
| 5  | 异丙甲草胺 | 0.50         | 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         |

| 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) |
|----|-------|--------------|--------|----------------|----------------|--------------|--------------|
|    |       |              | 湖库型沉积物 | 3.1~8.5        | 7.7            | 0.046        | 0.089        |
|    |       |              | 空白石英砂  | 2.5~8.8        | 9.3            | 0.24         | 0.44         |
|    |       | 2.00         | 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 3.2-3 平行双样最大相对偏差汇总表

| 序号 | 化合物名称 | 加标浓度 (mg/kg) | 样品类型   | 实验室内最大相对偏差 (%) | 实验室间最大相对偏差 (%) |
|----|-------|--------------|--------|----------------|----------------|
| 1  | 乙草胺   | 0.050        | 空白石英砂  | 12~32          | 21             |
|    |       |              | 砂土型土壤  | 3.2~13         | 14             |
|    |       | 0.50         | 空白石英砂  | 4.1~29         | 17             |
|    |       |              | 壤土型土壤  | 2.9~8.6        | 5.6            |
| 1  | 乙草胺   | 0.50         | 湖库型沉积物 | 3.8~12         | 19             |
|    |       | 2.00         | 空白石英砂  | 4.3~8.9        | 12             |
|    |       |              | 黏土型土壤  | 6.7~9.6        | 11             |
|    |       |              | 河流型沉积物 | 7.4~17         | 12             |
| 2  | 异丙草胺  | 0.050        | 空白石英砂  | 9.3~31         | 22             |
|    |       |              | 砂土型土壤  | 1.1~27         | 19             |
|    |       | 0.50         | 空白石英砂  | 4.2~18         | 11             |
|    |       |              | 壤土型土壤  | 3.8~5.0        | 6.7            |
|    |       |              | 湖库型沉积物 | 2.9~17         | 7.5            |
|    |       | 2.00         | 空白石英砂  | 4.0~9.9        | 16             |
|    |       |              | 黏土型土壤  | 6.2~14         | 14             |

| 序号 | 化合物名称 | 加标浓度<br>(mg/kg) | 样品类型   | 实验室内最大<br>相对偏差 (%) | 实验室间最大相<br>对偏差 (%) |
|----|-------|-----------------|--------|--------------------|--------------------|
|    |       |                 | 河流型沉积物 | 9.3~18             | 11                 |
| 3  | 甲草胺   | 0.050           | 空白石英砂  | 14~33              | 13                 |
|    |       |                 | 砂土型土壤  | 2.1~11             | 21                 |
|    |       | 0.50            | 空白石英砂  | 6.8~19             | 6.7                |
|    |       |                 | 壤土型土壤  | 2.6~5.4            | 6.8                |
|    |       |                 | 湖库型沉积物 | 4.2~10             | 5.7                |
|    |       | 2.00            | 空白石英砂  | 4.1~9.6            | 10                 |
|    |       |                 | 黏土型土壤  | 6.2~12             | 11                 |
|    |       |                 | 河流型沉积物 | 7.9~16             | 12                 |
| 4  | 敌稗    | 0.050           | 空白石英砂  | 5.1~15             | 20                 |
|    |       |                 | 砂土型土壤  | 2.7~14             | 19                 |
|    |       | 0.50            | 空白石英砂  | 6.5~24             | 21                 |
|    |       |                 | 壤土型土壤  | 2.5~9.4            | 16                 |
|    |       |                 | 湖库型沉积物 | 1.3~17             | 11                 |
|    |       | 2.00            | 空白石英砂  | 5.2~12             | 8.4                |
|    |       |                 | 黏土型土壤  | 7.5~21             | 6.6                |
|    |       |                 | 河流型沉积物 | 7.1~14             | 12                 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 0.050           | 空白石英砂  | 14~30              | 13                 |
|    |       |                 | 砂土型土壤  | 1.0~23             | 17                 |
|    |       | 0.50            | 空白石英砂  | 5.4~17             | 18                 |
|    |       |                 | 壤土型土壤  | 2.6~10             | 17                 |
|    |       |                 | 湖库型沉积物 | 1.4~9.9            | 7.0                |
|    |       | 2.00            | 空白石英砂  | 4.1~11             | 11                 |
|    |       |                 | 黏土型土壤  | 7.1~8.8            | 10                 |
| 6  | 杀草丹   | 0.050           | 空白石英砂  | 9.8~18             | 23                 |
|    |       |                 | 砂土型土壤  | 1.1~17             | 15                 |
|    |       | 0.50            | 空白石英砂  | 5.1~18             | 20                 |
|    |       |                 | 壤土型土壤  | 2.3~7.2            | 22                 |
|    |       |                 | 湖库型沉积物 | 2.8~10             | 10                 |
| 6  | 杀草丹   | 2.00            | 空白石英砂  | 3.4~12             | 12                 |
|    |       |                 | 黏土型土壤  | 5.6~9.2            | 18                 |
|    |       |                 | 河流型沉积物 | 4.4~22             | 20                 |
| 7  | 丁草胺   | 0.050           | 空白石英砂  | 15~29              | 20                 |
|    |       |                 | 砂土型土壤  | 2.1~29             | 7.9                |
|    |       | 0.50            | 空白石英砂  | 4.0~14             | 13                 |
|    |       |                 | 壤土型土壤  | 3.5~7.9            | 16                 |
|    |       |                 | 湖库型沉积物 | 1.6~19             | 8.8                |
|    |       | 2.00            | 空白石英砂  | 3.0~9.4            | 10                 |
|    |       |                 | 黏土型土壤  | 3.9~13             | 11                 |
| 8  | 丙草胺   | 0.050           | 空白石英砂  | 12~26              | 15                 |
|    |       |                 | 砂土型土壤  | 2.0~16             | 7.5                |
|    |       | 0.50            | 空白石英砂  | 3.9~19             | 11                 |
|    |       |                 | 壤土型土壤  | 3.7~8.3            | 17                 |

| 序号 | 化合物名称 | 加标浓度 (mg/kg) | 样品类型   | 实验室内最大相对偏差 (%) | 实验室间最大相对偏差 (%) |
|----|-------|--------------|--------|----------------|----------------|
|    |       |              | 湖库型沉积物 | 4.8~18         | 8.6            |
|    |       | 2.00         | 空白石英砂  | 3.7~7.1        | 10             |
|    |       |              | 黏土型土壤  | 6.4~8.4        | 13             |
|    |       |              | 河流型沉积物 | 7.4~15         | 15             |

(3) 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%。

详见汇总表 3.2-4。

表 3.2-4 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±25        |
|    |       |              | 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±25        |
|    |       | 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±29        |

| 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 (%) |
|----|-------|--------------|--------|-------------|--------------|-----------|--------------|
|    |       | 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±29       |
|    |       |              | 砂土型土壤  | 78~114      | 101          | 16        | 101±33       |
|    |       | 0.50         | 空白石英砂  | 56~86       | 74           | 10        | 74±21        |
|    |       |              | 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±21        |
|    |       |              | 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        |
|    |       | 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±23        |
|    |       |              | 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           | 12.5      | 80±25        |
| 7  | 丁草胺   | 0.050        | 空白石英砂  | 66~98       | 84           | 11.2      | 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        |

| 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 (%) |
|----|-------|--------------|--------|-------------|--------------|-----------|--------------|
| 8  | 丙草胺   |              | 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        |
|    |       | 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        |

### 3.3 方法验证结论

六家实验室验证结果表明：

(1) 当样品量为 10 g，浓缩定容体积为 1.0 ml 时，8 种酰胺类除草剂的方法检出限为 0.01 mg/kg ~0.02 mg/kg，测定下限为 0.04 mg/kg ~0.08 mg/kg。

(2) 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。

统计六家实验室 0.050 mg/kg、0.50 mg/kg 和 2.00 mg/kg 的样品 6 次重复测定的平行双样最大相对偏差，实验室内平行双样相对偏差范围分别为 1.0%~33%、1.3%~29%、3.0%~22%，实验室间平行双样最大相对偏差范围分别为 7.5%~23%、5.6%~22%、6.6%~20%。统计的 432 个平行双样相对偏差数据中，加标浓度为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 时，平行双样相对偏差结果均小于 30%；加标浓度为 0.05mg/kg 时，平行双样相对偏差有 97.3%测定结果的小于 30%，100%测定结果小于 35%。

---

(3) 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%。

(4) 从方法验证结果可以看出，本方法测定下限为 0.04 mg/kg~0.08 mg/kg，满足美国 EPA《土壤筛选导则》中规定的乙草胺、敌稗和杀草丹的土壤筛选限值分别为 0.58 mg/kg、0.10 mg/kg 和 1.3 mg/kg，方法各项特性指标也基本符合预期要求。