

附件 11

《土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的测定
高效液相色谱法（征求意见稿）》
编制说明

《土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法》

标准编制组

二〇一八年六月

项目名称：土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法

项目统一编号：2015-20

承担单位：湖北省环境监测中心站

编制组主要成员：郭丽、李爱民、刘彬、吴昊、贺小敏、李桦欣、葛红波、朱季红、朱小琴、杨金泉

标准所技术管理负责人：李琴

环境监测司项目负责人：张宗祥、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.....	3
2.1 三嗪类农药的理化性质和环境危害.....	3
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	6
3 国内外相关分析方法研究.....	7
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	7
3.2 国内标准分析方法研究.....	14
3.3 国内外文献报道的分析方法.....	15
4 标准制订的基本原则和技术路线.....	20
4.1 标准制订的基本原则.....	20
4.2 标准的适用范围和主要技术内容.....	20
4.3 标准制订的技术路线.....	20
5 方法研究报告.....	22
5.1 方法研究的目的.....	22
5.2 方法原理.....	22
5.3 试剂和材料.....	22
5.4 仪器和设备.....	23
5.5 样品.....	24
5.6 分析步骤.....	27
5.7 结果计算与表示.....	48
5.8 方法检出限的确定.....	49
5.9 精密度和准确度.....	51
5.10 方法适用性.....	54
5.11 质量控制和质量保证.....	58
6 方法验证.....	59
6.1 方法验证方案.....	59
6.2 方法验证过程.....	61
6.3 方法验证数据的取舍.....	62
7 与开题报告的差异说明.....	62
8 参考文献.....	62
附一 方法验证报告.....	67

《土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法》 编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

2015 年 4 月，环境保护部公布了《关于开展 2015 年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办函〔2015〕329 号），向湖北省环境监测中心站下达了《土壤和沉积物 阿特拉津和西玛津的测定 液相色谱法》标准制定计划，项目编号为：2015-20。湖北省环境监测中心站承担了该标准的制定任务。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

接到任务后，湖北省环境监测中心站于 2015 年 4 月成立了标准编制组，并召开了标准制修订工作启动会。

1.2.2 前期调查研究工作

随后标准编制组开始查阅国内外相关文献资料，主要集中在三嗪类农药的基本理化性质、环境危害、国内外相关分析方法和限值标准等方面，重点调研了液相色谱法测定三嗪类农药的应用情况。同时制定了工作方案，开展了实验室内仪器分析条件、样品提取及净化条件等试验，为本标准的制修订工作积累了经验。

1.2.3 标准开题论证会

2015 年 12 月 22 日，环境保护部环境标准研究所在京组织了标准开题论证会，论证委员会专家听取了标准主编单位所作的标准草案内容介绍和开题论证报告，经质询、讨论，形成以下意见：（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）标准适用范围、主要内容及技术路线较为合理可行。论证委员会同时提出以下修改意见和建议：（1）以代表性样品确定样品保存、制备和萃取的方式及条件；（2）进一步研究样品净化条件；（3）方法验证中的样品高、中、低浓度应覆盖相关环保标准限值；（4）方法精密度和准确度验证所选择的实际样品包括三种类型土壤和两种沉积物；（5）方法验证的多家实验室选择应涵盖主流液相色谱仪；（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）依《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）开展标准制订工作。

1.2.4 项目研究工作

2016 年 1 月至 12 月，编制组根据开题论证委员会专家的建议和既定技术路线，进一步研究了样品提取和净化条件、样品保存时间、实验室内分析方法性能等内容。

2017年1月至3月，编制组优化和完善了标准草案和编制说明，同时形成了实验室间方法验证方案，并于4月邀请7位业内专家进行了函审。专家们就该阶段标准草案、编制说明和方法验证方案提出了如下主要修改建议：（1）进一步研究目标化合物的理化性质和生产使用情况，明确目标化合物选择依据；（2）完善索氏提取法的条件实验，补充每小时回流次数的要求；（3）精密度和准确度实验中最好使用具有代表性的实际样品；（4）修改实验数据的有效位数；（5）补充标准溶液的保存时间实验；（6）补充净化实验降低基体效应的效果情况；（7）优化结果计算式；（8）标准文本中“2 规范性引用文件”应补充文中提及或使用的标准方法；（9）优化精密度和准确度实验中的目标物添加浓度。编制组就专家意见进行了修改、补充和完善。

1.2.5 方法验证工作

2017年6月至9月，编制组组织了六家有资质的实验室（浙江省环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、陕西省环境监测中心站、海南省环境监测中心站、武汉市环境监测中心、黄石环境监测站）开展本标准的方法验证工作，验证数据包括方法检出限、定量下限、精密度和准确度。验证完成后编制组对所有验证数据进行了统计。

1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

2017年10月至11月，编制组对前期成果进行汇总，形成标准征求意见稿和编制说明（含方法验证报告），12月邀请5位业内专家对该研究成果进行函审并形成如下主要修改建议：（1）在编制说明“理化性质”中补充目标物水溶性；（2）在编制说明“环保工作的需要”中补充《土壤污染风险管控标准》对于目标物的筛选要求；（3）编制说明中补充保存实验样品和验证实验样品的制备方法；（4）编制说明中补充净化实验中选择洗脱剂时的萃取小柱信息；（5）进一步确认方法质控参数；（6）编制说明中补充说明需要开展净化实验的样品类型；（7）标准文本中补充加压流体萃取法的实验条件；（8）进一步统一规范标准中列出的计算式和图表；（9）涉及科技术语、数字、量及单位等应符合国家标准规范要求。编制组就专家意见进行了修改、补充和完善。

1.2.7 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 11种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法》；（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，规范有效数字的保留；（3）完善标准文本中“干扰和消除”和“样品制备”相关内容，进一步优化色谱条件，增加辅助波长，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 均三嗪类农药的理化性质和环境危害

2.1.1 均三嗪类化合物的基本理化性质

三嗪类化合物是含三个氮原子的六元杂环化合物，有三种同分异构体，根据氮原子位置不同分为：1,2,3-三嗪（连三嗪），近期有相关化合物被研制出来，还未大量投入使用；1,2,4-三嗪（偏三嗪），仅在 1971 年发现了偏三嗪化合物嗪草酮；1,3,5-三嗪（均三嗪），是目前应用最为广泛的一类三嗪类化合物，它的 3 个氮原子与 3 个碳原子对称排列，以六元环结构为母体，又被称为均三氮苯类化合物，结构通式如 2-1 所示。

均三嗪化合物的 2 号碳原子与氯原子（—Cl）相连称为津、与烷硫基（—SR）相连称为净、与甲氧基相连（—OCH₃）称为通（表 2-1），其“通”类结构物质水溶性最大，其它类结构物质大都难溶于水，易溶于甲醇、氯仿等有机溶剂。它们大多为白色或无色晶体，具有较高的熔点、沸点，化学性质稳定，半衰期长，能够长期存在于作物和环境中，其基本理化性质详见表 2-2。土壤中均三嗪类化合物的残留时间受酸碱度和微生物种类的影响：在强酸性土壤中以化学降解为主；在弱碱性土壤中以生物降解为主；在弱酸性土壤中，化学和微生物降解同时存在。

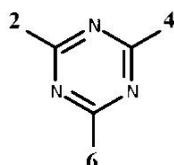


图 2-1 均三嗪化合物基本结构

表 2-1 常见均三嗪类化合物结构一览表

序号	化合物	CAS 号	结构位		
			2	4	6
1	西玛津	122-34-9	—Cl	—NHC ₂ H ₅	—NHC ₂ H ₅
2	莠去通	1610-17-9	—OCH ₃	—NHC ₃ H ₇ (iso)	—NHC ₂ H ₅
3	西草净	1014-70-6	—SCH ₃	—NHC ₂ H ₅	—NHC ₂ H ₅
4	阿特拉津	1912-24-9	—Cl	—NHC ₂ H ₅	—NHC ₃ H ₇ (iso)
5	仲丁通	26259-45-0	—OCH ₃	—NHC ₃ H ₇ (iso)	—NHC ₂ H ₅
6	扑灭通	1610-18-0	—OCH ₃	—NHC ₃ H ₇ (iso)	—NHC ₃ H ₇ (iso)
7	莠灭净	834-12-8	—SCH ₃	—NHC ₂ H ₅	—NHC ₃ H ₇ (iso)
8	扑灭津	139-40-2	—Cl	—NHC ₃ H ₇ (iso)	—NHC ₃ H ₇ (iso)
9	特丁津	5915-41-3	—Cl	—NHC ₂ H ₅	—NHC(CH ₃) ₃
10	扑草净	7287-19-6	—SCH ₃	—NHC ₃ H ₇ (iso)	—NHC ₃ H ₇ (iso)
11	去草净	886-50-0	—SCH ₃	—NHC ₂ H ₅	—NHC(CH ₃) ₃

表 2-2 常见均三嗪类化合物基本理化性质一览表

序号	化合物	分子量	密度/ (g/cm ³)	熔点/°C	沸点/°C	水中溶解度/ (mg/L)
1	西玛津	201.66	1.32	225	365.8	5

序号	化合物	分子量	密度/ (g/cm ³)	熔点/°C	沸点/°C	水中溶解度/ (mg/L)
2	莠去通	211.26	1.16	173~175	352.2	1800
3	西草净	213.30	1.18	82~83	393.2	450
4	阿特拉津	215.70	1.28	175	295.1	33
5	仲丁通	227.31	1.14	86~88	365.4	620
6	扑灭通	225.29	1.13	91~92	359	750
7	莠灭净	227.33	1.15	84~85	396.4	185
8	扑灭津	229.71	1.23	212~214	373.1	8.6
9	特丁津	229.71	1.19	177~179	337	8.5
10	扑草净	241.36	1.16	118~120	634.5	48
11	去草净	241.36	1.13	104~105	401.1	25

2.1.2 均三嗪类农药的使用情况及危害

均三嗪类农药是一类传统除草剂，它们主要通过光合系统 II (PS II) 以 D1 蛋白为作用靶标，抑制植物光合作用中的电子传递，达到除草的目的。“通”类结构物质水溶性最大，所以除草活性大，但选择性较差；对于“津”类除草剂(除阿特拉津，它从叶面吸收的能力较强)，农药施用后，被植物根部吸收，通过内吸传导作用，在木质部随蒸腾流向上输导至叶片；“净”类则较容易从根、茎、叶部吸收，作用迅速。均三嗪类农药可应用于多种旱田作物，“净”类中有些品种也可用于水稻田，其适用作物如表 2-3 所示。

该类农药是具有一定的“三致”作用的环境雌激素：阿特拉津等均三嗪类化合物对皮肤和眼睛有刺激作用；在低浓度长期暴露下，能通过改变生物体内 CYP19 酶的活性而干扰和破坏生物体的内分泌系统平衡，引起包括癌症在内的一系列病症；还可通过食物链的传递使肝肾、心脏、血管出现中毒症状，造成人类心血管系统发生问题，同时引起生殖系统疾病，严重危害人体健康。美国环保署将阿特拉津、西玛津等列入优先控制污染物名单，欧盟在 2007 年底全部停止了均三嗪类农药在农业中的使用。

均三嗪类农药被喷洒到土壤和作物表面后，仅有一小部分落到靶标上，大部分进入到土壤，易被雨水、浇灌水淋溶至较深土层，或是随地表径流进入河流、湖泊。因部分三嗪类化合物具有低水溶性，可形成独立的非水相而极易吸附到土壤等固态环境介质中，加上特有的均三氮苯环结构能抵抗微生物的进攻，还能与铜、镉、锌等重金属以及腐殖酸等成分结合成络合物，导致部分均三嗪类化合物在土壤中长期残留。虽然土壤自身的净化作用可以减少其污染程度，但如果进入土壤中的均三嗪类农药含量在数量和速度上超过土壤的环境容量，仍会导致土壤的污染，并随着降水、淋溶和径流的作用，引起地表水和地下水污染。

表 2-3 常见均三嗪类农药适用作物一览表

作物 化合物	玉米	黍	甘蔗	高粱	马铃薯	大豆	棉花	向日葵	豌豆	蚕豆	果树	苜蓿	葡萄	柑桔	茶	橡胶	苗圃	胡萝卜	小麦	西瓜	水稻
西玛津	√		√								√		√	√	√	√					
莠去通			√				√														
西草净	√					√	√		√										√		√
阿特拉津	√	√	√	√	√						√		√	√	√	√	√				

作物 化合物	玉米	黍	甘蔗	高粱	马铃薯	大豆	棉花	向日葵	豌豆	蚕豆	果树	苜蓿	葡萄	柑桔	茶	橡胶	苗圃	胡萝卜	小麦	西瓜	水稻
仲丁通			√									√									
扑灭通			√																		
莠灭净	√		√		√									√	√		√				
扑灭津	√			√														√			
特丁津	√			√	√				√										√		
扑草净	√					√	√	√	√	√	√							√			
去草净				√	√	√		√	√										√		

2.1.3 均三嗪类农药的生产销售情况

均三嗪类农药作为预防农田杂草生长的高效除草剂在世界范围内广泛使用，在研近 40 种，但目前全球统计上市且被广泛使用的仅有 7 种，它们分别是西玛津、西草净、阿特拉津、莠灭净、特丁津、扑草净和去草净，均于 20 世纪 60 年代左右上市，全球最大的生产商为先正达、马克西姆和 Oxon 等公司。虽然西玛津是最早上市和投入使用的均三嗪类农药，但 1957 年上市的阿特拉津却是均三嗪类农药中销售额最高的品种，其 2010 年市场高达 3.70 亿美元，占当年均三嗪类农药总销售额的 61.36% 之多。近年来全球阿特拉津市场总体呈增长趋势，也是均三嗪类农药市场发展最为稳定的品种。其它品种均三嗪类农药的年销售额都在 0.8 亿美元以内，且无明显增长趋势。

我国阿特拉津原药登记的有 19 家企业、扑草净 10 家、西玛津六家、西草净 4 家、莠灭净 2 家、去草净 2 家、特丁津 2 家（表 2-4）。尽管我国登记均三嗪类农药原药生产的企业有数十家，但真正的产量集中在浙江中山、山东润丰和山东滨农 3 家企业，其产量和占我国均三嗪类农药总产量的 95% 左右，且 90% 以上生产阿特拉津。长期使用均三嗪类农药，受体必然会产生抗性，同时其单位面积用量也较大，已逐渐被新型除草剂替代。但由于此类除草剂价格低廉，也可作为与其他昂贵除草剂复配的首选品种之一（特别是阿特拉津），所以近几年销售额仍然可观。

表 2-4 我国登记的均三嗪类农药原药品种及企业

化合物	生产企业
西玛津	浙江中山化工集团股份有限公司、浙江长兴第一化工有限公司、安徽中山化工有限公司、吉林绿盛农药化工有限公司、山东胜邦绿野化学有限公司、山东润丰化工有限公司
西草净	浙江中山化工集团股份有限公司、浙江长兴第一化工有限公司、辽宁三征化学有限公司、吉林绿盛农药化工有限公司
阿特拉津	浙江中山化工集团股份有限公司、浙江长兴第一化工有限公司、山东滨农科技有限公司、山东大成农化有限公司、山东德浩化学有限公司、山东润丰化工有限公司、山东侨昌化工有限公司、山东胜邦绿野化学有限公司、江苏南京华洲药业有限公司、江苏绿利来股份有限公司、无锡禾美农化科技有限公司、吉林金秋农药有限公司、吉林绿盛农药化工有限公司、河北宣化农药有限责任公司、辽宁天一农药化工有限公司、辽宁三征化学有限公司、安徽中山化工有限公司、河南博爱惠丰生化农药有限公司、昆明农药有限公司
莠灭净	浙江中山化工集团股份有限公司、浙江长兴第一化工有限公司
特丁津	安徽中山化工有限公司、山东润丰化工有限公司

化合物	生产企业
扑草净	浙江中山化工集团股份有限公司、浙江长兴第一化工有限公司、山东胜邦绿野化学有限公司、山东润丰化工有限公司、山东侨昌化工有限公司、山东滨农科技有限公司、山东大成农化有限公司、吉林绿盛农药化工有限公司、安徽中山化工有限公司、昆明农药有限公司
去草净	安徽中山化工有限公司、山东润丰化工有限公司

综上所述，在我国登记生产的均三嗪类农药主要是阿特拉津、西玛津、西草净、莠灭净、特丁津、扑草净和去草净 7 种，本标准目标化合物应覆盖该 7 种化合物。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

2.2.1 国内环保标准和环保工作的监测要求

我国均三嗪类农药的相关环境质量标准主要涉及阿特拉津，且以水和废水类标准为主，如《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）集中式生活饮用水地表水特定项目标准限值（表 3）中规定了阿特拉津的限值为 0.003 mg/L；《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2006）中规定了阿特拉津的排放限值为 0.002 mg/L；《杂环类农药工业水污染物排放标准》（GB21523-2008）中规定对于阿特拉津原药生产企业废水处理设施总排放口的排放浓度限值为 3 mg/L，在环境容量小环境承载力小的地区，水污染物特别排放限值为 1 mg/L。

2018 年 1 月，环保部发布针对土壤中环境污染物的《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）（征求意见稿）》，其中第一类用地和第二类用地中阿特拉津的风险筛选值分别为 2.6 mg/kg 和 7.4 mg/kg，管制值分别为 26 mg/kg 和 74 mg/kg。建设用地土壤中阿特拉津含量低于或等于风险筛选值的，土壤污染风险低，一般情况下可以忽略；含量超过风险筛选值的，则需要开展进一步调查和风险评估，并结合规划用途按需开展风险管控或修复；含量超过风险管制值的，土壤中阿特拉津则对人体健康存在不可接受风险，应当采取风险管控或修复措施。

2.2.2 国外环保标准和环保工作的监测要求

国外相关评价标准最初主要针对水和食品，如世界卫生组织（World Health Organization, WHO）制定的《饮用水标准》中规定阿特拉津的标准限值为 0.002 mg/L；美国环保署（U.S. Environmental Protection Agency, US EPA）制定的《饮用水标准》规定阿特拉津、西玛津的最高污染标准（Maximum Contaminant Level Goal, MCLG）限值分别为 0.003 mg/L 和 0.0044 mg/L；加拿大饮用水水质标准规定阿特拉津及其代谢物的最大接受浓度为 0.005 mg/L；欧盟（European Union, EU）法规规定单种均三嗪类农药在饮用水中含量不得超过 0.1 μg/L、总量不得超过 0.5 μg/L，食品中阿特拉津和西玛津的残留限量分别在 0.05~0.1 mg/kg 之间和 0.01~0.2 mg/kg 之间；日本环境省设定的三嗪类农药饮用水标准（MCL）为 3 μg/L 等。

由于全球范围内土壤环境污染事件频频发生，世界各国逐渐认识到土壤污染和其他环境介质污染的关联性、以及治理污染土壤的困难性，从而开始研究制定各类土壤环境评价标准：

前苏联基辅公共卫生研究所于 20 世纪 80 年代制定的《土壤卫生标准》中规定了土壤中阿特拉津、西玛津、扑草净、敌草净和扑灭津 5 种均三嗪类农药的溶出量限值，均为 0.5 mg/L。

日本于 20 世纪 70 年代开始制定土壤污染防治法并研究三嗪类农药的土壤环境标准，在 1979 年发布的《环境四基准》中规定土壤中阿特拉津、扑灭津、敌草净和西玛津的容许含

量分别为 0.50 mg/kg、0.75 mg/kg、0.35 mg/kg 和 0.75 mg/kg；2003 年，日本环境省又制定了《土壤污染对策法施行规则》，将西玛津归类于第 III 类特定有害物质，认为其溶出会污染地下水，人体摄食后会危害健康，规定其土壤溶出量不得高于 0.003 mg/L、土壤第二溶出量（采用不同管理措施时的标准）不得高于 1 mg/L。

US EPA 早期发布的《通用土壤筛选值》（Generic Soil Screening Levels）规定居住用地和工业用地土壤中阿特拉津筛选值分别为 2.1 mg/kg 和 7.5 mg/kg、西玛津分别为 4.0 mg/kg 和 14 mg/kg，近期又发布了《建设用地筛选值》（Regional Screening Levels），规定建设用地土壤中阿特拉津和西玛津的各类致癌风险筛选值分别为 2.4~11 mg/kg 和 4.5~21 mg/kg。

综上所述，国内、外土壤中均三嗪类农药的标准限值在 0.50~74 mg/kg 之间。为满足我国《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）（征求意见稿）》的监测要求，本标准的方法检出限必须低于 0.26 mg/kg。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

通过调研，发现 US EPA 涉及各类环境介质中均三嗪类农药的标准化分析方法比较全面，而国际标准化组织（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。本部分将对查阅到的不同介质中三嗪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

US EPA 制定了一系列的标准分析方法用于环境介质中三嗪类农药的分析。其中 EPA Method 500 系列标准分析方法（505、507、508、508.1、523、525.1、527、536 和 551.1）为清洁水体（饮用水、地下水和地表水）分析方法，EPA Method 600 系列标准分析方法（619）为城市和工业废水分析方法，EPA Method 8085、8141B 和 1699 则是同时针对液体和固体样品的分析方法。其中 EPA Method 523、536 和 619 专门针对三嗪类农药，其它标准分析方法还涉及许多其它农药或环境污染物。

3.1.1.1 萃取方法

对土壤、沉积物、污泥、生物组织等固体样品中三嗪类农药，EPA Method 1699 采用索氏提取法：称取 10 g 样品与 30~40 g 无水硫酸钠混匀后转入索氏提取器中，以二氯甲烷、二氯甲烷/正己烷（1:1, V:V）、丙酮/正己烷（1:1, V:V）或甲苯为溶剂萃取 18~24 h，萃取液于 60 °C 水浴氮吹浓缩至合适体积后上机或继续净化；EPA Method 8085 和 EPA Method 8141B 则没有规定样品萃取方法，而是建议使用 EPA Method 3500 系列的广谱性萃取方法，包括索氏提取（EPA Method 3540、3541）、加压流体萃取（EPA Method 3545）、微波萃取（EPA Method 3546）和超声萃取（EPA Method 3550），提取剂建议使用丙酮/正己烷（1:1, V:V）或丙酮/二氯甲烷（1:1, V:V）。

其他环境介质中三嗪类农药的萃取和洗脱溶剂包括二氯甲烷（EPA Method 507、619、8085、8141B、1699、525.1 和 525.2）、正己烷（EPA Method 505）、乙酸乙酯/二氯甲烷（EPA Method 508.1、527）、甲醇/乙酸乙酯（EPA Method 523）和甲基叔丁基醚/戊烷（EPA Method 551.1）等；萃取或净化使用的吸附材料包括 C₁₈（EPA Method 508.1、525.1、525.2）、聚苯乙烯二乙烯基苯（SDVB，EPA Method 527）和石墨化碳黑（GCB，EPA Method 523）等。

3.1.1.2 净化方法

EPA Method 619 对废水样品提取液的具体净化方法为：在 20 g 硅酸镁柱上层铺 1~2 cm 的无水硫酸钠，并以 60 ml 正己烷活化，加入 10 ml 样品提取液，上样完成后先以 200 ml 含 6%乙酸乙酯的正己烷淋洗小柱（弃去淋洗液），再分别用 200 ml 含 15%乙酸乙酯的正己烷和 200 ml 含 50%乙酸乙酯的正己烷以 5 ml/min 速率进行洗脱，将收集的洗脱液在 85 °C 水浴下旋蒸浓缩至 10 ml 进行仪器测定。

EPA Method 1699 对各类固体样品提取液的净化采用凝胶渗透色谱法（Gel permeation chromatography, GPC）和固相萃取柱净化法（Solid-phase extraction, SPE）。GPC 净化填料为 70~75 g 聚苯乙烯凝胶（Bio-Beads S-X3），使用前用二氯甲烷处理并脱气，上样 5 ml 后根据目标物流出顺序进行收集，能有效去除样品提取液中的大分子干扰物；SPE 净化可以使用硅酸镁或氧化铝填料，净化前先用 12 ml 乙酸乙酯/乙腈/甲苯（1:2:1, V:V:V）分两次对 SPE 柱进行活化，上样后用 11 ml 乙酸乙酯/乙腈/甲苯（1:2:1, V:V:V）洗脱并收集。

EPA Method 8085 和 8141B 则建议使用 EPA Method 3600 系列的广谱性净化方法，包括氧化铝柱净化（EPA Method 3610）、硅酸镁柱净化（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）。

3.1.1.3 仪器分析方法

对环境样品中三嗪类农药的测定，US EPA 的标准化方法主要采用气相色谱类方法（Gas Chromatography, GC），包括 GC-ECD（EPA Method 505、508.1、EPA 551.1）、GC-TSD（EPA Method 619）、GC-NPD（EPA Method 507、8141B）、GC-AED（EPA Method 8085）、GC-MS（EPA Method 525.1、525.2、527、523）和 HRGC-HRMS（EPA Method 1699），色谱柱包括 DB-1、DB-5、DB-5MS、DB-17、Rtx-1301、Rtx-50 和玻璃填充柱等。

仅 EPA Method 536 使用了液相色谱（Liquid Chromatography, LC）相关方法，该方法对饮用水和地表水中 7 种均三嗪类农药及其降解产物进行分析时，采取直接进样高效液相色谱电子轰击三重四级杆质谱联用法（HPLC/ESI-MS/MS）测定，检出限可达 0.01 µg/L。具体分析条件为：C₁₈ 色谱柱（2.1 mm×150 mm，3.5 µm），进样量 100 µl，流速 0.25 ml/min，流动相为甲醇和 5 mmol/L 醋酸铵水溶液。

总的来说，美国 EPA 标准分析方法中：（1）专门针对三嗪类农药的 EPA Method 619、536 和 523，其研究介质是水和废水，并不包含土壤或沉积物；（2）其它分析方法的目标物包括均三嗪类农药在内的多种有机化合物，方法针对性不强；（3）涉及土壤和沉积物中均三嗪类农药的方法有 EPA Method 8085、8141B 和 1699，提取和净化方法主要参考 EPA Method 3500 和 Method 3600 系列，均是缺乏针对性的广谱性方法；（4）除 EPA Method 536

涉及液相色谱法外，其它分析方法均采用气相色谱类方法进行测定；（5）许多方法颁布时间较早。

3.1.2 国际标准化组织 ISO 分析方法

2000年4月1日，ISO颁布了《水质 有机氮和有机磷化合物的测定 气相色谱法》（ISO 10695:2000（E）），用于饮用水、地下水、地表水和废水中12种有机氮和有机磷化合物的分析，涉及阿特拉津和西玛津：采用液液萃取时，阿特拉津和西玛津方法检出限均为0.5 μg/L，采用固相萃取时，方法检出限分别为0.015 μg/L和0.012 μg/L，具体分析步骤如下。

3.1.2.1 萃取方法

液液萃取法：取500 ml水样于分液漏斗，加入50 ml二氯甲烷后振荡10 min，静置分离出有机相后再加入20 ml二氯甲烷重复萃取，合并两次萃取所得有机相，加入5 g无水硫酸钠除水后于40 °C以下浓缩定容至1 ml。

固相萃取法：选用C₁₈或其它等效吸附材料的SPE柱，使用前分别用5倍柱体积的甲醇或丙酮和5倍柱体积的水淋洗固相萃取柱（防止干涸），再通过虹吸装置以1 000 ml/h以下速率上样，上样后将小柱氮吹至干并以甲醇或丙酮进行洗脱（1 ml洗脱剂/500 mg吸附剂），洗脱液于40 °C以下浓缩定容至1 ml。

3.1.2.2 仪器分析方法

目标物以DB-1701柱（30 m×0.32 mm×1 μm）进行分离、GC-NPD测定。

3.1.3 日本分析方法

3.1.3.1 环境省1971年标准

日本环境省（Ministry of the Environment）于1971年12月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》，经过不断修订，环境质量标准从最初设定的8个监测项目，逐步增加为现在的27个监测项目，其中含有西玛津，其标准限值为0.003 mg/L，主要采用液液萃取或SPE-GC/MS或GC测定水中的西玛津和杀草丹。

（1）样品的提取

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再加入100 ml二氯甲烷重复萃取，合并两次萃取所得有机相，加入30 g无水硫酸钠除水后浓缩定容至5 ml。固相萃取法：量取200 ml水样，以10~20 ml/min的流速通过SPE柱进行萃取，并用3 ml丙酮洗脱西玛津和杀草丹，浓缩定容至2 ml。

（2）样品的净化

选择硅酸镁柱或硅胶柱进行样品的净化。首先将提取液转换为正己烷并浓缩至1 ml后再准备上样。对于硅酸镁柱，上样前先用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；对于硅胶柱，上样前先用80 ml正己烷洗脱后弃去，再用含35%乙醚的正己烷100 ml进行洗脱杀草丹，随后用100 ml丙酮洗脱西玛津，最后分别浓缩至1 ml后上机测定。

(3) 仪器分析方法

在该标准附录 5 中,方法一采用的是 GC-MS 法测定西玛津,方法二为 GC/ECD 或 GC/FID 法测定西玛津。

3.1.3.2 环境省 2006 年标准

为了进一步了解三嗪类农药在环境中的残留,日本环境省于 2006 年 3 月发布了《环境水样中三嗪类农药的分析方法》,研究包括水体中 5 种均三嗪类农药及其相关的 12 种代谢产物的 LC/MS 分析方法。该方法水样取样量为 500 ml,以 5 ml/min 的流速依次通过填料为 PS-2 和 ENVI 的固相萃取柱,然后用 6 ml 丙酮洗脱 PS-2 填料的萃取柱,用 10 ml 甲醇洗脱 ENVI 填料的萃取柱,氮吹浓缩至 1 ml 后,进 LC-MS 测定。

3.1.3.3 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、豆类和种子类样品的萃取方法为:称取 10 g 试样,加 20 ml 水后放置 15 min,加 50 ml 乙腈均质后抽滤,收集滤纸上的残留物再加 20 ml 乙腈均质后抽滤,合并所得滤液,用乙腈定容至 100 ml;取 20 ml 提取液,加入 10 g 氯化钠和 20 ml 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;在 1 g C₁₈ 小柱中注入 10 ml 乙腈,弃去流出液后注入上述乙腈相和 2 ml 乙腈,收集全部流出液,加无水硫酸钠脱水并过滤,滤液在 40 °C 以下浓缩除去溶剂,残留物中加 2 ml 乙腈:甲苯 (3:1, V:V) 混合溶剂溶解。

水果、蔬菜、草本植物、茶和啤酒花等样品的萃取方法:称取 20 g 试样(茶和啤酒花为 5 g),加 20 ml 水后放置 15 min,加 50 ml 乙腈均质后抽滤,收集滤纸上的残留物再加 20 ml 乙腈均质后抽滤,合并所得滤液,用乙腈定容至 100 ml;取 20 ml 提取液,加入 10 g 氯化钠和 20 ml 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;乙腈相加入无水硫酸钠脱水并过滤,滤液在 40 °C 以下浓缩除去溶剂,残留物中加 2 ml 乙腈:甲苯 (3:1) 混合溶剂溶解。

肌肉、脂肪、肝脏、肾脏和鱼贝类样品的萃取方法为:称取 20 g 样品(脂肪为 5 g),加入 20 ml 水搅拌均匀后,加入 100 ml 丙酮:正己烷 (1:2, V:V) 搅拌均匀后离心收集有机相,残留物中加入 50 ml 正己烷均质后离心收集有机相,合并有机相加无水硫酸钠脱水并过滤,滤液在 40 °C 以下浓缩除去溶剂,残留物用丙酮:环己烷 (1:4, V:V) 混合溶剂溶解。

(2) 净化方法

SPE 净化:选用 GCB/酰胺丙基甲硅烷基化硅胶柱 (500 mg/500 mg),以 10 ml 乙腈:甲苯 (3:1, V:V) 进行预淋洗,上样完成后以 20 ml 乙腈:甲苯 (3:1, V:V) 进行洗脱,收集洗脱液在 40 °C 以下浓缩除去溶剂,残留物用丙酮:正己烷 (1:1) 混合溶剂溶解并定容至 1 ml;或选用乙二胺正丙基甲硅烷基化硅胶小柱 (500 mg),以 10 ml 丙酮:正己烷 (1:1) 进行预淋洗,上样完成后以 20 ml 丙酮:正己烷 (1:1, V:V) 进行洗脱,收集洗脱液在 40 °C 以下浓缩除去溶剂,残留物用丙酮:正己烷 (1:1, V:V) 混合溶剂溶解并定容至 1 ml。

表 3-1 均三嗪类农药相关的国外标准分析方法汇总表

标准名称	目标物	应用范围	萃取方法	萃取溶剂	净化方法	净化条件	分析仪器	色谱柱	方法检出限
EPA 525.1 (1991)	阿特拉津、西玛津等 44 种有机化合物	洁净水源水和饮用水	C ₁₈ 圆盘	二氯甲烷	—	—	GC/MS	DB-5MS 或等效柱	阿特拉津 0.1 μg/L、西玛津 0.02 μg/L
EPA 619 (1993)	11 种均三嗪类农药	工业废水	液液萃取	二氯甲烷	硅酸镁柱	6%和 15%乙酸乙酯/正己烷	GC/TSD	玻璃填充柱	0.03~0.07 μg/L
EPA 505 (1995)	阿特拉津、西玛津等 18 种有机卤化物农药和多氯联苯	洁净水源水和饮用水	液液萃取	正己烷	—	—	GC/ECD	DB-1 或等效柱	阿特拉津 2.4 μg/L、西玛津 6.8 μg/L
EPA 507 (1995)	阿特拉津、西玛津等 46 种含氮、含磷农药	地下水和饮用水	液液萃取	二氯甲烷	—	—	GC/NPD	DB-5 或等效柱	阿特拉津 0.015 μg/L、西玛津 0.014 μg/L
EPA 508.1 (1995)	阿特拉津、西玛津等 38 种有机物	饮用水和地下水	C ₁₈ 圆盘	乙酸乙酯/二氯甲烷 (1:1, V:V)	—	—	GC/ECD	DB-5 或等效柱	阿特拉津 0.003 μg/L、西玛津 0.001 μg/L
EPA 525.2 (1995)	阿特拉津、西玛津等百种有机化合物和多氯联苯	洁净水源水和饮用水	C ₁₈ 圆盘	二氯甲烷	—	—	GC/MS	DB-5MS 或等效柱	阿特拉津 0.078 μg/L、西玛津 0.15 μg/L
EPA 551.1 (1995)	阿特拉津、西玛津等 37 种消毒副产物、卤代溶剂和除草剂农药	洁净水源水和饮用水	液液萃取	甲基叔丁基醚、戊烷	—	—	GC/ECD	DB-1 和 Rtx-1301 双柱	阿特拉津 0.099 μg/L、西玛津 0.187 μg/L

标准名称	目标物	应用范围	萃取方法	萃取溶剂	净化方法	净化条件	分析仪器	色谱柱	方法检出限
EPA 527 (2005)	阿特拉津等 26 种农药、阻燃剂	饮用水和地表水	SDVB 圆盘	乙酸乙酯/二氯甲烷 (1:1, V:V)	—	—	GC/MS	DB-5MS 或等效柱	阿特拉津 0.036 $\mu\text{g/L}$
EPA 536 (2007)	7 种均三嗪类农药及其降解产物	饮用水和地表水	直接进样	—	—	—	HPLC/ESI-MS/MS	C ₁₈ 柱	0.010~0.043 $\mu\text{g/L}$
EPA 8085 (2007)	阿特拉津、西玛津等近百余种有机卤化物、有机磷、有机氮以及有机硫农药	液、固体	液液萃取	液液萃取：二氯甲烷；固体样品：正己烷/丙酮 (1:1, V:V) 或二氯甲烷/丙酮 (1:1, V:V)	EPA3600 系列	—	GC/AED	DB-5、DB-17 或等效柱	—
EPA 8141B (2007)	阿特拉津、西玛津等 61 种有机磷农药、氨基甲酸酯类农药等	液、固体	同 EPA 8085	同 EPA 8085	同 EPA 8085	—	GC/NPD	DB-5 或等效柱	—
EPA 1699 (2007)	含有有机氯农药、有机磷农药、三嗪类农药和拟除虫菊酯类农药	水、土壤、沉积物、生物和组织样	液液萃取、索氏提取	二氯甲烷、二氯甲烷:正己烷 (1:1, V:V)、丙酮:正己烷 (1:1, V:V) 或甲苯	固相萃取柱、GPC 净化	乙酸乙酯/乙腈/甲苯 (1/2/1)	HRGC/HRMS	60mDB-17 柱或等效柱	水样 5~38 pg/L 、固体样品 1.0~13 ng/kg
EPA 523 (2011)	13 种均三嗪类农药及其降解产物	饮用水	石墨碳萃取	甲醇、乙酸乙酯解析	—	—	GC/MS (TOF)	Rtx-50 柱或等效柱	0.10~0.69 $\mu\text{g/L}$
ISO 10695: 2000 E (2000)	阿特拉津、西玛津等 12 种有机氮和有机磷化合物	水和废水	液液萃取 C ₁₈ 柱固相萃取	液液萃取：二氯甲烷 固相萃取：甲醇或丙酮	—	—	GC-NPD	DB-1701 柱	阿特拉津 0.015~0.5 $\mu\text{g/L}$ 、西玛津 0.012~0.5 $\mu\text{g/L}$

标准名称	目标物	应用范围	萃取方法	萃取溶剂	净化方法	净化条件	分析仪器	色谱柱	方法检出限
日本《地表水环境质量标准》附表 5	西玛津、杀草丹	水和废水	液液萃取 固相萃取	液液萃取：二氯甲烷 固相萃取：丙酮	硅酸镁柱、 硅胶柱	35%乙醚的正己烷 丙酮	GC/MS、 GC/FID、 GC/NPD	——	——
日本《水体中三嗪类农药的分析》	阿特拉津、西玛津及其它代谢产物共 17 种	地表水	固相萃取	丙酮和甲醇	——	——	LC/MS	Develosil C30-MG-5	阿特拉津 1.6 ng/L、西玛津 2.4 ng/L
日本肯定列表食品中农业化学品残留检测方法	含阿特拉津和西玛津共两百余种农药	食品、饲料添加剂和兽药	振荡萃取	肌肉、脂肪、肝脏、肾脏和鱼贝类样品使用丙酮:正己烷 (1:2, V:V), 其它使用乙腈	固相萃取 (GCB/酰胺丙基甲基硅烷化硅胶柱或乙二胺正丙基甲基硅烷化硅胶柱)、GPC (SDVB)	GCB/酰胺丙基甲基硅烷化硅胶柱, 乙腈:甲苯 (3:1) 洗脱; 乙二胺正丙基甲基硅烷化硅胶柱, 丙酮:正己烷 (1:1) 洗脱; GPC 净化, 丙酮:环己烷 (1:4) 洗脱	GC-MS	DB-5MS	——
AOAC Official Method 2007. 01	含阿特拉津等 25 种农药	葡萄、莴苣和桔子	振荡萃取	乙腈	分散固相萃取	分散式净化管 (含 150 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA/ml)	GC-MS 或 LC-MS/MS	LC 使用 C ₁₈ 柱	阿特拉津 10 ng/g

GPC 净化：使用 SDVB 为填料的专用柱，上样 5 ml 后再注入丙酮：环己烷（1:4, V:V）洗脱，根据目标物流出顺序进行收集洗脱液，在 40 °C 以下浓缩除去溶剂，残留物用丙酮：正己烷（1:1）混合溶剂溶解。

（3）仪器分析方法

在该方法中，不同介质里三嗪类农药的测定均采用 GC-MS 法，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，采用的是 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。

3.1.4 其它分析方法

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），制定了葡萄、莴苣和桔子中阿特拉津等农药的分析流程，即样品先用乙腈提取、再经过分散固相萃取净化、最后进行 GC-MS 或 LC-MS/MS 测定。具体分析方法为：称取 15 g 样品，加入 15 ml 乙腈（含 1% 醋酸）、1.5 g 无水硫酸钠、6 g 无水硫酸镁和 75 μ l 的内标溶液，振摇 1 min 后离心；上清液转移至 1~8 ml 分散式净化管（含 150 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA/ml）中，振摇 30 s 后离心分离出上清液经浓缩等处理后上 GC-MS 或 LC-MS/MS 测定，LC-MS/MS 使用 C₁₈ 色谱柱，流速 0.3 ml/min，洗脱剂初始配比为 75% 5 mmol/L 甲酸水溶液/25% 甲醇，15 min 变化至 10% 5 mmol/L 甲酸水溶液/90% 甲醇，保持 15 min。该方法操作简单，方法检出限在 10 ng/g 以下。

3.2 国内标准分析方法研究

我国目前没有针对土壤或沉积物中均三嗪类农药的 GB 或 HJ 分析方法（表 3-2）。“十一五”期间，《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）》针对土壤中阿特拉津残留，规定采用甲醇水溶液（1:1, V:V）振荡萃取、二氯甲烷液液萃取净化、GC-ECD 检测的分析方法。

在辽宁省地方标准《土壤中阿特拉津残留量的测定 高效液相色谱法》（DB 21/T 1675-2008）中，对土壤中阿特拉津的分析，采用甲醇-水溶液超声提取，35%的二氯甲烷/石油醚进行液-液萃取净化后，高效液相色谱紫外检测器（HPLC-UV）测定，外标法定量。

国家质量监督检验检疫总局与国家标准化委员会于 2003 年发布的《食品中阿特拉津残留量的测定》（GB/T 5009.132-2003）中，玉米试样经粉碎后加入甲醇水（1:1, V:V）振荡后定容，甘蔗试样粉碎后加甲醇水（1:1, V:V）提取、过滤、洗涤，滤液经二氯甲烷-石油醚（3.5:6.5, V:V）振荡定容，滤液加饱和氯化钠和蒸馏水提取，提取液经过滤后用二氯甲烷洗涤，氮吹。于 2008 年发布的《水中除草剂残留测定 液相色谱/质谱法》（GB/T 21925-2008）原理是液液萃取浓缩 SPE（填料为 C₁₈）富集，乙腈洗脱，氮吹浓缩定容后经 LC/MS 定量检测。C₁₈ 柱（100 mm \times 3.0 mm，3.5 μ m）分离；乙腈-0.001% 甲酸水溶液梯度洗脱，20 min 完成测定；流速 0.5 ml/min，进样量 10 μ l，MS 检测。后来又制定了《杂环类农药工业水污染物排放标准》（GB/T 21523-2008）附录 G《废水中阿特拉津的测定 气相色谱法》中，水样经有机溶剂萃取后，使用壁涂 5% 苯基聚硅氧烷的毛细管柱分离、GC-FID 测定。于 2009 年发布的《大豆中三嗪类农药残留量的测定》（GB/T 23816-2009）中，首先将大豆粉碎后

通过 0.425 mm 筛后用乙腈振荡萃取 2 次，氮吹至干后用二氯甲烷溶解定容。提取液再经过 GPC 和 SPE 净化采用二氯甲烷为洗脱溶剂进行洗脱，氮吹定容后过 0.22 μm 滤膜，经 HPLC 或 LC-MS/MS 测定。色谱柱采用 C_{18} 柱（250 mm \times 4.6 mm，5.0 μm ）；流动相为乙腈-水溶液梯度洗脱，45 min 完成测定；流速为 1.0 ml/min，检测波长为 228 nm，进样量为 10 μl 。

中华人民共和国卫生部与中国国家标准化委员会制定的《生活饮用水标准检验方法-农药指标》（GB/T 5750.9-2006）原理是经过液液萃取、浓缩、氮吹，甲醇定容后经 0.45 μm 滤膜过滤，采用硅酸镁柱净化，HPLC 分析。

环境保护部发布的《水质 阿特拉津的测定 气相色谱法》（HJ 754-2015）中用二氯甲烷萃取水中的阿特拉津，萃取液经无水硫酸钠脱水干燥、浓缩、转换成丙酮溶剂，定容后，用 GC-NPD 检测，根据保留时间定性，外标法定量。《水质 阿特拉津的测定 高效液相色谱法》（HJ 587-2010）也是用二氯甲烷萃取水中的阿特拉津，萃取液经无水硫酸钠干燥后，用浓缩器浓缩至近干，以甲醇定容，通过 HPLC-UV 测定。以保留时间定性，外标法定量。

国家质量监督检验检疫总局发布的《进出口食品中阿特拉津残留量的检测方法 气相色谱-质谱法》（SN/T 1972-2007）是用水-丙酮均质提取，经二氯甲烷液-液分配，以 GPC 净化，再经活性炭和硅酸镁 SPE 净化，洗脱液浓缩并溶解定容后，供 GC-MS 检测。《出口肉及肉制品中西玛津残留量检验方法》（SN 0594-1996）中试样用二氯甲烷-甲醇混合液提取，提取液经硅酸镁柱净化，用 GC-NPD 测定，外标法定量。

3.3 国内外文献报道的分析方法

3.3.1 国外文献报道的分析方法

Wu 等通过超声辅助乳化微萃取提取土壤样品的 5 种均三嗪类农药，检出限 0.1~0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率（以 5.0 ng/g 和 50.0 ng/g 加标）82.6%~92.0%，该技术操作简单、实用、快速、环保。

Trajkovska 等利用顶空固相微萃取（HS-SPME）测定不同土壤三嗪类农药吸附的影响。研究表明，土壤有机质含量在很大程度上影响了三嗪类农药在土壤中的吸附。

Shen 结合微波萃取法和固相萃取法提取土壤中的三嗪类农药，其回收率在 76.1%~87.2% 之间，检测限为 2~4 $\mu\text{g}/\text{g}$ ，方法最大特点是使用了较少的有机萃取液甲醇。

Guo 等建立了一种分析土壤中阿特拉津的微波萃取（MSE）-酶联免疫分析（ELISA）方法。该方法的回收率在 90% 左右，线性范围为 5~1 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

Wu 等利用超声辅助乳化微萃取-HPLC（DAD）技术测定土壤样品的三嗪类农药，检出限 0.1~0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率（以 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标）在 82.6%~92.0% 之间。该技术操作简单、实用、快速、环保。

N.Rodríguez 等结合基质分散萃取与 SPE 测定海藻中 9 种均三嗪类农药，经过萃取、洗脱、浓缩后，利用甲醇：水（1:1, V:V）-HPLC-DAD 检测，目标物 LOQ 小于 0.1 $\mu\text{g}/\text{g}$ 。

Li 等开发了一种同位素稀释-高效液相色谱-线性离子阱质谱法（Isotope Dilution-HPLC-LIT-MS）测定谷物中 19 种均三嗪类农药，其检测限为 0.002~0.42 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回

收率 70.1%~112.8%。该法在实际样品监测中取得满意效果，为食品中三嗪类农药检测提供了理论基础。

3-2 与均三嗪类农药相关的国内标准分析方法汇总表

标准号	标准名称	目标物	应用范围	萃取方法	萃取溶剂	净化方法	净化条件	分析仪器	色谱柱	检出限
—	全国土壤污染状况调查样品分析测试技术规定	阿特拉津	土壤	振荡萃取	甲醇:水(1:1, V:V)	液液萃取	二氯甲烷	GC/ECD	DB-1	—
SN 0594-1996	出口肉及肉制品中西玛津残留量检验方法	西玛津	肉制品	超声提取	二氯甲烷/甲 醇(9:1, V:V)	硅酸镁柱	丙酮/石油醚 (15:85, V:V)	GC/NPD	HP-1	0.02 mg/kg
GB/T 5009.132-2 003	食品中阿特拉津残留量的测定	阿特拉津	食品	超声提取	甲醇:水(1:1, V:V)	硅酸镁柱	石油醚饱和的乙 腈	GC/ECD	OV-17	0.03 mg/kg
GB/T5750.9 -2006	生活饮用水标准检验方法-农药	阿特拉津	生活饮用水及 其水源水	液液萃取	二氯甲烷	硅酸镁柱	乙醚:石油醚 (1:1, V:V)	HPLC/UVD	C ₁₈	0.5 µg/L
SN/T 1972-2007	进出口食品中阿特拉津残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	阿特拉津	食品	液液萃取	水-丙酮、二氯 甲烷	GPC、活 性炭、硅 酸镁柱	正己烷/乙酸乙酯 洗脱	GC/MS	HP-170 1	0.005~0.0 1 mg/kg
GB/T21925 -2008	水中除草剂残留测定 液相色谱/质谱法	阿特拉津、 西玛津、扑 草净等	灌溉用水、地表 水和地下水	液液萃取 固相萃取	二氯甲烷、乙 腈	—	—	HPLC/MS	C ₁₈	0.05 ~0.25 µg/L
DB 21/T 1675-2008	土壤中阿特拉津残留量的测定 高效液相色谱法	阿特拉津	土壤	超声提取	甲醇:水(1:1, V:V)	反萃取	二氯甲烷:石油 醚(35:65, V:V)	HPLC/UVD	C ₁₈	0.02mg/kg
GB/T23816 -2009	大豆中三嗪类农药残留量测定	13种三嗪 类化合物	大豆	振荡萃取	乙腈	GPC净化	二氯甲烷	HPLC/DAD 或MS/MS	C ₁₈	0.005~0.0 2 mg/kg
HJ 587-2010	水质 阿特拉津的测定 高效液相色谱法	阿特拉津	地表水和地下 水	液液萃取	二氯甲烷	—	—	HPLC/UVD 或DAD	C ₁₈	0.08 µg/L
HJ 754-2015	水质 阿特拉津的测定 气相色谱法	阿特拉津	地表水、地下 水、生活污水工 业废水	液液萃取	二氯甲烷	硅胶柱	正己烷/乙酸乙酯 (9:1, V:V)	GC/NPD	HP-5柱	0.2 µg/L

Cheng 等利用 HPLC-UV 检测羊肝脏中三嗪类农药, 方法检测限为 14~88 $\mu\text{g/L}$, 回收率在 90%~102%之间。

FIONuska 等比较了加压流体萃取 (ASE) 与索氏提取沉积物样品中三嗪类衍生物奥克托今和黑索今, 并研究了二者的萃取过程的动力学和回收率。并将乙腈、丙酮-甲醇 (1:1, $V:V$) 分别作为萃取剂做了比较, 结果发现乙腈萃取优于丙酮-甲醇, 源于目标物在其中的高溶解度, 加压流体萃取优于索氏提取。

Wang 等用水: 甲醇 (99:1, $V:V$) 将土壤中的目标物萃取后在最优条件下 HPLC-DAD 测得三嗪类农药检出限 0.1~0.2 $\mu\text{g/kg}$, 回收率在 83.0%~92.0%之间。

Queiroz 等建立了土壤中三嗪类农药的流动性测定方法, 方法基于土壤薄层色谱 (TLC), 无需使用放射性化合物标记。土壤成分在 TLC 被分为各种频带, 各组分用 ASE-GC 测定。

Sambe 等建立的河水中三嗪类农药 HPLC-UV 快速分析方法是使用实验室自制的分子印记聚合物对样品进行提取与富集, 方法检测限 0.025 $\mu\text{g/L}$, 回收率为 95.6%。该课题组后来又采用柱头聚焦和程序升温技术提高了检出限并缩短了分析时间, 检出限可达 0.033 $\mu\text{g/L}$, 回收率在 85%以上。

Zambonin 等通过 SPME-GC-MS 法测定土壤和沉积物 (有机碳含量为 0.19%~0.42%) 中三嗪类农药, 检测限小于 1 $\mu\text{g/L}$, 且显示出良好的回收率, SPME-GC/MS 还用于定量测定垃圾填埋场表层土壤渗滤液中的三嗪类农药。多级质谱技术可以进一步降低背景, 提高检测的灵敏度, 使质谱定性定量能力进一步加强, 成为三嗪类农药分析中具有较大潜力的检测器。

3.3.2 国内文献报道的分析方法

王晓春等建立了同时检测农田土壤中 31 种均三嗪类农药残留的分析方法。土壤样品经加压流体萃取、Oasis MCX 柱净化后, 在多反应监测 (MRM) 正离子电喷雾模式下进行 HPLC-MS/MS 分析。色谱柱为 C_{18} 柱, 流动相为梯度变化的乙腈和 0.1%甲酸溶液。检出限 ($S/N=3$) 可达 0.025 $\mu\text{g/L}$, 在各自的考察浓度范围内线性关系良好 ($R>0.998$), 在 0.40~40.0 $\mu\text{g/kg}$ 添加水平内平均加标回收率为 87.1%~93.5%, RSD 为 3.4%~10.3%。

李爱强等建立了索氏提取、中性氧化铝柱净化、HPLC-DAD 测定土壤中 7 种均三嗪类农药的方法, 目标物在 0.10~2.00 mg/L 范围内线性良好, 检出限为 0.84~2.07 $\mu\text{g/kg}$, RSD 为 1.2%~5.6%, 加标回收率为 95.0%~107%。

王小飞等建立了 ASE-SPE 净化-HPLC 同时检测土壤中 12 种均三嗪类农药残留量的方法。土壤样品经过乙腈提取, 氨基柱净化, HPLC-DAD 测定, 外标法定量。12 种均三嗪类农药在 0.02~2.00 mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数在 0.9984~0.9999 之间, 方法检出限在 0.004~0.005 mg/kg 之间。在 0.02、0.04 和 0.10 mg/kg 三个浓度水平, 平均添加回收率在 75.2%~112.7%之间, RSD 在 1.1%~13.3%之间, 方法定量限在 0.01~0.02 mg/kg 之间。

聂志强等建立了以超声波提取、GPC 净化、HP-5MS 石英毛细管柱分离、EI 离子源 MS 测定土壤中 13 种均三嗪类农药的多残留检测方法。三嗪类农药的添加水平为 0.01~0.1 mg/kg 时, 平均回收率为 72.1%~118.3%, RSD 为 2.6%~19.8% ($n=4$), 方法检出限为 0.3~2.5 $\mu\text{g/kg}$ 。

李卫建等建立了测定土壤中 13 种均三嗪类农药残留的方法。土壤样品用乙腈-水混合提取剂经超声波提取 20 min, 硅酸镁柱净化后, 毛细管柱分离样品, NPD 测定。结果表明,

目标物在 0.05~5.0 mg/L 范围内线性关系良好，相关系数均大于 0.999，回收率在 72.7%~110.2%之间，RSD 在 0.4%~20.5%之间；方法检出限为 0.001~0.005 mg/kg。

方灵等建立了乌龙茶及土壤中 10 种均三嗪类农药残留的 GC-MS/MS 分析方法。样品经乙腈提取后，以多壁碳纳米管（MWCNTs）、N-丙基乙二胺（PSA）、C₁₈、MgSO₄ 为净化剂分散净化后，在 GC-MS/MS 多反应监测模式下进行测定，空白基质匹配标准曲线外标法定量。研究了不同提取溶剂、不同吸附剂种类及用量对提取净化效率的影响。结果表明 10 种均三嗪类农药的定量限为 5.0~10 µg/kg。在 5~100 µg/kg 添加水平下，10 种均三嗪类农药在乌龙茶和土壤中的平均回收率在 75%~111%之间，RSD 在 3.1%~8.7%之间。

梁焱等采用 ASE-GC/MS 测定了土壤中 24 种有机物含量（含阿特拉津）。土壤样品以正己烷-乙酸乙酯（5:1, V:V）进行萃取，提取液用硅酸镁柱净化。在 GC 分离中用 DB-5MS 色谱柱，采用选择离子监测模式。阿特拉津方法检出限为 3.55 µg/kg，测定下限为 14.2 µg/kg。

程启明等建立了 ASE-GC/MS 法同时测定灯盏花及其土壤中阿特拉津和二甲戊乐灵的分析方法。样品采用丙酮-二氯甲烷（1:1, V:V）ASE 萃取，硅酸镁柱净化，GC/MS 选择离子监测法测定。结果表明 2 种农药的方法检出限为 1.50 和 2.50 ng/g。

3.4 与本标准的关系

本标准调研了涉及均三嗪类农药的美国、日本和 ISO 标准分析方法（表 3-1），这些方法多针对各类水质样品，萃取剂主要包括二氯甲烷、丙酮、正己烷、乙酸乙酯、甲醇、甲苯和乙腈；针对固体样品的提取方法主要包括索氏提取法和振荡萃取法；净化方式以 SPE 净化为主，大多使用硅酸镁柱和硅胶柱；LC 分离时主要选用 C₁₈ 柱。

同时调研了国内现有均三嗪类农药标准分析方法（表 3-2），针对固体样品的提取方法主要是振荡萃取和超声萃取，萃取剂包括甲醇、水、乙腈、二氯甲烷、丙酮；净化也主要使用 SPE 净化小柱，包括硅酸镁柱和硅胶柱；LC 分离时均使用 C₁₈ 柱。

另外，针对土壤或沉积物中均三嗪类农药，国内、外文献中的萃取方法有索氏提取、ASE 和超声提取等，净化方法有 SPE、GPC 和分散式净化等，分析仪器包括 GC、GC-MS、LC 和 LC-MS 等，但这些方法多在材料和设备选择上追求创新性，不易于推广。

综合以上，本标准在制定实验方案时有以下考虑：

（1）固体样品中均三嗪类农药的提取方法主要包括加压流体萃取、索氏提取、振荡萃取、超声萃取和微波萃取，考虑到微波萃取和超声萃取（探头式超声波）在我国环境监测实验室有机污染物分析过程中使用并不普遍，本标准比较了加压流体萃取、索氏提取和振荡萃取方法的提取效率；

（2）国内外标准、文献中使用到的提取溶剂包括正己烷、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇、乙腈和水，考虑到乙酸乙酯与丙酮极性相似，甲醇、乙腈和水浓缩时间较长，本标准以正己烷、丙酮和二氯甲烷两两组合成 3 种混合溶剂体系，比较提取效果；

（3）在净化方式选择上，本标准使用最为广谱的 SPE 法，考虑到土壤或沉积物样品中不仅含有极性较强的酚类色素和腐殖酸，还可能含有中等极性的黄酮类色素和极性较弱的脂肪等，所以不仅选用了国内外标准、文献使用最多的极性硅酸镁柱和硅胶柱，还增加了中等极性的氨基柱和氨丙基柱，比较了它们的净化效果；

(4) 均三嗪类农药样品固相萃取中使用的洗脱剂主要包括乙醚、正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯、丙酮、环己烷、甲醇和乙腈，其中乙醚作为一种麻醉剂在我国环境监测实验室使用不多，甲醇和乙腈在已开展的实验中被证实对色素类物质的洗脱能力过强，环己烷与正己烷、乙酸乙酯和丙酮的极性相似，所以本标准选择正己烷-二氯甲烷和正己烷-丙酮两种体系；

(5) 均三嗪类农药在 LC 分离时，国内外标准、文献基本使用 C₁₈ 柱，都具有满意的分离效果，所以本标准也选择使用 C₁₈ 柱对目标物进行分离。

4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制订的基本原则

本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) 本标准在制修订过程中参考了国内外相关标准方法和分析技术，且充分考虑到各项分析技术在我国的使用现状，使方法具有广谱性，易于推广使用；

(2) 本标准方法经过条件优化和方法验证，具有科学性、可靠性，方法检出限和测定范围满足相关环境保护标准和环境保护工作的要求。

4.2 标准的适用范围和主要技术内容

本标准适用于土壤和沉积物中均三嗪类农药的测定。规定了针对土壤和沉积物中均三嗪类农药的监测分析方法，包括适用范围、方法原理、试剂和材料、仪器和设备、样品采集与保存、样品制备、分析步骤、结果计算与表示、精密度和准确度、质量控制和质量保证和废物处理等几方面的内容，研究的主要目的在于建立既适应当前环境保护工作的需要、又满足当前实验室仪器设备要求的标准分析方法。具体应满足以下要求：

(1) 严格的质量控制/质量保证措施。土壤和沉积物基质复杂，前处理的操作复杂、分析周期长。因此要求方法本身必须有一套严格的质量保证措施；

(2) 方法的检出限和测定范围满足相关环保工作的要求；

(3) 方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求；

(4) 方法具有普遍适用性，易于推广使用。

4.3 标准制订的工作流程和技术路线

(1) 查阅国内、外相关标准和文献资料，编制开题论证报告；

(2) 组织专家进行开题论证，确定技术路线、实验方案和研究内容；

(3) 进行方法开发和研究。主要内容包括土壤和沉积物样品采集和保存；土壤和沉积物中均三嗪类农药提取方法及提取条件、提取液净化方法及净化条件、高效液相色谱分析方法及仪器条件、定性和定量方法、质量控制和质量保证措施研究、实验室内方法参数（检出限、定量下限、精密度和准确度）等；

(4) 编写标准草案、编制说明和方法验证方案，并组织业内专家进行函审、完善；

(5) 开展多家实验室验证，并结合反馈意见对方法进行完善；

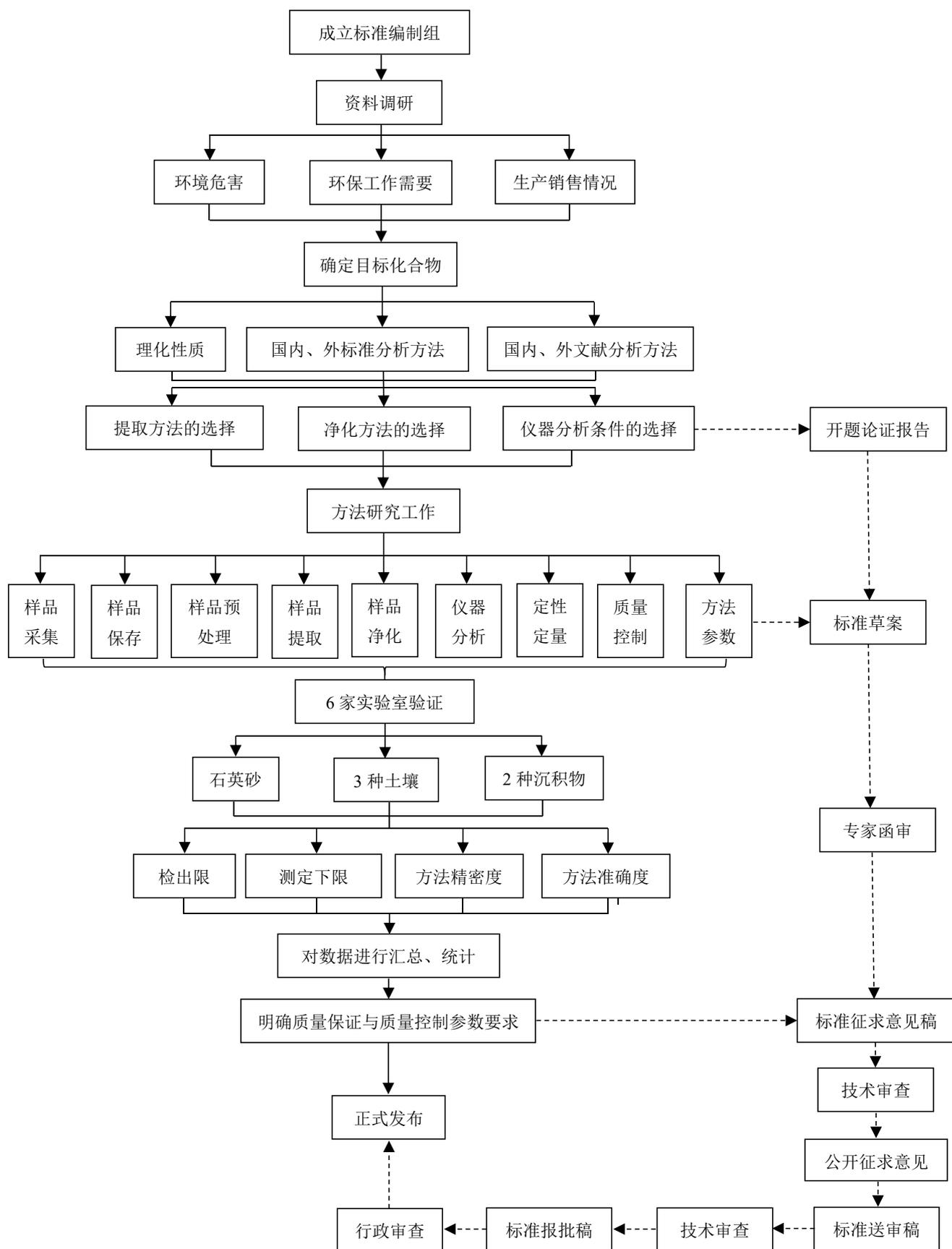


图 4-1 本标准制订的工作流程和技术路线图

- (6) 形成标准征求意见稿和编制说明，并组织业内专家进行函审、完善；
- (7) 组织专家进行标准征求意见稿技术审查，审查合格后公开征求意见；
- (8) 对征求的意见进行汇总，开展相关补充和修改工作；
- (9) 编制标准的送审稿和编制说明；
- (10) 组织专家进行标准送审稿技术审查，审查合格后，提交标准报批稿和编制说明；
- (11) 对标准报批稿进行行政审查，审查合格后对标准进行编号；
- (12) 标准正式发布。

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目的

本标准规定了对土壤和沉积物中均三嗪类农药的监测分析方法，包括适用范围、方法原理、干扰和消除、实验材料和试剂、仪器和设备、样品采集和保存、样品制备、定性定量方法、结果的表示、质量控制和质量保证等几个方面的内容，研究的主要目的在于建立既适应当前环境保护工作的需要、又满足当前实验室仪器设备要求的标准分析方法。

5.1.1 方法标准适用范围

在我国登记生产的均三嗪类农药主要是阿特拉津、西玛津、西草净、莠灭净、特丁津、扑草净和去草净 7 种。编制组通过调研，选择使用同时含有以上 7 种均三嗪类化合物的市售有证标准样品来开展后续方法研究，该标准样品中同时含有莠去通、仲丁通、扑灭通和扑灭津 4 种物质，共计 11 种均三嗪类化合物。其它三嗪类农药经过方法验证，各项性能指标符合要求，也可采用本方法进行测定。

5.1.2 本标准拟达到的特性指标

(1) 《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）（征求意见稿）》中第一类用地和第二类用地中阿特拉津的风险筛选值分别为 2.6 mg/kg 和 7.4 mg/kg，管制值分别为 26 mg/kg 和 74 mg/kg。要求本分析方法的检出限必须低于 0.26 mg/kg；

(2) 精密度要求：实验室内平行样品测定结果的相对偏差应小于 20%；

(3) 基体回收率要求：各组分加标回收率在 60%~120%之间。

5.2 方法原理

采用合适的萃取方法（加压流体萃取法和索氏提取法），用丙酮-二氯甲烷混合溶剂提取土壤或沉积物中均三嗪类农药，根据样品基体干扰情况选择适合的固相萃取柱去除干扰物，洗脱液浓缩定容后用高效液相色谱分离，紫外检测器检测，保留时间定性，外标法定量。

5.3 试剂和材料

5.3.1 溶剂

本方法标准中，前处理过程使用的有机溶剂均要求为符合国家标准的农残级别，包括丙酮、正己烷、二氯甲烷等。仪器分析过程使用的有机溶剂要求为符合国家标准的色谱纯级别，如乙腈。实验用水均为新制备的超纯水或蒸馏水（经空白试验确认在目标化合物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现或其中的目标化合物浓度低于方法检出限）。

5.3.2 标准溶液

用纯标准物质制备标准溶液对控制精度要求较高，且容易污染实验室，另外溶液配制后需要进行溯源，且各实验室之间数据比较性较差。目前均三嗪类农药有证标准溶液购买方便，推荐直接使用市售有证标准溶液，参照标准溶液证书要求进行保存，使用时应恢复至室温并摇匀。标准使用溶液的保存时间根据实验结果确定（5.5.2.1）。

5.3.3 干燥剂

用作干燥剂的无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）或硅藻土（粒径 $150\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$ ，即 100 目~60 目）均为分析纯，使用前应置于马弗炉中 $400\ ^\circ\text{C}$ 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。

5.3.4 石英砂

石英砂用于空白试样的制备，粒径在 $150\ \mu\text{m}\sim 830\ \mu\text{m}$ （100 目~20 目）之间，要求不含影响目标物测定的干扰物，同时目标物含量应该低于方法检出限，使用前应置于马弗炉中 $400\ ^\circ\text{C}$ 烘 4 h，检验确认无干扰。

5.3.5 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，用于净化均三嗪类农药样品提取液的固相萃取柱主要是极性较强的硅酸镁柱和硅胶柱，编制组另增加了中等极性的氨基柱和氨丙基柱，比较了它们的净化效果（5.6.2）。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 高效液相色谱仪

高效液相色谱仪应具有梯度洗脱功能，柱温箱温度可控，具紫外或二极管阵列检测器。通过文献调研，均三嗪类农药的液相色谱分离基本都使用填料为 ODS（十八烷基硅烷键合硅胶）的反相色谱柱，另外考虑到目标物种类较多，为实现有效分离，推荐使用柱长为 250 mm 规格的色谱柱（粒径 $5\ \mu\text{m}$ 、内径 4.6 mm）。

5.4.2 提取装置

通过国内外分析方法标准及文献调研，固体样品中均三嗪类农药的提取方式主要包括加压流体萃取、索氏提取、振荡萃取、超声萃取和微波萃取。考虑到微波萃取和超声萃取在我

国环境监测实验室有机污染物分析过程中使用并不普遍，本标准比较了加压流体萃取、索氏提取和振荡萃取方法的提取效率（5.6.1）。

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。

5.5 样品

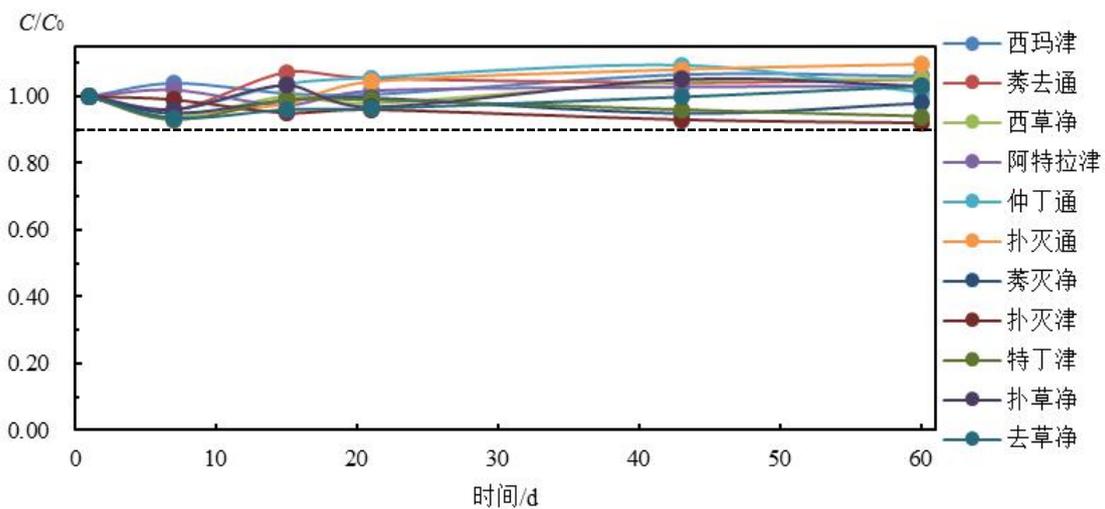
5.5.1 样品的采集与保存

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存；按照 GB 17378.3、GB 17378.5、HJ 494、HJ 495 和 HJ/T 91 的相关规定进行沉积物和底质样品的采集。样品应于洁净的棕色磨口玻璃瓶或有聚四氟乙烯垫的螺口棕色玻璃瓶中保存，运输过程中应避光、密封、冷藏。样品保存时间以具体实验数据确定。

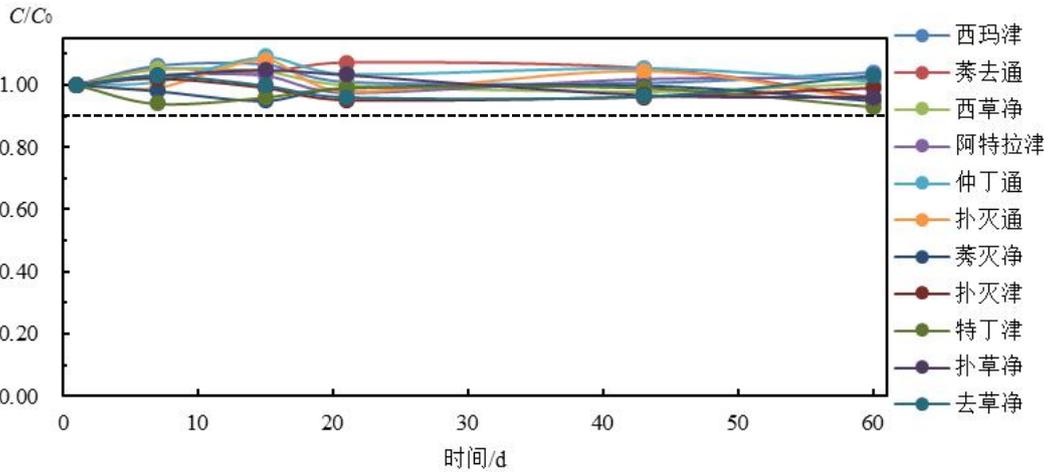
5.5.2 样品的保存时间

5.5.2.1 标准使用液保存时间

用乙腈稀释均三嗪类农药标准贮备液，配制成 10 mg/L 和 100 mg/L 的标准使用液，分别于 4 °C 以下避光保存，间隔一段时间取出进行分析（100 mg/L 的标准使用液用乙腈稀释至 10 mg/L 进行分析），计算当日目标物含量与初始目标物含量的比值 C/C_0 ， C/C_0 降至 0.9 时表明目标物损失程度达到 10%，不适宜继续保存。实验结果表明（图 5.5-1），两种标准使用液都至少可保存 60 d。



A. 标准使用液 ($\rho=10.0$ mg/L)



B. 标准使用液 ($\rho=100 \text{ mg/L}$)

图 5.5-1 标准使用液中 11 种均三嗪类农药含量变化趋势图

5.5.2.2 土壤样品保存时间

称取若干份土壤样品（砂土，干物质含量为 92.3%），每份 10.00 g，每 3 个为 1 组；在每份样品中加入均三嗪类农药标准溶液，加标后含量为 4 mg/kg，充分混匀后用锡箔纸包裹，于 4 °C 以下避光保存；间隔一段时间取出 1 组样品进行分析，计算当日目标物含量与初始目标物含量的比值 C/C_0 ，当 C/C_0 降至 0.8 时表明目标物损失程度达到 20%，不适宜继续保存。实验结果表明（图 5.5-2），西玛津、西草净、阿特拉津、仲丁通、扑灭津和去草净 6 种均三嗪类农药的土壤样品至少可保存 20 d；其它 5 种均三嗪类农药的土壤样品保存时间则低于 20 d：保存至第 8 d 时，莠去通含量损失已达到 35%，最佳保存时间在 5 d 以内；保存至第 12 d 时，莠灭净和扑草净的含量损失分别达到 27%和 23%，最佳保存时间都在 8 d 以内；保存至第 16 d 时，扑灭通和特丁津的含量也都下降了 24%，最佳保存时间在 12 d 以内。

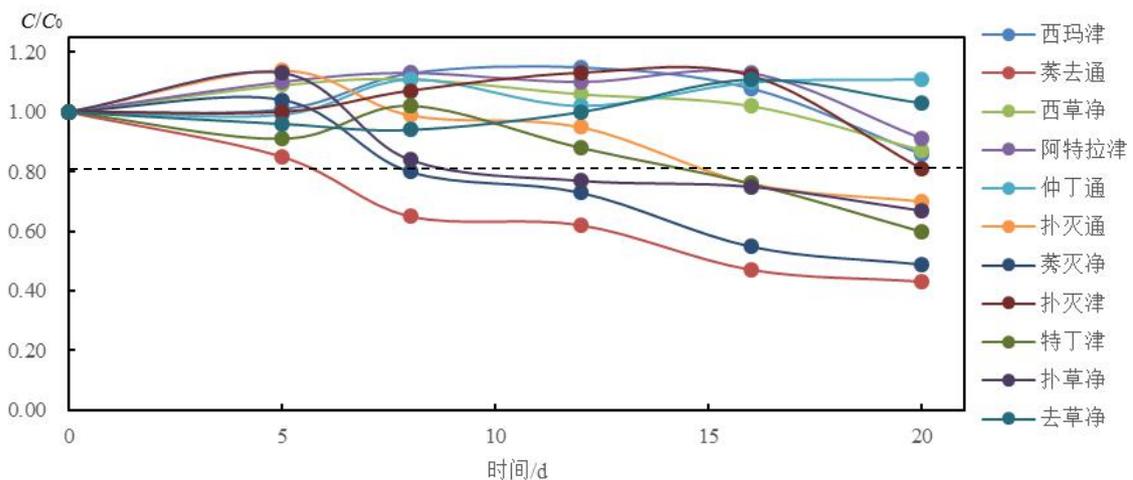


图 5.5-2 11 种均三嗪类农药在土壤样品中含量变化趋势图

5.5.2.3 沉积物样品保存时间

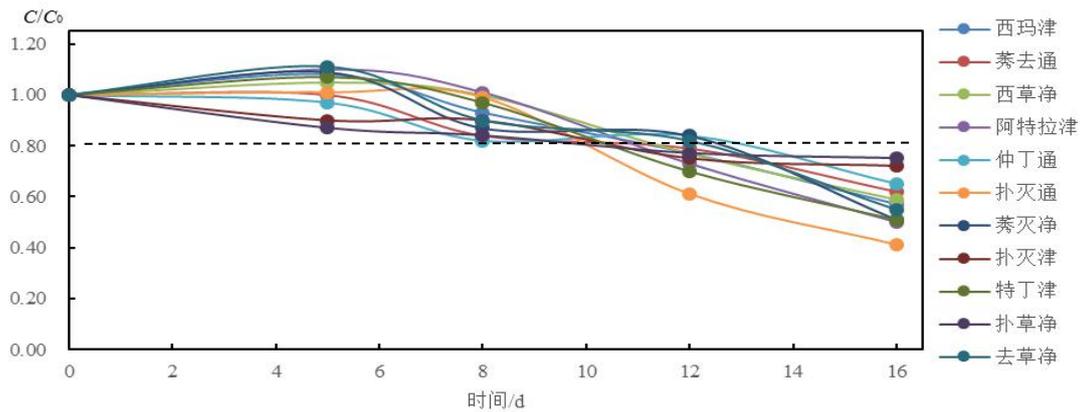


图 5.5-3 11 种均三嗪类农药在沉积物样品中含量变化趋势图

称取若干份沉积物样品（为保证样品的均一性，使用冻干样品），每份 10.00 g，每 3 个为 1 组；在每份样品中加入均三嗪类农药标准溶液，加标后含量为 4 mg/kg，充分混匀后用锡箔纸包裹，于 4 °C 以下避光保存；间隔一段时间取出 1 组样品进行分析，计算当日目标物含量与初始目标物含量的比值 C/C_0 ，当 C/C_0 降至 0.8 时表明目标物损失程度达到 20%，不适宜继续保存。实验结果表明（图 5.5-3），沉积物样品保存至第 12 d 时，西玛津、莠去通、西草净、阿特拉津、扑灭通、扑灭津、特丁津 7 种均三嗪类农药的含量已下降至初始含量的 80% 以下，最佳保存时间在 8 d 以内；仲丁通、莠灭净、扑草净和去草净 4 种均三嗪类农药的保存时间可延长至 12 d。

5.5.2.4 提取液样品保存时间

在样品提取液中加标，加标后目标物含量为 4 mg/L，于 4 °C 下避光保存，间隔一段时间取出适量样品进行后续分析（每次分析平行 3 份），计算当日目标物含量与初始目标物含量的比值 C/C_0 ， C/C_0 将至 0.8 时即为样品的最长保存时间。实验结果表明（图 5.5-4），11 种均三嗪类农药的提取液样品至少可以保存 60 d。

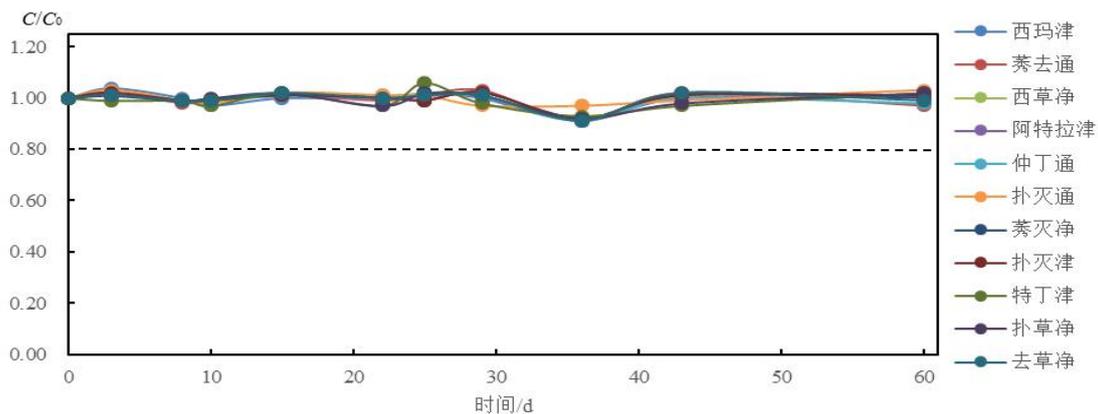


图 5.5-4 11 种均三嗪类农药在样品提取液中浓度变化趋势图

5.5.3 样品的预处理

将样品放在不锈钢盘或聚四氟乙烯盘上，除去枝棒、叶片、石子等异物，混匀样品。按照 HJ/T 166 的要求进行样品缩分。可采用冷冻干燥或干燥剂脱水两种干燥方式。

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

干燥剂脱水法：称取约 10 g（精确到 0.01 g）的新鲜样品，可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量，加压流体萃取法加入一定量的硅藻土、索氏提取法加入一定量无水硫酸钠，混匀、脱水并研磨成细小颗粒，充分拌匀直到散粒状，全部转移至提取装置待用。

在提取样品的同时，另取一份进行水分含量的测定。按照 HJ 613 的要求进行土壤干物质含量的测定，按照 GB 17378.5 的要求进行沉积物含水率的测定。

5.6 分析步骤

5.6.1 提取

5.6.1.1 加压流体萃取

称取约 10.0 g 土壤或沉积物样品（精确到 0.01 g），加入均三嗪类农药标准溶液（加标量为 2.0 μg），与适量硅藻土混匀后转入并充满萃取池，预热 5 min，1500 psi 下静态萃取 5 min，吹扫 60 s，对萃取剂、提取温度和循环次数进行优化。提取液浓缩转溶剂为乙腈并定容至 1 ml，上机测定。

（1）提取剂的选择

常用的提取溶剂包括正己烷、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇、乙腈和水，考虑到乙酸乙酯与丙酮极性相似，甲醇、乙腈和水浓缩时间较长，本标准以正己烷、丙酮和二氯甲烷两两组合成 3 种混合溶剂体系，比较提取效果。实验结果表明（表 5.6-1），正己烷：二氯甲烷（1:1, V:V）对 11 种均三嗪类农药的提取回收率在 20%~103%之间，莠去通、西草净、阿特拉津、扑灭通的回收率均低于 50%；正己烷：丙酮（1:1, V:V）和丙酮：二氯甲烷（1:1, V:V）对目标物的提取回收率较为满意，分别在 78%~104%之间和 76%~107%之间。

（2）提取温度的影响

以正己烷：丙酮（1:1, V:V）为提取溶剂，循环 3 次，考察了 3 种温度下的加压流体萃取效果。实验结果表明（表 5.6-2），温度对 11 种均三嗪类农药的提取回收率影响不大，60 °C、80 °C 和 100 °C 下的提取回收率分别为 76%~102%、67%~107%和 76%~108%。

（3）提取次数的影响

以正己烷：丙酮（1:1, V:V）为提取溶剂，设定为温度 100 °C，考察了不同提取次数的影响。实验结果表明（表 5.6-3），循环 1 次和 2 次时，莠去通提取回收率都偏低，分别为 31%和 57%，其余 10 种均三嗪类农药的回收率分别为 53%~88%和 57%~100%；循环 3 次，莠去通的回收率可提升至 76%，其余 10 种均三嗪类农药在 81%~108%之间。

表 5.6-1 不同溶剂体系的加压流体萃取回收率

目标物	正己烷：二氯甲烷（1:1, V:V）		正己烷：丙酮（1:1, V:V）		丙酮：二氯甲烷（1:1, V:V）	
	平均值（n=3）	RSD	平均值（n=3）	RSD	平均值（n=3）	RSD
西玛津	97	14	90	12	103	15
莠去通	20	22	86	12	76	14
西草净	48	17	86	17	90	13

目标物	正己烷: 二氯甲烷 (1:1, V:V)		正己烷: 丙酮 (1:1, V:V)		丙酮:二氯甲烷 (1:1, V:V)	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
阿特拉津	45	18	85	16	93	14
仲丁通	103	11	86	17	93	17
扑灭通	24	14	85	16	86	17
莠灭净	72	20	104	11	101	17
扑灭津	98	6.7	78	21	82	15
特丁津	76	12	95	16	107	7.6
扑草净	78	16	79	11	90	15
去草净	83	20	80	21	90	15

注：表中数值单位为%。

表 5.6-2 不同温度下的加压流体萃取回收率

目标物	60 °C		80 °C		100 °C	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	102	14	86	14	98	1.2
莠去通	76	7.3	67	11	76	18
西草净	86	8.4	85	7.6	94	3.3
阿特拉津	97	12	74	16	108	3.1
仲丁通	85	11	107	18	90	8.0
扑灭通	83	14	87	6.0	92	1.1
莠灭净	98	16	94	15	106	4.6
扑灭津	102	16	100	18	96	8.8
特丁津	86	20	74	17	81	12
扑草净	89	15	77	1.9	107	22
去草净	87	14	80	19	98	14

注：表中数值单位为%。

表 5.6-3 不同循环次数时的加压流体萃取回收率

目标物	循环 1 次		循环 2 次		循环 3 次	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	83	5.8	100	16	98	1.2
莠去通	31	18	57	13	76	18
西草净	73	5.2	82	3.9	94	3.3
阿特拉津	88	0.1	89	3.3	108	3.1
仲丁通	53	13	74	20	90	8.0
扑灭通	77	3.2	88	12	92	1.1
莠灭净	64	24	73	3.5	106	4.6
扑灭津	80	1.3	88	4.8	96	8.8
特丁津	68	5.8	68	9.3	81	12
扑草净	78	5.1	100	13	107	22
去草净	57	11	73	12	98	14

注：表中数值单位为%。

5.6.1.2 索氏提取

称取约 10.0 g 土壤或沉积物样品（精确到 0.01 g），加入均三嗪类农药标准溶液（加标量为 2.0 μg ），与适量无水硫酸钠混匀后转入玻璃提取筒中，开启加热装置，用 200 ml 溶剂抽提若干小时（从回流状态开始时计算），对提取条件进行优化。提取液浓缩转溶剂为乙腈并定容至 1 ml，上机测定。

（1）提取时间的影响

以丙酮:二氯甲烷（1:1, $V:V$ ）为溶剂（每小时回流 3~4 次）对样品中 11 种均三嗪类农药进行索氏提取，分别考察了提取 3、6、9、12、15、18、21 和 24 h 时的目标物回收率情况。实验结果表明（图 5.6-1），提取 18 h 后，除扑灭津和去草净外，其余均三嗪类农药的回收率可达到 80% 以上并基本保持稳定；提取 24 h，去草净的回收率可提升至 95%，11 种均三嗪类农药的回收率为 74%~98%。

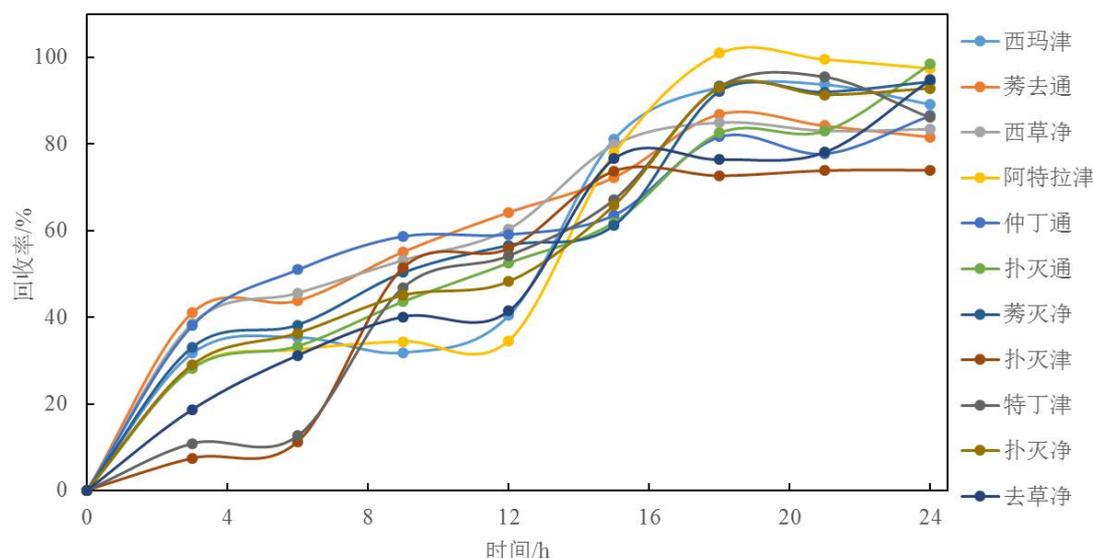


图 5.6-1 不同提取时间下的索氏提取回收率

（2）提取剂的选择

设定提取时间为 24 h，对比了 3 种溶剂体系的索氏提取效果。实验结果表明（表 5.6-4），丙酮:二氯甲烷（1:1, $V:V$ ）对 11 种均三嗪类农药的提取效果最佳，回收率在 94%~120% 之间；用正己烷:丙酮（1:1, $V:V$ ）作为提取剂时，莠去通、西草净、仲丁通、扑灭通、莠灭净和去草净 6 种均三嗪类农药的回收率均低于 70%；用正己烷:二氯甲烷（1:1, $V:V$ ）作为提取剂时，除特丁津和去草净外，其他化合物的回收率都低于 60%。

表 5.6-4 不同溶剂体系的索氏提取回收率

目标物	正己烷:二氯甲烷 (1:1, $V:V$)		正己烷:丙酮 (1:1, $V:V$)		丙酮:二氯甲烷 (1:1, $V:V$)	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	55	20	86	16	101	8.5
莠去通	31	13	59	17	98	9.5
西草净	50	27	67	18	120	2.1
阿特拉津	53	27	81	10	99	8.2
仲丁通	40	17	63	19	102	12
扑灭通	41	10	52	18	94	10
莠灭净	58	12	61	15	113	25

目标物	正己烷:二氯甲烷 (1:1, V:V)		正己烷:丙酮 (1:1, V:V)		丙酮:二氯甲烷 (1:1, V:V)	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
扑灭津	49	35	84	14	114	22
特丁津	63	17	81	12	119	13
扑草净	54	13	93	17	103	10
去草净	61	14	54	17	105	8.4

注:表中数值单位为%。

5.6.1.3 振荡萃取条件

称取约 10.0 g 土壤或沉积物样品 (精确到 0.01 g), 加入均三嗪类标准溶液 (加标量为 2.0 μg), 与适量无水硫酸钠混匀后转入 100 ml 玻璃离心瓶中。加入丙酮:二氯甲烷 (1:1, V:V) 作为提取剂, 置于振荡器上提取 2 h, 离心收集上清液, 再向样品中加入提取剂重复提取 1 次, 合并两次提取液, 浓缩转溶剂为乙腈并定容至 1 ml, 上机测定。

实验结果表明 (表 5.6-5), 11 种均三嗪类农药的振荡萃取回收率明显低于加压流体萃取和索氏提取。提取剂体积为 60 ml、80 ml 和 120 ml 时, 对目标物的提取回收率分别在 41%~47%、50%~57%和 63%~72%之间。

表 5.6-5 不同体积提取剂的振荡萃取回收率

目标物	60 ml		80 ml		120 ml	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	41	19	50	9.3	63	12
莠去通	43	17	51	10	68	4.9
西草净	42	18	50	9.8	67	5.7
阿特拉津	43	19	52	8.1	68	6.9
仲丁通	45	18	53	8.8	72	3.7
扑灭通	43	18	52	9.2	70	4.1
莠灭净	46	6.4	53	7.8	70	3.8
扑灭津	44	17	52	8.0	67	6.0
特丁津	47	11	55	17	67	5.8
扑草净	42	15	53	8.7	71	4.0
去草净	41	11	57	8.7	71	3.9

注:表中数值单位为%。

5.6.1.4 提取方法的比较

表 5.6-6 提取方法的比较

提取方法	时间/h	溶剂体积/ml	目标物回收率/%	设备价格/万元
加压流体萃取	0.67	约 30	76~107	70 左右 (进口)
索氏提取	24	200	74~120	1 左右
振荡萃取	2	120	67~72	4 左右

综合以上实验结果, 加压流体萃取具有较强优势, 包括耗时短、提取效果好、自动化水平高、有机溶剂消耗量少等, 但是仪器成本也相对高; 索氏提取法虽耗时较长、有机溶剂消耗量偏大, 但对目标物的提取效果好且设备价格低廉, 是最易被推广的广谱性方法; 振荡萃

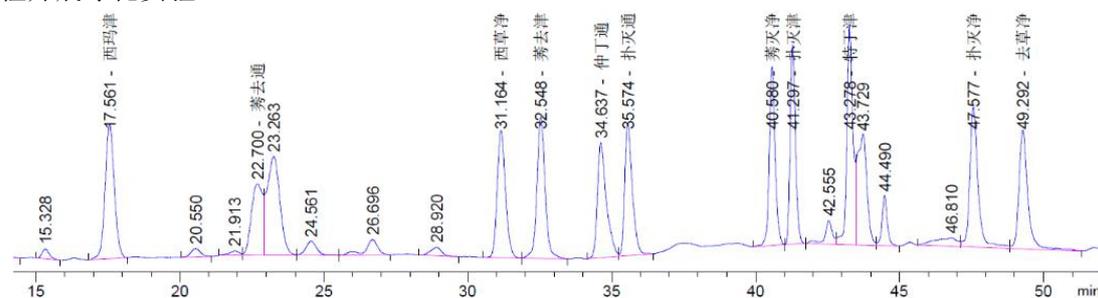
取虽操作简单但对目标物的提取效果明显劣于前两种方法，且有机溶剂消耗量较大，不具有可推广性（表 5.6-6）。

5.6.2 净化

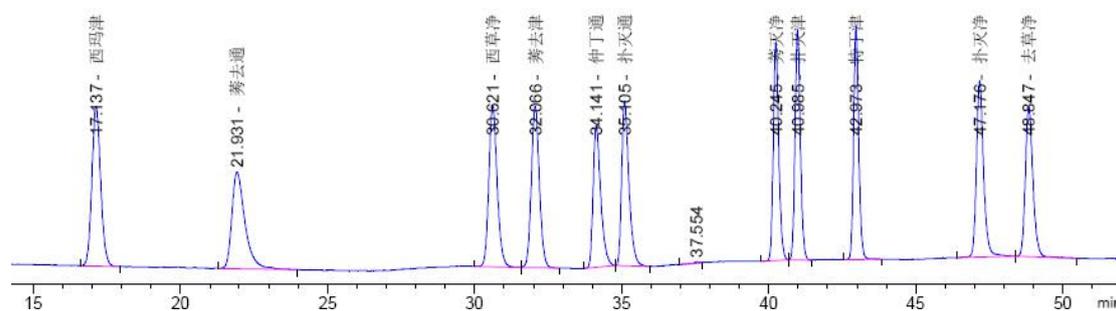
图 5.6-2A 为未经净化处理的土壤提取液液相色谱图，虽然未出现掩盖目标物信号的背景基质，但存在一部分与目标物出峰时间接近的干扰物质，影响了目标物的定性定量。另外，土壤或沉积物样品组成复杂，若提取液中含有大量色素、腐殖酸、脂肪或其它杂质，可能会污染色谱柱、流通池和仪器管路等部位，导致色谱柱柱效降低、检测器和仪器管路损耗加快等问题，对后续样品的分析测试产生影响容易污染仪器管路和检测器，不宜直接上机分析。实验中可根据样品基质复杂程度和干扰物情况开展提取液的净化实验。

5.6.2.1 固相净化小柱的选择

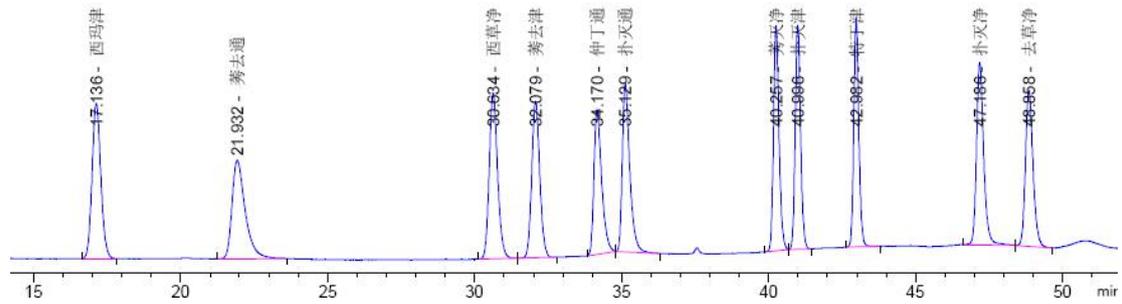
本标准考察了 4 种固相萃取柱的净化效果，包括极性较强的硅酸镁柱、硅胶柱和中等极性的氨基柱（填料为氨基键合硅胶）、氨丙基柱（填料为氨丙基键合硅胶）。固相净化小柱经预淋洗和活化后，加入 1 ml 加标样品提取液（目标物含量均为 2.5 μg ），以 10 ml 丙酮:正己烷（1:9, V:V）进行洗脱，洗脱液浓缩转溶剂为乙腈并定容至 1 ml，上机测定。实验结果表明，4 种小柱对色素类物质都有一定程度保留（净化小柱填料量越大，净化效果越好）、净化后样品的色谱图干扰峰明显减少（图 5.6-2），11 种均三嗪类农药的净化回收率水平也相当，在 78%~108%之间（表 5.6-7~表 5.6-10）。可根据实验中干扰物质情况选择合适的小柱开展净化实验。



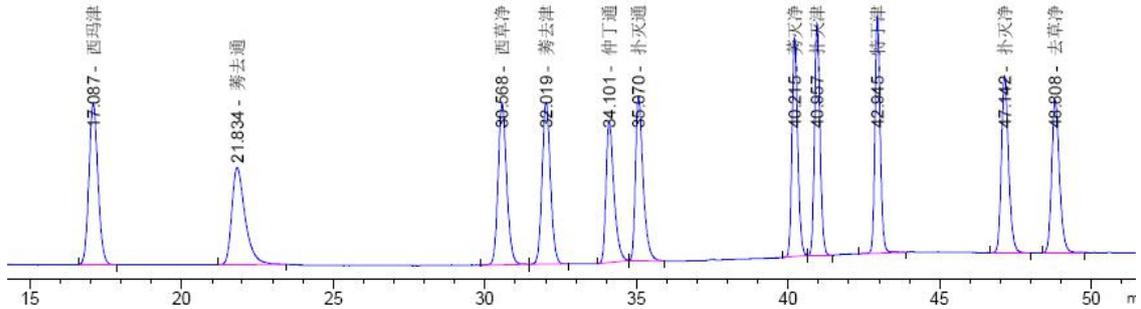
A.未净化样品提取液色谱图



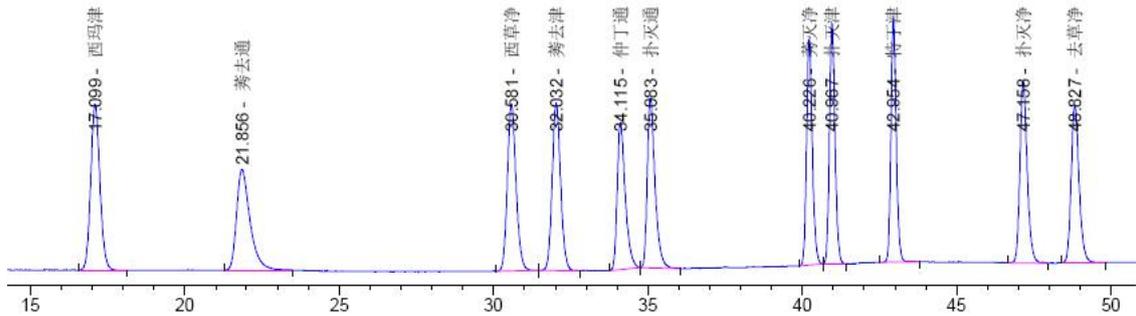
B.硅酸镁柱净化后样品提取液色谱图



C.硅胶柱净化后样品提取液色谱图



D.氨基柱净化后样品提取液色谱图



E.氨基丙基净化后样品提取液色谱图

图 5.6-2 净化前后的样品提取液色谱图

表 5.6-7 硅酸镁柱净化回收率

目标物	标准溶液		提取液	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	94	0.6	108	6.6
莠去通	83	4.7	94	7.3
西草净	90	1.3	87	4.2
阿特拉津	90	0.6	80	3.7
仲丁通	90	2.9	96	4.6
扑灭通	86	4.4	90	7.0
莠灭净	90	2.0	85	2.4
扑灭津	90	1.8	79	4.2
特丁津	88	1.1	78	5.0
扑草净	92	5.6	86	0.2
去草净	91	0	87	0.4

注：表中数值单位为%。

表 5.6-8 硅胶柱净化回收率

目标物	标准溶液		提取液	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	91	3.3	79	7.9
莠去通	90	2.8	78	1.5
西草净	93	2.6	82	1.0
阿特拉津	92	2.8	77	5.0
仲丁通	92	2.0	83	1.6
扑灭通	91	2.3	82	3.1
莠灭净	89	2.9	81	1.6
扑灭津	91	3.2	79	0.6
特丁津	84	1.4	79	8.3
扑草净	93	4.0	86	2.6
去草净	92	2.5	81	1.9

注：表中数值单位为%。

表 5.6-9 氨基柱净化回收率

目标物	标准溶液		提取液	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	99	1.8	95	1.9
莠去通	89	1.0	80	9.4
西草净	98	0.2	83	8.1
阿特拉津	99	0.0	83	7.8
仲丁通	96	1.6	87	1.3
扑灭通	91	1.0	81	10
莠灭净	102	0.5	82	7.2
扑灭津	102	1.9	79	6.0
特丁津	109	11	78	6.9
扑草净	97	0.50	77	7.9
去草净	100	0	75	4.2

注：表中数值单位为%。

表 5.6-10 氨丙基柱净化回收率

目标物	标准溶液		提取液	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	92	7.0	94	4.9
莠去通	87	7.4	87	2.1
西草净	93	6.5	87	4.6
阿特拉津	92	5.8	87	0.2
仲丁通	89	6.6	88	1.2
扑灭通	87	8.5	85	1.1

目标物	标准溶液		提取液	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
莠灭净	93	4.7	87	1.7
扑灭津	90	1.7	89	2.0
特丁津	89	1.9	87	0.9
扑草净	90	0.9	87	1.7
去草净	94	0.9	86	2.0

注：表中数值单位为%。

5.6.2.2 洗脱剂的选择

通过调研国内外分析方法标准及相关文献,均三嗪类农药提取和样品净化过程中所使用的洗脱剂主要包括乙醚、正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯、丙酮、环己烷、甲醇和乙腈。其中乙醚作为一种麻醉剂在我国环境监测实验室使用不多;甲醇和乙腈在已开展的实验中被证实对色素类物质的洗脱能力过强,实验发现 1 ml 甲醇:二氯甲烷 (5:95, V:V) 已将 1 ml 土壤提取液中色素类物质完全洗脱下来;环己烷与正己烷、乙酸乙酯和丙酮的极性相似。综合考虑,本实验选择正己烷-二氯甲烷和正己烷-丙酮两种体系,比较不同比例时在氨基柱 (1000 mg/6 ml) 上对目标物的洗脱效果。

(1) 二氯甲烷:正己烷体系

实验结果表明,二氯甲烷:正己烷 (1:4, V:V)、二氯甲烷:正己烷 (2:3, V:V) 和二氯甲烷:正己烷 (3:2, V:V) 对 11 种均三嗪类农药的洗脱回收率都分别为 52%~73%、69%~75%和 74%~85%。

表 5.6-11 正己烷/二氯甲烷体系的洗脱回收率

目标物	二氯甲烷:正己烷 (1:4, V:V)		二氯甲烷:正己烷 (2:3, V:V)		二氯甲烷:正己烷 (3:2, V:V)	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	52	14	69	8.9	76	2.8
莠去通	52	14	69	9.8	74	3.5
西草净	61	11	73	8.2	78	6.3
阿特拉津	61	9.3	74	8.4	72	24
仲丁通	53	15	71	12	75	4.5
扑灭通	57	12	72	11	75	4.4
莠灭净	68	5.4	74	6.9	85	6.1
扑灭津	69	4.2	75	7.0	81	5.9
特丁津	69	4.6	75	8.0	81	5.6
扑草净	73	3.2	75	7.5	81	4.8
去草净	70	0.5	73	11	77	4.8

注：表中数值单位为%。

(2) 丙酮:正己烷体系

实验结果表明,丙酮:正己烷 (5:95, V:V) 对 11 种均三嗪类农药的洗脱能力较弱,目标物回收率在 32%~78%之间,莠去通、仲丁通的回收率均低于 40%;丙酮:正己烷 (1:9, V:V) 对 11 种均三嗪类农药的洗脱回收率在 86%~94%之间,且对色素类物质有较好保留;丙酮:

正己烷 (1:4, V:V) 对 11 种均三嗪类农药的洗脱回收率在 77%~86%之间, 但在洗脱过程中伴随有大量色素类物质流出, 得到的收集液颜色偏深。综合考虑, 选择丙酮:正己烷 (1:9, V:V) 作为净化过程的洗脱剂。

表 5.6-12 丙酮/正己烷体系的洗脱回收率

目标物	丙酮:正己烷 (5:95, V:V)		丙酮:正己烷 (1:9, V:V)		丙酮:二氯甲烷 (1:4, V:V)	
	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD	平均值 (n=3)	RSD
西玛津	49	12	94	4.9	83	2.6
莠去通	32	14	88	1.2	77	6.6
西草净	66	5.2	89	2.4	86	2.7
阿特拉津	75	3.9	89	2.3	86	2.3
仲丁通	38	16	89	0.6	84	2.5
扑灭通	58	4.7	86	0	85	2.0
莠灭净	77	4.0	89	0.3	85	1.2
扑灭津	78	4.7	90	0.1	85	1.9
特丁津	77	3.5	89	1.4	85	2.1
扑草净	77	3.2	88	0.3	85	1.6
去草净	74	3.0	86	1.6	81	2.3

注: 表中数值单位为%。

5.6.2.3 洗脱剂用量的选择

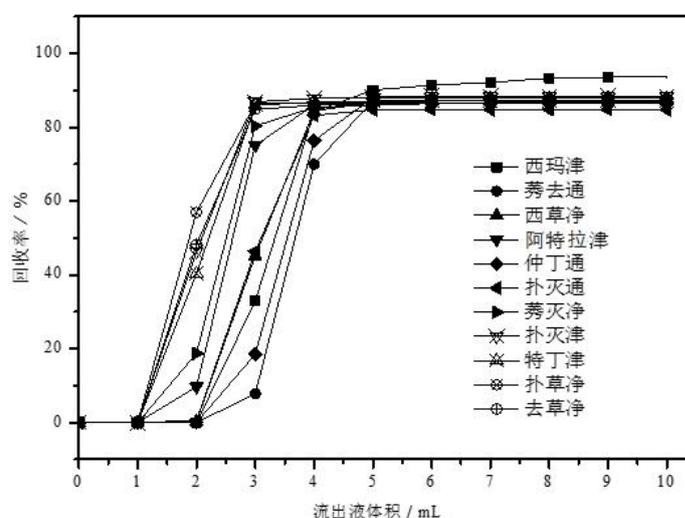


图 5.6-3 11 种均三嗪类农药在固相净化小柱上的流出曲线 (氨基柱)

通过流出曲线实验确定净化过程中洗脱剂的用量。固相净化小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 2.5 μg), 以丙酮:正己烷 (1:9, V:V) 进行洗脱, 洗脱液每流出 1 ml 收集 1 次, 转溶剂为乙腈并定容至 1 ml, 上机测定, 相关流出曲线数据详见表 5.6-13 至表 5.6-23。实验结果表明, 对于选择的 3 种小柱, 大多数均三嗪类农药需要 8 ml 洗脱剂才能将目标物尽可能洗脱下来 (图 5.6-3)。

表 5.6-13 西玛津流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	2	2	0	0	0	0
2	57	32	0	0	0	0
3	84	82	8	5	2	0
4	88	90	82	75	71	33
5	91	95	91	88	90	84
6	92	96	93	89	91	90
7	92	98	95	89	92	91
8	93	99	97	91	92	92
9	94	100	98	93	92	93
10	94	108	99	95	92	94

表 5.6-14 莠去通流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	0	0	0	0	0	0
2	38	13	0	0	0	0
3	77	58	2	2	0	0
4	83	73	72	63	41	8
5	83	81	88	80	86	70
6	83	87	88	80	88	87
7	83	90	88	80	88	87
8	83	92	89	80	88	87
9	83	92	89	80	88	87
10	83	94	89	80	88	87

表 5.6-15 西草净流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	2	0	0	0	0	0
2	61	30	0	0	0	0
3	85	81	16	5	5	0
4	88	86	88	73	83	45
5	89	87	94	83	93	85
6	90	87	95	83	93	87
7	90	87	96	83	93	87
8	90	87	97	83	93	87
9	90	87	98	83	93	87
10	90	87	98	83	93	87

表 5.6-16 阿特拉津流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	5	1	0	0	0	0
2	70	44	0	0	0	0
3	86	79	48	18	36	10
4	88	80	93	78	90	75
5	89	80	95	82	91	86
6	89	80	96	82	91	87
7	90	80	98	83	92	87
8	90	80	99	83	92	87
9	90	80	99	83	92	87
10	90	80	99	83	92	87

表 5.6-17 仲丁通流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	1	2	0	0	0	0
2	49	17	0	0	0	0
3	83	67	5	3	0	0
4	87	79	79	68	55	19
5	89	84	91	83	88	76
6	90	87	92	83	89	88
7	90	88	93	83	89	88
8	90	89	94	85	89	88
9	90	90	95	86	89	88
10	90	96	96	87	89	88

表 5.6-18 扑灭通流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	2	0	0	0	0	0
2	57	25	0	0	0	0
3	82	78	21	8	8	1
4	84	86	85	74	74	46
5	85	89	89	81	81	83
6	85	89	89	81	81	85
7	85	90	90	81	81	85
8	86	90	91	81	81	85
9	86	90	91	81	81	85
10	86	90	91	81	81	85

表 5.6-19 莠灭净流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	6	1	0	0	0	0

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
2	74	47	0	0	0	0
3	87	83	62	27	54	19
4	89	85	96	78	91	80
5	90	85	98	82	92	85
6	90	85	99	82	93	86
7	90	85	101	82	93	86
8	90	85	101	82	93	87
9	90	85	102	82	93	87
10	90	85	102	82	93	87

表 5.6-20 扑灭津流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	8	2	0	0	0	0
2	77	58	4	0	2	0
3	86	79	85	60	81	46
4	88	79	95	77	90	87
5	89	79	98	78	90	88
6	89	79	99	78	90	88
7	90	79	101	79	90	89
8	90	79	101	79	90	89
9	90	79	102	79	90	89
10	90	79	102	79	90	89

表 5.6-21 特丁津流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	8	1	0	0	0	0
2	77	53	2	0	1	0
3	86	78	81	51	78	40
4	87	78	94	75	89	86
5	88	78	106	77	89	87
6	88	78	107	77	89	87
7	88	78	109	78	89	87
8	88	78	109	78	89	87
9	88	78	109	78	89	87
10	88	78	109	78	89	87

表 5.6-22 扑草净流出曲线数据

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	10	3	0	0	0	0
2	80	63	8	0	5	0

流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
3	91	86	88	65	86	57
4	92	86	94	75	90	86
5	92	86	95	76	90	87
6	92	86	96	76	90	87
7	92	86	97	77	90	87
8	92	86	97	77	90	87
9	92	86	97	77	90	87
10	92	86	97	77	90	87

表 5.6-23 去草净流出曲线数据

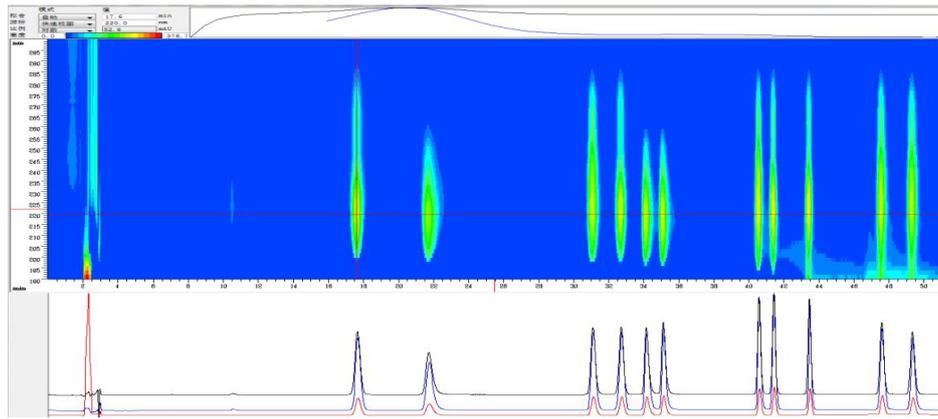
流出体积 /ml	硅酸镁柱回收率/%		氨基柱回收率/%		氨丙基柱回收率/%	
	标液	提取液	标液	提取液	标液	提取液
1	9	2	0	0	0	0
2	81	58	4	0	3	0
3	88	85	86	55	85	48
4	89	87	96	73	93	85
5	91	87	97	74	94	86
6	91	87	99	74	94	86
7	91	87	100	75	94	86
8	91	87	100	75	94	86
9	91	87	100	75	94	86
10	91	87	100	75	94	86

5.6.3 高效液相色谱测定

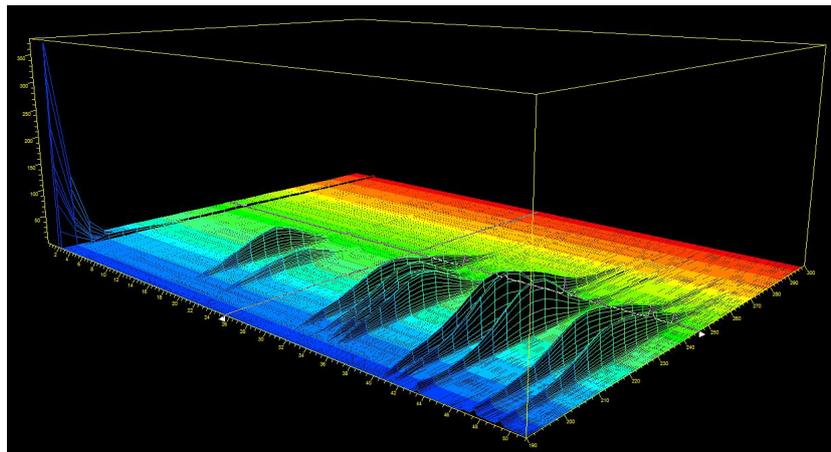
参照国内、外均三嗪类农药分析方法标准，选用 C₁₈ 色谱（ODS，填料为十八烷基硅烷键合硅胶）进行目标物的液相色谱分离，本实验使用的色谱柱规格为：粒径 5 μm、柱长 250 mm、内径 4.6 mm。流速和进样量按照液相色谱一般条件设定，分别为 1 ml/min、10 μl。

5.6.3.1 检测波长的确定

通过二极管阵列检测器（DAD）扫描（图 5.6-4）和目标物紫外吸收光谱情况（图 5.6-5），得到目标物最大吸收波长和辅助波长，由表 5.6-24 可知，11 种均三嗪类农药的最大吸收都出现在 222 nm 附近，将其定为检测波长。

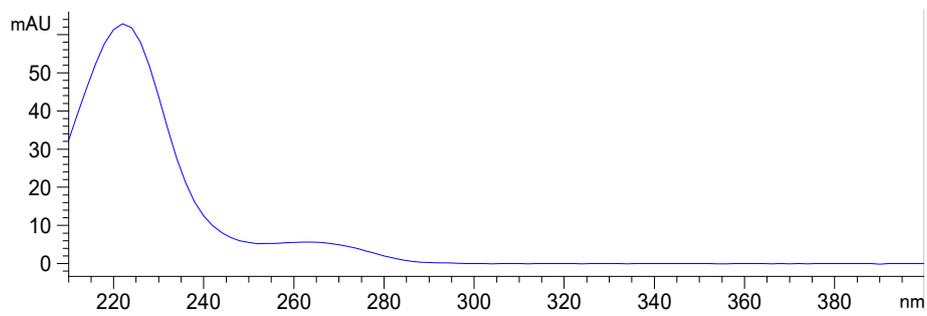


A.DAD 二维扫描谱图

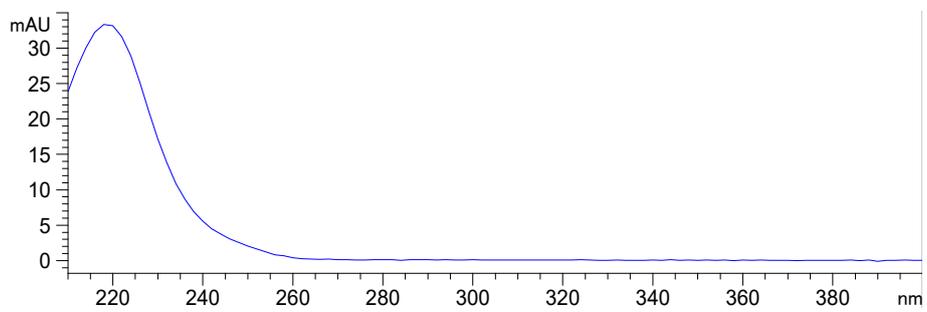


B.DAD 三维扫描谱图

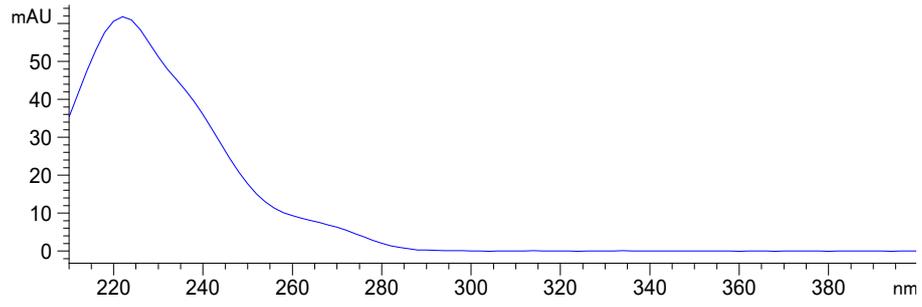
图 5.6-4 11 种均三嗪类农药的 DAD 扫描谱图



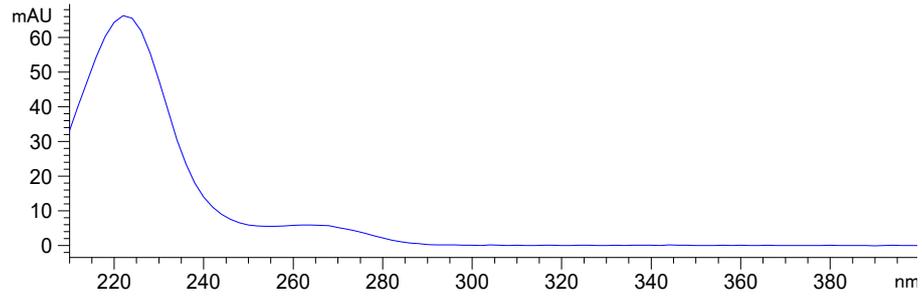
A.西玛津



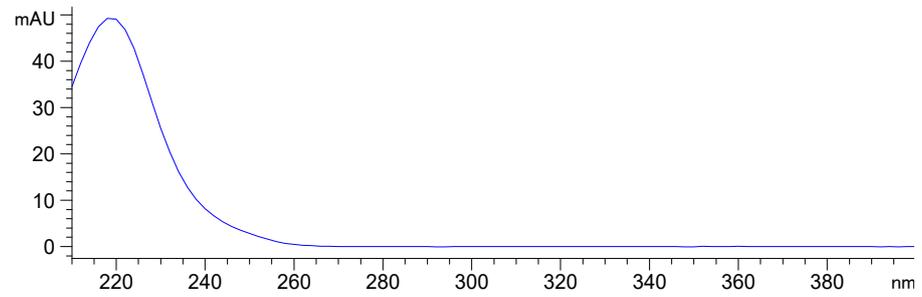
B.莠去通



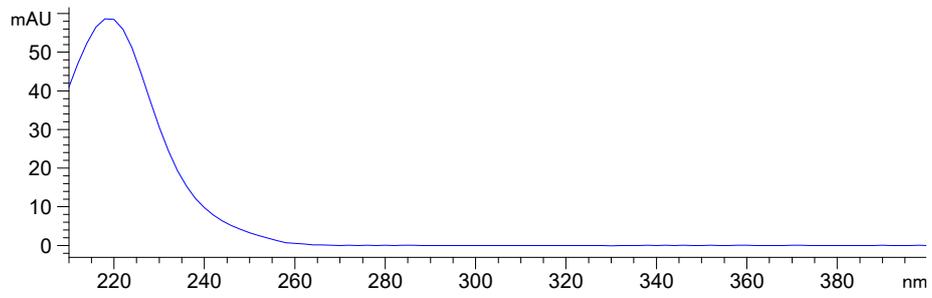
C. 西草净



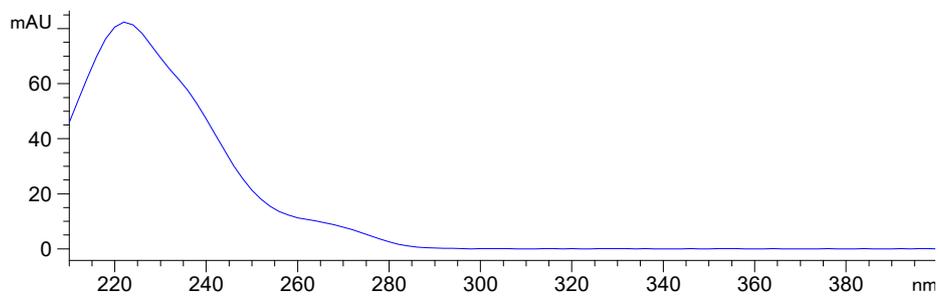
D. 阿特拉津



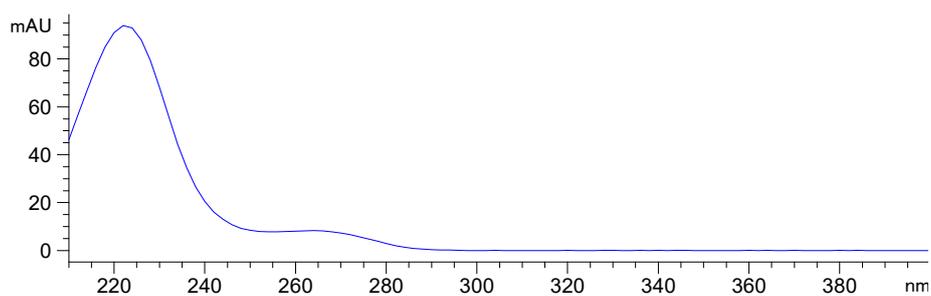
E. 仲丁通



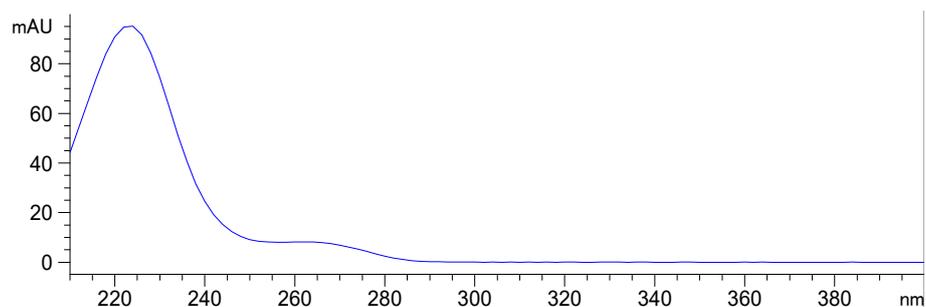
F. 扑灭通



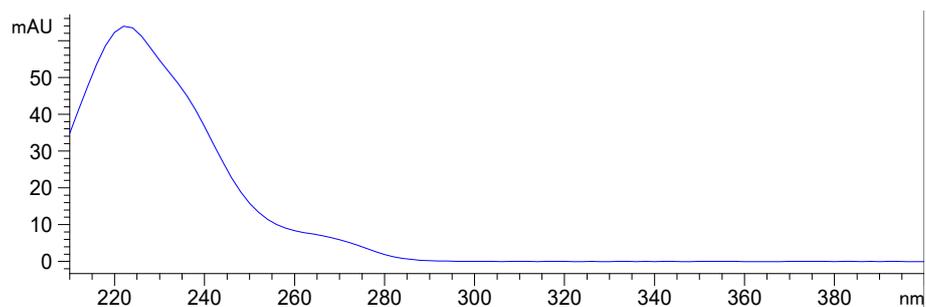
G. 莠灭净



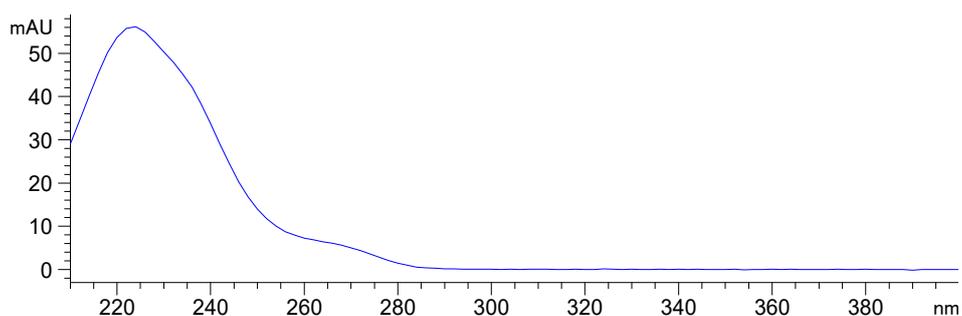
H. 扑灭津



I. 特丁津



J. 扑草净



K. 去草净

图 5.6-5 11 种均三嗪类农药的紫外吸收光谱图

表 5.6-24 11 种均三嗪类农药最大吸收波长和辅助波长

目标物	最大吸收波长/nm	辅助波长/nm
西玛津	222	265 (肩峰)
莠去通	219	231 (半峰高)
西草净	222	235 或 262 (肩峰)
阿特拉津	222	266 (肩峰)
仲丁通	219	231 (半峰高)
扑灭通	219	231 (半峰高)

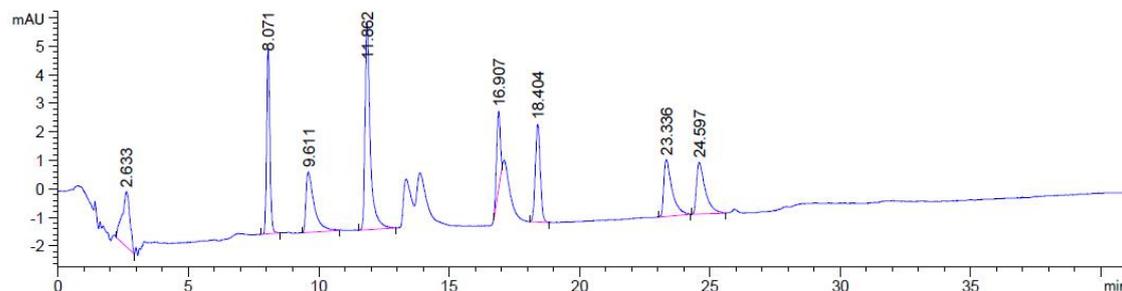
目标物	最大吸收波长/nm	辅助波长/nm
莠灭净	222	235 或 263 (肩峰)
扑灭津	222	265 (肩峰)
特丁津	223	263 (肩峰)
扑草净	222	236 或 263 (肩峰)
去草净	224	236 或 262 (肩峰)

5.6.3.2 流动相的选择

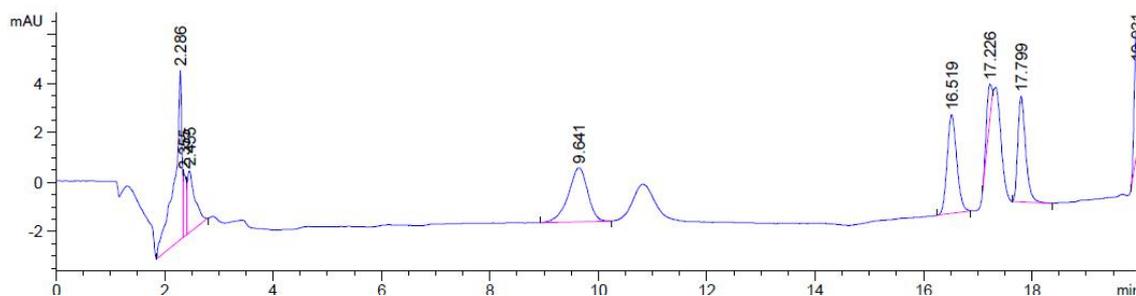
对于反相液相色谱，流动相一般为水、甲醇和乙腈。甲醇的截止波长为 210 nm，乙腈的截止波长为 190 nm。由于甲醇的截止波长距本标准检测波长（220 nm）较近，低浓度时基线波动较大，影响方法检出限。所以选择乙腈/水二元混合溶剂作为流动相。

5.6.3.3 洗脱程序的确定

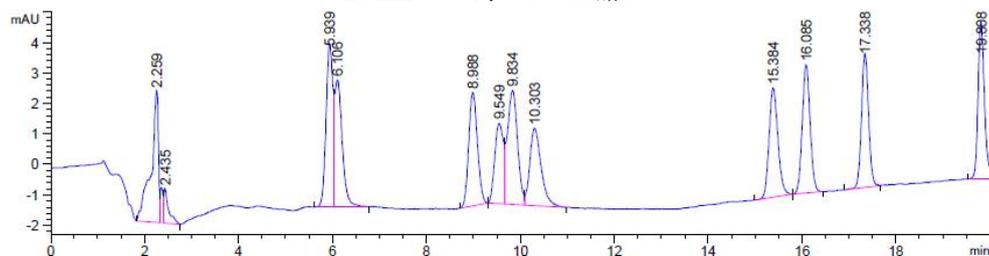
通过大量试验摸索（图 5.6-6），发现按表 5.6-25 梯度洗脱程序可实现目标物的有效分离（图 5.6-7）：



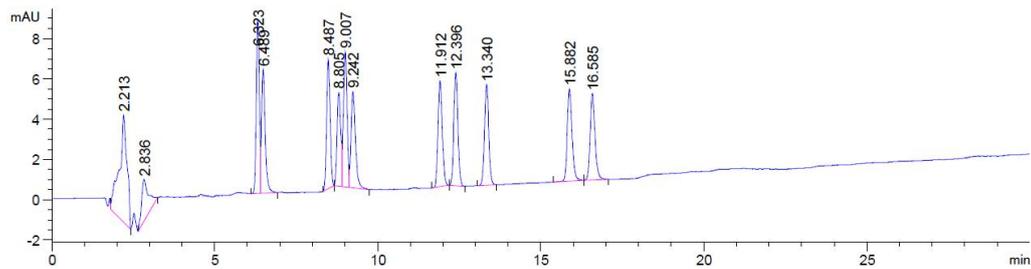
A.洗脱程序为：初始—60%水、40%乙腈，40 min—30%水、70%乙腈，41 min—60%水、40%乙腈。



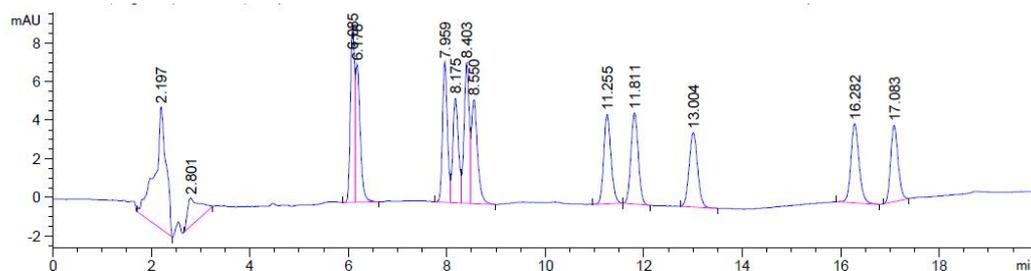
B.洗脱程序为：初始—70%水、30%乙腈，11 min—70%水、30%乙腈，19 min—30%水、70%乙腈，20 min—70%水、30%乙腈。



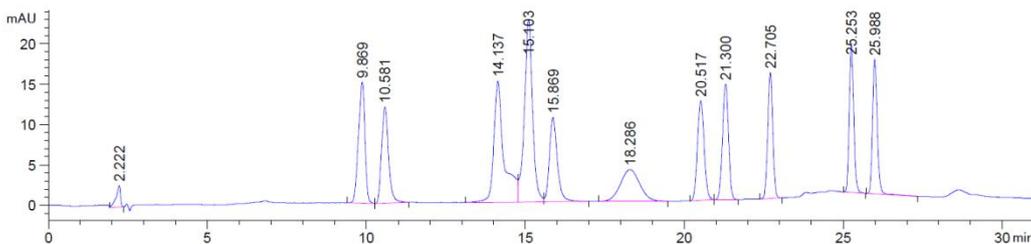
C.洗脱程序为：初始—60%水、40%乙腈，10 min—60%水、40%乙腈，20 min—30%水、70%乙腈，21 min—60%水、40%乙腈。



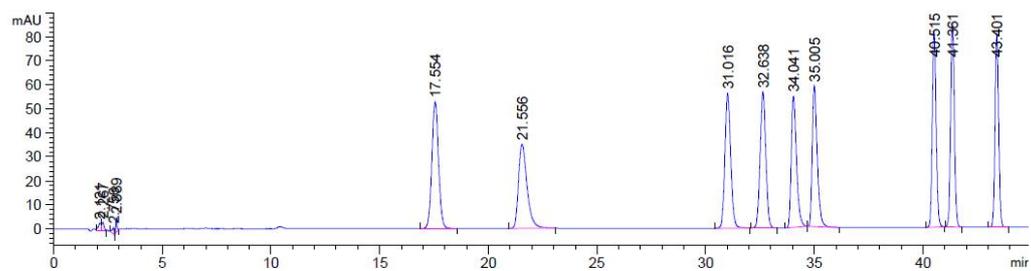
D.洗脱程序为：初始—60%水、40%乙腈，29 min—20%水、80%乙腈，30 min—60%水、40%乙腈。



E.洗脱程序为：初始—60%水、40%乙腈，5 min—50%水、50%乙腈，11 min—60%水、40%乙腈，19 min—30%水、70%乙腈，20 min—60%水、40%乙腈。



F.洗脱程序为：初始—70%水、30%乙腈，5 min—65%水、35%乙腈，17 min—55%水、45%乙腈，22 min—40%水、60%乙腈，31 min—70%水、30%乙腈。



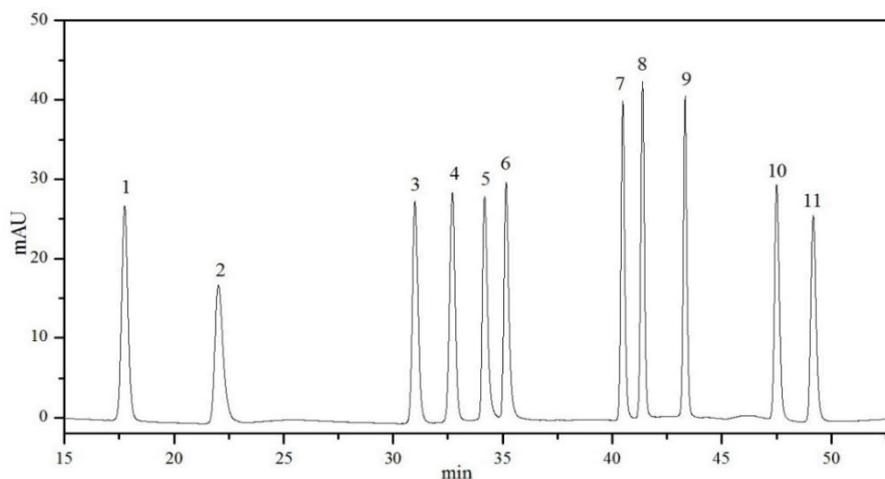
G.洗脱程序为：初始—75%水、25%乙腈，20 min—75%水、25%乙腈，30 min—65%水、35%乙腈，40 min—50%水、50%乙腈，44 min—50%水、50%乙腈，45 min—75%水、25%乙腈。

图 5.6-6 部分梯度洗脱程序优化过程的谱图

表 5.6-25 参考梯度洗脱程序

时间/min	水/%	乙腈/%
0	75	25
20	75	25
30	65	35
40	50	50
50	50	50
51	0	100

时间/min	水/%	乙腈/%
57	0	100
60	75	25

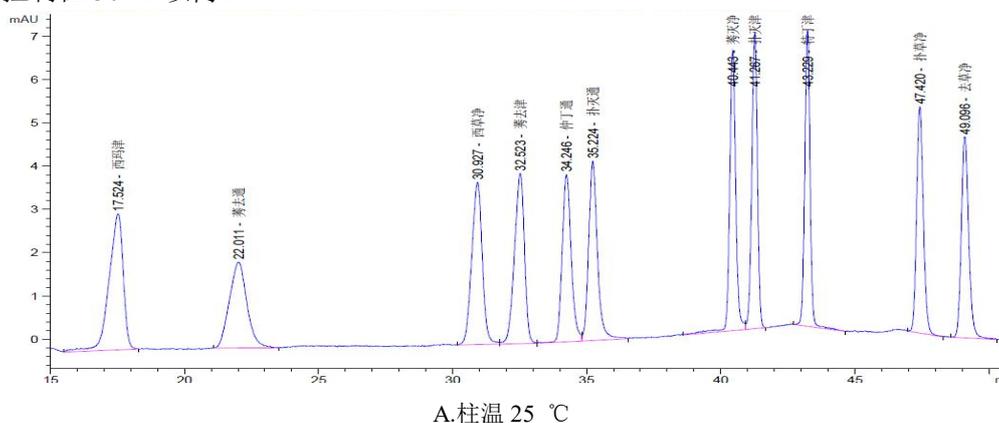


1.西玛津; 2.莠去通; 3.西草净; 4.阿特拉津; 5.仲丁通; 6.扑灭通;
7.莠灭净; 8.扑灭津; 9.特丁津; 10.扑草净; 11.去草净

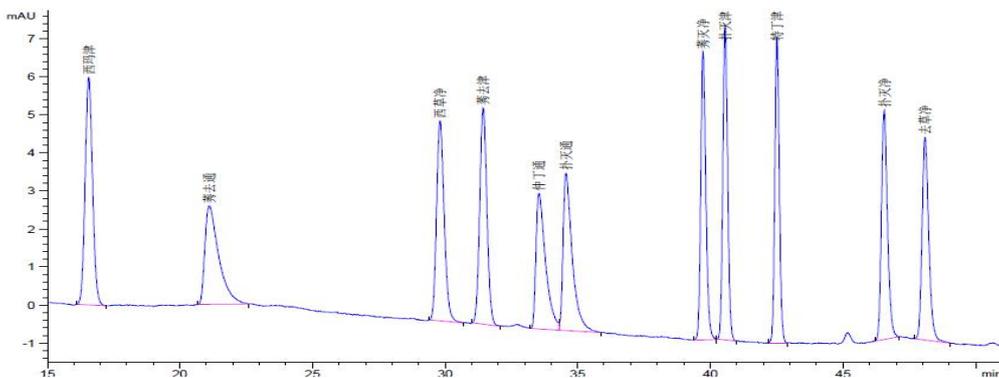
图 5.6-7 11 种均三嗪类农药色谱图 ($\rho=5.00 \text{ mg/L}$)

5.6.3.4 柱温的选择

实验结果表明，柱温对 11 种均三嗪类农药的分离效果和效应强度没有明显影响，但随着柱温的升高，色谱图基线逐渐不稳，干扰物峰响应增强（图 5.6-8），故本标准液相色谱柱温控制在 30 °C 以内。



A.柱温 25 °C



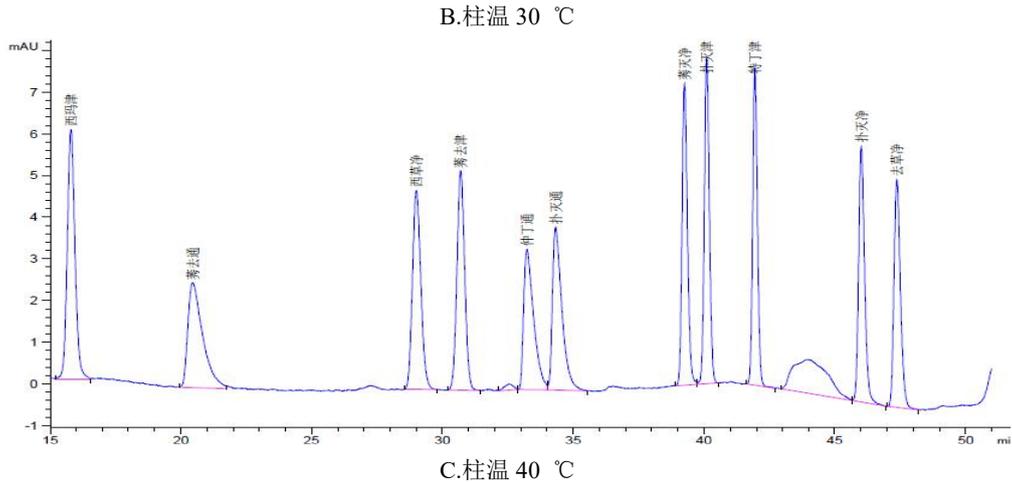
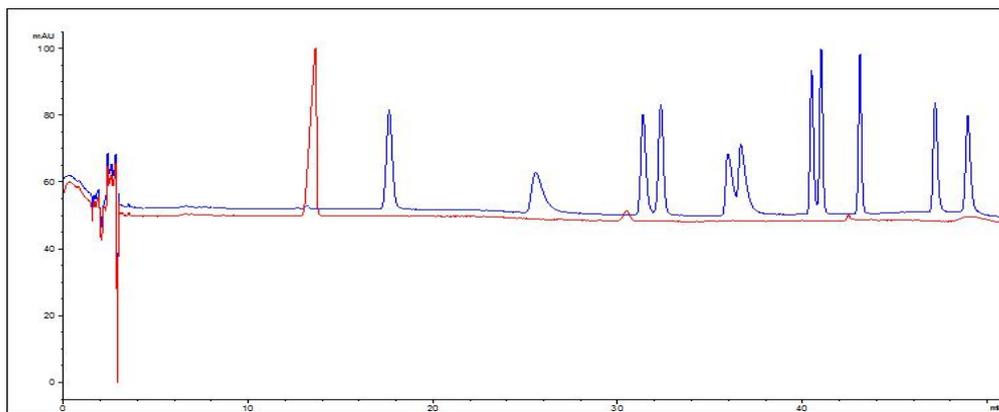


图 5.6-8 不同柱温时 11 种均三嗪类农药液相色谱图 ($\rho=0.50 \text{ mg/L}$)

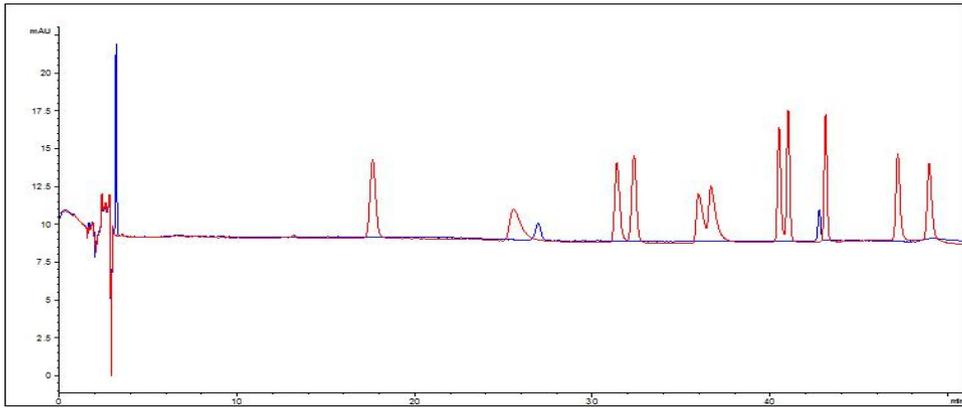
5.6.3.5 干扰物的排除

除三嗪类农药外，多环芳烃类、酚类和邻苯二甲酸酯类也是采用液相色谱分离紫外检测器分析的常见化合物，本标准考察了它们对 11 种均三嗪类农药分析时的干扰情况。

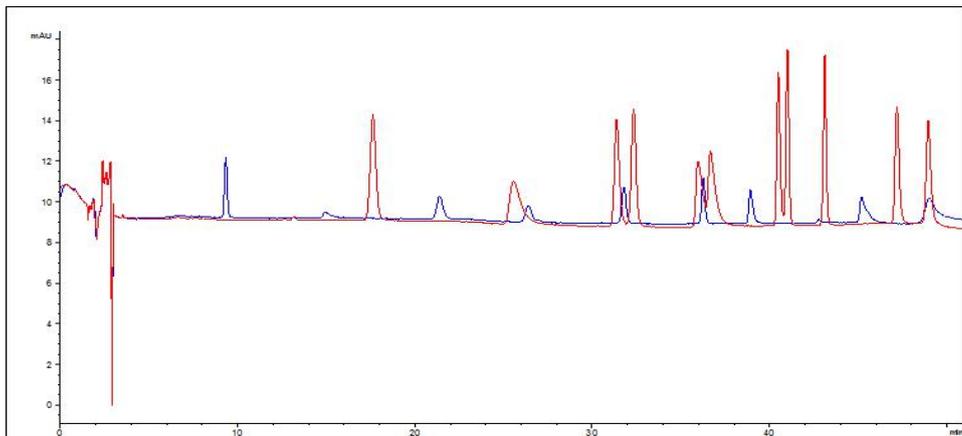
实验结果表明，采用与均三嗪类农药相同的液相色谱分析条件，16 种多环芳烃类化合物（萘、芴烯、芴、芴、菲、蒽、荧蒽、苝、苯并[a]蒽、蒽、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、苯并[a]苝、茚苯[1,2,3-c,d]苝、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]花）和 6 种邻苯二甲酸酯类化合物（邻苯二甲酸丁苄酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二-2-乙基己酯、邻苯二甲酸二异癸酯、邻苯二甲酸二异壬酯、邻苯二甲酸二正辛酯）的出峰与 11 种均三嗪类农药目标物峰并不重叠，出峰时间接近的两峰分离度也接近 1（图 5.6-9 A、B），可通过保留时间定性来排除干扰；11 种酚类化合物（苯酚、对硝基酚、邻氯酚、2,4-二硝基酚、邻硝基酚、2,4-二甲酚、4-氯间甲酚、2,4-二氯酚、4,6-二硝基邻甲酚、2,4,6-三氯酚、五氯酚）的出峰则与均三嗪类农药有较多重叠，但可通过净化实验去除干扰（图 5.6-9 C、D）。



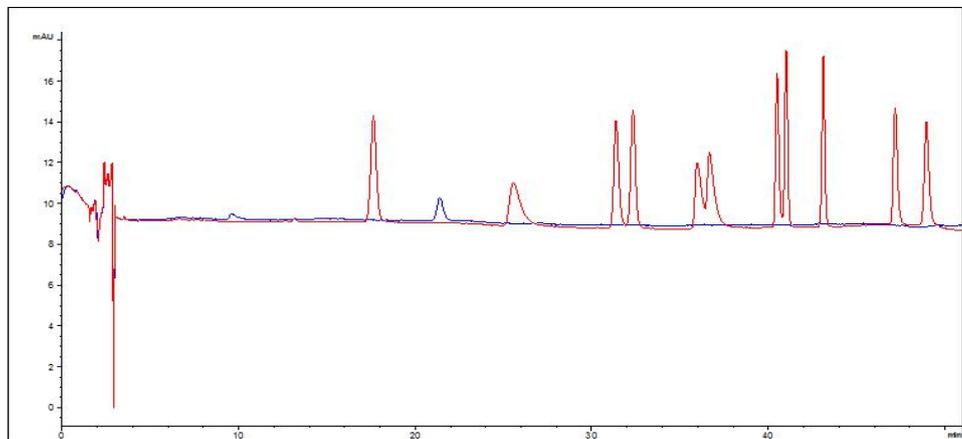
A. 多环芳烃类化合物与均三嗪类农药液相色谱图 ($\rho=1.00 \text{ mg/L}$)



B.邻苯二甲酸酯类化合物与均三嗪类农药液相色谱图 ($\rho=1.00 \text{ mg/L}$)



C.净化前酚类化合物与均三嗪类农药液相色谱图 ($\rho=1.00 \text{ mg/L}$)



D.净化后酚类化合物与均三嗪类农药液相色谱图 ($\rho=1.00 \text{ mg/L}$)

图 5.6-9 干扰物与均三嗪类农药液相色谱图

(红线为均三嗪农药谱图、蓝线为干扰物谱图)

5.6.3.6 定性、定量方法

以目标化合物的保留时间定性，必要时可采用标准样品加入法、计算不同波长下的吸收比、紫外谱图扫描或液相色谱质谱联用仪确认等方法辅助定性。

采用外标法定量，即配制 10 个浓度分别为 1.00、2.50、5.00、10.0、20.0、40.0、50.0、80.0、100、250 mg/L 的 11 种均三嗪类农药标准混合溶剂，按上述仪器条件完成测定，以标准系列质量浓度为横坐标、对应的信号响应值为纵坐标，建立外标法校准曲线（表 5.6-26）。

表 5.6-26 11 种均三嗪类农药标准曲线系列参数

化合物名称	保留时间/min	线性方程	相关系数	线性范围/(mg/L)
西玛津	17.845	$y = 0.11x + 8.24$	0.9999	1.00~250
莠去通	23.743	$y = 0.10x - 1.63$	0.9999	1.00~250
西草净	31.441	$y = 0.10x + 9.02$	0.9999	1.00~250
阿特拉津	32.783	$y = 0.10x + 11.66$	0.9999	1.00~250
仲丁通	35.398	$y = 0.08x - 3.54$	0.9999	1.00~250
扑灭通	36.089	$y = 0.09x + 4.28$	0.9999	1.00~250
莠灭净	40.712	$y = 0.09x + 16.01$	0.9999	1.00~250
扑灭津	41.405	$y = 0.09x + 32.78$	0.9999	1.00~250
特丁津	43.353	$y = 0.09x + 38.76$	0.9999	1.00~250
扑灭净	47.710	$y = 0.09x + 10.54$	0.9999	1.00~250
去草净	49.432	$y = 0.09x + 9.50$	0.9999	1.00~250

5.7 结果计算与表示

5.7.1 结果计算公式

土壤样品中三嗪类农药的含量按式（1）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_1 \times D}{m \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中： w_i ——样品中目标物的含量，mg/kg；

ρ_i ——从标准曲线所得试样中目标物的质量浓度，mg/L；

V_1 ——试样定容体积，ml；

D ——稀释倍数；

m ——样品量（湿重），g；

W_{dm} ——样品的干物质含量，%。

沉积物样品中三嗪类农药的含量按式（2）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_2 \times D}{m \times (1 - W_{H_2O})} \quad (2)$$

式中： w_i ——样品中目标物的含量，mg/kg；

ρ_i ——从标准曲线所得试样中目标物的质量浓度，mg/L；

V_2 ——试样定容体积，ml；

D ——稀释倍数，无量纲；

m ——样品量（湿重），g；

W_{H_2O} ——样品的含水率，%。

5.7.2 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

5.8 方法检出限的确定

HJ168-2010 规定，按照样品分析的全部步骤（提取方法为加压流体萃取、净化方法为氨基柱净化），对预计含量为方法检出限 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 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。

本实验以目标物含量为 0.1mg/kg 的空白石英砂加标样品测定结果计算方法检出限（表 5.8-1）。其中 67.5%的测定含量在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内；92.2%的测定含量在 1~10 倍计算出的方法检出限范围内；没有测定含量超过 20 倍计算出的方法检出限，均满足 H168-2010 规定要求。目标物方法检出限为 0.02~0.12 mg/kg，定量下限为 0.08~0.48 mg/kg。

表 5.8-1 11 种均三嗪类农药方法检出限和测定下限

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑草净	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果/ (mg/kg)	1	0.09	0.05	0.09	0.097	0.10	0.10	0.09	0.09	0.08	0.10	0.10
	2	0.08	0.07	0.09	0.09	0.10	0.09	0.09	0.08	0.07	0.10	0.10
	3	0.09	0.07	0.08	0.09	0.09	0.09	0.11	0.08	0.07	0.1	0.12
	4	0.09	0.07	0.09	0.09	0.10	0.10	0.11	0.09	0.08	0.10	0.10
	5	0.08	0.04	0.09	0.08	0.09	0.08	0.10	0.08	0.07	0.09	0.09
	6	0.08	0.05	0.07	0.08	0.08	0.08	0.11	0.07	0.06	0.07	0.08
	7	0.10	0.06	0.08	0.08	0.09	0.10	0.09	0.08	0.07	0.09	0.09
平均值 \bar{X} / (mg/kg)	0.09	0.06	0.08	0.09	0.09	0.09	0.10	0.08	0.07	0.11	0.10	
标准偏差 S / (mg/kg)	7.16×10^{-3}	0.01	7.06×10^{-3}	5.56×10^{-3}	7.42×10^{-3}	7.18×10^{-3}	9.35×10^{-3}	5.87×10^{-3}	5.82×10^{-3}	0.04	0.01	
方法检出限 / (mg/kg)	0.02	0.04	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.12	0.04	
测定下限 / (mg/kg)	0.08	0.16	0.08	0.08	0.08	0.08	0.12	0.08	0.08	0.48	0.16	

5.9 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、硅酸镁柱净化。

5.9.1 方法精密度

本实验对 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的空白石英砂进行了精密度测试（表 5.9-1~表 5.9-3），6 次重复测试结果的相对标准偏差在 1.9%~14%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 2.5%~20%之间，说明方法精密度良好。

5.9.2 方法准确度

本实验对 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 三个加标含量的空白石英砂进行了准确度测试（表 5.9-4~表 5.9-6），6 次重复测定的平均回收率在 58%~89%之间。

表 5.9-1 加标含量为 0.50 mg/kg 的空白石英砂测定精密度

平行样品编号		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑草净	特丁津	扑草净	去草净
测定结果/ (mg/kg)	1	0.38	0.31	0.36	0.38	0.41	0.38	0.40	0.38	0.42	0.37	0.38
	2	0.41	0.31	0.37	0.41	0.45	0.40	0.41	0.38	0.44	0.40	0.40
	3	0.41	0.30	0.38	0.42	0.46	0.40	0.41	0.38	0.52	0.45	0.44
	4	0.40	0.30	0.36	0.40	0.44	0.37	0.39	0.36	0.49	0.39	0.38
	5	0.39	0.30	0.36	0.39	0.42	0.37	0.39	0.36	0.50	0.37	0.40
	6	0.38	0.32	0.35	0.38	0.40	0.36	0.39	0.35	0.42	0.36	0.36
平均值 \bar{X} / (mg/kg)		0.40	0.31	0.36	0.40	0.43	0.38	0.40	0.37	0.46	0.39	0.39
标准偏差 S/ (mg/kg)		0.01	5.74×10^{-3}	9.81×10^{-3}	0.01	0.02	0.01	8.23×10^{-3}	0.01	0.04	0.03	0.03
相对标准偏差 RSD/ (%)		3.4	1.9	2.7	3.8	5.1	3.8	2.1	3.9	9.3	8.5	6.9
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 RAD_{\max} / (%)		3.8	3.2	4.1	5.0	7.0	5.3	2.5	4.1	11	11	10

表 5.9-2 加标含量为 2.00 mg/kg 的空白石英砂测定精密度

平行样品编号		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑草净	特丁津	扑草净	去草净
测定结果/ (mg/kg)	1	1.37	1.36	1.39	1.52	1.36	1.70	1.46	1.55	1.55	1.54	1.53
	2	1.55	1.47	1.72	1.68	1.57	1.93	1.84	1.68	1.76	1.85	1.84
	3	1.13	1.15	1.22	1.24	1.13	1.39	1.24	1.23	1.28	1.27	1.28
	4	1.49	1.67	1.72	1.52	1.57	1.89	1.75	1.49	1.63	1.74	1.72
	5	1.46	1.42	1.52	1.54	1.38	1.67	1.61	1.54	1.61	1.57	1.56
	6	1.53	1.51	1.61	1.67	1.48	1.83	1.74	1.69	1.79	1.75	1.74
平均值 \bar{X} / (mg/kg)		1.42	1.43	1.53	1.53	1.42	1.74	1.60	1.53	1.60	1.62	1.61
标准偏差 S/ (mg/kg)		0.16	0.17	0.20	0.16	0.17	0.20	0.22	0.17	0.18	0.21	0.20
相对标准偏差 RSD/ (%)		11	12	13	10	12	12	14	11	11	13	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 RAD_{\max} / (%)		16	18	17	15	16	16	20	16	17	19	18

表 5.9-3 加标含量为 8.00 mg/kg 的空白石英砂测定精密度

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑草净	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果/ (mg/kg)	1	6.49	6.61	6.91	7.02	6.20	7.56	6.97	7.13	7.00	6.93	6.92
	2	6.38	6.22	6.51	6.54	5.83	7.14	6.60	6.65	6.89	6.54	6.57
	3	6.46	6.58	6.86	6.93	6.17	7.50	6.96	7.08	7.00	6.93	6.97
	4	6.79	6.57	6.92	6.99	6.20	7.56	7.00	7.11	7.27	6.94	6.97
	5	6.39	6.03	6.40	6.55	5.67	7.03	6.55	6.64	6.96	6.52	6.52
	6	6.76	6.51	7.00	7.04	6.15	7.64	7.17	7.18	7.31	7.15	7.14
平均值 \bar{X} / (mg/kg)	6.55	6.42	6.77	6.84	6.04	7.40	6.87	6.97	7.07	6.83	6.85	
标准偏差 S/ (mg/kg)	0.18	0.24	0.25	0.23	0.23	0.25	0.25	0.25	0.17	0.25	0.25	
相对标准偏差 RSD/ (%)	2.8	3.7	3.7	3.4	3.8	3.4	3.6	3.6	2.5	3.7	3.6	
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 RAD_{\max} / (%)	3.1	4.6	4.5	3.7	4.5	4.2	4.5	3.9	3.0	4.6	4.5	

表 5.9-4 加标含量为 0.50 mg/kg 的空白石英砂回收率结果

目标物	1	2	3	4	5	6	平均值
西玛津	73	78	78	75	74	72	75
莠去通	60	59	58	58	58	60	59
西草净	69	72	72	69	68	67	70
阿特拉津	73	78	79	76	74	72	75
仲丁通	77	84	85	82	78	75	80
扑灭通	72	74	74	70	69	68	71
莠灭净	79	79	80	76	76	77	78
扑灭津	75	75	74	70	70	68	72
特丁津	81	85	99	95	95	80	89
扑草净	71	77	86	75	71	69	75
去草净	56	59	65	57	59	54	58

注：表中数值单位为%。

表 5.9-5 加标含量为 2.00 mg/kg 的空白石英砂回收率结果

目标物	1	2	3	4	5	6	平均值
西玛津	63	71	52	68	67	70	65
莠去通	67	72	56	82	69	74	70
西草净	68	84	59	84	74	78	75
阿特拉津	70	77	57	70	71	76	70
仲丁通	73	85	61	85	75	80	76
扑灭通	75	85	61	83	73	80	76
莠灭净	71	89	60	85	79	84	78
扑灭津	71	77	56	68	70	77	70
特丁津	71	80	59	74	74	82	73
扑草净	75	90	61	85	76	85	79
去草净	75	90	63	84	76	84	78

注：表中数值单位为%。

表 5.9-6 加标含量为 8.00 mg/kg 的空白石英砂回收率结果

目标物	1	2	3	4	5	6	平均值
西玛津	75	73	74	78	73	78	75
莠去通	79	75	79	79	72	78	77
西草净	83	78	82	83	76	84	81
阿特拉津	81	75	79	80	75	81	78
仲丁通	81	77	81	81	74	81	79
扑灭通	81	77	81	81	76	82	80
莠灭净	83	78	83	83	78	85	82
扑灭津	81	76	80	81	75	82	79
特丁津	77	75	77	80	76	80	77
扑草净	83	78	83	83	78	85	81
去草净	83	78	83	83	78	85	82

注：表中数值单位为%。

5.10 方法适用性

5.10.1 不同类型土壤的方法适用性检验

表 5.10-1 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

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 5.10-1 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。结果表明（表 5.10-2），砂土加标 0.50 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 70%~84%，相对标准偏差在 2.7%~16%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 3.4%~18%之间；壤土加标 2.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 60%~80%，相对标准偏差在 14%~24%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 16%~28%之间；黏土加标 8.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 61%~83%，相对标准偏差在 2.8%~7.3%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 3.7%~9.5%之间。综合起来，3 种不同类型土壤基体加标 0.50 mg/kg~8.00 mg/kg 时，11 种均三嗪类农药的平均加标回收率为 60%~84%，相对标准偏差在 2.7%~24%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 3.4%~28%之间。由此可见，本方法对不同类型土壤样品适用性均良好。

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 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 含量的加标实验，开展适用性检验。结果表明（表 5.10-3），湖库型沉积物加标 2.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 57%~75%，相对标准偏差在 8.3%~16%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 12%~22%之间；河流型沉积物加标 8.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 67%~74%，相对标准偏差在 5.9%~7.8%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 7.2%~10.2%之间。综合起来，两类沉积物基体加标 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 时，目标物平均加标回收率为 57%~75%，相对标准偏差在 5.9%~16%之间，每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差在 7.2%~22%之间。说明本方法对两种类型沉积物样品适用性均良好。

表 5.10-3 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/ (mg/kg)	平均回 收率/%	RSD/%	RAD _{max} / %	加标含量/ (mg/kg)	平均回 收率/%	RSD/%	RAD _{max} / %
西玛津	2.00	68	14	21	8.00	67	5.9	7.2
莠去通	2.00	57	8.3	12	8.00	68	7.8	10
西草净	2.00	64	16	21	8.00	73	7.4	8.9
阿特拉津	2.00	70	13	20	8.00	71	6.9	8.1

仲丁通	2.00	65	13	19	8.00	72	7.6	9.5
扑灭通	2.00	66	13	19	8.00	72	7.5	9.3
莠灭净	2.00	68	14	21	8.00	74	7.5	8.8
扑灭津	2.00	69	13	19	8.00	71	7.1	8.5
特丁津	2.00	75	16	22	8.00	71	7.8	9.0
扑草净	2.00	68	14	20	8.00	73	7.2	8.3
去草净	2.00	66	13	20	8.00	73	7.3	8.6

表 5.10-2 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/ (mg/kg)	平均回收 率/%	RSD/%	RAD _{max} /%	加标含量/ (mg/kg)	平均回收 率/%	RSD/%	RAD _{max} /%	加标含量/ (mg/kg)	平均回收 率/%	RSD/%	RAD _{max} /%
西玛津	0.50	78	3.9	5.1	2.00	66	21	21	8.00	80	5.3	7.2
莠去通	0.50	70	6.3	8.8	2.00	60	20	27	8.00	61	7.3	9.1
西草净	0.50	72	2.7	3.4	2.00	67	18	20	8.00	62	6.2	9.5
阿特拉津	0.50	78	5.2	7.5	2.00	70	18	19	8.00	83	3.6	5.0
仲丁通	0.50	79	9.4	13	2.00	65	18	22	8.00	72	3.8	5.3
扑灭通	0.50	72	5.4	7.2	2.00	68	17	18	8.00	78	3.7	5.2
莠灭净	0.50	77	4.4	6.4	2.00	70	15	17	8.00	79	5.0	7.2
扑灭津	0.50	73	5.1	7.5	2.00	70	17	19	8.00	83	3.2	4.3
特丁津	0.50	84	10	11	2.00	70	24	28	8.00	82	2.8	3.7
扑草净	0.50	83	16	18	2.00	71	14	16	8.00	81	4.9	6.6
去草净	0.50	78	3.0	3.8	2.00	80	20	23	8.00	80	4.7	6.5

5.10.3 生产企业周边土壤样品的方法适用性检验

在浙江省湖州市某农药厂仓库周边采用梅花布点法采集 5 处土壤样品（均为壤土，干物质含量在 85.1%~88.7%之间），用本标准方法对其 11 种均三嗪类农药含量进行分析。其中有两个点位的土壤样品中有阿特拉津和去草净检出(表 5.10-4)，阿特拉津含量在 0.40~4.33 mg/kg 之间、去草净含量在 2.07~6.70 mg/kg 之间。

表 5.10-4 企业周边土壤样品中三嗪类农药检出情况

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)	
	阿特拉津	去草净	阿特拉津	去草净
1	3.12	5.23	0.40	2.86
2	3.75	5.60	0.50	2.60
3	4.33	4.89	0.28	2.81
4	3.28	6.70	0.40	2.46
5	3.43	6.28	0.38	2.81
6	3.33	6.54	0.45	2.07
平均值	3.54	5.87	0.40	2.60
RSD/%	12	13	18	12
RAD _{max} /%	16	16	28	16

5.11 质量控制和质量保证

5.11.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（每批次少于 20 个样品）至少做一对实验室空白，以检查可能存在的干扰，其目标化合物的测定值不得高于方法的检出限。

5.11.2 校准

标准曲线的相关系数应 ≥ 0.999 ，否则重新绘制标准曲线。

初次使用仪器，或在仪器维修、更换色谱柱或连续校准不合格时，须重新绘制标准曲线，进行初始校准。

每 20 个样品或每批次（每批次少于 20 个样品）须用标准曲线的中间浓度点进行 1 次连续校准。连续校准的相对误差应 $\leq 15\%$ ，否则应重新绘制标准曲线。

5.11.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）须分析一对平行样。

本标准拟达到的精密度要求为：实验室内平行样品测定结果的相对偏差小于 20%。但从六家实验室对含量水平不同的统一样品 6 次平行测定结果来看，最大偏差（29%）已超过该值，故规定本标准平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

5.11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）须分析一对基体加标样。

本标准拟达到的基体回收率要求为：各组分加标回收率在 60%~120%之间。但从实验室内和六家实验室对不同加标水平的统一样品测定结果来看，有部分值低于此范围，位于 50%~60% 之间，故规定本标准各组分的基体加标回收率在 50%~120%之间。

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，验证数据包括方法检出限、定量下限、精密度和准确度。

6.1.2 方法验证单位

为保证参与验证的实验室涵盖不同能力水平且液相色谱仪涵盖国内主流品牌型号，经过调研筛选，确定表 1 所述六家单位（排名不分先后），相关人员及仪器情况见表 6-1~表 6-3。

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	浙江省环境监测中心	王静	女	39	副所长/教高	环境科学	13
		刘铮铮	女	35	高工	化学	10
2	重庆市生态环境监测中心	孙静	女	37	高工	水资源与工程环境	16
		张芹	女	43	高工	生物工程	20
		郑璇	女	38	高工	物理化学	8
3	陕西省环境监测中心站	马文鹏	男	35	主任	环境科学	13
		张秦铭	男	36	副主任	分析化学	9
		和莹	女	31	工程师	环境工程	7
		范智超	男	42	高工	应用化学	19
		白昭	男	36	工程师	环境工程	5
		牛少敏	女	31	助工	化学	2
4	海南省环境监测中心站	何书海	男	36	高工	农药学	10
		张鸣珊	女	33	工程师	分析化学	5
		李腾崖	男	34	助工	环境科学	10

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)
5	武汉市环境监测中心	刘燕燕	女	49	高工	预防医学	23
		吕志勇	男	31	工程师	有机化学	6
		龚海鹏	男	31	工程师	有机化学	5
		白石	男	30	工程师	化学	7
6	黄石环境监测站	杨玲	女	33	工程师	分析化学	8
		王笑媛	女	31	分析员	化学工程与工艺	8
		闫强	男	29	助工	生物工程	4

表 6-2 参与验证单位前处理设备及其材料使用情况登记表

编号	单位	提取设备	固相净化小柱
1	浙江省环境监测中心	加压流体萃取仪 赛默飞世尔 ASE-350	氨基柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW
2	重庆市生态环境监测中心	加压流体萃取仪 赛默飞世尔 ASE-300	硅酸镁柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科
3	陕西省环境监测中心站	加压流体萃取仪 赛默飞世尔 ASE-350	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 赛默飞世尔 ASE-350	氨基柱, 1000 mg/6 ml, Waters
5	武汉市环境监测中心	自动索氏提取仪 步琪 BUCHI B-811	硅酸镁柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW
6	黄石环境监测站	索氏提取装置 上海兰仪 BSXT-04	硅胶柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科

表 6-3 参与验证单位液相色谱仪情况登记表

编号	单位	仪器厂家及型号	出厂编号	性能情况
1	浙江省环境监测中心站	waters2695	K04SM4877M	性能良好 通过计量检定
2	重庆市环境监测中心站	Agilent 1100	JP92112487	性能良好 通过计量检定
3	陕西省环境监测中心站	岛津 LC-20A	C21014317845	性能良好 通过计量检定
4	海南省环境监测中心站	Waters e2695	E07SM7960A	性能良好 通过计量检定
5	武汉市环境监测中心	Agilent 1200	DE62958574	性能良好 通过计量检定
6	黄石环境监测站	Waters e2695	E13SM7351A	性能良好 通过计量检定

6.1.3 分析方法

采用加压流体萃取法或索氏提取法提取土壤或沉积物中均三嗪类农药，根据样品基体干扰情况选择适合的固相净化小柱去除干扰物，浓缩定容后用高效液相色谱仪分离，紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。具体实验参数详见“5 方法研究报告”部分。

6.1.4 验证方案

方法检出限：分别测定均三嗪类农药含量为 0.10 mg/kg 的空白石英砂加标样品，剔除离群值后将 7 次测定结果计算标准偏差 S，方法检出限 $MDL=S\times 3.143$ 。

方法的测定下限：以 4 倍方法检出限确定为本方法目标物的测定下限。

方法精密度、准确度：六家实验室按表 6-4 所示三嗪类农药含量测定加标样品，对测定结果剔除离群值后将各平行测定 6 次的结果计算平均值、标准偏差、相对标准偏差等。

表 6-4 方法精密度和准确度实验样品信息一览表

样品类型	目标物含量 (mg/kg)		
	低	中	高
空白石英砂	0.50 (n=6)	2.00 (n=6)	8.00 (n=6)
黏土型土壤	—	—	8.00 (n=6)
壤土型土壤	—	2.00 (n=6)	—
砂土型土壤	0.50 (n=6)	—	—
河流型沉积物	—	—	8.00 (n=6)
湖库型沉积物	—	2.00 (n=6)	—

注：表中低浓度样品中目标物含量位于 10 倍方法检出限附近、中浓度样品中目标化合物含量接近《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)(征求意见稿)》中第一类用地风险筛选值(阿特拉津 2.6 mg/kg)、高浓度样品中目标化合物含量略高于《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)(征求意见稿)》中第二类用地风险筛选值(阿特拉津 7.4 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。

六家实验室证结果表明，当样品量为 10.0 g，浓缩定容体积为 1.0 ml 时，11 种均三嗪类农药方法检出限在 0.02~0.08 mg/kg 之间，测定下限在 0.08~0.32 mg/kg 之间。

对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~17%、7.3%~17%、2.2%~4.9%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 1.4%~23%、8.2%~23%、2.9%~5.7%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%~9.7%、10%~14%、4.3%~5.8%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 11%~30%、16%~28%、4.9%~7.3%；重复性限范围分别为 0.03~0.13 mg/kg、0.40~0.63 mg/kg、0.47~0.70 mg/kg；再现性限范围分别为 0.05~0.17 mg/kg、0.37~0.60 mg/kg、0.49~0.95 mg/kg。对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~15%、8.7%~21%、1.7%~16%；

实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 2.3%~22%、11%~29%、2.5%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 2.9%~9.0%、13%~19%、5.0%~6.9%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 12%~30%、18%~32%、7.8%~14%；重复性限范围分别为 0.03~0.11 mg/kg、0.53~0.73 mg/kg、0.69~1.1 mg/kg；再现性限范围分别为 0.07~0.18 mg/kg、0.49~0.68 mg/kg、0.71~1.2 mg/kg。对含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~17%和 4.4%~11%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 4.9%~23%和 5.6%~14%；实验室间相对标准偏差分别为 9.9%~13%和 5.7%~8.5%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 21%~28%和 9.8%~14%；重复性限范围分别为 0.38~0.55 mg/kg、0.94~1.4 mg/kg；再现性限范围分别为 0.41~0.55 mg/kg、0.93~1.4 mg/kg。

0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的石英砂加标样品回收率分别为：70%~81%、64%~78%、74%~80%，加标回收率最终值分别为：75%±12%~80%±14%、64%±4%~77%±10%、78%±8%。0.50、2.00 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品加标回收率分别为：71%~81%、62%~72%、62%~82%，加标回收率最终值分别为：77%±14%~81%±12%、62%±4%~71%±4%、62%±6%~82%±4%。2.00 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品加标回收率分别为：63%~74%、66%~72%，加标回收率最终值分别为：63%±8%~72%±12%、69%±6%~72%±4%。

(2) 《方法验证报告》见附件。

6.3 方法验证数据的取舍

- (1) 方法检出限：检出限选取六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，所有数据全部采用，未进行舍弃。
- (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) 标准题目由《土壤和沉积物 阿特拉津和西玛津的测定 液相色谱法》改为《土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法》；

(2) 补充了均三嗪类农药的理化指标以及生产、销售和使用情况；

(3) 完善了分析方法条件优化实验，包括样品提取方法、提取液净化方法、液相色谱仪器条件、干扰物的排除等；

(4) 完成实验室内方法性能实验，包括仪器检出限、方法检出限、方法定量下限、方法精密度和准确度、方法适用性等；

(5) 补充了样品保存实验，对标准溶液、土壤样品、沉积物样品和样品提取液的保存时间给出了建议；

(6) 完成了实验室间方法验证实验，并对验证结果进行了统计；

(7) 修改了质量控制和质量保证参数指标。

8 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 523. Determination of triazine pesticides and their degradates in drinking water by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) . 2011.2.
- (3) US EPA Method 525. Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry. 1991.5.
- (4) 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.
- (5) 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.
- (6) US EPA Method 619. The determination of triazine pesticides in municipal and industrial wastewater.
- (7) US EPA Method 1699. Pesticides in Water, Soil, Sediment, Biosolids, and Tissue by HRGC/HRMS. 2007.12.
- (8) US EPA Method 8085. Compound-independent elemental quantitation of pesticides by gas chromatography with atomic emission detection (GC/AED) . 2007.2.
- (9) US EPA Method 8141. Organophosphorus compounds by gas chromatography. 2007.2.
- (10) 日本肯定列表食品中农业化学品残留检测方法.
- (11) US AOAC Official Method 2007, 01.
- (12) 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)
- (13) GB/T23816-2009. 大豆中三嗪类农药残留量的测定[S].
- (14) GB/T21925-2008. 水中除草剂残留测定 液相色谱/质谱法[S].
- (15) GB/T21523-2008. 杂环类农药工业水污染物排放标准[S].
- (16) GB/T5750.9-2006. 生活饮用水标准检验方法-农药指标[S].
- (17) GB/T 5009.132-2003. 食品中阿特拉津残留量的测定[S].
- (18) HJ 754-2015. 水质 阿特拉津的测定 气相色谱法[S].
- (19) HJ 587-2010. 水质 阿特拉津的测定 高效液相色谱法[S].
- (20) SN/T 1972-2007. 进出口食品中阿特拉津残留量的检测方法 气相色谱-质谱法[S].
- (21) SN 0594-1996. 出口肉及肉制品中西玛津残留量检验方法[S].
- (22) Ren-Xiang Mou, Ming-Xue Chen, Zhao-Yun Cao, et al. Simultaneous determination of triazine herbicides in rice by high-performance liquid chromatography coupled with high resolution and high mass accuracy hybrid linear ion trap-orbitrap mass spectrometry[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2011, 706:149-156.
- (23) Francis I.Onuska, A.H.El-Shaarawi, K. Terry, et al. Optimization of Accelerated Solvent Extraction for the Analysis of Munitions Residues in Sediment Samples[J]. *Journal of Microcolumn Separations*, 2001, 13 (2) :54-61.

- (24) Carlo Giorgio Zambonin, Francesco Palmisano. Determination of triazines in soil leachates by solid-phase microextraction coupled to gas chromatography–mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography A*, 2000, 874:247–255.
- (25) N. Rodríguez-González, M.J.González-Castro, E.Beceiro-González, et al. Determination of triazine herbicides in seaweeds: Development of a sample preparation method based on Matrix Solid Phase Dispersion and Solid Phase Extraction Clean-up[J]. *Talanta*, 2014, 121:194-198.
- (26) Xiao Yanga, Rui Yua, Shaohua Zhangb, et al. Aqueous two-phase extraction for determination of triazine herbicides in milk by high-performance liquid chromatography[J]. *Journal of Chromatography sB*, 2014, 972:111-116.
- (27) Chanbasha Basheer, Hian Kee Lee. Hollow fiber membrane-protected solid-phase microextraction of triazine herbicides in bovine milk and sewage sludge samples[J]. *Journal of Chromatography A*, 2004, 1047:189-194.
- (28) Guang Min, Shuo Wang, Huaping Zhu, et al. Multi-walled carbon nanotubes as solid-phase extraction adsorbents for determination of atrazine and its principal metabolites in water and soil samples by gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Science of the Total Environment*, 2008, 396:79-85.
- (29) Gang Shen, Hian Kee Lee. Determination of triazines in soil by microwave-assisted extraction followed by solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography A*, 2003, 985:167-174.
- (30) T. Dagnaca, S. Bristeaua, R. Jeannota. Determination of chloroacetanilides, triazines and phenylureas and some of their metabolites in soils by pressurised liquid extraction, GC-MS/MS, LC-MS and LC-MS/MS[J]. *Journal of Chromatography A*, 2005, 1067:225-233.
- (31) Peng Li, Xin Yang, Hong Miao, et al. Simultaneous determination of 19 triazine pesticides and degradation products in processed cereal samples from Chinese total diet study by isotope dilution-high performance liquid chromatography-linear ion trap mass spectrometry[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2013, 781:63-71.
- (32) Tiantian Liu, Peng Cao, Jinpei Geng. Determination of triazine herbicides in milk by cloud point extraction and high-performance liquid chromatography[J]. *Food Chemistry*, 2014, 142:358-364.
- (33) Jianhua Cheng, Miao Liu, Xinyou Zhang, et al. Determination of triazine herbicides in sheep liver by microwave-assisted extraction and high performance liquid chromatography[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2007, 590:34-39.
- (34) Aijun Gong, Changming Ye. Analysis of trace atrazine and simazine in environmental samples by liquid chromatography-fluorescence detection with pre-column derivatization reaction[J]. *Journal of Chromatography A*, 1998, 827:57-63.
- (35) Guangying Zhao, Shuangju Song, Chun Wang. Determination of triazine herbicides in environmental water samples by high-performance liquid chromatography using

- graphene-coated magnetic nanoparticles as adsorbent[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2011, 708:155-159.
- (36) Amalric L, Mouvet C, Pichon V, et al. Molecularly imprinted polymer applied to the determination of the residual mass of atrazine and metabolites within an agricultural catchment (Brevilles France) [J]. *Journal of chromatography A*, 2008, 1206:95-104.
- (37) FI Onuska, AH El - Shaarawi, K Terry, EM Vieira. Optimization of Accelerated Solvent Extraction for the Analysis of Munitions Residues in Sediment Samples[J]. *Journal of Microcolumn Separations*, 2001, 13 (2) :54-61.
- (38) Vera Trajkovska, Development and optimization of a method for the determination of simazine, atrazine and propazine using solid-phase extraction and HPLC/GC[J]. *J.Serb.Chem.Soc.* 2001, 66 (3) :199-204.
- (39) Li. P.; Yang. X.; Miao. H, Simultaneous determination of 19 triazine pesticides and degradation products in processed cereal samples from Chinese total diet study by isotope dilution-high performance liquid chromatography-linear ion trap mass spectrometry[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2013, 781:63-71.
- (40) Guohua Xiong, Jinming Liang, Shichun Zou, Microwave-assisted extraction of atrazine from soil followed by rapid detection using commercial ELISA kit[J]. *Analytica Chimica Acta*, 1998, 371:97-103.
- (41) Qiuhua Wu . Application of ultrasound-assisted emulsification microextraction for the determination of triazine herbicides in soil samples by high performance liquid chromatography[J]. *Microchim Acta*, 2010, 170:59-65.
- (42) Nagaraju, D.; Huang, S., Determination of triazine herbicides in aqueous samples by dispersive liquid-liquid microextraction with gas chromatography-ion trap mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography A*, 2007, 1161 (1-2) :89-97.
- (43) Rocha, C.; Pappas, E. A.; Huang, C., Determination of trace triazine and chloroacetamide herbicides in tile-fed drainage ditch water using solid-phase microextraction coupled with GC-MS[J]. *Environmental Pollution* 2008, 152 (1) :239-244.
- (44) Durovic, R. D.; Dordevic, T. M., Effects of soil composition on solid phase microextraction determination of triazine and organophosphorus pesticides[J]. *Journal of environmental science and health part B-pesticides food contaminants and agricultural wastes.* 2012, 47 (9) :851-857.
- (45) Sambe H, Hosgina K, Haginaka J. Molecularly Imprinted Polymers for Triazine Herbicides Prepared by Multi-step Swelling and Polymerization Method: Their Application to the Determination of Methylthiotriazine Herbicides in River Water[J]. *J Chromatogr A*, 2007, 1152:130-137.
- (46) ChunWang, Shujing Ji. Determination of Triazine Herbicides in Environmental Samples by Dispersive Liquid-Liquid Microextraction Coupled with High Performance Liquid Chromatography[J]. *Journal of Chromatographic Science*, 2011, 49:689-696.

- (47) Me Queiroz, Fm LanAs. Analytical methods for the determination of alachlor, metolachlor, simazine and atrazine mobility in soils[J]. Journal of Environmental Science Health Part, 2000, 35 (4) :467-476.
- (48) CG Zambonin, F Palmisano. Determination of triazines in soil leachates by solid-phase microextraction coupled to gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2000, 874 (2) :247-255.
- (49) Anna M. Comerton a, Robert C. Andrews, David M. Bagley. Membrane adsorption of endocrine disrupting compounds and pharmaceutically active compounds[J]. Journal of Membrane Science, 2007, 303:267-277.
- (50) 张大弟, 徐正泰, 王勋良. 苏联确定农药土壤卫生标准的进展[J]. 环境科学丛刊. 1984, 3 (5) :11-20.
- (51) 潘顺昌. 关于土壤中有害物质的卫生标准问题[J]. 卫生研究. 1983, 1:118-122.
- (52) 王小飞, 刘潇威, 王璐. 加速溶剂提取-固相萃取净化-高效液相色谱法测定土壤中 12 种均三嗪类农药的残留量[J]. 农业环境科学学报, 2013, 32 (10) : 2099-2104.
- (53) 李爱强, 陈军, 张宗祥. 高效液相色谱法测定土壤中三嗪类农药[J]. 环境监测管理与技术. 2008, 20 (3) : 44-46.
- (54) 李在田. 气相色谱测定土壤中微量阿特拉津[J]. 中国环境监测. 2005, 21 (2) : 20-21.
- (55) 方灵, 苏德森, 刘文静等. 多壁碳纳米管固相萃取气相色谱-串联质谱法测定乌龙茶及土壤中 10 种三嗪类除草剂残留[J]. 农药学学报. 2017, 5: 617-623.
- (56) 梁焱, 陈盛, 张鸣珊等. 快速溶剂萃取-气相色谱-质谱法测定土壤中 24 种半挥发性有机物含量[J]. 理化检验 (化学分册). 2016, 52 (6) : 677-683.
- (57) 程启明, 黄青, 廖祯妮等. 加压流体萃取-气相色谱/质谱法测定灯盏花及其土壤中阿特拉津和二甲戊乐灵残留[J]. 分析科学学报. 2015, 1: 115-118.
- (58) 杨会会, 宋国强, 李爱民, 等. ASE 萃取-GPC 净化-HPLC 法测定土壤中阿特拉津[J]. 环境监测管理与技术, 2013, 25 (6) : 40-42.
- (59) 王晓春, 刘庆龙, 杨永亮. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定农田土壤中 31 种均三嗪类农药残留[J]. 分析化学, 2014, 42 (3) : 396-396.

附一

方法验证报告

方法名称：土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法

项目主编单位：湖北省环境监测中心站

验证单位：浙江省环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、陕西省环境监测中心站、海南省环境监测中心站、武汉市环境监测中心和黄石环境监测站

项目负责人及职称：郭丽（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：朱小琴、朱季红、李桦欣、刘彬（工程师）

报告日期：2017 年 11 月 25 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，验证数据包括方法检出限、定量下限、精密度和准确度。

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

参与验证单位及人员基本情况、仪器使用情况、前处理设备及材料使用情况如下。

表 1.1-1 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	浙江省环境监测中心	王静	女	39	副所长/教高	环境科学	13
		刘铮铮	女	35	高工	化学	10
2	重庆市生态环境监测中心	孙静	女	37	高工	水资源与工程环境	16
		张芹	女	43	高工	生物工程	20
		郑璇	女	38	高工	物理化学	8
3	陕西省环境监测中心站	马文鹏	男	35	主任	环境科学	13
		张秦铭	男	36	副主任	分析化学	9
		和莹	女	31	工程师	环境工程	7
		范智超	男	42	高工	应用化学	19
		白昭	男	36	工程师	环境工程	5
		牛少敏	女	31	助工	化学	2
4	海南省环境监测中心站	何书海	男	36	高工	农药学	10
		张鸣珊	女	33	工程师	分析化学	5
		李腾崖	男	34	助工	环境科学	10
5	武汉市环境监测中心	刘燕燕	女	49	高工	预防医学	23
		吕志勇	男	31	工程师	有机化学	6
		龚海鹏	男	31	工程师	有机化学	5
		白石	男	30	工程师	化学	7
6	黄石环境监测站	杨玲	女	33	工程师	分析化学	8
		王笑媛	女	31	分析员	化学工程与工艺	8

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)
		闫强	男	29	助工	生物工程	4

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	固相净化小柱
1	浙江省环境监测中心	加压流体萃取仪 赛默飞世尔 ASE-350	氨基柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW
2	重庆市生态环境监测中心	加压流体萃取仪 赛默飞世尔 ASE-300	硅酸镁柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科
3	陕西省环境监测中心站	加压流体萃取仪 赛默飞世尔 ASE-350	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 赛默飞世尔 ASE-350	氨基柱, 1000 mg/6 ml, Waters
5	武汉市环境监测中心	自动索氏提取仪 步琪 BUCHI B-811	硅酸镁柱, 1000 mg/6 ml, 德国 CNW
6	黄石环境监测站	索氏提取装置 上海兰仪 BSXT-04	硅胶柱, 1000 mg/6 ml, 色谱科

表 1.1-3 参与验证单位液相色谱仪情况登记表

编号	单位	仪器厂家及型号	出厂编号	性能情况
1	浙江省环境监测中心站	waters2695	K04SM4877M	性能良好 通过计量检定
2	重庆市环境监测中心站	Agilent 1100	JP92112487	性能良好 通过计量检定
3	陕西省环境监测中心站	岛津 LC-20A	C21014317845	性能良好 通过计量检定
4	海南省环境监测中心站	Waters e2695	E07SM7960A	性能良好 通过计量检定
5	武汉市环境监测中心	Agilent 1200	DE62958574	性能良好 通过计量检定
6	黄石环境监测站	Waters e2695	E13SM7351A	性能良好 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 浙江省环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果 (mg/kg)	1	0.09	0.05	0.09	0.09	0.12	0.102	0.13	0.09	0.13	0.09	0.09
	2	0.09	0.11	0.09	0.09	0.09	0.09	0.10	0.09	0.12	0.10	0.10
	3	0.10	0.05	0.09	0.10	0.13	0.11	0.12	0.10	0.11	0.10	0.10
	4	0.09	0.05	0.08	0.09	0.11	0.10	0.11	0.08	0.16	0.09	0.08
	5	0.09	0.04	0.09	0.10	0.11	0.10	0.11	0.09	0.13	0.10	0.08
	6	0.08	0.09	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.12	0.08	0.08
	7	0.08	0.09	0.07	0.08	0.12	0.09	0.12	0.08	0.08	0.07	0.06
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)	0.09	0.07	0.08	0.09	0.11	0.10	0.11	0.09	0.12	0.09	0.09	
标准偏差 S_1 (mg/kg)	7.54×10^{-3}	0.03	8.81×10^{-3}	8.45×10^{-3}	0.02	7.09×10^{-3}	0.01	6.14×10^{-3}	0.03	9.89×10^{-3}	0.01	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
检出限 (mg/kg)	0.02	0.08	0.03	0.03	0.05	0.02	0.04	0.02	0.08	0.03	0.04	
测定下限 (mg/kg)	0.08	0.32	0.12	0.12	0.20	0.08	0.16	0.08	0.32	0.12	0.16	

表 1.2-2 重庆市生态环境环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果 (mg/kg)	1	0.08	0.11	0.09	0.08	0.10	0.09	0.10	0.07	0.08	0.09	0.10
	2	0.08	0.12	0.09	0.09	0.10	0.08	0.10	0.06	0.08	0.10	0.10
	3	0.09	0.13	0.11	0.10	0.11	0.09	0.11	0.07	0.09	0.09	0.10
	4	0.08	0.12	0.10	0.09	0.10	0.10	0.12	0.07	0.08	0.10	0.10
	5	0.08	0.13	0.10	0.09	0.10	0.09	0.11	0.07	0.08	0.09	0.10
	6	0.08	0.11	0.09	0.08	0.10	0.09	0.09	0.06	0.08	0.10	0.09
	7	0.08	0.12	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.07	0.07	0.10	0.10
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)	0.08	0.12	0.09	0.09	0.10	0.09	0.10	0.07	0.08	0.10	0.10	
标准偏差 S_2 (mg/kg)	3.66×10^{-3}	7.46×10^{-3}	7.50×10^{-3}	8.65×10^{-3}	4.20×10^{-3}	3.99×10^{-3}	9.94×10^{-3}	4.58×10^{-3}	5.51×10^{-3}	3.70×10^{-3}	3.50×10^{-3}	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
检出限 (mg/kg)	0.01	0.02	0.02	0.03	0.01	0.01	0.03	0.01	0.02	0.01	0.01	
测定下限 (mg/kg)	0.04	0.08	0.08	0.12	0.04	0.04	0.12	0.04	0.08	0.04	0.04	

表 1.2-3 陕西省环境监测中心站方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果 (mg/kg)	1	0.08	0.10	0.08	0.08	0.11	0.10	0.14	0.12	0.06	0.09	0.119
	2	0.09	0.13	0.10	0.09	0.13	0.11	0.11	0.07	0.08	0.10	0.137
	3	0.11	0.15	0.10	0.11	0.13	0.12	0.12	0.08	0.08	0.10	0.129
	4	0.09	0.12	0.09	0.08	0.12	0.10	0.12	0.08	0.06	0.08	0.122
	5	0.09	0.12	0.09	0.09	0.12	0.11	0.11	0.08	0.07	0.09	0.114
	6	0.09	0.12	0.09	0.09	0.12	0.11	0.13	0.10	0.07	0.09	0.118
	7	0.10	0.16	0.10	0.09	0.12	0.11	0.11	0.08	0.08	0.09	0.135
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)	0.09	0.13	0.09	0.09	0.12	0.11	0.12	0.09	0.07	0.09	0.12	
标准偏差 S_3 (mg/kg)	7.08×10^{-3}	0.02	6.28×10^{-3}	8.62×10^{-3}	6.12×10^{-3}	5.15×10^{-3}	0.01	0.02	0.01	8.83×10^{-3}	8.91×10^{-3}	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
检出限 (mg/kg)	0.02	0.06	0.02	0.03	0.02	0.02	0.03	0.05	0.03	0.03	0.03	
测定下限 (mg/kg)	0.04	0.24	0.08	0.12	0.08	0.08	0.12	0.20	0.12	0.12	0.12	

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

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果 (mg/kg)	1	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.10	0.10	0.09	0.14	0.09	0.11
	2	0.09	0.13	0.10	0.10	0.12	0.11	0.12	0.10	0.11	0.10	0.11
	3	0.08	0.11	0.08	0.09	0.11	0.10	0.11	0.09	0.12	0.08	0.10
	4	0.08	0.10	0.08	0.08	0.10	0.09	0.10	0.08	0.11	0.08	0.10
	5	0.09	0.12	0.09	0.09	0.11	0.10	0.12	0.10	0.13	0.09	0.11
	6	0.08	0.09	0.08	0.08	0.10	0.09	0.09	0.08	0.11	0.08	0.10
	7	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.10	0.08	0.10
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)	0.08	0.10	0.08	0.09	0.10	0.10	0.10	0.09	0.12	0.09	0.10	
标准偏差 S_4 (mg/kg)	6.95×10^{-3}	0.02	6.58×10^{-3}	8.37×10^{-3}	0.02	8.76×10^{-3}	0.01	9.51×10^{-3}	0.01	5.50×10^{-3}	6.94×10^{-3}	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
检出限 (mg/kg)	0.02	0.06	0.02	0.03	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.02	0.02	
测定下限 (mg/kg)	0.08	0.24	0.08	0.12	0.20	0.12	0.16	0.12	0.16	0.08	0.08	

表 1.2-5 武汉市环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果 (mg/kg)	1	0.08	0.03	0.07	0.11	0.10	0.08	0.10	0.05	0.07	0.09	0.16
	2	0.07	0.05	0.06	0.12	0.08	0.07	0.12	0.08	0.07	0.09	0.18
	3	0.07	0.05	0.07	0.14	0.09	0.09	0.12	0.07	0.08	0.07	0.19
	4	0.08	0.05	0.06	0.13	0.09	0.06	0.10	0.05	0.06	0.08	0.16
	5	0.06	0.03	0.07	0.14	0.08	0.08	0.10	0.05	0.07	0.07	0.17
	6	0.07	0.03	0.06	0.13	0.07	0.10	0.10	0.05	0.08	0.07	0.16
	7	0.08	0.05	0.07	0.14	0.08	0.09	0.11	0.06	0.07	0.07	0.17
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)	0.08	0.04	0.06	0.13	0.08	0.08	0.11	0.06	0.07	0.08	0.17	
标准偏差 S_5 (mg/kg)	6.61×10^{-3}	9.46×10^{-3}	7.85×10^{-3}	8.84×10^{-3}	0.01	0.01	8.6×10^{-3}	0.01	7.51×10^{-3}	9.41×10^{-3}	0.01	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
检出限 (mg/kg)	0.02	0.03	0.02	0.03	0.03	0.04	0.03	0.04	0.02	0.03	0.03	
测定下限 (mg/kg)	0.08	0.12	0.08	0.12	0.12	0.16	0.12	0.16	0.08	0.12	0.12	

表 1.2-6 黄石环境监测站方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品	西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净	
测定结果 (mg/kg)	1	0.09	0.06	0.09	0.09	0.11	0.09	0.12	0.09	0.10	0.08	0.09
	2	0.10	0.05	0.09	0.10	0.10	0.10	0.12	0.09	0.10	0.09	0.10
	3	0.08	0.03	0.08	0.09	0.10	0.08	0.10	0.08	0.14	0.08	0.09
	4	0.08	0.03	0.08	0.08	0.09	0.07	0.10	0.08	0.10	0.07	0.09
	5	0.09	0.04	0.09	0.09	0.10	0.08	0.11	0.09	0.11	0.08	0.10
	6	0.08	0.09	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.07	0.08	0.08	0.09
	7	0.07	0.05	0.07	0.08	0.11	0.06	0.13	0.09	0.09	0.06	0.09
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)	0.08	0.05	0.08	0.09	0.10	0.08	0.11	0.08	0.10	0.08	0.09	
标准偏差 S_6 (mg/kg)	7.47×10^{-3}	0.02	8.81×10^{-3}	8.00×10^{-3}	9.95×10^{-3}	0.01	0.01	7.64×10^{-3}	0.02	6.52×10^{-3}	6.63×10^{-3}	
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	
检出限 (mg/kg)	0.02	0.06	0.03	0.03	0.03	0.04	0.05	0.02	0.05	0.02	0.02	
测定下限 (mg/kg)	0.08	0.24	0.12	0.12	0.12	0.16	0.20	0.08	0.20	0.08	0.08	

1.3 方法精密度测试数据

表 1.3-1 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.35	0.39	0.33	0.36	0.36	0.34	0.35	0.34	0.36	0.35	0.34
	2	0.37	0.36	0.34	0.37	0.36	0.36	0.39	0.48	0.51	0.36	0.37
	3	0.35	0.34	0.33	0.36	0.39	0.35	0.40	0.50	0.42	0.36	0.35
	4	0.35	0.31	0.33	0.37	0.45	0.35	0.38	0.49	0.40	0.36	0.37
	5	0.35	0.40	0.33	0.36	0.39	0.34	0.37	0.37	0.39	0.36	0.36
	6	0.37	0.40	0.35	0.39	0.43	0.36	0.40	0.54	0.42	0.36	0.40
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		0.36	0.37	0.34	0.37	0.39	0.35	0.38	0.46	0.42	0.36	0.37
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.01	0.04	9.08×10^{-3}	0.01	0.04	8.77×10^{-3}	0.02	0.08	0.05	6.17×10^{-3}	0.02
相对标准偏差 RSD_1 (%)		3.0	10	2.7	3.5	9.3	2.5	5.1	17	12	1.7	5.1
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		2.8	13	2.9	4.0	11	2.9	6.7	23	17	1.4	8.1

表 1.3-2 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.32	1.31	1.35	1.47	1.47	1.49	1.44	1.48	1.50	1.50	1.47
	2	1.49	1.54	1.66	1.61	1.72	1.69	1.75	1.65	1.65	1.78	1.77
	3	1.10	1.12	1.18	1.20	1.23	1.21	1.22	1.22	1.31	1.24	1.23
	4	1.44	1.61	1.66	1.46	1.69	1.65	1.69	1.49	1.59	1.69	1.69
	5	1.43	1.38	1.48	1.50	1.50	1.46	1.58	1.71	1.89	1.97	1.64
	6	1.48	1.45	1.55	1.61	1.63	1.61	1.64	1.63	1.69	1.69	1.68
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		1.37	1.40	1.48	1.47	1.54	1.52	1.55	1.53	1.61	1.65	1.58
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.15	0.18	0.19	0.15	0.18	0.18	0.20	0.18	0.20	0.25	0.20
相对标准偏差 RSD_1 (%)		11	13	13	10	12	12	13	12	12	15	13
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	18	17	15	17	17	18	17	18	23	18

表 1.3-3 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.22	6.34	6.60	6.67	6.55	6.47	6.66	6.86	6.69	6.60	6.60
	2	6.11	5.95	6.22	6.22	6.24	6.13	6.34	6.48	6.33	6.26	6.25
	3	6.17	6.29	6.55	6.59	6.51	6.43	6.64	7.03	6.66	6.63	6.62
	4	6.45	6.23	6.55	6.59	6.53	6.44	6.65	6.88	6.65	6.58	6.57
	5	6.02	5.71	6.05	6.17	5.97	5.97	6.19	6.48	6.26	6.15	6.13
	6	6.30	6.04	6.50	6.51	6.39	6.40	6.69	6.75	6.61	6.64	6.62
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		6.21	6.09	6.41	6.46	6.37	6.31	6.53	6.75	6.53	6.48	6.47
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.15	0.24	0.22	0.21	0.23	0.21	0.21	0.23	0.19	0.21	0.22
相对标准偏差 RSD_1 (%)		2.4	4.0	3.5	3.2	3.6	3.3	3.2	3.3	2.9	3.3	3.4
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.4	5.2	4.3	3.9	4.6	4.0	3.9	4.1	3.3	3.8	3.8

表 1.3-4 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.36	0.43	0.34	0.37	0.38	0.36	0.36	0.37	0.37	0.37	0.37
	2	0.38	0.33	0.34	0.39	0.42	0.37	0.39	0.38	0.40	0.38	0.37
	3	0.36	0.37	0.33	0.37	0.39	0.36	0.38	0.38	0.39	0.36	0.37
	4	0.37	0.44	0.35	0.38	0.44	0.35	0.45	0.48	0.40	0.36	0.38
	5	0.38	0.40	0.33	0.34	0.34	0.34	0.39	0.47	0.36	0.34	0.36
	6	0.38	0.40	0.34	0.38	0.39	0.36	0.37	0.37	0.39	0.36	0.37
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		0.37	0.40	0.34	0.37	0.39	0.36	0.39	0.41	0.39	0.36	0.37
标准偏差 S_1 (mg/kg)		8.68×10^{-3}	0.04	6.90×10^{-3}	0.02	0.03	0.01	0.03	0.05	0.02	0.01	6.94×10^{-3}
相对标准偏差 RSD_1 (%)		2.3	10	2.0	4.3	8.8	3.0	7.9	13	4.4	3.9	1.9
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		2.7	14	2.9	6.8	13	4.2	11	13	5.3	5.6	2.7

表 1.3-5 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.09	1.15	1.18	1.19	1.20	1.19	1.20	1.19	1.26	1.21	1.22
	2	1.12	1.11	1.22	1.19	1.20	1.20	1.25	1.19	1.24	1.26	1.28
	3	1.72	1.46	1.64	1.77	1.59	1.68	1.70	1.78	1.83	1.70	1.70
	4	1.66	1.66	1.62	1.66	1.67	1.61	1.70	1.92	1.71	1.68	1.70
	5	1.14	0.95	1.09	1.28	1.06	1.16	1.44	1.69	1.43	1.36	1.38
	6	1.33	1.25	1.38	1.47	1.30	1.39	1.52	1.58	1.58	1.46	1.49
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		1.34	1.26	1.35	1.43	1.34	1.37	1.47	1.56	1.51	1.44	1.46
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.28	0.25	0.23	0.25	0.24	0.23	0.22	0.31	0.24	0.21	0.21
相对标准偏差 RSD_1 (%)		21	20	17	17	18	17	15	20	16	14	14
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		22	27	20	20	22	18	17	24	19	17	16

表 1-3-6 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.12	4.84	4.56	6.39	5.54	6.08	6.34	6.69	6.77	6.31	6.29
	2	6.44	5.40	5.58	6.72	6.69	6.49	7.02	7.13	7.16	6.92	6.85
	3	6.36	5.58	5.14	6.74	6.15	6.56	6.61	7.27	7.89	6.43	6.39
	4	6.91	5.19	5.09	6.99	6.24	6.29	6.68	7.31	7.19	6.54	6.54
	5	7.05	5.37	5.26	7.08	7.01	6.82	7.25	7.34	7.68	7.12	7.14
	6	6.63	5.35	5.10	6.84	5.97	6.59	6.67	7.19	7.23	6.77	6.72
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		6.58	5.29	5.12	6.79	6.27	6.47	6.76	7.16	7.32	6.68	6.65
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.35	0.25	0.33	0.24	0.52	0.26	0.32	0.24	0.40	0.31	0.32
相对标准偏差 RSD_1 (%)		5.3	4.7	6.4	3.5	8.3	4.0	4.8	3.3	5.5	4.7	4.7
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		7.1	7.1	10	5.1	12	5.7	6.7	4.6	7.6	6.0	6.3

表 1.3-7 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.22	1.17	1.20	1.25	1.19	1.20	1.24	1.26	1.28	1.26	1.26
	2	1.33	1.17	1.15	1.39	1.26	1.29	1.31	1.46	1.43	1.38	1.36
	3	1.30	1.21	1.25	1.33	1.28	1.33	1.35	1.77	1.37	1.35	1.40
	4	1.07	1.07	1.05	1.12	1.09	1.12	1.12	1.23	1.15	1.12	1.13
	5	1.47	1.45	1.46	1.53	1.46	1.47	1.52	1.81	1.60	1.57	1.55
	6	1.43	1.40	1.43	1.47	1.42	1.47	1.49	1.70	1.51	1.49	1.51
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		1.30	1.24	1.26	1.35	1.28	1.31	1.34	1.54	1.39	1.36	1.37
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.15	0.15	0.16	0.15	0.14	0.14	0.15	0.26	0.16	0.16	0.16
相对标准偏差 RSD_1 (%)		11	12	13	11	11	11	11	17	12	12	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		16	15	16	16	14	14	15	19	16	17	16

表 1.3-8 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.46	5.34	5.48	5.67	5.44	5.40	5.50	5.69	5.75	5.51	5.54
	2	5.89	6.28	6.34	6.42	6.31	6.18	6.46	6.71	6.73	6.88	6.65
	3	6.03	5.91	6.22	6.14	6.11	6.02	6.28	6.22	6.08	6.25	6.25
	4	6.34	6.05	6.23	6.57	6.17	6.15	6.33	6.62	6.60	6.39	6.40
	5	6.05	6.14	6.12	6.40	6.15	6.10	6.20	6.50	6.51	6.27	6.23
	6	5.48	5.16	5.36	5.58	5.30	5.30	5.51	5.86	5.57	5.57	5.52
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		5.87	5.81	5.96	6.13	5.91	5.86	6.05	6.27	6.21	6.14	6.10
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.35	0.46	0.43	0.41	0.43	0.40	0.43	0.42	0.48	0.52	0.47
相对标准偏差 RSD_1 (%)		5.9	7.9	7.2	6.8	7.3	6.8	7.1	6.7	7.7	8.5	7.7
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		7.5	9.8	8.4	8.1	8.7	7.7	8.0	8.2	9.4	11	9.3

表 1.3-9 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.38	0.37	0.36	0.38	0.40	0.41	0.36	0.35	0.37	0.37	0.38
	2	0.41	0.39	0.38	0.42	0.42	0.39	0.38	0.40	0.40	0.39	0.42
	3	0.41	0.39	0.38	0.42	0.42	0.39	0.38	0.40	0.40	0.39	0.42
	4	0.37	0.40	0.39	0.41	0.49	0.50	0.40	0.38	0.42	0.40	0.49
	5	0.37	0.41	0.36	0.39	0.43	0.37	0.38	0.36	0.38	0.40	0.38
	6	0.40	0.42	0.39	0.43	0.42	0.40	0.40	0.39	0.38	0.38	0.46
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		0.39	0.40	0.38	0.41	0.43	0.41	0.38	0.38	0.39	0.39	0.42
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.02	0.02	0.01	0.02	0.03	0.04	0.01	0.02	0.02	0.01	0.04
相对标准偏差 RSD_2 (%)		4.2	4.5	3.6	4.7	6.8	11	3.6	4.9	4.3	3.5	10
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.1	6.3	4.0	6.2	10	15	5.3	6.7	6.3	3.9	13

表 1.3-10 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.29	1.31	1.30	1.35	1.38	1.39	1.29	1.30	1.33	1.25	1.27
	2	1.52	1.53	1.69	1.65	1.73	1.70	1.77	1.67	1.73	1.80	1.81
	3	1.47	1.62	1.70	1.51	1.74	1.72	1.61	1.56	1.57	1.78	2.00
	4	1.29	1.31	1.29	1.25	1.27	1.28	1.38	1.33	1.43	1.34	1.40
	5	1.44	1.36	1.50	1.52	1.52	1.51	1.52	1.52	1.53	1.76	1.94
	6	1.51	1.59	1.61	1.66	1.77	1.66	1.79	1.93	1.77	1.71	1.74
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		1.42	1.45	1.52	1.49	1.57	1.54	1.56	1.55	1.56	1.61	1.69
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.10	0.14	0.18	0.16	0.21	0.18	0.20	0.23	0.17	0.24	0.30
相对标准偏差 RSD_2 (%)		7.3	9.6	12	11	14	12	13	15	11	15	17
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		8.2	11	14	14	16	15	16	20	14	18	22

表 1.3-11 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.95	5.93	6.15	6.20	6.17	6.21	6.21	6.42	6.29	6.13	6.21
	2	6.32	6.38	6.70	6.82	6.65	6.75	6.74	7.06	6.87	6.68	6.68
	3	6.18	5.99	6.29	6.31	6.25	6.33	6.36	6.46	6.46	6.31	6.31
	4	6.27	6.34	6.63	6.70	6.58	6.64	6.71	6.95	6.82	6.66	6.68
	5	6.56	6.30	6.66	6.71	6.58	6.61	6.73	7.02	6.83	6.68	6.68
	6	6.20	5.81	6.20	6.34	6.09	6.25	6.31	6.52	6.48	6.28	6.33
平均值 \bar{x}_2 (mg/kg)		6.25	6.13	6.44	6.51	6.39	6.46	6.51	6.74	6.63	6.46	6.48
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.20	0.24	0.25	0.26	0.24	0.23	0.24	0.30	0.24	0.25	0.22
相对标准偏差 RSD_2 (%)		3.2	4.0	3.9	4.0	3.8	3.5	3.7	4.5	3.6	3.8	3.4
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		4.9	4.7	4.3	4.8	4.4	4.2	4.1	4.7	4.4	4.3	3.6

表 1.3-12 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.43	0.39	0.40	0.43	0.40	0.42	0.39	0.38	0.40	0.39	0.49
	2	0.39	0.36	0.38	0.43	0.44	0.41	0.38	0.37	0.39	0.39	0.43
	3	0.40	0.39	0.37	0.40	0.41	0.43	0.38	0.36	0.38	0.40	0.43
	4	0.42	0.40	0.40	0.44	0.45	0.40	0.40	0.40	0.42	0.40	0.45
	5	0.43	0.37	0.35	0.36	0.41	0.38	0.35	0.34	0.35	0.36	0.44
	6	0.40	0.37	0.38	0.42	0.43	0.42	0.39	0.38	0.38	0.42	0.45
平均值 \bar{x}_2 (mg/kg)		0.41	0.38	0.38	0.42	0.42	0.41	0.38	0.37	0.39	0.39	0.45
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.02	0.01	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
相对标准偏差 RSD_2 (%)		4.5	3.4	5.1	6.9	4.8	3.7	4.6	4.7	5.9	5.7	4.8
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		4.9	5.3	6.7	10	5.9	6.2	6.7	8.1	9.1	7.7	6.5

表 1.3-13 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.33	1.29	1.30	1.32	1.43	1.43	1.32	1.35	1.31	1.30	1.46
	2	1.35	1.29	1.25	1.22	1.22	1.23	1.30	1.29	1.29	1.29	1.30
	3	1.74	1.43	1.68	1.81	1.62	1.74	1.62	1.90	1.87	1.71	1.78
	4	1.67	1.55	1.65	1.70	1.70	1.68	1.69	1.69	1.74	1.68	1.72
	5	1.26	1.24	1.25	1.46	1.34	1.46	1.31	1.40	1.40	1.36	1.42
	6	1.36	1.30	1.40	1.49	1.30	1.38	1.47	1.52	1.56	1.47	1.51
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		1.45	1.35	1.42	1.50	1.43	1.49	1.45	1.52	1.53	1.47	1.53
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.20	0.12	0.20	0.22	0.19	0.19	0.17	0.23	0.24	0.19	0.18
相对标准偏差 RSD_2 (%)		14	8.7	14	15	13	13	12	15	16	13	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		16	11	15	20	16	17	13	19	18	14	16

表 1.3-14 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.27	5.55	5.60	7.45	5.84	5.90	6.03	6.71	6.69	6.09	6.13
	2	6.84	5.27	5.36	7.66	5.52	6.38	6.19	7.70	7.72	6.23	6.28
	3	6.29	5.01	5.32	6.59	5.44	5.50	6.04	6.68	6.59	6.38	6.27
	4	6.79	5.08	5.88	7.59	6.42	6.40	6.53	7.44	7.46	7.00	6.97
	5	6.13	5.37	5.51	6.86	6.63	6.54	6.15	6.74	6.75	6.32	6.27
	6	6.43	5.94	5.88	6.65	6.15	6.42	6.65	6.87	6.71	6.72	6.77
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		6.46	5.26	5.53	7.23	5.97	6.14	6.19	7.05	7.04	6.40	6.38
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.29	0.34	0.24	0.49	0.48	0.40	0.26	0.44	0.47	0.34	0.34
相对标准偏差 RSD_3 (%)		4.5	6.4	4.4	6.7	8.1	6.6	4.2	6.2	6.7	5.3	5.3
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.5	8.5	5.0	7.5	9.9	8.6	4.9	7.1	7.9	7.0	6.4

表 1.3-15 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.32	1.42	1.43	1.44	1.27	1.53	1.30	1.31	1.32	1.39	1.24
	2	1.33	1.36	1.31	1.46	1.33	1.37	1.31	1.43	1.45	1.34	1.35
	3	1.40	1.45	1.34	1.36	1.32	1.37	1.33	1.32	1.34	1.60	1.40
	4	1.50	1.38	1.49	1.58	1.56	1.63	1.54	1.57	1.62	1.50	1.55
	5	1.47	1.36	1.47	1.53	1.48	1.50	1.48	1.49	1.51	1.49	1.52
	6	1.72	1.50	1.68	1.74	1.67	1.69	1.70	1.68	1.71	1.93	1.74
平均值 \bar{x}_2 (mg/kg)		1.46	1.41	1.45	1.52	1.44	1.51	1.44	1.47	1.49	1.54	1.47
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.15	0.06	0.13	0.13	0.16	0.13	0.16	0.15	0.16	0.21	0.18
相对标准偏差 RSD_2 (%)		10	4.1	9.0	8.7	11	8.7	11	10	10	14	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		13	4.9	12	12	14	10	13	12	13	18	17

表 1.3-16 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.72	5.67	5.85	5.81	5.69	5.64	5.68	5.91	6.06	5.53	5.52
	2	6.19	6.31	6.37	6.43	6.37	6.45	6.47	6.61	6.74	6.39	6.58
	3	6.05	6.08	6.21	6.11	6.09	6.08	6.26	6.21	6.12	6.22	6.48
	4	6.36	6.01	6.25	6.55	6.15	6.31	6.42	6.92	6.65	6.32	6.53
	5	6.10	6.09	6.14	6.39	6.15	6.26	6.24	6.63	6.51	6.18	6.28
	6	5.69	5.34	5.33	5.56	5.65	5.44	5.54	5.77	5.54	5.42	5.47
平均值 \bar{x}_3 (mg/kg)		6.02	5.92	6.02	6.14	6.02	6.03	6.10	6.34	6.27	6.01	6.14
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.26	0.35	0.38	0.39	0.28	0.40	0.39	0.45	0.45	0.42	0.51
相对标准偏差 RSD_3 (%)		4.4	5.9	6.3	6.3	4.7	6.6	6.4	7.1	7.2	7.0	8.4
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.6	8.3	8.9	8.2	6.0	8.5	7.7	9.1	9.8	8.2	9.2

表 1.3-17 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.37	0.36	0.36	0.37	0.37	0.37	0.37	0.36	0.38	0.35	0.36
	2	0.41	0.39	0.37	0.39	0.39	0.40	0.38	0.39	0.38	0.37	0.42
	3	0.42	0.43	0.37	0.41	0.40	0.40	0.43	0.39	0.40	0.37	0.41
	4	0.40	0.42	0.36	0.40	0.40	0.39	0.41	0.37	0.39	0.38	0.42
	5	0.38	0.41	0.36	0.38	0.38	0.39	0.40	0.40	0.39	0.35	0.45
	6	0.40	0.42	0.38	0.41	0.40	0.42	0.44	0.45	0.41	0.37	0.40
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		0.40	0.40	0.37	0.39	0.39	0.39	0.40	0.39	0.39	0.37	0.41
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.02	0.02	8.47×10^{-3}	0.02	0.01	0.02	0.03	0.03	0.01	0.01	0.03
相对标准偏差 RSD_3 (%)		4.2	6.2	2.3	4.0	3.0	4.0	6.8	8.1	3.5	3.1	7.1
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		6.3	8.9	2.7	5.1	3.9	6.3	8.6	11.1	3.8	4.1	11

表 1.3-18 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.35	1.33	1.38	1.51	1.51	1.61	1.49	1.55	1.72	1.53	1.50
	2	1.51	1.54	1.69	1.64	1.71	1.70	1.77	1.66	1.69	1.76	1.77
	3	1.12	1.03	1.08	1.21	1.16	1.19	1.13	1.22	1.21	1.12	1.14
	4	1.47	1.62	1.69	1.50	1.72	1.75	1.71	1.47	1.52	1.68	1.71
	5	1.45	1.38	1.50	1.53	1.56	1.57	1.55	1.53	1.51	1.61	1.54
	6	1.52	1.46	1.59	1.65	1.64	1.68	1.68	1.68	1.70	1.69	1.70
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		1.40	1.39	1.49	1.50	1.55	1.58	1.56	1.52	1.56	1.57	1.56
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.15	0.21	0.23	0.16	0.21	0.20	0.23	0.17	0.19	0.23	0.23
相对标准偏差 RSD_3 (%)		11	15	16	11	13	13	15	11	12	15	15
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	22	22	15	19	19	22	16	17	22	22

表 1.3-19 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.28	6.46	6.68	6.79	6.56	6.64	6.70	6.96	6.84	6.65	6.69
	2	6.14	5.99	6.26	6.30	6.13	6.25	6.32	6.48	6.46	6.24	6.09
	3	6.25	6.45	6.62	6.70	6.51	6.51	6.70	6.94	6.82	6.65	6.72
	4	6.51	6.28	6.63	6.70	6.49	6.58	6.68	6.87	6.82	6.62	6.73
	5	6.18	5.83	6.19	6.35	5.99	6.10	6.25	6.44	6.43	6.26	6.34
	6	6.47	6.19	6.67	6.72	6.41	6.56	6.80	6.93	6.91	6.77	6.83
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		6.31	6.20	6.51	6.59	6.35	6.44	6.58	6.77	6.71	6.53	6.57
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.15	0.25	0.22	0.21	0.23	0.21	0.23	0.24	0.21	0.22	0.29
相对标准偏差 RSD_3 (%)		2.4	4.1	3.4	3.2	3.7	3.3	3.5	3.5	3.2	3.4	4.4
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		2.9	5.1	3.8	3.7	4.5	4.2	4.2	3.9	3.6	4.1	5.7

表 1.3-20 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.40	0.43	0.36	0.39	0.39	0.42	0.39	0.39	0.40	0.38	0.40
	2	0.43	0.46	0.38	0.42	0.41	0.41	0.42	0.41	0.43	0.40	0.42
	3	0.41	0.41	0.36	0.40	0.38	0.40	0.40	0.38	0.39	0.36	0.38
	4	0.42	0.50	0.37	0.40	0.39	0.40	0.41	0.40	0.41	0.36	0.40
	5	0.42	0.52	0.38	0.42	0.41	0.46	0.42	0.40	0.42	0.38	0.48
	6	0.41	0.42	0.36	0.39	0.39	0.46	0.42	0.42	0.40	0.36	0.40
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		0.41	0.46	0.37	0.40	0.40	0.42	0.41	0.40	0.41	0.37	0.41
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.01	0.04	7.73×10^{-3}	0.01	0.01	0.03	0.01	0.02	0.02	0.02	0.04
相对标准偏差 RSD_3 (%)		2.9	9.5	2.1	3.6	2.7	6.3	3.0	3.8	4.0	5.0	8.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.6	12	2.7	3.7	3.8	7.0	3.7	5.0	4.9	5.3	12

表 1.3-21 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.12	1.16	1.20	1.21	1.23	1.32	1.28	1.29	1.25	1.22	1.27
	2	1.15	1.12	1.24	1.22	1.23	1.30	1.27	1.23	1.25	1.26	1.31
	3	1.73	1.46	1.66	1.79	1.59	1.72	1.71	1.80	1.82	1.71	1.74
	4	1.69	1.60	1.64	1.67	1.66	1.65	1.69	1.69	1.72	1.66	1.48
	5	1.17	0.90	1.12	1.33	1.08	1.28	1.33	1.40	1.40	1.37	1.41
	6	1.37	1.21	1.41	1.51	1.34	1.43	1.48	1.51	1.56	1.48	1.56
平均值 \bar{x}_3 (mg/kg)		1.37	1.24	1.38	1.46	1.36	1.45	1.46	1.48	1.50	1.45	1.46
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.28	0.25	0.23	0.24	0.22	0.19	0.20	0.23	0.24	0.20	0.17
相对标准偏差 RSD_3 (%)		20	20	17	17	17	13	14	15	16	14	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		21	28	19	19	21	15	15	19	19	17	16

表 1.3-22 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.36	4.95	4.68	6.72	5.40	6.12	6.14	6.82	6.81	6.13	6.21
	2	6.52	5.66	5.58	6.88	6.05	6.48	6.67	6.84	6.80	6.56	6.70
	3	6.41	5.58	5.15	6.80	6.08	6.47	6.40	7.18	6.75	6.21	6.30
	4	6.98	5.41	5.12	7.14	5.76	6.33	6.48	7.08	7.03	6.49	6.59
	5	7.13	5.66	5.28	7.35	6.11	6.87	7.30	7.44	7.16	7.05	7.04
	6	6.63	5.38	5.08	6.84	5.86	6.51	6.66	7.16	6.90	6.63	6.73
平均值 \bar{x}_3 (mg/kg)		6.67	5.44	5.15	6.95	5.87	6.46	6.61	7.09	6.91	6.51	6.60
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.32	0.27	0.29	0.24	0.27	0.25	0.39	0.24	0.16	0.33	0.31
相对标准偏差 RSD_3 (%)		4.7	4.9	5.7	3.4	4.6	3.8	5.9	3.3	2.3	5.1	4.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.7	6.7	8.8	4.5	6.2	5.8	8.6	4.3	2.9	7.0	6.3

表 1.3-23 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.25	1.14	1.24	1.29	1.23	1.34	1.28	1.30	1.31	1.26	1.32
	2	1.35	1.18	1.17	1.41	1.29	1.41	1.34	1.44	1.44	1.39	1.42
	3	1.33	1.21	1.28	1.37	1.33	1.50	1.39	1.38	1.37	1.48	1.39
	4	1.51	1.39	1.49	1.56	1.48	1.61	1.56	1.58	1.73	1.54	1.52
	5	1.48	1.37	1.47	1.52	1.47	1.61	1.53	1.51	1.54	1.64	1.60
	6	1.72	1.53	1.67	1.72	1.66	1.76	1.74	1.71	1.74	2.00	1.70
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		1.44	1.30	1.39	1.48	1.41	1.54	1.47	1.49	1.52	1.55	1.49
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.17	0.15	0.19	0.16	0.16	0.15	0.17	0.15	0.18	0.26	0.14
相对标准偏差 RSD_3 (%)		12	12	14	10	11	10	12	9.8	12	16	9.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		16	15	18	14	15	14	15	14	14	23	13

表 1.3-24 陕西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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.54	5.47	5.56	5.78	5.51	5.59	5.61	5.89	5.89	5.53	5.62
	2	5.98	6.36	6.42	6.55	6.44	6.61	6.55	6.73	6.87	6.50	6.58
	3	6.06	5.94	6.25	6.19	6.12	6.19	6.31	6.26	6.22	6.41	6.36
	4	6.35	6.07	6.27	6.62	6.16	6.26	6.37	6.68	6.77	6.38	6.19
	5	6.11	6.17	6.17	6.45	6.16	6.22	6.26	6.56	6.96	6.34	5.75
	6	5.48	5.37	5.24	5.54	5.22	5.40	5.29	5.63	5.57	5.33	5.38
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		5.92	5.90	5.98	6.19	5.93	6.04	6.07	6.29	6.38	6.08	5.98
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.34	0.40	0.47	0.44	0.47	0.45	0.50	0.45	0.58	0.51	0.47
相对标准偏差 RSD_3 (%)		5.8	6.7	7.9	7.1	7.9	7.5	8.2	7.2	9.0	8.4	7.8
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		7.4	8.4	10	8.9	10	10	11	8.9	11	9.9	10

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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.37	0.36	0.35	0.38	0.44	0.38	0.41	0.50	0.40	0.35	0.37
	2	0.40	0.38	0.36	0.40	0.51	0.39	0.39	0.40	0.42	0.37	0.39
	3	0.38	0.38	0.35	0.38	0.44	0.38	0.40	0.50	0.42	0.36	0.38
	4	0.36	0.34	0.34	0.36	0.44	0.36	0.40	0.45	0.40	0.35	0.38
	5	0.36	0.36	0.34	0.37	0.48	0.37	0.37	0.40	0.39	0.35	0.38
	6	0.37	0.36	0.34	0.37	0.44	0.37	0.40	0.39	0.39	0.35	0.37
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		0.38	0.36	0.35	0.38	0.46	0.37	0.39	0.44	0.40	0.36	0.38
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.01	0.01	7.63×10^{-3}	0.01	0.03	0.01	0.01	0.05	0.01	8.75×10^{-3}	9.14×10^{-3}
相对标准偏差 RSD_4 (%)		3.2	3.2	2.2	3.4	6.7	2.9	3.4	12	3.1	2.5	2.4
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.3	5.6	2.9	5.3	7.4	4.0	5.1	12	3.7	2.8	2.6

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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.33	1.34	1.37	1.48	1.49	1.51	1.49	1.55	1.56	1.55	1.50
	2	1.50	1.58	1.67	1.63	1.74	1.70	1.77	1.65	1.66	1.79	1.78
	3	1.10	1.13	1.19	1.20	1.24	1.22	1.23	1.22	1.28	1.26	1.24
	4	1.46	1.65	1.67	1.48	1.71	1.67	1.70	1.50	1.52	1.71	1.71
	5	1.44	1.41	1.49	1.51	1.52	1.48	1.55	1.57	1.55	1.56	1.57
	6	1.50	1.49	1.57	1.62	1.65	1.62	1.69	1.72	1.78	1.71	1.70
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		1.39	1.43	1.49	1.49	1.56	1.53	1.57	1.54	1.56	1.60	1.58
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.15	0.19	0.19	0.15	0.18	0.18	0.20	0.17	0.17	0.19	0.20
相对标准偏差 RSD_4 (%)		11	13	13	11	12	12	12	11	11	12	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	19	17	15	17	16	18	17	16	17	18

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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.04	5.90	6.16	6.16	6.17	6.08	6.29	6.44	6.28	6.21	6.20
	2	6.14	6.27	6.51	6.55	6.47	6.41	6.62	6.73	6.63	6.60	6.60
	3	6.39	6.18	6.49	6.53	6.46	6.36	6.58	6.84	6.59	6.53	6.52
	4	6.05	5.72	6.05	6.18	5.98	5.97	6.19	6.45	6.25	6.16	6.14
	5	5.98	5.68	6.03	6.32	5.92	5.96	6.20	6.62	6.46	6.21	6.19
	6	6.35	6.09	6.54	6.54	6.42	6.41	6.72	6.79	6.63	6.69	6.67
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		6.16	5.97	6.30	6.38	6.24	6.20	6.43	6.65	6.47	6.40	6.39
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.17	0.24	0.24	0.19	0.25	0.22	0.23	0.17	0.17	0.23	0.23
相对标准偏差 RSD_4 (%)		2.8	4.1	3.9	2.9	4.0	3.5	3.6	2.6	2.7	3.6	3.7
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.3	4.9	4.1	3.1	4.4	3.6	4.1	3.0	3.0	4.1	4.1

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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.38	0.36	0.35	0.38	0.49	0.38	0.41	0.40	0.40	0.36	0.39
	2	0.39	0.36	0.36	0.38	0.51	0.38	0.49	0.49	0.41	0.36	0.41
	3	0.40	0.37	0.36	0.39	0.39	0.38	0.46	0.55	0.45	0.36	0.41
	4	0.41	0.39	0.37	0.40	0.49	0.40	0.46	0.47	0.43	0.38	0.42
	5	0.40	0.35	0.34	0.36	0.36	0.34	0.40	0.48	0.39	0.33	0.38
	6	0.40	0.37	0.36	0.40	0.42	0.38	0.39	0.39	0.40	0.36	0.39
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		0.40	0.37	0.36	0.38	0.44	0.38	0.43	0.46	0.41	0.36	0.40
标准偏差 S_4 (mg/kg)		7.70×10^{-3}	0.01	0.01	0.02	0.06	0.02	0.04	0.06	0.02	0.02	0.01
相对标准偏差 RSD_4 (%)		1.9	3.2	2.9	4.2	14	4.6	9.0	13	5.8	4.3	3.4
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.8	5.4	4.2	5.3	17	8.1	11	17	7.1	7.0	5.0

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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.11	1.16	1.19	1.20	1.22	1.21	1.24	1.25	1.29	1.22	1.24
	2	1.14	1.13	1.23	1.21	1.21	1.21	1.27	1.22	1.25	1.27	1.29
	3	1.72	1.47	1.65	1.78	1.60	1.68	1.71	1.79	1.84	1.71	1.71
	4	1.67	1.54	1.63	1.67	1.69	1.63	1.74	1.84	1.70	1.68	1.70
	5	1.15	0.85	1.10	1.29	1.08	1.17	1.46	1.51	1.39	1.37	1.38
	6	1.35	1.16	1.39	1.48	1.32	1.40	1.51	1.54	1.54	1.47	1.50
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		1.36	1.22	1.37	1.44	1.35	1.38	1.49	1.52	1.50	1.45	1.47
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.28	0.25	0.23	0.24	0.24	0.23	0.21	0.26	0.23	0.21	0.20
相对标准偏差 RSD_4 (%)		20	21	17	17	18	16	14	17	16	14	14
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		22	29	20	20	22	18	17	20	19	17	16

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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.25	4.77	4.62	6.60	5.69	5.86	6.05	6.76	6.68	6.08	6.10
	2	6.41	5.39	5.52	6.63	6.61	6.35	6.60	6.79	6.78	6.59	6.68
	3	6.35	5.57	5.13	6.73	6.09	6.43	6.19	6.99	7.10	6.29	6.28
	4	6.78	5.18	5.03	6.90	6.19	6.17	6.38	7.02	6.98	6.46	6.49
	5	7.02	5.41	5.23	7.02	7.00	6.72	6.97	7.11	7.25	7.09	7.15
	6	6.59	5.32	5.08	6.82	5.91	6.46	6.53	6.98	7.09	6.72	6.72
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		6.57	5.27	5.10	6.78	6.25	6.33	6.45	6.94	6.98	6.54	6.57
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.29	0.28	0.29	0.16	0.48	0.29	0.33	0.14	0.21	0.35	0.37
相对标准偏差 RSD_4 (%)		4.4	5.3	5.8	2.4	7.6	4.6	5.0	2.0	3.1	5.4	5.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.8	7.7	8.9	3.1	10	6.8	7.1	2.5	4.1	7.7	7.9

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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.24	1.18	1.22	1.27	1.21	1.23	1.26	1.28	1.29	1.27	1.27
	2	1.34	1.20	1.16	1.40	1.27	1.31	1.34	1.56	1.44	1.38	1.40
	3	1.31	1.22	1.26	1.34	1.29	1.34	1.39	1.76	1.40	1.37	1.41
	4	1.09	1.08	1.06	1.14	1.11	1.12	1.13	1.24	1.16	1.13	1.15
	5	1.48	1.36	1.46	1.54	1.47	1.48	1.56	1.75	1.60	1.55	1.54
	6	1.45	1.22	1.45	1.49	1.44	1.46	1.52	1.69	1.54	1.51	1.53
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		1.32	1.21	1.27	1.36	1.30	1.32	1.37	1.55	1.40	1.37	1.38
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.15	0.09	0.16	0.15	0.14	0.14	0.16	0.23	0.16	0.16	0.15
相对标准偏差 RSD_4 (%)		11	7.5	13	11	11	10	12	15	12	11	11
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	12	16	15	14	14	16	17	16	16	14

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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.46	5.37	5.49	5.69	5.45	5.42	5.52	5.73	5.73	5.53	5.54
	2	5.90	6.31	6.36	6.44	6.37	6.31	6.51	6.73	6.74	6.92	6.76
	3	6.02	5.93	6.22	6.13	6.10	6.03	6.27	6.17	6.06	6.26	6.29
	4	6.33	6.07	6.23	6.57	6.17	6.16	6.26	6.53	6.56	6.36	6.38
	5	5.42	5.03	5.20	5.46	5.16	5.10	5.36	5.59	5.47	5.22	5.25
	6	5.46	5.15	5.34	5.56	5.28	5.25	5.52	5.88	5.55	5.45	5.44
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		5.77	5.64	5.81	5.97	5.76	5.71	5.91	6.10	6.02	5.96	5.94
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.38	0.53	0.52	0.47	0.52	0.51	0.50	0.45	0.54	0.66	0.61
相对标准偏差 RSD_4 (%)		6.6	9.4	8.9	7.9	9.0	9.0	8.4	7.4	8.9	11	10
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		7.7	11	10	9.2	10	11	9.7	9.3	10	14	13

表 1.3-33 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.41	0.50	0.41	0.41	0.43	0.44	0.38	0.34	0.44	0.41	0.43
	2	0.44	0.52	0.43	0.43	0.46	0.47	0.40	0.36	0.47	0.44	0.45
	3	0.44	0.47	0.42	0.42	0.46	0.46	0.40	0.36	0.41	0.43	0.44
	4	0.43	0.54	0.42	0.42	0.48	0.48	0.42	0.35	0.45	0.43	0.44
	5	0.42	0.50	0.42	0.41	0.48	0.47	0.39	0.34	0.43	0.42	0.44
	6	0.43	0.51	0.43	0.43	0.46	0.46	0.42	0.36	0.40	0.44	0.45
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		0.43	0.51	0.42	0.42	0.46	0.46	0.40	0.35	0.43	0.43	0.44
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.01	0.02	6.22×10^{-3}	9.51×10^{-3}	0.02	0.01	0.01	9.91×10^{-3}	0.03	9.36×10^{-3}	8.32×10^{-3}
相对标准偏差 RSD_5 (%)		2.9	4.6	1.5	2.3	3.7	2.8	3.4	2.8	5.9	2.2	1.9
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.5	6.9	2.4	2.4	5.5	4.3	5.0	2.9	8.0	3.5	2.3

表 1.3-34 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.32	1.35	1.37	1.45	1.47	1.50	1.45	1.47	1.45	1.49	1.50
	2	1.49	1.58	1.68	1.61	1.71	1.73	1.75	1.61	1.60	1.78	1.79
	3	1.11	1.16	1.21	1.19	1.25	1.26	1.24	1.18	1.18	1.24	1.26
	4	1.44	1.64	1.68	1.46	1.71	1.72	1.69	1.43	1.49	1.68	1.73
	5	1.44	1.43	1.52	1.51	1.54	1.53	1.57	1.51	1.53	1.57	1.58
	6	1.49	1.50	1.59	1.61	1.62	1.65	1.68	1.64	1.70	1.69	1.71
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		1.38	1.44	1.51	1.47	1.55	1.57	1.56	1.47	1.49	1.58	1.59
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.15	0.17	0.19	0.15	0.17	0.18	0.19	0.17	0.18	0.19	0.20
相对标准偏差 RSD_5 (%)		11	12	12	10	11	11	12	11	12	12	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	17	16	15	16	16	17	16	18	18	17

表 1.3-35 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.06	6.26	6.54	6.56	6.48	6.50	6.59	6.77	6.83	6.46	6.56
	2	5.93	5.84	6.13	6.09	6.09	6.12	6.23	6.28	6.51	6.07	6.19
	3	5.98	6.18	6.45	6.43	6.39	6.39	6.59	6.78	7.13	6.40	6.52
	4	6.29	6.14	6.51	6.49	6.45	6.46	6.59	6.72	6.90	6.42	6.54
	5	5.84	5.58	5.97	6.21	5.82	5.94	6.16	6.49	6.71	6.05	6.15
	6	6.31	6.11	6.62	6.57	6.44	6.56	6.80	6.83	6.98	6.64	6.75
平均值 \bar{x}_5 (mg/kg)		6.07	6.02	6.37	6.39	6.28	6.33	6.49	6.65	6.84	6.34	6.45
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.19	0.26	0.26	0.20	0.27	0.24	0.24	0.22	0.22	0.23	0.23
相对标准偏差 RSD_5 (%)		3.2	4.3	4.0	3.1	4.3	3.9	3.7	3.2	3.2	3.7	3.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.9	5.7	5.2	3.8	5.4	5.0	4.9	4.2	4.5	4.6	4.7

表 1.3-36 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.43	0.52	0.42	0.42	0.44	0.45	0.40	0.36	0.36	0.44	0.44
	2	0.44	0.40	0.43	0.43	0.46	0.46	0.40	0.36	0.39	0.44	0.45
	3	0.46	0.44	0.44	0.43	0.48	0.46	0.43	0.37	0.42	0.44	0.44
	4	0.44	0.54	0.42	0.42	0.47	0.46	0.40	0.35	0.42	0.43	0.45
	5	0.46	0.48	0.43	0.44	0.54	0.51	0.42	0.38	0.46	0.45	0.47
	6	0.43	0.54	0.42	0.42	0.44	0.45	0.40	0.35	0.42	0.42	0.44
平均值 \bar{x}_5 (mg/kg)		0.44	0.49	0.43	0.43	0.47	0.46	0.41	0.36	0.41	0.44	0.45
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.01	0.06	8.76×10^{-3}	8.23×10^{-3}	0.04	0.02	0.01	0.01	0.03	9.80×10^{-3}	0.01
相对标准偏差 RSD_5 (%)		3.3	12	2.1	1.9	7.7	4.8	3.4	2.8	8.3	2.2	2.8
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.4	15	2.3	2.3	10	6.3	3.6	4.1	12	3.4	3.3

表 1.3-37 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.09	1.15	1.19	1.17	1.22	1.21	1.22	1.16	1.18	1.20	1.23
	2	1.12	1.12	1.23	1.18	1.22	1.23	1.25	1.16	1.18	1.26	1.27
	3	1.68	1.50	1.63	1.73	1.57	1.69	1.67	1.71	1.72	1.67	1.68
	4	1.62	1.63	1.63	1.64	1.67	1.67	1.66	1.62	1.89	1.66	1.68
	5	1.14	0.97	1.13	1.29	1.10	1.23	1.30	1.33	1.41	1.39	1.38
	6	1.33	1.25	1.40	1.46	1.31	1.42	1.44	1.44	1.46	1.48	1.49
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		1.33	1.27	1.37	1.41	1.35	1.41	1.42	1.40	1.47	1.44	1.46
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.26	0.25	0.22	0.24	0.22	0.22	0.20	0.23	0.29	0.20	0.20
相对标准偏差 RSD_5 (%)		20	20	16	17	16	16	14	16	20	14	13
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		21	25	18	19	21	17	16	19	23	16	16

表 1.3-38 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.02	5.25	4.57	6.40	5.24	5.80	6.02	6.75	6.68	5.89	5.98
	2	6.11	6.27	5.38	6.37	5.92	6.28	6.41	6.59	6.68	6.32	6.45
	3	6.15	5.38	5.05	6.57	5.99	6.38	6.07	6.79	6.81	6.09	6.21
	4	6.61	5.94	4.99	6.73	5.68	6.17	6.32	6.91	7.02	6.29	6.40
	5	6.77	6.22	5.16	6.82	6.06	6.66	6.85	6.98	7.11	6.88	7.00
	6	6.43	5.29	5.04	6.68	5.83	6.45	6.40	6.89	6.86	6.54	6.65
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		6.35	5.73	5.03	6.60	5.79	6.29	6.35	6.82	6.86	6.33	6.45
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.30	0.48	0.27	0.18	0.30	0.29	0.30	0.14	0.18	0.34	0.35
相对标准偏差 RSD_5 (%)		4.7	8.3	5.3	2.8	5.2	4.7	4.7	2.0	2.6	5.5	5.5
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.9	8.9	8.1	3.4	7.3	6.9	6.4	2.9	3.1	7.8	7.9

表 1.3-39 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.24	1.20	1.25	1.28	1.23	1.29	1.26	1.23	1.27	1.28	1.29
	2	1.32	1.19	1.17	1.37	1.29	1.35	1.30	1.37	1.44	1.41	1.34
	3	1.29	1.22	1.27	1.32	1.35	1.40	1.33	1.28	1.39	1.37	1.39
	4	1.47	1.47	1.49	1.53	1.51	1.56	1.53	1.54	1.83	1.57	1.55
	5	1.45	1.42	1.48	1.49	1.50	1.56	1.49	1.45	1.68	1.56	1.52
	6	1.67	1.57	1.66	1.67	1.66	1.71	1.68	1.63	1.76	1.83	1.70
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		1.41	1.35	1.39	1.44	1.42	1.48	1.43	1.42	1.56	1.50	1.46
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.16	0.16	0.18	0.15	0.16	0.16	0.16	0.15	0.23	0.20	0.15
相对标准偏差 RSD_5 (%)		11	12	13	10	11	11	12	11	15	13	10
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	14	17	13	15	14	14	14	18	18	14

表 1.3-40 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.27	5.25	5.38	5.52	5.33	5.41	5.43	5.68	5.66	5.31	5.44
	2	5.70	6.06	6.22	6.24	6.24	6.24	6.33	6.47	6.64	6.50	6.30
	3	5.82	5.72	6.09	5.95	5.98	6.00	6.16	6.09	6.10	6.08	6.13
	4	6.07	5.75	6.09	6.33	6.01	6.07	6.19	6.52	6.60	6.36	6.18
	5	5.77	5.82	5.94	6.13	5.97	5.95	6.04	6.32	6.52	6.00	5.99
	6	5.35	5.00	5.30	5.47	5.26	5.28	5.42	5.60	5.74	5.36	5.41
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		5.66	5.60	5.84	5.94	5.80	5.83	5.93	6.11	6.21	5.93	5.91
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.30	0.40	0.40	0.37	0.40	0.39	0.40	0.40	0.44	0.50	0.39
相对标准偏差 RSD_5 (%)		5.3	7.1	6.8	6.2	7.0	6.7	6.8	6.5	7.0	8.4	6.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		7.1	9.6	8.0	7.3	8.5	8.3	7.7	7.6	8.0	10	7.6

表 1.3-41 黄石环境监测站精密度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.36	0.41	0.34	0.36	0.36	0.36	0.35	0.35	0.37	0.36	0.36
	2	0.40	0.31	0.36	0.40	0.45	0.38	0.41	0.42	0.41	0.38	0.40
	3	0.38	0.37	0.35	0.38	0.36	0.38	0.38	0.50	0.40	0.36	0.38
	4	0.36	0.30	0.34	0.34	0.39	0.35	0.40	0.44	0.39	0.35	0.37
	5	0.37	0.29	0.34	0.38	0.44	0.36	0.39	0.44	0.40	0.36	0.39
	6	0.36	0.37	0.34	0.36	0.38	0.35	0.39	0.37	0.38	0.35	0.36
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		0.39	0.32	0.36	0.40	0.43	0.37	0.41	0.47	0.42	0.37	0.40
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.01	0.04	8.94×10^{-3}	0.02	0.03	0.01	0.02	0.05	0.02	0.01	0.02
相对标准偏差 RSD_6 (%)		3.3	11	2.4	5.0	8.3	2.8	4.3	11	4.1	2.9	3.9
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.3	17	2.9	8.1	11	4.1	7.9	18	5.1	4.1	5.3

表 1.3-42 黄石环境监测站精密度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.33	1.31	1.36	1.47	1.45	1.50	1.45	1.49	1.50	1.50	1.48
	2	1.48	1.56	1.66	1.61	1.67	1.68	1.76	1.63	1.64	1.77	1.76
	3	1.10	1.03	1.06	1.19	1.12	1.12	1.22	1.23	1.19	1.14	1.12
	4	1.10	1.14	1.19	1.20	1.21	1.22	1.25	1.21	1.32	1.23	1.23
	5	1.45	1.64	1.67	1.48	1.68	1.69	1.82	1.57	1.61	1.70	1.70
	6	1.44	1.38	1.49	1.51	1.50	1.48	1.58	1.59	1.52	1.55	1.55
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		1.50	1.46	1.57	1.62	1.58	1.61	1.71	1.78	1.77	1.70	1.69
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.15	0.19	0.20	0.15	0.19	0.19	0.21	0.18	0.17	0.21	0.21
相对标准偏差 RSD_6 (%)		11	14	14	11	13	13	14	12	11	14	14
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		15	23	22	15	20	20	20	15	16	22	22

表 1.3-43 黄石环境监测站精密度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.20	6.31	6.59	6.66	6.50	6.47	6.63	6.85	6.68	6.60	6.60
	2	6.06	5.89	6.18	6.19	6.15	6.10	6.28	6.52	6.33	6.23	6.22
	3	6.16	6.26	6.54	6.59	6.46	6.40	6.62	6.77	6.69	6.61	6.61
	4	6.40	6.21	6.53	6.56	6.47	6.40	6.60	6.91	6.66	6.55	6.54
	5	6.04	5.74	6.07	6.19	5.96	6.02	6.19	6.53	6.29	6.17	6.16
	6	5.98	5.69	6.03	6.32	5.89	5.95	6.23	6.61	6.50	6.24	6.20
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		6.31	6.09	6.54	6.54	6.32	6.45	6.75	6.81	6.67	6.69	6.65
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.14	0.24	0.23	0.18	0.23	0.21	0.21	0.15	0.16	0.20	0.21
相对标准偏差 RSD_6 (%)		2.3	3.9	3.6	2.9	3.7	3.3	3.3	2.2	2.5	3.2	3.2
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		3.4	5.2	4.4	3.7	4.9	4.2	3.4	2.9	3.1	3.4	3.5

表 1.3-44 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）

平行样品编号		浓度（含量）1：浓度为 0.5 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	0.38	0.45	0.35	0.39	0.38	0.37	0.38	0.38	0.39	0.38	0.38
	2	0.40	0.29	0.35	0.40	0.42	0.38	0.40	0.39	0.40	0.38	0.39
	3	0.38	0.33	0.36	0.40	0.43	0.38	0.40	0.50	0.40	0.38	0.41
	4	0.42	0.38	0.37	0.40	0.40	0.39	0.45	0.51	0.43	0.38	0.43
	5	0.38	0.32	0.34	0.39	0.39	0.36	0.42	0.40	0.40	0.36	0.38
	6	0.39	0.41	0.34	0.35	0.34	0.36	0.40	0.41	0.38	0.36	0.40
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		0.39	0.36	0.35	0.39	0.39	0.37	0.41	0.43	0.40	0.37	0.40
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.01	0.05	0.01	0.02	0.03	0.01	0.02	0.05	0.01	0.01	0.02
相对标准偏差 RSD_6 (%)		3.8	15	3.4	4.6	6.9	2.7	5.6	12	3.6	2.7	4.3
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.0	22	4.2	6.7	12	4.0	8.4	15	6.2	2.7	6.2

表 1.3-45 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.11	1.16	1.19	1.20	1.21	1.21	1.23	1.22	1.28	1.22	1.11
	2	1.13	1.12	1.22	1.20	1.19	1.20	1.26	1.20	1.24	1.26	1.13
	3	1.74	1.48	1.11	1.79	1.59	1.69	1.72	1.79	1.84	1.71	1.74
	4	1.66	1.66	1.62	1.66	1.66	1.62	1.73	1.79	1.69	1.68	1.66
	5	1.15	0.97	1.10	1.30	1.06	1.17	1.32	1.40	1.37	1.37	1.15
	6	1.35	1.26	1.39	1.48	1.30	1.39	1.50	1.53	1.55	1.48	1.35
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		1.36	1.28	1.37	1.44	1.34	1.38	1.46	1.49	1.49	1.45	1.47
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.26	0.23	0.21	0.22	0.22	0.21	0.21	0.24	0.22	0.19	0.18
相对标准偏差 RSD_6 (%)		19	18	16	16	16	15	14	16	15	13	13
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		22	26	19	20	22	18	17	20	20	17	22

表 1.3-46 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	6.29	5.24	4.65	6.64	5.60	5.89	6.09	6.80	6.74	6.12	6.14
	2	6.17	4.87	4.60	6.45	5.55	6.13	6.41	6.95	6.98	6.63	6.46
	3	6.47	5.31	5.57	6.69	6.50	6.39	6.73	6.96	6.98	6.85	6.81
	4	6.39	5.57	5.16	6.77	6.10	6.48	6.22	7.07	6.97	6.31	6.34
	5	6.92	5.14	5.10	6.99	6.10	6.24	6.51	7.19	7.17	6.51	6.53
	6	6.63	5.33	5.10	6.84	5.91	6.49	6.57	7.05	7.10	6.73	6.77
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		6.48	5.24	5.03	6.73	5.96	6.27	6.42	7.00	6.99	6.53	6.51
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.24	0.21	0.33	0.17	0.32	0.21	0.21	0.12	0.14	0.25	0.23
相对标准偏差 RSD_6 (%)		3.8	4.1	6.5	2.5	5.4	3.4	3.3	1.7	1.9	3.8	3.6
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		5.7	6.7	9.5	4.0	7.9	4.8	5.0	2.8	3.1	5.6	5.2

表 1.3-47 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）

平行样品编号		浓度（含量）2：浓度为 2.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	1.24	1.18	1.22	1.27	1.19	1.22	1.26	1.28	1.29	1.27	1.27
	2	1.34	1.18	1.17	1.41	1.26	1.31	1.34	1.56	1.44	1.39	1.40
	3	1.32	1.22	1.27	1.36	1.29	1.37	1.41	1.77	1.41	1.37	1.40
	4	1.49	1.45	1.47	1.54	1.45	1.51	1.52	1.66	1.57	1.56	1.55
	5	1.45	1.41	1.45	1.49	1.42	1.49	1.53	1.66	1.52	1.49	1.53
	6	1.79	1.65	1.75	1.80	1.71	1.77	1.83	1.87	1.80	1.79	1.82
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		1.44	1.35	1.39	1.48	1.39	1.44	1.48	1.63	1.51	1.48	1.50
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.18	0.17	0.20	0.17	0.17	0.17	0.18	0.18	0.16	0.17	0.17
相对标准偏差 RSD_6 (%)		12	13	14	11	12	12	12	11	11	11	12
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		18	17	20	17	18	18	18	19	16	17	18

表 1.3-48 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）

平行样品编号		浓度（含量）3：浓度为 8.0 mg/kg										
		西玛津	莠去通	西草净	阿特拉津	仲丁通	扑灭通	莠灭净	扑灭津	特丁津	扑草净	去草净
测定结果 (mg/kg)	1	5.49	5.38	5.52	5.72	5.47	5.53	5.58	5.84	5.79	5.53	5.57
	2	6.03	5.91	6.23	6.15	6.10	6.09	6.30	6.23	6.09	6.22	6.25
	3	6.42	6.11	6.34	6.64	6.26	6.29	6.48	6.77	6.71	6.40	6.44
	4	6.00	6.08	6.09	6.33	6.10	6.09	6.20	6.82	6.48	6.17	6.14
	5	5.44	5.15	5.22	5.49	5.17	5.24	5.24	5.50	5.46	5.23	5.26
	6	5.47	5.14	5.35	5.57	5.29	5.36	5.78	6.02	5.75	5.44	5.46
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		5.81	5.63	5.79	5.99	5.73	5.76	5.93	6.20	6.05	5.83	5.85
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.37	0.42	0.44	0.42	0.43	0.40	0.43	0.48	0.43	0.45	0.44
相对标准偏差 RSD_6 (%)		6.3	7.4	7.6	7.0	7.6	7.0	7.3	7.7	7.2	7.6	7.5
X_{\min} 和 X_{\max} 的相对平均偏差 (%)		8.3	8.6	9.7	9.5	9.5	9.1	11	11	10	10	10

1.4 方法准确度测试数据

表 1.4-1 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	503	71
	0.35	0.36	0.35	0.35	0.36	0.35	0.35	0.36		
莠去通	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	504	73
	0.39	0.36	0.34	0.39	0.36	0.34	0.39	0.36		
西草净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	500	67
	0.33	0.34	0.33	0.33	0.34	0.33	0.33	0.34		
阿特拉 津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	505	73
	0.36	0.37	0.36	0.36	0.37	0.36	0.36	0.37		
仲丁通	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	498	79
	0.36	0.36	0.39	0.36	0.36	0.39	0.36	0.36		
扑灭通	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	500	70
	0.34	0.36	0.35	0.34	0.36	0.35	0.34	0.36		
莠灭净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	499	76
	0.35	0.39	0.40	0.35	0.39	0.40	0.35	0.39		
扑灭津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	502	91
	0.34	0.48	0.50	0.34	0.48	0.50	0.34	0.48		
特丁津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	496	84
	0.36	0.51	0.42	0.36	0.51	0.42	0.36	0.51		
扑草净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	504	71
	0.35	0.36	0.36	0.35	0.36	0.36	0.35	0.36		
去草净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	517	71
	加标测定	0.34	0.37	0.35	0.37	0.36	0.40	0.37		

表 1.4-2 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	63
	加标测定	1.32	1.49	1.10	1.44	1.43	1.48	1.37		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	69
	加标测定	1.31	1.54	1.12	1.61	1.38	1.45	1.40		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	72
	加标测定	1.35	1.66	1.18	1.66	1.48	1.55	1.48		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.17	68
	加标测定	1.47	1.61	1.20	1.46	1.50	1.61	1.47		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	75
	加标测定	1.47	1.72	1.23	1.69	1.50	1.63	1.54		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	75
	加标测定	1.49	1.69	1.21	1.65	1.46	1.61	1.52		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	75
	加标测定	1.44	1.75	1.22	1.69	1.58	1.64	1.55		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	70
	加标测定	1.48	1.65	1.22	1.49	1.71	1.63	1.53		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	74
	加标测定	1.50	1.65	1.31	1.59	1.89	1.69	1.61		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.10	78
	加标测定	1.50	1.78	1.24	1.69	1.97	1.69	1.65		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	77
	加标测定	1.47	1.77	1.23	1.69	1.64	1.68	1.58		

表 1.4-3 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	73
	加标测定	6.22	6.11	6.17	6.45	6.02	6.3	6.21		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	75
	加标测定	6.34	5.95	6.29	6.23	5.71	6.04	6.09		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	79
	加标测定	6.6	6.22	6.55	6.55	6.05	6.5	6.41		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.44	77
	加标测定	6.67	6.22	6.59	6.59	6.17	6.51	6.46		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	78
	加标测定	6.55	6.24	6.51	6.53	5.97	6.39	6.37		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.08	78
	加标测定	6.47	6.13	6.43	6.44	5.97	6.4	6.31		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.45	77
	加标测定	6.66	6.34	6.64	6.65	6.19	6.69	6.53		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.75	77
	加标测定	6.86	6.48	7.03	6.88	6.48	6.75	6.75		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.96	73
	加标测定	6.69	6.33	6.66	6.65	6.26	6.61	6.53		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.16	79
	加标测定	6.6	6.26	6.63	6.58	6.15	6.64	6.48		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.17	79
	加标测定	6.6	6.25	6.62	6.57	6.13	6.62	6.47		

表 1.4-4 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	74
	加标测定	0.36	0.38	0.36	0.37	0.38	0.38	0.37		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	78
	加标测定	0.43	0.33	0.37	0.44	0.40	0.40	0.40		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.50	67
	加标测定	0.34	0.34	0.33	0.35	0.33	0.34	0.34		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	74
	加标测定	0.37	0.39	0.37	0.38	0.34	0.38	0.37		
仲丁通	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	0.42	0.39	0.44	0.34	0.39	0.39		
扑灭通	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	0.36	0.35	0.34	0.36	0.36		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.50	78
	加标测定	0.36	0.39	0.38	0.45	0.39	0.37	0.39		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.5	82
	加标测定	0.37	0.38	0.38	0.48	0.47	0.37	0.41		
特丁津	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	0.40	0.39	0.40	0.36	0.39	0.39		
扑草净	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	0.38	0.36	0.36	0.34	0.36	0.36		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	71
	加标测定	0.37	0.37	0.37	0.38	0.36	0.37	0.37		

表 1.4-5 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	64
	加标测定	1.09	1.12	1.72	1.66	1.14	1.33	1.34		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	61
	加标测定	1.15	1.11	1.46	1.66	0.95	1.25	1.26		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	65
	加标测定	1.18	1.22	1.64	1.62	1.09	1.38	1.35		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	69
	加标测定	1.19	1.19	1.77	1.66	1.28	1.47	1.43		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	65
	加标测定	1.20	1.20	1.59	1.67	1.06	1.30	1.34		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	67
	加标测定	1.19	1.20	1.68	1.61	1.16	1.39	1.37		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	71
	加标测定	1.20	1.25	1.70	1.70	1.44	1.52	1.47		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	74
	加标测定	1.19	1.19	1.78	1.92	1.69	1.58	1.56		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.13	71
	加标测定	1.26	1.24	1.83	1.71	1.43	1.58	1.51		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	70
	加标测定	1.21	1.26	1.70	1.68	1.36	1.46	1.44		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.10	70
	加标测定	1.22	1.28	1.70	1.70	1.38	1.49	1.46		

表 1.4-6 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.46	78
	加标测定	6.12	6.44	6.36	6.91	7.05	6.63	6.58		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	63
	加标测定	4.84	5.40	5.58	5.19	5.37	5.35	5.29		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.42	61
	加标测定	4.56	5.58	5.14	5.09	5.26	5.10	5.12		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.43	81
	加标测定	6.39	6.72	6.74	6.99	7.08	6.84	6.79		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.43	74
	加标测定	5.54	6.69	6.15	6.24	7.01	5.97	6.27		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.38	77
	加标测定	6.08	6.49	6.56	6.29	6.82	6.59	6.47		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.51	79
	加标测定	6.34	7.02	6.61	6.68	7.25	6.67	6.76		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.62	83
	加标测定	6.69	7.13	7.27	7.31	7.34	7.19	7.16		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.51	86
	加标测定	6.77	7.16	7.89	7.19	7.68	7.23	7.32		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.42	79
	加标测定	6.31	6.92	6.43	6.54	7.12	6.77	6.68		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	79
	加标测定	6.29	6.85	6.39	6.54	7.14	6.72	6.65		

表 1.4-7 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.02	64
	加标测定	1.22	1.33	1.30	1.07	1.47	1.43	1.30		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	61
	加标测定	1.17	1.17	1.21	1.07	1.45	1.40	1.24		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	61
	加标测定	1.20	1.15	1.25	1.05	1.46	1.43	1.26		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.01	67
	加标测定	1.25	1.39	1.33	1.12	1.53	1.47	1.35		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	62
	加标测定	1.19	1.26	1.28	1.09	1.46	1.42	1.28		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	64
	加标测定	1.20	1.29	1.33	1.12	1.47	1.47	1.31		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	64
	加标测定	1.24	1.31	1.35	1.12	1.52	1.49	1.34		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	74
	加标测定	1.26	1.46	1.77	1.23	1.81	1.70	1.54		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.25	62
	加标测定	1.28	1.43	1.37	1.15	1.60	1.51	1.39		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	66
	加标测定	1.26	1.38	1.35	1.12	1.57	1.49	1.36		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	66
	加标测定	1.26	1.36	1.40	1.13	1.55	1.51	1.37		

表 1.4-8 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.89	66
	加标测定	5.46	5.89	6.03	6.34	6.05	5.48	5.87		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.31	70
	加标测定	5.34	6.28	5.91	6.05	6.14	5.16	5.81		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	72
	加标测定	5.48	6.34	6.22	6.23	6.12	5.36	5.96		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.85	69
	加标测定	5.67	6.42	6.14	6.57	6.4	5.58	6.13		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	71
	加标测定	5.44	6.31	6.11	6.17	6.15	5.3	5.91		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.30	71
	加标测定	5.40	6.18	6.02	6.15	6.10	5.30	5.86		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_1 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	72
	加标测定	5.50	6.46	6.28	6.33	6.20	5.51	6.05		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.93	70
	加标测定	5.69	6.71	6.22	6.62	6.50	5.86	6.27		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	9.25	67
	加标测定	5.75	6.73	6.08	6.60	6.51	5.57	6.21		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.75	70
	加标测定	5.51	6.88	6.25	6.39	6.27	5.57	6.14		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.49	72
	加标测定	5.54	6.65	6.25	6.40	6.23	5.52	6.10		

表 1.4-9 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	76
	加标测定	0.38	0.41	0.41	0.37	0.37	0.40	0.39		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	77
	加标测定	0.37	0.39	0.39	0.40	0.41	0.42	0.40		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	73
	加标测定	0.36	0.38	0.38	0.39	0.36	0.39	0.38		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	80
	加标测定	0.38	0.42	0.42	0.41	0.39	0.43	0.41		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	85
	加标测定	0.40	0.42	0.42	0.49	0.43	0.42	0.43		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	81
	加标测定	0.41	0.39	0.39	0.50	0.37	0.40	0.41		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	76
	加标测定	0.36	0.38	0.38	0.40	0.38	0.40	0.38		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.50	76
	加标测定	0.35	0.40	0.40	0.38	0.36	0.39	0.38		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	77
	加标测定	0.37	0.40	0.40	0.42	0.38	0.38	0.39		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	76
	加标测定	0.37	0.39	0.39	0.40	0.40	0.38	0.39		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	84
	加标测定	0.38	0.42	0.42	0.49	0.38	0.46	0.42		

表 1.4-10 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.14	66
	加标测定	1.29	1.52	1.47	1.29	1.44	1.51	1.42		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.01	72
	加标测定	1.31	1.53	1.62	1.31	1.36	1.59	1.45		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	74
	加标测定	1.30	1.69	1.70	1.29	1.50	1.61	1.52		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	68
	加标测定	1.35	1.65	1.51	1.25	1.52	1.66	1.49		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.83	86
	加标测定	1.38	1.73	1.74	1.27	1.52	1.77	1.57		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.22	70
	加标测定	1.39	1.70	1.72	1.28	1.51	1.66	1.54		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	76
	加标测定	1.29	1.77	1.61	1.38	1.52	1.79	1.56		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	71
	加标测定	1.30	1.67	1.56	1.33	1.52	1.93	1.55		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	74
	加标测定	1.33	1.73	1.57	1.43	1.53	1.77	1.56		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.03	79
	加标测定	1.25	1.80	1.78	1.34	1.76	1.71	1.61		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	83
	加标测定	1.27	1.81	2.00	1.40	1.94	1.74	1.69		

表 1.4-11 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.52	73
	加标测定	5.95	6.32	6.18	6.27	6.56	6.20	6.25		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.11	76
	加标测定	5.93	6.38	5.99	6.34	6.30	5.81	6.13		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	79
	加标测定	6.15	6.70	6.29	6.63	6.66	6.20	6.44		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	77
	加标测定	6.20	6.82	6.31	6.70	6.71	6.34	6.51		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.16	78
	加标测定	6.17	6.65	6.25	6.58	6.58	6.09	6.39		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.28	78
	加标测定	6.21	6.75	6.33	6.64	6.61	6.25	6.46		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.25	79
	加标测定	6.21	6.74	6.36	6.71	6.73	6.31	6.51		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.38	80
	加标测定	6.42	7.06	6.46	6.95	7.02	6.52	6.74		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.56	77
	加标测定	6.29	6.87	6.46	6.82	6.83	6.48	6.63		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.15	79
	加标测定	6.13	6.68	6.31	6.66	6.68	6.28	6.46		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.30	78
	加标测定	6.21	6.68	6.31	6.68	6.68	6.33	6.48		

表 1.4-12 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.517	79
	加标测定	0.43	0.39	0.40	0.42	0.43	0.40	0.41		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	73
	加标测定	0.39	0.36	0.39	0.40	0.37	0.37	0.38		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	73
	加标测定	0.40	0.38	0.37	0.40	0.35	0.38	0.38		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	80
	加标测定	0.43	0.43	0.40	0.44	0.36	0.42	0.42		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	83
	加标测定	0.40	0.44	0.41	0.45	0.41	0.43	0.42		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	80
	加标测定	0.42	0.41	0.43	0.40	0.38	0.42	0.41		
莠灭净	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	0.38	0.38	0.40	0.35	0.39	0.38		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.49	77
	加标测定	0.38	0.37	0.36	0.40	0.34	0.38	0.37		
特丁津	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	0.39	0.38	0.42	0.35	0.38	0.39		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	74
	加标测定	0.39	0.39	0.40	0.40	0.36	0.42	0.39		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	88
	加标测定	0.49	0.43	0.43	0.45	0.44	0.45	0.45		

表 1.4-13 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	69
	加标测定	1.33	1.35	1.74	1.67	1.26	1.36	1.45		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	65
	加标测定	1.29	1.29	1.43	1.55	1.24	1.30	1.35		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	68
	加标测定	1.30	1.25	1.68	1.65	1.25	1.40	1.42		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	71
	加标测定	1.32	1.22	1.81	1.70	1.46	1.49	1.50		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	70
	加标测定	1.43	1.22	1.62	1.70	1.34	1.30	1.43		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.03	73
	加标测定	1.43	1.23	1.74	1.68	1.46	1.38	1.49		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	71
	加标测定	1.32	1.30	1.62	1.69	1.31	1.47	1.45		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	73
	加标测定	1.35	1.29	1.90	1.69	1.40	1.52	1.52		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	72
	加标测定	1.31	1.29	1.87	1.74	1.40	1.56	1.53		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	71
	加标测定	1.30	1.29	1.71	1.68	1.36	1.47	1.47		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	74
	加标测定	1.46	1.30	1.78	1.72	1.42	1.51	1.53		

表 1.4-14 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	77
	加标测定	6.27	6.84	6.29	6.79	6.13	6.43	6.46		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	65
	加标测定	5.55	5.27	5.01	5.08	5.37	5.94	5.26		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.20	67
	加标测定	5.60	5.36	5.32	5.88	5.51	5.88	5.53		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	86
	加标测定	7.45	7.66	6.59	7.59	6.86	6.65	7.23		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.42	71
	加标测定	5.84	5.52	5.44	6.42	6.63	6.15	5.97		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	74
	加标测定	5.90	6.38	5.50	6.40	6.54	6.42	6.14		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.45	73
	加标测定	6.03	6.19	6.04	6.53	6.15	6.65	6.19		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.87	80
	加标测定	6.71	7.70	6.68	7.44	6.74	6.87	7.05		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.82	80
	加标测定	6.69	7.72	6.59	7.46	6.75	6.71	7.04		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.27	78
	加标测定	6.09	6.23	6.38	7.00	6.32	6.72	6.40		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.28	77
	加标测定	6.13	6.28	6.27	6.97	6.27	6.77	6.38		

表 1.4-15 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	71
	加标测定	1.32	1.33	1.40	1.50	1.47	1.72	1.46		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	68
	加标测定	1.42	1.36	1.45	1.38	1.36	1.50	1.41		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	70
	加标测定	1.43	1.31	1.34	1.49	1.47	1.68	1.45		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	74
	加标测定	1.44	1.46	1.36	1.58	1.53	1.74	1.52		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	69
	加标测定	1.27	1.33	1.32	1.56	1.48	1.67	1.44		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	72
	加标测定	1.53	1.37	1.37	1.63	1.50	1.69	1.51		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	71
	加标测定	1.30	1.31	1.33	1.54	1.48	1.70	1.44		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.02	73
	加标测定	1.31	1.43	1.32	1.57	1.49	1.68	1.47		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	73
	加标测定	1.32	1.45	1.34	1.62	1.51	1.71	1.49		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.13	72
	加标测定	1.39	1.34	1.60	1.50	1.49	1.93	1.54		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	70
	加标测定	1.24	1.35	1.40	1.55	1.52	1.74	1.47		

表 1.4-16 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_2 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.81	68
	加标测定	5.72	6.19	6.05	6.36	6.10	5.69	6.02		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.76	76
	加标测定	5.67	6.31	6.08	6.01	6.09	5.34	5.92		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.23	73
	加标测定	5.85	6.37	6.21	6.25	6.14	5.33	6.02		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.78	70
	加标测定	5.81	6.43	6.11	6.55	6.39	5.56	6.14		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.23	73
	加标测定	5.69	6.37	6.09	6.15	6.15	5.65	6.02		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.97	76
	加标测定	5.64	6.45	6.08	6.31	6.26	5.44	6.03		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.95	77
	加标测定	5.68	6.47	6.26	6.42	6.24	5.54	6.10		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.90	71
	加标测定	5.91	6.61	6.21	6.92	6.63	5.77	6.34		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.74	72
	加标测定	6.06	6.74	6.12	6.65	6.51	5.54	6.27		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.25	73
	加标测定	5.53	6.39	6.22	6.32	6.18	5.42	6.01		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.06	76
	加标测定	5.52	6.58	6.48	6.53	6.28	5.47	6.14		

表 1.4-17 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	76
	加标测定	0.37	0.41	0.42	0.40	0.38	0.40	0.40		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	77
	加标测定	0.36	0.39	0.43	0.42	0.41	0.42	0.40		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	70
	加标测定	0.36	0.37	0.37	0.36	0.36	0.38	0.37		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	76
	加标测定	0.37	0.39	0.41	0.40	0.38	0.41	0.39		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	73
	加标测定	0.37	0.39	0.40	0.40	0.38	0.40	0.39		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	74
	加标测定	0.37	0.40	0.40	0.39	0.39	0.42	0.39		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	79
	加标测定	0.37	0.38	0.43	0.41	0.40	0.44	0.40		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	77
	加标测定	0.36	0.39	0.39	0.37	0.40	0.45	0.39		
特丁津	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	0.38	0.40	0.39	0.39	0.41	0.39		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.50	73
	加标测定	0.35	0.37	0.37	0.38	0.35	0.37	0.37		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	80
	加标测定	0.36	0.42	0.41	0.42	0.45	0.40	0.41		

表 1.4-18 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	64
	加标测定	1.35	1.51	1.12	1.47	1.45	1.52	1.40		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	68
	加标测定	1.33	1.54	1.03	1.62	1.38	1.46	1.39		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	72
	加标测定	1.38	1.69	1.08	1.69	1.50	1.59	1.49		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	69
	加标测定	1.51	1.64	1.21	1.50	1.53	1.65	1.50		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	76
	加标测定	1.51	1.71	1.16	1.72	1.56	1.64	1.55		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	77
	加标测定	1.61	1.70	1.19	1.75	1.57	1.68	1.58		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	76
	加标测定	1.49	1.77	1.13	1.71	1.55	1.68	1.56		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	69
	加标测定	1.55	1.66	1.22	1.47	1.53	1.68	1.52		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	71
	加标测定	1.72	1.69	1.21	1.52	1.51	1.70	1.56		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	72
	加标测定	1.53	1.76	1.12	1.68	1.61	1.69	1.57		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	76
	加标测定	1.50	1.77	1.14	1.71	1.54	1.70	1.56		

表 1.4-19 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	74
	加标测定	6.28	6.14	6.25	6.51	6.18	6.47	6.31		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.08	77
	加标测定	6.46	5.99	6.45	6.28	5.83	6.19	6.20		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	80
	加标测定	6.68	6.26	6.62	6.63	6.19	6.67	6.51		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.47	78
	加标测定	6.79	6.30	6.70	6.70	6.35	6.72	6.59		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.08	79
	加标测定	6.56	6.13	6.51	6.49	5.99	6.41	6.35		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.08	80
	加标测定	6.64	6.25	6.51	6.58	6.10	6.56	6.44		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	81
	加标测定	6.70	6.32	6.70	6.68	6.25	6.80	6.58		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.53	79
	加标测定	6.96	6.48	6.94	6.87	6.44	6.93	6.77		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.52	79
	加标测定	6.84	6.46	6.82	6.82	6.43	6.91	6.71		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.05	81
	加标测定	6.65	6.24	6.65	6.62	6.26	6.77	6.53		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	81
	加标测定	6.69	6.09	6.72	6.73	6.34	6.83	6.57		

表 1.4-20 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	79
	加标测定	0.40	0.43	0.41	0.42	0.42	0.41	0.41		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	86
	加标测定	0.43	0.46	0.41	0.50	0.52	0.42	0.46		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	70
	加标测定	0.36	0.38	0.36	0.37	0.38	0.36	0.37		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	77
	加标测定	0.39	0.42	0.40	0.40	0.42	0.39	0.40		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	75
	加标测定	0.39	0.41	0.38	0.39	0.41	0.39	0.40		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	80
	加标测定	0.42	0.41	0.40	0.40	0.46	0.46	0.42		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	80
	加标测定	0.39	0.42	0.40	0.41	0.42	0.42	0.41		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	78
	加标测定	0.39	0.41	0.38	0.40	0.40	0.42	0.40		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	81
	加标测定	0.40	0.43	0.39	0.41	0.42	0.40	0.41		
扑草净	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	0.40	0.36	0.36	0.38	0.36	0.37		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	80
	加标测定	0.40	0.42	0.38	0.40	0.48	0.40	0.41		

表 1.4-21 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.12	65
	加标测定	1.12	1.15	1.73	1.69	1.17	1.37	1.37		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	60
	加标测定	1.16	1.12	1.46	1.60	8.99×10	1.21	1.24		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	66
	加标测定	1.20	1.24	1.66	1.64	1.12	1.41	1.38		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	69
	加标测定	1.21	1.22	1.79	1.67	1.33	1.51	1.46		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	65
	加标测定	1.23	1.23	1.59	1.66	1.08	1.34	1.36		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	70
	加标测定	1.32	1.30	1.72	1.65	1.28	1.43	1.45		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	70
	加标测定	1.28	1.27	1.71	1.69	1.33	1.48	1.46		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.12	70
	加标测定	1.29	1.23	1.80	1.69	1.40	1.51	1.48		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	71
	加标测定	1.25	1.25	1.82	1.72	1.40	1.56	1.50		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	71
	加标测定	1.22	1.26	1.71	1.66	1.37	1.48	1.45		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	69
	加标测定	1.27	1.31	1.74	1.48	1.41	1.56	1.46		

表 1.4-22 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	79
	加标测定	6.36	6.52	6.41	6.98	7.13	6.63	6.67		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.34	65
	加标测定	4.95	5.66	5.58	5.41	5.66	5.38	5.44		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	62
	加标测定	4.68	5.58	5.15	5.12	5.28	5.08	5.15		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	83
	加标测定	6.72	6.88	6.80	7.14	7.35	6.84	6.95		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	71
	加标测定	5.40	6.05	6.08	5.76	6.11	5.86	5.87		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	78
	加标测定	6.12	6.48	6.47	6.33	6.87	6.51	6.46		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.39	79
	加标测定	6.14	6.67	6.40	6.48	7.30	6.66	6.61		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	84
	加标测定	6.82	6.84	7.18	7.08	7.44	7.16	7.09		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	81
	加标测定	6.81	6.80	6.75	7.03	7.16	6.90	6.91		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.69	75
	加标测定	6.13	6.56	6.21	6.49	7.05	6.63	6.51		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	79
	加标测定	6.21	6.70	6.30	6.59	7.04	6.73	6.60		

表 1.4-23 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	70
	加标测定	1.25	1.35	1.33	1.51	1.48	1.72	1.44		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	63
	加标测定	1.14	1.18	1.21	1.39	1.37	1.53	1.30		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	66
	加标测定	1.24	1.17	1.28	1.49	1.47	1.67	1.39		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	72
	加标测定	1.29	1.41	1.37	1.56	1.52	1.72	1.48		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	67
	加标测定	1.23	1.29	1.33	1.48	1.47	1.66	1.41		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	74
	加标测定	1.34	1.41	1.50	1.61	1.61	1.76	1.54		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	71
	加标测定	1.28	1.34	1.39	1.56	1.53	1.74	1.47		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	73
	加标测定	1.30	1.44	1.38	1.58	1.51	1.71	1.49		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	74
	加标测定	1.31	1.44	1.37	1.73	1.54	1.74	1.52		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	76
	加标测定	1.26	1.39	1.48	1.54	1.64	2.00	1.55		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	72
	加标测定	1.32	1.42	1.39	1.52	1.60	1.70	1.49		

表 1.4-24 陕西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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_3 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.92	66
	加标测定	5.54	5.98	6.06	6.35	6.11	5.48	5.92		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	71
	加标测定	5.47	6.36	5.94	6.07	6.17	5.37	5.90		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.36	72
	加标测定	5.56	6.42	6.25	6.27	6.17	5.24	5.98		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.92	69
	加标测定	5.78	6.55	6.19	6.62	6.45	5.54	6.19		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	71
	加标测定	5.51	6.44	6.12	6.16	6.16	5.22	5.93		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	73
	加标测定	5.59	6.61	6.19	6.26	6.22	5.40	6.04		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.39	72
	加标测定	5.61	6.55	6.31	6.37	6.26	5.29	6.07		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.97	70
	加标测定	5.89	6.73	6.26	6.68	6.56	5.63	6.29		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.97	71
	加标测定	5.89	6.87	6.22	6.77	6.96	5.57	6.38		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.27	74
	加标测定	5.53	6.50	6.41	6.38	6.34	5.33	6.08		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	72
	加标测定	5.62	6.58	6.36	6.19	5.75	5.38	5.98		

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

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	72
	加标测定	0.37	0.40	0.38	0.36	0.36	0.37	0.38		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	70
	加标测定	0.36	0.38	0.38	0.345	0.36	0.361	0.36		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	68
	加标测定	0.351	0.36	0.354	0.341	0.345	0.340	0.35		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	73
	加标测定	0.38	0.40	0.38	0.36	0.371	0.37	0.38		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	89
	加标测定	0.44	0.51	0.44	0.44	0.48	0.44	0.46		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	72
	加标测定	0.38	0.39	0.38	0.361	0.37	0.37	0.37		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	77
	加标测定	0.41	0.39	0.40	0.40	0.37	0.40	0.39		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.515	85
	加标测定	0.50	0.40	0.50	0.45	0.40	0.39	0.44		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	79
	加标测定	0.40	0.42	0.42	0.40	0.39	0.39	0.40		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	70
	加标测定	0.354	0.37	0.363	0.35	0.351	0.35	0.36		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	71
	加标测定	0.371	0.39	0.383	0.38	0.381	0.37	0.38		

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

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	64
	加标测定	1.33	1.50	1.10	1.46	1.44	1.50	1.39		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	70
	加标测定	1.34	1.58	1.13	1.65	1.41	1.49	1.43		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	73
	加标测定	1.37	1.67	1.19	1.67	1.49	1.57	1.49		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.17	69
	加标测定	1.48	1.63	1.20	1.48	1.51	1.62	1.49		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	76
	加标测定	1.49	1.74	1.24	1.71	1.52	1.65	1.56		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	75
	加标测定	1.51	1.70	1.22	1.67	1.48	1.62	1.53		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	76
	加标测定	1.49	1.77	1.23	1.70	1.55	1.69	1.57		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	70
	加标测定	1.55	1.65	1.22	1.50	1.57	1.72	1.54		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	71
	加标测定	1.56	1.66	1.28	1.52	1.55	1.78	1.56		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	77
	加标测定	1.55	1.79	1.26	1.71	1.56	1.71	1.60		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	76
	加标测定	1.50	1.78	1.24	1.71	1.57	1.70	1.58		

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

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.44	73
	加标测定	6.04	6.14	6.39	6.05	5.98	6.35	6.16		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.10	74
	加标测定	5.90	6.27	6.18	5.72	5.68	6.09	5.97		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.10	78
	加标测定	6.16	6.51	6.49	6.05	6.03	6.54	6.30		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	76
	加标测定	6.16	6.55	6.53	6.18	6.32	6.54	6.38		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.10	77
	加标测定	6.17	6.47	6.46	5.98	5.92	6.42	6.24		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.07	77
	加标测定	6.08	6.41	6.36	5.97	5.96	6.41	6.20		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.10	79
	加标测定	6.29	6.62	6.58	6.19	6.20	6.72	6.43		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.41	79
	加标测定	6.44	6.73	6.84	6.45	6.62	6.79	6.65		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.43	77
	加标测定	6.28	6.63	6.59	6.25	6.46	6.63	6.47		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	79
	加标测定	6.21	6.60	6.53	6.16	6.21	6.69	6.40		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	79
	加标测定	6.20	6.60	6.52	6.14	6.19	6.67	6.39		

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

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	76
	0.38	0.39	0.38	0.39	0.38	0.39	0.38	397		
莠去通	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	71
	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	368		
西草净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	69
	0.35	0.36	0.35	0.36	0.35	0.36	0.35	357		
阿特拉 津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	74
	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	384		
仲丁通	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	85
	0.49	0.51	0.49	0.51	0.49	0.51	0.49	442		
扑灭通	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	72
	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	377		
莠灭净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	84
	0.41	0.49	0.41	0.49	0.41	0.49	0.41	434		
扑灭津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	90
	0.40	0.49	0.40	0.49	0.40	0.49	0.40	463		
特丁津	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	80
	0.40	0.41	0.40	0.41	0.40	0.41	0.40	413		
扑草净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	70
	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	360		
去草净	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.54	75
	0.39	0.41	0.39	0.41	0.39	0.41	0.39	0.40		

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

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.10	64
	加标测定	1.11	1.14	1.72	1.67	1.15	1.35	1.36		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	59
	加标测定	1.16	1.13	1.47	1.54	0.85	1.16	1.22		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	66
	加标测定	1.19	1.23	1.65	1.63	1.10	1.39	1.37		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	69
	加标测定	1.20	1.21	1.78	1.67	1.29	1.48	1.44		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	66
	加标测定	1.22	1.21	1.60	1.69	1.08	1.32	1.35		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	67
	加标测定	1.21	1.21	1.68	1.63	1.17	1.40	1.38		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	71
	加标测定	1.24	1.27	1.71	1.74	1.46	1.51	1.49		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.13	72
	加标测定	1.25	1.22	1.79	1.84	1.51	1.54	1.52		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.12	71
	加标测定	1.29	1.25	1.84	1.70	1.39	1.54	1.50		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	70
	加标测定	1.22	1.27	1.71	1.68	1.37	1.47	1.45		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.10	70
	加标测定	1.24	1.29	1.71	1.70	1.38	1.50	1.47		

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

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.40	78
	加标测定	6.25	6.41	6.35	6.78	7.02	6.59	6.57		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	63
	加标测定	4.77	5.39	5.57	5.18	5.41	5.32	5.27		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	61
	加标测定	4.62	5.52	5.13	5.03	5.23	5.08	5.10		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.38	81
	加标测定	6.60	6.63	6.73	6.90	7.02	6.82	6.78		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.38	75
	加标测定	5.69	6.61	6.09	6.19	7.00	5.91	6.25		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.35	76
	加标测定	5.86	6.35	6.43	6.17	6.72	6.46	6.33		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.44	77
	加标测定	6.05	6.60	6.19	6.38	6.97	6.53	6.45		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.53	81
	加标测定	6.76	6.79	6.99	7.02	7.11	6.98	6.94		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	82
	加标测定	6.68	6.78	7.10	6.98	7.25	7.09	6.98		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.39	78
	加标测定	6.08	6.59	6.29	6.46	7.09	6.72	6.54		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.38	78
	加标测定	6.10	6.68	6.28	6.49	7.15	6.72	6.57		

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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	64
	加标测定	1.24	1.34	1.31	1.09	1.48	1.45	1.32		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	58
	加标测定	1.18	1.20	1.22	1.08	1.36	1.22	1.21		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	61
	加标测定	1.22	1.16	1.26	1.06	1.46	1.45	1.27		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.03	67
	加标测定	1.27	1.40	1.34	1.14	1.54	1.49	1.36		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	62
	加标测定	1.21	1.27	1.29	1.11	1.47	1.44	1.30		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	64
	加标测定	1.23	1.31	1.34	1.12	1.48	1.46	1.32		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	65
	加标测定	1.26	1.34	1.39	1.13	1.56	1.52	1.37		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	75
	加标测定	1.28	1.56	1.76	1.24	1.75	1.69	1.55		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.03	69
	加标测定	1.29	1.44	1.40	1.16	1.60	1.54	1.40		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	66
	加标测定	1.27	1.38	1.37	1.13	1.55	1.51	1.37		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.10	66
	加标测定	1.27	1.40	1.41	1.15	1.54	1.53	1.38		

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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.88	65
	加标测定	5.46	5.90	6.02	6.33	5.42	5.46	5.77		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	68
	加标测定	5.37	6.31	5.93	6.07	5.03	5.15	5.64		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	70
	加标测定	5.49	6.36	6.22	6.23	5.20	5.34	5.81		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.85	68
	加标测定	5.69	6.44	6.13	6.57	5.46	5.56	5.97		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	69
	加标测定	5.45	6.37	6.10	6.17	5.16	5.28	5.76		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.31	69
	加标测定	5.42	6.31	6.03	6.16	5.10	5.25	5.71		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_4 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	71
	加标测定	5.52	6.51	6.27	6.26	5.36	5.52	5.91		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.93	68
	加标测定	5.73	6.73	6.17	6.53	5.59	5.88	6.10		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	9.20	65
	加标测定	5.73	6.74	6.06	6.56	5.47	5.55	6.02		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.86	67
	加标测定	5.53	6.92	6.26	6.36	5.22	5.45	5.96		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.69	68
	加标测定	5.54	6.76	6.29	6.38	5.25	5.44	5.94		

表 1.4-33 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.55	79
	加标测定	0.41	0.44	0.44	0.43	0.42	0.43	0.43		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.55	87
	加标测定	0.50	0.52	0.47	0.54	0.50	0.51	0.51		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	75
	加标测定	0.41	0.43	0.42	0.42	0.42	0.43	0.42		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.54	78
	加标测定	0.41	0.43	0.42	0.42	0.41	0.43	0.42		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.57	80
	加标测定	0.43	0.46	0.46	0.48	0.48	0.46	0.46		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.57	82
	加标测定	0.44	0.47	0.46	0.48	0.47	0.46	0.46		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	76
	加标测定	0.38	0.40	0.40	0.42	0.39	0.42	0.40		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.49	72
	加标测定	0.34	0.36	0.36	0.35	0.34	0.36	0.35		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.58	75
	加标测定	0.44	0.47	0.41	0.45	0.43	0.40	0.43		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	77
	加标测定	0.41	0.44	0.43	0.43	0.42	0.44	0.43		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	78
	加标测定	0.43	0.45	0.44	0.44	0.44	0.45	0.44		

表 1.4-34 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	66
	加标测定	1.32	1.49	1.11	1.44	1.44	1.49	1.38		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.98	73
	加标测定	1.35	1.58	1.16	1.64	1.43	1.50	1.44		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	76
	加标测定	1.37	1.68	1.21	1.68	1.52	1.59	1.51		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	71
	加标测定	1.45	1.61	1.19	1.46	1.51	1.61	1.47		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	78
	加标测定	1.47	1.71	1.25	1.71	1.54	1.62	1.55		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.99	79
	加标测定	1.50	1.73	1.26	1.72	1.53	1.65	1.57		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.99	78
	加标测定	1.45	1.75	1.24	1.69	1.57	1.68	1.56		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	70
	加标测定	1.47	1.61	1.18	1.43	1.51	1.64	1.47		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	71
	加标测定	1.45	1.60	1.18	1.49	1.53	1.70	1.49		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.96	80
	加标测定	1.49	1.78	1.24	1.68	1.57	1.69	1.58		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	80
	加标测定	1.50	1.79	1.26	1.73	1.58	1.71	1.59		

表 1.4-35 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.92	77
	加标测定	6.06	5.93	5.98	6.29	5.84	6.31	6.07		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.65	79
	加标测定	6.26	5.84	6.18	6.14	5.58	6.11	6.02		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.73	82
	加标测定	6.54	6.13	6.45	6.51	5.97	6.62	6.37		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.95	80
	加标测定	6.56	6.09	6.43	6.49	6.21	6.57	6.39		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.72	81
	加标测定	6.48	6.09	6.39	6.45	5.82	6.44	6.28		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.73	82
	加标测定	6.50	6.12	6.39	6.46	5.94	6.56	6.33		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.79	83
	加标测定	6.59	6.23	6.59	6.59	6.16	6.80	6.49		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.15	82
	加标测定	6.77	6.28	6.78	6.72	6.49	6.83	6.65		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	84
	加标测定	6.83	6.51	7.13	6.90	6.71	6.98	6.84		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	83
	加标测定	6.46	6.07	6.40	6.42	6.05	6.64	6.34		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	7.73	84
	加标测定	6.56	6.19	6.52	6.54	6.15	6.75	6.45		

表 1.4-36 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.55	81
	加标测定	0.42	0.44	0.46	0.44	0.46	0.43	0.44		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.58	84
	加标测定	0.52	0.40	0.44	0.54	0.48	0.54	0.49		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	76
	加标测定	0.42	0.43	0.44	0.42	0.43	0.42	0.43		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.54	79
	加标测定	0.42	0.43	0.43	0.42	0.44	0.42	0.43		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	84
	加标测定	0.44	0.46	0.48	0.47	0.54	0.44	0.47		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	83
	加标测定	0.45	0.46	0.46	0.46	0.51	0.45	0.46		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	77
	加标测定	0.40	0.40	0.43	0.40	0.42	0.40	0.410		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.49	74
	加标测定	0.36	0.36	0.37	0.35	0.38	0.35	0.36		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.49	85
	加标测定	0.36	0.39	0.42	0.42	0.46	0.42	0.41		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.57	77
	加标测定	0.44	0.44	0.44	0.43	0.45	0.42	0.44		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.56	80
	加标测定	0.44	0.45	0.44	0.45	0.47	0.44	0.45		

表 1.4-37 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.99	67
	加标测定	1.09	1.12	1.68	1.62	1.14	1.33	1.33		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.98	64
	加标测定	1.15	1.12	1.50	1.63	0.97	1.25	1.27		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	69
	加标测定	1.19	1.23	1.63	1.63	1.13	1.40	1.37		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.99	71
	加标测定	1.17	1.18	1.73	1.64	1.29	1.46	1.41		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	67
	加标测定	1.22	1.22	1.57	1.67	1.10	1.31	1.35		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	70
	加标测定	1.21	1.23	1.69	1.67	1.23	1.42	1.41		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	71
	加标测定	1.22	1.25	1.67	1.66	1.30	1.44	1.42		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	70
	加标测定	1.16	1.16	1.71	1.62	1.33	1.44	1.40		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.99	74
	加标测定	1.18	1.18	1.72	1.89	1.41	1.46	1.47		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.96	74
	加标测定	1.20	1.26	1.67	1.66	1.39	1.48	1.44		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	73
	加标测定	1.23	1.27	1.68	1.68	1.38	1.49	1.46		

表 1.4-38 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.06	79
	加标测定	6.02	6.11	6.15	6.61	6.77	6.43	6.35		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.07	71
	加标测定	5.25	6.27	5.38	5.94	6.22	5.29	5.73		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.16	62
	加标测定	4.57	5.38	5.05	4.99	5.16	5.04	5.03		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.09	82
	加标测定	6.40	6.37	6.57	6.73	6.82	6.68	6.60		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	71
	加标测定	5.24	5.92	5.99	5.68	6.06	5.83	5.79		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	77
	加标测定	5.80	6.28	6.38	6.17	6.66	6.45	6.29		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.22	77
	加标测定	6.02	6.41	6.07	6.32	6.85	6.40	6.35		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.30	82
	加标测定	6.75	6.59	6.79	6.91	6.98	6.89	6.82		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.30	83
	加标测定	6.68	6.68	6.81	7.02	7.11	6.86	6.86		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.04	79
	加标测定	5.89	6.32	6.09	6.29	6.88	6.54	6.33		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.16	79
	加标测定	5.98	6.45	6.21	6.40	7.00	6.65	6.45		

表 1.4-39 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.99	71
	加标测定	1.24	1.32	1.29	1.47	1.45	1.67	1.41		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	66
	加标测定	1.20	1.19	1.22	1.47	1.42	1.57	1.35		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	68
	加标测定	1.25	1.17	1.27	1.49	1.48	1.66	1.39		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.98	73
	加标测定	1.28	1.37	1.32	1.53	1.49	1.67	1.44		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	69
	加标测定	1.23	1.29	1.35	1.51	1.50	1.66	1.42		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	72
	加标测定	1.29	1.35	1.40	1.56	1.56	1.71	1.48		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	70
	加标测定	1.26	1.30	1.33	1.53	1.49	1.68	1.43		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	71
	加标测定	1.23	1.37	1.28	1.54	1.45	1.63	1.42		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	78
	加标测定	1.27	1.44	1.39	1.83	1.68	1.76	1.56		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.02	75
	加标测定	1.28	1.41	1.37	1.57	1.56	1.83	1.50		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	71
	加标测定	1.29	1.34	1.39	1.55	1.52	1.70	1.46		

表 1.4-40 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_5 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.53	66
	加标测定	5.27	5.70	5.82	6.07	5.77	5.35	5.66		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.04	70
	加标测定	5.25	6.06	5.72	5.75	5.82	5.00	5.60		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	72
	加标测定	5.38	6.22	6.09	6.09	5.94	5.30	5.84		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.55	70
	加标测定	5.52	6.24	5.95	6.33	6.13	5.47	5.94		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	71
	加标测定	5.33	6.24	5.98	6.01	5.97	5.26	5.80		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.12	72
	加标测定	5.41	6.24	6.00	6.07	5.95	5.28	5.83		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.19	72
	加标测定	5.43	6.33	6.16	6.19	6.04	5.42	5.93		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.76	70
	加标测定	5.68	6.47	6.09	6.52	6.32	5.60	6.11		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.78	71
	加标测定	5.66	6.64	6.10	6.60	6.52	5.74	6.21		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.00	74
	加标测定	5.31	6.50	6.08	6.36	6.00	5.36	5.93		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	73
	加标测定	5.44	6.30	6.13	6.18	5.99	5.41	5.91		

表 1.4-41 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品低浓度加标）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	73
	加标测定	0.36	0.40	0.38	0.36	0.37	0.36	0.39		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	69
	加标测定	0.41	0.31	0.37	0.30	0.29	0.37	0.32		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	68
	加标测定	0.34	0.36	0.35	0.34	0.34	0.34	0.36		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	72
	加标测定	0.36	0.40	0.38	0.34	0.38	0.36	0.40		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.50	78
	加标测定	0.36	0.45	0.36	0.39	0.44	0.38	0.43		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.52	71
	加标测定	0.36	0.38	0.38	0.35	0.36	0.35	0.37		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.50	76
	加标测定	0.35	0.41	0.38	0.40	0.39	0.39	0.41		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	82
	加标测定	0.35	0.42	0.50	0.44	0.44	0.37	0.47		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	77
	加标测定	0.37	0.41	0.40	0.39	0.40	0.38	0.42		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.51	71
	加标测定	0.36	0.38	0.36	0.35	0.36	0.35	0.37		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.53	71
	加标测定	0.36	0.40	0.38	0.37	0.39	0.36	0.40		

表 1.4-42 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	61
	加标测定	1.33	1.48	1.10	1.10	1.45	1.44	1.50		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	67
	加标测定	1.31	1.56	1.03	1.14	1.64	1.38	1.46		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	70
	加标测定	1.36	1.66	1.06	1.19	1.67	1.49	1.57		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	66
	加标测定	1.47	1.61	1.19	1.20	1.48	1.51	1.62		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	72
	加标测定	1.45	1.67	1.12	1.21	1.68	1.50	1.58		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	72
	加标测定	1.50	1.68	1.12	1.22	1.69	1.48	1.61		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	75
	加标测定	1.45	1.76	1.22	1.25	1.82	1.58	1.71		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.17	69
	加标测定	1.49	1.63	1.23	1.21	1.57	1.59	1.78		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	69
	加标测定	1.50	1.64	1.19	1.32	1.61	1.52	1.77		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	74
	加标测定	1.50	1.77	1.14	1.23	1.70	1.55	1.70		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	73
	加标测定	1.48	1.76	1.12	1.23	1.70	1.55	1.69		

表 1.4-43 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品高浓度加标）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.05	73
	加标测定	6.20	6.06	6.16	6.40	6.04	5.98	6.31		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.13	74
	加标测定	6.31	5.89	6.26	6.21	5.74	5.69	6.09		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.15	78
	加标测定	6.59	6.18	6.54	6.53	6.07	6.03	6.54		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.46	76
	加标测定	6.66	6.19	6.59	6.56	6.19	6.32	6.54		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.11	77
	加标测定	6.50	6.15	6.46	6.47	5.96	5.89	6.32		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	77
	加标测定	6.47	6.10	6.40	6.40	6.02	5.95	6.45		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	80
	加标测定	6.63	6.28	6.62	6.60	6.19	6.23	6.75		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.47	79
	加标测定	6.85	6.52	6.77	6.91	6.53	6.61	6.81		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.68	75
	加标测定	6.68	6.33	6.69	6.66	6.29	6.50	6.67		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.14	79
	加标测定	6.60	6.23	6.61	6.55	6.17	6.24	6.69		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.17	79
	加标测定	6.60	6.22	6.61	6.54	6.16	6.20	6.65		

表 1.4-42 黄石环境监测站准确度测试数据（石英砂样品中浓度加标）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.19	75
	加标测定	1.33	1.48	1.10	1.10	1.45	1.44	1.50		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	70
	加标测定	1.31	1.56	1.03	1.14	1.64	1.38	1.46		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	69
	加标测定	1.36	1.66	1.06	1.19	1.67	1.49	1.57		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	75
	加标测定	1.47	1.61	1.19	1.20	1.48	1.51	1.62		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	78
	加标测定	1.45	1.67	1.12	1.21	1.68	1.50	1.58		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	72
	加标测定	1.50	1.68	1.12	1.22	1.69	1.48	1.61		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	80
	加标测定	1.45	1.76	1.22	1.25	1.82	1.58	1.71		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.17	85
	加标测定	1.49	1.63	1.23	1.21	1.57	1.59	1.78		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.18	78
	加标测定	1.50	1.64	1.19	1.32	1.61	1.52	1.77		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	73
	加标测定	1.50	1.77	1.14	1.23	1.70	1.55	1.70		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	75
	加标测定	1.48	1.76	1.12	1.23	1.70	1.55	1.69		

表 1.4-45 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	64
	加标测定	1.11	1.13	1.74	1.66	1.15	1.35	1.36		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	62
	加标测定	1.16	1.12	1.48	1.66	0.97	1.26	1.28		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	66
	加标测定	1.19	1.22	1.66	1.62	1.10	1.39	1.37		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.10	69
	加标测定	1.20	1.20	1.79	1.66	1.30	1.48	1.44		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	65
	加标测定	1.21	1.19	1.59	1.66	1.06	1.30	1.34		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	66
	加标测定	1.21	1.20	1.69	1.62	1.17	1.39	1.38		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	70
	加标测定	1.23	1.26	1.72	1.73	1.32	1.50	1.46		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.12	70
	加标测定	1.22	1.20	1.79	1.79	1.40	1.53	1.49		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.13	70
	加标测定	1.28	1.24	1.84	1.69	1.37	1.55	1.49		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	70
	加标测定	1.22	1.26	1.71	1.68	1.37	1.48	1.45		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	70
	加标测定	1.24	1.28	1.71	1.69	1.38	1.50	1.47		

表 1.4-46 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.44	77
	加标测定	6.39	6.17	6.47	6.39	6.92	6.63	6.48		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	63
	加标测定	5.24	4.87	5.31	5.57	5.14	5.33	5.24		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.39	60
	加标测定	4.65	4.60	5.57	5.16	5.10	5.10	5.03		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.40	80
	加标测定	6.64	6.45	6.69	6.77	6.99	6.84	6.73		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.37	71
	加标测定	5.60	5.55	6.50	6.10	6.10	5.91	5.96		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.39	75
	加标测定	5.89	6.13	6.39	6.48	6.24	6.49	6.27		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.46	76
	加标测定	6.09	6.41	6.73	6.22	6.51	6.57	6.42		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.57	82
	加标测定	6.80	6.95	6.96	7.07	7.19	6.29	7.00		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.50	82
	加标测定	6.74	6.98	6.98	6.97	7.17	7.10	6.99		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.36	78
	加标测定	6.12	6.63	6.85	6.31	6.51	6.29	6.53		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.38	78
	加标测定	6.14	6.46	6.81	6.34	6.53	6.77	6.51		

表 1.4-47 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.06	70
	加标测定	1.24	1.34	1.32	1.49	1.45	1.79	1.44		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.08	65
	加标测定	1.18	1.18	1.22	1.45	1.41	1.65	1.35		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	66
	加标测定	1.22	1.17	1.27	1.47	1.45	1.75	1.39		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	72
	加标测定	1.27	1.41	1.36	1.54	1.49	1.80	1.48		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.07	67
	加标测定	1.19	1.26	1.29	1.45	1.42	1.71	1.39		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	69
	加标测定	1.22	1.31	1.37	1.51	1.49	1.77	1.44		

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	71
	加标测定	1.26	1.34	1.41	1.52	1.53	1.83	1.48		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.05	80
	加标测定	1.28	1.56	1.77	1.66	1.66	1.87	1.63		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.04	74
	加标测定	1.29	1.44	1.41	1.57	1.52	1.80	1.51		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.09	71
	加标测定	1.27	1.39	1.37	1.56	1.49	1.79	1.48		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.11	71
	加标测定	1.27	1.40	1.40	1.55	1.53	1.82	1.50		

表 1.4-48 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）

平行样品编号		测定结果(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收 率 P_6 (%)
		1	2	3	4	5	6			
西玛津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.90	65
	加标测定	5.49	6.03	6.42	6.00	5.44	5.47	5.81		
莠去通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	68
	加标测定	5.38	5.91	6.11	6.08	5.15	5.14	5.63		
西草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.34	69
	加标测定	5.52	6.23	6.34	6.09	5.22	5.35	5.79		
阿特拉 津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.86	68
	加标测定	5.72	6.15	6.64	6.33	5.49	5.57	5.99		
仲丁通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.32	69
	加标测定	5.47	6.10	6.26	6.10	5.17	5.29	5.73		
扑灭通	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	69
	加标测定	5.53	6.09	6.29	6.09	5.24	5.36	5.76		
莠灭净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.48	70
	加标测定	5.58	6.30	6.48	6.20	5.24	5.78	5.93		
扑灭津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.99	69
	加标测定	5.84	6.23	6.77	6.82	5.50	6.02	6.20		
特丁津	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.98	67
	加标测定	5.79	6.09	6.71	6.48	5.46	5.75	6.05		
扑草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.30	70
	加标测定	5.53	6.22	6.40	6.17	5.23	5.44	5.83		
去草净	本底值	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	8.33	70
	加标测定	5.57	6.25	6.44	6.14	5.26	5.46	5.85		

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限、精密度数据汇总

表 2-1 和表 2-2 为对六家实验室方法验证结果中检出限、测定下限及精密度的统计。

表 2-1 方法检出限和测定下限数据汇总表

化合物	实验室编号	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
西玛津	1	0.02	0.08
	2	0.01	0.04
	3	0.02	0.04
	4	0.02	0.04
	5	0.02	0.08
	6	0.02	0.08
	最终值	0.02	0.08
莠去通	1	0.08	0.32
	2	0.02	0.04
	3	0.06	0.24
	4	0.06	0.24
	5	0.03	0.12
	6	0.06	0.24
	最终值	0.08	0.32
西草净	1	0.03	0.12
	2	0.02	0.08
	3	0.02	0.08
	4	0.02	0.08
	5	0.02	0.08
	6	0.03	0.12
	最终值	0.03	0.12
阿特拉津	1	0.03	0.12
	2	0.03	0.12
	3	0.03	0.12
	4	0.03	0.12
	5	0.03	0.12
	6	0.03	0.12
	最终值	0.03	0.12
仲丁通	1	0.05	0.20
	2	0.01	0.04
	3	0.02	0.08

化合物	实验室编号	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
仲丁通	4	0.05	0.20
	5	0.03	0.12
	6	0.03	0.12
	最终值	0.05	0.20
扑灭通	1	0.02	0.08
	2	0.01	0.04
	3	0.02	0.08
	4	0.03	0.12
	5	0.04	0.16
	6	0.04	0.16
	最终值	0.04	0.16
莠灭净	1	0.04	0.16
	2	0.03	0.12
	3	0.03	0.12
	4	0.04	0.16
	5	0.03	0.12
	6	0.05	0.20
	最终值	0.05	0.20
扑灭津	1	0.02	0.08
	2	0.01	0.04
	3	0.05	0.20
	4	0.03	0.12
	5	0.04	0.16
	6	0.02	0.12
	最终值	0.05	0.20
特丁津	1	0.08	0.32
	2	0.02	0.08
	3	0.03	0.12
	4	0.04	0.16
	5	0.02	0.08
	6	0.05	0.20
	最终值	0.08	0.32
扑草净	1	0.03	0.12
	2	0.01	0.04
	3	0.03	0.12

化合物	实验室编号	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
扑草净	4	0.02	0.08
	5	0.03	0.12
	6	0.02	0.08
	最终值	0.03	0.12
去草净	1	0.04	0.16
	2	0.01	0.04
	3	0.03	0.12
	4	0.02	0.08
	5	0.03	0.12
	6	0.02	0.08
	最终值	0.04	0.16

表 2-2 方法精密度测试数据汇总表

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	室内 RSD/ (%)	室内 RAD _{max} / (%)	室间 RSD/ (%)	室间 RAD _{max} / (%)	重复性限/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
西玛津	石英砂	0.50	0.39	2.9~4.2	2.8~6.3	3.5	11	0.04	0.08
		2.00	1.41	7.3~11	8.2~15	10	16	0.40	0.37
		8.00	6.22	2.3~3.2	2.9~4.9	4.3	5.8	0.47	0.49
	砂土	0.50	0.40	1.9~4.5	2.7~5.0	3.1	12	0.04	0.07
	壤土	2.00	1.37	14~21	16~22	19	23	0.73	0.68
	黏土	8.00	6.52	3.8~14	5.5~7.1	5.1	8.4	0.84	0.83
	湖库型沉积物	2.00	1.40	10~12	13~18	12	25	0.45	0.45
河流型沉积物	8.00	5.84	4.4~6.6	5.6~8.3	5.7	9.8	0.94	0.93	
莠去通	石英砂	0.50	0.39	3.2~11	5.6~17	6.5	30	0.08	0.17
		2.00	1.43	9.6~15	11~23	13	23	0.51	0.47
		8.00	6.08	3.9~4.9	4.7~5.7	5.7	7.3	0.70	0.95
	砂土	0.50	0.41	3.2~15	5.3~22	9.0	30	0.11	0.18
	壤土	2.00	1.27	8.7~21	11~29	18	32	0.64	0.60
	黏土	8.00	5.37	4.1~8.7	6.7~8.9	6.6	14	0.89	0.97
	湖库型沉积物	2.00	1.31	4.1~13	4.9~17	9.9	21	0.38	0.41
河流型沉积物	8.00	5.75	5.9~9.4	8.3~11	7.4	12	1.2	1.2	
西草净	石英砂	0.50	0.37	1.5~3.6	2.4~4.0	2.4	13	0.03	0.09
		2.00	1.51	12~16	14~22	13	23	0.55	0.51
		8.00	6.43	3.4~4.0	3.8~5.2	5.5	5.8	0.66	0.64

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	室内 RSD/ (%)	室内 RAD _{max} / (%)	室间 RSD/ (%)	室间 RAD _{max} / (%)	重复性限/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
西草净	砂土	0.50	0.37	2.0~5.1	2.3~6.7	2.9	14	0.03	0.09
	壤土	2.00	1.38	14~17	15~20	16	21	0.62	0.57
	黏土	8.00	5.16	5.3~14	5.0~10	6.6	13	0.82	0.92
	湖库型沉积物	2.00	1.36	9.0~14	12~20	12	25	0.48	0.49
	河流型沉积物	8.00	5.90	6.3~8.9	8.0~10	7.5	10	1.2	1.2
阿特拉津	石英砂	0.50	0.40	2.3~5.0	2.4~8.1	3.8	12	0.04	0.07
		2.00	1.51	10~11	14~15	10	16	0.43	0.40
		8.00	6.48	2.9~4.0	3.1~4.8	4.5	5.7	0.59	0.58
	砂土	0.50	0.40	1.9~6.9	2.3~10	4.3	13	0.05	0.07
	壤土	2.00	1.45	15~17	19~20	16	22	0.66	0.61
	黏土	8.00	6.85	2.4~15	3.1~7.5	5.1	9.2	0.76	0.93
	湖库型沉积物	2.00	1.44	8.7~11	12~17	10	23	0.43	0.43
河流型沉积物	8.00	6.06	6.2~7.9	7.3~9.5	6.9	9.8	1.2	1.1	
仲丁通	石英砂	0.50	0.43	3.0~9.3	3.9~11	6.3	15	0.08	0.11
		2.00	1.56	11~14	16~20	12	22	0.53	0.50
		8.00	6.33	3.6~4.3	4.4~5.4	5.8	6.7	0.68	0.64
	砂土	0.50	0.42	2.7~14	3.8~17	7.5	23	0.10	0.13
	壤土	2.00	1.36	13~18	16~22	16	23	0.62	0.58
	黏土	8.00	6.02	4.6~13	6.2~12	6.9	14	1.1	1.2
	湖库型沉积物	2.00	1.37	11~12	14~18	11	22	0.44	0.44
河流型沉积物	8.00	5.86	4.7~9.0	6.0~10	7.2	11	1.2	1.1	
扑灭通	石英砂	0.50	0.39	2.5~11	2.9~15	4.3	19	0.06	0.12
		2.00	1.56	11~13	15~20	12	22	0.52	0.49
		8.00	6.37	3.3~3.9	3.6~5.0	5.0	6.4	0.62	0.63
	砂土	0.50	0.40	2.7~6.3	4.0~8.1	4.2	20	0.05	0.12
	壤土	2.00	1.41	13~17	15~18	15	20	0.59	0.56
	黏土	8.00	6.33	3.4~13	4.8~8.6	5.8	11	0.81	0.82
	湖库型沉积物	2.00	1.43	8.7~12	10~18	10	22	0.42	0.47
河流型沉积物	8.00	5.87	6.6~9.0	7.7~11	7.2	13	1.2	1.2	

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	室内 RSD/ (%)	室内 RAD _{max} / (%)	室间 RSD/ (%)	室间 RAD _{max} / (%)	重复性限/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
莠灭净	石英砂	0.50	0.39	3.4~6.9	5.0~8.6	4.4	11	0.05	0.05
		2.00	1.59	12~15	16~22	13	23	0.58	0.53
		8.00	6.55	3.2~3.7	3.4~4.9	5.1	4.9	0.64	0.60
	砂土	0.50	0.41	3.0~9.0	3.6~11	5.6	17	0.07	0.08
	壤土	2.00	1.46	12~15	13~17	14	18	0.57	0.52
	黏土	8.00	6.46	3.3~12	4.9~8.6	6.0	9.6	0.86	0.96
	湖库型沉积物	2.00	1.42	11~12	13~18	12	24	0.46	0.45
	河流型沉积物	8.00	6.00	6.4~8.4	7.7~11	7.4	11	1.2	1.2
扑灭津	石英砂	0.50	0.42	2.8~17	2.9~23	9.7	23	0.13	0.16
		2.00	1.57	11~15	15~20	12	24	0.53	0.49
		8.00	6.73	2.2~4.5	2.9~4.7	4.4	5.8	0.63	0.59
	砂土	0.50	0.41	2.8~13	4.1~17	8.4	24	0.11	0.15
	壤土	2.00	1.50	15~20	19~24	17	25	0.70	0.66
	黏土	8.00	7.01	1.7~15	2.5~7.1	5.0	7.8	0.69	0.71
	湖库型沉积物	2.00	1.52	9.9~17	12~19	12	21	0.54	0.53
	河流型沉积物	8.00	6.22	6.5~7.7	7.6~11	7.1	11	1.2	1.2
特丁津	石英砂	0.50	0.41	3.1~12	3.7~17	5.6	17	0.07	0.08
		2.00	1.59	11~12	14~18	12	23	0.51	0.48
		8.00	6.64	2.5~3.6	3.0~4.5	4.8	6.6	0.56	0.64
	砂土	0.50	0.40	3.6~8.3	4.9~12	5.4	14	0.06	0.07
	壤土	2.00	1.50	15~20	18~23	16	23	0.68	0.63
	黏土	8.00	7.02	1.9~16	2.9~7.9	5.7	9.0	0.81	0.87
	湖库型沉积物	2.00	1.48	10~15	13~18	12	23	0.50	0.49
	河流型沉积物	8.00	6.19	7.0~9.0	8.0~11	7.9	12	1.4	1.3
扑草净	石英砂	0.50	0.38	1.7~3.5	1.4~4.1	2.7	11	0.03	0.08
		2.00	1.62	12~15	17~23	14	28	0.61	0.58
		8.00	6.48	3.2~3.8	3.4~4.6	5.6	5.6	0.63	0.60
	砂土	0.50	0.38	2.2~5.7	2.7~7.7	3.9	15	0.04	0.09
	壤土	2.00	1.45	13~14	14~17	14	18	0.56	0.51
	黏土	8.00	6.50	3.8~13	5.6~7.8	6.6	9.5	0.90	0.89
	湖库型沉积物	2.00	1.47	11~16	16~23	13	28	0.55	0.55

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	室内 RSD/ (%)	室内 RAD _{max} / (%)	室间 RSD/ (%)	室间 RAD _{max} / (%)	重复性限/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
扑草净	河流型沉积物	8.00	5.99	7.0~11	8.2~14	8.5	14	1.4	1.4
去草净	石英砂	0.50	0.40	1.9~10	2.3~13	5.1	18	0.07	0.10
		2.00	1.62	12~17	17~22	14	28	0.63	0.60
		8.00	6.50	3.2~4.4	3.5~5.7	5.5	5.7	0.66	0.62
	砂土	0.50	0.41	1.9~8.7	2.7~12	4.3	15	0.06	0.10
	壤土	2.00	1.48	12~14	16~22	13	23	0.53	0.49
	黏土	8.00	6.53	3.6~12	5.2~7.9	6.4	8.9	0.90	0.87
	湖库型沉积物	2.00	1.45	9.6~12	13~18	11	23	0.44	0.44
	河流型沉积物	8.00	5.99	6.6~10	7.6~13	8.0	13	1.4	1.3

结论：目标化合物的方法检出限为 0.02~0.08 mg/kg，测定下限为 0.08~0.32 mg/kg。

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~17%、7.3%~17%、2.2%~4.9%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 1.4%~23%、8.2%~23%、2.9%~5.7%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%~9.7%、10%~14%、4.3%~5.8%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 11%~30%、16%~28%、4.9%~7.3%；重复性限范围分别为 0.03~0.13 mg/kg、0.40~0.63 mg/kg、0.47~0.70 mg/kg；再现性限范围分别为 0.05~0.17 mg/kg、0.37~0.60 mg/kg、0.49~0.95 mg/kg。

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~15%、8.7%~21%、1.7%~16%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 2.3%~22%、11%~29%、2.5%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 2.9%~9.0%、13%~19%、5.0%~6.9%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 12%~30%、18%~32%、7.8%~14%；重复性限范围分别为 0.03~0.11 mg/kg、0.53~0.73 mg/kg、0.69~1.1 mg/kg；再现性限范围分别为 0.07~0.18 mg/kg、0.49~0.68 mg/kg、0.71~1.2 mg/kg。

六家实验室对含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~17%和 4.4%~11%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 4.9%~23%和 5.6%~14%；实验室间相对标准偏差分别为 9.9%~13%和 5.7%~8.5%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 21%~28%和 9.8%~14%；重复性限范围分别为 0.38~0.55 mg/kg、0.94~1.4 mg/kg；再现性限范围分别为 0.41~0.55 mg/kg、0.93~1.4 mg/kg。

2.2 方法准确度数据汇总

表 2-3 为对六家实验室方法验证结果中实际样品加标回收率的统计结果。

表 2-3 实际样品加标准准确度测试数据汇总表

化合物名称	样品类型	加标水平 (mg/kg)	平均加标回收率 (%)	标准偏差 (%)	加标回收率最终值 (%)
西玛津	石英砂	0.50	74	3	74±6
		2.00	64	2	64±4
		8.00	74	2	74±4
	砂土	0.50	77	3	77±6
		壤土	2.00	66	2
	黏土	8.00	78	1	78±2
	湖库型沉积物	2.00	68	3	68±6
	河流型沉积物	8.00	66	1	66±2
莠去通	石英砂	0.50	75	6	75±12
		2.00	70	3	70±6
		8.00	76	2	76±4
	砂土	0.50	77	7	77±14
		壤土	2.00	62	2
	黏土	8.00	65	3	65±6
	湖库型沉积物	2.00	63	4	63±8
	河流型沉积物	8.00	70	3	70±6
西草净	石英砂	0.50	70	3	70±6
		2.00	73	2	73±4
		8.00	79	2	79±4
	砂土	0.50	71	3	71±6
		壤土	2.00	67	1
	黏土	8.00	62	3	62±6
	湖库型沉积物	2.00	65	4	65±8
	河流型沉积物	8.00	71	1	71±2
阿特拉津	石英砂	0.50	75	3	75±6
		2.00	68	2	68±4
		8.00	77	2	77±4
	砂土	0.50	76	3	76±6
		壤土	2.00	70	1
	黏土	8.00	82	2	82±4
	湖库型沉积物	2.00	71	3	71±6
	河流型沉积物	8.00	69	1	69±2
仲丁通	石英砂	0.50	81	6	81±12
		2.00	77	5	77±10

化合物名称	样品类型	加标水平 (mg/kg)	平均加标回收率 (%)	标准偏差 (%)	加标回收率最终值 (%)
		8.00	78	2	78±4
仲丁通	砂土	0.50	81	4	81±8
	壤土	2.00	66	2	66±4
	黏土	8.00	72	2	72±4
	湖库型沉积物	2.00	66	3	66±6
	河流型沉积物	8.00	71	2	71±4
扑灭通	石英砂	0.50	75	5	75±10
		2.00	74	3	74±6
		8.00	79	2	79±4
	砂土	0.50	76	5	76±10
	壤土	2.00	69	3	69±6
	黏土	8.00	76	2	76±4
	湖库型沉积物	2.00	69	4	69±8
	河流型沉积物	8.00	71	3	71±6
莠灭净	石英砂	0.50	77	1	77±2
		2.00	76	1	76±2
		8.00	80	2	80±4
	砂土	0.50	79	3	79±6
	壤土	2.00	71	1	71±2
	黏土	8.00	77	2	77±4
	湖库型沉积物	2.00	69	3	69±6
	河流型沉积物	8.00	72	2	72±4
扑灭津	石英砂	0.50	80	7	80±14
		2.00	70	1	70±2
		8.00	80	1	80±2
	砂土	0.50	81	6	81±12
	壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	82	1	82±2
	湖库型沉积物	2.00	74	3	74±6
	河流型沉积物	8.00	70	1	70±2
特丁津	石英砂	0.50	78	3	78±6
		2.00	72	2	72±4
		8.00	78	4	78±8
	砂土	0.50	80	3	80±6
	壤土	2.00	72	1	72±2
	黏土	8.00	82	2	82±4
	湖库型沉积物	2.00	72	6	72±12

化合物名称	样品类型	加标水平 (mg/kg)	平均加标回收率 (%)	标准偏差 (%)	加标回收率最终值 (%)
	河流型沉积物	8.00	69	3	69±6
扑草净	石英砂	0.50	73	3	73±6
		2.00	77	3	77±6
扑草净	石英砂	8.00	80	2	80±4
	砂土	0.50	73	2	73±4
	壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	78	2	78±4
	湖库型沉积物	2.00	71	4	71±8
	河流型沉积物	8.00	71	3	71±6
去草净	石英砂	0.50	76	6	76±12
		2.00	78	3	78±6
		8.00	80	2	80±4
	砂土	0.50	78	6	78±12
	壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	78	1	78±2
	湖库型沉积物	2.00	69	3	69±6
	河流型沉积物	8.00	72	3	72±6

结论：六家实验室分别对目标化合物含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品进行 6 次重复测定：加标回收率平均值分别为 70%~81%、64%~78%、74%~80%，加标回收率最终值分别为：75%±12%~80%±14%、64%±4%~77%±10%、78%±8%。

六家实验室分别对目标化合物含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行 6 次重复测定：加标回收率平均值分别为 71%~81%、62%~72%、62%~82%，加标回收率最终值分别为：77%±14%~81%±12%、62%±4%~71%±4%、62%±6%~82%±4%。

六家实验室分别对目标化合物含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行 6 次重复测定：加标回收率平均值分别为 63%~74%、66%~72%，加标回收率最终值分别为：63%±8%~72%±12%、69%±6%~72%±4%。

3 方法验证结论

六家实验室验证结果表明：

(1) 当样品量为 10.0 g，浓缩定容体积为 1.0 ml 时，11 种均三嗪类农药的方法检出限在 0.02~0.08 mg/kg 之间，测定下限在 0.08~0.32 mg/kg 之间。

(2) 0.50、2.00、8.00 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 1.5%~17%、7.3%~17%、2.2%~4.9%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 1.4%~23%、8.2%~23%、2.9%~5.7%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%~9.7%、10%~14%、4.3%~5.8%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 11%

~30%、16%~28%、4.9%~7.3%；重复性限范围分别为 0.03~0.13 mg/kg、0.40~0.63 mg/kg、0.47~0.70 mg/kg；再现性限范围分别为 0.05~0.17 mg/kg、0.37~0.60 mg/kg、0.49~0.95 mg/kg。

0.50、2.00 和 8.00 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 1.9%~15%、8.7%~21%、1.7%~16%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 2.3%~22%、11.1%~29%、2.5%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 2.9%~9.0%、13%~19%、5.0%~6.9%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 12%~30%、18%~32%、7.8%~14%；重复性限范围分别为 0.03~0.11 mg/kg、0.53~0.73 mg/kg、0.69~1.14 mg/kg；再现性限范围分别为 0.07~0.18 mg/kg、0.49~0.68 mg/kg、0.71~1.18 mg/kg。

2.00 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~17%和 4.4%~11%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 4.9%~23%和 5.6%~14%；实验室间相对标准偏差分别为 9.9%~13%和 5.7%~8.5%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 21%~28%和 9.8%~14%；重复性限范围分别为 0.38~0.55 mg/kg、0.94~1.44 mg/kg；再现性限范围分别为 0.41~0.55 mg/kg、0.93~1.35 mg/kg。

(3) 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品加标回收率平均值分别为 70%~81%、64%~78%、74%~80%，加标回收率最终值分别为：75%±12%~80%±14%、64%±4%~77%±10%、78%±8%。

0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品加标回收率平均值分别为 71%~81%、62%~72%、62%~82%，加标回收率最终值分别为：77%±14%~81%±12%、62%±4%~71%±4%、62%±6%~82%±4%。

2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品加标回收率平均值分别为：63%~74%、66%~72%，加标回收率最终值分别为：63%±8%~72%±12%、69%±6%~72%±4%。

(4) 从方法验证结果可以看出，本方法所涉及目标化合物中方法测定下限最大值为 0.34 mg/kg（阿特拉津方法测定下限为 0.11 mg/kg），满足《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）（征求意见稿）》监测需求（第一类用地和第二类用地中阿特拉津的风险筛选值分别为 2.6 mg/kg 和 7.4 mg/kg，管制值分别为 26 mg/kg 和 74 mg/kg），方法各项特性指标也基本符合预期要求。