

附件5

《水质 26 种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法（征求意见稿）》

编制说明

《水质 26 种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法》

标准编制组

二〇二五年七月

项目名称：水质 26 种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法

项目统一编号：2008-999/921/924

承担单位：江苏省南京环境监测中心、江苏省环境监测中心、
中国环境科学研究院

编制组主要成员：王美飞、杨丽莉、裴淑玮、戴维、崔冬妮、胡恩宇、
尹明明、杨超、吴丽娟、张洁舫

生态环境部南京环境科学研究所技术管理负责人：宋宁慧、豆叶枝

环境标准研究所技术管理负责人：雷晶

生态环境监测司项目负责人：仇鹏

目 录

1	项目背景	1
1.1	任务来源	1
1.2	工作过程	1
2	标准制订的必要性分析	2
2.1	我国有机氯农药现状	2
2.2	有机氯农药对环境的影响	3
2.3	相关生态环境标准和环境管理工作的需要	6
3	国内外相关分析方法研究	8
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究	8
3.2	国内相关分析方法研究	18
3.3	文献资料研究	23
4	标准制订的基本原则和技术路线	26
4.1	标准制订的基本原则	26
4.2	标准制订的技术路线	26
5	方法研究报告	27
5.1	方法研究的目标	27
5.2	方法原理	31
5.3	试剂和材料	31
5.4	仪器和设备	33
5.5	样品	33
5.6	分析步骤	42
5.7	结果计算与表示	73
5.8	质量保证和质量控制	73
6	方法比对	75
7	方法验证	76
8	与开题报告的差异说明	80
9	标准实施建议	80
10	参考文献	81
	附件一	84

《水质 26 种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法（征求意见稿）》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

本标准来源于《关于开展 2008 年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》（环办函〔2008〕44 号）下达的三项标准制修订项目，分别为：《水质 六六六、滴滴涕、林丹、环氧七氯、呋喃丹的测定 气相色谱法（修订 GB 7492—1987）》（项目统一编号：921）、《水质 有机氯农药和有机卤化物的测定 液液萃取或固相萃取/气相色谱—电子捕获检测器法》（项目统一编号：924）与《水质 持久性有机污染物的测定 液液萃取或固相萃取/气相色谱—质谱、气相色谱—电子捕获检测器或高效液相色谱法》（项目统一编号：999）。2020 年 10 月，生态环境部法规与标准司和生态环境监测司组织标准结题论证会，将上述三个标准整合为一项标准，标准名称变更为《水质 有机氯农药的测定 液液萃取 气相色谱法》（项目统一编号：2008-999/921/924）。

2021 年 2 月，生态环境部生态环境监测司发布了《关于开展空气和废气 乙腈和丙烯腈的测定 气相色谱法》等 13 项生态环境监测标准制修订工作的通知》（监测函〔2021〕13 号），下达了《水质 有机氯农药的测定 液液萃取 气相色谱法》国家环保标准制修订计划，项目统一编号：2008-999/921/924。项目承担单位为江苏省南京环境监测中心，协作单位为江苏省环境监测中心和中国环境科学研究院。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

江苏省南京环境监测中心接到标准制订任务后，成立了标准编制组（以下简称“编制组”），完成了任务书填报。编制组成员包括主持或参加过多项生态环境保护监测方法标准制修订工作的同志和现正从事气相色谱分析的技术骨干。

1.2.2 查询国内外相关标准和资料调研

编制组成员根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（原国家环境保护总局公告 2006 年第 41 号）和《国家环境保护标准项目任务书》的总体任务要求，查询国内外标准和相关文献资料，在此基础上拟定标准方法制订的基本原则和技术路线，制订方法试验方案。

1.2.3 编写开题论证报告

在对国内外相关标准和分析方法充分调研的基础上开展方法试验，包括色谱条件优化，样品预处理方法研究，干扰及消除试验，以及标准溶液和实际样品的保存，确立方法技术路线，编写开题论证报告和标准草案，提出方法验证方案。

1.2.4 召开标准开题论证会

2023年5月18日，生态环境部生态环境监测司组织召开了《水质 有机氯农药的测定 液液萃取 气相色谱法》开题论证会，专家组听取了标准主编单位所作的标准开题论证报告和标准草案内容介绍，经质询、讨论，通过该标准的开题论证，并提出以下修改意见：

1、完善技术路线中实验仪器条件、前处理条件、净化条件，干扰消除及目标物确认等方面内容；

2、验证方案中完善水样类别及仪器类型的选择；

3、编制说明中完善关于生产企业排放情况及仪器调研；

4、按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168—2020），《环境保护标准出版技术指南》（HJ 565—2010）的相关要求进行标准文本和编制说明的编写。

1.2.5 方法验证

编制组根据开题论证意见完善了方法技术路线和方法验证方案，并按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168—2020）的要求，于2024年3月~2025年1月组织有资质的7家实验室开展方法验证，7家实验室分别为：广西壮族自治区生态环境监测中心、广东省中山生态环境监测站、江苏省徐州环境监测中心、山西省太原生态环境监测中心、江苏康达检测技术股份有限公司、武汉智惠国检测科技有限公司、浙江人欣检测研究院股份有限公司，形成《水质 有机氯农药的测定 液液萃取 气相色谱法》方法验证报告，编制完成方法标准征求意见稿和编制说明。

1.2.6 召开征求意见稿技术审查会

2025年5月21日，生态环境部生态环境监测司组织召开了《水质 有机氯农药的测定 液液萃取 气相色谱法》征求意见稿技术审查会，专家组听取了标准主编单位所作的标准文本和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，专家组通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

1、建议将标准名称修改为《水质 26种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法》；

2、标准文本中删除500 mL采样瓶和石墨化碳柱净化的内容，简化校准曲线的描述；

3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168—2020）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 标准制订的必要性分析

2.1 我国有机氯农药现状

有机氯农药曾在我国被广泛使用。2002年，原农业部公告第199号公布国家明令禁止使用的高毒农药品种清单，其中有机氯农药有六六六、滴滴涕、艾氏剂和狄氏剂，不得用于茶树上的农药有2种，分别为氰戊菊酯和三氯杀螨醇。原环境保护部等10部门联合发布《关于禁止生产、流通、使用和进出口滴滴涕、氯丹、灭蚁灵及六氯苯的公告》（公告2009年第23号），自2009年5月17日起，禁止在中华人民共和国境内生产、流通、使用和进出

口滴滴涕、氯丹、灭蚁灵及六氯苯。2014 年 3 月 26 日，原环境保护部等 11 部门发布《关于〈关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约〉新增列九种持久性有机污染物的〈关于附件 A、附件 B 和附件 C 修正案〉和新增列硫丹的〈关于附件 A 修正案〉生效的公告》（公告 2014 年第 21 号），自 2014 年 3 月 26 日起，禁止生产、流通、使用和进出口 α -六氯环己烷（即 α -六六六）、 β -六氯环己烷（即 β -六六六）、十氯酮、五氯苯、六溴联苯、四溴二苯醚和五溴二苯醚、六溴二苯醚和七溴二苯醚。2014 年 5 月 17 日，三氯杀螨醇在我国全面停产。2016 年，原农业部公告第 2445 号规定，自 2018 年 10 月 1 日起，全面禁止三氯杀螨醇销售、使用。2017 年，原农业部公告第 2552 号规定，自 2018 年 7 月 1 日起，撤销含硫丹产品的农药登记证；自 2019 年 3 月 26 日起，禁止含硫丹产品在农业上使用。2019 年，生态环境部等 11 部门发布 2019 年第 10 号公告，自 2019 年 3 月 26 日起，禁止林丹和硫丹的生产、流通、使用和进出口。目前我国已没有上述有机氯农药生产企业。

2.2 有机氯农药对环境的影响

2.2.1 有机氯农药的基本理化性质

有机氯农药（Organochlorine pesticides, OCPs）是一类人工合成的广谱性杀虫剂，主要分为以苯为原料和以环戊二烯为原料的两大类。以苯为原料的有机氯农药包括使用最早、应用最广的杀虫剂六六六、滴滴涕和六氯苯以及六六六的高丙体制品林丹、滴滴涕的类似物甲氧滴滴涕、乙滴滴涕，也包括从滴滴涕结构衍生而来、生产吨位小、品种繁多的杀螨剂，如三氯杀螨砒、三氯杀螨醇、杀螨酯等。以环戊二烯为原料的有机氯农药包括作为杀虫剂的氯丹、七氯、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、硫丹、碳氯特灵等。

有机氯农药大多数为白色或淡黄色结晶或固体，不溶或难溶于水，易溶于脂肪及大多数有机溶剂，挥发性小，化学性质稳定，与酶和蛋白质有较高亲和力，故易吸附在生物体内，生物富集作用极强。

六六六（HCHs 或 BHC）即六氯环己烷，有 8 种不同的异构体，分别以希腊字母命名，其中的丙体（ γ -HCH）为商品杀虫剂的主要活性成分，其他异构体为无效体。含丙体六六六达到 99%以上的称为林丹，为白色、淡黄色或淡褐色粉末，触之有滑腻感，有刺激性臭，并有挥发性；性质稳定，但遇碱则逐渐分解，不溶于水。

滴滴涕为白色或微黄色蜡状固体，一般为粒状或片状物质，主要成分是 p,p' -滴滴涕和它的异构体 o,p' -滴滴涕，此外还有少量的滴滴伊（ p,p' -滴滴伊， o,p' -滴滴伊）和滴滴滴（ p,p' -滴滴滴， o,p' -滴滴滴），通常滴滴涕指的是 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕和 p,p' -滴滴涕这 4 种化合物的总和。

艾氏剂（Aldrin）是一种高毒性的氯代环戊二烯类杀虫剂，1949 年最早作为农药登记，其使用形式是 0.025%~0.05%乳液。艾氏剂在环境中一般缓慢降解生成狄氏剂（也是一种农药商品）。艾氏剂在水体、土壤和作物中的生物降解或代谢过程是极为缓慢的，而一旦以气态进入大气中则会与羟基自由基（-OH）发生光化学反应而在数小时内就被降解。艾氏剂因其毒性高、残留毒性强，中国不生产、不进口。

狄氏剂（Dieldrin）化学性质很稳定，遇碱、酸和光都不分解，半衰期为 5 年。狄氏剂对昆虫有极强的杀灭作用，主要用于控制白蚁及纺织品害虫，同时也用于控制昆虫引起的疾

病以及农作物土壤中的昆虫。

异狄氏剂（Endrin）为白色晶体，不溶于水，是非内吸的、有特效的杀虫剂。用于大田作物，在杀虫剂浓度范围内无药害，但对玉米可能有损害。

异狄氏剂醛（Endrin Aldehyde）和异狄氏剂酮（Endrin Ketone）是异狄氏剂在一定条件下的降解产物。

氯丹（Chlordane）为无色或淡黄色液体，工业品为有杉木气味的琥珀色液体，不溶于水，溶于多数有机溶剂，碱性溶液中分解，常用作残留性杀虫剂。对环境有严重危害，对水体、土壤和大气可造成污染。

七氯（Heptachlor）是一种接触性杀虫剂，可以用于控制棉铃象虫、白蚁、蚂蚁、蝗虫、小麦切根虫、苍蝇、蚊子、地下害虫、居室害虫和田间害虫。它具有一定的熏蒸作用，可用于土壤和种子的处理，或直接用于植物本身。由于七氯的危害性，许多国家已经限制或取消了七氯的使用。

硫丹（Endosulfan）为高毒杀虫剂。无慢性毒性，无致癌、致畸、致突变作用，对鱼、蜜蜂有毒。硫丹具有触杀和胃毒作用，残效期长，对作物不易产生药害。适用于防治棉花、果树、蔬菜、烟草等作物上多种咀嚼式和刺吸式口器的害虫。遇明火、高热可燃。其粉体与空气可形成爆炸性混合物，受高热分解放出有毒的气体。

甲氧滴滴涕（Methoxychlor）是一种有机氯杀虫剂，属非内吸性触杀和胃毒杀虫剂，稍有杀蚜或杀螨活性。其生物活性范围与滴滴涕大体上相同。

灭蚁灵（Mirex），是白蚁灭治药，用于杀灭侵害房屋建筑、土质堤坝和森林果园的白蚁及在室内传播疾病、危害人类健康的蚂蚁和蟑螂。灭蚁灵为持久性有机污染物（POPs），结构稳定，自然条件下不易降解。

三氯杀螨醇（Dicofol）也称开乐散，是一种广谱性杀螨剂，由滴滴涕生产而来，纯品为白色固体，工业品为褐色粘稠状液体。不溶于水，能溶于多种有机溶剂，在酸性介质中稳定，在碱性介质中易分解失效。三氯杀螨醇在 $\leq 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 稳定，光照下降解为 p,p' -二氯二苯甲酮，遇浓碱转化为 p,p' -二氯二苯甲酮和氯仿。有机氯农药的基本信息及理化性质详见表 1。

表 1 有机氯农药基本信息及理化性质

序号	中文名称	英文名称	CAS No.	沸点（℃）	log K_{ow}	生物累积因子（BCF）
1	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1	323~326 （升华）	5.73	8690
2	α -六六六	α -Hexachlorocyclohexane	319-84-6	288	3.80	130
3	γ -六六六	γ -Hexachlorocyclohexane	58-89-9	288	3.72	130
4	β -六六六	β -Hexachlorocyclohexane	319-85-7	288	3.781	130
5	七氯	Heptachlor	76-44-8	135~145	6.1	11200
6	δ -六六六	δ -Hexachlorocyclohexane	319-86-8	288	4.14	130
7	艾氏剂	Aldrin	309-00-2	132~150 （0.13kPa）	6.5	4570

序号	中文名称	英文名称	CAS No.	沸点 (°C)	log K_{ow}	生物累积因子 (BCF)
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	Heptachlor epoxide	1024-57-3	425.5±45	/	11200
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	trans- Heptachlor epoxide	28044-83-9	425.5±45	5.291	/
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	trans-Chlordane (γ -Chlordane)	5103-74-2	424.7±40	/	14100
11	o,p' -滴滴伊	o,p' -DDE	3424-82-6	403.45	6.00	/
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	cis-Chlordane (α -Chlordane)	5103-71-9	424.7±40	6.10	14100
13	硫丹 I (α -硫丹)	Endosulfan I (α -Endosulfan)	959-98-8	449.7	3.83	270
14	p,p' -滴滴伊	p,p' -DDE	72-55-9	383.1±37	6.51	53600
15	狄氏剂	Dieldrin	60-57-1	330	5.4	4670
16	o,p' -滴滴滴	o,p' -DDD	53-19-0	405.59	5.87	/
17	异狄氏剂	Endrin	72-20-8	416.2	5.05	3970
18	o,p' -滴滴涕	o,p' -DDT	789-02-6	409.6	6.79	/
19	p,p' -滴滴滴	p,p' -DDD	72-54-8	405.7±40	6.02	53600
20	硫丹 II (β -硫丹)	Endosulfan II (β -Endosulfan)	33213-65-9	449.7±45	3.83	270
21	p,p' -滴滴涕	p,p' -DDT	50-29-3	416.2±40	6.91	53600
22	异狄氏剂醛	Endrin aldehyde	7421-93-4	429.7±45	4.80	3970
23	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	1031-07-8	480.7±45	3.66	270
24	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	72-43-5	≥100	5.08	/
25	三氯杀螨醇	Dicofol	115-32-2	454.7±40	4.28	/
26	异狄氏剂酮	Endrin ketone	53494-70-5	457.7	4.99	/
27	灭蚁灵	Mirex	2385-85-5	421.1	6.89	/

2.2.2 水环境中有机氯农药的来源及对水环境的影响

水环境中农药污染的主要来源有：（1）农药生产工厂的废水排放；（2）施用农药后的植物和土壤表面残留农药雨水冲淋和渗透；（3）农药生产、加工过程的损失，如农药成品的挥发，废气、烟雾、粉尘的排放等。大气中的残留农药漂浮或被大气中的飘尘所吸附，或以气体或气溶胶的状态悬浮于空气中。空气中残留的农药，将随大气的运动而扩散，使大气污染的范围不断扩大，具有高稳定的有机氯农药能够进入大气对流层中，从而传播到很远的

地方，使污染区域不断扩大。进入大气中的农药一部分由于蒸汽凝结而进入土壤和水体。

环境中存在的有机氯农药对人类及其它生物都造成了长期危害，这主要是因为有机氯农药在环境中不容易降解，通过食物链进入人体或生物体内造成积累而发生作用。由于有机氯农药具有很高的脂溶性，在生物体内不易被代谢降解而排出体外，因此很容易在生物体内富集，特别是在水生生物（如鱼类）体内的富集倍数就更高。当人类再食用后便在体内积累从而对人类的健康产生危害。有机氯农药的危害主要有：1）慢性毒性作用。连续接触、吸入或食用较小量（低于急性中毒剂量）的农药，农药在人体组织内逐步蓄积，将引起慢性中毒。中毒者主要表现为食欲不振、上腹部和肋下疼痛、头晕、头痛、乏力、失眠、噩梦等。2）影响酶类。许多有机氯杀虫剂可以诱导肝细胞微粒体氧化酶类，从而改变体内某些生化过程。此外对其他一些酶类也有一定影响，如对多种三磷酸苷酶具有抑制作用。3）影响内分泌系统。有机氯杀虫剂具有雌性激素的作用，可干扰人体内分泌系统的功能。4）影响生殖机能。有机氯杀虫剂对鸟类生殖机能的影响主要表现在使鸟类产蛋数目减少，蛋壳变薄和胚胎不易发育，明显影响鸟类的繁殖。此外，有机氯杀虫剂对哺乳动物的生殖能力也有一定影响。

2.3 相关生态环境标准和环境管理工作的需要

有机氯农药部分属于持久性有机污染物（Persistent Organic Pollutants, POPs），《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》（下称公约）于 2001 年 5 月 22 日在瑞典斯德哥尔摩通过，消除类清单包括艾氏剂、氯丹、狄氏剂、异狄氏剂、七氯、六氯苯、灭蚁灵、滴滴涕、六六六，公约于 2004 年 5 月 17 日生效，我国于 2004 年 8 月 13 日递交批准书，同年 11 月 11 日生效。2013 年公约修正案新增林丹、硫丹，2019 年公约修正案新增三氯杀螨醇，2023 年公约修正案新增甲氧滴滴涕。作为履约国，我国逐步停产停用了上述有机氯农药。这些有机氯农药在环境中的残留对环境和健康具有长期不可逆危害，我国和世界主要国家和组织的水质标准对相关有机氯农药限值做了规定。

我国在地表水、地下水、渔业水、海水、城市供水、生活饮用水等领域都有相应的水质质量标准，涉及的有机氯农药包括六氯苯、六六六（总量）、林丹（即 γ -六六六、六六六（丙体））、滴滴涕（总量）、七氯、环氧七氯、艾氏剂和狄氏剂（异艾氏剂）、氯丹、异狄氏剂。各水质标准中有机氯农药的限值见表 2。

表 2 我国现有评价标准中相关有机氯农药的限值

生态环境质量标准名称	化合物名称	单位	限值
《地表水环境质量标准》 GB 3838-2002 ^[1]	六氯苯	mg/L	0.05
	环氧七氯	mg/L	0.0002
	滴滴涕	mg/L	0.001
	林丹	mg/L	0.002
《地下水质量标准》GB/T 14848-2017 ^[2]	六六六（总量）	$\mu\text{g/L}$	I 类 ≤ 0.01 ；II 类 ≤ 0.50 ；III 类 ≤ 5.00 ；IV 类 ≤ 300 ；V 类 > 300
	γ -六六六	$\mu\text{g/L}$	I 类 ≤ 0.01 ；II 类 ≤ 0.20 ；III 类 ≤ 2.00 ；IV 类 ≤ 150 ；V 类 > 150
	滴滴涕（总量）	$\mu\text{g/L}$	I 类 ≤ 0.01 ；II 类 ≤ 0.10 ；III 类 ≤ 1.00 ；IV 类

生态环境质量标准名称	化合物名称	单位	限值
			≤ 2.00 ; V类 > 2.00
	六氯苯	$\mu\text{g/L}$	I类 ≤ 0.01 ; II类 ≤ 0.10 ; III类 ≤ 1.00 ; IV类 ≤ 2.00 ; V类 > 2.00
	七氯	$\mu\text{g/L}$	I类 ≤ 0.01 ; II类 ≤ 0.04 ; III类 ≤ 0.40 ; IV类 ≤ 0.80 ; V类 > 0.80
《渔业水质标准》GB/T 11607-1989 ^[3]	六六六（丙体）	mg/L	0.002
	滴滴涕	mg/L	0.001
《海水水质标准》GB 3097-1997 ^[4]	六六六	mg/L	I类 ≤ 0.001 ; II类 ≤ 0.002 ; III类 ≤ 0.003 ; IV类 ≤ 0.005
	滴滴涕	mg/L	I类 ≤ 0.00005 ; II~IV类 ≤ 0.0001
《城市供水水质标准》CJ/T 206-2005 ^[5]	林丹	mg/L	0.002
	滴滴涕	mg/L	0.001
	六氯苯	mg/L	0.001
《生活饮用水卫生标准》GB 5749-2022 ^[6]	七氯	mg/L	0.0004
	六六六（总量）	mg/L	0.005
	林丹	mg/L	0.002
	六氯苯	mg/L	0.001
	滴滴涕	mg/L	0.001
香港食水标准（2021年4月22日公布） ^[7]	艾氏剂和狄氏剂（异艾氏剂）	$\mu\text{g/L}$	0.03
	氯丹	$\mu\text{g/L}$	0.2
	异狄氏剂	$\mu\text{g/L}$	0.6
	林丹	$\mu\text{g/L}$	2
《饮用水水源地水环境质量标准》（征求意见稿） ^[8]	六六六（总量）	mg/L	0.005
	滴滴涕（总量）	mg/L	0.001
	七氯	mg/L	0.0004
	林丹	mg/L	0.002
	六氯苯	mg/L	0.001
	环氧七氯	mg/L	0.0002

世界主要国家和组织的水质标准中有机氯农药和限值见表3。涉及的有机氯农药有七氯、环氧七氯、六氯苯、林丹、甲氧滴滴涕、氯丹、滴滴涕和代谢物、艾氏剂、狄氏剂。美国《饮用水水质标准》规定2类限值，即最大污染物浓度(MCL)和最大污染物浓度目标值(MCLG)，一般以最大污染物浓度来评价。世界卫生组织《饮用水水质准则》被全球多个国家采用。欧盟饮用水水质指令(98/83/EC)规定单种农药浓度不得超过 $0.1 \mu\text{g/L}$ ，其中，艾氏剂、狄氏剂、七氯和环氧七氯4种有机氯农药浓度均不得超过 $0.03 \mu\text{g/L}$ ，且所有检出农药（指登记在用的农药）总浓度不得超过 $0.5 \mu\text{g/L}$ 。

表3 世界主要国家和组织水质标准中相关有机氯农药的限值

标准来源	化合物名称	单位	限值
美国《饮用水水质标准》 (2011 年) [9]	七氯	mg/L	0.0004 (MCL ^a) 0 (MCLG ^b)
	环氧七氯	mg/L	0.0002 (MCL) 0 (MCLG)
	六氯苯	mg/L	0.01 (MCL) 0 (MCLG)
	林丹	mg/L	0.0002 (MCL) 0.0002 (MCLG)
	甲氧滴滴涕	mg/L	0.04 (MCL) 0.04 (MCLG)
世界卫生组织《饮用水水质准则》(第四版) [10]	氯丹	mg/L	0.0002
	滴滴涕和代谢物	mg/L	0.001
	林丹	mg/L	0.002
	甲氧滴滴涕	mg/L	0.02
欧盟《饮用水水质指令》 (98/83/EC) [11]	艾氏剂	μg/L	0.03
	狄氏剂	μg/L	0.03
	七氯	μg/L	0.03
	环氧七氯	μg/L	0.03
^a MCL 为最大污染物浓度，指饮用水中允许的该污染物最大浓度。 ^b MCLG 为最大污染物浓度目标值，即对人体健康无影响或预期无不良影响的水中污染物浓度，它规定了恰当的安全限量。			

我国已发布的污染物排放标准尚不包括上述有机氯农药。《有机氯类农药工业水污染物排放标准（征求意见稿）》规定了三氯杀螨醇限值 1 mg/L，滴滴涕限值 0.001 mg/L。2013 年原环境保护部下发的《关于开展 2013 年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环函办〔2013〕154 号），明确了“农药工业水污染物排放标准”整合制定任务，包括《有机氯类农药工业水污染物排放标准》在内的十项农药类水污染物排放标准被整合为《农药工业水污染物排放标准》一项标准。2024 年《农药工业水污染排放标准》（GB 21523-2024）发布，该标准中有机氯类农药只有百菌清，不涉及上述有机氯农药。

综上，有机氯农药限值在 0.01 μg/L~50 μg/L 范围内。其中，我国《地下水质量标准》I 类限值最低，为 0.01 μg/L，现行检测标准方法的检出限均无法达到，为配合有机氯农药环境管理需求，需建立一个适用范围与灵敏度均能匹配我国生态环境管理需求的方法。

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

检索国际标准化组织（ISO）、美国环境保护署（EPA）、欧盟标准化委员会（EN）等

相关资料,这些国家或组织均有相关分析方法标准。前处理方法有液液萃取法和固相萃取法,分析方法有气相色谱法和气相色谱/质谱法。具体如下:

(1) ISO 6468-1996 水质 有机氯杀虫剂、多氯联苯和氯苯类的测定 液液萃取气相色谱法^[12]

适用于饮用水、地下水、地表水、废水,采用配备电子捕获检测器的气相色谱仪测定。目标化合物包括:1,2,4-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、五氯苯、六氯苯、五氯硝基苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 ϵ -六六六、*o,p'*-滴滴伊、*p,p'*-滴滴伊、*o,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴涕、甲氧滴滴涕、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、七氯、外环氧七氯、异狄氏剂醛、硫丹、PCB 28、PCB 52、PCB 101、PCB 138、PCB 153、PCB 180、PCB 194,包含了部分氯苯类化合物、常见有机氯农药和7种指示性多氯联苯单体。该方法使用一根非极性色谱柱(DB-1)和一根弱极性色谱柱(DB-1701)定量和辅助定性分析。方法提到,若在一根色谱柱上与目标化合物保留时间相同位置有峰,则需要用另一根极性不同的色谱柱再次进样确认;若在2根色谱柱上都有与目标化合物保留时间相同的峰出现,则认定该峰为相应化合物;必要时用质谱法或者化学法做进一步定性确认,但未明确具体应用场景。

水样采集于1 L或5 L棕色带玻璃塞或聚四氟乙烯旋盖的玻璃瓶中,不能使用塑料瓶。水样体积为80%~90%的采样瓶容积。水样pH调节至5~7.5范围内。若要测定硫丹,则应单独采集,并将水样pH调节至2。水样于4℃暗处保存,最好在24 h内完成萃取。除水后的萃取液可在4℃冰箱内保存至少2个月。用己烷、石油醚或庚烷作为萃取溶剂,采用液液萃取或用磁力搅拌子搅拌方式萃取,萃取直接在样品瓶内进行。净化采用氧化铝-氧化铝/硝酸银柱或硅胶柱。方法检出限范围为:1 ng/L~10 ng/L。在仪器性能检查方面该方法未提及降解率检查及计算。

(2) EPA 8081b 方法^[13]

适用于固体或液体基质,采用GC/ECD(或ELCD)方法检测。有机氯农药组分包括:艾氏剂、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、顺-氯丹、反-氯丹、氯丹(n.o.s)、乙酯杀螨醇、1,2-二溴-3-氯丙烷、*p,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴伊、*p,p'*-滴滴涕、狄氏剂、硫丹I、硫丹II、硫丹硫酸盐、异狄氏剂、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、七氯、外环氧七氯、六氯苯、六氯环戊二烯、异艾氏剂、甲氧滴滴涕、毒杀芬等。此外,该方法提到还有一些其他化合物也可以用该方法测定,如甲草胺、氯霉素、氯唑灵、丙酯杀螨醇、百菌清、三氯杀螨醇、灭蚁灵、卤蜡类化合物、拟除虫菊酯类化合物等多种类别的化合物,但因为没有经过EPA的进一步验证,这些化合物测定前需优化仪器条件并做方法性能确认。该方法中三氯杀螨醇在DB-5色谱柱上与甲氧滴滴涕分不开,在DB-1701色谱柱上进样2 ng时未检测到峰,但未解释原因。化合物确认采用另一根极性不同的色谱柱,或使用其他技术,如EPA 8270气相色谱/质谱法,或使用AED(ATOMIC EMISSION DETECTION)检测器,如EPA 8085方法。

样品采集于4个具有聚四氟乙烯内衬盖的1 L棕色玻璃瓶中,或根据需要选用其他尺寸的采样瓶,以便将全部样品用于分析。样品于0℃~6℃保存,7 d内提取,提取液在冰箱暗处可保存40 d。对于有余氯的样品,采样前每加仑加入3 mL 10%硫代硫酸钠溶液(或0.008%)。

液体样品以二氯甲烷为萃取剂，在中性条件下萃取。萃取方式包括分液漏斗液液萃取（EPA 3510c）、连续液液萃取（EPA 3520c）、固相萃取（EPA 3535a）或其他合适的方法。萃取液以氧化铝柱、弗罗里硅土柱、硅胶柱或凝胶渗透色谱方法净化，建议的净化方法包括 EPA 3610、EPA 3620、EPA 3630、EPA 3640、EPA 3660 方法。

该法中 *p,p'*-滴滴涕和异狄氏剂的降解率采用降解产物峰面积之和与降解产物加本体物的峰面积之和的比值计算。若异狄氏剂或 *p,p'*-滴滴涕任意一个组分的降解率超过 15%，则必须在校准前对进样口或对系统其他部件进行维护。样品分析前和每分析 12 h 需检查降解率。

（3）EPA 608.3 方法^[14]

适用于生活污水和工业废水，采用配备卤素专用检测器（如电子捕获检测器、电解电导检测器）的气相色谱仪分离和检测。方法涵盖了多种农药和 Aroclor，主要用于分析表 1 中有机氯农药，包括：艾氏剂、 α -六六六、 β -六六六、 δ -六六六、 γ -六六六、 α -氯丹、 γ -氯丹、*p,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴伊、*p,p'*-滴滴涕、狄氏剂、硫丹 I、硫丹 II、硫丹硫酸盐、异狄氏剂、异狄氏剂醛、七氯、外环氧七氯。也可扩展分析表 2（其他分析物列表）中的化合物，包括有机磷农药、有机氯农药、除草剂、Aroclor 等。毒杀芬和 Aroclor 都是混合物，这两类物质已从表 1 迁移至表 2，旨在将其与表 1 质控测试必需的目标化合物进行区分。方法提到对于表 2 中某些分析物而言，提取或气相色谱分析面临的技术难题可能导致难以进行准确定量分析，也提到表 1 和表 2 化合物数量巨大，同时分析难度大，应选择监管部门、许可证要求或客户指定的分析物测定。该方法同时指出，针对表 1 和表 2 中化合物，可使用 EPA 625 气相色谱/质谱法以及 EPA 1699 高分辨气相色谱/高分辨质谱法定性确认和定量；针对多氯联苯检测，可参照使用 EPA 1668C 方法，即高分辨气相色谱/高分辨质谱法定性确认和定量。

采样容器为玻璃瓶，采样体积 1 L，若样品中目标物浓度较高（如未经处理的废水），除了采集 1 L 样品外，还需额外采集较小体积（如 250 mL）的样品，但不得少于 100 mL。样品于 6 °C 以下冷藏保存。如果要测定艾氏剂，并且样品中存在余氯，则应加入硫代硫酸钠至 80 mg/L。样品采集后 7 d 内萃取，40 d 内完成分析。若不能在 72 h 内萃取，则需用氢氧化钠溶液或硫酸调节水样 pH 至 5.0~9.0 范围内保存。

该方法采用二氯甲烷萃取水中有机氯农药，样品全部转移至分液漏斗后，用 60 mL 二氯甲烷荡洗样品瓶内壁，目的是将一些疏水性强、易吸附于瓶壁的组分荡洗下来。振摇 30 s 后将溶剂转入分液漏斗中液液萃取 2 min。荡洗和萃取一共进行 2 次。样品体积的确定采用体积法或称重法。体积法：将样品转入分液漏斗前，在样品瓶外壁凹液面处划线，样品瓶倒空后，用水重新填充至划线处，再倒进量筒测量体积。称重法：萃取前后称量样品瓶重量。如果由于采样体积较大导致需要用量筒分取样品萃取，则须在报告中注明由于没有荡洗采样瓶壁可能导致测定结果偏低。该方法中包含的有机氯农药的方法检出限范围为：0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.083 $\mu\text{g/L}$ 。

该法中 *p,p'*-滴滴涕和异狄氏剂的降解率采用降解产物峰面积之和与降解产物加本体物的峰面积之和的比值计算。若异狄氏剂或 *p,p'*-滴滴涕任意一个组分的降解率超过 20%，则必须在校准前对进样口或对系统其他部件进行维护。

（4）EPA 625.1 方法^[15]

适用于工业废水和其他环境样品，采用气相色谱/质谱法测定，内标法定量。该方法是测定碱性/中性和酸性组分的一般性方法，主要适用于表 1 除农药类和多氯联苯之外的碱性/中性可萃取物，如多环芳烃、邻苯二甲酸酯类化合物等，以及表 2 酸性可萃取物，如酚类化合物。其中，碱性/中性可萃取的有机氯农药组分包括：艾氏剂、 β -六六六、 δ -六六六、氯丹、 p,p' -滴滴滴、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、狄氏剂、硫丹硫酸酯、异狄氏剂醛、七氯、外环氧七氯、毒杀芬等。农药类和多氯联苯被从表 1 移至表 3（其他可萃取物列表），旨在将其与表 1 和表 2 质控测试必需的目标化合物进行区分。该法指出测定农药类和多氯联苯类应选用 EPA 方法 608，但同样指出使用 EPA1699 高分辨气相色谱/高分辨质谱法测定农药类和 EPA 1668C 高分辨气相色谱/高分辨质谱法测定多氯联苯将更有助于定性确认。

样品需充满样品瓶，若有余氯存在，则在每升样品中加入 80 mg 硫代硫酸钠。样品保存于 4 °C 冰箱，7 d 内萃取，40 d 内完成分析。样品全部转移至分液漏斗后，用 60 mL 二氯甲烷荡洗样品瓶内壁，振摇 30 s 后将溶剂转入分液漏斗中液液萃取 2 min。荡洗和萃取一共进行 3 次。当萃取条件为碱性时， α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、硫丹 I、硫丹 II 和异狄氏剂容易分解。

如果滴滴涕和/或异狄氏剂是分析目标物，则须检查滴滴涕和异狄氏剂的降解率，检查方法与 EPA 608A 或 EPA 1656 方法一致。

（5）EPA 525.2 方法^[16]

适用于饮用水，采用气相色谱/质谱法检测，内标法定量。该法不是有机氯农药的专属方法，分析目标物包括有机氯农药、有机磷农药、邻苯二甲酸酯类化合物、多环芳烃、酚类化合物、除草剂、多氯联苯等化合物。方法中提到检测所有样品中的所有上述化合物不实际也没必要。同时测定较多化合物时，可能存在化合物间不能完全分离或不能分离的情况，但由于使用质谱检测，可依据保留时间和质谱图定性。

水样从采集后至萃取前都应暗处冰镇或于 4 °C 冰箱保存。若水样含有余氯，通过加入 40 mg~50 mg 亚硫酸钠去除。用 6 N 的盐酸将样品的 pH 调节至小于 2，有利于五氯酚等酸性物质的回收率。但草津在酸性条件或亚硫酸钠存在时易分解，莠去通和扑草津在 pH 为 2 时因离子化而无法被萃取。除了莠锈灵、二嗪农、乙拌磷、乙拌磷亚砷、苯线磷和特丁硫磷应在采样后立即萃取外，其余化合物冰镇或于 4 °C 冰箱暗处可保存 14 d，萃取液在 4 °C 下可保存 30 d。

1 L 水样用 C₁₈ 为填料的 LSE（liquid-solid extraction）装置（小柱或圆盘）富集，先用乙酸乙酯荡洗样品瓶内壁，并转移到萃取膜上洗脱，再用二氯甲烷重复上述荡洗和洗脱步骤。然后每次用 3 mL 乙酸乙酯:二氯甲烷 1:1 混合溶剂洗脱 2 次。各种目标化合物的方法检出限范围为 0.01 µg/L~0.1 µg/L。

该法中 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂的降解率采用降解产物峰面积之和与降解产物加本体物的峰面积之和的比值计算，任意一个组分的降解率超过 20%，则必须在校准前对进样口或对系统其他部件进行维护。

（6）EPA 8121 方法^[17]

适用于水、土壤等。针对水样，采用液液萃取-气相色谱法测定，目标物包括 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、六氯苯、六氯环戊二烯、氯苯类等。水样以二氯甲烷为萃

取溶剂，根据保留时间定性，外标法或内标法定量。目标物确认采用双柱定性或气相色谱/质谱法定性。提取液于 4 °C 保存，40 d 内分析。

(7) BS EN 16693-2015 水质 全水样中有机氯农药 (OCP) 的测定 圆盘固相萃取-气相色谱质谱法 (GC-MS) [18]

适用于地表水、地下水和饮用水，用气相色谱/质谱法测定，目标化合物包括：艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、异艾氏剂、*o,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴滴、*p,p'*-滴滴伊、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、硫丹 I、硫丹 II。

采样时样品充满样品瓶，于 (3±2) °C 避光保存，建议尽快萃取以减少瓶壁吸附。若水样 pH 低于 5±0.2 或高于 9±0.2，则需用盐酸溶液、硫酸溶液或氢氧化钠溶液调节 pH 至 7±0.2。1 L 水样用固相圆盘萃取法富集，样品瓶用水洗涤 2 次，每次 9 mL，以便将沉积的颗粒物转移到萃取膜上，萃取膜以丙酮洗脱。该方法未提及降解率检查及计算。

综上，EPA 系列为开放性检测标准，适用的多种类型的化合物可在同一个标准中，但并不给出同时测定或者互相干扰的说明，相比之下，ISO 和欧盟标准方法专属性较强，与我国标准体系相似。从涉及的有机氯农药组分看，主要有 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、*o,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴滴、*p,p'*-滴滴伊、氯丹、硫丹 I、硫丹 II、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、七氯、环氧七氯、甲氧滴滴涕等。只有 EPA 8081b 方法在其可扩展分析的化合物中提到了三氯杀螨醇，但并无验证数据。相关分析方法汇总见表 4。

表 4 主要国家、地区及国际组织相关分析方法汇总

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
1	ISO 6468-1996 水质 有机 氯杀虫剂、 多氯联苯和 氯苯类的测 定 液液萃 取气相色谱 法	1 L	棕色带玻璃 塞或聚四氟 乙烯旋盖的 玻璃瓶	倾出 30 mL~100 mL 水样, 留 出空间用于 加萃取溶剂	液液萃 取或磁 力搅拌 萃取	己烷、石 油醚或庚 烷	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 ε -六六六、 o,p' -滴滴 伊、 p,p' -滴滴伊、 o,p' - 滴滴滴、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴 涕、甲氧滴滴涕、艾 氏剂、狄氏剂、异狄 氏剂、七氯、外环氧 七氯、异狄氏剂醛、 硫丹	水样 pH 调节至 5~7.5 范围内。若要测定硫 丹, 则应单独采集, 并 将水样 pH 调节至 2。 水样于 4 °C 暗处保 存, 最好在 24 h 内完 成萃取。除水后的萃取 液可在 4 °C 冰箱内保 存至少 2 个月。	萃取在样 品瓶内进 行	—	GC-ECD
2	EPA 8081b 方法	1 L×4 瓶	具有聚四氟 乙烯内衬盖 的 1 L 棕色 玻璃瓶中, 或根据需要 选用其他尺 寸的采样	用 1 L 量筒 量取, 有需 要时, 整瓶 样品用于分 析	分液漏 斗液液 萃取、 连续液 液萃 取、固 相萃取	液液萃取 使用二氯 甲烷作为 萃取溶剂	艾氏剂、 α -六六六、 β - 六六六、 γ -六六六、 δ - 六六六、顺-氯丹、反- 氯丹、氯丹 (n.o.s)、 乙酯杀螨醇、1,2-二溴 -3-氯丙烷、 p,p' -滴滴 滴、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -	水样 pH 5~9。样品于 0 °C~6 °C 保存, 7 d 内提取, 提取液在冰箱 暗处可保存 40 d。对于 有余氯的样品, 采样前 每加仑加入 3 mL 10% 硫代硫酸钠溶液 (或	整瓶样品 用于分析	进样前及每 12 h 进行降解率检 查。降解率采用 峰面积比值计 算。滴滴涕或异 狄氏剂任一组分 降解率>15%需	GC-ECD

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
			瓶，以便将 整瓶样品用 于分析		或 其他 合适 的方法		滴滴涕、狄氏剂、硫 丹 I、硫丹 II、硫丹 硫酸盐、异狄氏剂、 异狄氏剂醛、异狄氏 剂酮、七氯、外环氧 七氯、六氯苯、六氯 环戊二烯、异艾氏剂、 甲氧滴滴涕、毒杀芬 等	0.008%）。		维护进样口。	
3	EPA 608.3 方法	1 L（最少 不得少于 100 mL）	玻璃瓶	整瓶样品用 于分析	液液萃 取	二氯甲烷	有机氯农药和 Aroclor 系列。其中有机氯农 药包括： α -六六六、 β - 六六六、 γ -六六六、 δ - 六六六、艾氏剂、氯 丹、 p,p' -滴滴涕、 p,p' - 滴滴涕、 p,p' -滴滴伊、 狄氏剂、硫丹 I、硫 丹 II、硫丹硫酸盐、 异狄氏剂、异狄氏剂 醛、七氯、外环氧七	于 6℃ 以下冷藏保存。 如果要测定艾氏剂，并 且样品中存在余氯，则 应加入硫代硫酸钠至 80 mg/L。	用萃取溶 剂二氯甲 烷荡洗样 品瓶内壁	降解率采用峰面 积比值计算。若 异狄氏剂或 p,p' -滴滴涕任意一 个组分的降解率 超过 20%，则必 须在校准前对进 样口或对系统其 他部件进行维护	GC-ECD

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
							氯、毒杀芬				
4	EPA 625.1 方法	—	玻璃瓶	整瓶样品用 于分析	液液萃 取	二氯甲烷	艾氏剂、 β -六六六、 δ - 六六六、氯丹、 p,p' - 滴滴滴、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、狄氏剂、 硫丹硫酸酯、异狄氏 剂醛、七氯、外环氧 七氯、毒杀芬等	样品需充满样品瓶，若 有余氯存在，则在每升 样品中加入 80 mg 硫 代硫酸钠。样品保存于 4 °C 冰箱，7 d 内萃取， 40 d 内完成分析。	用萃取溶 剂二氯甲 烷荡洗样 品瓶内壁	如果滴滴涕和/ 或异狄氏剂是分 析目标物，则须 检查滴滴涕和异 狄氏剂的降解 率，检查方法与 EPA 608A 或 EPA 1656 方法一 致。	GC-MS
5	EPA525.2 方法	—	玻璃瓶	1 L	固相萃 取	—	有机氯农药、有机磷 农药、邻苯二甲酸酯 类化合物、多环芳烃、 酚类化合物、除草剂、 多氯联苯等	水样从采集后至萃取 前都应置于暗处冰镇 或于 4 °C 冰箱保存。 若水样含有余氯，加入 40 mg~50 mg 亚硫酸 钠去除。除了菱锈灵、 二嗪农、乙拌磷、乙拌 磷亚砷、苯线磷和特丁 硫磷应在采样后立即 萃取外，其余化合物冰	先后用乙 酸乙酯、 二氯甲烷 荡洗样品 瓶内壁	与 EPA 608.3 方 法一致 p,p' -滴 滴滴涕和异狄氏剂 的降解率采用降 解产物峰面积之 和与降解产物加 本体物的峰面积 之和的比值计 算，任意一个组 分的降解率超过	GC-MS

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
								镇或于 4℃ 冰箱暗处 可保存 14 d, 萃取液在 4℃ 下可保存 30 d。		20%, 则必须在 校准前对进样口 或对系统其他部 件进行维护。	
6	EPA 8121 方 法	—	玻璃瓶	—	液体样 品：液 液萃取	二氯甲烷	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 六氯苯、六氯环戊二 烯、氯苯类等	提取液于 4℃ 保存， 40 d 内分析。	—	—	GC-ECD
7	BS EN 16693-2015 水质 全水 样中有机氯 农药（OCP） 的测定 圆 盘固相萃取 -气相色谱 质 谱 法	—	玻璃瓶	1 L	固相萃 取	—	艾氏剂、狄氏剂、异 狄氏剂、异艾氏剂、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴 涕、 p,p' -滴滴涕、 p,p' - 滴滴伊、 α -六六六、 β - 六六六、 γ -六六六、 δ - 六六六、硫丹 I、硫 丹 II	采样时样品充满样品 瓶，于（3±2）℃避光 保存，建议尽快萃取以 减少瓶壁吸附。若水样 pH 低于 5±0.2 或高于 9±0.2，则需用盐酸溶 液、硫酸溶液或氢氧化 钠溶液调节 pH 至 7± 0.2。	尽快萃取	—	GC-MS

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
	(GC-MS)										

3.2 国内相关分析方法研究

国内目前有 5 个标准方法涉及水质有机氯农药的测定,目标化合物均包含我国各类水质标准控制的六六六和滴滴涕,水利部和生态环境部发布的行业标准中有机氯农药组分较多,但只有《水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 699—2014)方法包含三氯杀螨醇。其他介质如土壤和沉积物、颗粒物、固废等有机氯农药方法标准中,目标化合物都不涉及三氯杀螨醇,如《土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法》(HJ 921—2017)、《土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 835—2017)、《环境空气 有机氯农药的测定 气相色谱法》(HJ 901—2017)、《环境空气 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 900—2017)、《环境空气 有机氯农药的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》(HJ 1224—2021)、《固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 912—2017)等。

各水质有机氯农药方法中,只有水利部方法《气相色谱法测定水中有机氯农药和多氯联苯类化合物》(SL 497—2010)提到了样品瓶吸附问题,并要求采样时不应用样品淋洗样品瓶。该方法提醒,水样中痕量的有机氯农药和多氯联苯类化合物可沾附于玻璃表面,应尽量减少样品的转移,但未明确操作方法。GB/T 7492、HJ 699、SL 497 方法样品保存时间均为 7 d,GB 17378.4 方法要求样品尽快分析。具体如下:

(1) 《水质 六六六、滴滴涕的测定 气相色谱法》(GB/T 7492—1987)^[19]

适用范围:地表水、地下水及部分污水。目标化合物为六六六、滴滴涕。方法取样量为 250 mL,萃取溶剂为石油醚,萃取液经浓硫酸净化、浓缩后定容至 1 mL,用填充柱并配备电子捕获检测器的气相色谱仪测定。样品中的有机磷农药、不饱和烃以及邻苯二甲酸酯等有干扰物质可用浓硫酸除掉。方法未给出明确的检出限,但指出 γ -六六六通常检测至 4 ng/L,滴滴涕可检测至 200 ng/L。规定以噪音的 2.5 倍作为仪器的检出限,并要求仪器的灵敏度不低于 10^{-11} g。该标准仅测定六六六和滴滴涕,检测目标物不能满足《地表水环境质量标准》和《地下水质量标准》有机氯农药同时测定的检测要求,且六六六和滴滴涕的检出限不能满足《地下水质量标准》I 类限值的要求。

(2) 《海洋监测规范 第 4 部分:海水分析》(GB 17378.4—2007)^[20]

适用范围:河口、近岸海水。目标化合物为六六六和滴滴涕。方法取样量为 500 mL,萃取溶剂为正己烷,萃取液经浓硫酸净化、浓缩后定容至 0.5 mL,用填充柱并配备电子捕获检测器的气相色谱仪测定。该方法检出限:六六六为 0.001 $\mu\text{g/L}$,滴滴涕为 0.0038 $\mu\text{g/L}$ 。

(3) 《生活饮用水标准检验方法》(GB/T 5750.9—2023)^[21]

适用范围:生活饮用水及其水源水。目标化合物为六六六、滴滴涕、七氯。方法取样量为 500 mL,水中六六六、滴滴涕等各种异构体的萃取溶剂为环己烷或石油醚,七氯的萃取溶剂为二氯甲烷,用带有电子捕获检测器的气相色谱仪分离和检测。六六六各异构体的检出限为 0.008 $\mu\text{g/L}$,滴滴涕各异构体的方法检出限为 0.03 $\mu\text{g/L}$;七氯的方法检出限为 0.0002 mg/L。该方法仅适用于生活饮用水及其水源水,不适用于地下水和废水。目标化合物不包含环氧七氯,不能满足《地表水环境质量标准》环氧七氯监测要求,滴滴涕和七氯方法检出限不能满足《地下水质量标准》I 类限值要求。

(4) 《水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 699—2014) [22]

适用范围为：地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水。测定的有机氯农药包括： α -六六六、 γ -六六六、 β -六六六、 δ -六六六、 o,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴伊、 o,p' -滴滴滴、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、七氯、艾氏剂、外环氧七氯、环氧七氯、硫丹 I、硫丹 II、狄氏剂、异狄氏剂、甲氧滴滴涕、三氯杀螨醇、 α -氯丹、 γ -氯丹、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、硫丹硫酸酯。包含液液萃取法和固相萃取法。液液萃取法取样体积为 100 mL，萃取溶剂为正己烷，用气相色谱-质谱法测定。该方法包含的化合物种类能满足现各水质有评价标准需求，但六六六检出限 0.022 $\mu\text{g/L}$ ~0.033 $\mu\text{g/L}$ 、滴滴涕检出限 0.027 $\mu\text{g/L}$ ~0.032 $\mu\text{g/L}$ ，七氯检出限 0.042 $\mu\text{g/L}$ ，均不能满足《地下水质量标准》I 类限值要求。此外，该方法中三氯杀螨醇出峰位置有误，方法中给出的保留时间对应的化合物实为其降解产物 p,p' -二氯二苯甲酮，具体确认情况见“5.1 目标化合物的确定”。

(5) 《气相色谱法测定水中有机氯农药和多氯联苯类化合物》(SL 497—2010) [23]

适用范围为：地表水、地下水和饮用水。有机氯农药包括： α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、环氧七氯、艾氏剂、硫丹 I、硫丹 II、狄氏剂、异狄氏剂、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴滴、 p,p' -滴滴涕。

该方法包含液液萃取法和固相萃取法。液液萃取法取样体积为 200 mL，萃取溶剂为二氯甲烷，用带电子捕获检测器的气相色谱仪测定。各有机氯农药组分的检出限范围在 0.22 $\mu\text{g/L}$ ~0.48 $\mu\text{g/L}$ 。

该方法适用范围不含生活污水、工业废水和海水，六六六、滴滴涕、七氯检出限不能满足《地表水环境质量标准》和《地下水质量标准》I 类限值要求

国内相关分析方法汇总见表 5。

表 5 国内相关分析方法汇总

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
1	水质 六 六六、滴滴 涕的测定 气相色谱 法（GB/T 7492 — 1987）	1 L	玻璃细口 瓶，具磨口 瓶塞	250 mL	液液萃 取	石油醚	六六六、滴滴涕	在灌瓶前要把采样瓶 用所需采样的水冲洗 2~3 次。采集水样后 应尽快分析。如不能 及时分析，可在 4℃冷 藏箱中储存，不多于 7 d。	—	—	GC-ECD
2	海洋监测 规范 第 4 部分：海水 分析（GB 17378.4 — 2007）	—	全玻璃容器	500 mL	液液萃 取	正己烷	六六六、滴滴涕	海水样品必须存放在 玻璃容器内，并尽快 进行分析。塑料容器 不适宜用于水样的贮 放。	—	—	GC-ECD
3	生活饮用 水标准检 验方法 GB/T	—	磨口玻璃瓶	500 mL	液液萃 取	环己烷	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴 滴滴、 o,p' -滴滴涕、	—	—	—	GC-ECD

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
	5750.9 — 2023						<i>p,p'</i> -滴滴涕、七氯				
4	水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法 HJ 699—2014	—	具有玻璃塞的棕色磨口瓶或具有聚四氟乙烯衬垫的棕色螺口玻璃瓶	100 mL	液液萃取或固相萃取	液液萃取：正己烷	α -六六六、 γ -六六六、 β -六六六、 δ -六六六、 <i>o,p'</i> -滴滴伊、 <i>p,p'</i> -滴滴伊、 <i>o,p'</i> -滴滴滴、 <i>p,p'</i> -滴滴滴、 <i>o,p'</i> -滴滴涕、 <i>p,p'</i> -滴滴涕、七氯、艾氏剂、外环氧七氯、环氧七氯、硫丹 I、硫丹 II、狄氏剂、异狄氏剂、甲氧滴滴涕、三氯杀螨醇、 α -氯丹、 γ -氯丹、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、硫丹硫酸酯	水样 pH 调节至小于 2。水样于 4 ℃ 保存，7 d 内萃取，40 d 内完成分析	—	样品分析前以及每运行 12 h。采用浓度比值计算降解率。如果滴滴涕的降解率 $\geq 20\%$ ，或异狄氏剂的降解率 $\geq 20\%$ ，或总降解率 $\geq 20\%$ ，则应对进样口和色谱柱进行维护，系统检查合格后方可进行测定	GC-MS
5	气相色谱法测定水中有机氯	—	1 L、2.5 L 或 5 L，带聚四氟乙烯	200 mL	液液萃取或固相萃取	液液萃取：二氯甲烷	有机氯农药组分： α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、	采样时不应用样品淋洗样品瓶。如果水样中含余氯等氧化性物	应尽量减少样品的转移，并	每天应向气相色谱中注射降解检查液。如果 <i>p,p'</i>	GC-ECD

序号	方法名称	采样体积	采样容器	前处理所用 样品体积	前处理 方式	萃取溶剂	目标物	样品保存	瓶壁吸附 解决方式	降解率检查、计 算及控制值	分析方法
	农药和多 氯联苯类 化合物 SL 497—2010		内衬螺旋盖 的棕色玻璃 瓶或棕色磨 口玻璃瓶				七氯、环氧七氯、艾 氏剂、硫丹 I、硫丹 II、狄氏剂、异狄氏 剂、异狄氏剂醛、硫 丹硫酸盐、 <i>p,p'</i> -滴滴 伊、 <i>p,p'</i> -滴滴滴、 <i>p,p'</i> - 滴滴涕	质，应先往每升水样 中加 50 mg 硫代硫酸 钠，待完全溶解后， 向水样中加入数滴 6 mol/L 盐酸，使水样的 pH<2，防止某些待测 组分的生物降解。采 集的样品在富集之前 应保持样品瓶密封， 并在 4 ℃以下避光冷 藏保存。所有样品必 须在采集后 7 d 内完 成富集萃取，并在 30 d 内完成最终的分析。 艾氏剂等化合物很快 会被氯氧化，因此， 水样采集时应用硫代 硫酸钠或抗坏血酸除 去余氯	且要对玻 璃表面进 行充分的 清洗	-滴滴涕的降解 超过了 20%，则 需要对气相色谱 进样口及色谱柱 进行维护。 <i>p,p'</i> -滴滴涕的降解 率采用峰面积比 值计算	

按照《环境监测分析方法标准制定技术导则》（HJ 168—2020）的要求，结合开题论证专家意见，标准编制组调研了国内外主流气相色谱仪品牌和国内环境监测系统气相色谱仪的装备情况。ECD 检测器已成为环境检测实验室气相色谱分析的标准组件，进口与国产气相色谱仪均广泛搭载。本标准验证所使用的仪器覆盖市场主要类型、包含国产仪器以及使用年限较长的老旧进口仪器，详见方法验证报告。

3.3 文献资料研究

文献报道的水中有机氯农药提取方法主要有液液萃取法和固相萃取法。液液萃取法是经典方法，无需特殊装置和材料，操作简便，易于普及和推广，且适用于各种类型的水样，包括颗粒物含量高的水样。固相萃取法集样品富集和净化于一身，节省溶剂，可自动化批量处理，但固相萃取仪器及固相萃取柱成本较高，不同厂家或批次的固相萃取柱富集效果存在差异，而且当水样中颗粒物含量较高时，极易导致固相萃取柱堵塞，影响富集效果。此外，颗粒物也易吸附目标化合物，可能导致测定结果偏低。文献研究显示，采用液液萃取法时，正己烷是常用的萃取溶剂。样品浓缩倍数从 200 至 5000 不等，方法检出限范围覆盖 ng/L 至 $\mu\text{g/L}$ 级别。少数文献考察了净化方式，发现在多组分同时测定时，优选固相萃取固相萃取柱净化。

文献汇总详见表 6。

表 6 国内外文献资料研究汇总

序号	水样预处理与分析方法	有机氯农药种类	检出限	参考文献
1	正己烷液液萃取，浓硫酸净化，气相色谱法	六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、艾氏剂、环氧七氯、硫丹 I、狄氏剂、 p,p' -滴滴伊、异狄氏剂、硫丹 II、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕	0.005 $\mu\text{g/L}$ ~0.05 $\mu\text{g/L}$	[24]
2	正己烷液液萃取，气相色谱法	六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、艾氏剂、环氧七氯、 α -氯丹、硫丹 I、 γ -氯丹、狄氏剂、 p,p' -滴滴伊、异狄氏剂、硫丹 II、异狄氏醛、异狄氏酮、 p,p' -滴滴滴、硫丹硫酸酯、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、甲氧滴滴涕	1.5 ng/L~5.6 ng/L	[25]
3	正己烷液液萃取，气相色谱法	六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、七氯、环氧七氯 A、环氧七氯 B	0.01 $\mu\text{g/L}$ ~0.05 $\mu\text{g/L}$	[26]
4	正己烷液液萃取，气相色谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴滴、 p,p' -滴滴滴、六氯苯、艾氏剂、七氯、环氧七氯 B、狄氏剂、异狄氏剂、顺式氯丹、反式氯丹	0.6 ng/L~1.5 ng/L	[27]
5	正己烷液液萃取，气相色谱法	六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、艾氏剂、环氧七氯、 α -氯丹、 γ -氯丹、狄氏剂、 p,p' -滴滴伊、异狄氏剂、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、灭蚊灵	0.57 ng/L~1.21 ng/L	[28]
6	正己烷液液萃取，弗罗里硅土柱净化，用 10 mL 正己烷-丙酮混合溶剂（9:1）洗脱，气相色谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴滴、 p,p' -滴滴滴、七氯、环氧七氯、 α -氯丹、 γ -氯丹、硫丹 I、硫丹 II、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、硫丹硫酸盐、甲氧氯、阿特拉津、百菌清、2,4'-滴滴涕、溴氰菊酯	< 0.12 $\mu\text{g/L}$	[29]
7	正己烷液液萃取，气相色谱法	六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕	0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.019 $\mu\text{g/L}$	[30]
8	异辛烷液液萃取，气相色谱法	六氯丁二烯、丙体六六六、六氯苯、百菌清、七氯、溴氰菊酯	0.01 $\mu\text{g/L}$ ~0.03 $\mu\text{g/L}$	[31]
9	正己烷液液萃取，气相色谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、百菌清、环氧七氯	0.00004 $\mu\text{g/L}$ ~0.00019 $\mu\text{g/L}$	[32]
10	正己烷液液萃取，气相色谱/串联质谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、艾氏剂、三氯杀螨醇、外环氧七氯、反式-环氧七氯、 α -氯丹、 γ -氯丹、 o,p' -滴滴伊、硫丹 I、 p,p' -滴滴伊、狄氏剂、 o,p' -滴滴滴、异狄氏剂、硫丹 II、 p,p' -滴滴滴、 o,p' -滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸酯、 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂酮、甲氧滴滴涕	0.32 ng/L~1.34 ng/L	[33]

序号	水样预处理与分析方法	有机氯农药种类	检出限	参考文献
11	正己烷液液萃取，气相色谱/质谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、百菌清、六氯苯、七氯	0.03 $\mu\text{g/L}$ ~0.09 $\mu\text{g/L}$	[34]
12	正己烷液液萃取，气相色谱/质谱法	七氯、 α -六六六、六氯苯、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、艾氏剂、环氧化七氯、 α -氯丹、 α -硫丹、 γ -氯丹、 p,p' -滴滴伊、狄氏剂、异狄氏剂、 β -硫丹、 p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸酯、 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂酮、甲氧滴滴涕、灭蚊灵	0.012 ng/L~0.077 ng/L	[35]
13	圆盘膜萃取， C_{18} 膜富集、二氯甲烷/乙酸乙酯酮（1:1）混合溶剂洗脱，气相色谱/质谱法	氯唑灵、地茂散、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、西玛津、 δ -六六六、阿特拉津、百菌清、七氯、甲草氨(草不绿)、艾氏剂、环氧七氯、 α -氯丹、硫丹 I、 γ -氯丹、反式九氯、狄氏剂、 p,p' -滴滴伊、异狄氏剂、硫丹 II、异狄氏醛、 p,p' -滴滴涕、杀螨酯、硫丹硫酸酯、 p,p' -滴滴涕、甲氧滴滴涕、顺-苄氯菊酯、反-苄氯菊酯	0.39 ng/L~23.4 ng/L	[36]
14	固相萃取， C_{18} 柱富集、二氯甲烷/丙酮（4:1）混合溶剂洗脱，气相色谱/质谱法	六六六、滴滴涕和环氧七氯	4.26 ng/L~19.2 ng/L	[37]
15	固相萃取， C_{18} 柱富集、正己烷洗脱，气相色谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、百菌清、七氯、溴氰菊酯	0.005 $\mu\text{g/L}$ ~0.380 $\mu\text{g/L}$	[38]
16	固相萃取，HLB 柱富集，乙腈/甲醇（50/50）洗脱，气相色谱-质谱法	五氯苯、六氯苯、艾氏剂、狄氏剂、三氯杀螨醇	0.021 $\mu\text{g/L}$ ~0.038 $\mu\text{g/L}$	[39]
17	正己烷液液萃取，弗罗里硅土层析柱，气相色谱-质谱法	γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、七氯、艾氏剂、狄氏剂、 γ -氯丹、 α -硫丹、硫丹硫酸酯、异狄氏剂、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、甲氧滴滴涕	0.001 $\mu\text{g/L}$	[40]
18	顶空固相微萃取，聚甲基苯基乙烯基硅氧烷涂布纤维，气相色谱-质谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、2,4-二氯苯甲酮、 p,p' -二氯二苯甲酮、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂	0.835 ng/L~13.0 ng/L	[41]
19	二氯甲烷液液萃取，气相色谱-三重四极杆质谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、七氯、外环氧七氯、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、硫丹 I、硫丹 II、硫丹硫酸酯、甲氧滴滴涕	0.04 ppm~0.08 ppm	[42]
20	C_{18} 柱固相萃取，气相色谱法	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、七氯、艾氏剂、外环氧七氯、狄氏剂、异狄氏剂	0.08 ng/L~0.16 ng/L	[43]

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

(1) 按照《国家生态环境标准制修订工作规则》(国环法规〔2020〕4号)和《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)制定本标准,确保重点突出、内容准确、数据真实、通俗易懂、方法可操作性强。

(2) 方法检出限和测定范围满足相关生态环境标准和生态环境工作的要求。

我国《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002)《地下水质量标准》(GB/T 14848-2017)《海水水质标准》(GB 3097-1997)《渔业水质标准》(GB/T 11607-1989)《城市供水水质标准》(CJ/T 206-2005)《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2022)《饮用水水源地水环境质量标准(征求意见稿)》等均对有机氯农药做出了限量规定,其中地下水限值最低。本标准方法在确定了技术路线后,经多家有资质的实验室验证,检出限满足各类水质标准和环境管理要求。

(3) 方法准确可靠,满足各项方法特性指标的要求。

多家实验室采用不同的国内外仪器设备对地表水、地下水、生活污水、工业废水、海水实际样品进行了验证。验证结果表明本标准方法采用的分析技术和规定的各项技术指标准确可靠。

(4) 方法具有普遍适用性,易于推广使用。

液液萃取是水样富集的常用方法,具有操作简单、成本低的优点。气相色谱仪是环境监测常用仪器,其配备的电子捕获检测器(ECD)对含卤素化合物灵敏度高,是此类分析的常用检测器。本标准采用液液萃取/气相色谱法测定水中有机氯农药。该方法所使用的前处理技术(液液萃取)和分析仪器(气相色谱-ECD)均十分成熟。该方法不仅能满足我国大部分监测机构的监测能力和实际条件,也能适应未来生态环境监测技术发展和环境管理的需求,因此具有广泛的适用性和良好的可行性。

4.2 标准制订的技术路线

本项目为一项新制订的标准。结合我国仪器设备现状及标准要求,本标准建立了“液液萃取/气相色谱法”测定水中有机氯农药的分析方法。有机氯农药在电子捕获检测器(ECD)上响应灵敏度高,特异性强,且气相色谱仪(配备ECD)在相关领域的普及率高,是有机氯农药检测最常用的测定技术。因此本标准选定气相色谱分离、电子捕获检测器(ECD)检测的技术路线。

编制组通过查阅国内外相关标准及文献资料,并开展实验室内研究,优化了各项检测条件。所采用的试剂和仪器普遍、易得,操作流程(涵盖样品采集、保存、前处理和测定)力求简便。在此基础上,最终形成方法验证方案。该方案经7家实验室验证,统计确定了方法的检出限、测定下限、精密度、正确度等技术特性指标,并明确了质量保证与质量控制要求。由此形成了一项适用性广、可操作性强且实用性高的标准方法。标准制订技术路线图见图1。

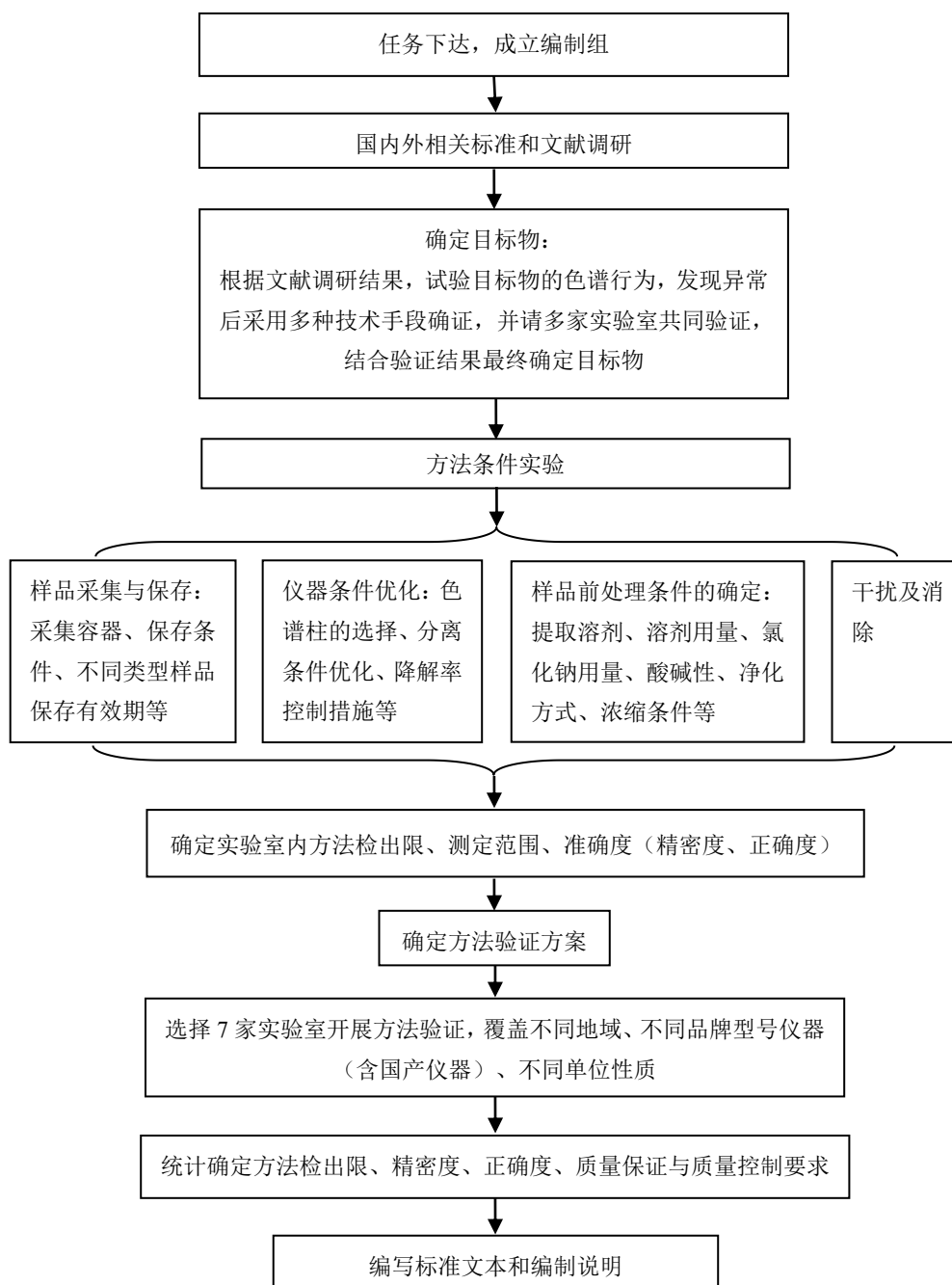


图 1 标准制订技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

目标化合物的选择需覆盖我国《地表水环境质量标准》（GB 3838—2002）《地下水质量标准》（GB/T 14848—2017）《海水水质标准》（GB 3097—1997）《渔业水质标准》（GB/T 11607—1989）《城市供水水质标准》（CJ/T 206-2005）《生活饮用水卫生标准》（GB5749—2022）《饮用水水源地水环境质量标准（征求意见稿）》管控的全部有机氯农药。此类农

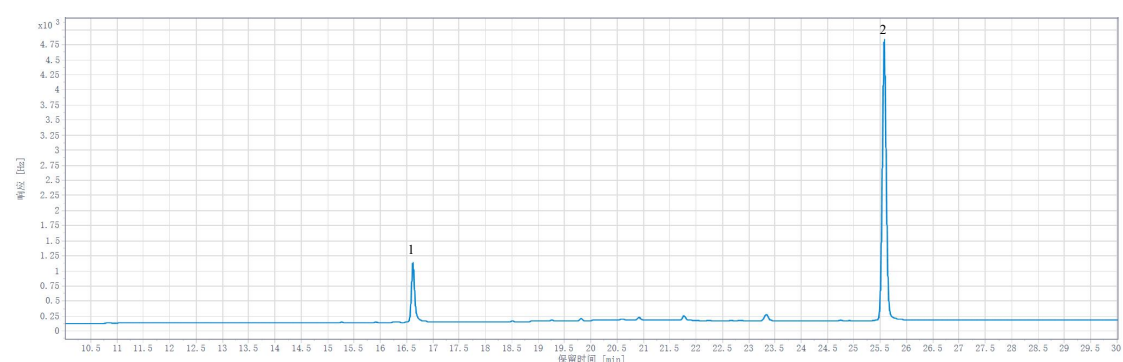
药多属持久性有机污染物（POPs），《斯德哥尔摩公约》重点管控的有机氯农药类与我国《重点管控新污染物清单（2023 年版）》第十四类化合物高度重合。因此，本标准将上述标准及清单涉及的有机氯农药均纳入研究目标。

现有标准方法普遍以下列常见有机氯农药为目标化合物：六氯苯、 α -六六六、 γ -六六六、 β -六六六、 δ -六六六、 o,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴伊、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、七氯、艾氏剂、外环氧七氯（环氧七氯 B）、环氧七氯（环氧七氯 A）、硫丹 I（ α -硫丹）、硫丹 II（ β -硫丹）、狄氏剂、异狄氏剂、甲氧滴滴涕、顺-氯丹（ α -氯丹）、反-氯丹（ γ -氯丹）、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、硫丹硫酸酯、灭蚁灵。

关于三氯杀螨醇，国外标准（如 EPA 8081b）虽提及该物质，但未提供技术指标数据，且指出其在 DB 1701 色谱柱上无法检出，亦未提出解决方案；国内标准 HJ 699 虽将其列为检测目标，但编制组经初步验证发现，该标准实际检测的是其热降解产物 p,p' -二氯二苯甲酮；基于此，开题论证会中编制组认为三氯杀螨醇本体难以准确定量，暂不纳入目标化合物；专家建议参考 p,p' -滴滴涕与异狄氏剂降解率质控方法，通过补充实验探索可行性，最终根据试验结果决定是否增列。

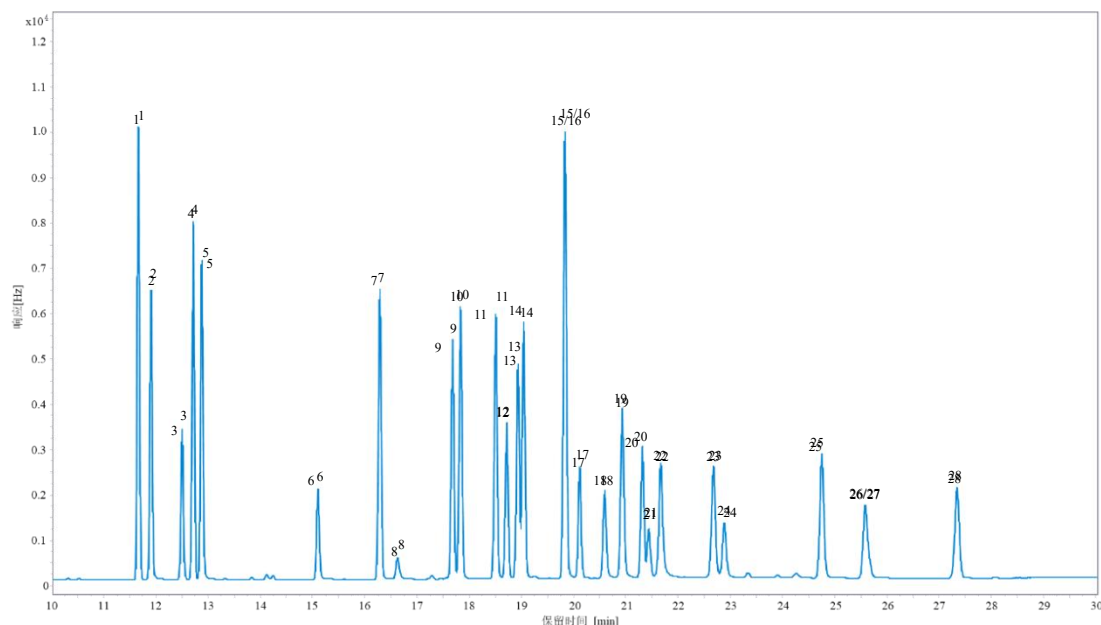
编制组针对性查阅相关文献，文献 33 和文献 39 的目标化合物都使用 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷色谱柱分离检测三氯杀螨醇，出峰位置以及定量和定性离子参考 HJ 699 方法，因此检测目标实际也是降解产物。徐迎春^[44]在实验过程中发现三氯杀螨醇发生了热分解，其最终研究目标不包含该物质。何继东^[45]通过设置不同进样口温度分析高浓度与低浓度三氯杀螨醇标准物质，验证了气相色谱分析中进样口温度对三氯杀螨醇响应的影响，得出进样口温度越高，三氯杀螨醇降解越明显的结论。黄凤妹^[46]梳理了多个基于气相色谱法分离的农残检测标准方法^[47~54]，发现除了 NY/T 761^[54]采用三氯杀螨醇本体定量外，其他标准方法里标注的三氯杀螨醇出峰位置实际上均为其降解产物 p,p' -二氯二苯甲酮，但是这些标准方法都未提及三氯杀螨醇降解问题，与 HJ 699 类似。

编制组采用三氯杀螨醇单标在 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷柱进样分析，色谱图出现 2 个色谱峰，经质谱定性确认，这 2 个色谱峰分别是 p,p' -二氯二苯甲酮与三氯杀螨醇，降解产物较本体出峰早，见图 2。再用含三氯杀螨醇的有机氯混合标准溶液进样分析，本体和降解产物同时存在，对照 HJ 699 以及文献中三氯杀螨醇相对出峰位置，其定为三氯杀螨醇的保留时间以及定性定量离子实际均为降解产物 p,p' -二氯二苯甲酮，三氯杀螨醇保留时间与甲氧滴滴涕临近，见图 3。采用三氯杀螨醇单标在 35%苯基甲基聚硅氧烷柱进样分析的色谱图见图 4。



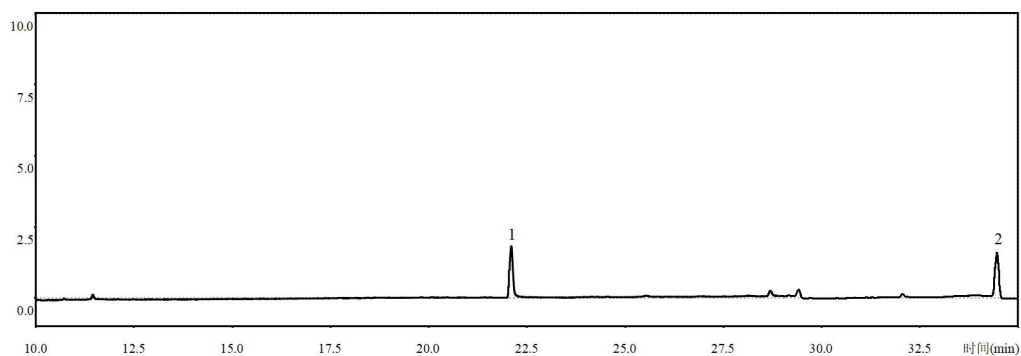
1——*p,p'*-二氯二苯甲酮（三氯杀螨醇降解产物）；2——三氯杀螨醇。

图 2 三氯杀螨醇在 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷柱上的色谱图



1—— α -六六六；2——六氯苯；3—— β -六六六；4—— γ -六六六；5—— δ -六六六；6——七氯；7——艾氏剂；8——*p,p'*-二氯二苯甲酮（三氯杀螨醇降解产物）；9——外环氧七氯（环氧七氯 B）；10——内环氧七氯（环氧七氯 A）；11——反-氯丹（ γ -氯丹）；12——*o,p'*-滴滴伊；13——硫丹 I（ α -硫丹）；14——顺-氯丹（ α -氯丹）；15/16——*p,p'*-滴滴伊/狄氏剂；17——*o,p'*-滴滴涕；18——异狄氏剂；19——硫丹 II（ β -硫丹）；20——*p,p'*-滴滴涕；21——*o,p'*-滴滴涕；22——异狄氏剂醛；23——硫丹硫酸酯；24——*p,p'*-滴滴涕；25——异狄氏剂酮；26/27——三氯杀螨醇/甲氧滴滴涕；28——灭蚁灵。

图 3 有机氯农药在 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷柱上的色谱图



1——*p,p'*-二氯二苯甲酮（三氯杀螨醇降解产物）；2——三氯杀螨醇。

图 4 三氯杀螨醇在 35%苯基甲基聚硅氧烷柱上的色谱图

按照开题论证的专家建议，编制组对三氯杀螨醇热降解控制方面进行了试验，在 2 个品

牌的气相色谱仪上分别考察三氯杀螨醇的降解情况，同时考察 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂在相同条件下的降解率。试验结果见图 5 和图 6。

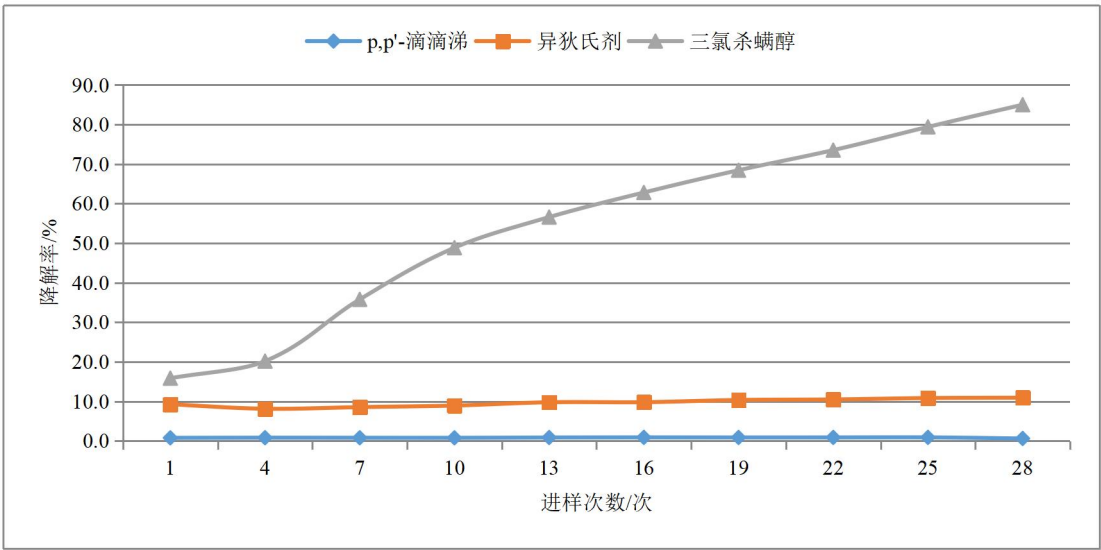


图 5 A 品牌气相色谱仪连续进样时 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂和三氯杀螨醇降解率变化

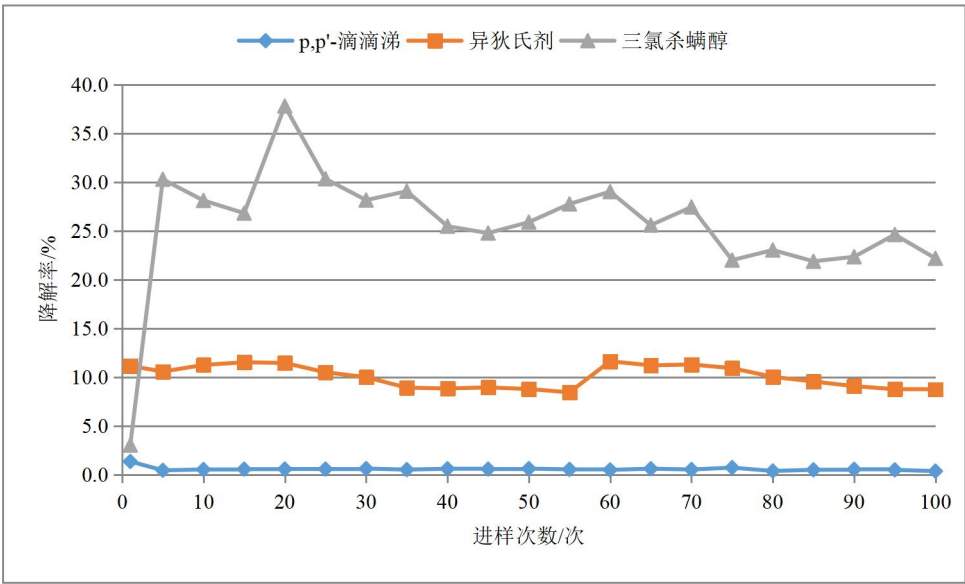


图 6 B 品牌气相色谱仪连续进样时 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂和三氯杀螨醇降解率变化

图 5 和图 6 显示，在相同条件下，与 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂相比，三氯杀螨醇在气相色谱进样口更易降解且不稳定。在 A 品牌气相色谱仪上，随着进样次数增加，三氯杀螨醇的降解率持续上升直至几乎全部降解；而在相同条件下 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂的降解率稳定维持在 10% 以下，符合有机氯农药测定要求。在 B 品牌气相色谱仪上，三氯杀螨醇降解

率波动显著，但 *p,p'*-滴滴涕和异狄氏剂的降解率仍保持稳定。

针对此问题，函审专家提出更换溶剂的建议，文献^[55]也指出三氯杀螨醇在不同溶剂中降解行为存在差异。编制组比较了三氯杀螨醇在正己烷、甲苯、乙酸乙酯、丙酮、甲醇和乙腈等不同极性溶剂中进样时的降解率，结果表明，溶剂极性越大，降解率越高，在丙酮、乙腈、甲醇等溶剂中，三氯杀螨醇几乎全部降解，该结论与文献一致，故溶剂无法改善降解问题。

为考察三氯杀螨醇在不同仪器、不同实验室的降解情况，编制组给各验证单位发放三氯杀螨醇标准溶液，并要求验证单位的仪器性能在满足 *p,p'*-滴滴涕和异狄氏剂降解率均小于 20% 的条件下测试三氯杀螨醇。结果显示：三氯杀螨醇降解率在 10%~100% 之间波动，且无法通过维护进样系统稳定 *p,p* 控制，与编制组试验结果一致。

Anette Thiel 等^[56]证实三氯杀螨醇在碱性溶液中或在光照条件下都可以降解为 *p,p'*-二氯二苯甲酮。基于此特性，有文献或标准提出通过检测该降解产物间接定量三氯杀螨醇，如：刘长武^[57]等（1990 年）建立碱解法测定茄子和土壤中的三氯杀螨醇，先用浓硫酸净化去除样品中已有的 *p,p'*-二氯二苯甲酮，再碱解测量降解产物；《进出口茶叶中三氯杀螨醇残留量检测方法》（SN/T 0348.1—2010）^[58]采用碱解法将三氯杀螨醇完全转化为降解产物，避免进样口降解问题，测定结果是国际认可的。

结论：因三氯杀螨醇降解率不可控、实验室间差异大，气相色谱法测定会导致结果不确定性，故排除其与其他有机氯农药同步检测。本标准最终确定 26 种目标化合物，分别是：六氯苯、 α -六六六、 γ -六六六、 β -六六六、 δ -六六六、*o,p'*-滴滴伊、*p,p'*-滴滴伊、*o,p'*-滴滴滴、*p,p'*-滴滴滴、*o,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴涕、七氯、艾氏剂、外环氧七氯（环氧七氯 B）、环氧七氯（环氧七氯 A）、硫丹 I（ α -硫丹）、硫丹 II（ β -硫丹）、狄氏剂、异狄氏剂、甲氧滴滴涕、顺-氯丹（ α -氯丹）、反-氯丹（ γ -氯丹）、异狄氏剂醛、异狄氏剂酮、硫丹硫酸酯、灭蚁灵。该目标化合物清单覆盖现行环境质量的管控要求。

5.2 方法原理

水样中有机氯农药用正己烷萃取，萃取液经浓缩、净化、定容后，用具有电子捕获检测器（ECD）的气相色谱仪测定。目标化合物通过保留时间定性，外标法定量。

5.3 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的不含目标化合物的蒸馏水或通过纯水设备制备的纯水。

5.3.1 丙酮（CH₃COCH₃）：色谱纯。

5.3.2 正己烷（C₆H₁₄）：色谱纯。

5.3.3 甲苯（C₇H₈）：色谱纯。

5.3.4 氯化钠（NaCl）。

使用前置于马弗炉中于 400 °C 灼烧 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶密封，置于干燥器内贮存。

5.3.5 无水硫酸钠（Na₂SO₄）。

使用前置于马弗炉中于 400 °C 灼烧 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶密封，置于干燥器

内贮存。

5.3.6 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

5.3.7 硫酸 (H_2SO_4) : $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$, $w \in [95.0\%, 98.0\%]$ 。

5.3.8 盐酸 (HCl) : $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$, $w \in [36.0\%, 38.0\%]$ 。

5.3.9 丙酮-正己烷混合溶液。

丙酮和正己烷以 1:9 的体积比混合。

5.3.10 硫酸钠溶液: $\rho (\text{Na}_2\text{SO}_4) = 20 \text{ g/L}$ 。

称取 20 g 无水硫酸钠溶于 1 L 水中。

5.3.11 盐酸溶液: 1+1。

盐酸和水以 1:1 的体积比混合。

5.3.12 有机氯农药标准溶液: $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 按照标准溶液证书要求保存, 使用时应恢复至室温并摇匀。

5.3.13 p,p' -滴滴涕标准溶液: $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 按照标准溶液证书要求保存, 使用时应恢复至室温并摇匀。

5.3.14 异狄氏剂标准溶液: $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 按照标准溶液证书要求保存, 使用时应恢复至室温并摇匀。

5.3.15 有机氯农药混合标准中间液 $\rho = 50.0 \text{ mg/L}$ 。

取适量有机氯农药标准溶液用正己烷稀释, -18°C 以下冷冻密封避光保存, 保存期 3 个月。

编制组将混合标准中间液分装于多个 2 mL 进样小瓶中, 在 -18°C 以下保存, 每隔一定时间取出测定, 计算回收率, 结果见表 7 所示。3 个月 (90 d) 内, 各目标物的回收率仍在 95% 以上。

表 7 50.0 mg/L 混合标准中间液 -18°C 保存稳定性试验结果

序号	化合物名称	回收率 (%)						
		5 d	10 d	20 d	30 d	40 d	60 d	90 d
1	六氯苯	99.7	98.7	104	103	100	102	98.6
2	α -六六六	97.2	96.5	96.1	97.2	94.6	96.1	96.5
3	γ -六六六	97.3	96.6	96.0	97.1	94.4	95.9	96.1
4	β -六六六	97.0	96.4	96.1	97.0	94.4	95.8	95.5
5	七氯	97.2	96.6	96.1	97.2	94.2	96.0	96.2
6	δ -六六六	97.2	96.7	95.9	97.2	94.5	96.0	97.3
7	艾氏剂	97.8	97.2	96.8	98.0	95.2	96.9	97.5
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	97.1	96.4	95.7	97.1	94.8	96.2	97.2
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	97.5	96.8	96.1	96.7	94.5	95.9	96.8
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	97.3	96.7	95.7	97.2	94.8	96.3	97.4
11	o,p' -滴滴伊	97.3	96.7	96.0	97.3	94.8	96.3	97.7
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	97.5	96.8	95.9	97.3	94.3	96.0	97.0
13	硫丹 I (α -硫丹)	97.3	96.8	95.8	97.2	94.4	95.9	96.5
14	p,p' -滴滴伊	97.0	96.6	95.7	97.0	94.5	96.0	98.0

15	狄氏剂	97.1	96.2	95.5	96.5	94.0	95.6	96.7
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	97.4	96.6	96.2	97.2	94.6	96.1	99.2
17	异狄氏剂	97.1	96.7	95.8	96.6	93.8	95.5	96.6
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	97.2	96.6	95.9	97.0	94.2	96.2	97.3
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	97.3	96.6	95.8	97.0	94.3	95.8	96.1
20	硫丹 II (β -硫丹)	97.3	96.4	95.8	96.8	94.3	96.2	97.5
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	97.2	96.6	95.6	97.0	94.3	96.0	96.3
22	异狄氏剂醛	98.0	97.1	96.5	97.8	95.0	96.7	95.8
23	硫丹硫酸酯	97.0	96.8	95.5	96.6	94.0	95.6	96.4
24	甲氧滴滴涕	97.2	96.6	95.6	96.9	94.3	96.0	96.3
25	异狄氏剂酮	97.3	96.5	95.5	97.2	94.0	95.7	97.2
26	灭蚁灵	96.3	95.0	94.2	96.0	92.0	95.6	96.9

5.3.16 有机氯农药混合标准使用液： $\rho=1.00\text{ mg/L}$ 。

取适量有机氯农药标准中间液用正己烷稀释，临用现配。

5.3.17 降解率检查标准中间液： $\rho=50.0\text{ mg/L}$ 。

取适量 *p,p'*-滴滴涕标准溶液和异狄氏剂标准溶液用正己烷稀释。 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷冻密封避光保存，保存期 3 个月。

5.3.18 降解率检查标准使用液： $\rho=1.00\text{ mg/L}$ 。

取适量降解率检查标准中间液用正己烷稀释，临用现配。

5.3.19 净化柱：弗罗里硅土柱或石墨化碳柱， $500\text{ mg}/6\text{ mL}$ ，或其他等效净化柱。

5.3.20 高纯氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.3.21 余氯试纸和淀粉碘化钾试纸。

5.4 仪器和设备

5.4.1 采样瓶：100 mL，棕色玻璃瓶，具聚四氟乙烯内衬旋盖或磨口塞。

5.4.2 气相色谱仪：具分流/不分流进样口，配备电子捕获检测器（ECD）。

5.4.3 色谱柱 1：分析柱， 30 m （柱长） $\times 0.25\text{ mm}$ （内径） $\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ （膜厚），固定液为 35%苯基甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱，或其他等效毛细管色谱柱。

5.4.4 色谱柱 2：辅助定性柱， 30 m （柱长） $\times 0.25\text{ mm}$ （内径） $\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ （膜厚），固定液为 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱，或其他等效毛细管色谱柱。

5.4.5 浓缩装置：氮吹仪或其他性能相似的浓缩装置。

5.4.6 固相萃取装置：手动或自动，流速可调节。

5.4.7 微量注射器： $10\text{ }\mu\text{L}$ 、 $50\text{ }\mu\text{L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{L}$ 。

5.4.8 进样瓶：棕色玻璃瓶， 2 mL 。

5.4.9 一般实验室常用仪器和设备。

5.5 样品

5.5.1 样品采集

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164、HJ 442.3、HJ 1045 的相关规定采集样品。

国内外现有方法都强调要用玻璃瓶采样，ISO 6468 提出有机氯农药可在样品瓶内壁吸附，采取在样品瓶中萃取的方式减少吸附的影响。而 EPA 608.3、EPA 625.1 和 EPA 525.2 均提出要用萃取溶剂荡洗样品瓶内壁，将荡洗溶剂与萃取剂合并，类似我国石油类萃取的要求，将吸附在瓶壁的目标化合物荡洗下来。欧盟 BS EN 16693 只是提出要尽快萃取以减少瓶壁吸附，并未要求荡洗样品瓶。以上标准方法也都提出要将整瓶样品用于分析，不再用量筒等量具转移。现行国内标准均无此类要求，只有 SL 497 提到了减少样品瓶对目标物吸附的措施，提出采样时不应用样品淋洗样品瓶、应尽量减少样品的转移，并且要对玻璃表面进行充分的清洗，但并未明确规定如何减少样品转移以及如何清洗的具体操作步骤。

编制组参照上述标准确定使用棕色玻璃瓶采集样品，拟定每瓶样品全部用于后续分析，可选择磨口玻璃瓶或具聚四氟乙烯衬垫的螺口玻璃瓶。考虑分析环节实施平行及加标等质控措施以及某些特殊样品复测需要，规定样品采集数量不得少于 3 瓶。全程序空白等质控样按照现有的技术规范执行。《地表水环境质量监测技术规范》（HJ 91.2—2022）7.2.2 规定“每个采样批次至少采集一个全程序空白样品”；《污水监测技术规范》（HJ 91.1—2019）10.2.2 规定“按照分析方法的要求采集全程序空白样品，如分析方法中未明确，每批次水样均应采集全程序空白样品”；《海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输》（GB 17378.3—2007）规定“通过将现场空白与室内空白测定结果相对照，掌握采样过程和环境条件对环境质量影响的状况”。因此本标准规定每批次样品应至少采集 1 个全程序空白样品。

5.5.2 样品保存

编制组参考已有的国内外标准以及查阅的文献，水中有机氯农药普遍性质稳定，影响样品保存的因素主要有酸碱度、余氯、瓶壁吸附等。

在酸碱度方面，研究表明， γ -六六六、硫丹和艾氏剂是相对碱性不稳定化合物，因此 ISO 6468 标准要求水样 pH 在 5~7.5 范围内，若要测定硫丹则须单独采集并将水样 pH 调节至 2；EPA 8081b 标准要求水样保存时 pH 在 5~9 范围内；而 BS EN 16693 则要求水样保存时 pH 应在 7 ± 0.2 ，这些针对有机氯检测的标准基本都要求水样保存在中性条件。此外，EPA 608.3、EPA 625、EPA 525.5 和 EPA 8121 均未提及水样保存的 pH 要求。我国现行标准方法中，HJ 699 和 SL 497 均要求调节水样 pH 值 < 2 保存；GB/T 5750.9 及 GB/T 7492 方法未提及水样保存 pH 的要求。保存的温度条件基本都是冷藏 4℃ 左右，本标准保存温度要求保持与上述标准一致，即 4℃。

编制组参考 HJ 699 采集一定体积的实际地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水样品于棕色玻璃瓶中，加标，分别在 pH 中性和 pH < 2 两种条件下于 4℃ 保存，隔一定时间分别量取一定体积加标水样萃取测定。结果发现除了六六六外，其他多数有机氯农药在放置 2 天后相对回收率下降至 80% 以下甚至更低，海水中这种下降趋势尤为明显，表明 pH 中性和 pH < 2 两种保存条件没有差异。因此，采集大瓶样品量取部分水样进行测定的方式，即使调节水样 pH < 2 也不能有效延长样品保存期，参考国外标准，导致样品保存时间过短的因素可能主要是瓶壁吸附。

为确认样品瓶壁对有机氯农药的吸附，编制组参考 ISO 和 EPA 标准，选择地表水和海水实际样品加标，在中性条件下保存 1 d、3 d、5 d、7 d 后，将样品瓶中的水样全部倒出，

用 30 mL 纯水分 3 次荡洗采样瓶内壁并倒出，再用 30 mL 正己烷分 3 次荡洗采样瓶内壁，合并 3 次正己烷荡洗液，经无水硫酸钠脱水浓缩定容至 1 mL 后分别测试，考察样品瓶壁的吸附情况，见表 8 和表 9。结果表明，确实存在样品瓶壁吸附即使水样倒出且用纯水荡洗后依然有一定吸附量，但是每种目标物吸附程度不一样。海水中有机氯农药的瓶壁吸附现象更明显。有机氯农药都是疏水性极强的化合物， $\log K_{ow}$ 值相对较大，从表 8 数据可以看出， $\log K_{ow}$ 值越大，疏水性越强，在瓶壁的吸附率也越大，明显呈正相关。海水样品中的矿物质起到盐析作用，放大了这种效果，这也解释了此前分取样品萃取做保存实验室时，海水的相对回收率下降趋势更明显的原因了。因此，采集大体积样品保存后再分取样的方式会造成结果偏低，也证明了 ISO、EPA 等标准提醒及要求采样分瓶并全量萃取的合理性。

表 8 地表水中有机氯农药瓶壁吸附残留率（%）

序号	化合物名称名称	$\log K_{ow}$	保存天数（d）			
			1	3	5	7
1	六氯苯	5.73	1	1	3	9
2	α -六六六	3.8	0	0	0	0
3	γ -六六六	3.72	0	0	1	0
4	β -六六六	3.781	0	0	1	0
5	七氯	6.1	2	3	6	12
6	δ -六六六	4.14	0	0	1	1
7	艾氏剂	6.5	2	5	8	13
8	外环氧七氯（环氧七氯 B）	—	1	1	2	3
9	内环氧七氯（环氧七氯 A）	5.291	1	1	3	5
10	反-氯丹（ γ -氯丹）	—	5	6	16	22
11	o,p' -滴滴伊	6.00	7	10	20	25
12	顺-氯丹（ α -氯丹）	6.1	3	5	12	15
13	硫丹 I（ α -硫丹）	3.83	1	1	2	3
14	p,p' -滴滴伊	6.51	9	11	26	31
15	狄氏剂	5.4	1	1	5	6
16	o,p' -滴滴滴	5.87	4	4	11	15
17	异狄氏剂	5.05	2	2	5	6
18	o,p' -滴滴涕	6.79	10	12	26	31
19	p,p' -滴滴滴	6.02	4	3	10	13
20	硫丹 II（ β -硫丹）	3.83	1	0	3	4
21	p,p' -滴滴涕	6.91	10	10	24	29
22	异狄氏剂醛	4.8	0	0	1	1
23	硫丹硫酸酯	3.66	0	0	1	1
24	甲氧滴滴涕	5.08	2	1	5	5
25	异狄氏剂酮	4.99	0	0	1	1
26	灭蚊灵	6.89	11	12	16	22

表 9 海水中有机氯农药瓶壁吸附残留率（%）

序号	化合物名称名称	logK _{ow}	保存天数 (d)			
			1	3	5	7
1	六氯苯	5.73	2	4	7	7
2	α -六六六	3.8	0	0	0	0
3	γ -六六六	3.72	0	1	0	0
4	β -六六六	3.781	0	1	0	0
5	七氯	6.1	3	6	9	13
6	δ -六六六	4.14	0	1	0	0
7	艾氏剂	6.5	3	8	11	14
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	—	0	2	1	4
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	5.291	1	3	3	5
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	—	8	14	17	25
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	6.00	12	17	25	30
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	6.1	6	10	14	20
13	硫丹 I (α -硫丹)	3.83	0	2	1	3
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	6.51	15	22	32	37
15	狄氏剂	5.4	1	4	3	7
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	5.87	6	11	13	16
17	异狄氏剂	5.05	2	4	3	7
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	6.79	16	23	30	38
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	6.02	5	11	12	14
20	硫丹 II (β -硫丹)	3.83	1	4	1	5
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	6.91	15	23	27	36
22	异狄氏剂醛	4.8	0	1	1	1
23	硫丹硫酸酯	3.66	0	2	0	2
24	甲氧滴滴涕	5.08	1	6	4	9
25	异狄氏剂酮	4.99	0	1	0	1
26	灭蚊灵	6.89	12	13	19	27

ISO 6468 建议在 24 h 内萃取，BS EN 16693 建议尽快萃取以减少瓶壁吸附。上述试验证明这种要求是合理的。

编制组根据上述试验结果，参考 ISO 和 EPA 标准，选择小体积样品瓶全量转移萃取的方式进行保存试验，分别在 100 mL 棕色玻璃瓶中加入 100 mL 实际地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水的中性样品，分别加标，于 4 °C 以下保存。每隔一段时间将样品全部转入分液漏斗，样品瓶用正己烷荡洗 2 次，荡洗液一并转入分液漏斗后进行液液萃取。以加标当天测得浓度为基准，分别计算保存 1 d、3 d、5 d、7 d、14 d 后各目标化合物的相对回收率，结果见表 10~表 14。结果显示，水样 pH 中性时，在 4 °C 条件下保存 7 d 后各实际水样中的目标物相对回收率均在 80% 以上，保存 14 d 后，硫丹 I (α -硫丹) 和硫丹 II (β -硫丹) 的相对回收率有所下降。因此，样品按照实际所需萃取体积采集，每次全量进行萃取并同时荡洗样品瓶可避免瓶壁吸附的影响，可延长样品保存期至 7 d，如果不测定硫丹可延长保存期至 14 d。萃取液保存条件参考 HJ 699、EPA 等标准，4 °C 密封避光保存，40 d 内

完成分析。

表 10 地表水保存相对回收率 (%)

序号	化合物名称	保存天数 (d)				
		1	3	5	7	14
1	六氯苯	84.9	96.5	105	106	94.6
2	α -六六六	82.8	95.2	107	105	94.7
3	γ -六六六	82.3	94.8	106	105	93.9
4	β -六六六	83.5	94.2	104	103	95.8
5	七氯	80.5	91.8	97.7	96.0	80.1
6	δ -六六六	81.4	93.9	106	102	92.2
7	艾氏剂	89.9	89.3	91.2	100	86.7
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	84.3	95.2	107	103	92.7
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	84.5	95.0	107	103	92.0
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	84.4	94.3	103	100	92.7
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	83.8	94.3	100	98.3	93.1
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	84.2	94.1	103	100	92.7
13	硫丹 I (α -硫丹)	84.3	90.9	99.4	92.5	75.8
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	82.5	92.4	97.9	95.0	91.4
15	狄氏剂	85.6	95.6	106	100	91.3
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	85.4	95.3	104	100	92.4
17	异狄氏剂	85.7	93.3	101	98.2	97.7
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	84.5	93.4	100	95.7	91.6
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	84.4	94.6	103	98.7	93.6
20	硫丹 II (β -硫丹)	81.3	85.2	88.8	81.7	63.6
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	84.2	92.9	101	96.1	90.8
22	异狄氏剂醛	83.3	88.7	83.5	85.9	93.5
23	硫丹硫酸酯	83.4	93.5	104	101	96.0
24	甲氧滴滴涕	82.5	94.5	102	101	95.1
25	异狄氏剂酮	85.8	95.3	107	103	93.0
26	灭蚊灵	85.3	95.7	106	98.5	88.8

表 11 地下水保存相对回收率 (%)

序号	化合物名称	保存天数 (d)				
		1	3	5	7	14
1	六氯苯	84.1	86.3	97.2	108	91.9

2	α -六六六	96.6	102	102	113	92.4
3	γ -六六六	96.4	102	102	113	93.3
4	β -六六六	97.5	101	104	115	93.7
5	七氯	83.4	87.4	91.0	93.9	80.7
6	δ -六六六	94.6	100	101	113	93.1
7	艾氏剂	87.6	81.8	81.1	89.3	81.0
8	外环氧七氯（环氧七氯 B）	94.1	99.4	101	108	93.3
9	内环氧七氯（环氧七氯 A）	92.9	98.8	100	107	92.0
10	反-氯丹（ γ -氯丹）	87.7	89.9	95.6	87.1	91.1
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	80.5	80.1	91.2	83.5	92.8
12	顺-氯丹（ α -氯丹）	89.2	92.2	97.2	94.9	91.8
13	硫丹 I（ α -硫丹）	92.0	95.9	95.7	100	74.8
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	89.9	89.3	90.0	81.7	91.2
15	狄氏剂	93.4	99.4	101	104	94.3
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	91.8	96.2	97.1	101	97.1
17	异狄氏剂	85.5	102	98.2	103	92.3
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	85.0	85.3	92.6	85.1	95.2
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	92.5	97.1	97.9	103	99.5
20	硫丹 II（ β -硫丹）	87.7	91.2	88.4	90.8	66.2
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	86.2	86.9	96.1	92.0	96.2
22	异狄氏剂醛	94.7	86.3	100	111	83.8
23	硫丹硫酸酯	95.1	99.2	101	110	102
24	甲氧滴滴涕	92.4	97.9	101	110	111
25	异狄氏剂酮	96.4	99.7	104	113	95.9
26	灭蚁灵	85.5	91.9	94.1	88.9	88.9

表 12 生活污水保存相对回收率（%）

序号	化合物名称	保存天数（d）				
		1	3	5	7	14
1	六氯苯	83.1	83.7	91.0	82.0	81.1
2	α -六六六	93.4	100	108	107	107
3	γ -六六六	93.3	100	107	106	108
4	β -六六六	95.1	101	106	105	105
5	七氯	83.5	86.4	84.7	92.4	101
6	δ -六六六	92.7	101	107	106	108
7	艾氏剂	87.5	89.5	82.2	83.6	88.4

8	外环氧七氯（环氧七氯 B）	92.1	100	106	105	102
9	内环氧七氯（环氧七氯 A）	91.5	99.1	105	106	102
10	反-氯丹（ γ -氯丹）	87.3	90.5	98.2	100	93.6
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	81.5	81.1	89.4	90.9	82.5
12	顺-氯丹（ α -氯丹）	88.7	92.9	100	101	104
13	硫丹 I（ α -硫丹）	88.8	96.5	99.2	95.5	75.0
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	82.1	80.4	90.7	87.7	82.4
15	狄氏剂	92.0	100	105	104	104
16	<i>o,p'</i> -滴滴滴	90.5	97.8	102	103	95.0
17	异狄氏剂	88.2	103	110	106	108
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	87.0	86.5	97.2	94.2	85.4
19	<i>p,p'</i> -滴滴滴	91.5	98.0	103	102	95.4
20	硫丹 II（ β -硫丹）	85.5	92.9	91.5	86.9	62.5
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	87.6	87.2	101	96.4	86.6
22	异狄氏剂醛	83.6	86.7	86.3	85.1	83.4
23	硫丹硫酸酯	94.0	100	105	104	103
24	甲氧滴滴涕	92.0	97.4	104	104	104
25	异狄氏剂酮	93.7	100	104	105	103
26	灭蚁灵	87.9	92.4	95.0	112	97.8

表 13 工业废水保存相对回收率（%）

序号	化合物名称	保存天数（d）				
		1	3	5	7	14
1	六氯苯	84.1	87.1	88.7	81.7	86.0
2	α -六六六	87.7	80.2	112	110	107
3	γ -六六六	87.9	81.4	110	109	108
4	β -六六六	90.8	83.7	109	107	107
5	七氯	89.4	82.4	88.8	90.7	88.6
6	δ -六六六	87.7	82.3	108	106	104
7	艾氏剂	82.4	85.7	80.5	80.8	82.4
8	外环氧七氯（环氧七氯 B）	86.5	81.3	107	106	99.0
9	内环氧七氯（环氧七氯 A）	85.9	80.5	105	106	93.3
10	反-氯丹（ γ -氯丹）	84.9	84.2	96.5	94.0	85.4
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	88.7	89.3	80.9	88.5	89.5
12	顺-氯丹（ α -氯丹）	89.8	86.4	98.1	95.0	88.0
13	硫丹 I（ α -硫丹）	87.1	89.5	99.0	97.2	77.4

14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	84.3	87.8	80.5	84.4	82.3
15	狄氏剂	86.8	82.6	105	104	94.3
16	<i>o,p'</i> -滴滴滴	80.6	80.8	100	100	93.2
17	异狄氏剂	82.9	83.0	107	111	91.4
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	87.8	82.9	89.7	84.1	83.9
19	<i>p,p'</i> -滴滴滴	81.1	89.6	101	100	82.4
20	硫丹 II (β -硫丹)	87.7	87.3	91.2	89.5	64.3
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	89.4	84.0	92.6	86.8	86.4
22	异狄氏剂醛	94.2	85.5	100	94.6	80.9
23	硫丹硫酸酯	89.8	83.3	107	106	101
24	甲氧滴滴涕	88.1	85.1	105	104	87.9
25	异狄氏剂酮	90.5	84.3	107	105	102
26	灭蚁灵	86.4	87.8	101	95.1	85.7

表 14 海水保存相对回收率 (%)

序号	化合物名称	保存天数 (d)				
		1	3	5	7	14
1	六氯苯	94.2	99.5	94.6	101	94.6
2	α -六六六	104	97.9	113	100	94.7
3	γ -六六六	102	97.2	113	98.6	93.9
4	β -六六六	102	97.4	113	99.4	95.8
5	七氯	91.1	93.9	84.7	90.2	80.0
6	δ -六六六	100	96.1	113	95.8	92.2
7	艾氏剂	89.9	91.3	83.3	87.0	86.7
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	100	96.8	109	97.6	92.7
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	99.3	96.2	106	96.8	86.7
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	97.7	97.1	97.0	96.3	92.7
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	94.0	96.2	83.0	94.4	92.0
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	98.2	96.6	99.0	95.9	92.7
13	硫丹 I (α -硫丹)	99.0	92.4	103	88.6	73.4
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	94.8	96.0	82.9	93.7	91.4
15	狄氏剂	100	97.3	109	98.4	91.3
16	<i>o,p'</i> -滴滴滴	97.8	96.9	104	96.9	92.4
17	异狄氏剂	95.6	95.2	113	94.3	97.7
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	96.9	97.3	93.6	95.3	91.6
19	<i>p,p'</i> -滴滴滴	98.4	96.6	105	97.2	93.6

20	硫丹 II (β -硫丹)	96.3	86.0	93.7	87.5	62.3
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	97.6	96.8	99.2	97.2	90.8
22	异狄氏剂醛	108	98.8	106	94.0	93.5
23	硫丹硫酸酯	101	95.8	112	97.6	96.0
24	甲氧滴滴涕	98.0	96.6	110	99.3	95.1
25	异狄氏剂酮	101	96.8	110	100	93.0
26	灭蚁灵	95.3	95.1	101	92.7	88.8

上述标准和文献都提到要消除余氯的影响,有些目标物可被余氯氧化。编制组采用自来水加标方式考察了余氯对有机氯农药保存时间的影响,结果见表 15。结果显示,余氯对艾氏剂的影响最明显,放置 1 d 后艾氏剂全部分解,滴滴涕和灭蚁灵等目标物浓度也随着保存时间明显降低,因此对于含余氯的水样,国内外标准中基本都是采样后加入硫代硫酸钠或抗坏血酸等抗氧化剂,本标准参照上述标准优先选择无机盐硫代硫酸钠去除余氯。

硫代硫酸钠常以五水合物形式使用,理论上,1 mg 余氯可使用 7 mg 五水合硫代硫酸钠去除。为考察硫代硫酸钠过量添加是否对目标化合物测定结果产生影响,编制组以含余氯的某焦化废水为试验对象,经余氯试纸测试,该废水样品余氯浓度为 50 mg/L,添加五水合硫代硫酸钠至 350 mg/L,待溶解后再次用余氯试纸测试,显示余氯已完全去除,与理论计算结果吻合。取该废水加标 20.0 $\mu\text{g/L}$,平均分成两份,一份加入计算量的五水合硫代硫酸钠,另一份加入 100 倍计算量的五水合硫代硫酸钠,结果显示回收率无差异,说明过量加入硫代硫酸钠不影响结果。鉴于此,现场只需确定水样是否含余氯,无需判定余氯浓度,采用淀粉-碘化钾试纸更直观,若试纸变蓝,说明水样含余氯,在该水样中添加适量五水合硫代硫酸钠,待溶解后再次测试,试纸不变色表示余氯已去除。

表 15 含余氯自来水样品加标保存相对回收率 (%)

序号	化合物名称	保存天数 (d)			
		1	2	3	7
1	六氯苯	109	97.6	101	96.1
2	α -六六六	107	95.8	106	94.5
3	γ -六六六	110	98.2	108	95.9
4	β -六六六	112	101	110	96.6
5	七氯	84.1	95.2	90.9	78.9
6	δ -六六六	111	101	109	94.9
7	艾氏剂	0	0	0	0
8	外环氧七氯	107	97.5	104	92.8
9	内环氧七氯	98.3	95.4	94.7	88.6
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	108	95.4	105	87.1
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	101	85.7	101	79.3
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	107	94.3	103	88.4

13	硫丹 I (α -硫丹)	105	95.6	102	91.3
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	101	85.7	101	79.3
15	狄氏剂	114	101	108	93.4
16	<i>o,p'</i> -滴滴滴	99.1	93.2	93.7	78.0
17	异狄氏剂	103	97.5	101	95.6
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	104	89.4	104	77.9
19	<i>p,p'</i> -滴滴滴	116	102	112	92.7
20	硫丹 II (β -硫丹)	108	96.2	103	91.5
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	97.4	84.6	99.3	71.0
22	异狄氏剂醛	102	93.9	102	96.5
23	硫丹硫酸酯	105	93.5	101	91.2
24	甲氧滴滴涕	121	93.5	112	80.1
25	异狄氏剂酮	123	108	116	102
26	灭蚁灵	83.8	77.9	73.7	72.3

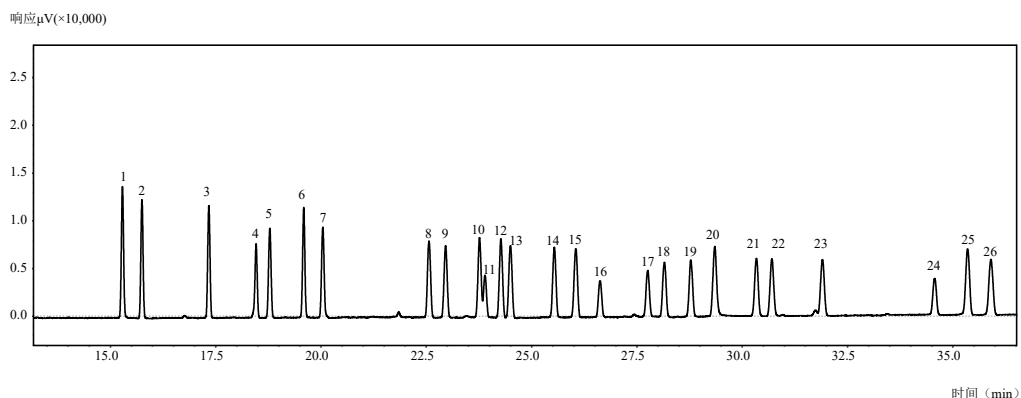
综上，水样采集及保存条件确定为：样品采集至 100 mL 棕色玻璃瓶，采样时不应用样品荡洗采样瓶，样品应采满瓶。若样品呈碱性，用盐酸溶液调节 $\text{pH} \leq 7$ 。根据淀粉-碘化钾试纸测试结果，若样品中有余氯存在，添加适量硫代硫酸钠直至余氯除尽。每批次应至少采集 1 个全程序空白样品。

样品至少平行采集 3 份，采集后于 4 °C 下保存，硫丹 I (α -硫丹) 和硫丹 II (β -硫丹) 需在 7 d 内萃取，其他有机氯农药在 14 d 内萃取。萃取液 4 °C 密封避光保存，40 d 内完成分析。

5.6 分析步骤

5.6.1 色谱参考条件

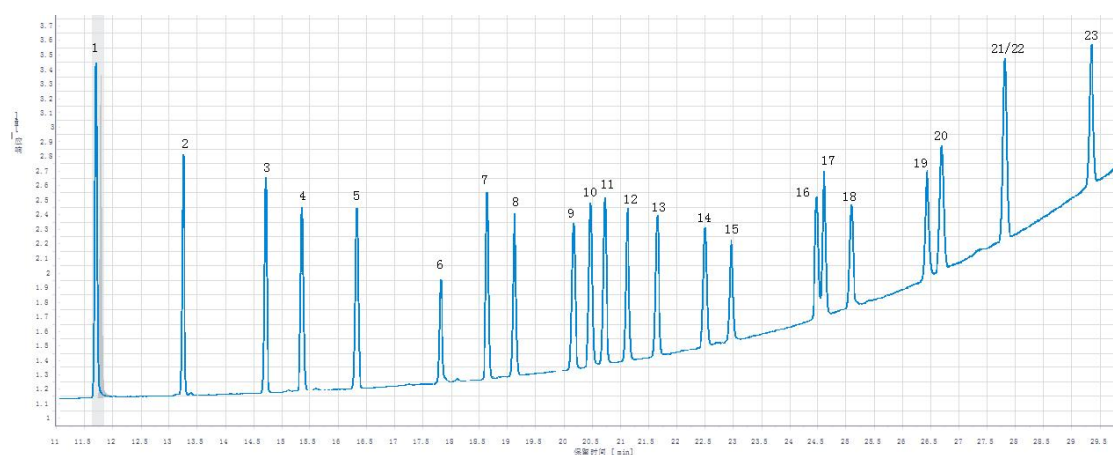
HJ 699 采用固定相为 35% 苯基甲基聚硅氧烷的毛细管柱（柱 1），从其色谱图上看，目标化合物分离效果好。本标准选择和该标准同类型色谱柱，优化分离条件后可得到满意的分离效果。HJ 699 中包含三氯杀螨醇，编制组优化色谱条件时考虑目标物应与三氯杀螨醇本体及其降解产物均能分开，避免可能的干扰。优化后的程序升温条件如下：80 °C 保持 1 min，以 20 °C/min 升至 150 °C，以 5 °C/min 升至 230 °C，保持 2 min，以 3 °C/min 升至 280 °C，保持 2 min。在优化后色谱条件下所得 26 种有机氯农药色谱图见图 7，标准溶液浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 。在此色谱条件下，三氯杀螨醇在甲氧滴滴涕之前出峰，其降解产物在艾氏剂之后出峰，均不干扰其他目标物。



1——六氯苯；2—— α -六六六；3—— γ -六六六；4—— β -六六六；5——七氯；6—— δ -六六六；7——艾氏剂；8——外环氧七氯（环氧七氯 B）；9——内环氧七氯（环氧七氯 A）；10——反-氯丹（ γ -氯丹）；11—— o,p' -滴滴伊；12——顺-氯丹（ α -氯丹）；13——硫丹 I（ α -硫丹）；14—— p,p' -滴滴伊；15——狄氏剂；16—— o,p' -滴滴涕；17——异狄氏剂；18—— o,p' -滴滴涕；19—— p,p' -滴滴涕；20——硫丹 II（ β -硫丹）；21—— p,p' -滴滴涕；22——异狄氏剂醛；23——硫丹硫酸酯；24——甲氧滴滴涕；25——异狄氏剂酮；26——灭蚁灵。

图 7 26 种有机氯农药色谱图（柱 1， $\rho=10.0 \mu\text{g/L}$ ）

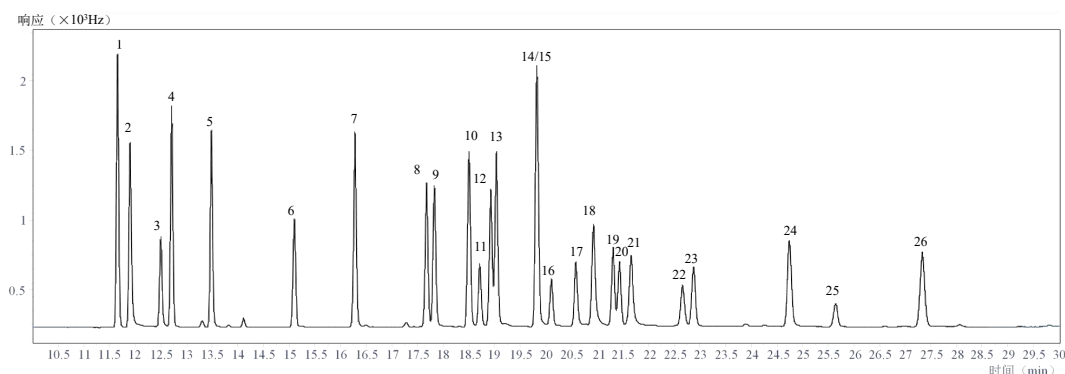
本标准采用气相色谱法，定性的依据只有保留时间，一般都有双柱定性的要求，选择极性差异较大的色谱柱对异常数据的样品再次分析确认。上述分离用色谱柱属中等极性柱，编制组分别试验了极性更弱的 5% 苯基 95% 甲基聚硅氧烷（柱 2）柱和极性更强的 14% 氰苯基-苯基甲基聚硅氧烷（柱 3）柱。在柱 3 上的出峰情况见图 8，出峰顺序与柱 1 几乎没有差别，甲氧滴滴涕和异狄氏剂酮共流出；另外由于色谱柱极性增强在高温段柱流失较严重，基线抬高明显。在柱 2 上的出峰情况见图 9，由于固定液极性与柱 1 差异较大，出峰顺序有了明显差别，程序升温基线也保持平稳，适合作为定性确认柱。因此，选择固定液为 5% 苯基 95% 甲基聚硅氧烷的色谱柱作为定性确认柱。



1——六氯苯；2—— α -六六六；3—— γ -六六六；4—— β -六六六；5——七氯；6—— δ -六六六；7——艾氏剂；8——外环氧七氯；9——反-氯丹（ γ -氯丹）；10——顺-氯丹（ α -氯丹）；11——硫丹 I（ α -硫丹）；12—— p,p' -滴滴伊；13——狄氏剂；14——异狄氏剂；15—— o,p' -滴滴涕；16—— p,p' -滴滴涕；17——硫丹 II（ β -硫丹）；18—— p,p' -滴滴涕；19——异狄氏剂醛；20——硫丹硫酸酯；21——甲氧滴滴涕；22——

异狄氏剂酮；23——灭蚁灵。

图 8 固定液为 14%氰苯基-苯基甲基聚硅氧烷（柱 3）



1—— α -六六六；2——六氯苯；3—— β -六六六；4—— γ -六六六；5—— δ -六六六；6——七氯；7——艾氏剂；8——外环氧七氯（环氧七氯 B）；9——内环氧七氯（环氧七氯 A）；10——反-氯丹（ γ -氯丹）；11——*o,p'*-滴滴伊；12——硫丹 I（ α -硫丹）；13——顺-氯丹（ α -氯丹）；14/15——*p,p'*-滴滴伊/狄氏剂；16——*o,p'*-滴滴涕；17——异狄氏剂；18——硫丹 II（ β -硫丹）；19——*p,p'*-滴滴涕；20——*o,p'*-滴滴涕；21——异狄氏剂酮；22——硫丹硫酸酯；23——*p,p'*-滴滴涕；24——异狄氏剂酮；25——甲氧滴滴涕；26——灭蚁灵。

图 9 固定液为 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷（柱 2）

5.6.2 样品预处理

5.6.2.1 萃取溶剂的选择

水样中有机氯农药容易被有机溶剂萃取，国内外标准方法大多选择正己烷、石油醚、环己烷、二氯甲烷，这些溶剂均能得到较好的萃取回收率。兼顾用 ECD 检测器选用非极性溶剂可直接进样的居多，如 ISO 标准用正己烷、石油醚或庚烷作为萃取溶剂，GB 7492 用石油醚作为萃取溶剂，GB/T 5750.9 用环己烷作为萃取溶剂，HJ 699 方法用正己烷作为萃取溶剂。也有仿 EPA 标准用二氯甲烷作为萃取溶剂的方法，因二氯甲烷不合适直接使用 ECD 检测器，须在浓缩环节转换成非含氯溶剂上机，如 GB/T 5750.9 中七氯的检测需将溶剂转换成正己烷，SL 497 需转换成异辛烷。

编制组选择可直接浓缩进样的溶剂体系作为萃取溶剂进行萃取效果比较试验，包括：石油醚 1（沸程 30 °C~60 °C）、石油醚 2（沸程 60 °C~90 °C）、正己烷/乙酸乙酯 1:2 (v/v)、环己烷、甲基叔丁基醚、正己烷、甲苯等。在 100 mL 实验用水中加标 20.0 $\mu\text{g/L}$ ，参考 HJ 699 加入 10 g NaCl，分别加入上述溶剂 30 mL，考察不同溶剂的回收率，见表 16。结果表明，正己烷和甲苯的萃取回收效果最好，但甲苯毒性较大，且沸点高，浓缩时间太长，最终选择正己烷作为萃取溶剂，与 HJ 699 一致。

表 16 使用不同萃取溶剂时目标化合物的回收率 (%)

化合物名称	正己烷	正己烷/乙酸乙酯 1:2	甲基叔丁基醚	环己烷	石油醚 1	石油醚 2	甲苯
六氯苯	93.5	63.5	76.6	71.1	62.9	59.8	85.5
α -六六六	100	65.9	76.3	70.2	63.1	60.8	93.7
γ -六六六	101	64.1	75.1	73.9	67.3	65.0	96.4
β -六六六	101	69.6	76.2	69.4	86.1	84.1	95.8
七氯	101	59.6	61.6	58.2	72.1	64.3	92.8
δ -六六六	102	69.6	78.7	71.3	78.9	88.8	92.0
艾氏剂	97.8	60.8	73.6	65.1	50.8	40.1	86.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	100	66.0	76.4	67.4	76.7	80.7	93.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	98.1	63.4	74.7	63.5	73.1	81.3	94.7
反-氯丹 (γ -氯丹)	91.8	47.5	60.2	60.7	81.8	82.5	93.0
o,p' -滴滴伊	98.1	70.3	78.6	65.7	82.8	90.4	93.9
顺-氯丹 (α -氯丹)	101	70.5	79.8	69.6	80.2	88.5	91.7
硫丹 I (α -硫丹)	103	74.5	84.2	72.2	79.3	85.1	94.0
p,p' -滴滴伊	101	71.5	77.5	67.5	80.7	92.5	96.6
狄氏剂	99.7	69.7	81.4	69.5	82.6	88.8	95.2
o,p' -滴滴涕	97.3	71.5	79.9	71.3	86.4	97.2	95.9
异狄氏剂	98.8	71.0	82.4	71.1	82.8	90.8	103
o,p' -滴滴涕	98.2	70.2	79.4	69.0	84.2	95.7	105
p,p' -滴滴涕	99.1	71.3	83.5	72.0	85.6	97.9	92.2
硫丹 II (β -硫丹)	108	81.5	86.1	74.4	85.5	99.3	95.8
p,p' -滴滴涕	109	71.4	79.4	69.6	85.1	99.2	116
异狄氏剂醛	98.8	113	105	99.1	96.4	125	104
硫丹硫酸酯	85.9	82.5	89.5	67.5	60.8	99.1	113
甲氧滴滴涕	105	77.9	86.8	67.9	86.4	99.3	96.3
异狄氏剂酮	104	79.7	88.7	75.7	86.9	101	94.6
灭蚁灵	97.5	71.3	73.0	65.1	80.8	95.1	114

5.6.2.2 萃取溶剂体积的影响

在 100 mL 实验用水中加标 20.0 $\mu\text{g/L}$, 参考 HJ 699 加入 10 g NaCl, 分别加入 5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、30 mL 正己烷, 考察正己烷加入体积对目标化合物的回收率的影响, 结果见表 17。灭蚁灵等部分目标化合物的回收率随着正己烷加入量的增加而增加, 加入 15 mL 以上时, 再增加正己烷加入量对回收率的影响不明显。水样基体复杂时, 液液萃取可能产生乳化现象, 选择 100 mL 水样用 30 mL 正己烷萃取容易分层, 如果乳化严重可适当增加正己烷体积或采用其他破乳方式。

表 17 正己烷加入体积对目标化合物回收率的影响 (%)

化合物名称	正己烷加入体积/mL
-------	------------

	5	10	15	20	30
六氯苯	89.7	88.2	90.7	88.6	87.7
α -六六六	94.5	95.9	93.3	92.0	95.3
γ -六六六	93.6	94.8	93.9	91.3	92.8
β -六六六	89.0	91.2	91.8	90.1	90.0
七氯	89.8	89.7	90.4	89.2	91.2
δ -六六六	92.7	92.7	92.2	90.7	91.5
艾氏剂	80.6	77.7	80.2	80.7	88.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	93.0	94.4	91.9	89.1	90.5
内环氧七氯（环氧七氯 A）	91.4	95.6	93.0	90.0	91.6
反-氯丹（ γ -氯丹）	89.5	89.5	91.7	88.1	88.1
<i>o,p'</i> -滴滴伊	79.8	85.2	91.4	90.5	90.3
顺-氯丹（ α -氯丹）	88.7	89.2	90.5	87.7	87.5
硫丹 I（ α -硫丹）	94.3	95.2	93.9	90.7	92.9
<i>p,p'</i> -滴滴伊	78.8	82.0	87.7	83.1	85.4
狄氏剂	95.2	94.0	93.0	90.0	94.4
<i>o,p'</i> -滴滴滴	88.6	98.2	101	98.4	95.5
异狄氏剂	106	108	106	103	104
<i>o,p'</i> -滴滴涕	82.5	88.4	92.6	88.2	90.4
<i>p,p'</i> -滴滴滴	87.3	86.8	90.4	86.6	88.2
硫丹 II（ β -硫丹）	94.6	94.0	96.2	94.5	93.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	87.4	93.4	98.4	94.6	94.8
异狄氏剂醛	97.1	96.9	102	101	97.5
硫丹硫酸酯	118	126	108	110	113
甲氧滴滴涕	85.4	86.7	88.1	87.4	88.4
异狄氏剂酮	94.7	95.1	93.7	94.4	93.8
灭蚊灵	59.9	69.4	89.0	85.0	86.4

5.6.2.3 萃取次数对回收率的影响

在 100 mL 实验用水中加标 20.0 $\mu\text{g/L}$ ，参考 HJ 699 加入 10 g NaCl，使用 30 mL 正己烷萃取 1 次和每次 15 mL、萃取 2 次时各目标化合物的回收率见表 18。结果表明，用正己烷萃取 1 次和萃取 2 次的回收率无明显差异，且萃取 1 次的回收率即能满足一般分析要求，操作更简便。

表 18 不同萃取次数时目标化合物的回收率（%）

化合物名称	萃取次数	
	1 次	2 次
六氯苯	82.0	83.0
α -六六六	88.5	92.6
γ -六六六	90.2	92.8
β -六六六	93.5	94.4
七氯	83.2	88.4

化合物名称	萃取次数	
	1 次	2 次
δ -六六六	92.0	90.2
艾氏剂	83.1	84.1
外环氧七氯（环氧七氯 B）	95.1	92.7
内环氧七氯（环氧七氯 A）	95.6	96.1
反-氯丹（ γ -氯丹）	96.1	93.8
<i>o,p'</i> -滴滴伊	97.5	96.5
顺-氯丹（ α -氯丹）	92.9	90.8
硫丹 I（ α -硫丹）	94.2	92.3
<i>p,p'</i> -滴滴伊	93.7	89.3
狄氏剂	95.2	92.8
<i>o,p'</i> -滴滴滴	101	98.9
异狄氏剂	103	100
<i>o,p'</i> -滴滴涕	102	97.9
<i>p,p'</i> -滴滴滴	91.1	89.1
硫丹 II（ β -硫丹）	101	97.1
<i>p,p'</i> -滴滴涕	88.3	86.3
异狄氏剂醛	82.9	86.4
硫丹硫酸酯	115	115
甲氧滴滴涕	90.1	89.7
异狄氏剂酮	96.7	92.9
灭蚁灵	95.9	93.0

5.6.2.4 盐析效应的影响

液液萃取时盐析效应一般可提高萃取回收率，编制组考察了 NaCl 加入量的影响。在 100 mL 实验用水中加标 20.0 $\mu\text{g/L}$ ，不加 NaCl 以及分别加入 5 g、10 g、15 g NaCl 时的回收率见表 19。结果显示 NaCl 对提高艾氏剂的回收率较为明显，对其他组分影响较小，当加入量为 5 g 时，所有组分的回收率均达 80%以上，再增加没有明显提高，因此确定 NaCl 加入量为 5 g。因海水样品含盐量约 4%，与本标准确定的 NaCl 用量接近，编制组比较海水中加 NaCl 与不加 NaCl 各目标化合物的回收率，相对偏差<4%，没有明显差异，见表 20，因此，海水萃取时可不加 NaCl。

表 19 NaCl 加入量对目标化合物回收率的影响（%）

化合物名称	氯化钠加入量			
	0 g	5 g	10 g	15 g
六氯苯	76.7	82.8	81.6	81.3
α -六六六	88.5	89.7	86.8	89.1
γ -六六六	90.2	89.5	87.4	91.0
β -六六六	94.4	93.8	89.4	94.3
七氯	83.2	86.9	86.3	88.3
δ -六六六	90.2	90.5	89.8	91.9

化合物名称	氯化钠加入量			
	0 g	5 g	10 g	15 g
艾氏剂	62.3	84.1	86.0	82.1
外环氧七氯（环氧七氯 B）	92.7	94.4	92.5	94.6
内环氧七氯（环氧七氯 A）	93.1	93.5	92.6	93.9
反-氯丹（ γ -氯丹）	93.8	99.7	94.3	98.5
<i>o,p'</i> -滴滴伊	91.2	93.0	92.3	92.6
顺-氯丹（ α -氯丹）	90.8	97.0	92.0	94.5
硫丹 I（ α -硫丹）	92.3	95.5	91.8	94.2
<i>p,p'</i> -滴滴伊	89.3	95.6	90.7	92.4
狄氏剂	92.8	98.3	94.8	94.8
<i>o,p'</i> -滴滴滴	92.4	94.3	93.9	94.2
异狄氏剂	100	106	100	105
<i>o,p'</i> -滴滴涕	97.9	108	101	104
<i>p,p'</i> -滴滴滴	89.1	93.5	88.7	91.4
硫丹 II（ β -硫丹）	97.1	101	97.2	102
<i>p,p'</i> -滴滴涕	76.3	80.5	82.3	80.7
异狄氏剂醛	86.4	93.1	92.5	97.1
硫丹硫酸酯	115	110	110	113
甲氧滴滴涕	83.1	85.0	83.2	84.3
异狄氏剂酮	92.9	95.0	91.9	97.8
灭蚊灵	93.0	101	93.8	97.6

表 20 盐析效应对海水中目标化合物回收率的影响

化合物名称	海水加氯化钠回收率/%	海水不加氯化钠回收率/%	回收率相对偏差/%
六氯苯	84.7	87.3	1.5
α -六六六	90.3	90.3	0.1
γ -六六六	92.4	92.2	0.1
β -六六六	95.5	94.5	0.5
七氯	86.9	88.7	1.0
δ -六六六	92.6	90.9	0.9
艾氏剂	85.7	89.8	2.3
外环氧七氯（环氧七氯 B）	93.6	92.9	0.4
内环氧七氯（环氧七氯 A）	92.7	91.7	0.5
反-氯丹（ γ -氯丹）	89.4	87.8	0.9
<i>o,p'</i> -滴滴伊	91.3	88.9	1.3
顺-氯丹（ α -氯丹）	90.7	89.8	0.5
硫丹 I（ α -硫丹）	95.5	94.4	0.6
<i>p,p'</i> -滴滴伊	92.5	90.1	1.3
狄氏剂	93.1	92.2	0.5

化合物名称	海水加氯化钠回收率/%	海水不加氯化钠回收率/%	回收率相对偏差/%
<i>o,p'</i> -滴滴涕	90.3	88.7	0.9
异狄氏剂	103	102	0.1
<i>o,p'</i> -滴滴涕	98.7	96.0	1.4
<i>p,p'</i> -滴滴涕	95.6	93.4	1.2
硫丹 II (β -硫丹)	101	100	0.4
<i>p,p'</i> -滴滴涕	82.8	80.8	1.2
异狄氏剂醛	87.3	87.1	0.1
硫丹硫酸酯	106	105	0.4
甲氧滴滴涕	89.7	89.9	0.1
异狄氏剂酮	93.6	92.3	0.7
灭蚊灵	94.4	87.7	3.7

5.6.2.5 酸碱度的影响

在样品保存章节给出了酸性和中性条件保存效果,除了硫丹以外差异不大。编制组考察了萃取时的酸碱度对回收率的影响,对加标 20.0 $\mu\text{g/L}$ 的实验用水分别调节中性 ($\text{pH}\approx 7$)、酸性 ($\text{pH}<2$) 和碱性 ($\text{pH}\approx 10$) 进行萃取。回收率情况见表 21。结果显示与文献研究相符,部分有机氯在碱性条件下不稳定,尤其是硫丹,在碱性条件下放置 1 h 后,回收率即降至 60%以下,3 h 后回收率几乎为 0。 δ -六六六在碱性条件下放置 3 h 后,回收率降至 40%以下。相比之下,中性和酸性条件下萃取回收率相当。结合样品保存要求,水样可在中性或酸性条件下萃取。

表 21 水样酸碱度对目标化合物回收率的影响 (%)

化合物名称	中性 即时萃取	酸性 即时萃取	碱性			
			即时萃取	放置 1 h	放置 2 h	放置 3 h
六氯苯	88.6	100	86.5	82.8	81.4	78.0
α -六六六	92.7	100	87.4	87.8	77.4	70.8
γ -六六六	95.2	103	90.3	90.9	78.3	71.7
β -六六六	96.3	104	93.7	91.7	91.3	76.2
七氯	98.4	109	99.7	83.6	82.5	78.6
δ -六六六	94.7	104	87.4	84.7	56.2	38.2
艾氏剂	81.3	90.7	78.3	76.1	76.8	73.6
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	98.9	108	95.7	94.1	93.2	89.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	99.1	105	96.8	96.4	94.9	90.1
反-氯丹 (γ -氯丹)	94.8	104	93.9	85.2	82.2	64.7
<i>o,p'</i> -滴滴伊	91.7	104	90.0	89.8	89.5	88.7

化合物名称	中性 即时萃取	酸性 即时萃取	碱性			
			即时萃取	放置 1 h	放置 2 h	放置 3 h
顺-氯丹 (α -氯丹)	92.1	101	90.1	95.4	92.4	92.1
硫丹 I (α -硫丹)	97.2	108	75.1	53.9	4.7	0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	95.8	103	92.0	92.1	91.0	90.7
狄氏剂	102	113	100	94.2	92.3	91.5
<i>o,p'</i> -滴滴滴	98.5	105	100	101	96.3	96.2
异狄氏剂	110	120	107	99.1	96.7	94.3
<i>o,p'</i> -滴滴涕	106	120	105	96.8	93.1	92.1
<i>p,p'</i> -滴滴滴	99.6	110	97.2	96.8	96.0	95.2
硫丹 II (β -硫丹)	104	114	84.5	59.0	15.6	8.8
<i>p,p'</i> -滴滴涕	105	118	104	102	96.8	95.1
异狄氏剂醛	92.9	113	102	97.2	93.8	68.3
硫丹硫酸酯	117	127	116	92.8	87.9	63.3
甲氧滴滴涕	96.4	103	96.7	108	108	99.5
异狄氏剂酮	99.6	106	94.8	93.3	102	86.0
灭蚁灵	94.9	106	95.3	96.7	91.6	87.1

5.6.2.6 净化方式

液液萃取方式可同时萃取水样中非目标有机物,基体复杂的样品提取液需进行净化处理。针对有机氯化合物的净化方法主要有浓硫酸净化和固相萃取柱净化两种方式,浓硫酸净化方式比较彻底,可以氧化绝大多数不稳定有机物,在检测的有机氯农药中,除狄氏剂、异狄氏剂、 β -硫丹、甲氧滴滴涕和异狄氏剂醛外均可采用浓硫酸净化;对有机氯净化的固相萃取柱一般为正相的弗罗里硅土柱,也有兼顾去除色素使用石墨化碳柱净化的。编制组分别考察了浓硫酸净化、弗罗里硅土柱净化以及石墨化碳柱净化对目标化合物回收率的影响,结果见表 22。当采用浓硫酸净化时,狄氏剂、异狄氏剂、甲氧滴滴涕被完全破坏, β -硫丹和异狄氏剂醛被部分破坏,故浓硫酸净化不适用于狄氏剂、异狄氏剂、 β -硫丹、甲氧滴滴涕和异狄氏剂醛。当采用弗罗里硅土柱或石墨化碳柱净化时,所有目标化合物的回收率均可达 80%以上。

表 22 不同净化方式对目标化合物回收率的影响 (%)

化合物名称	浓硫酸净化	弗罗里硅土柱净化	石墨化碳柱净化
六氯苯	88.1	99.4	87.6
α -六六六	92.3	99.9	88.9
γ -六六六	91.5	98.6	93.3
β -六六六	93.1	95.5	93.5
七氯	86.9	101	90.2
δ -六六六	95.6	97.8	89.7
艾氏剂	88.6	97.6	93.3

化合物名称	浓硫酸净化	弗罗里硅土柱净化	石墨化碳柱净化
外环氧七氯（环氧七氯 B）	85.7	97.2	91.9
内环氧七氯（环氧七氯 A）	85.6	98.5	90.7
反-氯丹（ γ -氯丹）	89.1	101	89.6
<i>o,p'</i> -滴滴伊	91.0	98.3	86.7
顺-氯丹（ α -氯丹）	88.7	99.2	92.5
硫丹 I（ α -硫丹）	111	96.6	92.8
<i>p,p'</i> -滴滴伊	90.7	97.2	95.3
狄氏剂	0	98.3	100
<i>o,p'</i> -滴滴涕	82.6	99.9	98.1
异狄氏剂	0	110	114
<i>o,p'</i> -滴滴涕	104	103	88.8
<i>p,p'</i> -滴滴涕	83.4	96.1	87.3
硫丹 II（ β -硫丹）	36.8	99.9	102
<i>p,p'</i> -滴滴涕	106	109	83.6
异狄氏剂醛	38.2	90.9	97.1
硫丹硫酸酯	74.4	91.3	85.7
甲氧滴滴涕	0	92.6	86.9
异狄氏剂酮	122	97.2	83.8
灭蚊灵	97.5	104	85.4

表 23 罗列了目标化合物适用的净化方式，可根据实际工作需要分析的化合物选择合适的净化方式。

表 23 目标化合物适用的净化方式

化合物名称	浓硫酸净化	弗罗里硅土柱/石墨化碳柱净化
六氯苯	√	√
α -六六六	√	√
γ -六六六	√	√
β -六六六	√	√
七氯	√	√
δ -六六六	√	√
艾氏剂	√	√
外环氧七氯（环氧七氯 B）	√	√
内环氧七氯（环氧七氯 A）	√	√
反-氯丹（ γ -氯丹）	√	√
<i>o,p'</i> -滴滴伊	√	√
顺-氯丹（ α -氯丹）	√	√
硫丹 I（ α -硫丹）	√	√
<i>p,p'</i> -滴滴伊	√	√
狄氏剂	×	√
<i>o,p'</i> -滴滴涕	√	√
异狄氏剂	×	√
<i>o,p'</i> -滴滴涕	√	√
<i>p,p'</i> -滴滴涕	√	√
硫丹 II（ β -硫丹）	×	√

化合物名称	浓硫酸净化	弗罗里硅土柱/石墨化碳柱净化
<i>p,p'</i> -滴滴涕	√	√
异狄氏剂醛	×	√
硫丹硫酸酯	√	√
甲氧滴滴涕	×	√
异狄氏剂酮	√	√
灭蚁灵	√	√

注：√表示适用；×表示不适用。

5.6.2.7 固相净化柱条件确认

弗罗里硅土柱是有机氯农药常用的固相净化柱，HJ 699、HJ 901、HJ 921 等有机氯农药相关标准均使用弗罗里硅土柱净化，洗脱液均为丙酮-正己烷（1:9，v/v），本标准与现行其他有机氯萃取标准保持一致。淋洗曲线见图 10，结果显示，采用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶液（1:9，v/v）洗脱时目标化合物回收率均在 90%以上。

具体净化操作步骤为：净化柱用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶液活化，再用 6 mL 正己烷平衡，在填料暴露于空气之前关闭控制阀。将浓缩至约 1 mL 的萃取液转移至净化柱，用 1 mL～2 mL 正己烷洗涤浓缩管，重复 2～3 次，洗涤液一并转移至净化柱。缓慢打开控制阀，弃去流出液。用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶液洗脱，收集洗脱液于浓缩管中。待洗脱液全部流出后，吹干净化柱及管路里的残留洗脱液，全部收集于浓缩管中，浓缩至小于 1.0 mL，用正己烷定容至 1.0 mL，混匀后转移至进样瓶中待测。

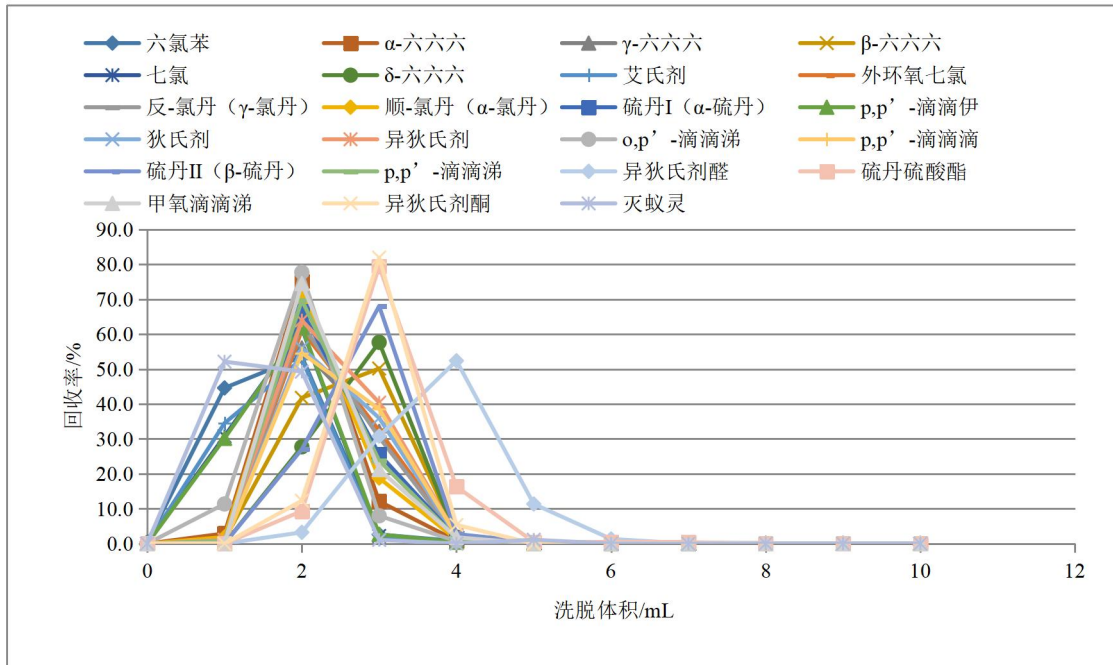


图 10 弗罗里硅土柱淋洗曲线

根据文献资料，编制组也考察了石墨化炭柱，这种净化柱也为穿透式净化，直接将待净化溶液过柱，用甲苯洗脱，收集所有流出液浓缩进样分析，淋洗曲线见图 11，6 mL 甲苯可将各目标物全部洗脱。具体净化操作步骤为：石墨化炭柱用 6 mL 甲苯活化，再用 6 mL 正

己烷平衡，在填料暴露于空气之前关闭控制阀。将浓缩至约 1 mL 的萃取液转移至净化柱，用 1 mL~2 mL 正己烷洗涤浓缩管，重复 2~3 次，洗涤液一并转移至净化柱。缓慢打开控制阀，弃去流出液。用 6 mL 甲苯洗脱，收集洗脱液于浓缩管中。待洗脱液全部流出后，吹干净化柱及管路里的残留洗脱液，全部收集于浓缩管中，浓缩至小于 1.0 mL，用正己烷定容至 1.0 mL，混匀后转移至进样瓶中待测。

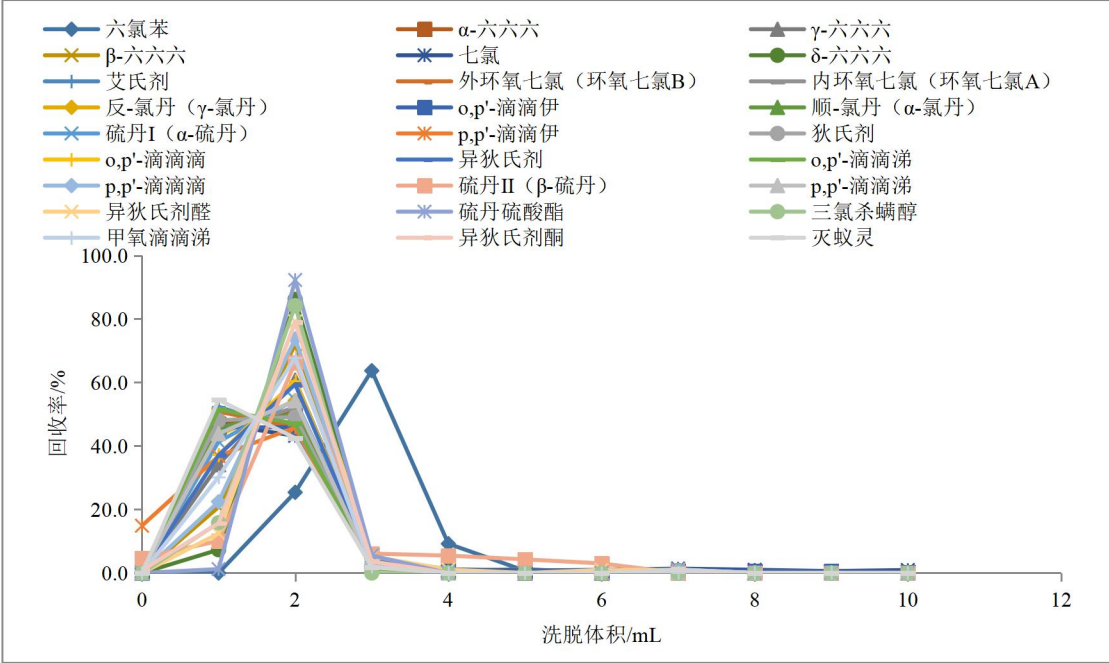


图 11 石墨化炭柱淋洗曲线

5.6.2.8 浓缩方式对回收率的影响

编制组对常见浓缩方式如氮吹、平行蒸发等做了比较，考察不同浓缩方式对回收率的影响。同时考察了氮吹浓缩方式在不同水浴温度 and 不同气流量（通过调节氮气压力实现）的回收率，水浴温度设置 35℃、45℃、55℃，最高温度低于正己烷沸点。氮气压力设置 0.2 MPa 和 0.4 MPa，结果见表 24。表中结果表明，氮吹气流量（压力）比水浴温度对回收率的影响更大，在相同氮气压力条件下，水浴温度从 35℃到 55℃之间变化时，各目标化合物的回收率几乎没有明显变化。氮吹流量（压力）对六氯苯的回收率影响较大，对其他组分的回收率影响不明显，可能是由于六氯苯较大的饱和蒸气压，氮吹流量（压力）、平行蒸发的真空度都对沸点较低的六氯苯保留在溶剂中的能力产生较大影响。在相同水浴温度下，除六氯苯外，氮吹和平行蒸发的回收率没有显著差异。

总体结论是：水浴温度可设置 35℃~55℃；氮吹浓缩时气流不宜过大，保持液面微微波动；平行蒸发浓缩时压力不宜骤降。

表 24 浓缩方式对回收率的影响

浓缩方式	氮吹	氮吹	氮吹	氮吹	氮吹	氮吹	平行蒸发
水浴温度（℃）	35	45	55	35	45	55	35

浓缩方式	氮吹	氮吹	氮吹	氮吹	氮吹	氮吹	平行蒸发
气流压力 (Mpa)	0.4	0.4	0.4	0.2	0.2	0.2	/
六氯苯	58.4	50.3	50.2	100	94.5	96.6	52.0
α -六六六	97.2	96.7	97.9	109	100	100	105
γ -六六六	98	92.9	94.9	109	101	101	106
β -六六六	100	91.9	93.8	104	92.4	94.4	101
七氯	100	98.3	101	116	104	104	111
δ -六六六	98.3	92.9	95.1	110	96.1	100	107
艾氏剂	100	92.1	92.1	105	98.2	98.4	103
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	104	92.3	94.4	107	99.2	99.1	105
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	102	92.3	94.6	105	99	100	104
反-氯丹 (γ -氯丹)	100	86.8	87.5	112	102	102	107
<i>o,p'</i> -滴滴伊	103	98.7	101	108	103	104	104
顺-氯丹 (α -氯丹)	101	91.9	93.4	109	101	101	107
硫丹 I (α -硫丹)	101	92.4	94.5	116	109	109	114
<i>p,p'</i> -滴滴伊	100	90.6	92.4	113	104	106	111
狄氏剂	102	95.5	99.1	112	105	105	110
<i>o,p'</i> -滴滴滴	105	93.1	95.3	106	105	105	104
异狄氏剂	109	105	104	103	108	100	109
<i>o,p'</i> -滴滴涕	103	94.5	97.1	102	105	107	101
<i>p,p'</i> -滴滴滴	104	93.3	96	110	102	103	107
硫丹 II (β -硫丹)	109	98.1	94.1	119	111	113	113
<i>p,p'</i> -滴滴涕	102	94.4	97.6	106	108	104	107
异狄氏剂醛	86.4	87.9	88.9	108	90.4	94.3	103
硫丹硫酸酯	112	96.1	98.9	116	104	106	112
甲氧滴滴涕	113	101	103	107	105	103	108
异狄氏剂酮	109	94.2	93.6	113	106	106	110
灭蚁灵	99.1	90.9	92.8	112	104	103	110

5.6.3 干扰试验

含电负性基团 (如-NO₂, -Cl 等) 的化合物在 ECD 检测器上均有响应。现行标准分析方法中使用 ECD 检测的有硝基苯类化合物、氯苯类化合物、百菌清、溴氰菊酯、多氯联苯等, 编制组分别考察了在本标准确定的分离条件下硝基苯类化合物、氯苯类化合物、百菌清、菊酯类化合物、多氯联苯混合物等可能在 ECD 上响应的常见环境污染物, 见图 12~图 23。图 12 所示为硝基苯类和氯苯类化合物出峰情况, 基本都在六氯苯之前出峰, 除 2,4,6-三硝基甲苯与 γ -六六六不能基线分离外, 其他化合物均不干扰, 但 2,4,6-三硝基甲苯可通过弗罗里硅土柱净化去除, 见图 13。百菌清在 δ -六六六和艾氏剂之间出峰, 不干扰有机氯测定, 见图 14。

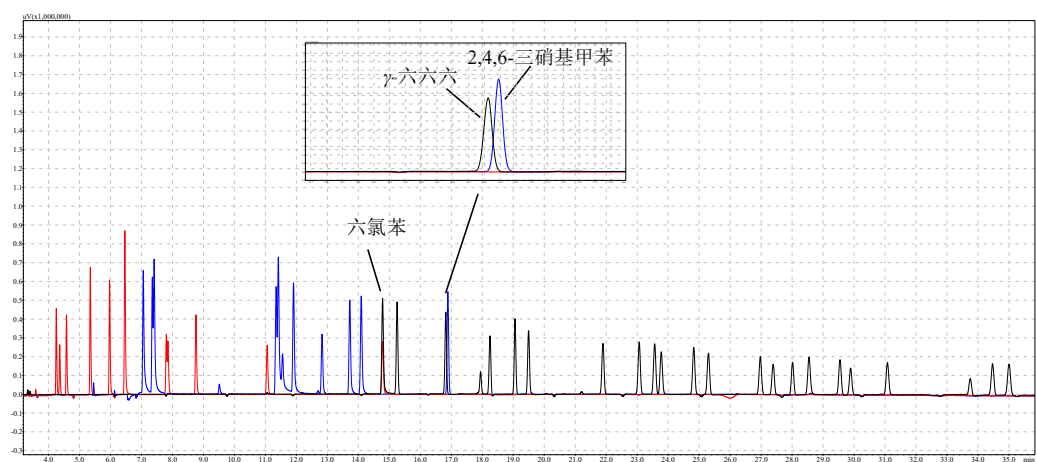
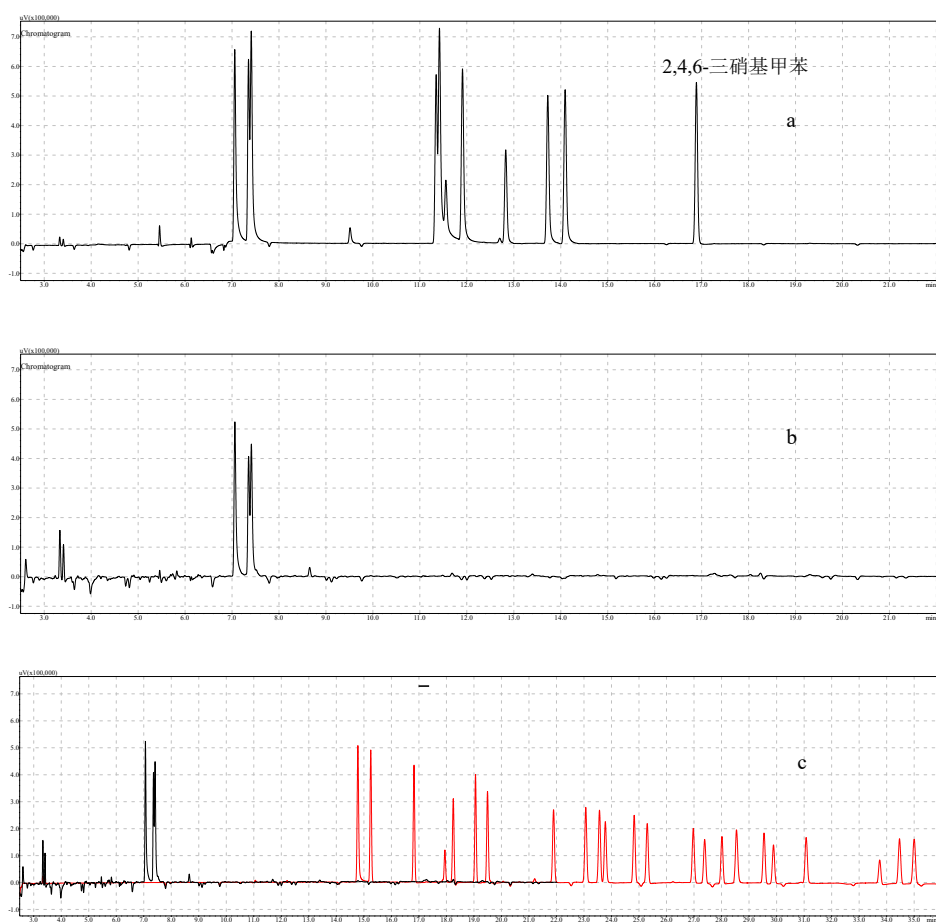


图 12 硝基苯类和氯苯类化合物与有机氯农药重叠色谱图



a. Florisil 柱净化前 b. Florisil 柱净化后 c. 净化后与有机氯农药重叠色谱图

图 13 硝基苯类化合物经Florisil 柱净化前后色谱图及净化后与有机氯农药重叠色谱图

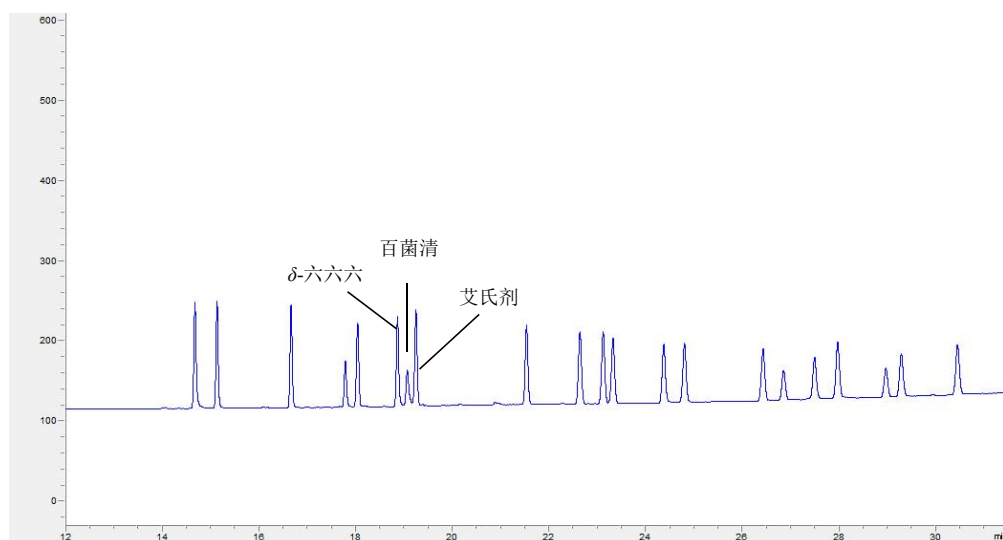


图 14 百菌清与有机氯农药分离情况色谱图

编制组进行了 15 种常见菊酯类化合物（甲氰菊酯、七氟菊酯、杀螨酯、胺菊酯、醚菊酯、苄呋菊酯、氟氯苯菊酯、氟丙菊酯、苯醚氰菊酯、氯氟氰菊酯、氯氰菊酯、氟氰戊菊酯、氰戊菊酯、氯胺氰菊酯、溴氰菊酯等）与有机氯农药在同等色谱条件下的分离情况。在分析柱上醚菊酯与六氯苯、杀螨酯与 *o,p'*-滴滴滴保留时间一致，其余菊酯类化合物不干扰，见图 15。在辅助定性柱上则保留时间均可以区分，不干扰目标物的测定，见图 16。

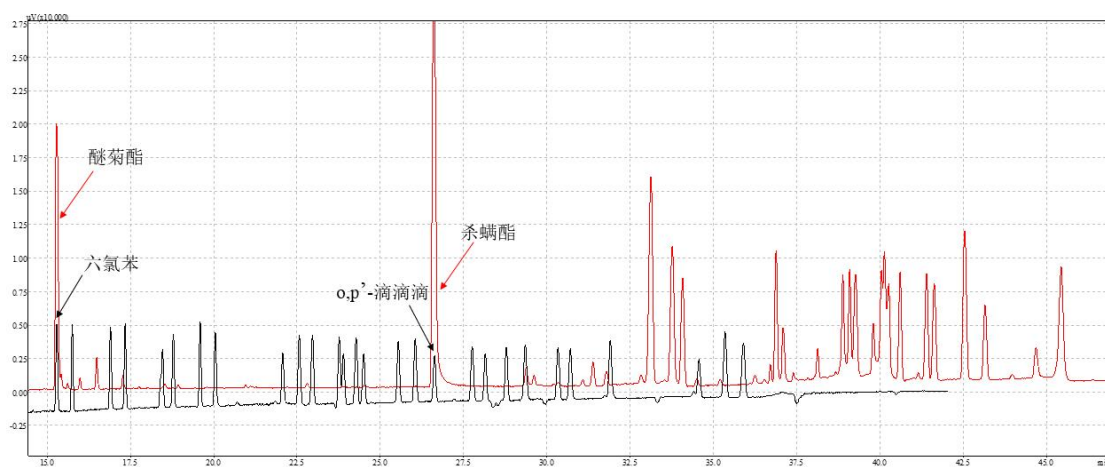


图 15 菊酯类化合物与有机氯农药重叠色谱图（分析柱）

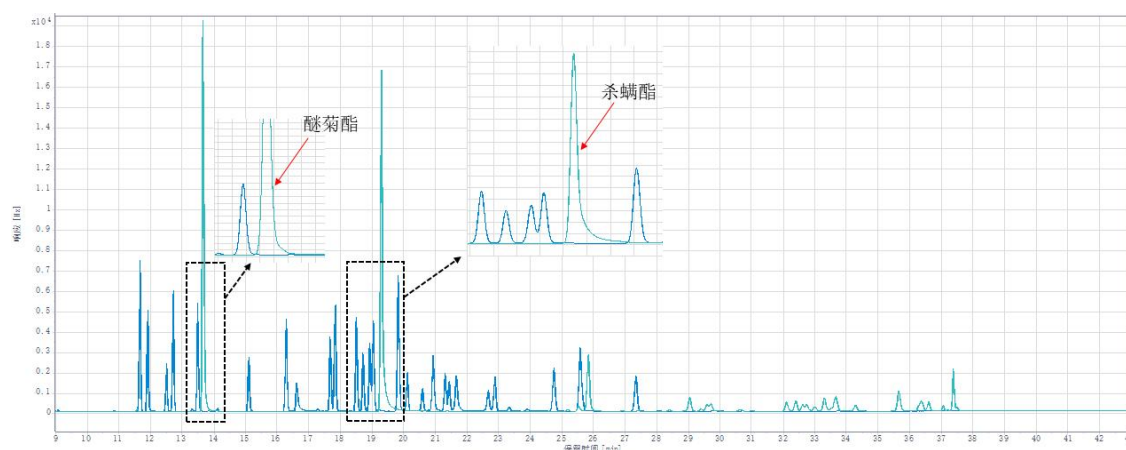


图 16 菊酯类化合物与有机氯农药重叠色谱图（定性柱）

多氯联苯混合物（Aroclor 系列）与有机氯农药性质相近又是多种异构体混合物，在本标准色谱条件下，两类化合物存在明显峰重合现象，见图 17～图 23。另外多氯联苯与有机氯一样也是 POPs，性质特别稳定，不能被浓硫酸净化去除，硫酸净化前后基本无变化，见图 24。弗罗里硅土柱净化前后也基本无变化，见图 25。EPA 608.3 方法提到多类型化合物同时分析难度大，该方法只给出了有机氯农药谱图，并未给出有机氯农药和 Arcolor 同时分析谱图。该方法提出可用高分辨气相/高分辨质谱技术分别定性定量有机氯农药和 Arcolor。ISO 6468 方法使用 DB-1 柱和 DB 1701 柱分析有机氯农药和 7 种指示性多氯联苯单体（PCB 28、PCB 52、PCB 101、PCB 138、PCB 153、PCB 180、PCB 194）。SL 497 使用 DB-5 柱分析有机氯农药和部分多氯联苯单体（PCB 29、PCB 49、PCB 98、PCB 154、PCB 171、PCB 199），与 ISO 相似，均无法排除实际多氯联苯混合物的干扰问题。因此，如怀疑样品中存在多氯联苯干扰，可采用高分辨气相色谱-质谱法定性定量。

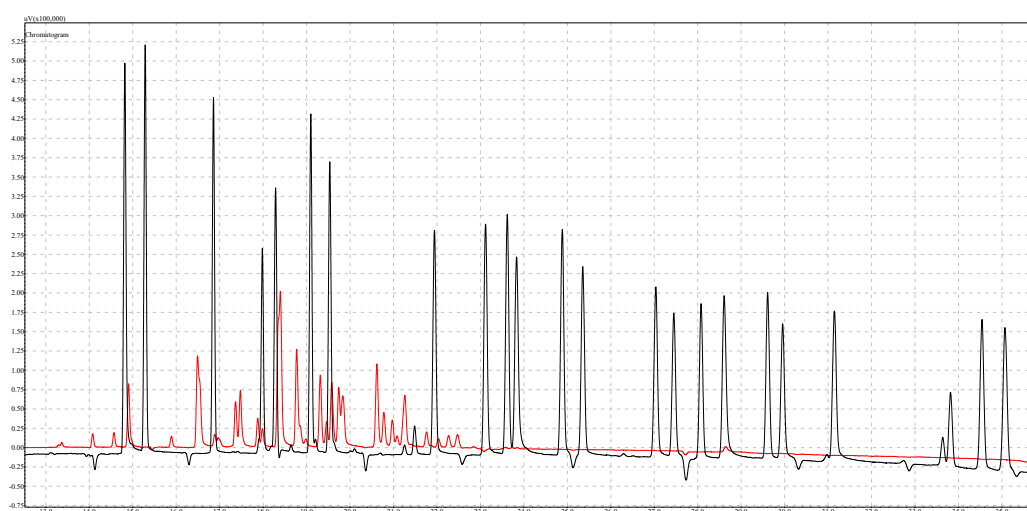


图 17 Aroclor 1016 与有机氯农药重叠色谱图

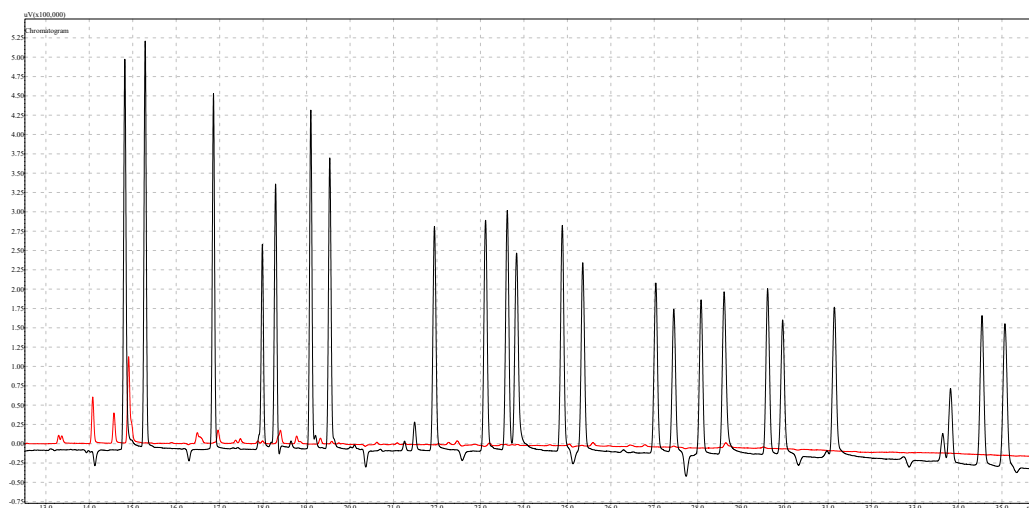


图 18 Aroclor 1221 与有机氯农药重叠色谱图

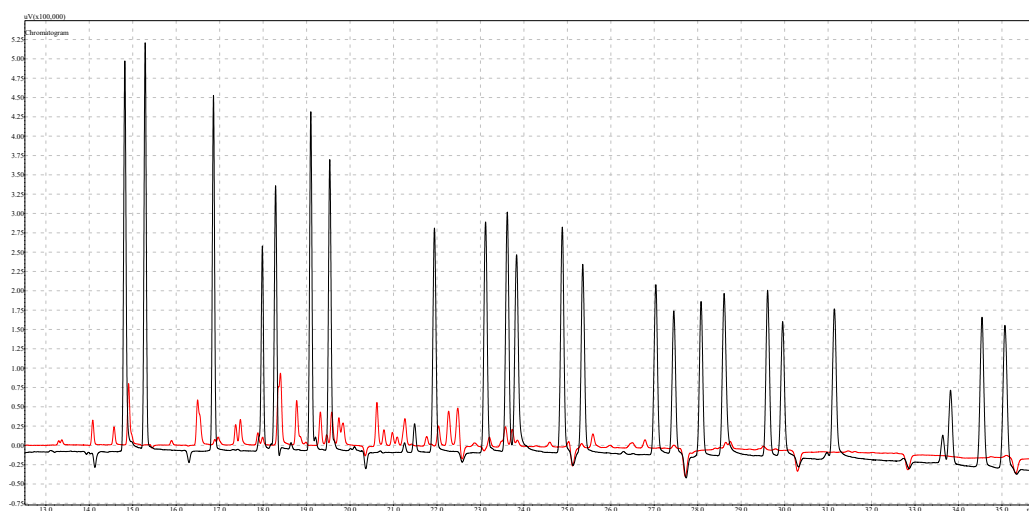


图 19 Aroclor 1232 与有机氯农药重叠色谱图

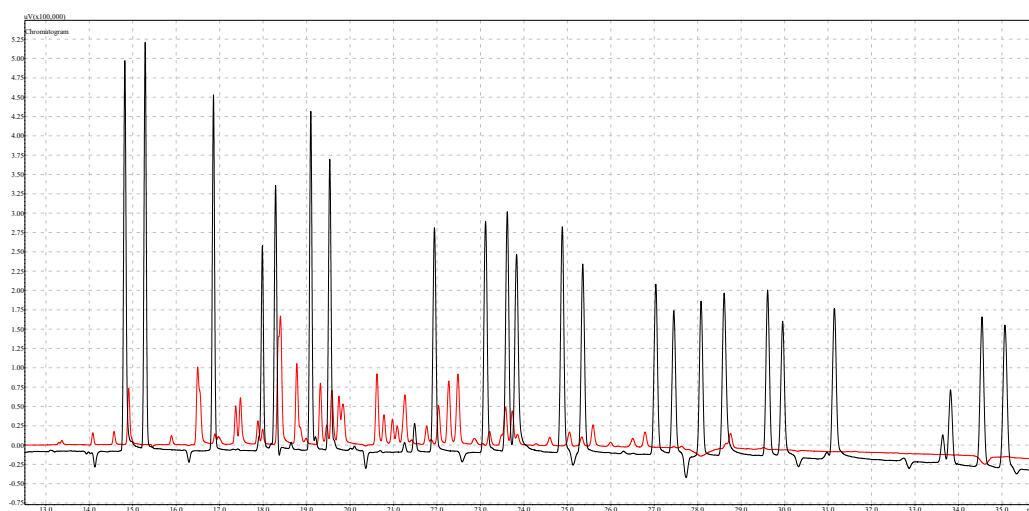


图 20 Aroclor 1242 与有机氯农药重叠色谱图

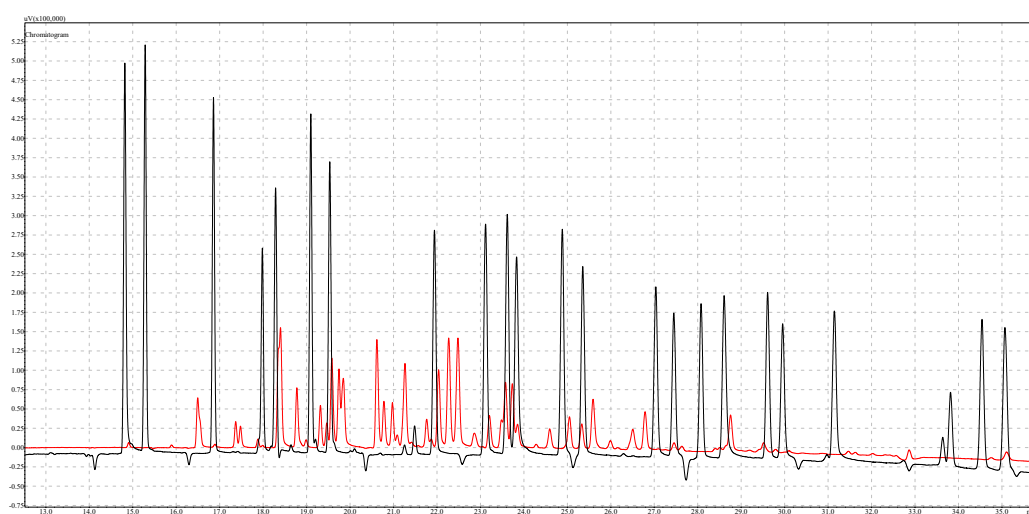


图 21 Aroclor 1248 与有机氯农药重叠色谱图

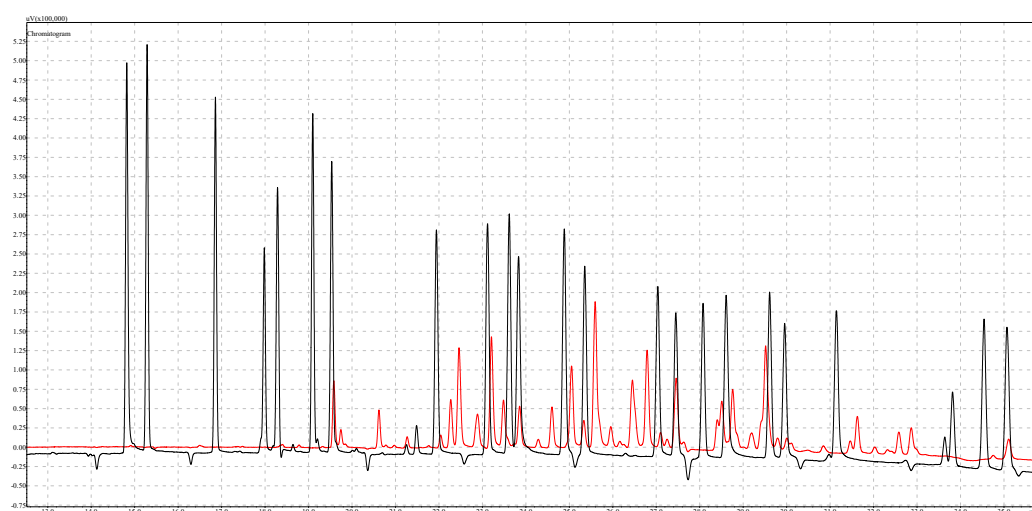


图 22 Aroclor 1254 与有机氯农药重叠色谱图

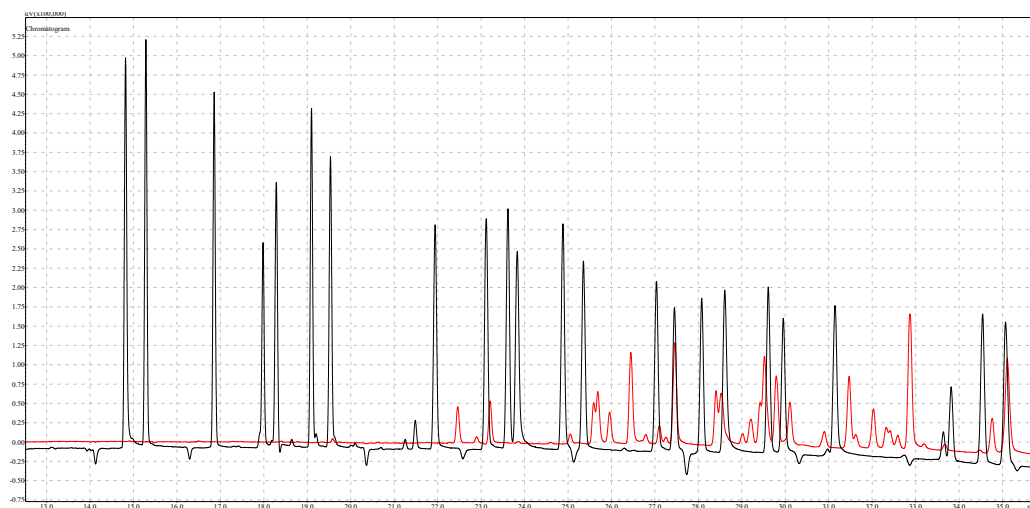


图 23 Aroclor 1260 与有机氯农药重叠色谱图

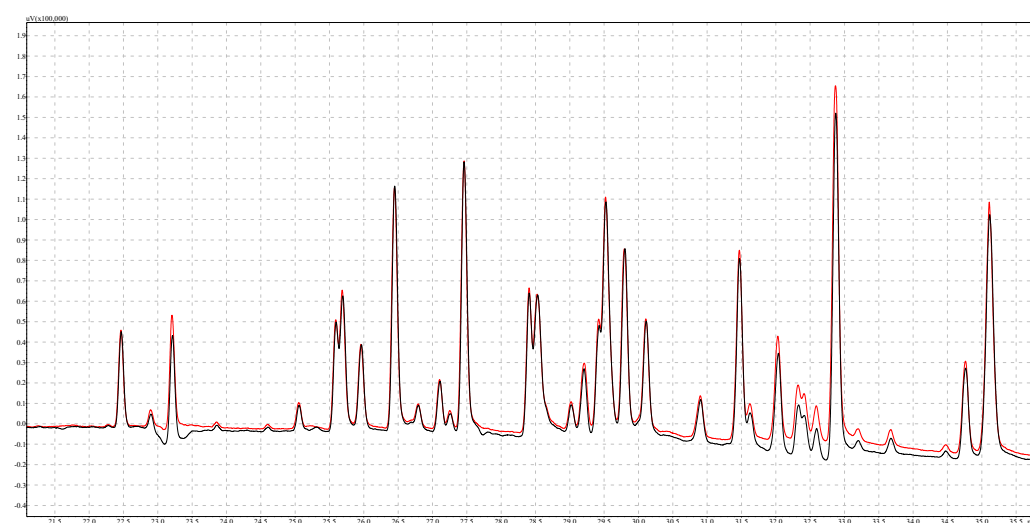


图 24 Aroclor 1260 在浓硫酸净化前后重叠色谱图

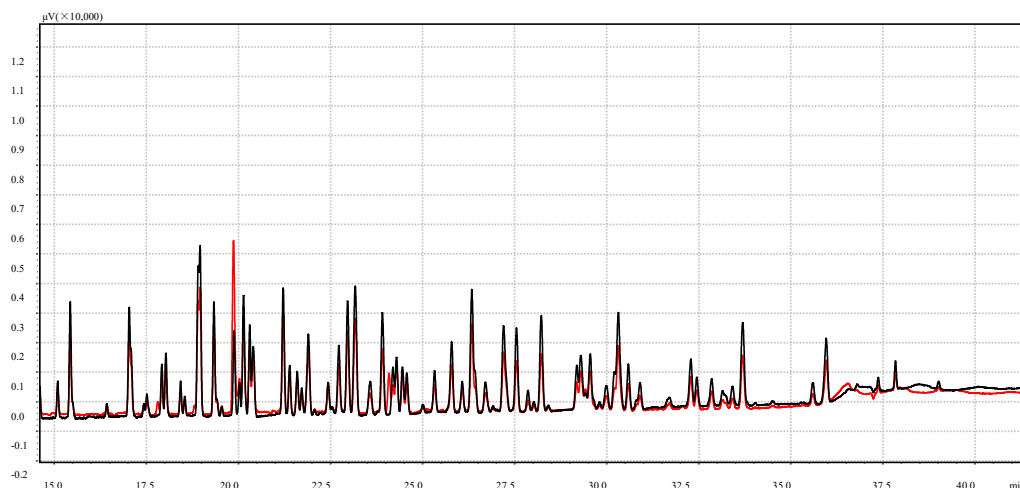


图 25 Aroclor 弗洛里硅土柱净化前后色谱图对比

5.6.4 标准曲线的确立

配制各目标物浓度分别为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 、2.00 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准系列。在选定色谱条件下，分别进样 1 μL 。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。结果显示，在 1.00 $\mu\text{g/L}$ ~50.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，各目标化合物线性良好，相关系数均在 0.998 以上。详见表 25。按 100 mL 水样浓缩 100 倍理论计算，水中浓度可达定量下限 0.01 $\mu\text{g/L}$ ，能满足地下水 I 类限值。

表 25 各目标化合物的线性回归方程及相关系数

序号	化合物	回归方程	相关系数
1	六氯苯	$y = 38.702x + 29.128$	0.9998
2	α -六六六	$y = 37.236x - 24.375$	0.9996
3	γ -六六六	$y = 34.47x - 12.887$	0.9998
4	β -六六六	$y = 17.221x + 8.8292$	0.9997
5	七氯	$y = 34.21x - 1.0412$	0.9999
6	δ -六六六	$y = 33.911x - 13.629$	0.9996
7	艾氏剂	$y = 35.42x + 5.2225$	0.9998
8	外环氧七氯（环氧七氯 B）	$y = 33.662x + 1.0525$	0.9999
9	内环氧七氯（环氧七氯 A）	$y = 33.598x + 1.1384$	0.9999
10	反-氯丹（ γ -氯丹）	$y = 33.566x - 2.1034$	0.9999
11	o,p' -滴滴伊	$y = 31.295x - 0.9865$	0.9999
12	顺-氯丹（ α -氯丹）	$y = 34.199x + 9.3621$	0.9999
13	硫丹 I（ α -硫丹）	$y = 32.168x + 10.562$	0.9999
14	p,p' -滴滴伊	$y = 31.484x - 0.8546$	0.9999
15	狄氏剂	$y = 30.898x - 2.6186$	0.9999
16	o,p' -滴滴滴	$y = 23.738x + 2.3685$	0.9999
17	异狄氏剂	$y = 26.734x + 2.7031$	0.9999
18	o,p' -滴滴涕	$y = 22.106x - 1.4784$	0.9999

序号	化合物	回归方程	相关系数
19	<i>p,p'</i> -滴滴滴	$y = 25.215x + 2.6678$	0.9999
20	硫丹 II (β -硫丹)	$y = 30.722x + 24.806$	0.9997
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	$y = 27.033x - 16.643$	0.9999
22	异狄氏剂醛	$y = 23.994x + 31.983$	0.9995
23	硫丹硫酸酯	$y = 31.923x + 87.428$	0.998
24	甲氧滴滴涕	$y = 35.25x + 5.3114$	0.9995
25	异狄氏剂酮	$y = 32.093x + 3.6012$	0.9998
26	灭蚁灵	$y = 27.524x + 10.208$	0.9995

5.6.5 检出限和测定下限

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168—2020）附录 A 中有关方法检出限规定，按照样品分析全部步骤，重复 7 次空白加标试验。以估计方法检出限的 3~5 倍浓度进行加标，再按照样品分析全部步骤进行测定，预估加标浓度为 0.01 $\mu\text{g/L}$ 。计算 7 次平行测定的标准偏差，按公式（1）计算方法检出限（MDL）。

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

式中：MDL——检出限，mg/L；

n ——样品平行测定次数；

$t_{(n-1,0.99)}$ ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99%的 t 分布（单侧）；

S —— n 次平行测定的标准偏差。

结果见表 26，目标化合物检出限在 0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.005 $\mu\text{g/L}$ 之间，均能满足地表水、地下水、渔业水质、海水、城市供水水质、生活饮用水质量标准以及限值要求。也可满足美国《饮用水水质标准》（2011 年）和世界卫生组织《饮用水水质准则》（第四版）的最低限值要求。加标浓度与计算所得检出限的比值有不少于 50%化合物在 3~5 倍之间，不少于 90%化合物在 1~10 倍之间，满足 HJ 168 的要求。

表 26 方法检出限和测定下限（单位： $\mu\text{g/L}$ ）

化合物	1	2	3	4	5	6	7	检出限	定量限	我国各水质标准最低限值
六氯苯	0.0081	0.0068	0.0072	0.0072	0.0081	0.0071	0.0084	0.002	0.008	0.01
α -六六六	0.0086	0.0077	0.0091	0.0091	0.0087	0.0079	0.0086	0.002	0.008	0.01（总量）
γ -六六六	0.0082	0.0073	0.0086	0.0086	0.0083	0.0081	0.0087	0.002	0.008	0.20
β -六六六	0.0080	0.0081	0.0092	0.0092	0.0080	0.0085	0.0086	0.002	0.008	0.01（总量）
七氯	0.0090	0.0082	0.0091	0.0091	0.0095	0.0089	0.0101	0.002	0.008	0.01
δ -六六六	0.0072	0.0066	0.0076	0.0076	0.0070	0.0070	0.0073	0.002	0.008	0.01（总量）
艾氏剂	0.0083	0.0071	0.0082	0.0082	0.0077	0.0074	0.0084	0.002	0.008	/
外环氧七氯（环氧七氯 B）	0.0092	0.0082	0.0096	0.0096	0.0080	0.0083	0.0086	0.003	0.012	0.2（环氧七氯）
内环氧七氯（环氧七氯 A）	0.0087	0.0078	0.0091	0.0093	0.0082	0.0085	0.0086	0.002	0.008	0.2（环氧七氯）

化合物	1	2	3	4	5	6	7	检出限	定量限	我国各水质标准最低限值
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.0106	0.0107	0.0081	0.0081	0.0099	0.0073	0.0095	0.005	0.020	/
<i>o,p'</i> -滴滴伊	0.0097	0.0091	0.0101	0.0103	0.0086	0.0098	0.0082	0.002	0.008	/
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.0076	0.0071	0.0084	0.0084	0.0080	0.0079	0.0078	0.002	0.008	/
硫丹 I (α -硫丹)	0.0080	0.0075	0.0083	0.0083	0.0084	0.0072	0.0080	0.002	0.008	/
<i>p,p'</i> -滴滴伊	0.0075	0.0094	0.0081	0.0081	0.0085	0.0079	0.0087	0.002	0.008	0.01 (总量)
狄氏剂	0.0084	0.0076	0.0089	0.0089	0.0084	0.0079	0.0082	0.002	0.008	/
<i>o,p'</i> -滴滴滴	0.0081	0.0103	0.0101	0.0097	0.0084	0.0091	0.0089	0.003	0.012	/
异狄氏剂	0.0064	0.0063	0.0068	0.0068	0.0061	0.0049	0.0182	0.003	0.012	/
<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.0080	0.0083	0.0086	0.0086	0.0073	0.0084	0.0088	0.002	0.008	0.01 (总量)
<i>p,p'</i> -滴滴滴	0.0084	0.0087	0.0081	0.0081	0.0083	0.0091	0.0088	0.002	0.008	0.01 (总量)
硫丹 II (β -硫丹)	0.0082	0.0092	0.0104	0.0104	0.0096	0.0081	0.009	0.003	0.012	/
<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.0083	0.0086	0.0088	0.0088	0.0086	0.0082	0.0094	0.002	0.008	0.01 (总量)
异狄氏剂醛	0.0077	0.0061	0.0063	0.0063	0.0072	0.0065	0.0074	0.002	0.008	/
硫丹硫酸酯	0.0072	0.0064	0.0078	0.0078	0.0076	0.0084	0.0075	0.002	0.008	/
甲氧滴滴涕	0.0081	0.0078	0.0091	0.0091	0.0084	0.0087	0.0085	0.002	0.008	/
异狄氏剂酮	0.0078	0.0077	0.0079	0.0079	0.0089	0.0082	0.0076	0.002	0.008	/
灭蚁灵	0.0091	0.0074	0.0078	0.0078	0.0075	0.0084	0.0075	0.002	0.008	/

5.6.6 方法精密度试验

编制组分别采集地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水作为精密度试验实际水样。其中地表水为南京固城湖湖水，地下水为南京例行监测点井水，生活污水为南京城北污水处理厂出水，工业废水为某唑醇类农药生产废水，海水为江苏连云港近海例行监测点海水。按照 HJ 168—2020 要求，精密度验证应对适用范围内每个样品类型的 1~3 个浓度或含量（应尽可能包含适用的生态环境质量标准、生态环境风险管控标准、污染物排放标准限值的浓度或含量）的样品，按全程序每个样品至少平行测定 6 次。编制组对照《地表水环境质量标准》（GB 3838—2002）《地下水质量标准》（GB/T 14848—2017）《海水水质标准》（GB 3097—1997）《渔业水质标准》（GB/T 11607—1989）《城市供水水质标准》（CJ/T 206-2005）《生活饮用水卫生标准》（GB5749—2022）《饮用水水源地水环境质量标准（征求意见稿）》等，梳理出上述各类型水质标准所涉及有机氯农药的控制浓度水平（详见表 2），其中最低控制浓度：地表水为 0.20 $\mu\text{g/L}$ ，地下水为 0.01 $\mu\text{g/L}$ ，海水为 0.05 $\mu\text{g/L}$ 。因此，对地表水加标 0.20 $\mu\text{g/L}$ 、地下水加标 0.01 $\mu\text{g/L}$ 、海水加标 0.05 $\mu\text{g/L}$ 。生活污水和工业废水按照标准曲线最高浓度 90%附近浓度加标，故对生活污水和工业废水加标 0.45 $\mu\text{g/L}$ 。以上各类型加标样品每个浓度平行制备 6 份，计算 6 次测定结果的相对标准偏差，结果见表 27~表 31。对地表水加标 0.20 $\mu\text{g/L}$ 时，6 次测定结果的相对标准偏差范围在 3.3%~7.3%之间；对地下水加标 0.01 $\mu\text{g/L}$ 时，6 次测定结果的相对标准偏差范围在 4.1%~22%之间；对生活污水加标 0.45 $\mu\text{g/L}$ 时，6 次测定结果的相对标准偏差范围在 2.3%~16%之间；对工业废水加标 0.45 $\mu\text{g/L}$ 时，6 次测定结果的相对标准偏差范围在 2.1%~4.4%之间；对海水加标 0.05 $\mu\text{g/L}$ 时，

6 次测定结果的相对标准偏差范围在 2.8%~12%之间。

表 27 地表水加标 0.20 $\mu\text{g/L}$ 精密度 (单位: $\mu\text{g/L}$)

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
六氯苯	0.141	0.139	0.155	0.154	0.156	0.142	0.148	5.4
α -六六六	0.143	0.139	0.153	0.156	0.155	0.139	0.148	5.5
γ -六六六	0.146	0.140	0.156	0.157	0.157	0.141	0.150	5.5
β -六六六	0.148	0.147	0.159	0.160	0.160	0.144	0.153	4.9
七氯	0.150	0.144	0.162	0.167	0.165	0.148	0.156	6.2
δ -六六六	0.145	0.141	0.156	0.158	0.159	0.139	0.150	6.1
艾氏剂	0.141	0.136	0.150	0.153	0.152	0.137	0.145	5.5
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.148	0.147	0.160	0.162	0.162	0.145	0.154	5.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.138	0.144	0.140	0.143	0.134	0.139	0.148	3.4
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.150	0.145	0.155	0.157	0.161	0.144	0.152	4.4
o,p' -滴滴伊	0.144	0.147	0.139	0.141	0.133	0.139	0.138	3.3
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.151	0.151	0.160	0.163	0.162	0.147	0.156	4.5
硫丹 I (α -硫丹)	0.146	0.150	0.156	0.159	0.159	0.144	0.152	4.3
p,p' -滴滴伊	0.151	0.147	0.158	0.164	0.160	0.145	0.154	5.0
狄氏剂	0.151	0.144	0.162	0.166	0.164	0.147	0.156	6.0
o,p' -滴滴涕	0.160	0.154	0.144	0.154	0.150	0.154	0.138	5.4
异狄氏剂	0.190	0.179	0.199	0.204	0.203	0.179	0.192	6.0
o,p' -滴滴涕	0.148	0.150	0.159	0.164	0.165	0.145	0.155	5.5
p,p' -滴滴涕	0.148	0.149	0.156	0.161	0.159	0.144	0.153	4.5
硫丹 II (β -硫丹)	0.164	0.177	0.175	0.179	0.178	0.160	0.172	4.7
p,p' -滴滴涕	0.143	0.152	0.152	0.159	0.159	0.141	0.151	5.2
异狄氏剂醛	0.149	0.169	0.157	0.163	0.171	0.147	0.159	6.3
硫丹硫酸酯	0.214	0.201	0.215	0.229	0.222	0.199	0.213	5.6
甲氧滴滴涕	0.209	0.233	0.226	0.238	0.243	0.201	0.225	7.3
异狄氏剂酮	0.165	0.168	0.176	0.183	0.182	0.164	0.173	4.9
灭蚊灵	0.164	0.173	0.177	0.183	0.182	0.165	0.174	4.7

表 28 地下水加标 0.01 $\mu\text{g/L}$ 精密度 (单位: $\mu\text{g/L}$)

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
六氯苯	0.008	0.007	0.009	0.008	0.009	0.007	0.008	9.7
α -六六六	0.007	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	5.6
γ -六六六	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.007	0.008	5.8
β -六六六	0.008	0.007	0.010	0.009	0.008	0.009	0.009	11
七氯	0.008	0.006	0.007	0.009	0.009	0.006	0.007	18
δ -六六六	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	5.2

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
艾氏剂	0.007	0.006	0.008	0.007	0.007	0.006	0.007	7.7
外环氧七氯(环氧七氯 B)	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.007	0.008	6.1
内环氧七氯(环氧七氯 A)	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	7.4
反-氯丹(γ -氯丹)	0.008	0.007	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	5.9
<i>o,p'</i> -滴滴伊	0.007	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	11
顺-氯丹(α -氯丹)	0.008	0.007	0.009	0.009	0.008	0.008	0.008	7.8
硫丹 I (α -硫丹)	0.007	0.007	0.008	0.008	0.006	0.006	0.007	9.6
<i>p,p'</i> -滴滴伊	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	5.0
狄氏剂	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	4.1
<i>o,p'</i> -滴滴滴	0.007	0.008	0.008	0.007	0.009	0.010	0.008	11
异狄氏剂	0.009	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.009	6.4
<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	7.4
<i>p,p'</i> -滴滴滴	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	4.6
硫丹 II (β -硫丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.008	0.009	4.3
<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.008	0.007	0.009	0.007	0.007	0.008	0.008	9.2
异狄氏剂醛	0.007	0.007	0.009	0.006	0.006	0.005	0.007	17
硫丹硫酸酯	0.012	0.011	0.017	0.009	0.013	0.011	0.012	22
甲氧滴滴涕	0.010	0.011	0.011	0.014	0.010	0.010	0.011	15
异狄氏剂酮	0.008	0.008	0.009	0.009	0.008	0.008	0.008	6.3
灭蚁灵	0.006	0.007	0.008	0.007	0.006	0.006	0.007	10

表 29 生活污水加标 0.45 $\mu\text{g/L}$ 精密度 (单位: $\mu\text{g/L}$)

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
六氯苯	0.453	0.511	0.492	0.495	0.498	0.490	0.490	4.0
α -六六六	0.435	0.518	0.496	0.499	0.502	0.490	0.490	5.8
γ -六六六	0.456	0.510	0.486	0.482	0.485	0.484	0.484	3.5
β -六六六	0.324	0.530	0.513	0.504	0.508	0.476	0.476	16
七氯	0.300	0.405	0.466	0.339	0.347	0.389	0.374	16
δ -六六六	0.356	0.509	0.484	0.464	0.470	0.456	0.456	12
艾氏剂	0.340	0.497	0.480	0.478	0.483	0.456	0.456	13
外环氧七氯(环氧七氯 B)	0.374	0.494	0.479	0.476	0.482	0.461	0.461	9.6
内环氧七氯(环氧七氯 A)	0.345	0.408	0.367	0.343	0.329	0.313	0.351	8.7
反-氯丹(γ -氯丹)	0.377	0.450	0.462	0.448	0.458	0.439	0.439	7.1
<i>o,p'</i> -滴滴伊	0.409	0.374	0.401	0.408	0.445	0.392	0.405	5.3
顺-氯丹(α -氯丹)	0.406	0.496	0.483	0.470	0.488	0.469	0.469	6.9
硫丹 I (α -硫丹)	0.413	0.505	0.485	0.510	0.578	0.498	0.498	11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
<i>p,p'</i> -滴滴伊	0.421	0.493	0.479	0.475	0.516	0.477	0.477	6.6
狄氏剂	0.420	0.500	0.480	0.477	0.485	0.472	0.472	5.8
<i>o,p'</i> -滴滴滴	0.412	0.433	0.440	0.406	0.385	0.373	0.408	5.9
异狄氏剂	0.463	0.510	0.494	0.488	0.496	0.490	0.490	3.2
<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.450	0.498	0.490	0.481	0.488	0.482	0.482	3.4
<i>p,p'</i> -滴滴滴	0.456	0.510	0.498	0.495	0.500	0.492	0.492	3.8
硫丹 II (β -硫丹)	0.448	0.517	0.508	0.519	0.521	0.503	0.503	5.5
<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.457	0.503	0.481	0.479	0.490	0.482	0.482	3.1
异狄氏剂醛	0.439	0.538	0.496	0.507	0.474	0.491	0.491	6.7
硫丹硫酸酯	0.395	0.445	0.419	0.415	0.416	0.418	0.418	3.8
甲氧滴滴涕	0.456	0.510	0.506	0.521	0.518	0.502	0.502	4.7
异狄氏剂酮	0.469	0.460	0.375	0.421	0.437	0.432	0.432	7.7
灭蚁灵	0.421	0.452	0.437	0.432	0.442	0.437	0.437	2.3

表 30 工业废水加标 0.45 $\mu\text{g/L}$ 精密度 (单位: $\mu\text{g/L}$)

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
六氯苯	0.419	0.396	0.393	0.412	0.407	0.410	0.406	2.4
α -六六六	0.422	0.400	0.394	0.416	0.415	0.416	0.410	2.6
γ -六六六	0.421	0.400	0.395	0.418	0.418	0.416	0.411	2.7
β -六六六	0.419	0.398	0.388	0.410	0.414	0.414	0.407	2.9
七氯	0.429	0.417	0.402	0.425	0.431	0.426	0.422	2.5
δ -六六六	0.437	0.413	0.405	0.430	0.430	0.428	0.424	2.9
艾氏剂	0.408	0.383	0.383	0.407	0.401	0.404	0.398	2.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.420	0.397	0.393	0.414	0.415	0.412	0.408	2.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.421	0.417	0.451	0.447	0.398	0.440	0.429	4.4
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.415	0.395	0.382	0.395	0.407	0.407	0.400	2.9
<i>o,p'</i> -滴滴伊	0.404	0.405	0.403	0.410	0.379	0.386	0.398	2.9
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.431	0.408	0.398	0.424	0.424	0.421	0.418	2.9
硫丹 I (α -硫丹)	0.442	0.418	0.410	0.435	0.435	0.432	0.429	2.8
<i>p,p'</i> -滴滴伊	0.443	0.420	0.416	0.436	0.435	0.435	0.431	2.5
狄氏剂	0.439	0.416	0.411	0.430	0.430	0.436	0.427	2.7
<i>o,p'</i> -滴滴滴	0.394	0.405	0.428	0.427	0.388	0.416	0.410	3.8
异狄氏剂	0.535	0.509	0.509	0.539	0.525	0.519	0.523	2.5
<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.424	0.402	0.395	0.415	0.414	0.411	0.410	2.5
<i>p,p'</i> -滴滴滴	0.463	0.442	0.433	0.455	0.457	0.460	0.452	2.6
硫丹 II (β -硫丹)	0.437	0.418	0.412	0.429	0.428	0.431	0.426	2.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.429	0.405	0.407	0.425	0.422	0.420	0.418	2.4
异狄氏剂醛	0.397	0.373	0.380	0.390	0.396	0.405	0.390	3.0

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
硫丹硫酸酯	0.490	0.468	0.464	0.483	0.479	0.486	0.478	2.1
甲氧滴滴涕	0.442	0.416	0.409	0.438	0.414	0.410	0.422	3.5
异狄氏剂酮	0.428	0.409	0.404	0.420	0.419	0.421	0.417	2.1
灭蚊灵	0.402	0.380	0.382	0.377	0.388	0.380	0.385	2.4

表 31 海水加标 0.05 $\mu\text{g/L}$ 精密度 (单位: $\mu\text{g/L}$)

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD/%
六氯苯	0.035	0.036	0.038	0.034	0.034	0.035	0.035	4.9
α -六六六	0.039	0.040	0.042	0.038	0.040	0.039	0.040	3.8
γ -六六六	0.039	0.041	0.043	0.038	0.040	0.039	0.040	4.1
β -六六六	0.039	0.040	0.041	0.037	0.039	0.039	0.039	3.4
七氯	0.038	0.041	0.048	0.041	0.039	0.036	0.040	11
δ -六六六	0.045	0.046	0.046	0.042	0.043	0.044	0.044	3.8
艾氏剂	0.033	0.031	0.038	0.032	0.030	0.032	0.032	8.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.039	0.040	0.042	0.038	0.039	0.040	0.040	3.5
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.038	0.043	0.040	0.041	0.041	0.036	0.040	5.5
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.039	0.039	0.041	0.037	0.038	0.037	0.039	3.9
o,p' -滴滴伊	0.037	0.040	0.035	0.040	0.038	0.038	0.038	4.1
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.039	0.041	0.041	0.038	0.039	0.038	0.039	4.0
硫丹 I (α -硫丹)	0.043	0.044	0.046	0.041	0.043	0.042	0.043	4.0
p,p' -滴滴伊	0.040	0.040	0.043	0.038	0.040	0.039	0.040	3.4
狄氏剂	0.041	0.041	0.043	0.038	0.041	0.040	0.041	4.5
o,p' -滴滴涕	0.037	0.038	0.035	0.040	0.038	0.038	0.038	3.6
异狄氏剂	0.049	0.051	0.051	0.045	0.048	0.040	0.047	9.0
o,p' -滴滴涕	0.038	0.039	0.041	0.037	0.038	0.033	0.038	7.4
p,p' -滴滴涕	0.039	0.038	0.039	0.037	0.037	0.039	0.038	2.8
硫丹 II (β -硫丹)	0.041	0.043	0.046	0.041	0.042	0.039	0.042	5.7
p,p' -滴滴涕	0.039	0.044	0.044	0.040	0.043	0.031	0.040	12
异狄氏剂醛	0.033	0.033	0.036	0.029	0.033	0.034	0.033	6.3
硫丹硫酸酯	0.051	0.055	0.062	0.054	0.052	0.046	0.053	9.4
甲氧滴滴涕	0.049	0.059	0.068	0.059	0.057	0.056	0.058	11
异狄氏剂酮	0.038	0.039	0.042	0.038	0.038	0.039	0.039	4.0
灭蚊灵	0.036	0.038	0.039	0.038	0.037	0.034	0.037	5.7

5.6.7 正确度试验

按照 HJ 168 的要求, 选择不同浓度的地表水、地下水、海水、工业废水、生活污水样品进行加标回收试验, 考察方法的正确度。试验所用实际样品及加标浓度与精密度试验相同,

每种类型水样平行测定 6 次，分别计算各类型样品的回收率，结果见表 32～表 36。地表水加标回收率在 75.5%～113%，地下水加标回收率在 67.6%～108%，生活污水加标回收率在 85.4%～111%，工业废水加标回收率在 85.5%～116%，海水加标回收率在 66.3%～107%。

除采用基体加标验证正确度以外，还采用质控样进行试验，每个样品平行测定 6 次，与证书保证值进行比较，计算相对误差评价正确度。质控样为水中 20 种有机氯质控样 WarR™ Pollution Organochlorine Pesticides，厂商：ERA；目录号：713；批号：P315-713。结果都在可接受范围内，详见表 37。

表 32 地表水加标 0.20 $\mu\text{g/L}$ 正确度（单位：%）

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值
六氯苯	70.5	69.5	77.6	76.8	78.1	71.1	73.9
α -六六六	71.6	69.4	76.6	77.9	77.6	69.6	73.8
γ -六六六	72.9	70.2	77.9	78.7	78.7	70.5	74.8
β -六六六	73.8	73.7	79.6	80.2	80.1	72.1	76.6
七氯	74.8	72.1	81.2	83.4	82.3	74.1	78.0
δ -六六六	72.6	70.4	78.2	79.2	79.5	69.6	74.9
艾氏剂	70.4	67.8	75.2	76.6	76.1	68.3	72.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	74.0	73.6	79.8	80.9	80.8	72.6	77.0
内环氧七氯（环氧七氯 A）	69.0	72.0	70.0	71.5	67.0	69.5	69.8
反-氯丹（ γ -氯丹）	74.9	72.7	77.3	78.5	80.5	72.0	76.0
o,p' -滴滴伊	72.0	73.5	69.5	70.5	66.5	69.5	70.3
顺-氯丹（ α -氯丹）	75.5	75.4	79.9	81.7	81.2	73.5	77.9
硫丹 I（ α -硫丹）	72.8	74.9	78.1	79.4	79.4	72.0	76.1
p,p' -滴滴伊	75.4	73.4	78.8	82.0	80.2	72.4	77.0
狄氏剂	75.7	71.9	80.9	82.9	82.1	73.7	77.9
o,p' -滴滴滴	80.0	77.0	72.0	77.0	75.0	77.0	76.3
异狄氏剂	95.0	89.6	99.5	102.2	101.3	89.4	96.2
o,p' -滴滴涕	74.1	75.1	79.7	82.2	82.3	72.7	77.7
p,p' -滴滴滴	73.8	74.6	78.0	80.5	79.3	71.9	76.3
硫丹 II（ β -硫丹）	82.1	88.6	87.3	89.4	88.9	80.0	86.1
p,p' -滴滴涕	71.4	76.0	76.2	79.4	79.7	70.4	75.5
异狄氏剂醛	74.6	84.4	78.4	81.6	85.5	73.7	79.7
硫丹硫酸酯	107	100	107	115	111	99.6	107
甲氧滴滴涕	105	117	113	119	122	101	113
异狄氏剂酮	82.5	84.1	88.2	91.5	91.1	82.2	86.6
灭蚊灵	82.1	86.7	88.3	91.3	91.2	82.4	87.0

表 33 地下水加标 0.01 $\mu\text{g/L}$ 正确度（单位：%）

六氯苯	1	2	3	4	5	6	平均值
-----	---	---	---	---	---	---	-----

六氯苯	1	2	3	4	5	6	平均值
α -六六六	82.3	71.0	91.4	75.6	85.4	74.1	80.0
γ -六六六	71.2	66.9	77.4	76.2	74.7	69.8	72.7
β -六六六	78.3	86.2	80.1	82.2	75.4	73.7	79.3
七氯	83.6	73.2	101.4	88.2	78.1	86.0	85.1
δ -六六六	80.8	117	106	91.7	85.7	111.4	98.7
艾氏剂	83.8	81.5	92.8	92.3	85.7	87.1	87.2
外环氧七氯（环氧七氯 B）	74.2	64.2	75.2	73.8	70.9	62.7	70.2
内环氧七氯（环氧七氯 A）	72.3	91.9	88.7	79.4	80.1	83.2	82.6
反-氯丹（ γ -氯丹）	75.5	73.6	79.9	82.7	77.4	69.5	76.4
o,p' -滴滴伊	70.1	103	89.3	90.0	91.8	100	90.7
顺-氯丹（ α -氯丹）	77.0	74.9	78.5	87.9	77.4	76.4	78.7
硫丹 I（ α -硫丹）	75.1	74.6	87.0	88.7	79.6	76.1	80.2
p,p' -滴滴伊	73.6	66.7	78.1	75.5	62.2	63.3	69.9
狄氏剂	78.6	70.2	79.6	80.5	78.2	80.5	77.9
o,p' -滴滴涕	70.2	81.6	80.0	73.1	89.3	97.5	82.0
异狄氏剂	72.3	65.1	70.3	71.3	73.3	71.1	70.6
o,p' -滴滴涕	85.5	86.2	98.0	99.1	92.7	88.3	91.6
p,p' -滴滴涕	65.3	71.1	78.2	68.7	74.5	65.0	70.5
硫丹 II（ β -硫丹）	84.7	73.9	78.7	80.7	77.4	77.6	78.8
p,p' -滴滴涕	93.6	87.0	86.2	90.1	84.7	83.2	87.5
异狄氏剂醛	81.1	66.2	86.2	73.5	72.8	75.5	75.9
硫丹硫酸酯	69.8	67.0	88.0	62.8	64.6	53.6	67.6
甲氧滴滴涕	97.5	87.6	123.4	70.9	103	90.3	95.5
异狄氏剂酮	102	113	114	124	97.3	100	108
灭蚊灵	76.1	78.2	89.4	87.1	80.4	80.7	82.0
六氯苯	63.7	74.5	78.2	73.1	64.6	61.1	69.2

表 34 生活污水加标 0.45 $\mu\text{g/L}$ 正确度（单位：%）

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值
六氯苯	101	114	109	109	110	111	109
α -六六六	96.7	115	109	110	111	112	109
γ -六六六	101	113	108	108	107	108	108
β -六六六	61.4	107	95.1	103	101	102	95.1
七氯	63.9	87.2	83.8	101	72.6	74.4	80.4
δ -六六六	79.1	113	101	108	103	104	101
艾氏剂	75.7	110	101	107	106	107	101
外环氧七氯（环氧七氯 B）	83.8	100	97.5	103	99.5	102	97.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值
内环氧七氯（环氧七氯 A）	76.7	90.7	81.6	76.2	73.1	69.6	78.0
反-氯丹（ γ -氯丹）	90.2	110	104	107	104	108	104
<i>o,p'</i> -滴滴伊	91.0	83.1	89.2	90.7	98.9	87.0	90.0
顺-氯丹（ α -氯丹）	91.7	112	111	108	113	128	111
硫丹 I（ α -硫丹）	93.6	110	106	106	106	115	106
<i>p,p'</i> -滴滴伊	89.8	108	101	103	102	104	101
狄氏剂	103	113	109	110	108	110	109
<i>o,p'</i> -滴滴滴	91.6	96.2	97.8	90.2	85.6	82.9	91.6
异狄氏剂	100	111	107	109	107	109	107
<i>o,p'</i> -滴滴涕	101	113	109	111	110	111	109
<i>p,p'</i> -滴滴滴	96.1	111	108	110	112	112	108
硫丹 II（ β -硫丹）	102	112	107	107	106	109	107
<i>p,p'</i> -滴滴涕	97.6	119	109	110	113	105	109
异狄氏剂醛	87.8	98.9	92.9	93.0	92.3	92.5	92.9
硫丹硫酸酯	80.7	88.7	94.2	92.5	104	105	94.2
甲氧滴滴涕	101	113	112	112	116	115	112
异狄氏剂酮	104	102	96.1	83.4	93.6	97.0	96.1
灭蚊灵	93.6	100	97.1	97.2	96.0	98.3	97.1

表 35 工业废水加标 0.45 μ g/L 正确度（单位：%）

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值
六氯苯	93.1	88.0	87.4	91.5	90.4	91.2	90.3
α -六六六	93.7	88.8	87.6	92.4	92.2	92.5	91.2
γ -六六六	93.6	88.8	87.8	92.9	92.8	92.5	91.4
β -六六六	93.0	88.4	86.2	91.0	91.9	92.1	90.4
七氯	95.2	92.6	89.4	94.4	95.8	94.7	93.7
δ -六六六	97.0	91.7	90.0	95.5	95.5	95.1	94.1
艾氏剂	90.7	85.2	85.2	90.3	89.0	89.7	88.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	93.3	88.2	87.3	92.0	92.3	91.5	90.8
内环氧七氯（环氧七氯 A）	93.6	92.7	100	99.3	88.4	97.8	93.6
反-氯丹（ γ -氯丹）	92.2	87.8	84.8	87.8	90.5	90.4	88.9
<i>o,p'</i> -滴滴伊	89.8	90.0	89.6	91.1	84.2	85.8	89.8
顺-氯丹（ α -氯丹）	95.8	90.6	88.5	94.3	94.1	93.6	92.8
硫丹 I（ α -硫丹）	98.3	92.9	91.2	96.7	96.7	96.0	95.3
<i>p,p'</i> -滴滴伊	98.6	93.3	92.4	96.9	96.8	96.6	95.8
狄氏剂	97.6	92.4	91.2	95.6	95.6	97.0	94.9
<i>o,p'</i> -滴滴滴	87.6	90.0	95.1	94.9	86.2	92.4	87.6

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值
异狄氏剂	119	113	113	120	117	115	116
<i>o,p'</i> -滴滴涕	94.1	89.3	87.7	92.2	92.0	91.3	91.1
<i>p,p'</i> -滴滴涕	103	98.2	96.2	101	101	102	100
硫丹 II (β -硫丹)	97.2	92.9	91.5	95.4	95.1	95.7	94.6
<i>p,p'</i> -滴滴涕	95.4	90.0	90.3	94.4	93.7	93.4	92.9
异狄氏剂醛	88.3	82.8	84.5	86.8	88.1	89.9	86.7
硫丹硫酸酯	109	104	103	107	107	108	106
甲氧滴滴涕	98.2	92.4	90.9	97.3	92.0	91.2	94
异狄氏剂酮	95.1	91.0	89.7	93.3	93.1	93.5	92.6
灭蚊灵	89.4	84.4	84.9	83.7	86.3	84.4	85.5

表 36 海水加标 0.05 $\mu\text{g/L}$ 正确度 (单位: %)

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值
六氯苯	70.1	71.0	77.0	67.4	68.0	69.5	70.5
α -六六六	78.2	80.4	84.8	76.5	80.4	77.1	79.5
γ -六六六	78.4	82.0	85.7	76.3	80.4	78.9	80.3
β -六六六	78.1	79.2	82.6	74.2	78.4	78.2	78.5
七氯	75.3	82.4	96.2	81.4	77.3	71.2	80.6
δ -六六六	89.7	91.3	92.3	83.3	86.6	87.7	88.5
艾氏剂	65.2	61.6	75.4	64.0	59.2	63.7	64.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	78.7	80.1	84.2	75.8	78.3	79.3	79.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	76.1	86.0	80.0	82.2	81.8	71.9	79.7
反-氯丹 (γ -氯丹)	78.1	77.9	81.9	73.6	76.2	74.3	77.0
<i>o,p'</i> -滴滴伊	74.0	80.0	70.0	80.0	76.0	76.0	74.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	77.8	81.9	82.7	75.0	77.2	76.4	78.5
硫丹 I (α -硫丹)	86.5	88.5	92.4	82.9	86.5	83.7	86.8
<i>p,p'</i> -滴滴伊	80.5	80.7	85.0	76.8	80.1	78.7	80.3
狄氏剂	82.6	82.9	86.5	75.9	82.3	79.0	81.5
<i>o,p'</i> -滴滴涕	74.1	75.9	70.2	80.3	75.9	75.8	75.4
异狄氏剂	97.1	102	101	91.0	97.0	79.1	94.5
<i>o,p'</i> -滴滴涕	76.8	77.7	82.6	74.9	75.3	65.5	75.5
<i>p,p'</i> -滴滴涕	77.3	76.9	78.7	73.1	74.3	77.4	76.3
硫丹 II (β -硫丹)	81.6	86.4	91.3	81.2	84.0	77.5	83.7
<i>p,p'</i> -滴滴涕	77.3	87.7	88.1	80.5	85.7	62.0	80.2
异狄氏剂醛	66.4	66.8	72.1	59.0	66.6	67.1	66.3
硫丹硫酸酯	102	109	123	109	104	92.9	107
甲氧滴滴涕	98.4	118	137	119	115	112	116
异狄氏剂酮	76.9	77.5	84.4	75.6	76.9	78.3	78.3
灭蚊灵	71.1	76.9	78.5	75.2	73.4	67.0	73.7

表 37 质控样测定结果

化合物	可接受范围 (μg/L)	测定值 (μg/L)
六氯苯	—	—
α -六六六	4.30~13.4	9.5
γ -六六六	1.54~4.77	3.4
β -六六六	2.72~7.95	6.8
七氯	0.603~2.61	2.4
δ -六六六	6.85~21.5	15.2
艾氏剂	4.89~18.6	12.1
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.947~2.71	1.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	—	—
反-氯丹 (γ -氯丹)	2.79~8.19	6.1
<i>o,p'</i> -滴滴伊	—	—
顺-氯丹 (α -氯丹)	4.08~12.0	9.1
硫丹 I (α -硫丹)	7.36~25.1	20.2
<i>p,p'</i> -滴滴伊	4.07~12.6	9.3
狄氏剂	2.40~6.32	5.1
<i>o,p'</i> -滴滴滴	—	—
异狄氏剂	8.35~26.7	25.2
<i>o,p'</i> -滴滴涕	—	—
<i>p,p'</i> -滴滴滴	5.04~13.4	9.4
硫丹 II (β -硫丹)	5.24~17.0	12.8
<i>p,p'</i> -滴滴涕	3.46~12.5	7.9
异狄氏剂醛	7.50~27.3	16.8
硫丹硫酸酯	2.96~9.64	6.5
甲氧滴滴涕	0.838~4.54	2.9
异狄氏剂酮	10.6~25.0	19.6
灭蚁灵	—	—

本标准最终确定的分析步骤为：将样品瓶中所有水样转移至分液漏斗中，加入 5 g 氯化钠。量取 30 mL 正己烷分 2 次荡洗样品瓶后转入分液漏斗，振荡萃取，待静置分层，下层水相转入量筒记录水样体积，上层有机相经无水硫酸钠除水后收集至浓缩管中，用浓缩装置浓缩至约 1 mL，用正己烷定容至 1.0 mL。石墨化碳柱净化需使用甲苯作为洗脱溶剂，毒性较大，如需净化，建议使用硫酸净化法或弗罗里硅土柱净化法。使用硫酸净化法时，萃取液无需浓缩。

硫酸净化：将萃取液转至分液漏斗中，加入约 2 mL 硫酸（注意：加硫酸后，先慢慢振摇，不断放气，然后再较快振摇），振摇约 1 min，静置分层后，弃去硫酸层。按上述步骤重复数次，直至有机相与硫酸相界面清晰均呈透明时止。弃去硫酸层，加入 15 mL 硫酸钠溶液，振摇十余次。待其静置分层后弃去下层。如此重复至水相呈中性时止。上层有机相经无水硫酸钠除水后，用浓缩装置浓缩定容至 1.0 mL，混匀，移入自动进样小瓶，待测。硫

酸净化不适用于狄氏剂、异狄氏剂、硫丹 II (β -硫丹)、甲氧滴滴涕和异狄氏剂醛。

佛罗里硅土柱净化：将萃取液浓缩至约 1 mL。佛罗里硅土柱用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶剂活化，再用 6 mL 正己烷平衡，在填料暴露于空气之前关闭控制阀。将浓缩至约 1 mL 的萃取液转移至净化柱，用 1 mL~2 mL 正己烷洗涤浓缩管，重复 2~3 次，洗涤液一并转移至净化柱。缓慢打开控制阀，弃去流出液。用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶剂洗脱，收集洗脱液于浓缩管中。待洗脱液全部流出后，吹干净化柱及管路里的残留洗脱液，全部收集于浓缩管中，待浓缩。

浓缩：将净化后的溶液在 55 °C 以下浓缩至小于 1.0 mL，用正己烷定容至 1.0 mL，混匀后转移至进样瓶中待测。使用氮吹浓缩时保持液面微波波动；使用平行蒸发浓缩时，压力不宜骤降。

5.7 结果计算与表示

5.7.1 定性分析

依据目标化合物的保留时间定性。有检出时采用色谱柱 2 双柱定性。

在本标准参考色谱条件下，目标化合物的标准色谱图见图 6。

5.7.2 结果计算

根据目标化合物的峰高或峰面积，外标法定量。

样品中目标化合物的质量浓度 ρ_i 按照公式（2）计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_x \times V}{V_s} \quad (2)$$

式中： ρ_i ——样品中有机氯农药的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_x ——根据标准曲线查得的有机氯农药的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V ——试样体积，mL；

V_s ——水样体积，mL

5.7.3 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数的保留与方法检出限一致。

5.8 质量保证和质量控制

5.8.1 仪器性能检查

滴滴涕、异狄氏剂易在气相色谱进样口降解，部分国内外分析方法标准要求检查降解率，并规定了降解率检查频次、控制值及计算方法，详见表 4 和表 5。

从降解率检查频次看，HJ 921 方法规定“分析前或每运行 24 h 应对色谱系统进行检查。”EPA 方法 8081b 和 EPA 方法 525.5 规定“进样前及每 12 h 进行降解率检查。”HJ 699 方法规定降解率检查频次为“样品分析前以及每运行 12 h”；HJ 921 方法规定“分析前或每运行 24 h 应对色谱系统进行检查。”SL 497 方法规定“每天应向气相色谱中注射降解检查液。”综合以上各方法要求，考虑到本标准一针进样运行时间较长，规定在样品分析前及连续分析

时每运行 24 h 检查降解率。

从降解率控制值看，国内外各方法规定有差异。EPA 方法 8081b 规定“滴滴涕或异狄氏剂任一组分降解率>15%需维护进样口”，EPA 方法 608 与 EPA 方法 525.2 规定“若异狄氏剂或 p,p' -滴滴涕任意一个组分的降解率超过 20%，则必须在校准前对进样口或对系统其他部件进行维护”。HJ 699 方法规定“如果滴滴涕的降解率 $\geq 20\%$ ，或异狄氏剂的降解率 $\geq 20\%$ ，或总降解率 $\geq 20\%$ ，则应对进样口和色谱柱进行维护，系统检查合格后方可进行测定。”HJ 835 方法规定“DDT 到 DDE 和 DDD 的降解率应不超过 15%。”HJ 921 方法规定“如果单一组分的降解率 $\geq 15\%$ 或者二者的降解率之和 $\geq 30\%$ ，需对进样口和色谱柱头进行维护。”SL 497 方法规定“如果 p,p' -滴滴涕的降解超过了 20%，则需要对气相色谱进样口及色谱柱进行维护。” p,p' -滴滴涕和异狄氏剂（特别是异狄氏剂）的降解和进样系统洁净程度密切相关，也和进样衬管以及进样口结构相关，根据各家仪器情况，编制组推荐不分流模式进样以减少样品在进样口的停留时间进而降低降解率；另外衬管中玻璃棉的品质、放置位置、用量等都可能影响降解率检查的合格率，需根据仪器结构特征选择合适的进样系统配置，在保证降解率满足要求后才能进行样品测定。从 7 家验证单位反馈的降解率验证数据看， p,p' -滴滴涕降解率最大值为 14.6%，异狄氏剂降解率最大值为 15.0%，总降解率最大值为 28.2%。综合以上各方法要求及验证结果，本标准规定：如果单一组分的降解率>15%或总降解率>30%，需在校准前对进样口和色谱柱头进行维护。

从降解率计算方法看，有采用浓度比值法计算的，如 HJ 699 方法、HJ 835 方法；有采用面积比值法计算的，如 EPA 系列各方法、HJ 921 方法和 SL 497 方法。滴滴涕和异狄氏剂在进样时即发生降解，此时滴滴涕和异狄氏剂本体峰都是降解后的响应，该响应不是这些化合物的真实浓度对应的响应，用浓度比值法计算降解率不合适。因此，本标准参考 EPA 方法、HJ 921 方法和 SL 497 方法，采用面积比值法计算降解率。降解率计算公式见公式（3）～（5）。

$$p,p'\text{-滴滴涕降解率}(\%) = \frac{p,p'\text{-滴滴涕伊峰面积} + p,p'\text{-滴滴涕峰面积}}{p,p'\text{-滴滴涕伊峰面积} + p,p'\text{-滴滴涕峰面积} + p,p'\text{-滴滴涕峰面积}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{异狄氏剂降解率}(\%) = \frac{\text{异狄氏剂醛峰面积} + \text{异狄氏剂酮峰面积}}{\text{异狄氏剂醛峰面积} + \text{异狄氏剂酮峰面积} + \text{异狄氏剂峰面积}} \times 100\% \quad (4)$$

$$\text{总降解率}(\%) = p,p'\text{-滴滴涕降解率} + \text{异狄氏剂降解率} \quad (5)$$

在实际工作中，如果应对某些质量标准只需测定六六六和滴滴涕，则仅需进行 p,p' -滴滴涕降解率检查；若还需测定六六六和滴滴涕之外的其他有机氯农药，则检查 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂的降解率。

综上，本标准对仪器性能检查做出如下规定：

在样品分析前及连续分析时每运行 24 h，应检查 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂的降解率，注入 1.0 μL 降解率检查使用液，测定其降解率。

若只测定六六六或滴滴涕，则仅需检查 p,p' -滴滴涕降解率；若还需测定六六六和滴滴涕之外的其他有机氯农药，则检查 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂降解率。如果单一组分的降解率>15%或总降解率>30%，需在校准前对进样口和色谱柱头进行维护。系统检查合格后，方可进行样品的测定。降解率按照公式（3）～（5）计算。

5.8.2 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）至少分析 1 个实验室空白，空白中目标化合物浓度应低于方法检出限。

5.8.3 校准

标准曲线需包含至少 5 个浓度，相关系数应 ≥ 0.990 。每 20 个样品或每批次（少于 20 个）应分析 1 个曲线中间浓度点标准溶液，测定结果与曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则，应建立新的标准曲线。

5.8.4 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）应分析测定 1 个平行样。验证结果显示实验室内相对标准偏差最大值为 26%，因此平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

5.8.5 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）应分析测定 1 个基体加标样品。验证结果显示回收率最小值为 60%，最大值为 130%，本标准规定基体加标回收率应在 60%~130%之间。

6 方法比对

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168—2020）的规定，新方法标准的目标物已有现行环境监测分析方法标准的，应将新方法标准与现行标准进行比对，目前现行标准为《水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 699—2014）。按照 HJ 168—2020 附录 B 开展方法比对，采用配对样品 t 检验判定两种方法的测定结构是否具有显著差异。因无法获取实际有检出样品，故采用实际样品基体加标的方式开展方法比对，样品类型包括地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水。样品来源与精密度试验相同。具体方法如下：对每类实际样品平行制备 7 份加标浓度均为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 的加标样品，分别采用本标准方法和 HJ 699 方法测定，获得至少 7 组配对数据。用本标准方法和 HJ 699 方法对每个浓度样品分别进行平行双样测定，平行双样测定的平均值分别记作本标准方法测定值 A 和 HJ 699 方法测定值 B，获得该浓度样品测定结果配对差值 d 。按 HJ 168 附录 B 中公式进行显著性判定。方法比对结果见表 38。

结果显示，双侧检验 P 值在 0.05~1.00 之间，均大于 α （显著性水平）=0.05，表明本标准与 HJ 699 的测定结果没有显著性差异。

表 38 方法比对试验结果

序号	化合物名称	P 值				
		地表水	地下水	生活污水	工业废水	海水
1	六氯苯	0.35	0.16	0.14	0.83	0.32
2	α -六六六	0.82	0.39	0.92	0.86	0.77
3	γ -六六六	0.74	0.50	0.82	0.55	0.94

序号	化合物名称	P 值				
		地表水	地下水	生活污水	工业废水	海水
4	β -六六六	0.45	0.81	0.84	0.61	0.60
5	七氯	0.14	0.34	0.06	0.95	0.32
6	δ -六六六	0.19	0.41	0.08	0.75	0.17
7	艾氏剂	0.13	0.07	0.05	0.76	1.00
8	外环氧七氯（环氧七氯 B）	0.57	0.46	0.14	0.85	0.39
9	内环氧七氯（环氧七氯 A）	0.55	0.45	0.18	0.76	0.41
10	反-氯丹（ γ -氯丹）	0.27	0.60	0.06	0.08	0.06
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	0.28	0.26	0.45	0.40	0.10
12	顺-氯丹（ α -氯丹）	0.63	0.42	0.54	0.35	0.39
13	硫丹 I（ α -硫丹）	0.11	0.40	0.73	0.32	0.35
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	0.26	0.23	0.59	0.36	0.08
15	狄氏剂	0.56	0.33	0.06	0.99	0.22
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.30	0.29	0.38	0.38	0.15
17	异狄氏剂	0.12	0.53	0.56	0.90	0.50
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.13	0.41	0.46	0.81	0.50
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.57	0.41	0.47	0.32	0.08
20	硫丹 II（ β -硫丹）	0.08	0.75	0.25	0.95	0.85
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.07	0.34	0.11	0.56	0.06
22	异狄氏剂醛	0.37	0.27	0.71	0.36	0.32
23	硫丹硫酸酯	0.05	0.84	0.41	0.30	0.05
24	异狄氏剂酮	0.91	0.26	0.74	0.49	0.81
25	甲氧滴滴涕	0.62	0.31	0.44	0.52	0.09
26	灭蚊灵	—	—	—	—	—

7 方法验证

7.1 方法验证实验室及人员基本情况

依照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168—2020）的要求，参加方法验证的实验室应通过检验检测机构资质认定或实验室认可、具备验证实验条件，应覆盖全国代表性地理区域（或典型环境条件），并能覆盖全国环境监测机构的各类水平，选择了 7 家参加方法验证的单位。分别为：广西壮族自治区生态环境监测中心，广东省中山生态环境监测站，江苏省徐州环境监测中心，江苏康达检测技术股份有限公司，山西省太原生态环境监测中心，武汉智慧国测检测科技有限公司，浙江人欣检测研究院股份有限公司。验证单位来自 6 个省份，覆盖我国华东、华南、华北、华中地区，其中 4 家为环境监测系统实验室，3 家为第三方检测机构。选择验证单位时兼顾了仪器品牌，气相色谱仪品牌包含 2 个国产品牌，进口品牌中包含使用年限较久的老型号设备。

验证实验室人员和仪器情况见表 39～表 40。

表 39 参加验证的人员情况登记表

验证单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限
广西壮族自治区生态环境监测中心	梁柳玲	女	40	测试中心副主任	环境工程	15 年
	闭潇予	女	33	工程师	资源环境与城乡规划管理	9 年
	刘珂	男	39	高级工程师	环境工程	13 年
	卢柏灵	男	28	助理工程师	环境科学与工程	2 年
广东省中山生态环境监测站	康玉芬	女	46	高级工程师	分析化学	21 年
	何蕴琦	女	33	工程师	环境健康及安全	10 年
江苏省徐州环境监测中心	周玉娇	女	35	技术管理	化学	9 年
	沈宁宁	女	43	技术管理	水产养殖	17 年
江苏康达检测技术股份有限公司	朱佩玉	男	29	工程师	应用化学	6年
	高晨	女	34	工程师	环境工程	12年
山西省太原生态环境监测中心	李芳	女	43	高级工程师	环境科学	19 年
	王文婷	女	39	高级工程师	环境监测	12 年
	毛雨廷	男	43	高级工程师	环境工程	18 年
武汉智惠国检测科技有限公司	张小莉	女	39	技术负责人/高级工程师	环境工程	16年
	宋丹桥	男	34	分析部部长/工程师	高分子材料与工程	10年
	陈林杰	男	27	工程师	药学	6年
	杨北鸿	男	30	工程师	化学	3年
	皮宇轩	男	28	助理工程师	核工程与核技术	5年
	王斯雯	女	27	助理工程师	应用化学	5年
浙江人欣检测研究院股份有限公司	萧震宁	男	30	中级工程师	生物工程	7年
	高英	女	36	中级工程师	生物技术及应用	15年
	刘赛赛	男	32	中级工程师	化学工程与工艺	7年
	郑广韬	男	34	中级工程师	环境工程	8年

表 40 方法验证实验室仪器情况

验证单位	仪器名称	规格型号	出厂编号
广西壮族自治区	气相色谱仪	安捷伦 7890B	17113184

验证单位	仪器名称	规格型号	出厂编号
生态环境监测中心	氮吹浓缩仪	ATR AutoVapS8	AV1610N20124
	分液漏斗振荡器	MMV-1000W	61700095
	氮吹浓缩仪	普利泰科 EVA32	00631-20200821-181A
	平行蒸发仪	睿科 MPE	143160526
广东省中山生态环境监测站	气相色谱仪	安捷伦 6890N	US10642056
	全自动氮吹浓缩仪	TurboVap II	203801872
	机械振荡器	GGC-C2000A	CZ24080206
江苏省徐州环境监测中心	气相色谱仪	安捷伦 7890B	CN15453046
	氮吹浓缩仪	Biotage TurboVap II	TV1437N20609
江苏康达检测技术股份有限公司	气相色谱仪	岛津 Nexis GC-2030	C12255501197SA
	高通量真空平行浓缩仪	MPE	11417120015
山西省太原生态环境监测中心	气相色谱仪	安捷伦 7890A	US12181008
	氮吹仪	TTL-DC II 型	0406221
	马弗炉	5E-MF6000	1520703148
武汉智惠国检测科技有限公司	气相色谱仪	福立9790Plus	9790P1845
	高通量真空平行浓缩仪	MPE	143160150
浙江人欣检测研究院股份有限公司	气相色谱仪	磐诺A91PLUS	201011003
	针式氮吹仪	MTN-5800	MTN1704022
	马弗炉	SX2-2.5-10TP	160616789

7.2 方法验证方案

按照《环境监测分析方法标准制定技术导则》（HJ 168—2020）的规定，组织多家实验室进行方法验证。根据影响方法的精密度和正确度的主要因素和数理统计学的要求编制方法验证方案，确定样品类型、浓度水平、分析人员、分析设备、分析时间及重复测试次数等，选择了地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水实际样品。地表水、地下水、生活污水、工业废水均由验证单位自行采集。我国已禁止生产有机氯农药，相关工业废水无法获取，由各验证实验室自行采集其他工业废水验证。华东和华南地区验证实验室自行采集海水，华北和华中地区验证实验室海水由编制组提供，为江苏连云港近海海水。7家验证实验室的地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水均为非统一样品，采取实际样品基体加标进行精密度和正确度验证。样品净化采用弗罗里硅土柱净化。各验证单位按要求完成方法验证报告。

7.2.1 方法检出限

按照样品分析的全部步骤，对浓度值为估计方法检出限 3~5 倍的空白加标样品进行 7 次平行测定，计算 7 次测定的标准偏差 S ，参考 GB/T 6397 剔除离群值后，按照公式 $MDL=S \times t_{(n-1, 0.99)}$ 计算检出限，其中： $t_{(n-1, 0.99)}$ 为置信度为 99%、自由度为 $n-1$ 时的 t 值， n 为重复分析的样品数。测定 7 次时， $t_{(6, 0.99)}=3.143$ 。

根据 HJ 168—2020 要求，对于目标物为多组分的分析方法，一般要求至少有 50% 的目

标物样品浓度在 3~5 倍计算出的方法检出限的范围内,同时,至少 90%的目标物样品浓度在 1~10 倍计算出的方法检出限的范围内,其余不多于 10%的目标物样品浓度应不超过 20 倍计算出的方法检出限。若满足上述条件,说明初次用于测定 MDL 的样品浓度比较合适。对于初次加标样品测定平均值与 MDL 比值不在 3~5 之间的目标物,应调整样品浓度,重新进行平行分析,直至比值在 3~5 之间。选择比值在 3~5 之间的 MDL 作为该化合物的 MDL。

7.2.2 测定下限

以 4 倍方法检出限为测定下限。

7.2.3 方法精密度

空白加标 0.010 µg/L、0.050 µg/L、0.200 µg/L,加标浓度覆盖曲线低浓度和中浓度。地表水加标 0.200 µg/L,与《地表水环境质量标准》有机氯农药最低限值(环氧七氯)0.2 µg/L 一致。地下水加标 0.010 µg/L,与《地下水质量标准》I 类最低限值(六六六、滴滴涕、六氯苯、七氯)0.01 µg/L 一致。海水加标 0.050 µg/L,与《海水水质标准》I 类最低限值(滴滴涕)0.05 µg/L 一致。生活污水和工业废水按照标准曲线最高浓度 90%加标 0.450 µg/L。

7.2.4 方法正确度

正确度验证实际样品测定同精密度验证。每种类型水样平行测定 6 次,分别计算各类型样品的回收率。

7.3 方法验证过程

筛选有资质的验证单位,向验证单位提供方法验证作业指导书、标准草案、标准物质、验证报告格式,对参加验证的技术人员讲解要点。开展方法验证前,参与验证的人员均熟悉方法原理、操作步骤,方法验证过程所用试剂和材料、仪器和设备符合方法要求。

7.3.1 方法验证数据的取舍

(1) 编制组在进行方法验证报告数据统计时,异常值的检验和处理按照 GB/T 6379.6—2009 进行。

(2) 方法精密度和正确度统计结果满足方法特性指标要求。详细结果见附件 1《方法验证报告》。

7.4 方法验证结论

7.4.1 标准曲线

7 家验证实验室对 1.00 µg/L~50.0 µg/L 范围内的标准系列进样,统计所有相关系数。相关系数均≥0.995。

7.4.2 检出限和测定下限

7 家验证实验室根据各自仪器灵敏度,在空白水样中加标进行检出限验证,加标浓度为

0.005 $\mu\text{g/L}$ ~0.010 $\mu\text{g/L}$ ，为估计检出限的 3~5 倍，测定 7 次，计算标准偏差 S ，各验证实验室按照 $\text{MDL}=3.143\times S$ 计算方法检出限，同时给出各自的仪器检出限。

方法检出限取 7 家验证实验室仪器检出限和空白加标计算所得检出限的最大值。26 种有机氯农药的检出限为 0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限以 4 倍检出限确定，为 0.008 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$ 。

7.4.3 准确度

(1) 精密度

7 家实验室对加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~26%、0.8%~22%、2.2%~11%；实验室间相对标准偏差分别为：7.9%~25%、4.8%~15%、7.5%~16%；重复性限分别为：0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.003 $\mu\text{g/L}$ 、0.008 $\mu\text{g/L}$ ~0.015 $\mu\text{g/L}$ 、0.024 $\mu\text{g/L}$ ~0.038 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$ 、0.011 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ ~0.093 $\mu\text{g/L}$ 。

7 家实验室对地表水加标浓度为 0.050 $\mu\text{g/L}$ 、地下水加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、海水加标浓度为 0.200 $\mu\text{g/L}$ 、生活污水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 、工业废水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 的非统一样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~24%、1.7%~24%、2.3%~16%、1.9%~25%、1.0%~20%。

(2) 正确度

7 家实验室对加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白样品重复测定 6 次，加标回收率分别为 87.3%~102%、84.4%~101%、84.6%~103%。加标回收率最终值分别为 89.8% $\pm$ 43.0%~96.4% $\pm$ 40.4%、84.4% $\pm$ 24.8%~101% $\pm$ 29.2%、84.6% $\pm$ 25.6%~103% $\pm$ 28.2%。

7 家实验室对地表水加标浓度为 0.050 $\mu\text{g/L}$ 、地下水加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、海水加标浓度为 0.200 $\mu\text{g/L}$ 、生活污水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 、工业废水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 的非统一样品重复测定 6 次，加标回收率分别为 84.6%~104%、82.6%~101%、82.5%~97.8%、81.8%~96.5%、78.3%~90.7%。

7.4.4 降解率

7 家实验室分别统计了 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂降解率。 p,p' -滴滴涕降解率最大值为 14.6%，异狄氏剂降解率最大值为 15.0%，总降解率最大值为 28.2%。

8 与开题报告的差异说明

无。

9 标准实施建议

本标准可用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 26 种有机氯农药的测定，本标准发布实施后，可为现有环境质量的执行提供技术支撑。

10 参考文献

- [1] GB 3838-2002 地表水环境质量标准[S].
- [2] GB/T 14848-2017 地下水质量标准[S].
- [3] GB/T 11607-1989 渔业水质标准[S].
- [4] GB 3097-1997 海水水质标准[S].
- [5] CJ/T 206-2005 城市供水水质标准[S].
- [6] GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准[S].
- [7] 香港食水标准[S]. <https://www.wsd.gov.hk/filemanager/common/pdf/CoreBusiness/shared/Table%201.pdf>.
- [8] 《饮用水水源地水环境质量标准（征求意见稿）》[S].
- [9] 美国《饮用水水质标准》（2011 年）[S].
- [10] 世界卫生组织《饮用水水质准则》（第四版）[S].
- [11] 欧盟《饮用水水质指令》（98/83/EC）[S].
- [12] ISO 6468-1996 Water quality - Determination of certain organochlorine insecticides, polychlorinated biphenyls and chlorobenzenes - Gas chromatographic method after liquid-liquid extraction [S].
- [13] EPA Method 8081b Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography [S].
- [14] EPA Method 608.3 Organochlorine Pesticides And PCBs by GC/HSD [S].
- [15] EPA Method 625.1 Base/Neutrals and Acids by GC/MS [S].
- [16] EPA Method 525.2 Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry [S].
- [17] EPA Method 8121 Chlorinated hydrocarbons by gas chromatography: capillary column technique [S].
- [18] BS EN 16693:2015 Water quality - Determination of organochlorine pesticides (OCP) in whole water samples - Method using solid phase extraction (SPE) with SPE-disks combined with gas chromatography mass spectrometry (GC-MS) [S].
- [19] GB/T 7492-1987 水质 六六六、滴滴涕的测定 气相色谱法[S].
- [20] GB 17378.4-2007 海洋监测规范 第 4 部分：海水分析[S].
- [21] GB/T 5750.9-2006 生活饮用水标准检验方法 农药指标（1.1-1.2）[S].
- [22] HJ 699-2014 水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法[S].
- [23] SL 497-2010 气相色谱法测定水中有机氯农药和多氯联苯类化合物[S].
- [24] 水和废水监测分析方法（第四版增补版）[M]. 中国环境科学出版社, 2022.
- [25] 王娜, 王海娇, 李丽君. 液液萃取处理样品-气相色谱法测定水中 22 种有机氯农药[J]. 理化检验（化学分册）, 2010, 46: 1453 - 1455+1464.
- [26] 孙晨秋, 张燕飞, 王珺. 平行定量浓缩-气相色谱法测定水中有机氯农药[J]. 中国环境管理干部学院学报, 2015, 4: 69 - 72.
- [27] 仇秀梅, 董学林, 刘亚东, 等. 液液萃取-气相色谱法同时测定地下水中 16 种

- 有机氯农药[J]. 环境污染与防治, 2016, 38(11): 72-78.
- [28] 冯丽. 气相色谱法测定地下水中 17 种有机氯农药[J]. 华北国土资源, 2017, (2): 101 - 102+106.
- [29] 凡传明, 植深晓, 潘锦. 气相色谱法测定生活饮用水地表水源地水中的有机氯农药[J]. 东莞理工学院学报, 2019, 26(3): 69 - 72.
- [30] 全永霞. 液-液萃取-气相色谱-ECD 法测定水样中的有机氯农药[J]. 工艺与设备, 2019, 45(11): 58+93.
- [31] 武晓英, 侯冬岩, 回瑞华. 气相色谱法同时测定饮用水中 6 种有机氯农药[J]. 鞍山师范学院学报, 2020, 22(4): 32 - 35.
- [32] 柳颖萍, 朱辉. 气相色谱法测定水和废水中的 10 种有机氯农药[J]. 环境与发展, 2020, 32(5): 73 - 74.
- [33] 陈峰, 张宝锋, 何平, 等. 液液萃取-程序升温大体积进样-气相色谱串联质谱法测定地表水中 25 种痕量有机氯农药[J]. 分析试验室, 2020, 39(8): 969 - 973.
- [34] 刘慧杰. 液液小体积萃取气质联用法同时测定水中的 11 种有机氯农药[J]. 水质分析与监测, 2020, 6: 56 -59+2.
- [35] 魏厚道, 李哲, 林建. 同时溶剂浓缩大体积不分流进样-气相色谱-质谱法测定水质中超痕量有机氯农药的含量[J]. 肥料与健康, 2020, 47(4): 70 - 74.
- [36] 俞是聃. 圆盘膜萃取、色质联用仪及选择离子法 (SIM) 定量分析水中有机氯农药[J]. 质谱学报, 2006, 27(4).
- [37] 杨丽莉, 母应峰, 胡恩宇, 王丽媛. 固相萃取-GC/MS 法测定水中有机氯农药[J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20(1): 25 -28.
- [38] 刘静, 曾兴宇, 烟卫. 固相萃取气相色谱法测定水中氯苯类化合物和有机氯农药[J]. 环境化学, 2010, 29(5): 980 - 981.
- [39] 刘洋. SPE-气相色谱质谱法测定水中有机氯农药残留[J]. 分析仪器, 2020, (1): 29 - 33.
- [40] H. Kuranchie-Mensah et al. Determination of organochlorine pesticide residue in sediment and water from the Densu river basin, Ghana[J]. Chemosphere, 2012, 86: 286 - 292.
- [41] C. Dong, Z. Zeng, M. Yang. Determination of organochlorine pesticides and their derivations in water after HS-SPME using polymethylphenylvinylsiloxane-coated fiber by GC-ECD[J]. Water Research, 2005, 39 : 4204 - 4210.
- [42] H.A. El-Gawad. Validation method of organochlorine pesticides residues in water using gas chromatography - quadruple mass [J]. Water Science, 2016, 30: 96 - 107.
- [43] R.B. Zhou, L.Z. Zhu, K. Yang, et al. Distribution of organochlorine pesticides in surface water and sediments from Qiantang River, East China[J]. Journal of Hazardous Materials 2006, A137: 68 - 75.
- [44] 徐迎春, 宁文吉, 王颖, 等. 气质法测定水中三氯杀螨醇及 7 种拟除虫菊酯类农药残留. 现代预防医学[J], 2010, 37(20): 3910-3913.
- [45] 何继东. 气相色谱分析中进样口温度对三氯杀螨醇响应的影响. 热带农业工程[J], 2020, 44(5): 51-52.

- [46] 黄凤妹. 三氯杀螨醇农残涉及的检测标准解读及检测体会. 分析仪器[J], 2018, 2: 184-187.
- [47] GB/T 19650-2006 动物肌肉中 478 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法[S].
- [48] GB/T 23204-2008 茶叶中 519 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法[S].
- [49] GB/T 5009.176-2003 茶叶、水果、食用植物油中三氯杀螨醇残留量的测定[S].
- [50] GB/T 5009.218-2008 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定[S].
- [51] SC/T 3040-2008 水产品中三氯杀螨醇残留量的测定 气相色谱法[S].
- [52] GB/T 23376-2009 茶叶中农药多残留测定气相色谱/质谱法[S].
- [53] GB 2763-2016 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
- [54] NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S].
- [55] 钱振杰, 王宇, 赵金利, 等. 三氯杀螨醇在气相色谱系统中的降解研究. 分析测试学报[J], 2022, 41(12): 1765-1772.
- [56] Anette Thiel, Sabine Guth, Sonja Böhm, et al. Dicofol degradation to *p,p'*-dichlorobenzophenone - A potential antiandrogen[J]. Toxicology, 2011, 282:88-93.
- [57] 刘长武, 王一茹, 李治祥. 三氯杀螨醇在茄子和土壤中残留分析方法研究. 农药[J], 1990, 29(1): 36-37.
- [58] SN/T 0348.1-2010 进出口茶叶中三氯杀螨醇残留量检测方法[S].

附件一

方法验证报告

方法名称：水质 有机氯农药的测定 液液萃取 气相色谱法

项目承担单位：	江苏省南京环境监测中心		
	<u>江苏省环境监测中心、中国环境科学研究院</u>		
	<u>广西壮族自治区生态环境监测中心、广东省中山生态环境监测站、江苏省徐州环境监测中心、江苏康达检测技术股份有限公司、山西省太原生态环境监测中心、武汉智惠国测检测科技有限公司、浙江人欣检测研究院股份有限公司</u>		
验证单位：			
项目负责人及职称：	<u>王美飞 （高级工程师）</u>		
通讯地址及电话：	<u>南京市建邺区中和路 98 号</u>	电话：	<u>18951651448</u>
报告编写人及职称：	<u>王美飞 （高级工程师）、戴维（工程师）</u>		
报告日期：	<u>2025</u>	年	<u>1</u> 月 <u>20</u> 日

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

依照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，参加方法验证的实验室应通过检验检测机构资质认定或实验室认可、具备验证实验条件，应覆盖全国代表性地理区域（或典型环境条件），并能覆盖全国环境监测机构的各类水平，选择了7家参加方法验证的单位，分别为：广西壮族自治区生态环境监测中心，广东省中山生态环境监测站，江苏省徐州环境监测中心，江苏康达检测技术股份有限公司，山西省太原生态环境监测中心，武汉智惠国测检测科技有限公司，浙江人欣检测研究院股份有限公司。验证单位来自6个省份，覆盖我国华东、华南、华北、华中地区，其中4家为环境监测系统实验室，3家为第三方检测机构。选择验证单位时兼顾了仪器品牌，气相色谱仪品牌包含2个国产品牌，进口品牌中包含较使用年限较久的老型号设备。

验证实验室人员和仪器情况见表41～表42。

表41 参加验证的人员情况登记表

验证单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限
广西壮族自治区生态环境监测中心	梁柳玲	女	40	测试中心副主任	环境工程	15年
	闭潇予	女	33	工程师	资源环境与城乡规划管理	9年
	刘珂	男	39	高级工程师	环境工程	13年
	卢柏灵	男	28	助理工程师	环境科学与工程	2年
广东省中山生态环境监测站	康玉芬	女	46	高级工程师	分析化学	21年
	何蕴琦	女	33	工程师	环境健康及安全	10年
江苏省徐州环境监测中心	周玉娇	女	35	技术管理	化学	9年
	沈宁宁	女	43	技术管理	水产养殖	17年
江苏康达检测技术股份有限公司	朱佩玉	男	29	工程师	应用化学	6年
	高晨	女	34	工程师	环境工程	12年
山西省太原生态环境监测中心	李芳	女	43	高级工程师	环境科学	19年
	王文婷	女	39	高级工程师	环境监测	12年
	毛雨廷	男	43	高级工程师	环境工程	18年
武汉智惠国测检测科技有限公司	张小莉	女	39	技术负责人/高级工程师	环境工程	16年
	宋丹桥	男	34	分析部部长/工程师	高分子材料与工程	10年
	陈林杰	男	27	工程师	药学	6年

验证单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限
	杨北鸿	男	30	工程师	化学	3年
	皮宇轩	男	28	助理工程师	核工程与核技术	5年
	王斯雯	女	27	助理工程师	应用化学	5年
浙江人欣检测研究院股份有限公司	萧震宁	男	30	中级工程师	生物工程	7年
	高英	女	36	中级工程师	生物技术及应用	15年
	刘赛赛	男	32	中级工程师	化学工程与工艺	7年
	郑广韬	男	34	中级工程师	环境工程	8年

表 42 方法验证实验室仪器情况

验证单位	仪器名称	规格型号	出厂编号
广西壮族自治区生态环境监测中心	气相色谱仪	安捷伦 7890B	17113184
	氮吹浓缩仪	ATR AutoVapS8	AV1610N20124
	分液漏斗振荡器	MMV-1000W	61700095
	氮吹浓缩仪	普利泰科 EVA32	00631-20200821-181A
	平行蒸发仪	睿科 MPE	143160526
广东省中山生态环境监测站	气相色谱仪	安捷伦 6890N	US10642056
	全自动氮吹浓缩仪	TurboVap II	203801872
	机械振荡器	GGC-C2000A	CZ24080206
江苏省徐州环境监测中心	气相色谱仪	安捷伦 7890B	CN15453046
	氮吹浓缩仪	Biotage TurboVap II	TV1437N20609
江苏康达检测技术股份有限公司	气相色谱仪	岛津 Nexis GC-2030	C12255501197SA
	高通量真空平行浓缩仪	MPE	11417120015
山西省太原生态环境监测中心	气相色谱仪	安捷伦 7890A	US12181008
	氮吹仪	TTL-DC II 型	0406221
	马弗炉	5E-MF6000	1520703148
武汉智惠国检测科技有限公司	气相色谱仪	福立9790Plus	9790P1845
	高通量真空平行浓缩仪	MPE	143160150
浙江人欣检测研究院股份有限公司	气相色谱仪	磐诺A91PLUS	201011003
	针式氮吹仪	MTN-5800	MTN1704022
	马弗炉	SX2-2.5-10TP	160616789

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

7家验证实验室根据各自仪器灵敏度，在空白水样中加标进行检出限验证，加标浓度在0.005 μg/L~0.010 μg/L之间，为估计检出限的3~5倍，测定7次，计算标准偏差，检出限用公式： $MDL = S \times t_{(n-1,0.99)}$ （连续分析7个样品，在99%的置信区间， $t_{6,0.99} = 3.143$ ）计算，其中： $t_{(n-1,0.99)}$ 为置信度为99%、自由度为 $n-1$ 时的 t 值； n 为重复分析的样品数，测定下限为4倍检出限。7家验证实验室空白加标计算所得检出限，26种有机氯农药检出限在0.002 μg/L~0.006 μg/L之间，测定下限在0.008 μg/L~0.024 μg/L之间。

7家实验室检出限、测定下限数据表见表43~表49。

表 43 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024. 6～2024. 9

化合物	1	2	3	4	5	6	7	S	方法检 出限	测定下 限	仪器检出 限
六氯苯	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0003	0.002	0.008	0.0002
α-六六六	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0004	0.002	0.008	0.0002
γ-六六六	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.0004	0.002	0.008	0.0002
β-六六六	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.0003
七氯	0.012	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.012	0.0006	0.002	0.008	0.0002
δ-六六六	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.0003	0.002	0.008	0.0002
艾氏剂	0.008	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.0005	0.002	0.008	0.0002
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.010	0.009	0.008	0.010	0.009	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0002
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.0005
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.0002
o,p'-滴滴伊	0.011	0.011	0.009	0.011	0.011	0.011	0.010	0.0008	0.003	0.012	0.0007
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.009	0.010	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0002
硫丹 I (α-硫丹)	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.0002
p,p'-滴滴伊	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0004	0.002	0.008	0.0003
狄氏剂	0.010	0.012	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0008	0.003	0.012	0.0003
o,p'-滴滴涕	0.012	0.011	0.009	0.011	0.012	0.011	0.009	0.0013	0.005	0.020	0.0002
异狄氏剂	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.0007	0.003	0.012	0.0007
o,p'-滴滴涕	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.0006	0.002	0.008	0.0008
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.0006
硫丹 II (β-硫丹)	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.0005
p,p'-DDT	0.011	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.012	0.0005	0.002	0.008	0.0008
异狄氏醛	0.011	0.012	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.0006	0.002	0.008	0.0007
硫丹硫酸酯	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0006	0.003	0.012	0.0006
甲氧滴滴涕	0.011	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.011	0.0008	0.003	0.012	0.0002
异狄氏酮	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.0007	0.003	0.012	0.0006
灭蚁灵	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0006	0.003	0.012	0.0007

表 44 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	7	S	方法检 出限	测定下 限	仪器检出 限
六氯苯	0.009	0.010	0.010	0.010	0.008	0.008	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.00005
α-六六六	0.005	0.005	0.005	0.006	0.005	0.005	0.005	0.0003	0.001	0.004	0.00005
γ-六六六	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0004	0.001	0.004	0.00005
β-六六六	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.0005	0.001	0.004	0.00001
七氯	0.005	0.005	0.004	0.005	0.004	0.004	0.005	0.0004	0.001	0.004	0.00001
δ-六六六	0.007	0.006	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	0.0005	0.002	0.008	0.00010
艾氏剂	0.005	0.005	0.004	0.005	0.004	0.005	0.005	0.0005	0.002	0.008	0.00010
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.005	0.006	0.005	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0005	0.001	0.004	0.00010
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.010	0.010	0.010	0.010	0.012	0.012	0.011	0.0009	0.003	0.012	0.00020
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.00010
o,p'-滴滴伊	0.005	0.005	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.0005	0.002	0.008	0.00050
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.005	0.006	0.006	0.005	0.005	0.005	0.005	0.0003	0.001	0.004	0.00010
硫丹 I (α-硫丹)	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.010	0.0007	0.002	0.008	0.00010
p,p'-滴滴伊	0.005	0.005	0.005	0.006	0.005	0.005	0.005	0.0004	0.001	0.004	0.00010
狄氏剂	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.006	0.006	0.0007	0.002	0.008	0.00010
o,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.0004	0.001	0.004	0.00050
异狄氏剂	0.006	0.005	0.005	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0003	0.001	0.004	0.00005
o,p'-滴滴涕	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.0005	0.002	0.008	0.00010
p,p'-滴滴涕	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.0004	0.001	0.004	0.00010
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.0004	0.001	0.004	0.00005
p,p'-滴滴涕	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.00005
异狄氏剂醛	0.009	0.012	0.011	0.012	0.010	0.011	0.011	0.0009	0.003	0.012	0.00001
硫丹硫酸酯	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.0005	0.002	0.008	0.00005
甲氧滴滴涕	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.00010
异狄氏剂酮	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.00005
灭蚁灵	0.009	0.010	0.010	0.010	0.008	0.008	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.00010

表 45 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	7	S	方法检 出限	测定下 限	仪器检 出限
六氯苯	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.00005
α-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.00005
γ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.00005
β-六六六	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.00005
七氯	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0004	0.001	0.004	0.00005
δ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.0005	0.001	0.004	0.00005
艾氏剂	0.008	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.007	0.0011	0.004	0.016	0.00005
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.00005
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.008	0.0009	0.003	0.012	0.00005
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.00005
o,p'-滴滴伊	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.007	0.0012	0.004	0.016	0.0001
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.00005
硫丹 I (α-硫丹)	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.00005
p,p'-滴滴伊	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.00005
狄氏剂	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.00005
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0008	0.003	0.012	0.0001
异狄氏剂	0.009	0.011	0.010	0.010	0.008	0.009	0.011	0.0012	0.004	0.016	0.00005
o,p'-滴滴涕	0.010	0.011	0.010	0.010	0.009	0.009	0.011	0.0007	0.002	0.008	0.00005
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.00005
硫丹 II (β-硫丹)	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.008	0.0008	0.003	0.012	0.00005
p,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.010	0.009	0.008	0.008	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.0001
异狄氏剂醛	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.008	0.0009	0.003	0.012	0.0001
硫丹硫酸酯	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0003	0.001	0.004	0.0001
甲氧滴滴涕	0.009	0.011	0.010	0.010	0.008	0.008	0.013	0.0018	0.006	0.024	0.0002
异狄氏剂酮	0.010	0.012	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0011	0.003	0.012	0.0001
灭蚊灵	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.0001

表 46 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	7	S	方法检出 限	测定下 限	仪器检 出限
六氯苯	0.008	0.008	0.007	0.008	0.009	0.009	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.001
α-六六六	0.008	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.001
γ-六六六	0.010	0.010	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.001
β-六六六	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.002
七氯	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.001
δ-六六六	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.001
艾氏剂	0.007	0.008	0.008	0.009	0.008	0.009	0.007	0.0007	0.003	0.012	0.001
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.007	0.0008	0.003	0.012	0.001
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.0007	0.003	0.012	0.001
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.008	0.010	0.009	0.009	0.009	0.0007	0.003	0.012	0.001
o,p'-滴滴伊	0.008	0.009	0.008	0.009	0.007	0.008	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.002
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.010	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.0007	0.003	0.012	0.001
硫丹 I (α-硫丹)	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.007	0.007	0.0007	0.003	0.012	0.001
p,p'-滴滴伊	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.002
狄氏剂	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.0008	0.003	0.012	0.002
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.009	0.0009	0.003	0.012	0.002
异狄氏剂	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.007	0.0008	0.003	0.012	0.002
o,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.002
p,p'-滴滴涕	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.002
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.007	0.008	0.009	0.008	0.008	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.002
p,p'-滴滴涕	0.008	0.007	0.007	0.009	0.008	0.008	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.002
异狄氏剂醛	0.009	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.002
硫丹硫酸酯	0.009	0.007	0.009	0.008	0.007	0.007	0.008	0.0007	0.003	0.012	0.002
甲氧滴滴涕	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.008	0.0009	0.003	0.012	0.003
异狄氏剂酮	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.009	0.0008	0.003	0.012	0.002
灭蚊灵	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.002

表 47 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	7	S	方法检 出限	测定 下限	仪器 检出 限
六氯苯	0.008	0.006	0.007	0.008	0.009	0.008	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.0005
α-六六六	0.012	0.010	0.010	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0008	0.002	0.008	0.0005
γ-六六六	0.013	0.012	0.012	0.013	0.011	0.013	0.012	0.0008	0.002	0.008	0.0005
β-六六六	0.008	0.007	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.001
七氯	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.012	0.0007	0.002	0.008	0.001
δ-六六六	0.010	0.010	0.012	0.011	0.010	0.010	0.011	0.0007	0.002	0.008	0.001
艾氏剂	0.010	0.009	0.009	0.011	0.011	0.011	0.011	0.0007	0.002	0.008	0.001
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.011	0.009	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.0009	0.003	0.012	0.001
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.011	0.011	0.0004	0.002	0.008	0.001
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.0008	0.003	0.012	0.001
o,p'-滴滴伊	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.001
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.012	0.010	0.009	0.010	0.011	0.012	0.012	0.0009	0.003	0.012	0.001
硫丹 I (α-硫丹)	0.009	0.007	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.001
p,p'-滴滴伊	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.013	0.0007	0.002	0.008	0.001
狄氏剂	0.011	0.009	0.008	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0009	0.003	0.012	0.001
o,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.008	0.0005	0.002	0.008	0.002
异狄氏剂	0.013	0.010	0.010	0.012	0.011	0.011	0.012	0.0010	0.003	0.012	0.002
o,p'-滴滴涕	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	0.012	0.012	0.0008	0.002	0.008	0.002
p,p'-滴滴涕	0.010	0.011	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.0007	0.002	0.008	0.002
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.007	0.006	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.001
p,p'-滴滴涕	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.0007	0.002	0.008	0.002
异狄氏剂醛	0.011	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0007	0.002	0.008	0.002
硫丹硫酸酯	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.0006	0.002	0.008	0.001
甲氧滴滴涕	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0004	0.002	0.008	0.002
异狄氏剂酮	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0008	0.003	0.012	0.001
灭蚁灵	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.001

表 48 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：武汉智惠国测检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	方法检出限	测定下限	仪器检出限
六氯苯	0.008	0.008	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.0008	0.002	0.008	0.0004
α-六六六	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0004	0.001	0.004	0.0004
γ-六六六	0.008	0.008	0.009	0.010	0.009	0.008	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.0004
β-六六六	0.009	0.007	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.0009
七氯	0.009	0.008	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.0005
δ-六六六	0.008	0.008	0.009	0.010	0.009	0.008	0.008	0.0008	0.002	0.008	0.0004
艾氏剂	0.008	0.009	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.0007	0.002	0.008	0.0006
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0004	0.001	0.004	0.0006
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0005	0.001	0.004	0.0006
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0010
o,p'-滴滴伊	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.008	0.0004	0.001	0.004	0.0010
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0005	0.001	0.004	0.0008
硫丹 I (α-硫丹)	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0004	0.001	0.004	0.0008
p,p'-滴滴伊	0.008	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.0008
狄氏剂	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.0005	0.002	0.008	0.0007
o,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0014
异狄氏剂	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.0005	0.001	0.004	0.0010
o,p'-滴滴涕	0.009	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0003	0.001	0.004	0.0008
p,p'-滴滴涕	0.009	0.008	0.008	0.009	0.010	0.009	0.008	0.0006	0.002	0.008	0.0012
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.007	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.0009
p,p'-滴滴涕	0.009	0.008	0.007	0.009	0.009	0.010	0.009	0.0007	0.002	0.008	0.0012
异狄氏剂醛	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0008	0.003	0.012	0.0011
硫丹硫酸酯	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.008	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.0011
甲氧滴滴涕	0.009	0.008	0.008	0.010	0.009	0.009	0.009	0.0008	0.002	0.008	0.0019
异狄氏剂酮	0.009	0.007	0.009	0.008	0.010	0.008	0.009	0.0008	0.002	0.008	0.0008
灭蚊灵	0.009	0.009	0.008	0.010	0.009	0.009	0.007	0.0009	0.003	0.012	0.0020

表 49 方法检出限、测定下限测试数据表（单位：μg/L）

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	7	S	方法检出限	测定下限	仪器检出限
六氯苯	0.009	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.0002
α-六六六	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0004	0.002	0.008	0.0004
γ-六六六	0.008	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.0004
β-六六六	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0005	0.002	0.008	0.0004
七氯	0.009	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0004	0.002	0.008	0.0003
δ-六六六	0.006	0.006	0.008	0.006	0.007	0.007	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.0004
艾氏剂	0.009	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.010	0.0007	0.003	0.012	0.0004
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0003
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.007	0.008	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.0004	0.002	0.008	0.0003
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.007	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0003
o,p'-滴滴伊	0.009	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.008	0.0005	0.002	0.008	0.0003
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0003
硫丹 I (α-硫丹)	0.006	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.0005	0.002	0.008	0.0004
p,p'-滴滴伊	0.006	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.0004	0.002	0.008	0.0004
狄氏剂	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.0004	0.002	0.008	0.0004
o,p'-滴滴涕	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.0003	0.001	0.004	0.0004
异狄氏剂	0.011	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.0007	0.003	0.012	0.0002
o,p'-滴滴涕	0.006	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	0.006	0.0006	0.002	0.008	0.0004
p,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.008	0.0004	0.002	0.008	0.0003
硫丹 II (β-硫丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	0.0006	0.002	0.008	0.0002
p,p'-滴滴涕	0.008	0.009	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.0005	0.002	0.008	0.0004
异狄氏剂醛	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.0005	0.002	0.008	0.0003
硫丹硫酸酯	0.007	0.007	0.007	0.008	0.008	0.006	0.007	0.0006	0.002	0.008	0.0002
甲氧滴滴涕	0.009	0.010	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.0006	0.002	0.008	0.0003
异狄氏剂酮	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.0003	0.001	0.004	0.0002
灭蚊灵	0.007	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.009	0.0005	0.002	0.008	0.0003

1.3 方法精密度测试数据

地表水、地下水、生活污水、工业废水均由验证单位自行采集。华东和华南地区验证实验室自行采集海水,华北和华中地区验证实验室海水由编制组提供,为江苏连云港近海海水。因此,7家验证实验室的地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水均非统一样品。采取空白和实际样品基体加标进行精密度验证。实验室空白加标 0.010 µg/L、0.050 µg/L 和 0.200 µg/L;地表水加标 0.050 µg/L;地下水加标 0.010 µg/L;海水加标 0.200 µg/L;生活污水加标 0.450 µg/L;工业废水加标 0.450 µg/L。每种类型水样平行测定 6 次,分别计算各类型样品测定的平均值、标准偏差、相对标准偏差。

7 家实验室空白加标、地表水加标、地下水加标、海水加标、生活污水加标和工业废水加标精密度验证数据见表 50~表 105。

表 50 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0004	4.4
α-六六六	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0004	3.8
γ-六六六	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.0004	4.2
β-六六六	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0007	7.2
七氯	0.012	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.012	0.0005	4.8
δ-六六六	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.0003	3.4
艾氏剂	0.008	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.0005	6.9
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.010	0.009	0.008	0.010	0.009	0.009	0.0005	5.2
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.0006	5.3
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0005	5.3
o,p'-滴滴伊	0.011	0.011	0.009	0.011	0.011	0.011	0.011	0.0007	6.5
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.009	0.010	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0005	5.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0006	6.1
p,p'-滴滴伊	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0005	5.0
狄氏剂	0.010	0.012	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0009	8.8
o,p'-滴滴涕	0.012	0.011	0.009	0.011	0.012	0.011	0.011	0.0010	11
异狄氏剂	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.0007	5.9
o,p'-滴滴涕	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.0006	6.0
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0005	4.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010	0.0007	6.7
p,p'-滴滴涕	0.011	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.011	0.0005	4.4
异狄氏剂醛	0.011	0.012	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.0006	5.9
硫丹硫酸酯	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0007	5.8
甲氧滴滴涕	0.011	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0008	8.1
异狄氏剂酮	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.0008	7.3
灭蚁灵	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0007	7.2

表 51 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.044	0.042	0.043	0.044	0.043	0.043	0.043	0.0008	1.8
α-六六六	0.039	0.040	0.038	0.039	0.040	0.038	0.039	0.0008	2.0
γ-六六六	0.041	0.042	0.041	0.041	0.042	0.040	0.041	0.0006	1.5
β-六六六	0.046	0.047	0.046	0.046	0.048	0.045	0.046	0.0010	2.1
七氯	0.046	0.046	0.046	0.045	0.049	0.046	0.046	0.0010	3.1
δ-六六六	0.040	0.042	0.040	0.041	0.041	0.040	0.041	0.0007	1.8
艾氏剂	0.035	0.035	0.035	0.036	0.035	0.035	0.035	0.0004	1.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.042	0.042	0.042	0.042	0.044	0.043	0.042	0.0010	2.3
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.049	0.048	0.047	0.052	0.053	0.052	0.050	0.0030	5.3
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.040	0.041	0.041	0.041	0.042	0.040	0.041	0.0006	1.5
o,p'-滴滴伊	0.052	0.051	0.049	0.056	0.057	0.055	0.053	0.0030	5.7
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.041	0.042	0.041	0.042	0.042	0.041	0.042	0.0004	0.9
硫丹 I (α-硫丹)	0.042	0.043	0.043	0.043	0.043	0.042	0.042	0.0003	0.8
p,p'-滴滴伊	0.040	0.040	0.040	0.041	0.041	0.040	0.040	0.0003	0.9
狄氏剂	0.043	0.045	0.044	0.043	0.047	0.043	0.044	0.0010	3.2
o,p'-滴滴涕	0.053	0.052	0.051	0.058	0.057	0.056	0.055	0.0030	5.4
异狄氏剂	0.064	0.060	0.060	0.058	0.056	0.057	0.059	0.0030	4.9
o,p'-滴滴涕	0.048	0.048	0.049	0.049	0.049	0.049	0.049	0.0006	1.1
p,p'-滴滴涕	0.044	0.042	0.046	0.046	0.042	0.045	0.044	0.0020	4.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.048	0.048	0.049	0.049	0.049	0.048	0.049	0.0005	1.0
p,p'-滴滴涕	0.047	0.048	0.049	0.048	0.049	0.049	0.048	0.0009	1.9
异狄氏剂醛	0.049	0.052	0.052	0.051	0.052	0.051	0.051	0.0010	2.1
硫丹硫酸酯	0.055	0.055	0.056	0.056	0.055	0.054	0.055	0.0006	1.0
甲氧滴滴涕	0.060	0.060	0.061	0.061	0.061	0.060	0.060	0.0006	1.0
异狄氏剂酮	0.049	0.050	0.051	0.051	0.051	0.050	0.050	0.0009	1.8
灭蚁灵	0.050	0.050	0.051	0.050	0.051	0.050	0.050	0.0005	1.0

表 52 空白加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.172	0.191	0.177	0.168	0.195	0.184	0.181	0.011	5.9
α-六六六	0.172	0.185	0.175	0.168	0.190	0.182	0.178	0.008	4.6
γ-六六六	0.175	0.188	0.179	0.171	0.193	0.188	0.182	0.009	4.7
β-六六六	0.182	0.194	0.186	0.179	0.199	0.194	0.189	0.008	4.2
七氯	0.166	0.183	0.167	0.164	0.189	0.178	0.174	0.011	6.0
δ-六六六	0.182	0.195	0.185	0.179	0.200	0.196	0.190	0.009	4.5
艾氏剂	0.144	0.158	0.146	0.140	0.162	0.155	0.151	0.008	5.6
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.190	0.205	0.192	0.185	0.210	0.205	0.198	0.010	5.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.192	0.207	0.194	0.187	0.212	0.206	0.200	0.010	5.1
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.190	0.205	0.192	0.185	0.210	0.205	0.198	0.010	5.1
o,p'-滴滴伊	0.196	0.210	0.197	0.191	0.215	0.210	0.203	0.010	4.9
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.193	0.208	0.194	0.188	0.213	0.208	0.201	0.010	5.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.197	0.213	0.197	0.192	0.218	0.211	0.205	0.011	5.1
p,p'-滴滴伊	0.195	0.210	0.194	0.190	0.218	0.209	0.203	0.011	5.5
狄氏剂	0.206	0.224	0.204	0.200	0.228	0.220	0.214	0.012	5.5
o,p'-滴滴涕	0.225	0.227	0.208	0.221	0.231	0.223	0.223	0.008	3.5
异狄氏剂	0.245	0.251	0.242	0.240	0.251	0.259	0.248	0.007	2.8
o,p'-滴滴涕	0.205	0.221	0.201	0.201	0.227	0.221	0.213	0.011	5.4
p,p'-滴滴涕	0.198	0.217	0.197	0.194	0.226	0.214	0.208	0.013	6.2
硫丹 II (β-硫丹)	0.211	0.231	0.210	0.205	0.237	0.226	0.220	0.013	5.9
p,p'-滴滴涕	0.207	0.227	0.202	0.203	0.232	0.223	0.216	0.013	6.1
异狄氏剂醛	0.185	0.205	0.184	0.182	0.208	0.206	0.195	0.013	6.4
硫丹硫酸酯	0.227	0.251	0.223	0.220	0.255	0.244	0.237	0.015	6.4
甲氧滴滴涕	0.231	0.263	0.235	0.232	0.265	0.262	0.248	0.017	6.8
异狄氏剂酮	0.207	0.230	0.207	0.200	0.235	0.228	0.218	0.015	7.0
灭蚁灵	0.213	0.231	0.207	0.206	0.234	0.230	0.220	0.013	5.7

表 53 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.009	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.0002	2.9
α-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0002	1.5
γ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0002	1.8
β-六六六	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0003	3.0
七氯	0.011	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.011	0.0003	2.7
δ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.0002	2.3
艾氏剂	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0002	1.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.0003	3.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.0003	2.9
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0002	2.4
o,p'-滴滴伊	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.0003	3.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.0003	3.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.0004	3.7
p,p'-滴滴伊	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0003	2.8
狄氏剂	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.011	0.0003	2.4
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0005	4.6
异狄氏剂	0.011	0.013	0.012	0.011	0.012	0.013	0.012	0.0008	6.4
o,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.0004	4.1
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0003	3.1
硫丹 II (β-硫丹)	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.0005	4.7
p,p'-滴滴涕	0.011	0.012	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011	0.0004	3.5
异狄氏剂醛	0.012	0.013	0.012	0.011	0.011	0.013	0.012	0.0009	7.3
硫丹硫酸酯	0.011	0.012	0.011	0.010	0.011	0.012	0.011	0.0006	5.5
甲氧滴滴涕	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.0006	6.5
异狄氏剂酮	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0004	3.8
灭蚁灵	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.011	0.009	0.0007	7.6

表 54 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.046	0.046	0.046	0.048	0.046	0.045	0.046	0.0009	2.0
α-六六六	0.042	0.042	0.041	0.043	0.043	0.041	0.042	0.0008	1.9
γ-六六六	0.044	0.044	0.043	0.046	0.045	0.043	0.044	0.0009	2.1
β-六六六	0.047	0.046	0.046	0.047	0.047	0.045	0.046	0.0008	1.7
七氯	0.044	0.043	0.044	0.046	0.044	0.043	0.044	0.0011	2.5
δ-六六六	0.052	0.051	0.050	0.054	0.052	0.050	0.052	0.0014	2.7
艾氏剂	0.042	0.042	0.045	0.044	0.043	0.042	0.043	0.0014	3.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.047	0.047	0.047	0.050	0.048	0.046	0.047	0.0014	2.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.048	0.047	0.047	0.050	0.049	0.046	0.048	0.0014	3.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.047	0.047	0.046	0.050	0.048	0.045	0.047	0.0015	3.1
o,p'-滴滴伊	0.049	0.048	0.048	0.051	0.049	0.047	0.049	0.0016	3.3
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.048	0.048	0.048	0.051	0.049	0.047	0.048	0.0014	2.9
硫丹 I (α-硫丹)	0.049	0.049	0.048	0.052	0.050	0.047	0.049	0.0016	3.2
p,p'-滴滴伊	0.049	0.048	0.047	0.052	0.049	0.046	0.048	0.0020	4.1
狄氏剂	0.051	0.049	0.050	0.052	0.053	0.047	0.050	0.0021	4.1
o,p'-滴滴涕	0.062	0.062	0.061	0.062	0.064	0.060	0.062	0.0013	2.1
异狄氏剂	0.064	0.061	0.063	0.064	0.065	0.060	0.063	0.0019	3.1
o,p'-滴滴涕	0.055	0.054	0.054	0.059	0.056	0.053	0.055	0.0022	4.0
p,p'-滴滴涕	0.049	0.049	0.048	0.051	0.051	0.046	0.049	0.0019	3.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.055	0.055	0.054	0.058	0.057	0.053	0.055	0.0021	3.8
p,p'-滴滴涕	0.042	0.041	0.042	0.045	0.043	0.041	0.042	0.0016	3.7
异狄氏剂醛	0.048	0.046	0.048	0.055	0.049	0.047	0.049	0.0031	6.3
硫丹硫酸酯	0.049	0.047	0.048	0.052	0.049	0.047	0.048	0.0019	3.9
甲氧滴滴涕	0.045	0.044	0.044	0.047	0.046	0.043	0.045	0.0014	3.1
异狄氏剂酮	0.047	0.047	0.048	0.051	0.049	0.046	0.048	0.0015	3.2
灭蚁灵	0.046	0.046	0.046	0.048	0.046	0.045	0.046	0.0009	2.0

表 55 海水加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.203	0.168	0.186	0.197	0.177	0.184	0.186	0.013	6.9
α-六六六	0.200	0.163	0.184	0.194	0.172	0.181	0.182	0.014	7.5
γ-六六六	0.204	0.168	0.189	0.197	0.176	0.186	0.187	0.013	7.1
β-六六六	0.206	0.174	0.194	0.201	0.183	0.191	0.192	0.012	6.1
七氯	0.199	0.164	0.186	0.194	0.177	0.185	0.184	0.012	6.8
δ-六六六	0.208	0.174	0.197	0.201	0.184	0.194	0.193	0.012	6.3
艾氏剂	0.197	0.162	0.183	0.190	0.173	0.181	0.181	0.012	6.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.217	0.180	0.205	0.209	0.194	0.203	0.201	0.013	6.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.218	0.182	0.206	0.211	0.197	0.205	0.203	0.012	6.1
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.212	0.176	0.200	0.204	0.190	0.199	0.197	0.012	6.3
o,p'-滴滴伊	0.216	0.180	0.205	0.208	0.195	0.204	0.201	0.012	6.2
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.221	0.182	0.209	0.212	0.198	0.208	0.205	0.013	6.6
硫丹 I (α-硫丹)	0.223	0.186	0.212	0.215	0.202	0.210	0.208	0.013	6.1
p,p'-滴滴伊	0.222	0.183	0.211	0.213	0.202	0.212	0.207	0.013	6.5
狄氏剂	0.231	0.196	0.221	0.222	0.214	0.220	0.217	0.012	5.4
o,p'-滴滴涕	0.236	0.201	0.226	0.227	0.221	0.227	0.223	0.012	5.3
异狄氏剂	0.215	0.179	0.207	0.204	0.187	0.198	0.198	0.013	6.7
o,p'-滴滴涕	0.238	0.198	0.228	0.228	0.217	0.229	0.223	0.014	6.3
p,p'-滴滴涕	0.236	0.200	0.220	0.227	0.218	0.221	0.220	0.012	5.4
硫丹 II (β-硫丹)	0.240	0.208	0.234	0.231	0.231	0.237	0.230	0.011	5.0
p,p'-滴滴涕	0.244	0.204	0.235	0.233	0.226	0.239	0.230	0.014	6.2
异狄氏剂醛	0.240	0.205	0.234	0.220	0.228	0.226	0.226	0.012	5.4
硫丹硫酸酯	0.260	0.224	0.257	0.248	0.248	0.259	0.250	0.014	5.4
甲氧滴滴涕	0.195	0.167	0.188	0.184	0.184	0.190	0.185	0.010	5.2
异狄氏剂酮	0.247	0.208	0.242	0.235	0.240	0.247	0.237	0.015	6.2
灭蚁灵	0.248	0.206	0.240	0.234	0.226	0.243	0.233	0.015	6.5

表 56 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.337	0.343	0.382	0.335	0.336	0.359	0.349	0.019	5.3
α-六六六	0.352	0.356	0.385	0.351	0.349	0.386	0.363	0.017	4.8
γ-六六六	0.358	0.358	0.378	0.356	0.351	0.389	0.365	0.015	4.1
β-六六六	0.356	0.351	0.378	0.354	0.344	0.381	0.361	0.015	4.2
七氯	0.348	0.349	0.396	0.351	0.344	0.379	0.361	0.021	5.9
δ-六六六	0.373	0.365	0.377	0.371	0.359	0.401	0.374	0.015	3.9
艾氏剂	0.358	0.354	0.338	0.356	0.348	0.383	0.356	0.015	4.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.372	0.361	0.341	0.370	0.355	0.400	0.367	0.020	5.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.383	0.371	0.386	0.381	0.365	0.348	0.372	0.014	3.8
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.370	0.359	0.326	0.368	0.353	0.393	0.362	0.022	6.1
o,p'-滴滴伊	0.367	0.354	0.392	0.365	0.349	0.332	0.360	0.020	5.6
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.372	0.361	0.399	0.371	0.354	0.402	0.377	0.020	5.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.378	0.366	0.402	0.377	0.359	0.408	0.382	0.020	5.1
p,p'-滴滴伊	0.382	0.370	0.417	0.382	0.365	0.413	0.388	0.022	5.6
狄氏剂	0.396	0.345	0.345	0.395	0.373	0.427	0.380	0.032	8.5
o,p'-滴滴滴	0.387	0.373	0.492	0.388	0.368	0.354	0.394	0.050	13
异狄氏剂	0.479	0.460	0.415	0.478	0.455	0.502	0.465	0.030	6.4
o,p'-滴滴涕	0.392	0.380	0.415	0.396	0.376	0.428	0.398	0.020	5.1
p,p'-滴滴滴	0.395	0.384	0.423	0.394	0.375	0.436	0.401	0.023	5.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.393	0.377	0.413	0.393	0.370	0.426	0.395	0.021	5.4
p,p'-滴滴涕	0.403	0.388	0.429	0.409	0.386	0.443	0.410	0.023	5.5
异狄氏剂醛	0.359	0.358	0.387	0.368	0.359	0.394	0.371	0.016	4.3
硫丹硫酸酯	0.422	0.408	0.445	0.425	0.404	0.460	0.427	0.022	5.1
甲氧滴滴涕	0.420	0.408	0.450	0.426	0.404	0.458	0.428	0.022	5.2
异狄氏剂酮	0.393	0.372	0.418	0.398	0.377	0.434	0.399	0.024	6.0
灭蚁灵	0.364	0.352	0.386	0.370	0.350	0.398	0.370	0.019	5.1

表 57 工业废水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.325	0.343	0.369	0.337	0.330	0.362	0.344	0.018	5.1
α-六六六	0.339	0.356	0.396	0.352	0.342	0.389	0.362	0.024	6.7
γ-六六六	0.343	0.357	0.401	0.358	0.342	0.393	0.366	0.025	6.9
β-六六六	0.342	0.350	0.393	0.355	0.336	0.386	0.360	0.024	6.6
七氯	0.326	0.340	0.382	0.344	0.325	0.377	0.349	0.025	7.1
δ-六六六	0.356	0.364	0.418	0.374	0.347	0.408	0.378	0.029	7.6
艾氏剂	0.342	0.353	0.397	0.357	0.334	0.389	0.362	0.025	7.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.355	0.358	0.414	0.370	0.341	0.406	0.374	0.029	7.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.366	0.370	0.359	0.381	0.352	0.353	0.364	0.011	3.1
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.354	0.358	0.407	0.369	0.340	0.400	0.371	0.027	7.2
o,p'-滴滴伊	0.352	0.354	0.344	0.365	0.337	0.338	0.348	0.011	3.1
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.356	0.360	0.417	0.371	0.341	0.408	0.376	0.030	8.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.362	0.365	0.423	0.377	0.345	0.414	0.381	0.031	8.1
p,p'-滴滴伊	0.367	0.370	0.429	0.382	0.350	0.420	0.386	0.031	8.1
狄氏剂	0.377	0.377	0.443	0.393	0.356	0.434	0.397	0.035	8.7
o,p'-滴滴涕	0.371	0.372	0.365	0.386	0.354	0.358	0.368	0.011	3.1
异狄氏剂	0.456	0.452	0.548	0.484	0.417	0.534	0.482	0.051	10
o,p'-滴滴涕	0.372	0.374	0.442	0.392	0.352	0.434	0.394	0.036	9.2
p,p'-滴滴涕	0.376	0.384	0.452	0.389	0.358	0.443	0.400	0.038	9.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.372	0.374	0.430	0.383	0.352	0.422	0.389	0.031	7.9
p,p'-滴滴涕	0.382	0.384	0.459	0.401	0.358	0.449	0.406	0.040	9.9
异狄氏剂醛	0.353	0.348	0.435	0.377	0.348	0.416	0.380	0.038	9.9
硫丹硫酸酯	0.382	0.409	0.481	0.424	0.385	0.470	0.425	0.042	9.9
甲氧滴滴涕	0.411	0.412	0.483	0.417	0.385	0.474	0.430	0.039	9.1
异狄氏剂酮	0.376	0.387	0.445	0.391	0.363	0.436	0.400	0.033	8.3
灭蚁灵	0.353	0.357	0.420	0.368	0.334	0.408	0.373	0.034	9.0

表 58 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.011	0.010	0.0005	5.1
α-六六六	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0006	5.7
γ-六六六	0.011	0.011	0.012	0.010	0.010	0.010	0.011	0.0008	7.3
β-六六六	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0008	7.8
七氯	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0005	4.8
δ-六六六	0.011	0.011	0.013	0.010	0.011	0.010	0.011	0.0008	7.5
艾氏剂	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.0004	6.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0003	3.3
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0003	3.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.0003	3.8
o,p'-滴滴伊	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0003	3.5
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0002	2.8
硫丹 I (α-硫丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0002	2.1
p,p'-滴滴伊	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0003	3.2
狄氏剂	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0003	4.1
o,p'-滴滴涕	0.010	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	0.011	0.0003	3.2
异狄氏剂	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0003	3.3
o,p'-滴滴涕	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0003	3.3
p,p'-滴滴涕	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0003	3.0
硫丹 II (β-硫丹)	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011	0.011	0.0003	3.1
p,p'-滴滴涕	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0002	2.7
异狄氏剂醛	0.010	0.009	0.012	0.010	0.011	0.010	0.010	0.0009	8.5
硫丹硫酸酯	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0004	4.3
甲氧滴滴涕	0.007	0.007	0.007	0.008	0.006	0.008	0.007	0.0005	6.4
异狄氏剂酮	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0003	3.2
灭蚁灵	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0003	3.6

表 59 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.041	0.042	0.042	0.043	0.046	0.041	0.042	0.0021	4.9
α-六六六	0.041	0.040	0.038	0.039	0.041	0.040	0.040	0.0011	2.7
γ-六六六	0.041	0.040	0.038	0.040	0.041	0.039	0.040	0.0010	2.6
β-六六六	0.050	0.047	0.044	0.045	0.050	0.046	0.047	0.0025	5.2
七氯	0.045	0.044	0.046	0.046	0.054	0.045	0.047	0.0035	7.5
δ-六六六	0.044	0.043	0.041	0.042	0.045	0.042	0.043	0.0013	3.1
艾氏剂	0.045	0.046	0.046	0.046	0.048	0.045	0.046	0.0012	2.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.044	0.047	0.048	0.047	0.050	0.047	0.047	0.0017	3.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.044	0.045	0.049	0.053	0.049	0.049	0.048	0.0033	6.9
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.041	0.040	0.039	0.040	0.041	0.039	0.040	0.0009	2.3
o,p'-滴滴伊	0.040	0.039	0.038	0.039	0.040	0.038	0.039	0.0009	2.4
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.039	0.038	0.037	0.038	0.039	0.037	0.038	0.0011	2.8
硫丹 I (α-硫丹)	0.043	0.050	0.042	0.043	0.044	0.042	0.044	0.0028	6.4
p,p'-滴滴伊	0.056	0.054	0.059	0.055	0.064	0.057	0.058	0.0036	6.3
狄氏剂	0.051	0.044	0.042	0.042	0.052	0.050	0.047	0.0045	9.6
o,p'-滴滴涕	0.054	0.054	0.054	0.052	0.058	0.054	0.054	0.0018	3.4
异狄氏剂	0.045	0.044	0.043	0.044	0.045	0.043	0.044	0.0008	1.8
o,p'-滴滴涕	0.048	0.046	0.046	0.045	0.047	0.049	0.047	0.0018	3.8
p,p'-滴滴涕	0.048	0.049	0.046	0.048	0.051	0.045	0.048	0.0020	4.1
硫丹 II (β-硫丹)	0.051	0.051	0.050	0.050	0.052	0.050	0.051	0.0010	2.0
p,p'-滴滴涕	0.049	0.047	0.045	0.048	0.047	0.045	0.047	0.0017	3.7
异狄氏剂醛	0.053	0.054	0.047	0.057	0.047	0.047	0.051	0.0045	8.7
硫丹硫酸酯	0.045	0.043	0.041	0.042	0.043	0.042	0.043	0.0014	3.2
甲氧滴滴涕	0.050	0.046	0.046	0.047	0.051	0.047	0.048	0.0022	4.7
异狄氏剂酮	0.046	0.049	0.047	0.046	0.048	0.052	0.048	0.0021	4.3
灭蚁灵	0.049	0.049	0.050	0.048	0.052	0.048	0.049	0.0013	2.6

表 60 空白加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.154	0.165	0.163	0.162	0.179	0.165	0.165	0.0080	4.9
α-六六六	0.170	0.177	0.175	0.176	0.188	0.175	0.177	0.0061	3.4
γ-六六六	0.174	0.181	0.178	0.180	0.192	0.179	0.181	0.0061	3.4
β-六六六	0.182	0.192	0.193	0.196	0.206	0.194	0.194	0.0077	4.0
七氯	0.162	0.173	0.171	0.171	0.188	0.175	0.173	0.0086	5.0
δ-六六六	0.178	0.190	0.184	0.185	0.196	0.182	0.186	0.0063	3.4
艾氏剂	0.134	0.147	0.136	0.135	0.146	0.133	0.139	0.0061	4.4
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.190	0.198	0.186	0.190	0.200	0.189	0.192	0.0055	2.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.184	0.196	0.188	0.187	0.200	0.187	0.190	0.0060	3.1
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.170	0.179	0.174	0.175	0.186	0.173	0.176	0.0055	3.1
o,p'-滴滴伊	0.163	0.173	0.168	0.168	0.178	0.168	0.170	0.0050	3.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.172	0.181	0.182	0.177	0.189	0.176	0.179	0.0058	3.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.191	0.200	0.191	0.194	0.202	0.189	0.195	0.0054	2.8
p,p'-滴滴伊	0.183	0.191	0.184	0.183	0.202	0.182	0.187	0.0077	4.1
狄氏剂	0.200	0.211	0.202	0.199	0.205	0.193	0.202	0.0061	3.0
o,p'-滴滴滴	0.205	0.219	0.208	0.222	0.211	0.198	0.210	0.0088	4.2
异狄氏剂	0.213	0.225	0.214	0.215	0.222	0.207	0.216	0.0068	3.2
o,p'-滴滴涕	0.190	0.201	0.188	0.195	0.196	0.183	0.192	0.0065	3.4
p,p'-滴滴滴	0.197	0.210	0.198	0.200	0.199	0.186	0.198	0.0076	3.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.196	0.201	0.197	0.203	0.199	0.183	0.197	0.0070	3.6
p,p'-滴滴涕	0.190	0.200	0.194	0.192	0.196	0.180	0.192	0.0066	3.4
异狄氏剂醛	0.212	0.213	0.191	0.206	0.186	0.175	0.197	0.0156	7.9
硫丹硫酸酯	0.195	0.202	0.217	0.217	0.202	0.195	0.205	0.0098	4.8
甲氧滴滴涕	0.142	0.157	0.147	0.158	0.176	0.161	0.157	0.0118	7.5
异狄氏剂酮	0.182	0.188	0.186	0.188	0.203	0.185	0.189	0.0072	3.8
灭蚊灵	0.173	0.181	0.179	0.179	0.195	0.178	0.181	0.0074	4.1

表 61 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0004	4.2
α-六六六	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0004	4.4
γ-六六六	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007	0.0003	4.4
β-六六六	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0002	2.4
七氯	0.011	0.011	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0004	3.2
δ-六六六	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0007	8.1
艾氏剂	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0005	7.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.010	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.0003	3.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0004	3.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.0004	4.2
o,p'-滴滴伊	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011	0.0003	2.8
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.0004	4.7
硫丹 I (α-硫丹)	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0002	1.6
p,p'-滴滴伊	0.010	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.0006	6.3
狄氏剂	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0005	5.2
o,p'-滴滴涕	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0003	3.1
异狄氏剂	0.011	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0004	3.4
o,p'-滴滴涕	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0002	1.5
p,p'-滴滴涕	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0005	4.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0003	4.2
p,p'-滴滴涕	0.008	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.009	0.0006	7.0
异狄氏剂醛	0.006	0.009	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.0008	11
硫丹硫酸酯	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.0008	7.3
甲氧滴滴涕	0.011	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.0008	6.6
异狄氏剂酮	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.0003	2.8
灭蚁灵	0.012	0.012	0.012	0.009	0.013	0.012	0.012	0.0012	9.9

表 62 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.052	0.051	0.048	0.050	0.048	0.049	0.050	0.0016	3.3
α-六六六	0.056	0.056	0.052	0.055	0.052	0.054	0.054	0.0017	3.2
γ-六六六	0.054	0.054	0.051	0.053	0.051	0.052	0.053	0.0015	2.8
β-六六六	0.057	0.056	0.051	0.054	0.054	0.050	0.054	0.0025	4.7
七氯	0.047	0.046	0.044	0.046	0.044	0.045	0.045	0.0015	3.3
δ-六六六	0.053	0.054	0.050	0.053	0.051	0.051	0.052	0.0016	3.1
艾氏剂	0.033	0.033	0.030	0.032	0.030	0.035	0.032	0.0019	5.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.051	0.050	0.047	0.050	0.048	0.050	0.049	0.0014	2.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.052	0.052	0.048	0.051	0.049	0.051	0.050	0.0015	3.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.043	0.043	0.040	0.042	0.041	0.042	0.042	0.0013	3.2
o,p'-滴滴伊	0.040	0.039	0.036	0.038	0.037	0.038	0.038	0.0013	3.3
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.046	0.046	0.042	0.048	0.043	0.048	0.045	0.0024	5.3
硫丹 I (α-硫丹)	0.049	0.049	0.047	0.048	0.047	0.049	0.048	0.0011	2.3
p,p'-滴滴伊	0.052	0.052	0.048	0.052	0.050	0.055	0.051	0.0023	4.5
狄氏剂	0.051	0.050	0.047	0.049	0.048	0.050	0.049	0.0014	2.8
o,p'-滴滴涕	0.053	0.053	0.051	0.053	0.052	0.054	0.053	0.0009	1.8
异狄氏剂	0.052	0.051	0.048	0.052	0.050	0.050	0.050	0.0015	3.1
o,p'-滴滴涕	0.048	0.048	0.045	0.047	0.046	0.047	0.047	0.0012	2.6
p,p'-滴滴涕	0.048	0.048	0.046	0.048	0.046	0.045	0.047	0.0014	3.1
硫丹 II (β-硫丹)	0.052	0.052	0.050	0.053	0.051	0.051	0.051	0.0012	2.3
p,p'-滴滴涕	0.049	0.049	0.046	0.048	0.048	0.055	0.049	0.0032	6.4
异狄氏剂醛	0.043	0.053	0.043	0.043	0.043	0.047	0.045	0.0040	8.9
硫丹硫酸酯	0.043	0.046	0.041	0.042	0.042	0.042	0.043	0.0015	3.6
甲氧滴滴涕	0.047	0.045	0.045	0.047	0.046	0.045	0.046	0.0013	2.8
异狄氏剂酮	0.048	0.049	0.046	0.047	0.047	0.047	0.047	0.0009	1.8
灭蚁灵	0.044	0.044	0.042	0.046	0.043	0.043	0.044	0.0015	3.4

表 63 海水加标 0.200 $\mu\text{g/L}$ 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	S ($\mu\text{g/L}$)	RSD/%
六氯苯	0.188	0.186	0.178	0.176	0.183	0.180	0.182	0.0048	2.6
α -六六六	0.199	0.195	0.187	0.187	0.190	0.189	0.191	0.0049	2.5
γ -六六六	0.203	0.198	0.190	0.190	0.193	0.192	0.194	0.0050	2.6
β -六六六	0.207	0.210	0.201	0.196	0.204	0.204	0.204	0.0049	2.4
七氯	0.190	0.183	0.178	0.177	0.182	0.177	0.181	0.0050	2.7
δ -六六六	0.203	0.201	0.192	0.190	0.192	0.192	0.195	0.0056	2.9
艾氏剂	0.137	0.133	0.127	0.121	0.130	0.126	0.129	0.0054	4.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.208	0.203	0.195	0.195	0.197	0.196	0.199	0.0052	2.6
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.205	0.201	0.192	0.193	0.195	0.194	0.197	0.0051	2.6
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.197	0.192	0.184	0.185	0.187	0.186	0.188	0.0051	2.7
o,p' -滴滴伊	0.196	0.190	0.182	0.185	0.187	0.185	0.187	0.0050	2.7
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.201	0.196	0.189	0.188	0.190	0.189	0.192	0.0053	2.8
硫丹 I (α -硫丹)	0.203	0.197	0.189	0.190	0.192	0.191	0.194	0.0052	2.7
p,p' -滴滴伊	0.195	0.189	0.181	0.183	0.185	0.183	0.186	0.0052	2.8
狄氏剂	0.206	0.202	0.194	0.195	0.196	0.195	0.198	0.0049	2.5
o,p' -滴滴涕	0.212	0.205	0.197	0.201	0.201	0.200	0.203	0.0052	2.5
异狄氏剂	0.215	0.211	0.202	0.203	0.204	0.204	0.207	0.0054	2.6
o,p' -滴滴涕	0.205	0.198	0.190	0.193	0.191	0.191	0.195	0.0055	2.8
p,p' -滴滴涕	0.207	0.200	0.192	0.194	0.193	0.193	0.197	0.0057	2.9
硫丹 II (β -硫丹)	0.207	0.205	0.193	0.194	0.193	0.192	0.197	0.0069	3.5
p,p' -滴滴涕	0.204	0.199	0.190	0.193	0.192	0.191	0.195	0.0055	2.8
异狄氏剂醛	0.173	0.193	0.176	0.178	0.163	0.164	0.175	0.0110	6.3
硫丹硫酸酯	0.205	0.212	0.196	0.194	0.189	0.186	0.197	0.0097	4.9
甲氧滴滴涕	0.169	0.166	0.157	0.163	0.159	0.155	0.161	0.0053	3.3
异狄氏剂酮	0.206	0.204	0.194	0.195	0.195	0.193	0.198	0.0056	2.8
灭蚁灵	0.198	0.193	0.185	0.188	0.190	0.187	0.190	0.0044	2.3

表 64 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.467	0.502	0.491	0.475	0.440	0.477	0.475	0.0213	4.5
α-六六六	0.515	0.549	0.549	0.527	0.488	0.529	0.526	0.0231	4.4
γ-六六六	0.515	0.550	0.547	0.528	0.489	0.529	0.526	0.0224	4.3
β-六六六	0.491	0.521	0.517	0.503	0.463	0.499	0.499	0.0211	4.2
七氯	0.494	0.519	0.516	0.509	0.463	0.501	0.500	0.0205	4.1
δ-六六六	0.500	0.537	0.534	0.508	0.479	0.515	0.512	0.0216	4.2
艾氏剂	0.481	0.510	0.497	0.526	0.451	0.496	0.493	0.0255	5.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.520	0.545	0.539	0.525	0.484	0.532	0.524	0.0218	4.2
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.533	0.558	0.552	0.538	0.496	0.546	0.537	0.0222	4.1
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.467	0.485	0.478	0.472	0.431	0.477	0.468	0.0195	4.2
o,p'-滴滴伊	0.414	0.428	0.421	0.418	0.378	0.422	0.414	0.0179	4.3
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.513	0.539	0.529	0.520	0.476	0.527	0.517	0.0221	4.3
硫丹 I (α-硫丹)	0.499	0.522	0.515	0.505	0.462	0.510	0.502	0.0214	4.3
p,p'-滴滴伊	0.538	0.565	0.556	0.545	0.496	0.553	0.542	0.0244	4.5
狄氏剂	0.525	0.550	0.545	0.524	0.486	0.540	0.528	0.0234	4.4
o,p'-滴滴涕	0.533	0.566	0.553	0.562	0.500	0.553	0.544	0.0247	4.5
异狄氏剂	0.546	0.566	0.566	0.543	0.503	0.559	0.547	0.0235	4.3
o,p'-滴滴涕	0.513	0.538	0.530	0.509	0.474	0.526	0.515	0.0228	4.4
p,p'-滴滴涕	0.521	0.546	0.542	0.498	0.470	0.528	0.517	0.0289	5.6
硫丹 II (β-硫丹)	0.520	0.557	0.543	0.486	0.485	0.527	0.520	0.0295	5.7
p,p'-滴滴涕	0.515	0.540	0.532	0.520	0.476	0.532	0.519	0.0229	4.4
异狄氏剂醛	0.411	0.458	0.447	0.342	0.391	0.421	0.411	0.0419	10
硫丹硫酸酯	0.441	0.494	0.481	0.410	0.439	0.469	0.456	0.0312	6.9
甲氧滴滴涕	0.469	0.501	0.497	0.441	0.444	0.494	0.474	0.0272	5.7
异狄氏剂酮	0.493	0.531	0.523	0.461	0.472	0.511	0.498	0.0281	5.6
灭蚁灵	0.489	0.516	0.506	0.485	0.452	0.504	0.492	0.0225	4.6

表 65 工业废水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.414	0.407	0.410	0.420	0.420	0.414	0.414	0.0053	1.3
α-六六六	0.428	0.427	0.438	0.439	0.441	0.440	0.435	0.0062	1.4
γ-六六六	0.416	0.413	0.422	0.422	0.424	0.421	0.420	0.0043	1.0
β-六六六	0.421	0.410	0.418	0.438	0.442	0.456	0.431	0.0173	4.0
七氯	0.407	0.407	0.414	0.417	0.417	0.408	0.411	0.0048	1.2
δ-六六六	0.405	0.402	0.410	0.408	0.414	0.404	0.407	0.0042	1.0
艾氏剂	0.358	0.354	0.365	0.373	0.375	0.372	0.366	0.0086	2.4
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.411	0.408	0.415	0.418	0.421	0.414	0.415	0.0046	1.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.390	0.392	0.399	0.402	0.405	0.397	0.397	0.0057	1.4
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.359	0.364	0.370	0.377	0.380	0.368	0.370	0.0081	2.2
o,p'-滴滴伊	0.391	0.405	0.413	0.424	0.435	0.419	0.414	0.0152	3.7
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.364	0.369	0.375	0.378	0.383	0.372	0.374	0.0069	1.9
硫丹 I (α-硫丹)	0.372	0.382	0.386	0.388	0.395	0.381	0.384	0.0075	2.0
p,p'-滴滴伊	0.347	0.353	0.359	0.361	0.368	0.357	0.358	0.0072	2.0
狄氏剂	0.386	0.385	0.389	0.393	0.391	0.379	0.387	0.0049	1.3
o,p'-滴滴涕	0.364	0.381	0.364	0.421	0.416	0.397	0.391	0.0252	6.5
异狄氏剂	0.387	0.388	0.389	0.389	0.388	0.376	0.386	0.0053	1.4
o,p'-滴滴涕	0.344	0.346	0.349	0.345	0.350	0.337	0.345	0.0047	1.4
p,p'-滴滴涕	0.352	0.353	0.355	0.352	0.356	0.336	0.351	0.0075	2.1
硫丹 II (β-硫丹)	0.344	0.350	0.353	0.360	0.363	0.335	0.351	0.0101	2.9
p,p'-滴滴涕	0.345	0.342	0.348	0.342	0.347	0.328	0.342	0.0073	2.1
异狄氏剂醛	0.306	0.304	0.302	0.303	0.303	0.292	0.302	0.0048	1.6
硫丹硫酸酯	0.362	0.362	0.362	0.368	0.367	0.354	0.363	0.0050	1.4
甲氧滴滴涕	0.378	0.351	0.386	0.371	0.377	0.363	0.371	0.0125	3.4
异狄氏剂酮	0.362	0.358	0.360	0.355	0.361	0.346	0.357	0.0059	1.7
灭蚊灵	0.327	0.321	0.325	0.316	0.321	0.311	0.320	0.0059	1.8

表 66 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0003	3.3
α-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0001	1.2
γ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0001	0.7
β-六六六	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0004	4.0
七氯	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0004	4.1
δ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0001	1.2
艾氏剂	0.008	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0008	7.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0003	3.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0004	3.6
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0004	3.6
o,p'-滴滴伊	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.0007	6.5
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	0.0004	3.5
硫丹 I (α-硫丹)	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0001	1.1
p,p'-滴滴伊	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0001	0.8
狄氏剂	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0003	2.9
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0003	3.4
异狄氏剂	0.009	0.011	0.010	0.010	0.008	0.009	0.009	0.0011	11
o,p'-滴滴涕	0.010	0.011	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0008	7.6
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0002	2.4
硫丹 II (β-硫丹)	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0007	6.7
p,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.009	0.009	0.008	0.008	0.009	0.0010	9.7
异狄氏剂醛	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.0003	2.9
硫丹硫酸酯	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0003	3.3
甲氧滴滴涕	0.009	0.011	0.010	0.010	0.008	0.008	0.009	0.0010	13
异狄氏剂酮	0.010	0.012	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0013	11
灭蚁灵	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0011	2.0

表 67 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.041	0.042	0.030	0.036	0.038	0.043	0.038	0.005	13
α-六六六	0.041	0.042	0.030	0.039	0.040	0.044	0.039	0.005	13
γ-六六六	0.041	0.042	0.032	0.041	0.041	0.044	0.040	0.004	10
β-六六六	0.042	0.044	0.038	0.046	0.046	0.046	0.044	0.003	6.9
七氯	0.040	0.040	0.032	0.042	0.042	0.046	0.040	0.005	12
δ-六六六	0.042	0.043	0.041	0.050	0.048	0.048	0.045	0.004	8.2
艾氏剂	0.041	0.043	0.030	0.030	0.035	0.046	0.037	0.007	18
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.044	0.045	0.036	0.043	0.042	0.043	0.042	0.003	7.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.045	0.048	0.036	0.044	0.044	0.046	0.044	0.004	8.9
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.043	0.045	0.037	0.045	0.045	0.046	0.044	0.003	7.3
o,p'-滴滴伊	0.046	0.049	0.038	0.045	0.045	0.046	0.045	0.004	8.4
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.043	0.044	0.037	0.044	0.044	0.045	0.043	0.003	7.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.042	0.044	0.037	0.044	0.043	0.045	0.043	0.003	6.3
p,p'-滴滴伊	0.044	0.045	0.039	0.046	0.044	0.043	0.043	0.002	5.7
狄氏剂	0.044	0.045	0.040	0.046	0.044	0.044	0.044	0.002	5.1
o,p'-滴滴涕	0.048	0.050	0.042	0.049	0.048	0.046	0.047	0.003	6.0
异狄氏剂	0.039	0.039	0.036	0.044	0.042	0.045	0.041	0.004	8.6
o,p'-滴滴涕	0.042	0.043	0.036	0.046	0.044	0.047	0.043	0.004	9.4
p,p'-滴滴涕	0.045	0.046	0.042	0.049	0.048	0.048	0.047	0.003	5.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.044	0.046	0.044	0.051	0.049	0.049	0.047	0.003	6.1
p,p'-滴滴涕	0.047	0.048	0.032	0.055	0.053	0.058	0.049	0.009	18
异狄氏剂醛	0.051	0.052	0.033	0.049	0.049	0.052	0.048	0.007	16
硫丹硫酸酯	0.046	0.048	0.048	0.054	0.052	0.052	0.050	0.003	6.1
甲氧滴滴涕	0.054	0.055	0.048	0.060	0.061	0.070	0.058	0.008	13
异狄氏剂酮	0.054	0.056	0.053	0.061	0.061	0.062	0.058	0.004	6.6
灭蚁灵	0.052	0.052	0.049	0.057	0.056	0.055	0.054	0.003	5.8

表 68 空白加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.165	0.163	0.166	0.166	0.170	0.181	0.168	0.006	3.8
α-六六六	0.163	0.162	0.165	0.165	0.168	0.180	0.167	0.007	3.9
γ-六六六	0.161	0.160	0.163	0.161	0.167	0.180	0.165	0.008	4.6
β-六六六	0.170	0.169	0.172	0.172	0.176	0.188	0.174	0.007	4.1
七氯	0.158	0.157	0.161	0.161	0.163	0.180	0.163	0.008	5.2
δ-六六六	0.160	0.157	0.161	0.157	0.165	0.181	0.163	0.009	5.6
艾氏剂	0.165	0.164	0.166	0.167	0.170	0.182	0.169	0.007	4.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.164	0.164	0.167	0.167	0.176	0.188	0.171	0.009	5.5
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.165	0.167	0.168	0.168	0.172	0.185	0.171	0.007	4.2
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.163	0.165	0.168	0.168	0.172	0.185	0.170	0.008	4.6
o,p'-滴滴伊	0.164	0.168	0.169	0.169	0.172	0.185	0.171	0.007	4.3
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.162	0.160	0.164	0.159	0.170	0.186	0.167	0.010	6.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.163	0.165	0.168	0.168	0.171	0.184	0.170	0.007	4.4
p,p'-滴滴伊	0.167	0.171	0.173	0.174	0.176	0.190	0.175	0.008	4.5
狄氏剂	0.166	0.170	0.172	0.173	0.176	0.189	0.174	0.008	4.5
o,p'-滴滴涕	0.170	0.177	0.176	0.177	0.180	0.192	0.179	0.007	4.0
异狄氏剂	0.156	0.162	0.168	0.168	0.165	0.188	0.168	0.011	6.5
o,p'-滴滴涕	0.158	0.162	0.165	0.165	0.167	0.187	0.167	0.010	5.9
p,p'-滴滴涕	0.171	0.173	0.174	0.174	0.177	0.192	0.177	0.008	4.3
硫丹 II (β-硫丹)	0.168	0.170	0.171	0.172	0.175	0.189	0.174	0.008	4.3
p,p'-滴滴涕	0.163	0.163	0.167	0.167	0.169	0.189	0.170	0.010	5.8
异狄氏剂醛	0.170	0.170	0.173	0.173	0.177	0.193	0.176	0.009	5.0
硫丹硫酸酯	0.166	0.165	0.169	0.168	0.171	0.191	0.172	0.010	5.7
甲氧滴滴涕	0.169	0.165	0.169	0.169	0.170	0.187	0.171	0.008	4.5
异狄氏剂酮	0.174	0.171	0.173	0.174	0.178	0.195	0.177	0.009	5.1
灭蚁灵	0.178	0.177	0.180	0.183	0.186	0.199	0.184	0.008	4.4

表 69 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.010	0.010	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0008	9.3
α-六六六	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0006	5.9
γ-六六六	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0004	4.3
β-六六六	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.0006	6.3
七氯	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.0007	7.1
δ-六六六	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0005	4.5
艾氏剂	0.013	0.011	0.010	0.011	0.010	0.013	0.011	0.0014	12
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.007	0.009	0.00089	9.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.008	0.009	0.0005	6.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.010	0.010	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0007	8.2
o,p'-滴滴伊	0.009	0.009	0.008	0.007	0.009	0.007	0.008	0.0008	10
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.008	0.009	0.010	0.009	0.008	0.007	0.009	0.0010	11
硫丹 I (α-硫丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.007	0.009	0.0007	7.6
p,p'-滴滴伊	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0004	4.6
狄氏剂	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.010	0.0007	6.9
o,p'-滴滴涕	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.007	0.008	0.0009	11
异狄氏剂	0.008	0.009	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0005	6.5
o,p'-滴滴涕	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0005	5.6
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.009	0.010	0.011	0.009	0.010	0.0006	6.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.0006	6.8
p,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.006	0.008	0.008	0.007	0.008	0.0008	9.5
异狄氏剂醛	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.008	0.0005	5.8
硫丹硫酸酯	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.008	0.009	0.0006	6.5
甲氧滴滴涕	0.009	0.009	0.006	0.007	0.009	0.011	0.009	0.0073	18
异狄氏剂酮	0.012	0.012	0.011	0.010	0.010	0.008	0.010	0.0016	14
灭蚁灵	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.012	0.010	0.0014	9.2

表 70 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.041	0.043	0.043	0.042	0.042	0.041	0.042	0.001	2.7
α-六六六	0.041	0.044	0.043	0.042	0.042	0.041	0.042	0.001	2.9
γ-六六六	0.041	0.044	0.044	0.043	0.042	0.041	0.042	0.001	2.8
β-六六六	0.042	0.045	0.045	0.044	0.044	0.042	0.044	0.001	2.8
七氯	0.042	0.045	0.044	0.044	0.040	0.040	0.043	0.002	5.4
δ-六六六	0.041	0.044	0.044	0.043	0.043	0.042	0.043	0.001	3.1
艾氏剂	0.041	0.044	0.044	0.042	0.043	0.041	0.042	0.001	2.9
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.044	0.046	0.046	0.045	0.045	0.044	0.045	0.001	2.3
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.041	0.048	0.048	0.044	0.048	0.045	0.046	0.003	6.2
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.042	0.045	0.045	0.044	0.045	0.043	0.044	0.001	2.4
o,p'-滴滴伊	0.041	0.049	0.049	0.045	0.049	0.046	0.046	0.003	6.7
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.042	0.045	0.044	0.044	0.044	0.043	0.044	0.001	2.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.042	0.044	0.044	0.043	0.044	0.042	0.043	0.001	2.0
p,p'-滴滴伊	0.043	0.045	0.045	0.044	0.045	0.044	0.044	0.001	2.2
狄氏剂	0.043	0.045	0.045	0.044	0.045	0.044	0.044	0.001	2.0
o,p'-滴滴涕	0.043	0.050	0.050	0.047	0.050	0.048	0.048	0.003	5.4
异狄氏剂	0.053	0.051	0.046	0.054	0.039	0.039	0.047	0.007	14
o,p'-滴滴涕	0.048	0.051	0.048	0.049	0.043	0.042	0.047	0.003	7.5
p,p'-滴滴涕	0.045	0.045	0.047	0.047	0.046	0.045	0.046	0.001	2.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.043	0.043	0.046	0.045	0.046	0.044	0.045	0.001	2.9
p,p'-滴滴涕	0.055	0.047	0.046	0.049	0.038	0.047	0.047	0.006	12
异狄氏剂醛	0.049	0.041	0.046	0.046	0.046	0.051	0.046	0.003	7.1
硫丹硫酸酯	0.046	0.050	0.049	0.049	0.048	0.046	0.048	0.002	3.5
甲氧滴滴涕	0.049	0.057	0.064	0.065	0.052	0.057	0.057	0.006	11
异狄氏剂酮	0.041	0.045	0.057	0.056	0.056	0.055	0.052	0.007	13
灭蚁灵	0.040	0.045	0.053	0.052	0.052	0.051	0.049	0.005	11

表 71 海水加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.183	0.190	0.173	0.174	0.183	0.185	0.181	0.007	3.6
α-六六六	0.186	0.194	0.177	0.175	0.187	0.189	0.185	0.007	3.9
γ-六六六	0.180	0.187	0.169	0.170	0.179	0.182	0.178	0.007	3.9
β-六六六	0.181	0.190	0.179	0.175	0.187	0.187	0.183	0.006	3.1
七氯	0.184	0.192	0.176	0.173	0.185	0.188	0.183	0.007	4.0
δ-六六六	0.172	0.177	0.166	0.167	0.174	0.176	0.172	0.005	2.7
艾氏剂	0.157	0.167	0.155	0.153	0.162	0.162	0.159	0.005	3.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.181	0.188	0.178	0.175	0.187	0.186	0.182	0.005	2.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.188	0.195	0.181	0.177	0.190	0.191	0.187	0.007	3.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.187	0.192	0.180	0.176	0.189	0.189	0.185	0.006	3.4
o,p'-滴滴伊	0.185	0.191	0.179	0.175	0.188	0.187	0.184	0.006	3.3
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.175	0.179	0.164	0.164	0.172	0.174	0.171	0.006	3.5
硫丹 I (α-硫丹)	0.186	0.192	0.180	0.177	0.189	0.189	0.185	0.006	3.1
p,p'-滴滴伊	0.183	0.191	0.185	0.179	0.191	0.190	0.187	0.005	2.6
狄氏剂	0.186	0.194	0.186	0.181	0.194	0.193	0.189	0.006	3.0
o,p'-滴滴涕	0.186	0.193	0.189	0.182	0.195	0.192	0.189	0.005	2.5
异狄氏剂	0.228	0.227	0.211	0.203	0.220	0.222	0.218	0.010	4.4
o,p'-滴滴涕	0.189	0.192	0.185	0.178	0.192	0.189	0.187	0.005	2.9
p,p'-滴滴涕	0.182	0.190	0.184	0.177	0.191	0.187	0.185	0.005	2.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.197	0.201	0.191	0.188	0.199	0.200	0.196	0.006	2.9
p,p'-滴滴涕	0.192	0.194	0.188	0.181	0.195	0.190	0.190	0.005	2.7
异狄氏剂醛	0.186	0.185	0.181	0.178	0.188	0.188	0.184	0.004	2.3
硫丹硫酸酯	0.200	0.199	0.191	0.186	0.198	0.198	0.195	0.005	2.8
甲氧滴滴涕	0.209	0.206	0.192	0.170	0.186	0.187	0.192	0.014	7.5
异狄氏剂酮	0.195	0.194	0.183	0.175	0.187	0.187	0.187	0.007	3.9
灭蚁灵	0.188	0.195	0.187	0.179	0.194	0.192	0.189	0.006	3.1

表 72 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.404	0.410	0.394	0.391	0.407	0.392	0.400	0.008	2.1
α-六六六	0.404	0.407	0.394	0.390	0.405	0.392	0.399	0.007	1.9
γ-六六六	0.407	0.408	0.396	0.389	0.406	0.392	0.399	0.008	2.1
β-六六六	0.404	0.407	0.395	0.390	0.407	0.393	0.399	0.008	1.9
七氯	0.406	0.409	0.397	0.384	0.411	0.387	0.399	0.012	2.9
δ-六六六	0.414	0.411	0.401	0.390	0.412	0.392	0.403	0.010	2.6
艾氏剂	0.400	0.409	0.392	0.388	0.406	0.388	0.397	0.009	2.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.406	0.415	0.397	0.394	0.404	0.394	0.402	0.008	2.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.424	0.410	0.400	0.396	0.409	0.398	0.406	0.010	2.6
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.404	0.413	0.395	0.392	0.411	0.393	0.401	0.009	2.4
o,p'-滴滴伊	0.424	0.411	0.401	0.397	0.410	0.399	0.407	0.010	2.5
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.416	0.418	0.399	0.392	0.419	0.389	0.405	0.014	3.4
硫丹 I (α-硫丹)	0.405	0.415	0.397	0.395	0.412	0.398	0.404	0.009	2.1
p,p'-滴滴伊	0.406	0.416	0.394	0.395	0.414	0.397	0.404	0.010	2.4
狄氏剂	0.408	0.418	0.399	0.397	0.416	0.398	0.406	0.009	2.3
o,p'-滴滴涕	0.424	0.412	0.400	0.397	0.410	0.398	0.407	0.010	2.6
异狄氏剂	0.427	0.432	0.421	0.404	0.413	0.384	0.414	0.017	4.2
o,p'-滴滴涕	0.407	0.413	0.400	0.388	0.411	0.390	0.402	0.011	2.7
p,p'-滴滴涕	0.407	0.416	0.399	0.394	0.416	0.392	0.404	0.011	2.6
硫丹 II (β-硫丹)	0.406	0.415	0.398	0.394	0.415	0.395	0.404	0.010	2.5
p,p'-滴滴涕	0.407	0.412	0.398	0.384	0.409	0.388	0.400	0.012	2.9
异狄氏剂醛	0.409	0.416	0.403	0.401	0.423	0.412	0.411	0.008	2.0
硫丹硫酸酯	0.407	0.415	0.402	0.391	0.414	0.396	0.404	0.010	2.4
甲氧滴滴涕	0.415	0.421	0.409	0.391	0.409	0.384	0.405	0.014	3.5
异狄氏剂酮	0.405	0.409	0.399	0.382	0.407	0.394	0.399	0.010	2.5
灭蚁灵	0.405	0.415	0.399	0.387	0.407	0.389	0.400	0.011	2.7

表 73 工业废水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.348	0.360	0.366	0.377	0.375	0.376	0.367	0.012	3.2
α-六六六	0.376	0.389	0.397	0.404	0.404	0.406	0.396	0.011	2.9
γ-六六六	0.360	0.372	0.360	0.377	0.376	0.387	0.372	0.010	2.8
β-六六六	0.302	0.311	0.335	0.345	0.343	0.324	0.327	0.017	5.3
七氯	0.362	0.373	0.378	0.384	0.387	0.389	0.379	0.010	2.7
δ-六六六	0.347	0.358	0.362	0.366	0.364	0.371	0.361	0.008	2.3
艾氏剂	0.334	0.342	0.344	0.351	0.350	0.352	0.345	0.007	2.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.337	0.345	0.353	0.357	0.355	0.356	0.351	0.008	2.3
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.382	0.395	0.401	0.404	0.406	0.406	0.399	0.009	2.3
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.347	0.356	0.363	0.367	0.365	0.364	0.360	0.007	2.0
o,p'-滴滴伊	0.357	0.363	0.372	0.374	0.372	0.371	0.368	0.007	1.9
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.345	0.352	0.359	0.365	0.372	0.364	0.360	0.010	2.7
硫丹 I (α-硫丹)	0.351	0.360	0.369	0.371	0.370	0.367	0.365	0.008	2.1
p,p'-滴滴伊	0.369	0.374	0.383	0.384	0.381	0.381	0.378	0.006	1.5
狄氏剂	0.356	0.365	0.373	0.377	0.375	0.375	0.370	0.008	2.2
o,p'-滴滴涕	0.394	0.399	0.412	0.408	0.407	0.408	0.405	0.007	1.6
异狄氏剂	0.420	0.433	0.442	0.442	0.445	0.444	0.438	0.010	2.2
o,p'-滴滴涕	0.367	0.377	0.385	0.382	0.386	0.385	0.381	0.007	1.9
p,p'-滴滴涕	0.377	0.382	0.393	0.390	0.388	0.389	0.386	0.006	1.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.374	0.379	0.386	0.390	0.387	0.389	0.384	0.006	1.7
p,p'-滴滴涕	0.367	0.364	0.382	0.381	0.375	0.375	0.374	0.007	2.0
异狄氏剂醛	0.352	0.343	0.358	0.363	0.355	0.355	0.354	0.007	1.9
硫丹硫酸酯	0.383	0.392	0.396	0.401	0.400	0.399	0.395	0.007	1.7
甲氧滴滴涕	0.390	0.399	0.411	0.412	0.411	0.412	0.406	0.009	2.2
异狄氏剂酮	0.382	0.384	0.395	0.392	0.390	0.389	0.389	0.005	1.3
灭蚁灵	0.359	0.353	0.366	0.350	0.349	0.347	0.354	0.007	2.0

表 74 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.008	0.008	0.007	0.008	0.009	0.009	0.008	0.00077	9.3
α-六六六	0.008	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.00076	8.2
γ-六六六	0.010	0.010	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.00078	7.7
β-六六六	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.00072	8.6
七氯	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.00081	9.1
δ-六六六	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.00079	8.0
艾氏剂	0.007	0.008	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.00066	8.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.00070	8.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.011	0.010	0.00077	8.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.008	0.010	0.009	0.009	0.009	0.00074	8.1
o,p'-滴滴伊	0.008	0.009	0.008	0.009	0.007	0.008	0.008	0.00066	8.1
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.010	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.00072	8.3
硫丹 I (α-硫丹)	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.007	0.008	0.00070	9.0
p,p'-滴滴伊	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.00052	6.0
狄氏剂	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.00083	9.4
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.00092	9.1
异狄氏剂	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.00061	6.9
o,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.00055	6.4
p,p'-滴滴涕	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.00055	5.8
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.007	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.00052	6.4
p,p'-滴滴涕	0.008	0.007	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.00063	7.9
异狄氏剂醛	0.009	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.008	0.00061	7.9
硫丹硫酸酯	0.009	0.007	0.009	0.008	0.007	0.007	0.008	0.00072	9.1
甲氧滴滴涕	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.00038	3.6
异狄氏剂酮	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.008	0.00045	5.9
灭蚁灵	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.00065	7.3

表 75 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.041	0.040	0.049	0.042	0.043	0.049	0.044	0.0040	9.1
α-六六六	0.037	0.037	0.043	0.039	0.040	0.044	0.040	0.0032	8.1
γ-六六六	0.038	0.038	0.044	0.040	0.041	0.046	0.041	0.0034	8.2
β-六六六	0.041	0.039	0.046	0.041	0.043	0.048	0.043	0.0033	7.7
七氯	0.044	0.043	0.050	0.045	0.047	0.048	0.046	0.0025	5.4
δ-六六六	0.037	0.037	0.043	0.038	0.038	0.044	0.040	0.0032	8.1
艾氏剂	0.036	0.038	0.040	0.036	0.035	0.041	0.038	0.0024	6.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.040	0.038	0.043	0.039	0.039	0.043	0.040	0.0021	5.2
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.042	0.039	0.043	0.040	0.040	0.043	0.041	0.0016	3.9
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.043	0.040	0.046	0.041	0.042	0.047	0.043	0.0027	6.2
o,p'-滴滴伊	0.036	0.036	0.040	0.037	0.038	0.043	0.039	0.0028	7.4
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.036	0.037	0.041	0.037	0.039	0.043	0.039	0.0028	7.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.037	0.037	0.041	0.039	0.039	0.044	0.040	0.0028	7.1
p,p'-滴滴伊	0.043	0.040	0.043	0.042	0.040	0.047	0.043	0.0027	6.4
狄氏剂	0.042	0.038	0.041	0.040	0.040	0.042	0.041	0.0015	3.8
o,p'-滴滴涕	0.042	0.040	0.046	0.043	0.041	0.047	0.043	0.0030	6.8
异狄氏剂	0.044	0.039	0.047	0.043	0.044	0.047	0.044	0.0030	6.7
o,p'-滴滴涕	0.045	0.037	0.045	0.043	0.043	0.046	0.043	0.0033	7.6
p,p'-滴滴涕	0.041	0.038	0.037	0.035	0.037	0.042	0.038	0.0024	6.4
硫丹 II (β-硫丹)	0.039	0.037	0.043	0.039	0.040	0.044	0.040	0.0025	6.2
p,p'-滴滴涕	0.041	0.037	0.044	0.040	0.041	0.046	0.041	0.0030	7.3
异狄氏剂醛	0.036	0.038	0.042	0.036	0.039	0.044	0.039	0.0032	8.3
硫丹硫酸酯	0.038	0.037	0.042	0.038	0.038	0.045	0.040	0.0033	8.3
甲氧滴滴涕	0.040	0.038	0.045	0.041	0.041	0.041	0.041	0.0021	5.2
异狄氏剂酮	0.041	0.038	0.045	0.040	0.040	0.043	0.041	0.0023	5.6
灭蚁灵	0.052	0.045	0.051	0.049	0.048	0.047	0.049	0.0025	5.2

表 76 空白加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.174	0.177	0.185	0.162	0.158	0.158	0.169	0.0111	6.6
α-六六六	0.176	0.180	0.188	0.163	0.156	0.156	0.170	0.0135	7.9
γ-六六六	0.172	0.175	0.183	0.159	0.154	0.154	0.166	0.0121	7.3
β-六六六	0.165	0.172	0.182	0.155	0.153	0.154	0.164	0.0117	7.1
七氯	0.175	0.179	0.184	0.164	0.157	0.155	0.169	0.0121	7.2
δ-六六六	0.177	0.182	0.191	0.165	0.160	0.162	0.173	0.0125	7.2
艾氏剂	0.160	0.163	0.169	0.147	0.142	0.143	0.154	0.0115	7.4
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.168	0.171	0.176	0.154	0.151	0.152	0.162	0.0108	6.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.173	0.178	0.183	0.159	0.157	0.158	0.168	0.0113	6.7
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.170	0.172	0.179	0.158	0.155	0.157	0.165	0.0100	6.0
o,p'-滴滴伊	0.176	0.178	0.187	0.163	0.158	0.159	0.170	0.0118	6.9
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.164	0.174	0.178	0.164	0.157	0.161	0.166	0.0081	4.8
硫丹 I (α-硫丹)	0.168	0.173	0.176	0.157	0.155	0.157	0.164	0.0094	5.7
p,p'-滴滴伊	0.182	0.189	0.194	0.166	0.162	0.165	0.176	0.0136	7.7
狄氏剂	0.167	0.172	0.180	0.157	0.158	0.155	0.165	0.0099	6.0
o,p'-滴滴涕	0.173	0.178	0.184	0.161	0.161	0.161	0.170	0.0104	6.1
异狄氏剂	0.184	0.187	0.194	0.169	0.168	0.169	0.179	0.0114	6.4
o,p'-滴滴涕	0.175	0.176	0.185	0.159	0.158	0.161	0.169	0.0112	6.6
p,p'-滴滴涕	0.151	0.154	0.168	0.154	0.150	0.143	0.153	0.0081	5.3
硫丹 II (β-硫丹)	0.168	0.169	0.180	0.152	0.155	0.154	0.163	0.0111	6.8
p,p'-滴滴涕	0.172	0.177	0.183	0.162	0.157	0.160	0.169	0.0103	6.1
异狄氏剂醛	0.172	0.173	0.178	0.160	0.156	0.159	0.166	0.0091	5.5
硫丹硫酸酯	0.154	0.161	0.164	0.149	0.145	0.147	0.153	0.0079	5.1
甲氧滴滴涕	0.171	0.174	0.182	0.161	0.155	0.161	0.167	0.0101	6.0
异狄氏剂酮	0.178	0.181	0.188	0.162	0.160	0.165	0.172	0.0116	6.7
灭蚁灵	0.172	0.175	0.181	0.161	0.157	0.160	0.168	0.0097	5.8

表 77 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.00060	6.4
α-六六六	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.00063	7.1
γ-六六六	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.00059	6.4
β-六六六	0.008	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.00078	8.2
七氯	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.00046	4.2
δ-六六六	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.012	0.011	0.00050	4.7
艾氏剂	0.007	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.00022	3.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.007	0.008	0.00029	3.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.007	0.009	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.00056	7.2
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.009	0.010	0.009	0.008	0.008	0.009	0.00074	8.4
o,p'-滴滴伊	0.007	0.008	0.009	0.008	0.007	0.007	0.008	0.00072	9.4
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.011	0.009	0.009	0.00074	7.9
硫丹 I (α-硫丹)	0.008	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.00032	4.3
p,p'-滴滴伊	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.008	0.00032	4.2
狄氏剂	0.009	0.009	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.00083	9.2
o,p'-滴滴涕	0.009	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.00087	8.1
异狄氏剂	0.008	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.00073	7.8
o,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.011	0.011	0.009	0.011	0.010	0.00085	8.2
p,p'-滴滴涕	0.008	0.009	0.010	0.008	0.008	0.009	0.009	0.00076	8.7
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.00079	9.0
p,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.007	0.008	0.00043	5.4
异狄氏剂醛	0.008	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.008	0.00042	5.5
硫丹硫酸酯	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.007	0.00021	2.9
甲氧滴滴涕	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.00069	6.8
异狄氏剂酮	0.009	0.007	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.00064	8.2
灭蚁灵	0.008	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.00067	7.0

表 78 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.047	0.046	0.042	0.047	0.043	0.042	0.044	0.0024	5.3
α-六六六	0.043	0.046	0.043	0.047	0.044	0.043	0.044	0.0016	3.6
γ-六六六	0.046	0.048	0.044	0.049	0.046	0.046	0.047	0.0017	3.7
β-六六六	0.049	0.050	0.050	0.051	0.052	0.048	0.050	0.0018	3.6
七氯	0.051	0.048	0.045	0.049	0.048	0.046	0.048	0.0019	4.1
δ-六六六	0.051	0.050	0.048	0.049	0.050	0.048	0.049	0.0011	2.3
艾氏剂	0.039	0.039	0.036	0.040	0.037	0.038	0.038	0.0016	4.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.045	0.047	0.043	0.043	0.044	0.044	0.045	0.0013	3.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.049	0.049	0.045	0.046	0.047	0.041	0.046	0.0029	6.3
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.046	0.047	0.042	0.044	0.045	0.044	0.045	0.0017	3.9
o,p'-滴滴伊	0.046	0.044	0.039	0.044	0.042	0.042	0.043	0.0024	5.6
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.048	0.047	0.045	0.047	0.048	0.045	0.046	0.0013	2.7
硫丹 I (α-硫丹)	0.048	0.047	0.043	0.043	0.044	0.044	0.045	0.0021	4.8
p,p'-滴滴伊	0.047	0.045	0.043	0.043	0.044	0.045	0.045	0.0015	3.3
狄氏剂	0.044	0.045	0.046	0.046	0.043	0.043	0.045	0.0015	3.4
o,p'-滴滴涕	0.052	0.051	0.047	0.053	0.048	0.048	0.050	0.0025	4.9
异狄氏剂	0.051	0.050	0.039	0.050	0.050	0.050	0.048	0.0044	9.1
o,p'-滴滴涕	0.051	0.049	0.048	0.048	0.050	0.052	0.050	0.0017	3.4
p,p'-滴滴涕	0.041	0.041	0.042	0.045	0.042	0.042	0.042	0.0015	3.5
硫丹 II (β-硫丹)	0.047	0.047	0.045	0.044	0.047	0.045	0.046	0.0014	3.0
p,p'-滴滴涕	0.050	0.049	0.047	0.053	0.047	0.048	0.049	0.0022	4.5
异狄氏剂醛	0.049	0.047	0.045	0.052	0.044	0.045	0.047	0.0028	5.9
硫丹硫酸酯	0.046	0.045	0.044	0.044	0.043	0.045	0.044	0.0012	2.8
甲氧滴滴涕	0.051	0.047	0.048	0.047	0.049	0.047	0.048	0.0014	3.0
异狄氏剂酮	0.048	0.047	0.045	0.052	0.047	0.045	0.047	0.0025	5.2
灭蚁灵	0.048	0.049	0.046	0.052	0.050	0.047	0.049	0.0020	4.1

表 79 海水加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.183	0.179	0.175	0.171	0.151	0.153	0.169	0.0137	8.1
α-六六六	0.187	0.185	0.180	0.175	0.152	0.153	0.172	0.0156	9.1
γ-六六六	0.186	0.184	0.180	0.175	0.151	0.153	0.171	0.0156	9.1
β-六六六	0.193	0.183	0.180	0.177	0.168	0.171	0.179	0.0089	5.0
七氯	0.187	0.178	0.177	0.174	0.153	0.156	0.171	0.0132	7.7
δ-六六六	0.202	0.197	0.191	0.188	0.161	0.167	0.184	0.0165	8.9
艾氏剂	0.162	0.157	0.158	0.153	0.141	0.143	0.152	0.0084	5.5
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.184	0.178	0.174	0.170	0.151	0.156	0.169	0.0130	7.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.189	0.186	0.181	0.178	0.156	0.162	0.175	0.0134	7.7
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.187	0.181	0.176	0.172	0.156	0.161	0.172	0.0118	6.8
o,p'-滴滴伊	0.190	0.185	0.180	0.175	0.156	0.159	0.174	0.0140	8.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.189	0.187	0.180	0.180	0.171	0.174	0.180	0.0068	3.8
硫丹 I (α-硫丹)	0.187	0.182	0.179	0.175	0.160	0.164	0.174	0.0102	5.9
p,p'-滴滴伊	0.200	0.196	0.190	0.187	0.162	0.166	0.183	0.0160	8.7
狄氏剂	0.188	0.184	0.177	0.180	0.159	0.164	0.175	0.0116	6.6
o,p'-滴滴涕	0.203	0.196	0.198	0.184	0.168	0.173	0.187	0.0142	7.6
异狄氏剂	0.204	0.199	0.193	0.192	0.173	0.174	0.189	0.0129	6.8
o,p'-滴滴涕	0.192	0.185	0.183	0.180	0.158	0.163	0.177	0.0133	7.5
p,p'-滴滴涕	0.171	0.167	0.162	0.165	0.150	0.155	0.162	0.0079	4.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.188	0.183	0.179	0.176	0.156	0.161	0.174	0.0127	7.3
p,p'-滴滴涕	0.192	0.186	0.183	0.179	0.158	0.162	0.177	0.0138	7.8
异狄氏剂醛	0.192	0.176	0.180	0.177	0.159	0.161	0.174	0.0121	6.9
硫丹硫酸酯	0.173	0.169	0.164	0.163	0.147	0.148	0.161	0.0107	6.7
甲氧滴滴涕	0.193	0.188	0.180	0.177	0.160	0.165	0.177	0.0130	7.3
异狄氏剂酮	0.200	0.191	0.185	0.182	0.164	0.168	0.182	0.0137	7.5
灭蚁灵	0.183	0.177	0.175	0.172	0.160	0.161	0.171	0.0091	5.3

表 80 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.322	0.316	0.342	0.338	0.346	0.323	0.331	0.0121	3.7
α-六六六	0.339	0.325	0.371	0.363	0.370	0.339	0.351	0.0194	5.5
γ-六六六	0.326	0.319	0.357	0.350	0.358	0.328	0.340	0.0172	5.0
β-六六六	0.348	0.342	0.379	0.373	0.383	0.379	0.367	0.0178	4.8
七氯	0.320	0.318	0.346	0.340	0.349	0.328	0.334	0.0133	4.0
δ-六六六	0.354	0.346	0.397	0.387	0.399	0.359	0.374	0.0237	6.3
艾氏剂	0.323	0.317	0.349	0.340	0.351	0.316	0.333	0.0160	4.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.319	0.319	0.339	0.330	0.343	0.322	0.329	0.0106	3.2
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.326	0.316	0.353	0.343	0.353	0.319	0.335	0.0167	5.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.321	0.317	0.349	0.339	0.353	0.320	0.333	0.0160	4.8
o,p'-滴滴伊	0.341	0.334	0.369	0.364	0.374	0.338	0.353	0.0177	5.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.337	0.329	0.372	0.365	0.376	0.324	0.350	0.0231	6.6
硫丹 I (α-硫丹)	0.329	0.322	0.359	0.350	0.362	0.317	0.340	0.0197	5.8
p,p'-滴滴伊	0.357	0.343	0.395	0.384	0.397	0.339	0.369	0.0261	7.1
狄氏剂	0.326	0.318	0.360	0.351	0.361	0.319	0.339	0.0204	6.0
o,p'-滴滴涕	0.335	0.331	0.371	0.363	0.377	0.335	0.352	0.0207	5.9
异狄氏剂	0.345	0.340	0.383	0.370	0.385	0.343	0.361	0.0209	5.8
o,p'-滴滴涕	0.320	0.317	0.350	0.338	0.351	0.327	0.334	0.0148	4.4
p,p'-滴滴涕	0.319	0.316	0.350	0.341	0.354	0.328	0.335	0.0161	4.8
硫丹 II (β-硫丹)	0.327	0.324	0.358	0.347	0.359	0.317	0.339	0.0184	5.4
p,p'-滴滴涕	0.324	0.320	0.357	0.347	0.356	0.322	0.338	0.0177	5.2
异狄氏剂醛	0.320	0.317	0.346	0.338	0.350	0.342	0.336	0.0139	4.1
硫丹硫酸酯	0.333	0.327	0.371	0.369	0.370	0.363	0.355	0.0201	5.7
甲氧滴滴涕	0.330	0.336	0.359	0.350	0.364	0.324	0.344	0.0162	4.7
异狄氏剂酮	0.330	0.346	0.362	0.353	0.373	0.321	0.347	0.0195	5.6
灭蚁灵	0.328	0.321	0.322	0.321	0.334	0.317	0.324	0.0061	1.9

表 81 工业废水（纺织废水）加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.318	0.328	0.320	0.317	0.333	0.349	0.328	0.0123	3.8
α-六六六	0.336	0.321	0.335	0.323	0.350	0.382	0.341	0.0224	6.6
γ-六六六	0.330	0.318	0.327	0.317	0.335	0.358	0.331	0.0150	4.5
β-六六六	0.353	0.331	0.359	0.340	0.351	0.379	0.352	0.0164	4.7
七氯	0.329	0.323	0.323	0.317	0.329	0.348	0.328	0.0106	3.2
δ-六六六	0.387	0.356	0.369	0.375	0.378	0.398	0.377	0.0145	3.9
艾氏剂	0.335	0.326	0.322	0.318	0.335	0.347	0.330	0.0106	3.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.333	0.320	0.320	0.319	0.325	0.337	0.326	0.0079	2.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.351	0.334	0.337	0.332	0.340	0.353	0.341	0.0092	2.7
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.366	0.352	0.380	0.363	0.366	0.377	0.367	0.0102	2.8
o,p'-滴滴伊	0.346	0.337	0.374	0.339	0.347	0.356	0.350	0.0136	3.9
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.377	0.357	0.415	0.355	0.357	0.366	0.371	0.0230	6.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.348	0.324	0.341	0.330	0.340	0.350	0.339	0.0101	3.0
p,p'-滴滴伊	0.435	0.403	0.411	0.403	0.415	0.426	0.415	0.0128	3.1
狄氏剂	0.348	0.324	0.331	0.335	0.344	0.352	0.339	0.0110	3.3
o,p'-滴滴涕	0.427	0.394	0.375	0.404	0.359	0.362	0.387	0.0263	6.8
异狄氏剂	0.381	0.365	0.351	0.363	0.369	0.374	0.367	0.0102	2.8
o,p'-滴滴涕	0.335	0.332	0.319	0.323	0.331	0.332	0.329	0.0064	1.9
p,p'-滴滴涕	0.342	0.326	0.324	0.344	0.330	0.338	0.334	0.0087	2.6
硫丹 II (β-硫丹)	0.348	0.326	0.321	0.335	0.339	0.346	0.336	0.0109	3.2
p,p'-滴滴涕	0.379	0.338	0.361	0.334	0.335	0.343	0.348	0.0179	5.2
异狄氏剂醛	0.322	0.324	0.348	0.326	0.319	0.330	0.328	0.0106	3.2
硫丹硫酸酯	0.378	0.336	0.341	0.365	0.357	0.354	0.355	0.0153	4.3
甲氧滴滴涕	0.338	0.361	0.322	0.329	0.340	0.359	0.342	0.0157	4.6
异狄氏剂酮	0.361	0.331	0.330	0.345	0.347	0.361	0.346	0.0136	3.9
灭蚁灵	0.322	0.323	0.336	0.319	0.321	0.328	0.325	0.0063	1.9

表 82 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.0004	5.1
α-六六六	0.012	0.012	0.010	0.012	0.011	0.011	0.011	0.0008	7.4
γ-六六六	0.013	0.012	0.011	0.013	0.011	0.013	0.012	0.0010	8.2
β-六六六	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.0006	7.9
七氯	0.010	0.012	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.0008	7.4
δ-六六六	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	0.010	0.011	0.0008	7.4
艾氏剂	0.010	0.011	0.009	0.011	0.010	0.011	0.010	0.0008	8.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	0.0008	7.5
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.011	0.011	0.0004	3.7
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0006	6.3
o,p'-滴滴伊	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0005	5.5
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.012	0.011	0.009	0.010	0.011	0.012	0.011	0.0012	11
硫丹 I (α-硫丹)	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0004	4.5
p,p'-滴滴伊	0.011	0.013	0.011	0.011	0.011	0.012	0.012	0.0008	7.0
狄氏剂	0.010	0.010	0.008	0.010	0.010	0.009	0.010	0.0008	8.4
o,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.008	0.0005	6.5
异狄氏剂	0.013	0.012	0.010	0.012	0.011	0.011	0.012	0.0010	8.7
o,p'-滴滴涕	0.010	0.012	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.0008	6.8
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.0004	4.1
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.008	0.006	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0008	10
p,p'-滴滴涕	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0006	6.3
异狄氏剂醛	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0006	6.3
硫丹硫酸酯	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.0004	6.8
甲氧滴滴涕	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0004	5.8
异狄氏剂酮	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0004	6.8
灭蚁灵	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.0005	5.2

表 83 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.037	0.037	0.043	0.042	0.042	0.040	0.040	0.0026	6.6
α-六六六	0.043	0.044	0.046	0.047	0.045	0.048	0.046	0.0019	4.1
γ-六六六	0.046	0.048	0.050	0.050	0.051	0.051	0.049	0.0020	4.0
β-六六六	0.046	0.047	0.049	0.051	0.049	0.052	0.049	0.0023	4.7
七氯	0.048	0.046	0.046	0.052	0.059	0.052	0.051	0.0050	9.7
δ-六六六	0.044	0.045	0.047	0.048	0.046	0.049	0.046	0.0019	4.1
艾氏剂	0.033	0.039	0.045	0.042	0.039	0.042	0.040	0.0041	10
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.047	0.047	0.051	0.051	0.048	0.052	0.049	0.0023	4.6
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.044	0.047	0.054	0.051	0.050	0.051	0.049	0.0035	7.2
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.045	0.045	0.052	0.051	0.048	0.049	0.048	0.0029	6.1
o,p'-滴滴伊	0.041	0.046	0.050	0.050	0.047	0.047	0.047	0.0033	7.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.048	0.049	0.053	0.053	0.052	0.052	0.051	0.0021	4.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.045	0.046	0.049	0.050	0.047	0.049	0.048	0.0020	4.1
p,p'-滴滴伊	0.044	0.044	0.051	0.049	0.051	0.051	0.048	0.0034	7.2
狄氏剂	0.046	0.045	0.050	0.049	0.049	0.050	0.048	0.0021	4.5
o,p'-滴滴涕	0.046	0.045	0.051	0.051	0.052	0.057	0.050	0.0044	8.7
异狄氏剂	0.049	0.050	0.055	0.054	0.053	0.055	0.053	0.0026	4.9
o,p'-滴滴涕	0.047	0.047	0.053	0.050	0.057	0.054	0.051	0.0040	7.9
p,p'-滴滴涕	0.050	0.050	0.055	0.055	0.057	0.058	0.054	0.0034	6.4
硫丹 II (β-硫丹)	0.045	0.044	0.046	0.05	0.045	0.050	0.047	0.0027	5.7
p,p'-滴滴涕	0.044	0.037	0.051	0.047	0.056	0.054	0.048	0.0070	15
异狄氏剂醛	0.030	0.036	0.034	0.039	0.035	0.039	0.035	0.0034	9.4
硫丹硫酸酯	0.046	0.047	0.050	0.051	0.050	0.052	0.049	0.0023	4.8
甲氧滴滴涕	0.045	0.045	0.050	0.048	0.053	0.052	0.049	0.0034	7.0
异狄氏剂酮	0.047	0.047	0.045	0.051	0.050	0.053	0.049	0.0030	6.1
灭蚊灵	0.049	0.049	0.058	0.052	0.056	0.054	0.053	0.0037	7.0

表 84 空白加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.201	0.174	0.176	0.171	0.168	0.171	0.177	0.0122	6.9
α-六六六	0.218	0.195	0.196	0.184	0.186	0.189	0.195	0.0124	6.4
γ-六六六	0.220	0.197	0.198	0.186	0.187	0.180	0.195	0.0142	7.3
β-六六六	0.223	0.200	0.202	0.190	0.191	0.194	0.200	0.0122	6.1
七氯	0.225	0.200	0.204	0.206	0.192	0.205	0.205	0.0109	5.3
δ-六六六	0.213	0.189	0.191	0.178	0.180	0.182	0.189	0.0129	6.0
艾氏剂	0.192	0.164	0.169	0.165	0.156	0.149	0.166	0.0147	8.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.219	0.196	0.198	0.183	0.184	0.186	0.194	0.0136	7.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.157	0.143	0.170	0.142	0.159	0.152	0.154	0.0106	6.9
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.216	0.194	0.195	0.180	0.181	0.181	0.191	0.0139	7.3
o,p'-滴滴伊	0.150	0.142	0.167	0.139	0.153	0.136	0.148	0.0114	7.7
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.215	0.194	0.194	0.179	0.180	0.181	0.191	0.0138	7.2
硫丹 I (α-硫丹)	0.218	0.195	0.197	0.182	0.183	0.184	0.193	0.0138	7.1
p,p'-滴滴伊	0.215	0.192	0.193	0.178	0.176	0.177	0.189	0.0151	8.0
狄氏剂	0.220	0.197	0.178	0.182	0.183	0.184	0.191	0.0157	8.2
o,p'-滴滴涕	0.172	0.150	0.184	0.156	0.169	0.168	0.166	0.0121	7.3
异狄氏剂	0.232	0.212	0.235	0.212	0.212	0.214	0.220	0.0109	5.0
o,p'-滴滴涕	0.207	0.187	0.192	0.173	0.171	0.172	0.184	0.0144	7.8
p,p'-滴滴涕	0.206	0.184	0.185	0.168	0.170	0.169	0.180	0.0147	8.2
硫丹 II (β-硫丹)	0.220	0.197	0.200	0.184	0.184	0.183	0.195	0.0144	7.4
p,p'-滴滴涕	0.200	0.183	0.185	0.165	0.164	0.165	0.177	0.0147	8.3
异狄氏剂醛	0.190	0.158	0.158	0.146	0.150	0.142	0.157	0.0172	11
硫丹硫酸酯	0.224	0.204	0.204	0.187	0.188	0.187	0.199	0.0147	7.4
甲氧滴滴涕	0.217	0.199	0.200	0.185	0.180	0.177	0.193	0.0152	7.8
异狄氏剂酮	0.214	0.196	0.196	0.180	0.181	0.178	0.191	0.0139	7.3
灭蚊灵	0.217	0.199	0.204	0.185	0.177	0.179	0.194	0.0158	8.1

表 85 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.013	0.011	0.009	0.011	0.009	0.012	0.011	0.0016	15
α-六六六	0.009	0.009	0.007	0.009	0.007	0.008	0.008	0.001	12
γ-六六六	0.012	0.012	0.009	0.011	0.008	0.010	0.010	0.0016	16
β-六六六	0.011	0.008	0.010	0.011	0.007	0.010	0.010	0.0016	16
七氯	0.011	0.011	0.010	0.009	0.007	0.008	0.009	0.0016	18
δ-六六六	0.010	0.009	0.008	0.010	0.006	0.009	0.009	0.0015	17
艾氏剂	0.011	0.011	0.009	0.009	0.008	0.011	0.010	0.0013	13
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.010	0.010	0.010	0.012	0.007	0.011	0.010	0.0017	17
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.010	0.010	0.011	0.010	0.008	0.011	0.010	0.0011	11
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.011	0.011	0.009	0.012	0.008	0.012	0.011	0.0016	15
o,p'-滴滴伊	0.011	0.009	0.011	0.010	0.006	0.012	0.010	0.0021	21
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.009	0.01	0.011	0.012	0.009	0.011	0.010	0.0012	12
硫丹 I (α-硫丹)	0.012	0.012	0.010	0.012	0.007	0.012	0.011	0.002	19
p,p'-滴滴伊	0.011	0.011	0.009	0.011	0.007	0.012	0.010	0.0018	18
狄氏剂	0.010	0.009	0.010	0.010	0.007	0.010	0.009	0.0012	14
o,p'-滴滴涕	0.011	0.012	0.010	0.011	0.007	0.010	0.010	0.0017	17
异狄氏剂	0.013	0.011	0.010	0.012	0.008	0.012	0.011	0.0018	16
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.007	0.009	0.006	0.008	0.008	0.0015	18
p,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.009	0.009	0.007	0.011	0.009	0.0013	15
硫丹 II (β-硫丹)	0.012	0.010	0.011	0.009	0.007	0.009	0.010	0.0018	18
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.008	0.007	0.007	0.012	0.009	0.002	22
异狄氏剂醛	0.008	0.006	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.0011	14
硫丹硫酸酯	0.010	0.010	0.007	0.010	0.007	0.011	0.009	0.0017	19
甲氧滴滴涕	0.007	0.007	0.009	0.008	0.006	0.007	0.007	0.001	15
异狄氏剂酮	0.011	0.010	0.008	0.011	0.007	0.009	0.009	0.0016	18
灭蚊灵	0.007	0.010	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.0014	20

表 86 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.041	0.043	0.042	0.039	0.043	0.040	0.041	0.0016	4.0
α-六六六	0.043	0.044	0.043	0.040	0.044	0.040	0.042	0.0019	4.4
γ-六六六	0.044	0.044	0.044	0.041	0.046	0.041	0.043	0.002	4.6
β-六六六	0.047	0.048	0.047	0.042	0.048	0.044	0.046	0.0024	5.3
七氯	0.043	0.042	0.039	0.040	0.045	0.044	0.042	0.0023	5.5
δ-六六六	0.041	0.042	0.041	0.037	0.042	0.038	0.040	0.0021	5.3
艾氏剂	0.039	0.037	0.038	0.036	0.039	0.038	0.038	0.0012	3.1
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.045	0.046	0.046	0.042	0.047	0.043	0.045	0.0019	4.3
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.044	0.044	0.045	0.041	0.045	0.040	0.043	0.0021	5.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.042	0.042	0.041	0.039	0.042	0.040	0.041	0.0013	3.1
o,p'-滴滴伊	0.035	0.033	0.033	0.031	0.034	0.033	0.033	0.0013	4.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.049	0.047	0.046	0.048	0.047	0.050	0.048	0.0015	3.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.041	0.042	0.041	0.037	0.042	0.039	0.040	0.002	4.9
p,p'-滴滴伊	0.041	0.037	0.038	0.035	0.038	0.038	0.038	0.0019	5.1
狄氏剂	0.042	0.043	0.044	0.039	0.044	0.040	0.042	0.0021	5.0
o,p'-滴滴滴	0.049	0.046	0.049	0.044	0.048	0.045	0.047	0.0021	4.5
异狄氏剂	0.049	0.048	0.054	0.048	0.053	0.051	0.050	0.0026	5.2
o,p'-滴滴涕	0.041	0.038	0.040	0.035	0.039	0.038	0.038	0.0021	5.3
p,p'-滴滴滴	0.046	0.044	0.043	0.039	0.046	0.043	0.044	0.0026	5.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.043	0.042	0.040	0.041	0.046	0.042	0.042	0.0021	4.9
p,p'-滴滴涕	0.034	0.031	0.032	0.031	0.033	0.031	0.032	0.0013	4.0
异狄氏剂醛	0.035	0.034	0.033	0.030	0.033	0.031	0.033	0.0019	5.6
硫丹硫酸酯	0.039	0.040	0.040	0.037	0.041	0.037	0.039	0.0017	4.3
甲氧滴滴涕	0.036	0.040	0.041	0.038	0.040	0.036	0.038	0.0022	5.7
异狄氏剂酮	0.037	0.039	0.039	0.037	0.042	0.036	0.038	0.0022	5.7
灭蚊灵	0.034	0.031	0.032	0.033	0.031	0.033	0.032	0.0012	3.8

表 87 海水加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.144	0.159	0.145	0.144	0.149	0.159	0.150	0.0072	4.8
α-六六六	0.135	0.145	0.139	0.142	0.134	0.140	0.139	0.0042	3.0
γ-六六六	0.140	0.149	0.142	0.146	0.138	0.144	0.143	0.0040	2.8
β-六六六	0.154	0.161	0.158	0.160	0.150	0.156	0.156	0.0041	2.6
七氯	0.152	0.168	0.156	0.167	0.164	0.168	0.162	0.0069	4.2
δ-六六六	0.135	0.141	0.135	0.140	0.131	0.137	0.136	0.0037	2.7
艾氏剂	0.135	0.141	0.130	0.135	0.138	0.135	0.136	0.0037	2.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.150	0.152	0.140	0.152	0.148	0.146	0.148	0.0046	3.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.143	0.145	0.133	0.144	0.140	0.138	0.140	0.0045	3.2
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.145	0.146	0.134	0.146	0.145	0.139	0.142	0.0049	3.5
o,p'-滴滴伊	0.150	0.155	0.134	0.150	0.152	0.148	0.148	0.0073	5.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.150	0.147	0.136	0.148	0.146	0.141	0.145	0.0052	3.6
硫丹 I (α-硫丹)	0.147	0.147	0.134	0.146	0.143	0.140	0.143	0.0051	3.6
p,p'-滴滴伊	0.142	0.14	0.125	0.141	0.139	0.134	0.137	0.0064	4.7
狄氏剂	0.146	0.144	0.130	0.145	0.142	0.137	0.141	0.0061	4.3
o,p'-滴滴涕	0.152	0.148	0.132	0.150	0.146	0.140	0.145	0.0074	5.1
异狄氏剂	0.162	0.165	0.141	0.165	0.157	0.153	0.157	0.0092	5.9
o,p'-滴滴涕	0.145	0.142	0.123	0.144	0.140	0.133	0.138	0.0084	6.1
p,p'-滴滴涕	0.149	0.144	0.129	0.149	0.143	0.135	0.142	0.0080	5.6
硫丹 II (β-硫丹)	0.170	0.167	0.147	0.152	0.166	0.152	0.159	0.0098	6.1
p,p'-滴滴涕	0.173	0.169	0.147	0.145	0.168	0.129	0.155	0.0175	11
异狄氏剂醛	0.174	0.178	0.139	0.129	0.159	0.123	0.150	0.0234	16
硫丹硫酸酯	0.157	0.151	0.136	0.156	0.145	0.142	0.148	0.0083	5.6
甲氧滴滴涕	0.159	0.159	0.137	0.162	0.153	0.145	0.152	0.0097	6.4
异狄氏剂酮	0.157	0.152	0.135	0.155	0.143	0.141	0.147	0.0088	6.0
灭蚁灵	0.160	0.154	0.133	0.156	0.152	0.142	0.150	0.0101	6.7

表 88 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.276	0.283	0.301	0.347	0.271	0.298	0.296	0.0277	9.3
α-六六六	0.345	0.359	0.320	0.381	0.338	0.368	0.352	0.0220	6.2
γ-六六六	0.336	0.348	0.304	0.359	0.326	0.356	0.338	0.0208	6.2
β-六六六	0.336	0.350	0.300	0.356	0.320	0.351	0.336	0.0218	6.5
七氯	0.419	0.417	0.421	0.436	0.417	0.435	0.424	0.0089	2.1
δ-六六六	0.336	0.352	0.300	0.349	0.323	0.356	0.336	0.0214	6.4
艾氏剂	0.315	0.313	0.296	0.320	0.282	0.333	0.310	0.0181	5.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.354	0.366	0.297	0.336	0.323	0.360	0.339	0.0262	7.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.355	0.365	0.297	0.332	0.321	0.360	0.338	0.0265	7.8
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.340	0.350	0.287	0.323	0.300	0.348	0.325	0.0263	8.1
o,p'-滴滴伊	0.305	0.354	0.289	0.309	0.301	0.343	0.317	0.0257	8.1
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.325	0.372	0.305	0.348	0.319	0.366	0.339	0.0270	8.0
硫丹 I (α-硫丹)	0.350	0.370	0.289	0.327	0.322	0.361	0.336	0.0299	8.9
p,p'-滴滴伊	0.353	0.360	0.293	0.310	0.298	0.349	0.327	0.0301	9.2
狄氏剂	0.331	0.373	0.288	0.324	0.319	0.361	0.333	0.0306	9.2
o,p'-滴滴涕	0.350	0.360	0.282	0.313	0.303	0.349	0.326	0.0313	9.6
异狄氏剂	0.444	0.428	0.426	0.416	0.419	0.438	0.428	0.0108	2.5
o,p'-滴滴涕	0.339	0.346	0.302	0.317	0.296	0.354	0.326	0.0241	7.4
p,p'-滴滴涕	0.347	0.355	0.297	0.315	0.301	0.372	0.331	0.0311	9.4
硫丹 II (β-硫丹)	0.345	0.400	0.300	0.383	0.324	0.410	0.360	0.0442	12
p,p'-滴滴涕	0.429	0.407	0.400	0.341	0.306	0.411	0.382	0.0479	12
异狄氏剂醛	0.324	0.321	0.582	0.397	0.334	0.395	0.392	0.0992	25
硫丹硫酸酯	0.357	0.376	0.320	0.310	0.328	0.370	0.344	0.0278	8.1
甲氧滴滴涕	0.345	0.368	0.344	0.397	0.337	0.396	0.364	0.0269	7.4
异狄氏剂酮	0.357	0.376	0.284	0.320	0.338	0.373	0.341	0.0352	10
灭蚊灵	0.368	0.387	0.335	0.331	0.332	0.368	0.354	0.0239	6.7

表 89 工业废水(机械制造)加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位: 山西省太原生态环境监测中心

测试日期: 2024.8~2024.10

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.336	0.327	0.325	0.329	0.316	0.338	0.328	0.0080	2.4
α-六六六	0.326	0.332	0.310	0.294	0.294	0.305	0.310	0.0160	5.2
γ-六六六	0.339	0.353	0.329	0.310	0.309	0.321	0.327	0.0172	5.2
β-六六六	0.366	0.396	0.361	0.338	0.338	0.367	0.361	0.0217	6.0
七氯	0.381	0.361	0.358	0.386	0.359	0.373	0.370	0.0121	3.3
δ-六六六	0.321	0.343	0.314	0.295	0.295	0.303	0.312	0.0185	5.9
艾氏剂	0.439	0.433	0.417	0.405	0.415	0.427	0.423	0.0126	3.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.357	0.347	0.333	0.330	0.327	0.342	0.339	0.0115	3.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.359	0.341	0.333	0.331	0.329	0.346	0.340	0.0114	3.4
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.362	0.342	0.333	0.334	0.332	0.346	0.342	0.0115	3.4
o,p'-滴滴伊	0.369	0.344	0.335	0.346	0.334	0.354	0.347	0.0131	3.8
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.355	0.337	0.333	0.329	0.330	0.341	0.338	0.0097	2.9
硫丹 I (α-硫丹)	0.356	0.333	0.321	0.320	0.317	0.333	0.330	0.0144	4.4
p,p'-滴滴伊	0.364	0.343	0.339	0.347	0.367	0.353	0.352	0.0114	3.2
狄氏剂	0.357	0.345	0.338	0.336	0.334	0.347	0.343	0.0086	2.5
o,p'-滴滴涕	0.357	0.349	0.332	0.332	0.331	0.347	0.341	0.0111	3.3
异狄氏剂	0.400	0.384	0.372	0.373	0.369	0.381	0.380	0.0114	3.0
o,p'-滴滴涕	0.364	0.349	0.340	0.346	0.342	0.357	0.350	0.0092	2.6
p,p'-滴滴涕	0.354	0.345	0.328	0.329	0.321	0.339	0.336	0.0123	3.6
硫丹 II (β-硫丹)	0.354	0.345	0.335	0.324	0.324	0.334	0.336	0.0118	3.5
p,p'-滴滴涕	0.377	0.367	0.354	0.403	0.355	0.366	0.370	0.0181	4.9
异狄氏剂醛	0.350	0.412	0.348	0.419	0.320	0.328	0.363	0.0424	12
硫丹硫酸酯	0.344	0.364	0.327	0.319	0.321	0.329	0.334	0.0171	5.1
甲氧滴滴涕	0.354	0.353	0.337	0.341	0.339	0.347	0.345	0.0073	2.1
异狄氏剂酮	0.334	0.345	0.322	0.317	0.315	0.322	0.326	0.0115	3.5
灭蚊灵	0.359	0.341	0.335	0.342	0.337	0.351	0.344	0.0091	2.7

表 90 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.011	0.008	0.010	0.009	0.008	0.011	0.010	0.001	15
α-六六六	0.008	0.006	0.007	0.009	0.007	0.010	0.008	0.001	19
γ-六六六	0.010	0.010	0.008	0.009	0.007	0.009	0.009	0.001	13
β-六六六	0.012	0.012	0.008	0.008	0.006	0.009	0.009	0.002	26
七氯	0.008	0.011	0.010	0.010	0.006	0.009	0.009	0.002	20
δ-六六六	0.011	0.011	0.009	0.008	0.008	0.010	0.010	0.001	15
艾氏剂	0.013	0.012	0.010	0.008	0.010	0.011	0.011	0.002	16
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.011	0.011	0.010	0.010	0.009	0.008	0.010	0.001	12
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.012	0.009	0.008	0.010	0.007	0.010	0.009	0.002	19
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.011	0.011	0.010	0.009	0.009	0.008	0.010	0.001	13
o,p'-滴滴伊	0.013	0.008	0.008	0.009	0.010	0.011	0.010	0.002	20
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.008	0.009	0.009	0.008	0.008	0.011	0.009	0.001	13
硫丹 I (α-硫丹)	0.013	0.011	0.007	0.008	0.009	0.011	0.010	0.002	23
p,p'-滴滴伊	0.012	0.012	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.001	11
狄氏剂	0.011	0.011	0.008	0.010	0.009	0.008	0.010	0.001	15
o,p'-滴滴涕	0.013	0.013	0.011	0.013	0.011	0.013	0.012	0.001	8.6
异狄氏剂	0.012	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.001	10
o,p'-滴滴涕	0.011	0.011	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.001	5.0
p,p'-滴滴涕	0.011	0.011	0.008	0.011	0.009	0.009	0.010	0.001	14
硫丹 II (β-硫丹)	0.010	0.008	0.009	0.008	0.009	0.011	0.009	0.001	13
p,p'-滴滴涕	0.012	0.010	0.009	0.010	0.010	0.011	0.010	0.001	10
异狄氏剂醛	0.009	0.008	0.008	0.007	0.010	0.009	0.009	0.001	12
硫丹硫酸酯	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.012	0.011	0.001	5.0
甲氧滴滴涕	0.011	0.008	0.007	0.008	0.011	0.012	0.010	0.002	22
异狄氏剂酮	0.011	0.009	0.010	0.009	0.009	0.011	0.010	0.001	10
灭蚁灵	0.008	0.008	0.008	0.007	0.007	0.010	0.008	0.001	14

表 91 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.047	0.053	0.062	0.051	0.051	0.039	0.051	0.008	15
α-六六六	0.045	0.052	0.060	0.062	0.044	0.048	0.052	0.008	15
γ-六六六	0.045	0.052	0.062	0.062	0.057	0.044	0.054	0.008	15
β-六六六	0.047	0.047	0.058	0.049	0.055	0.044	0.050	0.005	11
七氯	0.045	0.052	0.058	0.053	0.052	0.042	0.050	0.006	12
δ-六六六	0.051	0.051	0.062	0.052	0.048	0.041	0.051	0.007	13
艾氏剂	0.051	0.056	0.064	0.053	0.045	0.044	0.052	0.007	14
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.049	0.053	0.063	0.053	0.047	0.041	0.051	0.007	14
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.047	0.056	0.062	0.053	0.047	0.045	0.052	0.007	13
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.049	0.043	0.050	0.044	0.040	0.035	0.044	0.006	13
o,p'-滴滴伊	0.048	0.049	0.061	0.050	0.040	0.038	0.048	0.008	17
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.049	0.051	0.062	0.051	0.036	0.041	0.048	0.009	19
硫丹 I (α-硫丹)	0.044	0.053	0.062	0.052	0.046	0.044	0.050	0.007	14
p,p'-滴滴伊	0.044	0.056	0.064	0.055	0.054	0.046	0.053	0.007	14
狄氏剂	0.043	0.050	0.060	0.052	0.043	0.044	0.049	0.007	14
o,p'-滴滴涕	0.045	0.053	0.060	0.053	0.046	0.044	0.050	0.006	12
异狄氏剂	0.047	0.059	0.058	0.057	0.049	0.046	0.053	0.006	11
o,p'-滴滴涕	0.046	0.057	0.065	0.055	0.049	0.047	0.053	0.007	14
p,p'-滴滴涕	0.047	0.056	0.065	0.055	0.045	0.043	0.052	0.008	16
硫丹 II (β-硫丹)	0.045	0.052	0.062	0.053	0.043	0.042	0.050	0.008	15
p,p'-滴滴涕	0.047	0.055	0.063	0.054	0.042	0.045	0.051	0.008	15
异狄氏剂醛	0.046	0.045	0.054	0.044	0.040	0.036	0.044	0.006	14
硫丹硫酸酯	0.042	0.051	0.063	0.056	0.047	0.049	0.051	0.007	14
甲氧滴滴涕	0.050	0.054	0.065	0.057	0.049	0.045	0.053	0.007	13
异狄氏剂酮	0.049	0.051	0.062	0.051	0.042	0.038	0.049	0.008	17
灭蚁灵	0.049	0.056	0.065	0.054	0.041	0.043	0.051	0.009	17

表 92 空白加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.234	0.224	0.204	0.197	0.232	0.236	0.221	0.017	7.7
α-六六六	0.238	0.226	0.190	0.237	0.258	0.242	0.232	0.023	9.9
γ-六六六	0.214	0.202	0.198	0.235	0.257	0.211	0.220	0.022	10
β-六六六	0.231	0.200	0.194	0.207	0.229	0.225	0.214	0.016	7.5
七氯	0.222	0.231	0.214	0.217	0.233	0.201	0.220	0.012	5.5
δ-六六六	0.217	0.225	0.211	0.215	0.252	0.204	0.221	0.017	7.7
艾氏剂	0.216	0.192	0.190	0.210	0.233	0.219	0.210	0.017	8.1
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.227	0.221	0.212	0.215	0.251	0.209	0.223	0.015	6.7
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.211	0.223	0.200	0.224	0.217	0.196	0.212	0.012	5.7
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.220	0.219	0.205	0.195	0.210	0.216	0.211	0.010	4.7
o,p'-滴滴伊	0.226	0.194	0.212	0.216	0.222	0.199	0.212	0.013	6.1
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.222	0.235	0.200	0.209	0.194	0.195	0.209	0.016	7.7
硫丹 I (α-硫丹)	0.217	0.204	0.191	0.187	0.177	0.208	0.197	0.015	7.6
p,p'-滴滴伊	0.217	0.233	0.206	0.205	0.227	0.201	0.215	0.013	6.0
狄氏剂	0.226	0.221	0.220	0.186	0.222	0.191	0.211	0.018	8.5
o,p'-滴滴涕	0.219	0.197	0.205	0.198	0.217	0.208	0.207	0.009	4.3
异狄氏剂	0.214	0.232	0.210	0.214	0.235	0.211	0.219	0.011	5.0
o,p'-滴滴涕	0.219	0.196	0.189	0.212	0.244	0.203	0.211	0.020	9.5
p,p'-滴滴涕	0.223	0.212	0.195	0.209	0.245	0.211	0.216	0.017	7.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.209	0.227	0.218	0.199	0.252	0.205	0.218	0.019	8.7
p,p'-滴滴涕	0.215	0.213	0.188	0.201	0.234	0.202	0.209	0.016	7.7
异狄氏剂醛	0.226	0.230	0.197	0.200	0.221	0.206	0.213	0.014	6.6
硫丹硫酸酯	0.211	0.224	0.204	0.220	0.214	0.203	0.213	0.008	3.8
甲氧滴滴涕	0.218	0.202	0.191	0.208	0.225	0.204	0.208	0.012	5.8
异狄氏剂酮	0.205	0.195	0.198	0.237	0.211	0.221	0.211	0.016	7.6
灭蚊灵	0.207	0.223	0.191	0.200	0.258	0.205	0.214	0.024	11

表 93 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.009	0.008	0.011	0.006	0.010	0.012	0.009	0.002	24
α-六六六	0.008	0.009	0.013	0.007	0.009	0.008	0.009	0.002	23
γ-六六六	0.009	0.009	0.011	0.006	0.009	0.009	0.009	0.002	18
β-六六六	0.009	0.010	0.011	0.006	0.010	0.008	0.009	0.002	20
七氯	0.008	0.008	0.011	0.008	0.009	0.008	0.009	0.001	14
δ-六六六	0.009	0.011	0.011	0.006	0.009	0.010	0.009	0.002	20
艾氏剂	0.009	0.010	0.012	0.008	0.012	0.010	0.010	0.002	16
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.007	0.009	0.011	0.007	0.008	0.010	0.009	0.002	19
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.007	0.009	0.012	0.007	0.009	0.011	0.009	0.002	22
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.010	0.012	0.009	0.011	0.010	0.010	0.001	11
o,p'-滴滴伊	0.007	0.008	0.011	0.009	0.007	0.008	0.008	0.002	18
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.010	0.008	0.011	0.007	0.006	0.010	0.009	0.002	22
硫丹 I (α-硫丹)	0.008	0.009	0.011	0.008	0.009	0.011	0.009	0.001	15
p,p'-滴滴伊	0.010	0.013	0.013	0.010	0.012	0.011	0.012	0.001	12
狄氏剂	0.009	0.009	0.012	0.010	0.011	0.012	0.011	0.001	13
o,p'-滴滴涕	0.012	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.001	4.2
异狄氏剂	0.009	0.011	0.012	0.010	0.011	0.012	0.011	0.001	11
o,p'-滴滴涕	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.001	6.0
p,p'-滴滴涕	0.008	0.008	0.012	0.009	0.010	0.010	0.010	0.002	16
硫丹 II (β-硫丹)	0.008	0.009	0.012	0.008	0.008	0.011	0.009	0.002	19
p,p'-滴滴涕	0.010	0.010	0.011	0.009	0.011	0.010	0.010	0.001	7.0
异狄氏剂醛	0.009	0.010	0.012	0.008	0.010	0.011	0.010	0.001	14
硫丹硫酸酯	0.012	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.001	4.0
甲氧滴滴涕	0.007	0.008	0.011	0.009	0.010	0.010	0.009	0.001	16
异狄氏剂酮	0.007	0.010	0.011	0.011	0.008	0.009	0.009	0.002	17
灭蚊灵	0.009	0.008	0.012	0.009	0.007	0.010	0.009	0.002	19

表 94 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.044	0.047	0.051	0.049	0.045	0.064	0.050	0.007	14
α-六六六	0.045	0.048	0.050	0.050	0.040	0.063	0.049	0.008	16
γ-六六六	0.048	0.046	0.048	0.047	0.044	0.052	0.048	0.003	6.3
β-六六六	0.045	0.045	0.050	0.043	0.043	0.060	0.048	0.007	15
七氯	0.046	0.047	0.050	0.047	0.054	0.051	0.049	0.003	6.1
δ-六六六	0.047	0.045	0.053	0.050	0.032	0.057	0.047	0.009	18
艾氏剂	0.044	0.049	0.043	0.043	0.033	0.053	0.044	0.007	16
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.037	0.045	0.051	0.044	0.032	0.051	0.043	0.008	19
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.038	0.046	0.053	0.039	0.035	0.048	0.043	0.007	16
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.034	0.044	0.053	0.041	0.048	0.047	0.045	0.007	16
o,p'-滴滴伊	0.038	0.050	0.041	0.043	0.039	0.056	0.045	0.007	16
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.044	0.049	0.054	0.045	0.039	0.052	0.047	0.006	12
硫丹 I (α-硫丹)	0.043	0.049	0.051	0.045	0.032	0.057	0.046	0.008	17
p,p'-滴滴伊	0.046	0.047	0.049	0.047	0.041	0.053	0.047	0.004	8.5
狄氏剂	0.045	0.049	0.048	0.046	0.036	0.047	0.045	0.005	10
o,p'-滴滴滴	0.048	0.049	0.044	0.045	0.051	0.052	0.048	0.003	6.3
异狄氏剂	0.044	0.048	0.042	0.055	0.033	0.050	0.045	0.008	18
o,p'-滴滴涕	0.050	0.044	0.049	0.051	0.042	0.045	0.047	0.004	8.5
p,p'-滴滴滴	0.048	0.049	0.052	0.047	0.043	0.047	0.048	0.003	6.3
硫丹 II (β-硫丹)	0.042	0.036	0.048	0.048	0.034	0.052	0.043	0.007	16
p,p'-滴滴涕	0.042	0.046	0.047	0.049	0.033	0.049	0.044	0.006	14
异狄氏剂醛	0.046	0.040	0.048	0.046	0.039	0.049	0.045	0.004	8.9
硫丹硫酸酯	0.050	0.039	0.049	0.044	0.041	0.053	0.046	0.006	13
甲氧滴滴涕	0.041	0.051	0.043	0.046	0.043	0.055	0.047	0.005	11
异狄氏剂酮	0.047	0.043	0.043	0.041	0.040	0.052	0.044	0.004	9.1
灭蚊灵	0.043	0.039	0.050	0.046	0.043	0.049	0.045	0.004	8.9

表 95 海水加标 0.200 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.176	0.175	0.208	0.195	0.195	0.210	0.193	0.015	7.8
α-六六六	0.199	0.252	0.225	0.198	0.251	0.202	0.221	0.026	12
γ-六六六	0.172	0.180	0.232	0.198	0.204	0.199	0.198	0.021	11
β-六六六	0.174	0.176	0.212	0.189	0.194	0.210	0.193	0.016	8.3
七氯	0.200	0.205	0.240	0.221	0.223	0.201	0.215	0.016	7.4
δ-六六六	0.198	0.198	0.231	0.214	0.219	0.214	0.212	0.013	6.1
艾氏剂	0.190	0.195	0.229	0.207	0.216	0.204	0.207	0.014	6.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.184	0.184	0.218	0.211	0.204	0.208	0.202	0.014	6.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.185	0.181	0.214	0.202	0.205	0.218	0.201	0.015	7.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.133	0.148	0.153	0.142	0.150	0.151	0.146	0.007	4.8
o,p'-滴滴伊	0.183	0.182	0.196	0.223	0.189	0.211	0.197	0.016	8.1
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.191	0.194	0.228	0.191	0.193	0.197	0.199	0.014	7.0
硫丹 I (α-硫丹)	0.173	0.211	0.201	0.187	0.195	0.206	0.196	0.014	7.1
p,p'-滴滴伊	0.150	0.151	0.177	0.159	0.170	0.175	0.164	0.012	7.3
狄氏剂	0.183	0.184	0.216	0.199	0.203	0.217	0.200	0.015	7.5
o,p'-滴滴涕	0.181	0.183	0.212	0.191	0.201	0.215	0.197	0.015	7.6
异狄氏剂	0.196	0.196	0.211	0.213	0.192	0.214	0.204	0.010	4.9
o,p'-滴滴涕	0.185	0.182	0.210	0.185	0.193	0.220	0.196	0.016	8.2
p,p'-滴滴涕	0.177	0.183	0.212	0.205	0.197	0.214	0.198	0.015	7.6
硫丹 II (β-硫丹)	0.193	0.184	0.218	0.212	0.213	0.211	0.205	0.013	6.3
p,p'-滴滴涕	0.181	0.180	0.216	0.193	0.199	0.213	0.197	0.015	7.6
异狄氏剂醛	0.148	0.150	0.177	0.163	0.168	0.181	0.165	0.014	8.5
硫丹硫酸酯	0.152	0.175	0.184	0.162	0.170	0.205	0.175	0.018	10
甲氧滴滴涕	0.179	0.208	0.210	0.185	0.191	0.210	0.197	0.014	7.1
异狄氏剂酮	0.177	0.180	0.216	0.190	0.197	0.216	0.196	0.017	8.7
灭蚁灵	0.211	0.207	0.206	0.199	0.213	0.200	0.206	0.006	2.9

表 96 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.463	0.415	0.449	0.379	0.437	0.428	0.429	0.029	6.8
α-六六六	0.393	0.391	0.403	0.333	0.433	0.457	0.402	0.042	10
γ-六六六	0.432	0.407	0.451	0.383	0.384	0.430	0.415	0.028	6.7
β-六六六	0.432	0.400	0.470	0.302	0.410	0.393	0.401	0.056	14
七氯	0.390	0.429	0.405	0.380	0.361	0.392	0.393	0.023	5.9
δ-六六六	0.386	0.459	0.453	0.443	0.441	0.480	0.444	0.032	7.2
艾氏剂	0.443	0.449	0.487	0.373	0.383	0.415	0.425	0.043	10
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.466	0.387	0.408	0.386	0.360	0.401	0.401	0.036	9.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.400	0.423	0.429	0.308	0.394	0.418	0.395	0.045	11
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.271	0.297	0.282	0.278	0.275	0.279	0.280	0.009	3.2
o,p'-滴滴伊	0.393	0.429	0.371	0.374	0.323	0.439	0.388	0.042	11
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.371	0.428	0.421	0.343	0.352	0.389	0.384	0.035	9.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.439	0.446	0.438	0.314	0.399	0.403	0.407	0.049	12
p,p'-滴滴伊	0.418	0.396	0.377	0.333	0.431	0.427	0.397	0.037	9.3
狄氏剂	0.414	0.394	0.406	0.343	0.443	0.360	0.393	0.037	9.4
o,p'-滴滴涕	0.453	0.383	0.417	0.394	0.441	0.477	0.428	0.036	8.4
异狄氏剂	0.470	0.432	0.462	0.386	0.408	0.393	0.425	0.035	8.2
o,p'-滴滴涕	0.375	0.404	0.427	0.372	0.357	0.387	0.387	0.025	6.5
p,p'-滴滴涕	0.429	0.415	0.427	0.392	0.319	0.407	0.398	0.041	10
硫丹 II (β-硫丹)	0.428	0.403	0.432	0.335	0.360	0.426	0.397	0.041	10
p,p'-滴滴涕	0.429	0.430	0.438	0.399	0.412	0.437	0.424	0.015	3.5
异狄氏剂醛	0.435	0.397	0.386	0.376	0.317	0.371	0.380	0.039	10
硫丹硫酸酯	0.430	0.432	0.427	0.427	0.419	0.439	0.429	0.007	1.6
甲氧滴滴涕	0.387	0.464	0.394	0.363	0.456	0.399	0.411	0.040	9.7
异狄氏剂酮	0.436	0.374	0.432	0.373	0.405	0.405	0.404	0.027	6.7
灭蚊灵	0.390	0.400	0.405	0.382	0.377	0.353	0.385	0.019	4.9

表 97 工业废水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.436	0.353	0.409	0.482	0.317	0.394	0.399	0.059	15
α-六六六	0.541	0.437	0.459	0.462	0.488	0.488	0.479	0.036	7.5
γ-六六六	0.445	0.356	0.363	0.451	0.325	0.415	0.393	0.052	13
β-六六六	0.445	0.362	0.419	0.432	0.340	0.407	0.401	0.041	10
七氯	0.489	0.401	0.483	0.434	0.360	0.449	0.436	0.049	11
δ-六六六	0.549	0.398	0.442	0.443	0.364	0.500	0.449	0.067	15
艾氏剂	0.501	0.343	0.487	0.383	0.319	0.400	0.406	0.074	18
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.512	0.413	0.451	0.428	0.372	0.477	0.442	0.049	11
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.463	0.371	0.485	0.424	0.335	0.430	0.418	0.056	13
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.409	0.353	0.368	0.323	0.287	0.293	0.339	0.047	14
o,p'-滴滴伊	0.373	0.494	0.461	0.473	0.575	0.384	0.460	0.075	16
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.422	0.393	0.450	0.394	0.575	0.389	0.437	0.071	16
硫丹 I (α-硫丹)	0.412	0.347	0.405	0.419	0.369	0.411	0.394	0.029	7.4
p,p'-滴滴伊	0.391	0.321	0.447	0.476	0.286	0.369	0.382	0.072	19
狄氏剂	0.444	0.358	0.470	0.380	0.319	0.415	0.398	0.056	14
o,p'-滴滴涕	0.463	0.370	0.444	0.438	0.320	0.430	0.411	0.054	13
异狄氏剂	0.478	0.374	0.475	0.458	0.350	0.383	0.420	0.057	14
o,p'-滴滴涕	0.458	0.377	0.480	0.458	0.328	0.434	0.423	0.058	14
p,p'-滴滴涕	0.450	0.379	0.392	0.465	0.307	0.414	0.401	0.057	14
硫丹 II (β-硫丹)	0.483	0.384	0.423	0.478	0.347	0.383	0.416	0.055	13
p,p'-滴滴涕	0.449	0.357	0.432	0.445	0.316	0.422	0.404	0.054	13
异狄氏剂醛	0.408	0.303	0.419	0.463	0.271	0.360	0.371	0.073	20
硫丹硫酸酯	0.362	0.381	0.462	0.460	0.279	0.338	0.380	0.071	19
甲氧滴滴涕	0.538	0.421	0.409	0.476	0.307	0.419	0.428	0.077	18
异狄氏剂酮	0.466	0.369	0.453	0.468	0.324	0.436	0.419	0.059	14
灭蚊灵	0.491	0.388	0.403	0.404	0.341	0.452	0.413	0.052	13

表 98 空白加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.0008	8.0
α-六六六	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.0004	4.4
γ-六六六	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.0008	8.9
β-六六六	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.0004	4.0
七氯	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0005	5.6
δ-六六六	0.006	0.008	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0008	11
艾氏剂	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.010	0.009	0.0009	10
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.0004	4.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.008	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0004	5.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.008	0.009	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.0008	10
o,p'-滴滴伊	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.008	0.009	0.0008	8.9
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.0005	6.3
硫丹 I (α-硫丹)	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.0005	8.3
p,p'-滴滴伊	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0004	5.7
狄氏剂	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.0005	7.1
o,p'-滴滴滴	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.0005	8.3
异狄氏剂	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.0008	8.0
o,p'-滴滴涕	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	0.006	0.006	0.0005	8.3
p,p'-滴滴滴	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.0005	6.3
硫丹 II (β-硫丹)	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.0006	6.7
p,p'-滴滴涕	0.009	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.0006	7.5
异狄氏剂醛	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.0005	6.8
硫丹硫酸酯	0.007	0.007	0.008	0.008	0.006	0.007	0.007	0.0008	11
甲氧滴滴涕	0.010	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0008	8.9
异狄氏剂酮	0.007	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.007	0.0005	7.1
灭蚁灵	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.009	0.008	0.0008	10

表 99 空白加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024. 9~2024. 12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.052	0.051	0.050	0.052	0.056	0.049	0.052	0.0024	4.6
α-六六六	0.049	0.050	0.049	0.053	0.055	0.050	0.051	0.0024	4.7
γ-六六六	0.054	0.051	0.050	0.048	0.051	0.049	0.051	0.0021	4.1
β-六六六	0.053	0.049	0.047	0.049	0.046	0.048	0.049	0.0024	4.9
七氯	0.049	0.048	0.049	0.048	0.049	0.050	0.049	0.0008	1.6
δ-六六六	0.048	0.049	0.043	0.048	0.046	0.045	0.047	0.0023	4.9
艾氏剂	0.051	0.047	0.046	0.048	0.049	0.043	0.047	0.0027	5.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.048	0.050	0.048	0.050	0.049	0.047	0.049	0.0012	2.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.042	0.045	0.045	0.043	0.047	0.042	0.044	0.0020	4.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.048	0.048	0.049	0.052	0.053	0.046	0.049	0.0027	5.5
o,p'-滴滴伊	0.048	0.046	0.044	0.047	0.042	0.046	0.046	0.0022	4.8
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.046	0.046	0.051	0.051	0.048	0.044	0.048	0.0029	6.0
硫丹 I (α-硫丹)	0.047	0.050	0.049	0.049	0.050	0.043	0.048	0.0027	5.6
p,p'-滴滴伊	0.044	0.045	0.043	0.044	0.050	0.040	0.044	0.0033	7.5
狄氏剂	0.049	0.048	0.047	0.054	0.052	0.047	0.050	0.0029	5.8
o,p'-滴滴涕	0.038	0.036	0.041	0.045	0.043	0.047	0.042	0.0042	10
异狄氏剂	0.051	0.054	0.051	0.052	0.052	0.049	0.051	0.0016	3.1
o,p'-滴滴涕	0.051	0.048	0.048	0.053	0.047	0.049	0.049	0.0023	4.7
p,p'-滴滴涕	0.044	0.045	0.046	0.043	0.041	0.044	0.044	0.0017	3.9
硫丹 II (β-硫丹)	0.043	0.045	0.048	0.042	0.044	0.042	0.044	0.0023	5.2
p,p'-滴滴涕	0.052	0.050	0.049	0.054	0.050	0.054	0.051	0.0022	4.3
异狄氏剂醛	0.041	0.041	0.048	0.046	0.047	0.046	0.045	0.0031	6.9
硫丹硫酸酯	0.043	0.045	0.046	0.045	0.042	0.043	0.044	0.0015	3.4
甲氧滴滴涕	0.038	0.036	0.046	0.046	0.050	0.044	0.043	0.0053	12
异狄氏剂酮	0.039	0.042	0.047	0.046	0.047	0.042	0.044	0.0033	7.5
灭蚊灵	0.044	0.045	0.051	0.051	0.046	0.046	0.047	0.0031	6.6

表 100 空白加标 0. 200 μ g/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024. 9~2024. 12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.221	0.200	0.207	0.190	0.203	0.192	0.202	0.0113	5.6
α-六六六	0.209	0.173	0.206	0.180	0.177	0.174	0.186	0.0165	8.9
γ-六六六	0.204	0.190	0.185	0.184	0.186	0.179	0.188	0.0086	4.6
β-六六六	0.200	0.193	0.203	0.185	0.180	0.200	0.194	0.0093	4.8
七氯	0.187	0.190	0.194	0.181	0.193	0.191	0.189	0.0048	2.5
δ-六六六	0.180	0.182	0.190	0.178	0.175	0.183	0.181	0.0051	2.8
艾氏剂	0.202	0.182	0.197	0.202	0.187	0.207	0.196	0.0097	4.9
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.207	0.198	0.205	0.206	0.201	0.215	0.205	0.0058	2.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.196	0.182	0.194	0.201	0.199	0.193	0.194	0.0067	3.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.199	0.215	0.202	0.202	0.192	0.205	0.203	0.0076	3.7
o,p'-滴滴伊	0.203	0.188	0.197	0.201	0.191	0.185	0.194	0.0073	3.8
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.209	0.189	0.197	0.198	0.191	0.215	0.200	0.0102	5.1
硫丹 I (α-硫丹)	0.201	0.192	0.197	0.185	0.187	0.204	0.194	0.0076	3.9
p,p'-滴滴伊	0.205	0.210	0.184	0.184	0.183	0.197	0.194	0.0119	6.1
狄氏剂	0.189	0.188	0.201	0.204	0.195	0.203	0.197	0.0071	3.6
o,p'-滴滴涕	0.191	0.184	0.196	0.193	0.181	0.178	0.187	0.0072	3.9
异狄氏剂	0.197	0.203	0.179	0.173	0.179	0.201	0.189	0.0131	6.9
o,p'-滴滴涕	0.181	0.188	0.202	0.177	0.175	0.201	0.187	0.0118	6.3
p,p'-滴滴涕	0.195	0.193	0.196	0.182	0.175	0.192	0.189	0.0084	4.4
硫丹 II (β-硫丹)	0.202	0.199	0.206	0.199	0.194	0.190	0.198	0.0057	2.9
p,p'-滴滴涕	0.181	0.200	0.178	0.178	0.190	0.196	0.187	0.0096	5.1
异狄氏剂醛	0.203	0.204	0.210	0.223	0.204	0.196	0.207	0.0092	4.4
硫丹硫酸酯	0.185	0.179	0.181	0.182	0.175	0.186	0.181	0.0040	2.2
甲氧滴滴涕	0.197	0.190	0.200	0.201	0.217	0.218	0.204	0.0113	5.5
异狄氏剂酮	0.201	0.173	0.201	0.209	0.192	0.202	0.196	0.0126	6.4
灭蚊灵	0.208	0.188	0.207	0.204	0.198	0.207	0.202	0.0078	3.9

表 101 地下水加标 0.010 μg/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
-----	---	---	---	---	---	---	---------------	-------------	-------

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.012	0.010	0.008	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0014	14
α-六六六	0.011	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.009	0.0010	11
γ-六六六	0.007	0.009	0.011	0.010	0.009	0.008	0.009	0.0014	16
β-六六六	0.009	0.011	0.009	0.010	0.010	0.007	0.009	0.0014	16
七氯	0.008	0.007	0.011	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0014	16
δ-六六六	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.007	0.006	0.0005	8.6
艾氏剂	0.010	0.012	0.009	0.007	0.009	0.010	0.009	0.0016	18
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.010	0.007	0.010	0.012	0.009	0.011	0.010	0.0017	17
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.006	0.007	0.007	0.006	0.008	0.006	0.007	0.0008	11
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.009	0.012	0.010	0.007	0.009	0.010	0.009	0.0016	18
o,p'-滴滴伊	0.006	0.007	0.007	0.008	0.006	0.008	0.007	0.0009	13
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.010	0.007	0.012	0.009	0.009	0.011	0.010	0.0018	18
硫丹 I (α-硫丹)	0.005	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.0004	6.8
p,p'-滴滴伊	0.006	0.006	0.005	0.007	0.007	0.007	0.006	0.0008	9.1
狄氏剂	0.008	0.006	0.007	0.008	0.006	0.008	0.007	0.0010	14
o,p'-滴滴涕	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.0005	8.6
异狄氏剂	0.010	0.013	0.010	0.009	0.009	0.008	0.010	0.0017	17
o,p'-滴滴涕	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0004	6.8
p,p'-滴滴涕	0.009	0.007	0.011	0.008	0.007	0.009	0.009	0.0015	17
硫丹 II (β-硫丹)	0.009	0.012	0.010	0.008	0.008	0.008	0.009	0.0016	18
p,p'-滴滴涕	0.011	0.007	0.011	0.008	0.011	0.009	0.009	0.0018	20
异狄氏剂醛	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0004	6.8
硫丹硫酸酯	0.006	0.008	0.007	0.006	0.006	0.007	0.007	0.0008	12
甲氧滴滴涕	0.009	0.011	0.010	0.008	0.009	0.007	0.009	0.0014	16
异狄氏剂酮	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.0004	6.8
灭蚊灵	0.006	0.008	0.006	0.007	0.007	0.006	0.007	0.0008	11

表 102 地表水加标 0.050 μg/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
-----	---	---	---	---	---	---	---------------	-------------	-------

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.048	0.058	0.051	0.049	0.055	0.052	0.052	0.0038	7.3
α-六六六	0.050	0.056	0.044	0.052	0.051	0.050	0.051	0.0039	7.6
γ-六六六	0.050	0.052	0.047	0.053	0.052	0.047	0.050	0.0026	5.2
β-六六六	0.054	0.056	0.051	0.043	0.052	0.043	0.050	0.0056	11
七氯	0.050	0.053	0.056	0.046	0.051	0.048	0.051	0.0036	7.1
δ-六六六	0.049	0.053	0.045	0.046	0.049	0.041	0.047	0.0041	8.7
艾氏剂	0.047	0.051	0.053	0.048	0.055	0.054	0.051	0.0033	6.5
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.047	0.051	0.050	0.052	0.051	0.053	0.051	0.0021	4.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.038	0.042	0.041	0.039	0.044	0.041	0.041	0.0021	5.1
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.046	0.053	0.048	0.049	0.049	0.054	0.050	0.0031	6.2
o,p'-滴滴伊	0.036	0.045	0.039	0.044	0.041	0.036	0.040	0.0039	9.8
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.047	0.047	0.044	0.052	0.050	0.053	0.049	0.0034	6.9
硫丹 I (α-硫丹)	0.047	0.048	0.052	0.051	0.052	0.051	0.050	0.0021	4.2
p,p'-滴滴伊	0.048	0.051	0.050	0.041	0.044	0.044	0.046	0.0039	8.5
狄氏剂	0.051	0.054	0.048	0.047	0.051	0.045	0.049	0.0033	6.7
o,p'-滴滴涕	0.032	0.038	0.042	0.040	0.039	0.036	0.038	0.0035	9.2
异狄氏剂	0.055	0.053	0.046	0.044	0.048	0.046	0.049	0.0044	9.0
o,p'-滴滴涕	0.047	0.043	0.044	0.050	0.052	0.053	0.048	0.0042	8.8
p,p'-滴滴涕	0.048	0.045	0.045	0.043	0.049	0.048	0.046	0.0023	5.0
硫丹 II (β-硫丹)	0.041	0.053	0.049	0.048	0.045	0.043	0.047	0.0044	9.4
p,p'-滴滴涕	0.052	0.053	0.052	0.052	0.055	0.052	0.053	0.0012	2.3
异狄氏剂醛	0.048	0.056	0.050	0.049	0.046	0.044	0.049	0.0041	8.4
硫丹硫酸酯	0.040	0.044	0.043	0.047	0.053	0.046	0.046	0.0044	9.6
甲氧滴滴涕	0.036	0.034	0.045	0.045	0.034	0.048	0.040	0.0063	16
异狄氏剂酮	0.048	0.048	0.052	0.050	0.047	0.049	0.049	0.0018	3.7
灭蚊灵	0.043	0.049	0.052	0.054	0.054	0.053	0.051	0.0043	8.4

表 103 海水加标 0. 200 μ g/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024. 9~2024. 12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
-----	---	---	---	---	---	---	---------------	-------------	-------

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.147	0.184	0.222	0.202	0.218	0.206	0.197	0.0277	14
α-六六六	0.138	0.177	0.215	0.188	0.200	0.187	0.184	0.0261	14
γ-六六六	0.135	0.192	0.209	0.186	0.202	0.186	0.185	0.0261	14
β-六六六	0.159	0.197	0.230	0.192	0.209	0.202	0.198	0.0233	12
七氯	0.148	0.195	0.217	0.194	0.213	0.196	0.194	0.0245	13
δ-六六六	0.151	0.171	0.206	0.180	0.192	0.187	0.181	0.0189	10
艾氏剂	0.151	0.195	0.211	0.187	0.208	0.187	0.190	0.0216	11
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.175	0.177	0.215	0.200	0.214	0.201	0.197	0.0174	8.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.182	0.193	0.187	0.181	0.186	0.177	0.184	0.0056	3.0
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.177	0.190	0.210	0.201	0.211	0.196	0.198	0.0129	6.5
o,p'-滴滴伊	0.187	0.191	0.186	0.179	0.188	0.176	0.185	0.0058	3.1
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.180	0.177	0.208	0.187	0.208	0.194	0.192	0.0135	7.0
硫丹 I (α-硫丹)	0.179	0.201	0.214	0.198	0.205	0.193	0.198	0.0118	6.0
p,p'-滴滴伊	0.191	0.200	0.209	0.192	0.212	0.187	0.198	0.0103	5.2
狄氏剂	0.176	0.198	0.208	0.185	0.205	0.179	0.192	0.0137	7.1
o,p'-滴滴涕	0.176	0.184	0.177	0.162	0.182	0.173	0.176	0.0078	4.4
异狄氏剂	0.193	0.189	0.214	0.178	0.213	0.191	0.196	0.0143	7.3
o,p'-滴滴涕	0.183	0.183	0.212	0.182	0.202	0.197	0.193	0.0125	6.5
p,p'-滴滴涕	0.190	0.182	0.206	0.177	0.220	0.195	0.195	0.0159	8.2
硫丹 II (β-硫丹)	0.193	0.193	0.211	0.190	0.224	0.193	0.201	0.0137	6.8
p,p'-滴滴涕	0.192	0.179	0.193	0.177	0.210	0.177	0.188	0.0130	6.9
异狄氏剂醛	0.208	0.197	0.219	0.194	0.230	0.205	0.209	0.0136	6.5
硫丹硫酸酯	0.195	0.188	0.204	0.190	0.182	0.210	0.195	0.0105	5.4
甲氧滴滴涕	0.188	0.186	0.179	0.182	0.205	0.188	0.188	0.0091	4.8
异狄氏剂酮	0.199	0.189	0.196	0.174	0.188	0.188	0.189	0.0087	4.6
灭蚊灵	0.204	0.208	0.209	0.186	0.210	0.198	0.203	0.0092	4.5

表 104 生活污水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
-----	---	---	---	---	---	---	---------------	-------------	-------

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
六氯苯	0.471	0.495	0.436	0.455	0.443	0.322	0.437	0.0602	14
α-六六六	0.475	0.464	0.421	0.447	0.442	0.306	0.426	0.0616	15
γ-六六六	0.454	0.462	0.423	0.437	0.447	0.305	0.421	0.0586	14
β-六六六	0.453	0.478	0.414	0.444	0.444	0.323	0.426	0.0545	13
七氯	0.458	0.440	0.423	0.433	0.451	0.320	0.421	0.0509	12
δ-六六六	0.423	0.457	0.403	0.414	0.421	0.304	0.404	0.0521	13
艾氏剂	0.476	0.510	0.437	0.455	0.465	0.324	0.445	0.0639	14
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.474	0.475	0.419	0.443	0.449	0.321	0.430	0.0574	13
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.412	0.435	0.407	0.422	0.418	0.431	0.421	0.0108	2.6
反-氯丹 (γ-氯丹)	0.442	0.467	0.394	0.413	0.430	0.306	0.409	0.0561	14
o,p'-滴滴伊	0.427	0.413	0.432	0.409	0.418	0.436	0.423	0.0108	2.6
顺-氯丹 (α-氯丹)	0.444	0.450	0.407	0.425	0.426	0.305	0.410	0.0534	13
硫丹 I (α-硫丹)	0.444	0.415	0.407	0.423	0.430	0.308	0.405	0.0490	12
p,p'-滴滴伊	0.408	0.391	0.380	0.389	0.407	0.292	0.378	0.0434	12
狄氏剂	0.432	0.416	0.402	0.419	0.437	0.308	0.402	0.0478	12
o,p'-滴滴涕	0.394	0.402	0.411	0.430	0.404	0.417	0.410	0.0127	3.1
异狄氏剂	0.430	0.422	0.391	0.415	0.438	0.306	0.400	0.0489	12
o,p'-滴滴涕	0.472	0.391	0.427	0.450	0.501	0.325	0.428	0.0628	15
p,p'-滴滴涕	0.442	0.368	0.388	0.418	0.426	0.302	0.391	0.0510	13
硫丹 II (β-硫丹)	0.430	0.479	0.399	0.414	0.428	0.315	0.411	0.0541	13
p,p'-滴滴涕	0.467	0.447	0.428	0.454	0.495	0.334	0.438	0.0554	13
异狄氏剂醛	0.442	0.416	0.382	0.428	0.437	0.318	0.404	0.0472	12
硫丹硫酸酯	0.367	0.449	0.337	0.375	0.392	0.293	0.369	0.0525	14
甲氧滴滴涕	0.437	0.444	0.435	0.460	0.444	0.414	0.439	0.0151	3.4
异狄氏剂酮	0.436	0.438	0.351	0.405	0.415	0.314	0.393	0.0500	13
灭蚊灵	0.428	0.464	0.390	0.411	0.415	0.305	0.402	0.0535	13

表 105 工业废水加标 0.450 μg/L 精密度

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD/%
-----	---	---	---	---	---	---	---------------	-------------	-------

化合物	1	2	3	4	5	6	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	S ($\mu\text{g/L}$)	RSD/%
六氯苯	0.464	0.339	0.343	0.414	0.387	0.343	0.382	0.0503	13
α -六六六	0.438	0.316	0.323	0.417	0.376	0.316	0.364	0.0543	15
γ -六六六	0.437	0.327	0.325	0.427	0.377	0.315	0.368	0.0542	15
β -六六六	0.384	0.349	0.338	0.374	0.390	0.335	0.362	0.0240	6.6
七氯	0.387	0.360	0.333	0.401	0.392	0.339	0.369	0.0288	7.8
δ -六六六	0.413	0.338	0.316	0.380	0.372	0.311	0.355	0.0401	11
艾氏剂	0.411	0.384	0.347	0.436	0.417	0.335	0.388	0.0404	10
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.437	0.395	0.329	0.404	0.400	0.327	0.382	0.0444	12
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.380	0.436	0.327	0.327	0.404	0.403	0.380	0.0444	12
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.401	0.401	0.329	0.409	0.398	0.322	0.377	0.0399	11
o,p' -滴滴伊	0.372	0.417	0.404	0.403	0.412	0.410	0.403	0.0160	4.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.401	0.403	0.327	0.404	0.412	0.326	0.379	0.0407	11
硫丹 I (α -硫丹)	0.383	0.405	0.327	0.403	0.410	0.322	0.375	0.0402	11
p,p' -滴滴伊	0.373	0.423	0.309	0.379	0.403	0.300	0.365	0.0499	14
狄氏剂	0.396	0.400	0.315	0.411	0.396	0.312	0.372	0.0454	12
o,p' -滴滴涕	0.311	0.335	0.412	0.410	0.326	0.322	0.353	0.0458	13
异狄氏剂	0.400	0.415	0.317	0.429	0.426	0.323	0.385	0.0514	13
o,p' -滴滴涕	0.377	0.416	0.345	0.387	0.387	0.354	0.378	0.0256	6.8
p,p' -滴滴涕	0.397	0.417	0.310	0.401	0.407	0.321	0.375	0.0471	13
硫丹 II (β -硫丹)	0.422	0.423	0.331	0.414	0.409	0.321	0.387	0.0474	12
p,p' -滴滴涕	0.432	0.406	0.348	0.403	0.398	0.361	0.391	0.0311	8.0
异狄氏剂醛	0.378	0.426	0.328	0.358	0.401	0.331	0.370	0.0390	11
硫丹硫酸酯	0.410	0.392	0.296	0.381	0.368	0.287	0.356	0.0517	15
甲氧滴滴涕	0.430	0.414	0.416	0.403	0.367	0.417	0.408	0.0218	5.3
异狄氏剂酮	0.452	0.433	0.319	0.410	0.401	0.316	0.389	0.0578	15
灭蚊灵	0.390	0.424	0.324	0.439	0.402	0.325	0.384	0.0491	13

1.4 方法正确度测试数据

正确度验证实际样品测定同精密度验证, 每种类型水样平行测定 6 次, 分别计算各类型样品的加标回收率。7 家实验室实验室空白、地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水加标正确度验证数据见表 1-106~表 1-161。

表 106 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	91.7
α-六六六	ND	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	96.3
γ-六六六	ND	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	104
β-六六六	ND	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	94.9
七氯	ND	0.012	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.012	0.010	120
δ-六六六	ND	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	104
艾氏剂	ND	0.008	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.010	77.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.009	0.010	0.009	0.008	0.010	0.009	0.009	0.010	90.8
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	105
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	92.3
o,p'-滴滴伊	ND	0.011	0.011	0.009	0.011	0.011	0.011	0.011	0.010	107
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.009	0.010	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.010	90.2
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	93.4
p,p'-滴滴伊	ND	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	94.3
狄氏剂	ND	0.010	0.012	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	101
o,p'-滴滴涕	ND	0.012	0.011	0.009	0.011	0.012	0.011	0.011	0.010	110
异狄氏剂	ND	0.012	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.010	121
o,p'-滴滴涕	ND	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	106
p,p'-滴滴涕	ND	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	97.2

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	102
p,p'-滴滴涕	ND	0.011	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.011	0.010	114
异狄氏剂醛	ND	0.011	0.012	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.010	109
硫丹硫酸酯	ND	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.010	120
甲氧滴滴涕	ND	0.011	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	101
异狄氏剂酮	ND	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	106
灭蚁灵	ND	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	93.5

表 107 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.044	0.042	0.043	0.044	0.043	0.043	0.043	0.050	86.3
α-六六六	ND	0.039	0.040	0.038	0.039	0.040	0.038	0.039	0.050	78.0
γ-六六六	ND	0.041	0.042	0.041	0.041	0.042	0.040	0.041	0.050	82.3
β-六六六	ND	0.046	0.047	0.046	0.046	0.048	0.045	0.046	0.050	92.7
七氯	ND	0.046	0.046	0.046	0.045	0.049	0.046	0.046	0.050	92.7
δ-六六六	ND	0.040	0.042	0.040	0.041	0.041	0.040	0.041	0.050	81.3
艾氏剂	ND	0.035	0.035	0.035	0.036	0.035	0.035	0.035	0.050	70.3
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.042	0.042	0.042	0.042	0.044	0.043	0.043	0.050	85.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.049	0.048	0.047	0.052	0.053	0.052	0.050	0.050	100
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.040	0.041	0.041	0.041	0.042	0.040	0.041	0.050	81.7
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.052	0.051	0.049	0.056	0.057	0.055	0.053	0.050	107
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.041	0.042	0.041	0.042	0.042	0.041	0.042	0.050	83.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.042	0.043	0.043	0.043	0.043	0.042	0.043	0.050	85.3
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.040	0.040	0.040	0.041	0.041	0.040	0.040	0.050	80.7
狄氏剂	ND	0.043	0.045	0.044	0.043	0.047	0.043	0.044	0.050	88.3
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.053	0.052	0.051	0.058	0.057	0.056	0.055	0.050	109
异狄氏剂	ND	0.064	0.060	0.060	0.058	0.056	0.057	0.059	0.050	118
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.048	0.048	0.049	0.049	0.049	0.049	0.049	0.050	97.3
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.044	0.042	0.046	0.046	0.042	0.045	0.044	0.050	88.3
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.048	0.048	0.049	0.049	0.049	0.048	0.049	0.050	97.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.047	0.048	0.049	0.048	0.049	0.049	0.048	0.050	96.7
异狄氏剂醛	ND	0.049	0.052	0.052	0.051	0.052	0.051	0.051	0.050	102
硫丹硫酸酯	ND	0.055	0.055	0.056	0.056	0.055	0.054	0.055	0.050	110
甲氧滴滴涕	ND	0.060	0.060	0.061	0.061	0.061	0.060	0.061	0.050	121
异狄氏剂酮	ND	0.049	0.050	0.051	0.051	0.051	0.050	0.050	0.050	101
灭蚁灵	ND	0.050	0.050	0.051	0.050	0.051	0.050	0.050	0.050	101

表 108 空白加标 0. 200 μ g/L 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心
测试日期：2024. 6～2024. 9

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.172	0.191	0.177	0.168	0.195	0.184	0.181	0.200	90.5
α -六六六	ND	0.172	0.185	0.175	0.168	0.190	0.182	0.178	0.200	89.0
γ -六六六	ND	0.175	0.188	0.179	0.171	0.193	0.188	0.182	0.200	91.0
β -六六六	ND	0.182	0.194	0.186	0.179	0.199	0.194	0.189	0.200	94.5
七氯	ND	0.166	0.183	0.167	0.164	0.189	0.178	0.174	0.200	87.0
δ -六六六	ND	0.182	0.195	0.185	0.179	0.200	0.196	0.190	0.200	95.0
艾氏剂	ND	0.144	0.158	0.146	0.140	0.162	0.155	0.151	0.200	75.5
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.190	0.205	0.192	0.185	0.210	0.205	0.198	0.200	99.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.192	0.207	0.194	0.187	0.212	0.206	0.200	0.200	100
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.190	0.205	0.192	0.185	0.210	0.205	0.198	0.200	99.0
o,p' -滴滴伊	ND	0.196	0.210	0.197	0.191	0.215	0.210	0.203	0.200	102
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.193	0.208	0.194	0.188	0.213	0.208	0.201	0.200	101
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.197	0.213	0.197	0.192	0.218	0.211	0.205	0.200	103
p,p' -滴滴伊	ND	0.195	0.210	0.194	0.190	0.218	0.209	0.203	0.200	102
狄氏剂	ND	0.206	0.224	0.204	0.200	0.228	0.220	0.214	0.200	107
o,p' -滴滴涕	ND	0.225	0.227	0.208	0.221	0.231	0.223	0.223	0.200	112
异狄氏剂	ND	0.245	0.251	0.242	0.240	0.251	0.259	0.248	0.200	124
o,p' -滴滴涕	ND	0.205	0.221	0.201	0.201	0.227	0.221	0.213	0.200	107
p,p' -滴滴涕	ND	0.198	0.217	0.197	0.194	0.226	0.214	0.208	0.200	104
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.211	0.231	0.210	0.205	0.237	0.226	0.220	0.200	110
p,p' -滴滴涕	ND	0.207	0.227	0.202	0.203	0.232	0.223	0.216	0.200	108
异狄氏剂醛	ND	0.185	0.205	0.184	0.182	0.208	0.206	0.195	0.200	97.5
硫丹硫酸酯	ND	0.227	0.251	0.223	0.220	0.255	0.244	0.237	0.200	119

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
甲氧滴滴涕	ND	0.231	0.263	0.235	0.232	0.265	0.262	0.248	0.200	124
异狄氏剂酮	ND	0.207	0.230	0.207	0.200	0.235	0.228	0.218	0.200	109
灭蚁灵	ND	0.213	0.231	0.207	0.206	0.234	0.230	0.220	0.200	110

表 109 地下水加标 0.010 $\mu\text{g/L}$ 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.009	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.010	84.6
α -六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	96.8
γ -六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	100
β -六六六	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	88.6
七氯	ND	0.011	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	106
δ -六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	102
艾氏剂	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	87.5
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	91.9
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	95.1
反-氯丹（ γ -氯丹）	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	98.3
o,p' -滴滴伊	ND	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	94.1
顺-氯丹（ α -氯丹）	ND	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	95.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	100
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	98.8
狄氏剂	ND	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	106
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	96.7
异狄氏剂	ND	0.011	0.013	0.012	0.011	0.012	0.013	0.012	0.010	119
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	101
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	98.5
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	104
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.011	0.012	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011	0.010	113
异狄氏剂醛	ND	0.012	0.013	0.012	0.011	0.011	0.013	0.012	0.010	118
硫丹硫酸酯	ND	0.011	0.012	0.011	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	110
甲氧滴滴涕	ND	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	93.8
异狄氏剂酮	ND	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	97.8
灭蚁灵	ND	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.011	0.009	0.010	93.1

表 110 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.046	0.046	0.046	0.048	0.046	0.045	0.046	0.050	92.0

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
α -六六六	ND	0.042	0.042	0.041	0.043	0.043	0.041	0.042	0.050	83.8
γ -六六六	ND	0.044	0.044	0.043	0.046	0.045	0.043	0.044	0.050	88.1
β -六六六	ND	0.047	0.046	0.046	0.047	0.047	0.045	0.046	0.050	92.9
七氯	ND	0.044	0.043	0.044	0.046	0.044	0.043	0.044	0.050	87.8
δ -六六六	ND	0.052	0.051	0.050	0.054	0.052	0.050	0.052	0.050	103
艾氏剂	ND	0.042	0.042	0.045	0.044	0.043	0.042	0.043	0.050	86.2
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.047	0.047	0.047	0.050	0.048	0.046	0.047	0.050	95.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.048	0.047	0.047	0.050	0.049	0.046	0.048	0.050	95.6
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.047	0.047	0.046	0.050	0.048	0.045	0.047	0.050	94.3
o,p' -滴滴伊	ND	0.049	0.048	0.048	0.051	0.049	0.047	0.049	0.050	97.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.048	0.048	0.048	0.051	0.049	0.047	0.048	0.050	96.6
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.049	0.049	0.048	0.052	0.050	0.047	0.049	0.050	98.6
p,p' -滴滴伊	ND	0.049	0.048	0.047	0.052	0.049	0.046	0.048	0.050	96.9
狄氏剂	ND	0.051	0.049	0.050	0.052	0.053	0.047	0.050	0.050	101
o,p' -滴滴滴	ND	0.062	0.062	0.061	0.062	0.064	0.060	0.062	0.050	124
异狄氏剂	ND	0.064	0.061	0.063	0.064	0.065	0.060	0.063	0.050	126
o,p' -滴滴涕	ND	0.055	0.054	0.054	0.059	0.056	0.053	0.055	0.050	110
p,p' -滴滴滴	ND	0.049	0.049	0.048	0.051	0.051	0.046	0.049	0.050	98.1
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.055	0.055	0.054	0.058	0.057	0.053	0.055	0.050	111
p,p' -滴滴涕	ND	0.057	0.056	0.056	0.061	0.059	0.055	0.058	0.050	84.6
异狄氏剂醛	ND	0.061	0.058	0.062	0.067	0.063	0.060	0.062	0.050	97.4
硫丹硫酸酯	ND	0.063	0.061	0.062	0.068	0.064	0.060	0.063	0.050	96.9
甲氧滴滴涕	ND	0.073	0.071	0.074	0.080	0.076	0.071	0.074	0.050	111

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.059	0.058	0.058	0.063	0.060	0.057	0.059	0.050	89.6
灭蚁灵	ND	0.061	0.061	0.062	0.066	0.063	0.059	0.062	0.050	96.0

表 111 海水加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.203	0.168	0.186	0.197	0.177	0.184	0.186	0.200	92.9
α-六六六	ND	0.200	0.163	0.184	0.194	0.172	0.181	0.182	0.200	91.2
γ-六六六	ND	0.204	0.168	0.189	0.197	0.176	0.186	0.187	0.200	93.3
β-六六六	ND	0.206	0.174	0.194	0.201	0.183	0.191	0.192	0.200	95.8
七氯	ND	0.199	0.164	0.186	0.194	0.177	0.185	0.184	0.200	92.1
δ-六六六	ND	0.208	0.174	0.197	0.201	0.184	0.194	0.193	0.200	96.5
艾氏剂	ND	0.197	0.162	0.183	0.190	0.173	0.181	0.181	0.200	90.5
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.217	0.180	0.205	0.209	0.194	0.203	0.201	0.200	101
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.218	0.182	0.206	0.211	0.197	0.205	0.203	0.200	102
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.212	0.176	0.200	0.204	0.190	0.199	0.197	0.200	98.4
o,p'-滴滴伊	ND	0.216	0.180	0.205	0.208	0.195	0.204	0.201	0.200	101
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.221	0.182	0.209	0.212	0.198	0.208	0.205	0.200	103
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.223	0.186	0.212	0.215	0.202	0.210	0.208	0.200	104

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.222	0.183	0.211	0.213	0.202	0.212	0.207	0.200	104
狄氏剂	ND	0.231	0.196	0.221	0.222	0.214	0.220	0.217	0.200	109
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.236	0.201	0.226	0.227	0.221	0.227	0.223	0.200	112
异狄氏剂	ND	0.290	0.240	0.279	0.274	0.251	0.266	0.267	0.200	99.2
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.238	0.198	0.228	0.228	0.217	0.229	0.223	0.200	112
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.236	0.200	0.220	0.227	0.218	0.221	0.220	0.200	110
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.240	0.208	0.234	0.231	0.231	0.237	0.230	0.200	115
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.244	0.204	0.235	0.233	0.226	0.239	0.230	0.200	115
异狄氏剂醛	ND	0.240	0.205	0.234	0.220	0.228	0.226	0.226	0.200	113
硫丹硫酸酯	ND	0.260	0.224	0.257	0.248	0.248	0.259	0.249	0.200	125
甲氧滴滴涕	ND	0.284	0.242	0.273	0.268	0.267	0.277	0.269	0.200	92.3
异狄氏剂酮	ND	0.247	0.208	0.242	0.235	0.240	0.247	0.237	0.200	118
灭蚁灵	ND	0.248	0.206	0.240	0.234	0.226	0.243	0.233	0.200	116

表 112 生活污水加标 0.450 $\mu\text{g/L}$ 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.337	0.343	0.382	0.335	0.336	0.359	0.349	0.450	77.5
α -六六六	ND	0.352	0.356	0.385	0.351	0.349	0.386	0.363	0.450	80.7
γ -六六六	ND	0.358	0.358	0.378	0.356	0.351	0.389	0.365	0.450	81.1

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
β -六六六	ND	0.356	0.351	0.378	0.354	0.344	0.381	0.361	0.450	80.1
七氯	ND	0.348	0.349	0.396	0.351	0.344	0.379	0.361	0.450	80.3
δ -六六六	ND	0.373	0.365	0.377	0.371	0.359	0.401	0.374	0.450	83.2
艾氏剂	ND	0.358	0.354	0.338	0.356	0.348	0.383	0.356	0.450	79.1
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.372	0.361	0.341	0.370	0.355	0.400	0.367	0.450	81.4
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.383	0.371	0.386	0.381	0.365	0.348	0.372	0.450	82.7
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.370	0.359	0.326	0.368	0.353	0.393	0.362	0.450	80.3
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.367	0.354	0.392	0.365	0.349	0.332	0.360	0.450	80.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.372	0.361	0.399	0.371	0.354	0.402	0.377	0.450	83.7
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.378	0.366	0.402	0.377	0.359	0.408	0.382	0.450	84.8
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.382	0.370	0.417	0.382	0.365	0.413	0.388	0.450	86.3
狄氏剂	ND	0.396	0.345	0.345	0.395	0.373	0.427	0.380	0.450	84.5
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.387	0.373	0.492	0.388	0.368	0.354	0.394	0.450	87.5
异狄氏剂	ND	0.479	0.460	0.415	0.478	0.455	0.502	0.465	0.450	103
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.392	0.380	0.415	0.396	0.376	0.428	0.398	0.450	88.4
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.395	0.384	0.423	0.394	0.375	0.436	0.401	0.450	89.1
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.393	0.377	0.413	0.393	0.370	0.426	0.395	0.450	87.9
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.403	0.388	0.429	0.409	0.386	0.443	0.410	0.450	91.0
异狄氏剂醛	ND	0.359	0.358	0.387	0.368	0.359	0.394	0.371	0.450	82.4
硫丹硫酸酯	ND	0.422	0.408	0.445	0.425	0.404	0.460	0.427	0.450	95.0
甲氧滴滴涕	ND	0.420	0.408	0.450	0.426	0.404	0.458	0.428	0.450	95.0
异狄氏剂酮	ND	0.393	0.372	0.418	0.398	0.377	0.434	0.399	0.450	88.6
灭蚁灵	ND	0.364	0.352	0.386	0.370	0.350	0.398	0.370	0.450	82.2

表 113 工业废水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心

测试日期：2024.6~2024.9

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.325	0.343	0.369	0.337	0.330	0.362	0.344	0.450	76.5
α-六六六	ND	0.339	0.356	0.396	0.352	0.342	0.389	0.362	0.450	80.5
γ-六六六	ND	0.343	0.357	0.401	0.358	0.342	0.393	0.366	0.450	81.3
β-六六六	ND	0.342	0.350	0.393	0.355	0.336	0.386	0.360	0.450	80.1
七氯	ND	0.326	0.340	0.382	0.344	0.325	0.377	0.349	0.450	77.6
δ-六六六	ND	0.356	0.364	0.418	0.374	0.347	0.408	0.378	0.450	84.0
艾氏剂	ND	0.342	0.353	0.397	0.357	0.334	0.389	0.362	0.450	80.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.355	0.358	0.414	0.370	0.341	0.406	0.374	0.450	83.1
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.366	0.370	0.359	0.381	0.352	0.353	0.364	0.450	80.8
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.354	0.358	0.407	0.369	0.340	0.400	0.371	0.450	82.5
o,p'-滴滴伊	ND	0.352	0.354	0.344	0.365	0.337	0.338	0.348	0.450	77.4
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.356	0.360	0.417	0.371	0.341	0.408	0.376	0.450	83.4
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.362	0.365	0.423	0.377	0.345	0.414	0.381	0.450	84.7
p,p'-滴滴伊	ND	0.367	0.370	0.429	0.382	0.350	0.420	0.386	0.450	85.9
狄氏剂	ND	0.377	0.377	0.443	0.393	0.356	0.434	0.397	0.450	88.1
o,p'-滴滴涕	ND	0.371	0.372	0.365	0.386	0.354	0.358	0.368	0.450	81.7
异狄氏剂	ND	0.456	0.452	0.548	0.484	0.417	0.534	0.482	0.450	107
o,p'-滴滴涕	ND	0.372	0.374	0.442	0.392	0.352	0.434	0.394	0.450	87.6

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.376	0.384	0.452	0.389	0.358	0.443	0.400	0.450	89.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.372	0.374	0.430	0.383	0.352	0.422	0.389	0.450	86.4
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.382	0.384	0.459	0.401	0.358	0.449	0.406	0.450	90.1
异狄氏剂醛	ND	0.353	0.348	0.435	0.377	0.348	0.416	0.380	0.450	84.3
硫丹硫酸酯	ND	0.382	0.409	0.481	0.424	0.385	0.470	0.425	0.450	94.5
甲氧滴滴涕	ND	0.411	0.412	0.483	0.417	0.385	0.474	0.430	0.450	95.6
异狄氏剂酮	ND	0.376	0.387	0.445	0.391	0.363	0.436	0.400	0.450	88.8
灭蚁灵	ND	0.353	0.357	0.420	0.368	0.334	0.408	0.373	0.450	83.0

表 114 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	96.2
α-六六六	ND	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	101
γ-六六六	ND	0.011	0.011	0.012	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	107
β-六六六	ND	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	98.0
七氯	ND	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	96.7
δ-六六六	ND	0.011	0.011	0.013	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	110
艾氏剂	ND	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.010	61.7

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	92.8
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	94.7
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.010	79.7
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	77.8
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	86.5
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	94.7
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	85.0
狄氏剂	ND	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	75.8
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.010	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	0.011	0.010	106
异狄氏剂	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	89.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	88.3
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	88.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011	0.011	0.010	110
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	89.7
异狄氏剂醛	ND	0.010	0.009	0.012	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	102
硫丹硫酸酯	ND	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	93.2
甲氧滴滴涕	ND	0.007	0.007	0.007	0.008	0.006	0.008	0.007	0.010	72.7
异狄氏剂酮	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	99.8
灭蚁灵	ND	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.010	85.5

表 115 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位: 广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9～2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.041	0.042	0.042	0.043	0.046	0.041	0.042	0.050	84.7
α-六六六	ND	0.041	0.040	0.038	0.039	0.041	0.040	0.040	0.050	79.5
γ-六六六	ND	0.041	0.040	0.038	0.040	0.041	0.039	0.040	0.050	79.5
β-六六六	ND	0.050	0.047	0.044	0.045	0.050	0.046	0.047	0.050	94.2
七氯	ND	0.045	0.044	0.046	0.046	0.054	0.045	0.045	0.050	93.2
δ-六六六	ND	0.044	0.043	0.041	0.042	0.045	0.042	0.042	0.050	85.4
艾氏剂	ND	0.045	0.046	0.046	0.046	0.048	0.045	0.046	0.050	92.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.044	0.047	0.048	0.047	0.050	0.047	0.046	0.050	94.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.044	0.045	0.049	0.053	0.049	0.049	0.047	0.050	95.8
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.041	0.040	0.039	0.040	0.041	0.039	0.040	0.050	79.8
o,p'-滴滴伊	ND	0.040	0.039	0.038	0.039	0.040	0.038	0.039	0.050	78.3
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.039	0.038	0.037	0.038	0.039	0.037	0.038	0.050	76.2
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.043	0.050	0.042	0.043	0.044	0.042	0.045	0.050	88.3
p,p'-滴滴伊	ND	0.056	0.054	0.059	0.055	0.064	0.057	0.056	0.050	115
狄氏剂	ND	0.051	0.044	0.042	0.042	0.052	0.050	0.045	0.050	93.8
o,p'-滴滴滴	ND	0.054	0.054	0.054	0.052	0.058	0.054	0.054	0.050	108
异狄氏剂	ND	0.045	0.044	0.043	0.044	0.045	0.043	0.044	0.050	87.8
o,p'-滴滴涕	ND	0.048	0.046	0.046	0.045	0.047	0.049	0.046	0.050	93.5
p,p'-滴滴滴	ND	0.048	0.049	0.046	0.048	0.051	0.045	0.048	0.050	95.7
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.051	0.051	0.050	0.050	0.052	0.050	0.051	0.050	101
p,p'-滴滴涕	ND	0.049	0.047	0.045	0.048	0.047	0.045	0.047	0.050	93.4
异狄氏剂醛	ND	0.053	0.054	0.047	0.057	0.047	0.047	0.053	0.050	102

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹硫酸酯	ND	0.045	0.043	0.041	0.042	0.043	0.042	0.043	0.050	85.4
甲氧滴滴涕	ND	0.050	0.046	0.046	0.047	0.051	0.047	0.047	0.050	95.3
异狄氏剂酮	ND	0.046	0.049	0.047	0.046	0.048	0.052	0.047	0.050	95.6
灭蚁灵	ND	0.049	0.049	0.050	0.048	0.052	0.048	0.049	0.050	98.2

表 116 空白加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.154	0.165	0.163	0.162	0.179	0.165	0.165	0.200	82.4
α-六六六	ND	0.170	0.177	0.175	0.176	0.188	0.175	0.177	0.200	88.4
γ-六六六	ND	0.174	0.181	0.178	0.180	0.192	0.179	0.181	0.200	90.3
β-六六六	ND	0.182	0.192	0.193	0.196	0.206	0.194	0.194	0.200	96.9
七氯	ND	0.162	0.173	0.171	0.171	0.188	0.175	0.173	0.200	86.7
δ-六六六	ND	0.178	0.190	0.184	0.185	0.196	0.182	0.186	0.200	93.0
艾氏剂	ND	0.134	0.147	0.136	0.135	0.146	0.133	0.139	0.200	69.2
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.190	0.198	0.186	0.190	0.200	0.189	0.192	0.200	96.1
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.184	0.196	0.188	0.187	0.200	0.187	0.190	0.200	95.1
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.170	0.179	0.174	0.175	0.186	0.173	0.176	0.200	88.1
o,p'-滴滴伊	ND	0.163	0.173	0.168	0.168	0.178	0.168	0.170	0.200	84.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.172	0.181	0.182	0.177	0.189	0.176	0.179	0.200	89.6
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.191	0.200	0.191	0.194	0.202	0.189	0.194	0.200	97.2
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.183	0.191	0.184	0.183	0.202	0.182	0.187	0.200	93.7
狄氏剂	ND	0.200	0.211	0.202	0.199	0.205	0.193	0.202	0.200	101
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.205	0.219	0.208	0.222	0.211	0.198	0.210	0.200	105
异狄氏剂	ND	0.213	0.225	0.214	0.215	0.222	0.207	0.216	0.200	108
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.190	0.201	0.188	0.195	0.196	0.183	0.192	0.200	95.9
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.197	0.210	0.198	0.200	0.199	0.186	0.198	0.200	99.2
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.196	0.201	0.197	0.203	0.199	0.183	0.197	0.200	98.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.190	0.200	0.194	0.192	0.196	0.180	0.192	0.200	95.9
异狄氏剂醛	ND	0.212	0.213	0.191	0.206	0.186	0.175	0.197	0.200	98.6
硫丹硫酸酯	ND	0.195	0.202	0.217	0.217	0.202	0.195	0.205	0.200	102
甲氧滴滴涕	ND	0.142	0.157	0.147	0.158	0.176	0.161	0.157	0.200	78.4
异狄氏剂酮	ND	0.182	0.188	0.186	0.188	0.203	0.185	0.189	0.200	94.2
灭蚁灵	ND	0.173	0.181	0.179	0.179	0.195	0.178	0.181	0.200	90.3

表 117 地下水加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	95.8
α-六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	98.3
γ-六六六	ND	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007	0.010	70.0
β-六六六	ND	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	103
七氯	ND	0.011	0.011	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.010	115
δ-六六六	ND	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.010	86.8
艾氏剂	ND	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	77.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.010	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.010	108
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.010	119
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	101
o,p'-滴滴伊	ND	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011	0.010	111
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	91.2
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	96.3
p,p'-滴滴伊	ND	0.010	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	101
狄氏剂	ND	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	98.0
o,p'-滴滴滴	ND	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	93.7
异狄氏剂	ND	0.011	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.011	0.010	115
o,p'-滴滴涕	ND	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.010	115
p,p'-滴滴滴	ND	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.010	116
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.010	70.3
p,p'-滴滴涕	ND	0.008	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.009	0.010	86.2
异狄氏剂醛	ND	0.006	0.009	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.010	75.0
硫丹硫酸酯	ND	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010	103

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
甲氧滴滴涕	ND	0.011	0.013	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.010	118
异狄氏剂酮	ND	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.010	117
灭蚁灵	ND	0.012	0.012	0.012	0.009	0.013	0.012	0.012	0.010	117

表 118 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.052	0.051	0.048	0.050	0.048	0.049	0.050	0.050	99.4
α-六六六	ND	0.056	0.056	0.052	0.055	0.052	0.054	0.054	0.050	109
γ-六六六	ND	0.054	0.054	0.051	0.053	0.051	0.052	0.053	0.050	105
β-六六六	ND	0.057	0.056	0.051	0.054	0.054	0.050	0.054	0.050	107
七氯	ND	0.047	0.046	0.044	0.046	0.044	0.045	0.045	0.050	90.8
δ-六六六	ND	0.053	0.054	0.050	0.053	0.051	0.051	0.052	0.050	104
艾氏剂	ND	0.033	0.033	0.030	0.032	0.030	0.035	0.032	0.050	64.6
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.051	0.050	0.047	0.050	0.048	0.050	0.049	0.050	98.3
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.052	0.052	0.048	0.051	0.049	0.051	0.050	0.050	101
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.043	0.043	0.040	0.042	0.041	0.042	0.042	0.050	83.7
o,p'-滴滴伊	ND	0.040	0.039	0.036	0.038	0.037	0.038	0.038	0.050	75.8
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.046	0.046	0.042	0.048	0.043	0.048	0.045	0.050	90.8

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.049	0.049	0.047	0.048	0.047	0.049	0.048	0.050	96.2
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.052	0.052	0.048	0.052	0.050	0.055	0.051	0.050	103
狄氏剂	ND	0.051	0.050	0.047	0.049	0.048	0.050	0.049	0.050	98.6
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.053	0.053	0.051	0.053	0.052	0.054	0.053	0.050	105
异狄氏剂	ND	0.052	0.051	0.048	0.052	0.050	0.050	0.050	0.050	101
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.048	0.048	0.045	0.047	0.046	0.047	0.047	0.050	93.7
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.048	0.048	0.046	0.048	0.046	0.045	0.047	0.050	93.5
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.052	0.052	0.050	0.053	0.051	0.051	0.051	0.050	102
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.049	0.049	0.046	0.048	0.048	0.055	0.049	0.050	98.4
异狄氏剂醛	ND	0.043	0.053	0.043	0.043	0.043	0.047	0.045	0.050	90.5
硫丹硫酸酯	ND	0.043	0.046	0.041	0.042	0.042	0.042	0.043	0.050	85.6
甲氧滴滴涕	ND	0.047	0.045	0.045	0.047	0.046	0.045	0.046	0.050	91.5
异狄氏剂酮	ND	0.048	0.049	0.046	0.047	0.047	0.047	0.047	0.050	94.8
灭蚁灵	ND	0.044	0.044	0.042	0.046	0.043	0.043	0.044	0.050	87.3

表 119 海水加标 0.200 $\mu\text{g/L}$ 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.188	0.186	0.178	0.176	0.183	0.180	0.182	0.200	90.7

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
α -六六六	ND	0.199	0.195	0.187	0.187	0.190	0.189	0.191	0.200	95.7
γ -六六六	ND	0.203	0.198	0.190	0.190	0.193	0.192	0.194	0.200	97.2
β -六六六	ND	0.207	0.210	0.201	0.196	0.204	0.204	0.204	0.200	102
七氯	ND	0.190	0.183	0.178	0.177	0.182	0.177	0.181	0.200	90.6
δ -六六六	ND	0.203	0.201	0.192	0.190	0.192	0.192	0.195	0.200	97.6
艾氏剂	ND	0.137	0.133	0.127	0.121	0.130	0.126	0.129	0.200	64.5
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.208	0.203	0.195	0.195	0.197	0.196	0.199	0.200	99.6
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.205	0.201	0.192	0.193	0.195	0.194	0.197	0.200	98.4
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.197	0.192	0.184	0.185	0.187	0.186	0.188	0.200	94.2
o,p' -滴滴伊	ND	0.196	0.190	0.182	0.185	0.187	0.185	0.187	0.200	93.6
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.201	0.196	0.189	0.188	0.190	0.189	0.192	0.200	96.0
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.203	0.197	0.189	0.190	0.192	0.191	0.194	0.200	96.8
p,p' -滴滴伊	ND	0.195	0.189	0.181	0.183	0.185	0.183	0.186	0.200	93.0
狄氏剂	ND	0.206	0.202	0.194	0.195	0.196	0.195	0.198	0.200	98.9
o,p' -滴滴滴	ND	0.212	0.205	0.197	0.201	0.201	0.200	0.203	0.200	101
异狄氏剂	ND	0.215	0.211	0.202	0.203	0.204	0.204	0.207	0.200	103
o,p' -滴滴涕	ND	0.205	0.198	0.190	0.193	0.191	0.191	0.195	0.200	97.3
p,p' -滴滴滴	ND	0.207	0.200	0.192	0.194	0.193	0.193	0.197	0.200	98.3
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.207	0.205	0.193	0.194	0.193	0.192	0.197	0.200	98.6
p,p' -滴滴涕	ND	0.204	0.199	0.190	0.193	0.192	0.191	0.195	0.200	97.3
异狄氏剂醛	ND	0.173	0.193	0.176	0.178	0.163	0.164	0.175	0.200	87.3
硫丹硫酸酯	ND	0.205	0.212	0.196	0.194	0.189	0.186	0.197	0.200	98.4
甲氧滴滴涕	ND	0.169	0.166	0.157	0.163	0.159	0.155	0.161	0.200	80.7

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.206	0.204	0.194	0.195	0.195	0.193	0.198	0.200	99.0
灭蚁灵	ND	0.198	0.193	0.185	0.188	0.190	0.187	0.190	0.200	95.0

表 120 生活污水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.467	0.502	0.491	0.475	0.440	0.477	0.475	0.450	106
α-六六六	ND	0.515	0.549	0.549	0.527	0.488	0.529	0.526	0.450	117
γ-六六六	ND	0.515	0.550	0.547	0.528	0.489	0.529	0.526	0.450	117
β-六六六	ND	0.491	0.521	0.517	0.503	0.463	0.499	0.499	0.450	111
七氯	ND	0.494	0.519	0.516	0.509	0.463	0.501	0.500	0.450	111
δ-六六六	ND	0.500	0.537	0.534	0.508	0.479	0.515	0.512	0.450	114
艾氏剂	ND	0.481	0.510	0.497	0.526	0.451	0.496	0.493	0.450	110
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.520	0.545	0.539	0.525	0.484	0.532	0.524	0.450	117
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.533	0.558	0.552	0.538	0.496	0.546	0.537	0.450	119
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.467	0.485	0.478	0.472	0.431	0.477	0.468	0.450	104
o,p'-滴滴伊	ND	0.414	0.428	0.421	0.418	0.378	0.422	0.414	0.450	91.9
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.513	0.539	0.529	0.520	0.476	0.527	0.517	0.450	115
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.499	0.522	0.515	0.505	0.462	0.510	0.502	0.450	112

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.538	0.565	0.556	0.545	0.496	0.553	0.542	0.450	120
狄氏剂	ND	0.525	0.550	0.545	0.524	0.486	0.540	0.528	0.450	117
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.533	0.566	0.553	0.562	0.500	0.553	0.544	0.450	121
异狄氏剂	ND	0.546	0.566	0.566	0.543	0.503	0.559	0.547	0.450	122
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.513	0.538	0.530	0.509	0.474	0.526	0.515	0.450	115
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.521	0.546	0.542	0.498	0.470	0.528	0.517	0.450	115
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.520	0.557	0.543	0.486	0.485	0.527	0.520	0.450	116
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.515	0.540	0.532	0.520	0.476	0.532	0.519	0.450	115
异狄氏剂醛	ND	0.411	0.458	0.447	0.342	0.391	0.421	0.411	0.450	91.4
硫丹硫酸酯	ND	0.441	0.494	0.481	0.410	0.439	0.469	0.456	0.450	101
甲氧滴滴涕	ND	0.469	0.501	0.497	0.441	0.444	0.494	0.474	0.450	105
异狄氏剂酮	ND	0.493	0.531	0.523	0.461	0.472	0.511	0.498	0.450	111
灭蚁灵	ND	0.489	0.516	0.506	0.485	0.452	0.504	0.492	0.450	109

表 121 工业废水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：广东省中山生态环境监测站

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.414	0.407	0.410	0.420	0.420	0.414	0.414	0.450	92.0

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
α -六六六	ND	0.428	0.427	0.438	0.439	0.441	0.440	0.435	0.450	96.8
γ -六六六	ND	0.416	0.413	0.422	0.422	0.424	0.421	0.420	0.450	93.2
β -六六六	ND	0.421	0.410	0.418	0.438	0.442	0.456	0.431	0.450	95.8
七氯	ND	0.407	0.407	0.414	0.417	0.417	0.408	0.411	0.450	91.4
δ -六六六	ND	0.405	0.402	0.410	0.408	0.414	0.404	0.407	0.450	90.5
艾氏剂	ND	0.358	0.354	0.365	0.373	0.375	0.372	0.366	0.450	81.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.411	0.408	0.415	0.418	0.421	0.414	0.415	0.450	92.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.390	0.392	0.399	0.402	0.405	0.397	0.397	0.450	88.3
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.359	0.364	0.370	0.377	0.380	0.368	0.370	0.450	82.2
o,p' -滴滴伊	ND	0.391	0.405	0.413	0.424	0.435	0.419	0.414	0.450	92.1
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.364	0.369	0.375	0.378	0.383	0.372	0.374	0.450	83.0
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.372	0.382	0.386	0.388	0.395	0.381	0.384	0.450	85.3
p,p' -滴滴伊	ND	0.347	0.353	0.359	0.361	0.368	0.357	0.358	0.450	79.5
狄氏剂	ND	0.386	0.385	0.389	0.393	0.391	0.379	0.387	0.450	86.0
o,p' -滴滴滴	ND	0.364	0.381	0.364	0.421	0.416	0.397	0.391	0.450	86.8
异狄氏剂	ND	0.387	0.388	0.389	0.389	0.388	0.376	0.386	0.450	85.8
o,p' -滴滴涕	ND	0.344	0.346	0.349	0.345	0.350	0.337	0.345	0.450	76.7
p,p' -滴滴滴	ND	0.352	0.353	0.355	0.352	0.356	0.336	0.351	0.450	77.9
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.344	0.350	0.353	0.360	0.363	0.335	0.351	0.450	78.0
p,p' -滴滴涕	ND	0.345	0.342	0.348	0.342	0.347	0.328	0.342	0.450	76.0
异狄氏剂醛	ND	0.306	0.304	0.302	0.303	0.303	0.292	0.302	0.450	67.1
硫丹硫酸酯	ND	0.362	0.362	0.362	0.368	0.367	0.354	0.363	0.450	80.6
甲氧滴滴涕	ND	0.378	0.351	0.386	0.371	0.377	0.363	0.371	0.450	82.4

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.362	0.358	0.360	0.355	0.361	0.346	0.357	0.450	79.3
灭蚁灵	ND	0.327	0.321	0.325	0.316	0.321	0.311	0.320	0.450	71.2

表 122 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	96.7
α-六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	99.2
γ-六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	99.3
β-六六六	ND	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	95.8
七氯	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	97.1
δ-六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.9
艾氏剂	ND	0.008	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	95.5
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.7
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	97.1
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	98.6
o,p'-滴滴伊	ND	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	101
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	0.010	102

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	99.7
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	98.4
狄氏剂	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.9
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.5
异狄氏剂	ND	0.009	0.011	0.010	0.010	0.008	0.009	0.009	0.010	94.6
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.010	0.011	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	95.3
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.4
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	92.9
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.010	0.009	0.009	0.008	0.008	0.009	0.010	92.5
异狄氏剂醛	ND	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	99.2
硫丹硫酸酯	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	96.5
甲氧滴滴涕	ND	0.009	0.011	0.010	0.010	0.008	0.008	0.009	0.010	93.6
异狄氏剂酮	ND	0.010	0.012	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	101
灭蚁灵	ND	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.3

表 123 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.041	0.042	0.030	0.036	0.038	0.043	0.038	0.050	76.7
α-六六六	ND	0.041	0.042	0.030	0.039	0.040	0.044	0.039	0.050	78.7
γ-六六六	ND	0.041	0.042	0.032	0.041	0.041	0.044	0.040	0.050	80.3
β-六六六	ND	0.042	0.044	0.038	0.046	0.046	0.046	0.044	0.050	87.4
七氯	ND	0.040	0.040	0.032	0.042	0.042	0.046	0.040	0.050	80.4
δ-六六六	ND	0.042	0.043	0.041	0.050	0.048	0.048	0.045	0.050	90.3
艾氏剂	ND	0.041	0.043	0.030	0.030	0.035	0.046	0.037	0.050	75.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.044	0.045	0.036	0.043	0.042	0.043	0.042	0.050	84.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.045	0.048	0.036	0.044	0.044	0.046	0.044	0.050	87.5
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.043	0.045	0.037	0.045	0.045	0.046	0.044	0.050	87.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.046	0.049	0.038	0.045	0.045	0.046	0.045	0.050	89.5
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.043	0.044	0.037	0.044	0.044	0.045	0.043	0.050	85.5
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.042	0.044	0.037	0.044	0.043	0.045	0.043	0.050	85.1
p,p'-滴滴伊	ND	0.044	0.045	0.039	0.046	0.044	0.043	0.043	0.050	86.7
狄氏剂	ND	0.044	0.045	0.040	0.046	0.044	0.044	0.044	0.050	87.5
o,p'-滴滴涕	ND	0.048	0.050	0.042	0.049	0.048	0.046	0.047	0.050	94.4
异狄氏剂	ND	0.039	0.039	0.036	0.044	0.042	0.045	0.041	0.050	81.7
o,p'-滴滴涕	ND	0.042	0.043	0.036	0.046	0.044	0.047	0.043	0.050	86.1
p,p'-滴滴涕	ND	0.045	0.046	0.042	0.049	0.048	0.048	0.047	0.050	93.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.044	0.046	0.044	0.051	0.049	0.049	0.047	0.050	94.0
p,p'-滴滴涕	ND	0.047	0.048	0.032	0.055	0.053	0.058	0.049	0.050	98.0
异狄氏剂醛	ND	0.051	0.052	0.033	0.049	0.049	0.052	0.048	0.050	95.5
硫丹硫酸酯	ND	0.046	0.048	0.048	0.054	0.052	0.052	0.050	0.050	99.9

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
甲氧滴滴涕	ND	0.054	0.055	0.048	0.060	0.061	0.070	0.058	0.050	116
异狄氏剂酮	ND	0.054	0.056	0.053	0.061	0.061	0.062	0.058	0.050	116
灭蚁灵	ND	0.052	0.052	0.049	0.057	0.056	0.055	0.054	0.050	107

表 124 空白加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.165	0.163	0.166	0.166	0.170	0.181	0.168	0.200	84.2
α-六六六	ND	0.163	0.162	0.165	0.165	0.168	0.180	0.167	0.200	83.7
γ-六六六	ND	0.161	0.160	0.163	0.161	0.167	0.180	0.165	0.200	82.6
β-六六六	ND	0.170	0.169	0.172	0.172	0.176	0.188	0.174	0.200	87.1
七氯	ND	0.158	0.157	0.161	0.161	0.163	0.180	0.163	0.200	81.6
δ-六六六	ND	0.160	0.157	0.161	0.157	0.165	0.181	0.163	0.200	81.7
艾氏剂	ND	0.165	0.164	0.166	0.167	0.170	0.182	0.169	0.200	84.6
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.164	0.164	0.167	0.167	0.176	0.188	0.171	0.200	85.6
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.165	0.167	0.168	0.168	0.172	0.185	0.171	0.200	85.4
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.163	0.165	0.168	0.168	0.172	0.185	0.170	0.200	85.1
o,p'-滴滴伊	ND	0.164	0.168	0.169	0.169	0.172	0.185	0.171	0.200	85.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.162	0.160	0.164	0.159	0.170	0.186	0.167	0.200	83.4
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.163	0.165	0.168	0.168	0.171	0.184	0.170	0.200	84.9
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.167	0.171	0.173	0.174	0.176	0.190	0.175	0.200	87.5
狄氏剂	ND	0.166	0.170	0.172	0.173	0.176	0.189	0.174	0.200	87.2
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.170	0.177	0.176	0.177	0.180	0.192	0.179	0.200	89.3
异狄氏剂	ND	0.156	0.162	0.168	0.168	0.165	0.188	0.168	0.200	83.9
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.158	0.162	0.165	0.165	0.167	0.187	0.167	0.200	83.7
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.171	0.173	0.174	0.174	0.177	0.192	0.177	0.200	88.4
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.168	0.170	0.171	0.172	0.175	0.189	0.174	0.200	87.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.163	0.163	0.167	0.167	0.169	0.189	0.170	0.200	84.8
异狄氏剂醛	ND	0.170	0.170	0.173	0.173	0.177	0.193	0.176	0.200	88.1
硫丹硫酸酯	ND	0.166	0.165	0.169	0.168	0.171	0.191	0.172	0.200	85.9
三氯杀螨醇	ND	1.384	1.391	1.517	1.471	1.451	1.764	1.496	0.200	74.8
甲氧滴滴涕	ND	0.169	0.165	0.169	0.169	0.170	0.187	0.171	0.200	85.7
异狄氏剂酮	ND	0.174	0.171	0.173	0.174	0.178	0.195	0.177	0.200	88.7
灭蚁灵	ND	0.178	0.177	0.180	0.183	0.186	0.199	0.184	0.20	91.9

表 125 地下水加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品	加标样品 (μg/L)	平均值	加标量	回收率 (%)
-----	----	-------------	-----	-----	---------

		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.010	0.010	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	91.7
α -六六六	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	96.1
γ -六六六	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	100
β -六六六	ND	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	102
七氯	ND	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	104
δ -六六六	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.4
艾氏剂	ND	0.013	0.011	0.010	0.011	0.010	0.013	0.011	0.010	113
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.007	0.009	0.010	85.2
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.008	0.009	0.010	87.4
反-氯丹（ γ -氯丹）	ND	0.010	0.010	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	94.8
o,p' -滴滴伊	ND	0.009	0.009	0.008	0.007	0.009	0.007	0.008	0.010	80.3
顺-氯丹（ α -氯丹）	ND	0.008	0.009	0.010	0.009	0.008	0.007	0.009	0.010	86.6
硫丹 I（ α -硫丹）	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.007	0.009	0.010	87.1
p,p' -滴滴伊	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	94.7
狄氏剂	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.010	0.010	97.0
o,p' -滴滴滴	ND	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.007	0.008	0.010	81.9
异狄氏剂	ND	0.008	0.009	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	80.8
o,p' -滴滴涕	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	90.2
p,p' -滴滴滴	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	99.0
硫丹 II（ β -硫丹）	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	88.4
p,p' -滴滴涕	ND	0.008	0.008	0.006	0.008	0.008	0.007	0.008	0.010	76.6
异狄氏剂醛	ND	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.008	0.010	83.4
硫丹硫酸酯	ND	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.008	0.009	0.010	92.7
甲氧滴滴涕	ND	0.009	0.009	0.006	0.007	0.009	0.011	0.009	0.010	86.3

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.012	0.012	0.011	0.010	0.010	0.008	0.010	0.010	105
灭蚁灵	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.012	0.010	0.010	101

表 126 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.041	0.043	0.043	0.042	0.042	0.041	0.042	0.050	84.3
α-六六六	ND	0.041	0.044	0.043	0.042	0.042	0.041	0.042	0.050	84.3
γ-六六六	ND	0.041	0.044	0.044	0.043	0.042	0.041	0.042	0.050	84.8
β-六六六	ND	0.042	0.045	0.045	0.044	0.044	0.042	0.044	0.050	87.2
七氯	ND	0.042	0.045	0.044	0.044	0.040	0.040	0.043	0.050	85.1
δ-六六六	ND	0.041	0.044	0.044	0.043	0.043	0.042	0.043	0.050	85.2
艾氏剂	ND	0.041	0.044	0.044	0.042	0.043	0.041	0.042	0.050	84.8
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.044	0.046	0.046	0.045	0.045	0.044	0.045	0.050	90.0
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.041	0.048	0.048	0.044	0.048	0.045	0.046	0.050	91.7
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.042	0.045	0.045	0.044	0.045	0.043	0.044	0.050	88.2
o,p'-滴滴伊	ND	0.041	0.049	0.049	0.045	0.049	0.046	0.046	0.050	92.7
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.042	0.045	0.044	0.044	0.044	0.043	0.044	0.050	87.3
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.042	0.044	0.044	0.043	0.044	0.042	0.043	0.050	86.4

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.043	0.045	0.045	0.044	0.045	0.044	0.044	0.050	88.4
狄氏剂	ND	0.043	0.045	0.045	0.044	0.045	0.044	0.044	0.050	88.4
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.043	0.050	0.050	0.047	0.050	0.048	0.048	0.050	95.9
异狄氏剂	ND	0.053	0.051	0.046	0.054	0.039	0.039	0.047	0.050	93.6
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.048	0.051	0.048	0.049	0.043	0.042	0.047	0.050	93.5
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.045	0.045	0.047	0.047	0.046	0.045	0.046	0.050	91.6
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.043	0.043	0.046	0.045	0.046	0.044	0.045	0.050	89.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.055	0.047	0.046	0.049	0.038	0.047	0.047	0.050	93.8
异狄氏剂醛	ND	0.049	0.041	0.046	0.046	0.046	0.051	0.046	0.050	93.0
硫丹硫酸酯	ND	0.046	0.050	0.049	0.049	0.048	0.046	0.048	0.050	96.1
甲氧滴滴涕	ND	0.049	0.057	0.064	0.065	0.052	0.057	0.057	0.050	115
异狄氏剂酮	ND	0.041	0.045	0.057	0.056	0.056	0.055	0.052	0.050	103
灭蚁灵	ND	0.040	0.045	0.053	0.052	0.052	0.051	0.049	0.050	97.7

表 127 海水加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.183	0.190	0.173	0.174	0.183	0.185	0.181	0.200	90.7
α-六六六	ND	0.186	0.194	0.177	0.175	0.187	0.189	0.185	0.200	92.3

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
γ -六六六	ND	0.180	0.187	0.169	0.170	0.179	0.182	0.178	0.200	88.9
β -六六六	ND	0.181	0.190	0.179	0.175	0.187	0.187	0.183	0.200	91.6
七氯	ND	0.184	0.192	0.176	0.173	0.185	0.188	0.183	0.200	91.5
δ -六六六	ND	0.172	0.177	0.166	0.167	0.174	0.176	0.172	0.200	86.0
艾氏剂	ND	0.157	0.167	0.155	0.153	0.162	0.162	0.159	0.200	79.7
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.181	0.188	0.178	0.175	0.187	0.186	0.182	0.200	91.2
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.188	0.195	0.181	0.177	0.190	0.191	0.187	0.200	93.5
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.187	0.192	0.180	0.176	0.189	0.189	0.185	0.200	92.7
o,p' -滴滴伊	ND	0.185	0.191	0.179	0.175	0.188	0.187	0.184	0.200	92.1
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.175	0.179	0.164	0.164	0.172	0.174	0.171	0.200	85.6
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.186	0.192	0.180	0.177	0.189	0.189	0.185	0.200	92.7
p,p' -滴滴伊	ND	0.183	0.191	0.185	0.179	0.191	0.190	0.187	0.200	93.3
狄氏剂	ND	0.186	0.194	0.186	0.181	0.194	0.193	0.189	0.200	94.5
o,p' -滴滴涕	ND	0.186	0.193	0.189	0.182	0.195	0.192	0.189	0.200	94.7
异狄氏剂	ND	0.228	0.227	0.211	0.203	0.220	0.222	0.218	0.200	109
o,p' -滴滴涕	ND	0.189	0.192	0.185	0.178	0.192	0.189	0.187	0.200	93.7
p,p' -滴滴涕	ND	0.182	0.190	0.184	0.177	0.191	0.187	0.185	0.200	92.7
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.197	0.201	0.191	0.188	0.199	0.200	0.196	0.200	98.0
p,p' -滴滴涕	ND	0.192	0.194	0.188	0.181	0.195	0.190	0.190	0.200	95.0
异狄氏剂醛	ND	0.186	0.185	0.181	0.178	0.188	0.188	0.184	0.200	92.2
硫丹硫酸酯	ND	0.200	0.199	0.191	0.186	0.198	0.198	0.195	0.200	97.6
甲氧滴滴涕	ND	0.209	0.206	0.192	0.170	0.186	0.187	0.192	0.200	95.9
异狄氏剂酮	ND	0.195	0.194	0.183	0.175	0.187	0.187	0.187	0.200	93.4

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
灭蚁灵	ND	0.188	0.195	0.187	0.179	0.194	0.192	0.189	0.200	94.6

表 128 生活污水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.404	0.410	0.394	0.391	0.407	0.392	0.400	0.450	88.8
α-六六六	ND	0.404	0.407	0.394	0.390	0.405	0.392	0.399	0.450	88.6
γ-六六六	ND	0.407	0.408	0.396	0.389	0.406	0.392	0.399	0.450	88.8
β-六六六	ND	0.404	0.407	0.395	0.390	0.407	0.393	0.399	0.450	88.7
七氯	ND	0.406	0.409	0.397	0.384	0.411	0.387	0.399	0.450	88.7
δ-六六六	ND	0.414	0.411	0.401	0.390	0.412	0.392	0.403	0.450	89.7
艾氏剂	ND	0.400	0.409	0.392	0.388	0.406	0.388	0.397	0.450	88.3
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.406	0.415	0.397	0.394	0.404	0.394	0.402	0.450	89.3
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.424	0.410	0.400	0.396	0.409	0.398	0.406	0.450	90.3
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.404	0.413	0.395	0.392	0.411	0.393	0.401	0.450	89.2
o,p'-滴滴伊	ND	0.424	0.411	0.401	0.397	0.410	0.399	0.407	0.450	90.5
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.416	0.418	0.399	0.392	0.419	0.389	0.405	0.450	90.1
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.405	0.415	0.397	0.395	0.412	0.398	0.404	0.450	89.7
p,p'-滴滴伊	ND	0.406	0.416	0.394	0.395	0.414	0.397	0.404	0.450	89.7

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
狄氏剂	ND	0.408	0.418	0.399	0.397	0.416	0.398	0.406	0.450	90.2
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.424	0.412	0.400	0.397	0.410	0.398	0.407	0.450	90.4
异狄氏剂	ND	0.427	0.432	0.421	0.404	0.413	0.384	0.414	0.450	91.9
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.407	0.413	0.400	0.388	0.411	0.390	0.402	0.450	89.2
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.407	0.416	0.399	0.394	0.416	0.392	0.404	0.450	89.8
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.406	0.415	0.398	0.394	0.415	0.395	0.404	0.450	89.7
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.407	0.412	0.398	0.384	0.409	0.388	0.400	0.450	88.8
异狄氏剂醛	ND	0.409	0.416	0.403	0.401	0.423	0.412	0.411	0.450	91.3
硫丹硫酸酯	ND	0.407	0.415	0.402	0.391	0.414	0.396	0.404	0.450	89.8
甲氧滴滴涕	ND	0.415	0.421	0.409	0.391	0.409	0.384	0.405	0.450	90.0
异狄氏剂酮	ND	0.405	0.409	0.399	0.382	0.407	0.394	0.399	0.450	88.7
灭蚁灵	ND	0.405	0.415	0.399	0.387	0.407	0.389	0.400	0.450	89.0

表 129 工业废水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：江苏省徐州环境监测中心

测试日期：2024.3~2024.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.348	0.360	0.366	0.377	0.375	0.376	0.367	0.450	81.6
α-六六六	ND	0.376	0.389	0.397	0.404	0.404	0.406	0.396	0.450	88.0
γ-六六六	ND	0.360	0.372	0.360	0.377	0.376	0.387	0.372	0.450	82.7

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
β -六六六	ND	0.302	0.311	0.335	0.345	0.343	0.324	0.327	0.450	72.6
七氯	ND	0.362	0.373	0.378	0.384	0.387	0.389	0.379	0.450	84.2
δ -六六六	ND	0.347	0.358	0.362	0.366	0.364	0.371	0.361	0.450	80.3
艾氏剂	ND	0.334	0.342	0.344	0.351	0.350	0.352	0.345	0.450	76.8
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.337	0.345	0.353	0.357	0.355	0.356	0.351	0.450	77.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.382	0.395	0.401	0.404	0.406	0.406	0.399	0.450	88.6
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.347	0.356	0.363	0.367	0.365	0.364	0.360	0.450	80.0
o,p' -滴滴伊	ND	0.357	0.363	0.372	0.374	0.372	0.371	0.368	0.450	81.8
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.345	0.352	0.359	0.365	0.372	0.364	0.360	0.450	79.9
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.351	0.360	0.369	0.371	0.370	0.367	0.365	0.450	81.1
p,p' -滴滴伊	ND	0.369	0.374	0.383	0.384	0.381	0.381	0.378	0.450	84.1
狄氏剂	ND	0.356	0.365	0.373	0.377	0.375	0.375	0.370	0.450	82.3
o,p' -滴滴滴	ND	0.394	0.399	0.412	0.408	0.407	0.408	0.405	0.450	89.9
异狄氏剂	ND	0.420	0.433	0.442	0.442	0.445	0.444	0.438	0.450	97.3
o,p' -滴滴涕	ND	0.367	0.377	0.385	0.382	0.386	0.385	0.381	0.450	84.6
p,p' -滴滴滴	ND	0.377	0.382	0.393	0.390	0.388	0.389	0.386	0.450	85.9
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.374	0.379	0.386	0.390	0.387	0.389	0.384	0.450	85.4
p,p' -滴滴涕	ND	0.367	0.364	0.382	0.381	0.375	0.375	0.374	0.450	83.1
异狄氏剂醛	ND	0.352	0.343	0.358	0.363	0.355	0.355	0.354	0.450	78.8
硫丹硫酸酯	ND	0.383	0.392	0.396	0.401	0.400	0.399	0.395	0.450	87.8
甲氧滴滴涕	ND	0.390	0.399	0.411	0.412	0.411	0.412	0.406	0.450	90.2
异狄氏剂酮	ND	0.382	0.384	0.395	0.392	0.390	0.389	0.389	0.450	86.4
灭蚁灵	ND	0.359	0.353	0.366	0.350	0.349	0.347	0.354	0.450	78.6

表 130 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.008	0.008	0.007	0.008	0.009	0.009	0.008	0.010	82.4
α-六六六	ND	0.008	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	92.8
γ-六六六	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	101
β-六六六	ND	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.010	84.2
七氯	ND	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	89.3
δ-六六六	ND	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	98.6
艾氏剂	ND	0.007	0.008	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.010	80.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.007	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	0.010	83.5
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	95.2
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.009	0.010	0.008	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	90.9
o,p'-滴滴伊	ND	0.008	0.009	0.008	0.009	0.007	0.008	0.008	0.010	81.5
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.010	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	87.2
疏丹 I（α-疏丹）	ND	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.007	0.008	0.010	77.2
p,p'-滴滴伊	ND	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	90.0
狄氏剂	ND	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	88.5
o,p'-滴滴滴	ND	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010	101

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂	ND	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	87.7
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.008	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	87.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	97.3
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.008	0.007	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.010	80.6
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.008	0.007	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.010	79.6
异狄氏剂醛	ND	0.009	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.008	0.010	76.9
硫丹硫酸酯	ND	0.009	0.007	0.009	0.008	0.007	0.007	0.008	0.010	78.7
甲氧滴滴涕	ND	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	105
异狄氏剂酮	ND	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.008	0.010	76.1
灭蚁灵	ND	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	89.3

表 131 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.041	0.040	0.049	0.042	0.043	0.049	0.044	0.050	88.1
α-六六六	ND	0.037	0.037	0.043	0.039	0.040	0.044	0.040	0.050	80.0
γ-六六六	ND	0.038	0.038	0.044	0.040	0.041	0.046	0.041	0.050	81.9

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
β -六六六	ND	0.041	0.039	0.046	0.041	0.043	0.048	0.043	0.050	86.0
七氯	ND	0.044	0.043	0.050	0.045	0.047	0.048	0.046	0.050	92.6
δ -六六六	ND	0.037	0.037	0.043	0.038	0.038	0.044	0.040	0.050	79.0
艾氏剂	ND	0.036	0.038	0.040	0.036	0.035	0.041	0.038	0.050	75.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.040	0.038	0.043	0.039	0.039	0.043	0.040	0.050	80.6
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.042	0.039	0.043	0.040	0.040	0.043	0.041	0.050	81.8
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.043	0.040	0.046	0.041	0.042	0.047	0.043	0.050	86.1
o,p' -滴滴伊	ND	0.036	0.036	0.040	0.037	0.038	0.043	0.039	0.050	77.2
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.036	0.037	0.041	0.037	0.039	0.043	0.039	0.050	77.9
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.037	0.037	0.041	0.039	0.039	0.044	0.040	0.050	79.2
p,p' -滴滴伊	ND	0.043	0.040	0.043	0.042	0.040	0.047	0.043	0.050	85.0
狄氏剂	ND	0.042	0.038	0.041	0.040	0.040	0.042	0.041	0.050	81.0
o,p' -滴滴滴	ND	0.042	0.040	0.046	0.043	0.041	0.047	0.043	0.050	86.9
异狄氏剂	ND	0.044	0.039	0.047	0.043	0.044	0.047	0.044	0.050	88.1
o,p' -滴滴涕	ND	0.045	0.037	0.045	0.043	0.043	0.046	0.043	0.050	86.5
p,p' -滴滴滴	ND	0.041	0.038	0.037	0.035	0.037	0.042	0.038	0.050	76.6
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.039	0.037	0.043	0.039	0.040	0.044	0.040	0.050	80.3
p,p' -滴滴涕	ND	0.041	0.037	0.044	0.040	0.041	0.046	0.041	0.050	82.7
异狄氏剂醛	ND	0.036	0.038	0.042	0.036	0.039	0.044	0.039	0.050	78.3
硫丹硫酸酯	ND	0.038	0.037	0.042	0.038	0.038	0.045	0.040	0.050	79.7

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
甲氧滴滴涕	ND	0.040	0.038	0.045	0.041	0.041	0.041	0.041	0.050	82.0
异狄氏剂酮	ND	0.041	0.038	0.045	0.040	0.040	0.043	0.041	0.050	82.5
灭蚁灵	ND	0.052	0.045	0.051	0.049	0.048	0.047	0.049	0.050	97.5

表 132 空白加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.174	0.177	0.185	0.162	0.158	0.158	0.169	0.200	84.6
α-六六六	ND	0.176	0.180	0.188	0.163	0.156	0.156	0.170	0.200	85.0
γ-六六六	ND	0.172	0.175	0.183	0.159	0.154	0.154	0.166	0.200	83.1
β-六六六	ND	0.165	0.172	0.182	0.155	0.153	0.154	0.164	0.200	81.8
七氯	ND	0.175	0.179	0.184	0.164	0.157	0.155	0.169	0.200	84.5
δ-六六六	ND	0.177	0.182	0.191	0.165	0.160	0.162	0.173	0.200	86.4
艾氏剂	ND	0.160	0.163	0.169	0.147	0.142	0.143	0.154	0.200	77.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.168	0.171	0.176	0.154	0.151	0.152	0.162	0.200	81.1
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.173	0.178	0.183	0.159	0.157	0.158	0.168	0.200	84.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.170	0.172	0.179	0.158	0.155	0.157	0.165	0.200	82.6

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.176	0.178	0.187	0.163	0.158	0.159	0.170	0.200	85.1
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.164	0.174	0.178	0.164	0.157	0.161	0.166	0.200	83.2
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.168	0.173	0.176	0.157	0.155	0.157	0.164	0.200	82.1
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.182	0.189	0.194	0.166	0.162	0.165	0.176	0.200	88.2
狄氏剂	ND	0.167	0.172	0.180	0.157	0.158	0.155	0.165	0.200	82.5
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.173	0.178	0.184	0.161	0.161	0.161	0.170	0.200	84.8
异狄氏剂	ND	0.184	0.187	0.194	0.169	0.168	0.169	0.179	0.200	89.3
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.175	0.176	0.185	0.159	0.158	0.161	0.169	0.200	84.5
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.151	0.154	0.168	0.154	0.150	0.143	0.153	0.200	76.6
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.168	0.169	0.180	0.152	0.155	0.154	0.163	0.200	81.4
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.172	0.177	0.183	0.162	0.157	0.160	0.169	0.200	84.3
异狄氏剂醛	ND	0.172	0.173	0.178	0.160	0.156	0.159	0.166	0.200	83.2
硫丹硫酸酯	ND	0.154	0.161	0.164	0.149	0.145	0.147	0.153	0.200	76.6
甲氧滴滴涕	ND	0.171	0.174	0.182	0.161	0.155	0.161	0.167	0.200	83.7
异狄氏剂酮	ND	0.178	0.181	0.188	0.162	0.160	0.165	0.172	0.200	86.1
灭蚁灵	ND	0.172	0.175	0.181	0.161	0.157	0.160	0.168	0.200	83.9

表 133 地下水加标 0.010 $\mu\text{g/L}$ 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	93.5
α-六六六	ND	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.010	88.5
γ-六六六	ND	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	91.8
β-六六六	ND	0.008	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	95.5
七氯	ND	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	108
δ-六六六	ND	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	106
艾氏剂	ND	0.007	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.010	73.3
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.007	0.008	0.010	76.9
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.007	0.009	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.010	77.9
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.009	0.009	0.010	0.009	0.008	0.008	0.009	0.010	88.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.007	0.008	0.009	0.008	0.007	0.007	0.008	0.010	76.7
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.011	0.009	0.009	0.010	92.9
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.008	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.010	74.1
p,p'-滴滴伊	ND	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.008	0.010	75.6
狄氏剂	ND	0.009	0.009	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.010	89.7
o,p'-滴滴滴	ND	0.009	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.010	107
异狄氏剂	ND	0.008	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	94.1
o,p'-滴滴涕	ND	0.010	0.010	0.011	0.011	0.009	0.011	0.010	0.010	104
p,p'-滴滴滴	ND	0.008	0.009	0.010	0.008	0.008	0.009	0.009	0.010	87.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	88.1
p,p'-滴滴涕	ND	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.007	0.008	0.010	78.7
异狄氏剂醛	ND	0.008	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.008	0.010	75.7
硫丹硫酸酯	ND	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.007	0.010	74.2
甲氧滴滴涕	ND	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	101
异狄氏剂酮	ND	0.009	0.007	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.010	78.3
灭蚁灵	ND	0.008	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	95.3

表 134 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.047	0.046	0.042	0.047	0.043	0.042	0.044	0.050	88.7
α-六六六	ND	0.043	0.046	0.043	0.047	0.044	0.043	0.044	0.050	88.5
γ-六六六	ND	0.046	0.048	0.044	0.049	0.046	0.046	0.047	0.050	93.2
β-六六六	ND	0.049	0.050	0.050	0.051	0.052	0.048	0.050	0.050	99.8
七氯	ND	0.051	0.048	0.045	0.049	0.048	0.046	0.048	0.050	95.5
δ-六六六	ND	0.051	0.050	0.048	0.049	0.050	0.048	0.049	0.050	98.8

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
艾氏剂	ND	0.039	0.039	0.036	0.040	0.037	0.038	0.038	0.050	76.3
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.045	0.047	0.043	0.043	0.044	0.044	0.045	0.050	89.1
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.049	0.049	0.045	0.046	0.047	0.041	0.046	0.050	93.0
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.046	0.047	0.042	0.044	0.045	0.044	0.045	0.050	89.6
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.046	0.044	0.039	0.044	0.042	0.042	0.043	0.050	85.6
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.048	0.047	0.045	0.047	0.048	0.045	0.046	0.050	92.9
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.048	0.047	0.043	0.043	0.044	0.044	0.045	0.050	90.1
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.047	0.045	0.043	0.043	0.044	0.045	0.045	0.050	89.2
狄氏剂	ND	0.044	0.045	0.046	0.046	0.043	0.043	0.045	0.050	89.3
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.052	0.051	0.047	0.053	0.048	0.048	0.050	0.050	99.6
异狄氏剂	ND	0.051	0.050	0.039	0.050	0.050	0.050	0.048	0.050	96.8
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.051	0.049	0.048	0.048	0.050	0.052	0.050	0.050	99.6
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.041	0.041	0.042	0.045	0.042	0.042	0.042	0.050	84.1
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.047	0.047	0.045	0.044	0.047	0.045	0.046	0.050	91.8
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.050	0.049	0.047	0.053	0.047	0.048	0.049	0.050	97.7
异狄氏剂醛	ND	0.049	0.047	0.045	0.052	0.044	0.045	0.047	0.050	93.9
硫丹硫酸酯	ND	0.046	0.045	0.044	0.044	0.043	0.045	0.044	0.050	89.0
甲氧滴滴涕	ND	0.051	0.047	0.048	0.047	0.049	0.047	0.048	0.050	96.5
异狄氏剂酮	ND	0.048	0.047	0.045	0.052	0.047	0.045	0.047	0.050	94.8
灭蚁灵	ND	0.048	0.049	0.046	0.052	0.050	0.047	0.049	0.050	97.6

表 135 海水加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.183	0.179	0.175	0.171	0.151	0.153	0.169	0.200	84.3
α-六六六	ND	0.187	0.185	0.180	0.175	0.152	0.153	0.172	0.200	85.9
γ-六六六	ND	0.186	0.184	0.180	0.175	0.151	0.153	0.171	0.200	85.7
β-六六六	ND	0.193	0.183	0.180	0.177	0.168	0.171	0.179	0.200	89.3
七氯	ND	0.187	0.178	0.177	0.174	0.153	0.156	0.171	0.200	85.4
δ-六六六	ND	0.202	0.197	0.191	0.188	0.161	0.167	0.184	0.200	92.1
艾氏剂	ND	0.162	0.157	0.158	0.153	0.141	0.143	0.152	0.200	76.1
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.184	0.178	0.174	0.170	0.151	0.156	0.169	0.200	84.4
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.189	0.186	0.181	0.178	0.156	0.162	0.175	0.200	87.7
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.187	0.181	0.176	0.172	0.156	0.161	0.172	0.200	86.1
o,p'-滴滴伊	ND	0.190	0.185	0.180	0.175	0.156	0.159	0.174	0.200	87.1
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.189	0.187	0.180	0.180	0.171	0.174	0.180	0.200	90.2
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.187	0.182	0.179	0.175	0.160	0.164	0.174	0.200	87.2
p,p'-滴滴伊	ND	0.200	0.196	0.190	0.187	0.162	0.166	0.183	0.200	91.7
狄氏剂	ND	0.188	0.184	0.177	0.180	0.159	0.164	0.175	0.200	87.6

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.203	0.196	0.198	0.184	0.168	0.173	0.187	0.200	93.5
异狄氏剂	ND	0.204	0.199	0.193	0.192	0.173	0.174	0.189	0.200	94.6
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.192	0.185	0.183	0.180	0.158	0.163	0.177	0.200	88.5
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.171	0.167	0.162	0.165	0.150	0.155	0.162	0.200	80.8
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.188	0.183	0.179	0.176	0.156	0.161	0.174	0.200	86.9
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.192	0.186	0.183	0.179	0.158	0.162	0.177	0.200	88.3
异狄氏剂醛	ND	0.192	0.176	0.180	0.177	0.159	0.161	0.174	0.200	87.1
硫丹硫酸酯	ND	0.173	0.169	0.164	0.163	0.147	0.148	0.161	0.200	80.3
甲氧滴滴涕	ND	0.193	0.188	0.180	0.177	0.160	0.165	0.177	0.200	88.6
异狄氏剂酮	ND	0.200	0.191	0.185	0.182	0.164	0.168	0.182	0.200	90.8
灭蚁灵	ND	0.183	0.177	0.175	0.172	0.160	0.161	0.171	0.200	85.7

表 136 生活污水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.322	0.316	0.342	0.338	0.346	0.323	0.331	0.450	73.6
α-六六六	ND	0.339	0.325	0.371	0.363	0.370	0.339	0.351	0.450	78.0

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
γ -六六六	ND	0.326	0.319	0.357	0.350	0.358	0.328	0.340	0.450	75.5
β -六六六	ND	0.348	0.342	0.379	0.373	0.383	0.379	0.367	0.450	81.6
七氯	ND	0.320	0.318	0.346	0.340	0.349	0.328	0.334	0.450	74.1
δ -六六六	ND	0.354	0.346	0.397	0.387	0.399	0.359	0.374	0.450	83.0
艾氏剂	ND	0.323	0.317	0.349	0.340	0.351	0.316	0.333	0.450	73.9
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.319	0.319	0.339	0.330	0.343	0.322	0.329	0.450	73.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.326	0.316	0.353	0.343	0.353	0.319	0.335	0.450	74.5
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.321	0.317	0.349	0.339	0.353	0.320	0.333	0.450	74.1
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.341	0.334	0.369	0.364	0.374	0.338	0.353	0.450	78.5
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.337	0.329	0.372	0.365	0.376	0.324	0.350	0.450	77.9
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.329	0.322	0.359	0.350	0.362	0.317	0.340	0.450	75.5
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.357	0.343	0.395	0.384	0.397	0.339	0.369	0.450	82.1
狄氏剂	ND	0.326	0.318	0.360	0.351	0.361	0.319	0.339	0.450	75.4
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.335	0.331	0.371	0.363	0.377	0.335	0.352	0.450	78.2
异狄氏剂	ND	0.345	0.340	0.383	0.370	0.385	0.343	0.361	0.450	80.2
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.320	0.317	0.350	0.338	0.351	0.327	0.334	0.450	74.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.319	0.316	0.350	0.341	0.354	0.328	0.335	0.450	74.4
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.327	0.324	0.358	0.347	0.359	0.317	0.339	0.450	75.3
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.324	0.320	0.357	0.347	0.356	0.322	0.338	0.450	75.0
异狄氏剂醛	ND	0.320	0.317	0.346	0.338	0.350	0.342	0.336	0.450	74.6

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹硫酸酯	ND	0.333	0.327	0.371	0.369	0.370	0.363	0.355	0.450	79.0
甲氧滴滴涕	ND	0.330	0.336	0.359	0.350	0.364	0.324	0.344	0.450	76.4
异狄氏剂酮	ND	0.330	0.346	0.362	0.353	0.373	0.321	0.347	0.450	77.2
灭蚁灵	ND	0.328	0.321	0.322	0.321	0.334	0.317	0.324	0.450	72.0

表 137 工业废水（纺织废水）加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：江苏康达检测技术股份有限公司

测试日期：2024.7~2024.8

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.318	0.328	0.320	0.317	0.333	0.349	0.328	0.450	72.8
α-六六六	ND	0.336	0.321	0.335	0.323	0.350	0.382	0.341	0.450	75.8
γ-六六六	ND	0.330	0.318	0.327	0.317	0.335	0.358	0.331	0.450	73.5
β-六六六	ND	0.353	0.331	0.359	0.340	0.351	0.379	0.352	0.450	78.3
七氯	ND	0.329	0.323	0.323	0.317	0.329	0.348	0.328	0.450	72.9
δ-六六六	ND	0.387	0.356	0.369	0.375	0.378	0.398	0.377	0.450	83.8
艾氏剂	ND	0.335	0.326	0.322	0.318	0.335	0.347	0.330	0.450	73.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.333	0.320	0.320	0.319	0.325	0.337	0.326	0.450	72.4
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.351	0.334	0.337	0.332	0.340	0.353	0.341	0.450	75.8

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.366	0.352	0.380	0.363	0.366	0.377	0.367	0.450	81.6
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.346	0.337	0.374	0.339	0.347	0.356	0.350	0.450	77.8
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.377	0.357	0.415	0.355	0.357	0.366	0.371	0.450	82.5
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.348	0.324	0.341	0.330	0.340	0.350	0.339	0.450	75.3
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.435	0.403	0.411	0.403	0.415	0.426	0.415	0.450	92.3
狄氏剂	ND	0.348	0.324	0.331	0.335	0.344	0.352	0.339	0.450	75.3
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.427	0.394	0.375	0.404	0.359	0.362	0.387	0.450	86.0
异狄氏剂	ND	0.381	0.365	0.351	0.363	0.369	0.374	0.367	0.450	81.5
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.335	0.332	0.319	0.323	0.331	0.332	0.329	0.450	73.1
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.342	0.326	0.324	0.344	0.330	0.338	0.334	0.450	74.2
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.348	0.326	0.321	0.335	0.339	0.346	0.336	0.450	74.7
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.379	0.338	0.361	0.334	0.335	0.343	0.348	0.450	77.4
异狄氏剂醛	ND	0.322	0.324	0.348	0.326	0.319	0.330	0.328	0.450	72.9
硫丹硫酸酯	ND	0.378	0.336	0.341	0.365	0.357	0.354	0.355	0.450	79.0
甲氧滴滴涕	ND	0.338	0.361	0.322	0.329	0.340	0.359	0.342	0.450	75.9
异狄氏剂酮	ND	0.361	0.331	0.330	0.345	0.347	0.361	0.346	0.450	76.8
灭蚁灵	ND	0.322	0.323	0.336	0.319	0.321	0.328	0.325	0.450	72.2

表 138 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.008	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.010	80.0
α-六六六	ND	0.012	0.012	0.010	0.012	0.011	0.011	0.011	0.010	110
γ-六六六	ND	0.013	0.012	0.011	0.013	0.011	0.013	0.012	0.010	120
β-六六六	ND	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.010	80.0
七氯	ND	0.010	0.012	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	110
δ-六六六	ND	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	110
艾氏剂	ND	0.010	0.011	0.009	0.011	0.010	0.011	0.010	0.010	100
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	100
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.011	0.011	0.010	110
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	100
o,p'-滴滴伊	ND	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	100
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.012	0.011	0.009	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	110
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	90.0
p,p'-滴滴伊	ND	0.011	0.013	0.011	0.011	0.011	0.012	0.012	0.010	120
狄氏剂	ND	0.010	0.010	0.008	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	100
o,p'-滴滴滴	ND	0.008	0.008	0.007	0.008	0.008	0.007	0.008	0.010	80.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂	ND	0.013	0.012	0.010	0.012	0.011	0.011	0.012	0.010	120
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.010	0.012	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	110
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	100
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.008	0.008	0.006	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	80.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	100
异狄氏剂醛	ND	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	100
硫丹硫酸酯	ND	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.010	60.0
甲氧滴滴涕	ND	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.010	70.0
异狄氏剂酮	ND	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.010	60.0
灭蚁灵	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	100

表 139 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.037	0.037	0.043	0.042	0.042	0.040	0.040	0.050	80.0
α-六六六	ND	0.043	0.044	0.046	0.047	0.045	0.048	0.046	0.050	92.0

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
γ -六六六	ND	0.046	0.048	0.050	0.050	0.051	0.051	0.049	0.050	98.0
β -六六六	ND	0.046	0.047	0.049	0.051	0.049	0.052	0.049	0.050	98.0
七氯	ND	0.048	0.046	0.046	0.052	0.059	0.052	0.051	0.050	102
δ -六六六	ND	0.044	0.045	0.047	0.048	0.046	0.049	0.046	0.050	92.0
艾氏剂	ND	0.033	0.039	0.045	0.042	0.039	0.042	0.040	0.050	80.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.047	0.047	0.051	0.051	0.048	0.052	0.049	0.050	98.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.044	0.047	0.054	0.051	0.050	0.051	0.049	0.050	98.0
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.045	0.045	0.052	0.051	0.048	0.049	0.048	0.050	96.0
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.041	0.046	0.050	0.050	0.047	0.047	0.047	0.050	94.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.048	0.049	0.053	0.053	0.052	0.052	0.051	0.050	102
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.045	0.046	0.049	0.050	0.047	0.049	0.048	0.050	96.0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.044	0.044	0.051	0.049	0.051	0.051	0.048	0.050	96.0
狄氏剂	ND	0.046	0.045	0.050	0.049	0.049	0.050	0.048	0.050	96.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.046	0.045	0.051	0.051	0.052	0.057	0.050	0.050	100
异狄氏剂	ND	0.049	0.050	0.055	0.054	0.053	0.055	0.053	0.050	106
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.047	0.047	0.053	0.050	0.057	0.054	0.051	0.050	102
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.050	0.050	0.055	0.055	0.057	0.058	0.054	0.050	108
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.045	0.044	0.046	0.050	0.045	0.050	0.047	0.050	94.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.044	0.037	0.051	0.047	0.056	0.054	0.048	0.050	96.0
异狄氏剂醛	ND	0.030	0.036	0.034	0.039	0.035	0.039	0.036	0.050	71.0
硫丹硫酸酯	ND	0.046	0.047	0.050	0.051	0.050	0.052	0.049	0.050	98.0
甲氧滴滴涕	ND	0.045	0.045	0.050	0.048	0.053	0.052	0.049	0.050	98.0
异狄氏剂酮	ND	0.047	0.047	0.045	0.051	0.050	0.053	0.049	0.050	98.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
灭蚁灵	ND	0.049	0.049	0.058	0.052	0.056	0.054	0.053	0.050	106

表 140 空白加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.201	0.174	0.176	0.171	0.168	0.171	0.177	0.200	88.5
α-六六六	ND	0.218	0.195	0.196	0.184	0.186	0.189	0.195	0.200	97.5
γ-六六六	ND	0.220	0.197	0.198	0.186	0.187	0.180	0.195	0.200	97.5
β-六六六	ND	0.223	0.200	0.202	0.190	0.191	0.194	0.200	0.200	100
七氯	ND	0.225	0.200	0.204	0.206	0.192	0.205	0.205	0.200	102
δ-六六六	ND	0.213	0.189	0.191	0.178	0.180	0.182	0.189	0.200	94.5
艾氏剂	ND	0.192	0.164	0.169	0.165	0.156	0.149	0.166	0.200	83.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.219	0.196	0.198	0.183	0.184	0.186	0.194	0.200	97.0
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.157	0.143	0.170	0.142	0.159	0.152	0.154	0.200	77.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.216	0.194	0.195	0.180	0.181	0.181	0.191	0.200	95.5
o,p'-滴滴伊	ND	0.150	0.142	0.167	0.139	0.153	0.136	0.148	0.200	74.0
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.215	0.194	0.194	0.179	0.180	0.181	0.191	0.200	95.5
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.218	0.195	0.197	0.182	0.183	0.184	0.193	0.200	96.5
p,p'-滴滴伊	ND	0.215	0.192	0.193	0.178	0.176	0.177	0.189	0.200	94.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
狄氏剂	ND	0.220	0.197	0.178	0.182	0.183	0.184	0.191	0.200	95.5
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.172	0.150	0.184	0.156	0.169	0.168	0.166	0.200	83.0
异狄氏剂	ND	0.232	0.212	0.235	0.212	0.212	0.214	0.220	0.200	110
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.207	0.187	0.192	0.173	0.171	0.172	0.184	0.200	92.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.206	0.184	0.185	0.168	0.170	0.169	0.180	0.200	90.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.220	0.197	0.200	0.184	0.184	0.183	0.195	0.200	97.5
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.200	0.183	0.185	0.165	0.164	0.165	0.177	0.200	88.5
异狄氏剂醛	ND	0.190	0.158	0.158	0.146	0.150	0.142	0.157	0.200	78.5
硫丹硫酸酯	ND	0.224	0.204	0.204	0.187	0.188	0.187	0.199	0.200	99.5
甲氧滴滴涕	ND	0.217	0.199	0.200	0.185	0.180	0.177	0.193	0.200	96.5
异狄氏剂酮	ND	0.214	0.196	0.196	0.180	0.181	0.178	0.191	0.200	95.5
灭蚁灵	ND	0.217	0.199	0.204	0.185	0.177	0.179	0.194	0.200	97.0

表 141 地下水加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.013	0.011	0.009	0.011	0.009	0.012	0.011	0.010	110
α-六六六	ND	0.009	0.009	0.007	0.009	0.007	0.008	0.008	0.010	80.0

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
γ -六六六	ND	0.012	0.012	0.009	0.011	0.008	0.010	0.010	0.010	100
β -六六六	ND	0.011	0.008	0.010	0.011	0.007	0.010	0.010	0.010	100
七氯	ND	0.011	0.011	0.010	0.009	0.007	0.008	0.009	0.010	90.0
δ -六六六	ND	0.010	0.009	0.008	0.010	0.006	0.009	0.009	0.010	90.0
艾氏剂	ND	0.011	0.011	0.009	0.009	0.008	0.011	0.010	0.010	100
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.010	0.010	0.010	0.012	0.007	0.011	0.010	0.010	100
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.010	0.010	0.011	0.010	0.008	0.011	0.010	0.010	100
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.011	0.011	0.009	0.012	0.008	0.012	0.011	0.010	110
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.011	0.009	0.011	0.010	0.006	0.012	0.010	0.010	100
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.009	0.010	0.011	0.012	0.009	0.011	0.010	0.010	100
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.012	0.012	0.010	0.012	0.007	0.012	0.011	0.010	110
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.011	0.011	0.009	0.011	0.007	0.012	0.010	0.010	100
狄氏剂	ND	0.010	0.009	0.010	0.010	0.007	0.010	0.009	0.010	90.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.011	0.012	0.010	0.011	0.007	0.010	0.010	0.010	100
异狄氏剂	ND	0.013	0.011	0.010	0.012	0.008	0.012	0.011	0.010	110
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.010	0.007	0.009	0.006	0.008	0.008	0.010	80.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.010	0.009	0.009	0.007	0.011	0.009	0.010	90.0
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.012	0.010	0.011	0.009	0.007	0.009	0.010	0.010	100
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.010	0.010	0.008	0.007	0.007	0.012	0.009	0.010	90.0
异狄氏剂醛	ND	0.008	0.006	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.010	80.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹硫酸酯	ND	0.010	0.010	0.007	0.010	0.007	0.011	0.009	0.010	90.0
甲氧滴滴涕	ND	0.007	0.007	0.009	0.008	0.006	0.007	0.007	0.010	70.0
异狄氏剂酮	ND	0.011	0.010	0.008	0.011	0.007	0.009	0.009	0.010	90.0
灭蚁灵	ND	0.007	0.010	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.010	70.0

表 142 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.041	0.043	0.042	0.039	0.043	0.040	0.041	0.050	82.0
α-六六六	ND	0.043	0.044	0.043	0.040	0.044	0.040	0.042	0.050	86.0
γ-六六六	ND	0.044	0.044	0.044	0.041	0.046	0.041	0.043	0.050	86.0
β-六六六	ND	0.047	0.048	0.047	0.042	0.048	0.044	0.046	0.050	92.0
七氯	ND	0.043	0.042	0.039	0.040	0.045	0.044	0.042	0.050	84.0
δ-六六六	ND	0.041	0.042	0.041	0.037	0.042	0.038	0.040	0.050	80.0
艾氏剂	ND	0.039	0.037	0.038	0.036	0.039	0.038	0.038	0.050	76.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.045	0.046	0.046	0.042	0.047	0.043	0.045	0.050	90.0
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.044	0.044	0.045	0.041	0.045	0.040	0.043	0.050	86.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.042	0.042	0.041	0.039	0.042	0.040	0.041	0.050	82.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.035	0.033	0.033	0.031	0.034	0.033	0.033	0.050	66.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.049	0.047	0.046	0.048	0.047	0.050	0.048	0.050	96.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.041	0.042	0.041	0.037	0.042	0.039	0.040	0.050	80.0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.041	0.037	0.038	0.035	0.038	0.038	0.038	0.050	76.0
狄氏剂	ND	0.042	0.043	0.044	0.039	0.044	0.040	0.042	0.050	84.0
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.049	0.046	0.049	0.044	0.048	0.045	0.047	0.050	94.0
异狄氏剂	ND	0.049	0.048	0.054	0.048	0.053	0.051	0.050	0.050	100
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.041	0.038	0.040	0.035	0.039	0.038	0.038	0.050	76.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.046	0.044	0.043	0.039	0.046	0.043	0.044	0.050	88.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.043	0.042	0.040	0.041	0.046	0.042	0.042	0.050	84.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.034	0.031	0.032	0.031	0.033	0.031	0.032	0.050	64.0
异狄氏剂醛	ND	0.035	0.034	0.033	0.030	0.033	0.031	0.033	0.050	66.0
硫丹硫酸酯	ND	0.039	0.040	0.040	0.037	0.041	0.037	0.039	0.050	78.0
甲氧滴滴涕	ND	0.036	0.040	0.041	0.038	0.040	0.036	0.038	0.050	76.0
异狄氏剂酮	ND	0.037	0.039	0.039	0.037	0.042	0.036	0.038	0.050	76.0
灭蚁灵	ND	0.034	0.031	0.032	0.033	0.031	0.033	0.032	0.050	64.0

表 143 海水加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024. 8~2024. 10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.144	0.159	0.145	0.144	0.149	0.159	0.150	0.200	75.0
α -六六六	ND	0.135	0.145	0.139	0.142	0.134	0.140	0.139	0.200	69.5
γ -六六六	ND	0.140	0.149	0.142	0.146	0.138	0.144	0.143	0.200	71.5
β -六六六	ND	0.154	0.161	0.158	0.160	0.150	0.156	0.156	0.200	78.0
七氯	ND	0.152	0.168	0.156	0.167	0.164	0.168	0.162	0.200	81.0
δ -六六六	ND	0.135	0.141	0.135	0.140	0.131	0.137	0.136	0.200	68.0
艾氏剂	ND	0.135	0.141	0.130	0.135	0.138	0.135	0.136	0.200	68.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.150	0.152	0.140	0.152	0.148	0.146	0.148	0.200	74.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.143	0.145	0.133	0.144	0.140	0.138	0.140	0.200	70.5
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.145	0.146	0.134	0.146	0.145	0.139	0.142	0.200	71.0
o,p' -滴滴伊	ND	0.150	0.155	0.134	0.150	0.152	0.148	0.148	0.200	74.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.150	0.147	0.136	0.148	0.146	0.141	0.145	0.200	72.5
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.147	0.147	0.134	0.146	0.143	0.140	0.143	0.200	71.5
p,p' -滴滴伊	ND	0.142	0.14	0.125	0.141	0.139	0.134	0.137	0.200	68.5
狄氏剂	ND	0.146	0.144	0.130	0.145	0.142	0.137	0.141	0.200	70.5
o,p' -滴滴涕	ND	0.152	0.148	0.132	0.150	0.146	0.140	0.145	0.200	72.5
异狄氏剂	ND	0.162	0.165	0.141	0.165	0.157	0.153	0.157	0.200	78.5
o,p' -滴滴涕	ND	0.145	0.142	0.123	0.144	0.140	0.133	0.138	0.200	69.0
p,p' -滴滴涕	ND	0.149	0.144	0.129	0.149	0.143	0.135	0.142	0.200	71.0
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.170	0.167	0.147	0.152	0.166	0.152	0.159	0.200	79.5
p,p' -滴滴涕	ND	0.173	0.169	0.147	0.145	0.168	0.129	0.155	0.200	77.5
异狄氏剂醛	ND	0.174	0.178	0.139	0.129	0.159	0.123	0.150	0.200	75.0
硫丹硫酸酯	ND	0.157	0.151	0.136	0.156	0.145	0.142	0.148	0.200	74.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
甲氧滴滴涕	ND	0.159	0.159	0.137	0.162	0.153	0.145	0.152	0.200	76.0
异狄氏剂酮	ND	0.157	0.152	0.135	0.155	0.143	0.141	0.147	0.200	73.5
灭蚁灵	ND	0.160	0.154	0.133	0.156	0.152	0.142	0.150	0.200	75.0

表 144 生活污水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.276	0.283	0.301	0.347	0.271	0.298	0.296	0.450	65.8
α-六六六	ND	0.345	0.359	0.320	0.381	0.338	0.368	0.352	0.450	78.2
γ-六六六	ND	0.336	0.348	0.304	0.359	0.326	0.356	0.338	0.450	75.1
β-六六六	ND	0.336	0.350	0.300	0.356	0.320	0.351	0.336	0.450	74.7
七氯	ND	0.419	0.417	0.421	0.436	0.417	0.435	0.424	0.450	94.2
δ-六六六	ND	0.336	0.352	0.300	0.349	0.323	0.356	0.336	0.450	74.7
艾氏剂	ND	0.315	0.313	0.296	0.320	0.282	0.333	0.310	0.450	68.9
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.354	0.366	0.297	0.336	0.323	0.360	0.339	0.450	75.3
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.355	0.365	0.297	0.332	0.321	0.360	0.338	0.450	75.1
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.340	0.350	0.287	0.323	0.300	0.348	0.325	0.450	72.2
o,p'-滴滴伊	ND	0.305	0.354	0.289	0.309	0.301	0.343	0.317	0.450	70.4
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.325	0.372	0.305	0.348	0.319	0.366	0.339	0.450	75.3

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.350	0.370	0.289	0.327	0.322	0.361	0.336	0.450	74.7
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.353	0.360	0.293	0.310	0.298	0.349	0.327	0.450	72.7
狄氏剂	ND	0.331	0.373	0.288	0.324	0.319	0.361	0.333	0.450	74.0
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.350	0.360	0.282	0.313	0.303	0.349	0.326	0.450	72.4
异狄氏剂	ND	0.444	0.428	0.426	0.416	0.419	0.438	0.428	0.450	95.1
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.339	0.346	0.302	0.317	0.296	0.354	0.326	0.450	72.4
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.347	0.355	0.297	0.315	0.301	0.372	0.331	0.450	73.6
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.345	0.400	0.300	0.383	0.324	0.410	0.360	0.450	80.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.429	0.407	0.400	0.341	0.306	0.411	0.382	0.450	84.9
异狄氏剂醛	ND	0.324	0.321	0.582	0.397	0.334	0.395	0.392	0.450	87.1
硫丹硫酸酯	ND	0.357	0.376	0.320	0.310	0.328	0.370	0.344	0.450	76.4
甲氧滴滴涕	ND	0.345	0.368	0.344	0.397	0.337	0.396	0.364	0.450	80.9
异狄氏剂酮	ND	0.357	0.376	0.284	0.320	0.338	0.373	0.341	0.450	75.8
灭蚁灵	ND	0.368	0.387	0.335	0.331	0.332	0.368	0.354	0.450	78.7

表 145 工业废水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：山西省太原生态环境监测中心

测试日期：2024.8~2024.10

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.336	0.327	0.325	0.329	0.316	0.338	0.328	0.450	72.9

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
α -六六六	ND	0.326	0.332	0.310	0.294	0.294	0.305	0.31	0.450	68.9
γ -六六六	ND	0.339	0.353	0.329	0.310	0.309	0.321	0.327	0.450	72.7
β -六六六	ND	0.366	0.396	0.361	0.338	0.338	0.367	0.361	0.450	80.2
七氯	ND	0.381	0.361	0.358	0.386	0.359	0.373	0.370	0.450	82.2
δ -六六六	ND	0.321	0.343	0.314	0.295	0.295	0.303	0.312	0.450	69.3
艾氏剂	ND	0.439	0.433	0.417	0.405	0.415	0.427	0.423	0.450	94.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.357	0.347	0.333	0.330	0.327	0.342	0.339	0.450	75.3
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.359	0.341	0.333	0.331	0.329	0.346	0.340	0.450	75.6
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.362	0.342	0.333	0.334	0.332	0.346	0.342	0.450	76.0
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.369	0.346	0.335	0.346	0.334	0.354	0.347	0.450	77.1
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.355	0.337	0.333	0.329	0.330	0.341	0.338	0.450	75.1
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.356	0.333	0.321	0.320	0.317	0.333	0.330	0.450	73.3
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.364	0.343	0.339	0.347	0.367	0.353	0.352	0.450	78.2
狄氏剂	ND	0.357	0.345	0.338	0.336	0.334	0.347	0.343	0.450	76.2
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.357	0.349	0.332	0.332	0.331	0.347	0.341	0.450	75.8
异狄氏剂	ND	0.400	0.384	0.372	0.373	0.369	0.381	0.380	0.450	84.4
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.364	0.349	0.340	0.346	0.342	0.357	0.350	0.450	77.8
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.354	0.345	0.328	0.329	0.321	0.339	0.336	0.450	74.7
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.354	0.345	0.335	0.324	0.324	0.334	0.336	0.450	74.7
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.377	0.367	0.354	0.403	0.355	0.366	0.370	0.450	82.2

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂醛	ND	0.350	0.412	0.348	0.419	0.320	0.328	0.363	0.450	80.7
硫丹硫酸酯	ND	0.344	0.364	0.327	0.319	0.321	0.329	0.334	0.450	74.2
甲氧滴滴涕	ND	0.354	0.353	0.337	0.341	0.339	0.347	0.345	0.450	76.7
异狄氏剂酮	ND	0.334	0.345	0.322	0.317	0.315	0.322	0.326	0.450	72.4
灭蚁灵	ND	0.359	0.341	0.335	0.342	0.337	0.351	0.344	0.450	76.4

表 146 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.011	0.008	0.010	0.009	0.008	0.011	0.010	0.010	100
α-六六六	ND	0.008	0.006	0.007	0.009	0.007	0.010	0.008	0.010	80.0
γ-六六六	ND	0.010	0.010	0.008	0.009	0.007	0.009	0.009	0.010	90.0
β-六六六	ND	0.012	0.012	0.008	0.008	0.006	0.009	0.009	0.010	90.0
七氯	ND	0.008	0.011	0.010	0.010	0.006	0.009	0.009	0.010	90.0
δ-六六六	ND	0.011	0.011	0.009	0.008	0.008	0.010	0.010	0.010	100
艾氏剂	ND	0.013	0.012	0.010	0.008	0.010	0.011	0.011	0.010	110
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.011	0.011	0.010	0.010	0.009	0.008	0.010	0.010	100
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.012	0.009	0.008	0.010	0.007	0.010	0.009	0.010	90.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.011	0.011	0.010	0.009	0.009	0.008	0.010	0.010	100
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.013	0.008	0.008	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	100
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.008	0.009	0.009	0.008	0.008	0.011	0.009	0.010	90.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.013	0.011	0.007	0.008	0.009	0.011	0.010	0.010	100
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.012	0.012	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	110
狄氏剂	ND	0.011	0.011	0.008	0.010	0.009	0.008	0.010	0.010	100
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.013	0.013	0.011	0.013	0.011	0.013	0.012	0.010	120
异狄氏剂	ND	0.012	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	100
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.011	0.011	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	110
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.011	0.011	0.008	0.011	0.009	0.009	0.010	0.010	100
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.010	0.008	0.009	0.008	0.009	0.011	0.009	0.010	90.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.012	0.010	0.009	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	100
异狄氏剂醛	ND	0.009	0.008	0.008	0.007	0.010	0.009	0.009	0.010	90.0
硫丹硫酸酯	ND	0.011	0.011	0.011	0.011	0.012	0.012	0.011	0.010	110
甲氧滴滴涕	ND	0.011	0.008	0.007	0.008	0.011	0.012	0.010	0.010	100
异狄氏剂酮	ND	0.011	0.009	0.010	0.009	0.009	0.011	0.010	0.010	100
灭蚁灵	ND	0.008	0.008	0.008	0.007	0.007	0.010	0.008	0.010	80.0

表 147 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国测检测科技有限公司

测试日期：2024. 9～2024. 11

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.047	0.053	0.062	0.051	0.051	0.039	0.051	0.050	102
α-六六六	ND	0.045	0.052	0.060	0.062	0.044	0.048	0.052	0.050	104
γ-六六六	ND	0.045	0.052	0.062	0.062	0.057	0.044	0.054	0.050	108
β-六六六	ND	0.047	0.047	0.058	0.049	0.055	0.044	0.050	0.050	100
七氯	ND	0.045	0.052	0.058	0.053	0.052	0.042	0.050	0.050	100
δ-六六六	ND	0.051	0.051	0.062	0.052	0.048	0.041	0.051	0.050	102
艾氏剂	ND	0.051	0.056	0.064	0.053	0.045	0.044	0.052	0.050	104
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.049	0.053	0.063	0.053	0.047	0.041	0.051	0.050	102
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.047	0.056	0.062	0.053	0.047	0.045	0.052	0.050	104
反-氯丹 (γ-氯丹)	ND	0.049	0.043	0.050	0.044	0.040	0.035	0.044	0.050	88.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.048	0.049	0.061	0.050	0.040	0.038	0.048	0.050	96.0
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.049	0.051	0.062	0.051	0.036	0.041	0.048	0.050	96.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.044	0.053	0.062	0.052	0.046	0.044	0.050	0.050	100
p,p'-滴滴伊	ND	0.044	0.056	0.064	0.055	0.054	0.046	0.053	0.050	106
狄氏剂	ND	0.043	0.050	0.060	0.052	0.043	0.044	0.049	0.050	98.0
o,p'-滴滴滴	ND	0.045	0.053	0.060	0.053	0.046	0.044	0.050	0.050	100
异狄氏剂	ND	0.047	0.059	0.058	0.057	0.049	0.046	0.053	0.050	108
o,p'-滴滴涕	ND	0.046	0.057	0.065	0.055	0.049	0.047	0.053	0.050	106
p,p'-滴滴滴	ND	0.047	0.056	0.065	0.055	0.045	0.043	0.052	0.050	104
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.045	0.052	0.062	0.053	0.043	0.042	0.050	0.050	100
p,p'-滴滴涕	ND	0.047	0.055	0.063	0.054	0.042	0.045	0.051	0.050	102
异狄氏剂醛	ND	0.046	0.045	0.054	0.044	0.040	0.036	0.044	0.050	88.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
硫丹硫酸酯	ND	0.042	0.051	0.063	0.056	0.047	0.049	0.051	0.050	102
甲氧滴滴涕	ND	0.050	0.054	0.065	0.057	0.049	0.045	0.053	0.050	106
异狄氏剂酮	ND	0.049	0.051	0.062	0.051	0.042	0.038	0.049	0.050	98.0
灭蚁灵	ND	0.049	0.056	0.065	0.054	0.041	0.043	0.051	0.050	102

表 148 空白加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国测检测科技有限公司

测试日期：2024. 9~2024. 11

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.234	0.224	0.204	0.197	0.232	0.236	0.221	0.200	111
α-六六六	ND	0.238	0.226	0.190	0.237	0.258	0.242	0.232	0.200	116
γ-六六六	ND	0.214	0.202	0.198	0.235	0.257	0.211	0.220	0.200	110
β-六六六	ND	0.231	0.200	0.194	0.207	0.229	0.225	0.214	0.200	107
七氯	ND	0.222	0.231	0.214	0.217	0.233	0.201	0.220	0.200	110
δ-六六六	ND	0.217	0.225	0.211	0.215	0.252	0.204	0.221	0.200	111
艾氏剂	ND	0.216	0.192	0.190	0.210	0.233	0.219	0.210	0.200	105
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.227	0.221	0.212	0.215	0.251	0.209	0.223	0.200	112
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.211	0.223	0.200	0.224	0.217	0.196	0.212	0.200	106
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.220	0.219	0.205	0.195	0.210	0.216	0.211	0.200	106

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.226	0.194	0.212	0.216	0.222	0.199	0.212	0.200	106
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.222	0.235	0.200	0.209	0.194	0.195	0.209	0.200	105
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.217	0.204	0.191	0.187	0.177	0.208	0.197	0.200	98.5
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.217	0.233	0.206	0.205	0.227	0.201	0.215	0.200	108
狄氏剂	ND	0.226	0.221	0.220	0.186	0.222	0.191	0.211	0.200	106
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.219	0.197	0.205	0.198	0.217	0.208	0.207	0.200	104
异狄氏剂	ND	0.214	0.232	0.210	0.214	0.235	0.211	0.219	0.200	110
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.219	0.196	0.189	0.212	0.244	0.203	0.211	0.200	106
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.223	0.212	0.195	0.209	0.245	0.211	0.216	0.200	108
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.209	0.227	0.218	0.199	0.252	0.205	0.218	0.200	109
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.215	0.213	0.188	0.201	0.234	0.202	0.209	0.200	105
异狄氏剂醛	ND	0.226	0.230	0.197	0.200	0.221	0.206	0.213	0.200	107
硫丹硫酸酯	ND	0.211	0.224	0.204	0.220	0.214	0.203	0.213	0.200	107
甲氧滴滴涕	ND	0.218	0.202	0.191	0.208	0.225	0.204	0.208	0.200	104
异狄氏剂酮	ND	0.205	0.195	0.198	0.237	0.211	0.221	0.211	0.200	106
灭蚁灵	ND	0.207	0.223	0.191	0.200	0.258	0.205	0.214	0.200	107

表 149 地下水加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.009	0.008	0.011	0.006	0.010	0.012	0.009	0.010	90.0
α -六六六	ND	0.008	0.009	0.013	0.007	0.009	0.008	0.009	0.010	90.0
γ -六六六	ND	0.009	0.009	0.011	0.006	0.009	0.009	0.009	0.010	90.0
β -六六六	ND	0.009	0.010	0.011	0.006	0.010	0.008	0.009	0.010	90.0
七氯	ND	0.008	0.008	0.011	0.008	0.009	0.008	0.009	0.010	90.0
δ -六六六	ND	0.009	0.011	0.011	0.006	0.009	0.010	0.009	0.010	90.0
艾氏剂	ND	0.009	0.010	0.012	0.008	0.012	0.010	0.010	0.010	100
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.007	0.009	0.011	0.007	0.008	0.010	0.009	0.010	90.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.007	0.009	0.012	0.007	0.009	0.011	0.009	0.010	90.0
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.009	0.010	0.012	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	100
o,p' -滴滴伊	ND	0.007	0.008	0.011	0.009	0.007	0.008	0.008	0.010	80.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.010	0.008	0.011	0.007	0.006	0.010	0.009	0.010	90.0
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.008	0.009	0.011	0.008	0.009	0.011	0.009	0.010	90.0
p,p' -滴滴伊	ND	0.010	0.013	0.013	0.010	0.012	0.011	0.012	0.010	120
狄氏剂	ND	0.009	0.009	0.012	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	110
o,p' -滴滴涕	ND	0.012	0.012	0.013	0.013	0.012	0.013	0.013	0.010	130
异狄氏剂	ND	0.009	0.011	0.012	0.010	0.011	0.012	0.011	0.010	110
o,p' -滴滴涕	ND	0.009	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	100
p,p' -滴滴涕	ND	0.008	0.008	0.012	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	100
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.008	0.009	0.012	0.008	0.008	0.011	0.009	0.010	90.0
p,p' -滴滴涕	ND	0.010	0.010	0.011	0.009	0.011	0.010	0.010	0.010	100
异狄氏剂醛	ND	0.009	0.010	0.012	0.008	0.010	0.011	0.010	0.010	100
硫丹硫酸酯	ND	0.012	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.010	130

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
甲氧滴滴涕	ND	0.007	0.008	0.011	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010	90.0
异狄氏剂酮	ND	0.007	0.010	0.011	0.011	0.008	0.009	0.009	0.010	90.0
灭蚁灵	ND	0.009	0.008	0.012	0.009	0.007	0.010	0.009	0.010	90.0

表 150 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国测检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.044	0.047	0.051	0.049	0.045	0.064	0.050	0.050	100
α-六六六	ND	0.045	0.048	0.050	0.050	0.040	0.063	0.049	0.050	98.0
γ-六六六	ND	0.048	0.046	0.048	0.047	0.044	0.052	0.048	0.050	96.0
β-六六六	ND	0.045	0.045	0.050	0.043	0.043	0.060	0.048	0.050	96.0
七氯	ND	0.046	0.047	0.050	0.047	0.054	0.051	0.049	0.050	98.0
δ-六六六	ND	0.047	0.045	0.053	0.050	0.032	0.057	0.047	0.050	94.0
艾氏剂	ND	0.044	0.049	0.043	0.043	0.033	0.053	0.044	0.050	88.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.037	0.045	0.051	0.044	0.032	0.051	0.043	0.050	86.0
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.038	0.046	0.053	0.039	0.035	0.048	0.043	0.050	86.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.034	0.044	0.053	0.041	0.048	0.047	0.045	0.050	90.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.038	0.050	0.041	0.043	0.039	0.056	0.045	0.050	90.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.044	0.049	0.054	0.045	0.039	0.052	0.047	0.050	94.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.043	0.049	0.051	0.045	0.032	0.057	0.046	0.050	92.0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.046	0.047	0.049	0.047	0.041	0.053	0.047	0.050	94.0
狄氏剂	ND	0.045	0.049	0.048	0.046	0.036	0.047	0.045	0.050	90.0
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.048	0.049	0.044	0.045	0.051	0.052	0.048	0.050	96.0
异狄氏剂	ND	0.044	0.048	0.042	0.055	0.033	0.050	0.045	0.050	90.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.050	0.044	0.049	0.051	0.042	0.045	0.047	0.050	94.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.048	0.049	0.052	0.047	0.043	0.047	0.048	0.050	96.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.042	0.036	0.048	0.048	0.034	0.052	0.043	0.050	86.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.042	0.046	0.047	0.049	0.033	0.049	0.044	0.050	88.0
异狄氏剂醛	ND	0.046	0.040	0.048	0.046	0.039	0.049	0.045	0.050	90.0
硫丹硫酸酯	ND	0.050	0.039	0.049	0.044	0.041	0.053	0.046	0.050	92.0
甲氧滴滴涕	ND	0.041	0.051	0.043	0.046	0.043	0.055	0.047	0.050	94.0
异狄氏剂酮	ND	0.047	0.043	0.043	0.041	0.040	0.052	0.044	0.050	88.0
灭蚁灵	ND	0.043	0.039	0.050	0.046	0.043	0.049	0.045	0.050	90.0

表 151 海水加标 0. 200 μ g/L 回收率

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024. 9~2024. 11

化合物	样品	加标样品 (μg/L)	平均值	加标量	回收率 (%)
-----	----	-------------	-----	-----	---------

		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.176	0.175	0.208	0.195	0.195	0.210	0.193	0.200	96.5
α -六六六	ND	0.199	0.252	0.225	0.198	0.251	0.202	0.221	0.200	110
γ -六六六	ND	0.172	0.180	0.232	0.198	0.204	0.199	0.198	0.200	99.0
β -六六六	ND	0.174	0.176	0.212	0.189	0.194	0.210	0.193	0.200	96.5
七氯	ND	0.200	0.205	0.240	0.221	0.223	0.201	0.215	0.200	108
δ -六六六	ND	0.198	0.198	0.231	0.214	0.219	0.214	0.212	0.200	106
艾氏剂	ND	0.190	0.195	0.229	0.207	0.216	0.204	0.207	0.200	104
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.184	0.184	0.218	0.211	0.204	0.208	0.202	0.200	101
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.185	0.181	0.214	0.202	0.205	0.218	0.201	0.200	101
反-氯丹（ γ -氯丹）	ND	0.133	0.148	0.153	0.142	0.150	0.151	0.146	0.200	73.0
o,p' -滴滴伊	ND	0.183	0.182	0.196	0.223	0.189	0.211	0.197	0.200	98.5
顺-氯丹（ α -氯丹）	ND	0.191	0.194	0.228	0.191	0.193	0.197	0.199	0.200	99.5
硫丹 I（ α -硫丹）	ND	0.173	0.211	0.201	0.187	0.195	0.206	0.196	0.200	98.0
p,p' -滴滴伊	ND	0.150	0.151	0.177	0.159	0.170	0.175	0.164	0.200	82.0
狄氏剂	ND	0.183	0.184	0.216	0.199	0.203	0.217	0.200	0.200	100
o,p' -滴滴滴	ND	0.181	0.183	0.212	0.191	0.201	0.215	0.197	0.200	98.5
异狄氏剂	ND	0.196	0.196	0.211	0.213	0.192	0.214	0.204	0.200	102
o,p' -滴滴涕	ND	0.185	0.182	0.210	0.185	0.193	0.220	0.196	0.200	98.0
p,p' -滴滴滴	ND	0.177	0.183	0.212	0.205	0.197	0.214	0.198	0.200	99.0
硫丹 II（ β -硫丹）	ND	0.193	0.184	0.218	0.212	0.213	0.211	0.205	0.200	103
p,p' -滴滴涕	ND	0.181	0.180	0.216	0.193	0.199	0.213	0.197	0.200	98.5
异狄氏剂醛	ND	0.148	0.150	0.177	0.163	0.168	0.181	0.165	0.200	82.5
硫丹硫酸酯	ND	0.152	0.175	0.184	0.162	0.170	0.205	0.175	0.200	87.5
甲氧滴滴涕	ND	0.179	0.208	0.210	0.185	0.191	0.210	0.197	0.200	98.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.177	0.180	0.216	0.190	0.197	0.216	0.196	0.200	98.0
灭蚁灵	ND	0.211	0.207	0.206	0.199	0.213	0.200	0.206	0.200	103

表 152 生活污水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.463	0.415	0.449	0.379	0.437	0.428	0.429	0.450	95.3
α-六六六	ND	0.393	0.391	0.403	0.333	0.433	0.457	0.402	0.450	89.3
γ-六六六	ND	0.432	0.407	0.451	0.383	0.384	0.430	0.415	0.450	92.2
β-六六六	ND	0.432	0.400	0.470	0.302	0.410	0.393	0.401	0.450	89.1
七氯	ND	0.390	0.429	0.405	0.380	0.361	0.392	0.393	0.450	87.3
δ-六六六	ND	0.386	0.459	0.453	0.443	0.441	0.480	0.444	0.450	98.7
艾氏剂	ND	0.443	0.449	0.487	0.373	0.383	0.415	0.425	0.450	94.4
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.466	0.387	0.408	0.386	0.360	0.401	0.401	0.450	89.1
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.400	0.423	0.429	0.308	0.394	0.418	0.395	0.450	87.8
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.271	0.297	0.282	0.278	0.275	0.279	0.280	0.450	62.2
o,p'-滴滴伊	ND	0.393	0.429	0.371	0.374	0.323	0.439	0.388	0.450	86.2

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.371	0.428	0.421	0.343	0.352	0.389	0.384	0.450	85.3
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.439	0.446	0.438	0.314	0.399	0.403	0.407	0.450	90.4
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.418	0.396	0.377	0.333	0.431	0.427	0.397	0.450	88.2
狄氏剂	ND	0.414	0.394	0.406	0.343	0.443	0.360	0.393	0.450	87.3
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.453	0.383	0.417	0.394	0.441	0.477	0.428	0.450	95.1
异狄氏剂	ND	0.470	0.432	0.462	0.386	0.408	0.393	0.425	0.450	94.4
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.375	0.404	0.427	0.372	0.357	0.387	0.387	0.450	86.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.429	0.415	0.427	0.392	0.319	0.407	0.398	0.450	88.4
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.428	0.403	0.432	0.335	0.360	0.426	0.397	0.450	88.2
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.429	0.430	0.438	0.399	0.412	0.437	0.424	0.450	94.2
异狄氏剂醛	ND	0.435	0.397	0.386	0.376	0.317	0.371	0.380	0.450	84.4
硫丹硫酸酯	ND	0.430	0.432	0.427	0.427	0.419	0.439	0.429	0.450	95.3
甲氧滴滴涕	ND	0.387	0.464	0.394	0.363	0.456	0.399	0.411	0.450	91.3
异狄氏剂酮	ND	0.436	0.374	0.432	0.373	0.405	0.405	0.404	0.450	89.8
灭蚁灵	ND	0.390	0.400	0.405	0.382	0.377	0.353	0.385	0.450	85.6

表 153 工业废水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：武汉智惠国检测科技有限公司

测试日期：2024.9~2024.11

化合物	样品	加标样品 (μg/L)	平均值	加标量	回收率 (%)
-----	----	-------------	-----	-----	---------

		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.436	0.353	0.409	0.482	0.317	0.394	0.399	0.450	88.7
α -六六六	ND	0.541	0.437	0.459	0.462	0.488	0.488	0.479	0.450	106
γ -六六六	ND	0.445	0.356	0.363	0.451	0.325	0.415	0.393	0.450	87.3
β -六六六	ND	0.445	0.362	0.419	0.432	0.340	0.407	0.401	0.450	89.1
七氯	ND	0.489	0.401	0.483	0.434	0.360	0.449	0.436	0.450	96.9
δ -六六六	ND	0.549	0.398	0.442	0.443	0.364	0.500	0.449	0.450	99.8
艾氏剂	ND	0.501	0.343	0.487	0.383	0.319	0.400	0.406	0.450	90.2
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.512	0.413	0.451	0.428	0.372	0.477	0.442	0.450	98.2
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.463	0.371	0.485	0.424	0.335	0.430	0.418	0.450	92.9
反-氯丹（ γ -氯丹）	ND	0.409	0.353	0.368	0.323	0.287	0.293	0.339	0.450	75.3
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.373	0.494	0.461	0.473	0.575	0.384	0.460	0.450	102
顺-氯丹（ α -氯丹）	ND	0.422	0.393	0.450	0.394	0.575	0.389	0.437	0.450	97.1
硫丹 I（ α -硫丹）	ND	0.412	0.347	0.405	0.419	0.369	0.411	0.394	0.450	87.6
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.391	0.321	0.447	0.476	0.286	0.369	0.382	0.450	84.9
狄氏剂	ND	0.444	0.358	0.470	0.380	0.319	0.415	0.398	0.450	88.4
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.463	0.370	0.444	0.438	0.320	0.430	0.411	0.450	91.3
异狄氏剂	ND	0.478	0.374	0.475	0.458	0.350	0.383	0.420	0.450	93.3
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.458	0.377	0.480	0.458	0.328	0.434	0.423	0.450	94.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.450	0.379	0.392	0.465	0.307	0.414	0.401	0.450	89.1
硫丹 II（ β -硫丹）	ND	0.483	0.384	0.423	0.478	0.347	0.383	0.416	0.450	92.4
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.449	0.357	0.432	0.445	0.316	0.422	0.404	0.450	89.8
异狄氏剂醛	ND	0.408	0.303	0.419	0.463	0.271	0.360	0.371	0.450	82.4
硫丹硫酸酯	ND	0.362	0.381	0.462	0.460	0.279	0.338	0.380	0.450	84.5
甲氧滴滴涕	ND	0.538	0.421	0.409	0.476	0.307	0.419	0.428	0.450	95.1

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.466	0.369	0.453	0.468	0.324	0.436	0.419	0.450	93.1
灭蚁灵	ND	0.491	0.388	0.403	0.404	0.341	0.452	0.413	0.450	91.8

表 154 空白加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	100
α-六六六	ND	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	90.0
γ-六六六	ND	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	90.0
β-六六六	ND	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	100
七氯	ND	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.009	0.010	90.0
δ-六六六	ND	0.006	0.008	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.010	70.0
艾氏剂	ND	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.010	0.009	0.010	90.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.009	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.009	0.010	90.0
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.008	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	80.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.008	0.009	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.010	80.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.009	0.009	0.010	0.008	0.008	0.008	0.009	0.010	90.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.008	0.010	80.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.010	60.0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.007	0.007	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.010	70.0
狄氏剂	ND	0.007	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.010	70.0
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.010	60.0
异狄氏剂	ND	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	100
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	0.006	0.006	0.010	60.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.010	80.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.010	90.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.008	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	80.0
异狄氏剂醛	ND	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.010	60.0
硫丹硫酸酯	ND	0.007	0.007	0.008	0.008	0.006	0.007	0.007	0.010	70.0
甲氧滴滴涕	ND	0.010	0.009	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	90.0
异狄氏剂酮	ND	0.007	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.007	0.010	70.0
灭蚁灵	ND	0.008	0.007	0.007	0.008	0.008	0.009	0.008	0.010	80.0

表 155 空白加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司
测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.052	0.051	0.050	0.052	0.056	0.049	0.052	0.050	104
α -六六六	ND	0.049	0.050	0.049	0.053	0.055	0.050	0.051	0.050	102
γ -六六六	ND	0.054	0.051	0.050	0.048	0.051	0.049	0.051	0.050	102
β -六六六	ND	0.053	0.049	0.047	0.049	0.046	0.048	0.049	0.050	98.0
七氯	ND	0.049	0.048	0.049	0.048	0.049	0.050	0.049	0.050	98.0
δ -六六六	ND	0.048	0.049	0.043	0.048	0.046	0.045	0.047	0.050	94.0
艾氏剂	ND	0.051	0.047	0.046	0.048	0.049	0.043	0.047	0.050	94.0
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.048	0.050	0.048	0.050	0.049	0.047	0.049	0.050	98.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.042	0.045	0.045	0.043	0.047	0.042	0.044	0.050	88.0
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.048	0.048	0.049	0.052	0.053	0.046	0.049	0.050	98.0
o,p' -滴滴伊	ND	0.048	0.046	0.044	0.047	0.042	0.046	0.046	0.050	92.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.046	0.046	0.051	0.051	0.048	0.044	0.048	0.050	96.0
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.047	0.050	0.049	0.049	0.050	0.043	0.048	0.050	96.0
p,p' -滴滴伊	ND	0.044	0.045	0.043	0.044	0.050	0.040	0.044	0.050	88.0
狄氏剂	ND	0.049	0.048	0.047	0.054	0.052	0.047	0.050	0.050	100
o,p' -滴滴滴	ND	0.038	0.036	0.041	0.045	0.043	0.047	0.042	0.050	84.0
异狄氏剂	ND	0.051	0.054	0.051	0.052	0.052	0.049	0.051	0.050	102
o,p' -滴滴涕	ND	0.051	0.048	0.048	0.053	0.047	0.049	0.049	0.050	98.0
p,p' -滴滴滴	ND	0.044	0.045	0.046	0.043	0.041	0.044	0.044	0.050	88.0
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.043	0.045	0.048	0.042	0.044	0.042	0.044	0.050	88.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.052	0.050	0.049	0.054	0.050	0.054	0.051	0.050	102
异狄氏剂醛	ND	0.041	0.041	0.048	0.046	0.047	0.046	0.045	0.050	90.0
硫丹硫酸酯	ND	0.043	0.045	0.046	0.045	0.042	0.043	0.044	0.050	88.0
甲氧滴滴涕	ND	0.038	0.036	0.046	0.046	0.050	0.044	0.043	0.050	86.0
异狄氏剂酮	ND	0.039	0.042	0.047	0.046	0.047	0.042	0.044	0.050	88.0
灭蚁灵	ND	0.044	0.045	0.051	0.051	0.046	0.046	0.047	0.050	94.0

表 156 空白加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.221	0.200	0.207	0.190	0.203	0.192	0.202	0.200	101
<i>α</i> -六六六	ND	0.209	0.173	0.206	0.180	0.177	0.174	0.186	0.200	93.0
<i>γ</i> -六六六	ND	0.204	0.190	0.185	0.184	0.186	0.179	0.188	0.200	94.0
<i>β</i> -六六六	ND	0.200	0.193	0.203	0.185	0.180	0.200	0.194	0.200	97.0
七氯	ND	0.187	0.190	0.194	0.181	0.193	0.191	0.189	0.200	94.5
<i>δ</i> -六六六	ND	0.180	0.182	0.190	0.178	0.175	0.183	0.181	0.200	90.5
艾氏剂	ND	0.202	0.182	0.197	0.202	0.187	0.207	0.196	0.200	98.0

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.207	0.198	0.205	0.206	0.201	0.215	0.205	0.200	103
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.196	0.182	0.194	0.201	0.199	0.193	0.194	0.200	97.0
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.199	0.215	0.202	0.202	0.192	0.205	0.203	0.200	102
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.203	0.188	0.197	0.201	0.191	0.185	0.194	0.200	97.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.209	0.189	0.197	0.198	0.191	0.215	0.200	0.200	100
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.201	0.192	0.197	0.185	0.187	0.204	0.194	0.200	97.0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.205	0.210	0.184	0.184	0.183	0.197	0.194	0.200	97.0
狄氏剂	ND	0.189	0.188	0.201	0.204	0.195	0.203	0.197	0.200	98.5
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.191	0.184	0.196	0.193	0.181	0.178	0.187	0.200	93.5
异狄氏剂	ND	0.197	0.203	0.179	0.173	0.179	0.201	0.189	0.200	94.5
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.181	0.188	0.202	0.177	0.175	0.201	0.187	0.200	93.5
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.195	0.193	0.196	0.182	0.175	0.192	0.189	0.200	94.5
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.202	0.199	0.206	0.199	0.194	0.190	0.198	0.200	99.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.181	0.200	0.178	0.178	0.190	0.196	0.187	0.200	93.5
异狄氏剂醛	ND	0.203	0.204	0.210	0.223	0.204	0.196	0.207	0.200	104
硫丹硫酸酯	ND	0.185	0.179	0.181	0.182	0.175	0.186	0.181	0.200	90.5
甲氧滴滴涕	ND	0.197	0.190	0.200	0.201	0.217	0.218	0.204	0.200	102
异狄氏剂酮	ND	0.201	0.173	0.201	0.209	0.192	0.202	0.196	0.200	98.0
灭蚁灵	ND	0.208	0.188	0.207	0.204	0.198	0.207	0.202	0.200	101

表 157 地下水加标 0.010 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.012	0.010	0.008	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	100
α-六六六	ND	0.011	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	90.0
γ-六六六	ND	0.007	0.009	0.011	0.010	0.009	0.008	0.009	0.010	90.0
β-六六六	ND	0.009	0.011	0.009	0.010	0.010	0.007	0.009	0.010	90.0
七氯	ND	0.008	0.007	0.011	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	90.0
δ-六六六	ND	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.007	0.006	0.010	60.0
艾氏剂	ND	0.010	0.012	0.009	0.007	0.009	0.010	0.009	0.010	90.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.010	0.007	0.010	0.012	0.009	0.011	0.010	0.010	100
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.006	0.007	0.007	0.006	0.008	0.006	0.007	0.010	70.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.009	0.012	0.010	0.007	0.009	0.010	0.009	0.010	90.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.006	0.007	0.007	0.008	0.006	0.008	0.007	0.010	70.0
顺-氯丹（α-氯丹）	ND	0.010	0.007	0.012	0.009	0.009	0.011	0.010	0.010	100
硫丹 I（α-硫丹）	ND	0.006	0.006	0.006	0.007	0.007	0.007	0.006	0.010	60.0
p,p'-滴滴伊	ND	0.006	0.006	0.006	0.007	0.007	0.007	0.006	0.010	60.0
狄氏剂	ND	0.008	0.006	0.007	0.008	0.006	0.008	0.007	0.010	70.0
o,p'-滴滴滴	ND	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.006	0.010	60.0
异狄氏剂	ND	0.010	0.013	0.010	0.009	0.009	0.008	0.010	0.010	100

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.010	60.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.009	0.007	0.011	0.008	0.007	0.009	0.009	0.010	90.0
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.009	0.012	0.010	0.008	0.008	0.008	0.009	0.010	90.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.011	0.007	0.011	0.008	0.011	0.009	0.009	0.010	90.0
异狄氏剂醛	ND	0.006	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.010	60.0
硫丹硫酸酯	ND	0.006	0.008	0.007	0.006	0.006	0.007	0.007	0.010	70.0
甲氧滴滴涕	ND	0.009	0.011	0.010	0.008	0.009	0.007	0.009	0.010	90.0
异狄氏剂酮	ND	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	0.010	60.0
灭蚁灵	ND	0.006	0.008	0.006	0.007	0.007	0.006	0.007	0.010	70.0

表 158 地表水加标 0.050 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.048	0.058	0.051	0.049	0.055	0.052	0.052	0.050	104
α-六六六	ND	0.050	0.056	0.044	0.052	0.051	0.050	0.051	0.050	102
γ-六六六	ND	0.050	0.052	0.047	0.053	0.052	0.047	0.050	0.050	100
β-六六六	ND	0.054	0.056	0.051	0.043	0.052	0.043	0.050	0.050	100

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
七氯	ND	0.050	0.053	0.056	0.046	0.051	0.048	0.051	0.050	102
δ -六六六	ND	0.049	0.053	0.045	0.046	0.049	0.041	0.047	0.050	94.0
艾氏剂	ND	0.047	0.051	0.053	0.048	0.055	0.054	0.051	0.050	102
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.047	0.051	0.050	0.052	0.051	0.053	0.051	0.050	102
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.038	0.042	0.041	0.039	0.044	0.041	0.041	0.050	82.0
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.046	0.053	0.048	0.049	0.049	0.054	0.050	0.050	100
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.036	0.045	0.039	0.044	0.041	0.036	0.040	0.050	80.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.047	0.047	0.044	0.052	0.050	0.053	0.049	0.050	98.0
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.047	0.048	0.052	0.051	0.052	0.051	0.050	0.050	100
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.048	0.051	0.050	0.041	0.044	0.044	0.046	0.050	92.0
狄氏剂	ND	0.051	0.054	0.048	0.047	0.051	0.045	0.049	0.050	98.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.032	0.038	0.042	0.040	0.039	0.036	0.038	0.050	76.0
异狄氏剂	ND	0.055	0.053	0.046	0.044	0.048	0.046	0.049	0.050	98.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.047	0.043	0.044	0.050	0.052	0.053	0.048	0.050	96.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.048	0.045	0.045	0.043	0.049	0.048	0.046	0.050	92.0
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.041	0.053	0.049	0.048	0.045	0.043	0.047	0.050	94.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.052	0.053	0.052	0.052	0.055	0.052	0.053	0.050	106
异狄氏剂醛	ND	0.048	0.056	0.050	0.049	0.046	0.044	0.049	0.050	98.0
硫丹硫酸酯	ND	0.040	0.044	0.043	0.047	0.053	0.046	0.046	0.050	92.0
甲氧滴滴涕	ND	0.036	0.034	0.045	0.045	0.034	0.048	0.040	0.050	80.0

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
异狄氏剂酮	ND	0.048	0.048	0.052	0.050	0.047	0.049	0.049	0.050	98.0
灭蚁灵	ND	0.043	0.049	0.052	0.054	0.054	0.053	0.051	0.050	102

表 159 海水加标 0.200 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.147	0.184	0.222	0.202	0.218	0.206	0.197	0.200	98.5
α-六六六	ND	0.138	0.177	0.215	0.188	0.200	0.187	0.184	0.200	92.0
γ-六六六	ND	0.135	0.192	0.209	0.186	0.202	0.186	0.185	0.200	92.5
β-六六六	ND	0.159	0.197	0.230	0.192	0.209	0.202	0.198	0.200	99.0
七氯	ND	0.148	0.195	0.217	0.194	0.213	0.196	0.194	0.200	97.0
δ-六六六	ND	0.151	0.171	0.206	0.180	0.192	0.187	0.181	0.200	90.5
艾氏剂	ND	0.151	0.195	0.211	0.187	0.208	0.187	0.190	0.200	95.0
外环氧七氯（环氧七氯 B）	ND	0.175	0.177	0.215	0.200	0.214	0.201	0.197	0.200	98.5
内环氧七氯（环氧七氯 A）	ND	0.182	0.193	0.187	0.181	0.186	0.177	0.184	0.200	92.0
反-氯丹（γ-氯丹）	ND	0.177	0.190	0.210	0.201	0.211	0.196	0.198	0.200	99.0
o,p'-滴滴伊	ND	0.187	0.191	0.186	0.179	0.188	0.176	0.185	0.200	92.5

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	ND	0.180	0.177	0.208	0.187	0.208	0.194	0.192	0.200	96.0
硫丹 I (α-硫丹)	ND	0.179	0.201	0.214	0.198	0.205	0.193	0.198	0.200	99.0
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.191	0.200	0.209	0.192	0.212	0.187	0.198	0.200	99.0
狄氏剂	ND	0.176	0.198	0.208	0.185	0.205	0.179	0.192	0.200	96.0
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.176	0.184	0.177	0.162	0.182	0.173	0.176	0.200	88.0
异狄氏剂	ND	0.193	0.189	0.214	0.178	0.213	0.191	0.196	0.200	98.0
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.183	0.183	0.212	0.182	0.202	0.197	0.193	0.200	96.5
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.190	0.182	0.206	0.177	0.220	0.195	0.195	0.200	97.5
硫丹 II (β-硫丹)	ND	0.193	0.193	0.211	0.190	0.224	0.193	0.201	0.200	101
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.192	0.179	0.193	0.177	0.210	0.177	0.188	0.200	94.0
异狄氏剂醛	ND	0.208	0.197	0.219	0.194	0.230	0.205	0.209	0.200	105
硫丹硫酸酯	ND	0.195	0.188	0.204	0.190	0.182	0.210	0.195	0.200	97.5
甲氧滴滴涕	ND	0.188	0.186	0.179	0.182	0.205	0.188	0.188	0.200	94.0
异狄氏剂酮	ND	0.199	0.189	0.196	0.174	0.188	0.188	0.189	0.200	94.5
灭蚁灵	ND	0.204	0.208	0.209	0.186	0.210	0.198	0.203	0.200	102

表 160 生活污水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司
测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.471	0.495	0.436	0.455	0.443	0.322	0.437	0.450	97.1
α -六六六	ND	0.475	0.464	0.421	0.447	0.442	0.306	0.426	0.450	94.7
γ -六六六	ND	0.454	0.462	0.423	0.437	0.447	0.305	0.421	0.450	93.6
β -六六六	ND	0.453	0.478	0.414	0.444	0.444	0.323	0.426	0.450	94.7
七氯	ND	0.458	0.440	0.423	0.433	0.451	0.320	0.421	0.450	93.6
δ -六六六	ND	0.423	0.457	0.403	0.414	0.421	0.304	0.404	0.450	89.8
艾氏剂	ND	0.476	0.510	0.437	0.455	0.465	0.324	0.445	0.450	98.9
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.474	0.475	0.419	0.443	0.449	0.321	0.430	0.450	95.6
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.412	0.435	0.407	0.422	0.418	0.431	0.421	0.450	93.6
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.442	0.467	0.394	0.413	0.430	0.306	0.409	0.450	90.9
o,p' -滴滴伊	ND	0.427	0.413	0.432	0.409	0.418	0.436	0.423	0.450	94.0
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.444	0.450	0.407	0.425	0.426	0.305	0.410	0.450	91.1
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.444	0.415	0.407	0.423	0.430	0.308	0.405	0.450	90.0
p,p' -滴滴伊	ND	0.408	0.391	0.380	0.389	0.407	0.292	0.378	0.450	84.0
狄氏剂	ND	0.432	0.416	0.402	0.419	0.437	0.308	0.402	0.450	89.3
o,p' -滴滴滴	ND	0.394	0.402	0.411	0.430	0.404	0.417	0.410	0.450	91.1
异狄氏剂	ND	0.430	0.422	0.391	0.415	0.438	0.306	0.400	0.450	88.9
o,p' -滴滴涕	ND	0.472	0.391	0.427	0.450	0.501	0.325	0.428	0.450	95.1
p,p' -滴滴滴	ND	0.442	0.368	0.388	0.418	0.426	0.302	0.391	0.450	86.9
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.430	0.479	0.399	0.414	0.428	0.315	0.411	0.450	91.3

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.467	0.447	0.428	0.454	0.495	0.334	0.438	0.450	97.3
异狄氏剂醛	ND	0.442	0.416	0.382	0.428	0.437	0.318	0.404	0.450	89.8
硫丹硫酸酯	ND	0.367	0.449	0.337	0.375	0.392	0.293	0.369	0.450	82.0
甲氧滴滴涕	ND	0.437	0.444	0.435	0.460	0.444	0.414	0.439	0.450	97.6
异狄氏剂酮	ND	0.436	0.438	0.351	0.405	0.415	0.314	0.393	0.450	87.3
灭蚁灵	ND	0.428	0.464	0.390	0.411	0.415	0.305	0.402	0.450	89.3

表 161 工业废水加标 0.450 μg/L 回收率

验证单位：浙江人欣检测研究院股份有限公司

测试日期：2024.9~2024.12

化合物	样品 (μg/L)	加标样品 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
六氯苯	ND	0.464	0.339	0.343	0.414	0.387	0.343	0.382	0.450	84.9
α -六六六	ND	0.438	0.316	0.323	0.417	0.376	0.316	0.364	0.450	80.9
γ -六六六	ND	0.437	0.327	0.325	0.427	0.377	0.315	0.368	0.450	81.8
β -六六六	ND	0.384	0.349	0.338	0.374	0.390	0.335	0.362	0.450	80.4
七氯	ND	0.387	0.360	0.333	0.401	0.392	0.339	0.369	0.450	82.0
δ -六六六	ND	0.413	0.338	0.316	0.380	0.372	0.311	0.355	0.450	78.9
艾氏剂	ND	0.411	0.384	0.347	0.436	0.417	0.335	0.388	0.450	86.2

化合物	样品 ($\mu\text{g/L}$)	加标样品 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	ND	0.437	0.395	0.329	0.404	0.400	0.327	0.382	0.450	84.9
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	ND	0.380	0.436	0.327	0.327	0.404	0.403	0.380	0.450	84.4
反-氯丹 (γ -氯丹)	ND	0.401	0.401	0.329	0.409	0.398	0.322	0.377	0.450	83.8
<i>o,p'</i> -滴滴伊	ND	0.372	0.417	0.404	0.403	0.412	0.410	0.403	0.450	89.6
顺-氯丹 (α -氯丹)	ND	0.401	0.403	0.327	0.404	0.412	0.326	0.379	0.450	84.2
硫丹 I (α -硫丹)	ND	0.383	0.405	0.327	0.403	0.410	0.322	0.375	0.450	83.3
<i>p,p'</i> -滴滴伊	ND	0.373	0.423	0.309	0.379	0.403	0.300	0.365	0.450	81.1
狄氏剂	ND	0.396	0.400	0.315	0.411	0.396	0.312	0.372	0.450	82.7
<i>o,p'</i> -滴滴滴	ND	0.311	0.335	0.412	0.410	0.326	0.322	0.353	0.450	78.4
异狄氏剂	ND	0.400	0.415	0.317	0.429	0.426	0.323	0.385	0.450	85.6
<i>o,p'</i> -滴滴涕	ND	0.377	0.416	0.345	0.387	0.387	0.354	0.378	0.450	84.0
<i>p,p'</i> -滴滴滴	ND	0.397	0.417	0.310	0.401	0.407	0.321	0.375	0.450	83.3
硫丹 II (β -硫丹)	ND	0.422	0.423	0.331	0.414	0.409	0.321	0.387	0.450	86.0
<i>p,p'</i> -滴滴涕	ND	0.432	0.406	0.348	0.403	0.398	0.361	0.391	0.450	86.9
异狄氏剂醛	ND	0.378	0.426	0.328	0.358	0.401	0.331	0.370	0.450	82.2
硫丹硫酸酯	ND	0.410	0.392	0.296	0.381	0.368	0.287	0.356	0.450	79.1
甲氧滴滴涕	ND	0.430	0.414	0.416	0.403	0.367	0.417	0.408	0.450	90.7
异狄氏剂酮	ND	0.452	0.433	0.319	0.410	0.401	0.316	0.389	0.450	86.4
灭蚁灵	ND	0.390	0.424	0.324	0.439	0.402	0.325	0.384	0.450	85.3

2 方法验证数据汇总

2.1 标准曲线汇总

7 家实验室按照方法验证方案测定目标物的标准曲线，见表 162。统计结果显示，7 家实验室标准曲线相关系数均 ≥ 0.995 。

表 162 标准曲线汇总表

化合物	1		2		3		4		5		6		7	
	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数
六氯苯	$y=392.2x+55.67$	0.9998	$y=643.85914x-5.1554$	0.9999	$y=1719.05655x+655.08887$	0.9998	$y=26008.8x+24138.1$	0.9998	$y=329.1x+151.3$	0.9998	$y=1.528789 \times 10^{-3}x-0.789042$	0.996	$y=21.950x+7.8916$	0.9996
α -六六六	$y=562.6x-259.1$	0.997	$y=658.42179x-202.25905$	0.9999	$y=2259.82892x-97.15971$	0.9999	$y=21743.9x+6129.81$	0.9998	$y=437.0x-149.1$	0.9996	$y=1.733897 \times 10^{-3}x-1.882195$	0.996	$Y=9.5293x-9.4119$	0.997
γ -六六六	$y=495.0x-185.8$	0.998	$y=558.71666x-49.32985$	0.9999	$y=1953.17555x+64.79603$	0.9999	$y=20320.6x+7524.34$	0.9998	$y=384.5x-70.4$	0.9997	$y=1.472772 \times 10^{-3}x-0.491614$	0.996	$Y=10.293x-8.6474$	0.998
β -六六六	$y=205.5x+11.49$	0.9998	$y=232.38645x+175.5355$	0.9996	$y=804.50053x+300.09113$	0.9998	$y=11705.6x+8067.06$	0.9998	$y=152.6x+83.5$	0.9997	$y=3.148792 \times 10^{-3}x-0.144008$	0.998	$Y=8.6384x-1.7266$	0.9994

化合物	1		2		3		4		5		6		7	
	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数
七氯	$y=400.0x-124.2$	0.997	$y=453.96955x+134.09025$	0.9999	$y=1547.52885x+525.76860$	0.9996	$y=18547.0x+17747.8$	0.9999	$y=219.5x-55.4$	0.9994	$y=1.975027 \times 10^{-3}x-0.759934$	0.9995	$y=11.457x-1.0729$	0.9993
δ -六六六	$y=496.6x-226.8$	0.997	$y=572.90011x-53.26684$	0.9999	$y=1981.57142x+12.66655$	0.9999	$y=19031.6x+7503.29$	0.9996	$y=390.6x-157.7$	0.9992	$y=1.609487 \times 10^{-3}x-0.717951$	0.9992	$y=10.162x-9.6950$	0.998
艾氏剂	$y=448.9x-144.4$	0.998	$y=556.34624x+115.58572$	0.9995	$y=1879.833319x+459.47074$	0.9999	$y=19909.0x+9730.21$	0.9999	$y=311.5x-15.9$	0.9998	$y=1.595207 \times 10^{-3}x+0.138920$	0.997	$y=11.686x-3.0812$	0.9992
外环氧七氯	$y=369.2x-69.83$	0.9991	$y=431.669x+120.80205$	0.9999	$y=1511.65287x+545.59452$	0.9997	$y=18733.4x+11755.1$	0.9998	$y=254.1x+42.3$	0.9998	$y=1.843830 \times 10^{-3}x-0.607392$	0.9993	$y=13.132x+2.7348$	0.9993
内环氧七氯	$y=448.8x-90.04$	0.9991	$y=485.95823x+112.58133$	0.9999	$y=1672.40156x+730.36767$	0.9996	$y=20602.6x+15981.2$	0.9998	$y=108.1x+29.0$	0.9995	$y=1.705268 \times 10^{-3}x-0.192460$	0.9992	$y=13.426x+5.1611$	0.9994
反-氯丹	$y=433.8x-111.3$	0.998	$y=557.19697x-60.6728$	0.9999	$y=1822.21077x+99.10385$	0.9999	$y=19711.0x+18307.8$	0.9999	$y=278.3x+24.6$	0.9998	$y=1.748544 \times 10^{-3}x+0.404877$	0.9999	$y=14.434x+1.3062$	0.9996

化合物	1		2		3		4		5		6		7	
	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数
(γ- 氯丹)														
o,p'- 滴滴伊	$y = 269.4x - 32.26$	0.9996	$y = 356.30763x + 88.36902$	0.9999	$y = 1015.40104x + 127.36184$	0.9999	$y = 14443.6x + 9077.44$	0.9997	$y = 61.1x + 36.8$	0.998	$y = 2.920933 \times 10^{-3}x - 1.116784$	0.998	$y = 14.154x - 2.1217$	0.998
顺- 氯丹 (α- 氯丹)	$y = 411.2x - 81.21$	0.998	$y = 530.5524x + 16.51604$	0.9999	$y = 1740.06208x - 77.84696$	0.9999	$y = 19645.7x + 17906.0$	0.9999	$y = 258.1x + 56.6$	0.9999	$y = 2.058905 \times 10^{-3}x - 1.238303$	0.998	$y = 14.3297x + 2.0955$	0.9994
硫丹 I (α-	$y = 377.8x - 63.59$	0.9992	$y = 462.65031x + 113.40291$	0.9999	$y = 1529.80710x + 437.83902$	0.9998	$y = 18268.8x + 15942.9$	0.9999	$y = 240.8x + 57.1$	0.9998	$y = 1.783598 \times 10^{-3}x - 0.057799$	0.998	$y = 12.715x - 0.4900$	0.9993

化合物	1		2		3		4		5		6		7	
	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数
硫丹)														
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$y = 411.1x - 160.0$	0.997	$y = 562.56248x - 166.4779$	0.9999	$y = 1761.01526x + 339.38743$	0.9999	$y = 17291.4x + 8648.75$	0.9996	$y = 238.0x - 17.8$	0.9998	$y = 1.663749 \times 10^{-3}x + 0.653295$	0.996	$y = 14.258x + 1.9329$	0.9991
狄氏剂	$y = 387.3x - 145.0$	0.998	$y = 425.53982x + 168.40697$	0.9998	$y = 1650.00649x + 461.29639$	0.9998	$y = 18342.6x + 12757.7$	0.9998	$y = 241.4x + 9.5$	0.9998	$y = 1.737311 \times 10^{-3}x + 0.285881$	0.997	$y = 11.268x - 4.6156$	0.998
<i>o,p'</i> -滴滴滴	$y = 230.5x - 11.90$	0.9998	$y = 236.61422x + 222.79753$	0.9994	$y = 892.79273x + 458.02938$	0.9997	$y = 12343.4x + 8206.69$	0.9998	$y = 60.1x + 35.9$	0.998	$y = 3.004863 \times 10^{-3}x + 0.899681$	0.996	$y = 8.4180x - 1.5411$	0.9995
异狄氏剂	$y = 285.3x - 96.34$	0.996	$y = 387.43083x + 239.83516$	0.9997	$y = 1271.99916x + 707.45483$	0.9989	$y = 6918.5x + 9017.74$	0.9998	$y = 150.5x + 5.0$	0.9998	$y = 2.158358 \times 10^{-3}x + 0.401415$	0.997	$y = 9.1426x - 1.7436$	0.999
<i>o,p'</i> -滴滴	$y = 255.5x - 62.17$	0.998	$y = 339.31113x + 175.9244$	0.9998	$y = 968.56144x + 428.94495$	0.9995	$y = 14547.8x + 10793.1$	0.9998	$y = 142.6x + 25.1$	0.9999	$y = 3.020327 \times 10^{-3}x + 0.238513$	0.998	$y = 6.0333x - 5.1988$	0.998

化合物	1		2		3		4		5		6		7	
	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数
滴滴涕														
p,p'-滴滴涕	$y = 319.8x - 113.5$	0.998	$y = 327.44097x + 232.55758$	0.9997	$y = 1253.35341x + 251.62818$	0.9998	$y = 14930.5x + 9620.02$	0.9998	$y = 167.6x + 15.8$	0.9999	$y = 2.616992 \times 10^{-3}x - 0.176388$	0.998	$y = 8.7252x + 0.8434$	0.9994
硫丹 II (β-硫丹)	$y = 393.7x - 97.88$	0.998	$y = 448.52747x + 207.0242$	0.9998	$y = 1465.77340x + 623.83895$	0.9996	$y = 18237.0x + 12472.4$	0.9998	$y = 208.3x + 42.6$	0.9997	$y = 2.007758 \times 10^{-3}x - 0.606245$	0.9995	$y = 12.857x + 11.736$	0.9994
p,p'-滴滴涕	$y = 326.5x - 136.7$	0.997	$y = 441.54456x + 64.95264$	0.9999	$y = 1267.87513x + 260.45239$	0.9997	$y = 16080.9x + 10859.3$	0.9998	$y = 181.8x - 61.1$	0.9995	$y = 2.358564 \times 10^{-3}x + 0.304879$	0.997	$y = 6.2693x - 9.9384$	0.996
异狄氏	$y = 254.3x - 1.205$	0.9999	$y = 279.84434x + 307.18791$	0.9995	$y = 1018.07337x + 503.84043$	0.9998	$y = 12835.9x + 10911.0$	0.9998	$y = 112.7x - 13.1$	0.996	$y = 2.468201 \times 10^{-3}x - 0.590774$	0.996	$y = 11.720x + 5.1604$	0.9997

化合物	1		2		3		4		5		6		7	
	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数	回归方程	相关系数
剂醛														
硫丹硫酸酯	$y = 320.0x - 9.997$	0.9996	$y = 402.0151x + 163.99641$	0.9999	$y = 1158.71612x + 552.28737$	0.9994	$y = 16690.5x + 13372.7$	0.9999	$y = 176.4x + 37.2$	0.9993	$y = 1.932025 \times 10^{-3}x + 0.821699$	0.996	$y = 27.165x + 8.4153$	0.995
甲氧滴滴涕	$y = 120.9x + 15.20$	0.9995	$y = 184.80218x + 244.61987$	0.9993	$y = 539.55424x + 647.29130$	0.9996	$y = 10744.0x + 6366.45$	0.9998	$y = 75.5x + 24.3$	0.9997	$y = 5.680108 \times 10^{-3}x - 0.322222$	0.9992	$y = 3.4297x + 6.3711$	0.997
异狄氏剂酮	$y = 351.6x - 23.41$	0.9998	$y = 360.43732x + 329.17936$	0.9995	$y = 1237.19175x + 826.46065$	0.9993	$y = 16656.3x + 10660.1$	0.9998	$y = 181.5x + 75.5$	0.9998	$y = 2.216105 \times 10^{-3}x - 1.336386$	0.997	$y = 14.420x - 1.5656$	0.9998
灭蚁灵	$y = 271.2x + 95.57$	0.9991	$y = 333.0279x + 304.51741$	0.9996	$y = 1079.72057x + 782.63994$	0.9995	$y = 18267.0x + 17340.6$	0.9998	$y = 140.7x + 161.6$	0.9991	$y = 3.063147 \times 10^{-3}x - 0.363255$	0.996	$y = 18.486x + 15.890$	0.9996

2.2 方法检出限、测定下限汇总

方法检出限和测定下限汇总见表163。

表 163 方法检出限、测定下限汇总表

目标化合物	7 家验证实验室检出限 (μg/L)							检出限 μg/L	测定下限 μg/L
	1	2	3	4	5	6	7		
六氯苯	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
α -六六六	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.008
γ -六六六	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
β -六六六	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
七氯	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
δ -六六六	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
艾氏剂	0.002	0.002	0.004	0.003	0.002	0.002	0.003	0.004	0.016
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	0.002	0.001	0.002	0.003	0.003	0.001	0.002	0.003	0.012
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	0.002	0.003	0.003	0.003	0.002	0.001	0.002	0.003	0.012
反-氯丹 (γ -氯丹)	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.012
o,p' -滴滴伊	0.003	0.002	0.004	0.002	0.002	0.002	0.002	0.004	0.016
顺-氯丹 (α -氯丹)	0.002	0.001	0.002	0.003	0.003	0.001	0.002	0.003	0.012
硫丹 I (α -硫丹)	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.001	0.002	0.003	0.012
p,p' -滴滴伊	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
狄氏剂	0.003	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.012
o,p' -滴滴滴	0.005	0.001	0.003	0.003	0.002	0.001	0.001	0.005	0.020
异狄氏剂	0.003	0.001	0.004	0.003	0.003	0.001	0.003	0.004	0.016
o,p' -滴滴涕	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.008
p,p' -滴滴滴	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008

目标化合物	7 家验证实验室检出限 (μg/L)							检出限 μg/L	测定下限 μg/L
	1	2	3	4	5	6	7		
硫丹 II (β-硫丹)	0.002	0.001	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.012
<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.008
异狄氏剂醛	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.002	0.003	0.012
硫丹硫酸酯	0.003	0.002	0.001	0.003	0.002	0.002	0.002	0.003	0.012
甲氧滴滴涕	0.003	0.002	0.006	0.003	0.002	0.002	0.002	0.006	0.024
异狄氏剂酮	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003	0.002	0.001	0.003	0.012
灭蚊灵	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.003	0.012

小结：7家验证实验室测定浓度与计算所得方法检出限的比值均在3~5之间，满足“分析物样品浓度在3~5倍计算所得方法检出限范围内”的要求。方法检出限取7家验证实验室仪器检出限和空白加标计算所得检出限的最大值，当取样体积100 mL时，有机氯农药检出限在0.002 μg/L~0.006 μg/L之间，测定下限在0.008 μg/L~0.024 μg/L之间。

2.3 方法精密度汇总

7 家实验室实验室空白、地表水、地下水、海水、生活污水、工业废水加标精密度汇总表见表 164~表 171。

表 164 空白加标 0.010 $\mu\text{g/L}$ 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	S' ($\mu\text{g/L}$)	RSD' (%)	重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
六氯苯	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.009	0.010	0.010	0.008	0.008	0.010	0.010	0.009	0.0010	11	0.002	0.003
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0004	0.0005	0.0003	0.0008	0.0004	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	4.4	5.1	3.3	9.3	5.1	15	8.0					
α -六六六	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.010	0.010	0.010	0.009	0.011	0.008	0.009	0.010	0.0010	10	0.002	0.003
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0005	0.0006	0.0001	0.0008	0.0008	0.0010	0.0004					
	RSD (%)	3.8	5.7	1.2	8.2	7.4	19	4.4					
γ -六六六	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.010	0.011	0.010	0.010	0.012	0.009	0.009	0.010	0.0010	10	0.002	0.004
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0005	0.0008	0.0001	0.0008	0.0010	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	4.2	7.3	0.7	7.7	8.2	13	8.9					
β -六六六	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.010	0.010	0.010	0.008	0.008	0.009	0.010	0.009	0.0009	9.6	0.003	0.004
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0005	0.0008	0.0004	0.0007	0.0006	0.0020	0.0004					
	RSD (%)	7.2	7.8	4.0	8.6	7.9	26	4.0					
七氯	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.012	0.010	0.010	0.009	0.011	0.009	0.009	0.010	0.0011	11	0.003	0.004
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0005	0.0005	0.0004	0.0008	0.0008	0.0020	0.0005					
	RSD (%)	4.8	4.8	4.1	9.1	7.4	20	5.6					
δ -六六六	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.007	0.010	0.0014	14	0.002	0.004
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0005	0.0008	0.0001	0.0008	0.0008	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	3.4	7.5	1.2	8.0	7.4	15	11					
艾氏剂	$\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)	0.008	0.006	0.010	0.008	0.010	0.011	0.009	0.009	0.0017	19	0.003	0.005
	S ($\mu\text{g/L}$)	0.0005	0.0004	0.0008	0.0007	0.0008	0.0020	0.0009					
	RSD (%)	6.9	6.8	7.9	8.2	8.2	16	10					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.009	0.010	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0007	7.9	0.002	0.003
	S (μg/L)	0.0005	0.0003	0.0003	0.0007	0.0008	0.0010	0.0004					
	RSD (%)	5.2	3.3	3.1	8.4	7.5	12	4.4					
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.009	0.008	0.010	0.0010	10	0.002	0.004
	S (μg/L)	0.0006	0.0003	0.0004	0.0008	0.0004	0.0020	0.0004					
	RSD (%)	5.3	3.5	3.6	8.0	3.7	19	5.0					
反-氯丹 (γ-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.008	0.010	0.009	0.010	0.010	0.008	0.009	0.0009	9.8	0.002	0.003
	S (μg/L)	0.0005	0.0003	0.0004	0.0007	0.0006	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	5.0	3.8	3.6	8.1	6.3	13	10					
<i>o,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.008	0.010	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0012	13	0.003	0.004
	S (μg/L)	0.0007	0.0003	0.0007	0.0007	0.0005	0.0020	0.0008					
	RSD (%)	6.5	4.1	6.5	8.1	5.5	20	8.9					
顺-氯丹 (α-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.009	0.010	0.009	0.011	0.009	0.008	0.009	0.0010	11	0.002	0.003
	S (μg/L)	0.0005	0.0002	0.0004	0.0007	0.0012	0.0010	0.0005					
	RSD (%)	5.2	2.8	3.5	8.3	11	13	6.3					
硫丹 I (α-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.010	0.010	0.008	0.009	0.010	0.006	0.009	0.0014	16	0.002	0.005
	S (μg/L)	0.0005	0.0002	0.0001	0.0007	0.0004	0.0020	0.0005					
	RSD (%)	6.1	2.1	1.1	9.0	4.5	23	8.3					
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.009	0.010	0.009	0.012	0.011	0.007	0.009	0.0016	18	0.002	0.005
	S (μg/L)	0.0005	0.0003	0.0001	0.0005	0.0008	0.0010	0.0004					
	RSD (%)	5.0	3.2	0.8	6.0	7.0	11	5.7					
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.007	0.010	0.0012	13	0.002	0.004
	S (μg/L)	0.0009	0.0003	0.0003	0.0008	0.0008	0.0010	0.0005					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
	RSD (%)	8.8	3.2	2.9	9.4	8.4	15	7.1					
<i>o,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.008	0.010	0.010	0.008	0.012	0.006	0.009	0.0021	22	0.002	0.006
	S (μg/L)	0.0010	0.0003	0.0003	0.0009	0.0005	0.0010	0.0005					
	RSD (%)	11	3.5	3.4	9.1	6.5	8.6	8.3					
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.012	0.009	0.009	0.009	0.012	0.010	0.010	0.010	0.0014	14	0.002	0.004
	S (μg/L)	0.0007	0.0003	0.0011	0.0006	0.0010	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	5.9	3.3	11	6.9	8.7	10	8.0					
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.009	0.010	0.009	0.011	0.011	0.006	0.009	0.0018	19	0.002	0.005
	S (μg/L)	0.0006	0.0003	0.0008	0.0006	0.0008	0.0010	0.0005					
	RSD (%)	6.0	3.3	7.6	6.4	6.8	5.0	8.3					
<i>p,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.008	0.010	0.0008	8.4	0.002	0.003
	S (μg/L)	0.0005	0.0003	0.0002	0.0006	0.0004	0.0010	0.0005					
	RSD (%)	4.9	3.0	2.4	5.8	4.1	14	6.3					
硫丹 II (β -硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.011	0.009	0.008	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0011	12	0.002	0.003
	S (μg/L)	0.0007	0.0003	0.0007	0.0005	0.0008	0.0010	0.0006					
	RSD (%)	6.7	3.1	6.7	6.4	10	13	6.7					
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.009	0.009	0.008	0.010	0.010	0.008	0.009	0.0012	13	0.002	0.004
	S (μg/L)	0.0005	0.0002	0.0010	0.0006	0.0006	0.0010	0.0006					
	RSD (%)	4.4	2.7	9.7	7.9	6.3	10	7.5					
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.010	0.010	0.008	0.010	0.009	0.006	0.009	0.0017	18	0.002	0.005
	S (μg/L)	0.0006	0.0009	0.0003	0.0006	0.0006	0.0010	0.0005					
	RSD (%)	5.9	8.5	3.0	7.9	6.3	12	6.8					
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.012	0.009	0.010	0.008	0.006	0.011	0.007	0.009	0.0022	24	0.002	0.006

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
	S (μg/L)	0.0007	0.0004	0.0003	0.0007	0.0004	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	5.8	4.3	3.3	9.1	6.8	5.0	11					
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.007	0.009	0.011	0.007	0.010	0.009	0.009	0.0015	16	0.003	0.005
	S (μg/L)	0.0008	0.0005	0.0013	0.0004	0.0004	0.0020	0.0008					
	RSD (%)	8.1	6.4	13	3.6	5.8	22	8.9					
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.010	0.010	0.008	0.006	0.010	0.007	0.009	0.0018	20	0.002	0.006
	S (μg/L)	0.0008	0.0003	0.0011	0.0005	0.0004	0.0010	0.0005					
	RSD (%)	7.3	3.2	11	5.9	6.8	10	7.1					
灭蚁灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.008	0.008	0.009	0.0008	9.4	0.002	0.003
	S (μg/L)	0.0007	0.0003	0.0002	0.0007	0.0005	0.0010	0.0008					
	RSD (%)	7.2	3.6	2.1	7.3	5.2	14	10					

表 165 空白加标 0.050 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.043	0.042	0.038	0.044	0.040	0.051	0.052	0.044	0.0053	12	0.012	0.018
	S (μg/L)	0.0008	0.0021	0.0050	0.0040	0.0026	0.0080	0.0024					
	RSD (%)	1.8	4.9	13	9.1	6.6	15	4.6					
α -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.039	0.040	0.039	0.040	0.046	0.052	0.051	0.044	0.0058	13	0.011	0.019
	S (μg/L)	0.0008	0.0011	0.0050	0.0032	0.0019	0.0080	0.0024					
	RSD (%)	2.0	2.7	13	8.1	4.1	15	4.7					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
γ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.041	0.040	0.040	0.041	0.049	0.054	0.051	0.045	0.0060	13	0.011	0.019
	S (μg/L)	0.0006	0.0010	0.0040	0.0034	0.0020	0.0080	0.0021					
	RSD (%)	1.5	2.6	11	8.2	4.0	15	4.1					
β -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.046	0.047	0.044	0.043	0.049	0.050	0.049	0.047	0.0027	5.7	0.008	0.011
	S (μg/L)	0.0010	0.0025	0.0030	0.0033	0.0023	0.0050	0.0024					
	RSD (%)	2.1	5.2	6.9	7.7	4.7	11	4.9					
七氯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.046	0.047	0.040	0.046	0.051	0.050	0.049	0.047	0.0040	7.8	0.011	0.014
	S (μg/L)	0.0010	0.0035	0.0050	0.0025	0.0050	0.0060	0.0008					
	RSD (%)	3.1	7.5	12	5.4	9.7	12	1.6					
δ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.041	0.043	0.045	0.040	0.046	0.051	0.047	0.045	0.0038	8.5	0.010	0.014
	S (μg/L)	0.0007	0.0013	0.0040	0.0032	0.0019	0.0070	0.0023					
	RSD (%)	1.8	3.1	8.3	8.1	4.1	13	4.9					
艾氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.035	0.046	0.038	0.038	0.040	0.052	0.047	0.042	0.0061	14	0.012	0.020
	S (μg/L)	0.0004	0.0012	0.0070	0.0024	0.0041	0.0070	0.0027					
	RSD (%)	1.0	2.7	18	6.3	10	14	5.7					
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.042	0.047	0.042	0.040	0.049	0.051	0.049	0.046	0.0043	9.4	0.009	0.015
	S (μg/L)	0.0010	0.0017	0.0030	0.0021	0.0023	0.0070	0.0012					
	RSD (%)	2.3	3.7	7.7	5.2	4.6	14	2.4					
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.050	0.048	0.044	0.041	0.049	0.052	0.044	0.047	0.0039	8.4	0.011	0.015
	S (μg/L)	0.0030	0.0033	0.0040	0.0016	0.0035	0.0070	0.0020					
	RSD (%)	5.3	6.9	8.9	3.9	7.2	13	4.5					
反-氯丹 (γ -氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.041	0.040	0.044	0.043	0.048	0.044	0.049	0.044	0.0034	7.6	0.009	0.012
	S (μg/L)	0.0006	0.0009	0.0030	0.0027	0.0029	0.0060	0.0027					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
	RSD (%)	1.5	2.3	7.3	6.2	6.1	13	5.5					
<i>o,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.053	0.047	0.045	0.039	0.047	0.048	0.046	0.046	0.0042	9.0	0.012	0.016
	S (μg/L)	0.0030	0.0045	0.0040	0.0028	0.0033	0.0080	0.0022					
	RSD (%)	5.7	9.6	8.4	7.4	7.0	17	4.8					
顺-氯丹 (α -氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.042	0.038	0.043	0.039	0.051	0.048	0.048	0.044	0.0049	11	0.011	0.017
	S (μg/L)	0.0004	0.0011	0.0030	0.0028	0.0021	0.0090	0.0029					
	RSD (%)	0.9	2.8	7.2	7.1	4.2	19	6.0					
硫丹 I (α -硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.042	0.044	0.043	0.040	0.048	0.050	0.048	0.045	0.0037	8.2	0.010	0.014
	S (μg/L)	0.0003	0.0028	0.0030	0.0028	0.0020	0.0070	0.0027					
	RSD (%)	0.8	6.4	6.3	7.1	4.1	14	5.6					
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.040	0.058	0.043	0.043	0.048	0.053	0.044	0.047	0.0063	13	0.010	0.020
	S (μg/L)	0.0003	0.0036	0.0020	0.0027	0.0034	0.0070	0.0033					
	RSD (%)	0.9	6.3	5.7	6.4	7.2	14	7.5					
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.044	0.054	0.044	0.041	0.048	0.049	0.050	0.047	0.0044	9.4	0.009	0.015
	S (μg/L)	0.0010	0.0018	0.0020	0.0015	0.0021	0.0070	0.0029					
	RSD (%)	3.2	3.4	5.1	3.8	4.5	14	5.8					
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.055	0.039	0.047	0.043	0.050	0.050	0.042	0.047	0.0055	12	0.011	0.018
	S (μg/L)	0.0030	0.0009	0.0030	0.0030	0.0044	0.0060	0.0042					
	RSD (%)	5.4	2.4	6.0	6.8	8.7	12	10					
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.059	0.044	0.041	0.044	0.053	0.053	0.051	0.049	0.0066	13	0.009	0.020
	S (μg/L)	0.0030	0.0008	0.0040	0.0030	0.0026	0.0060	0.0016					
	RSD (%)	4.9	1.8	8.6	6.7	4.9	11	3.1					
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.049	0.047	0.043	0.043	0.051	0.053	0.049	0.048	0.0038	8.0	0.011	0.014

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
	S (μg/L)	0.0006	0.0018	0.0040	0.0033	0.0040	0.0070	0.0023					
	RSD (%)	1.1	3.8	9.4	7.6	7.9	14	4.7					
p,p' -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.044	0.048	0.047	0.038	0.054	0.052	0.044	0.047	0.0054	12	0.011	0.018
	S (μg/L)	0.0020	0.0020	0.0030	0.0024	0.0034	0.0080	0.0017					
	RSD (%)	4.5	4.1	5.9	6.4	6.4	16	3.9					
硫丹 II (β -硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.049	0.051	0.047	0.040	0.047	0.050	0.044	0.047	0.0038	8.0	0.010	0.014
	S (μg/L)	0.0005	0.0010	0.0030	0.0025	0.0027	0.0080	0.0023					
	RSD (%)	1.0	2.0	6.1	6.2	5.7	15	5.2					
p,p' -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.048	0.047	0.049	0.041	0.048	0.051	0.051	0.048	0.0034	7.1	0.015	0.017
	S (μg/L)	0.0009	0.0017	0.0090	0.0030	0.0070	0.0080	0.0022					
	RSD (%)	1.9	3.7	18	7.3	15	15	4.3					
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.051	0.051	0.048	0.039	0.036	0.044	0.045	0.045	0.0058	13	0.012	0.020
	S (μg/L)	0.0010	0.0045	0.0070	0.0032	0.0034	0.0060	0.0031					
	RSD (%)	2.1	8.7	16	8.3	9.4	14	6.9					
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.055	0.043	0.050	0.040	0.049	0.051	0.044	0.047	0.0053	11	0.009	0.017
	S (μg/L)	0.0006	0.0014	0.0030	0.0033	0.0023	0.0070	0.0015					
	RSD (%)	1.0	3.2	6.1	8.3	4.8	14	3.4					
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.060	0.048	0.058	0.041	0.049	0.053	0.043	0.050	0.0072	14	0.013	0.024
	S (μg/L)	0.0006	0.0022	0.0080	0.0021	0.0034	0.0070	0.0053					
	RSD (%)	1.0	4.7	13	5.2	7.0	13	12					
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.050	0.048	0.058	0.041	0.049	0.049	0.044	0.048	0.0053	11	0.011	0.018
	S (μg/L)	0.0009	0.0021	0.0040	0.0023	0.0030	0.0080	0.0033					
	RSD (%)	1.8	4.3	6.6	5.6	6.1	17	7.5					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
灭蚊灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.050	0.049	0.054	0.049	0.053	0.051	0.047	0.050	0.0024	4.8	0.012	0.013
	S (μg/L)	0.0005	0.0013	0.0030	0.0025	0.0037	0.0090	0.0031					
	RSD (%)	1.0	2.6	5.8	5.2	7.0	17	6.6					

表 166 空白加标 0.200 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.181	0.165	0.168	0.169	0.177	0.221	0.202	0.183	0.0208	11	0.032	0.065
	S (μg/L)	0.0110	0.0080	0.0060	0.0111	0.0122	0.0170	0.0113					
	RSD (%)	5.9	4.9	3.8	6.6	6.9	8.0	5.6					
α -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.178	0.177	0.167	0.170	0.195	0.232	0.186	0.186	0.0222	12	0.038	0.071
	S (μg/L)	0.0080	0.0061	0.0070	0.0135	0.0124	0.0230	0.0165					
	RSD (%)	4.6	3.4	3.9	7.9	6.4	10	8.9					
γ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.182	0.181	0.165	0.166	0.195	0.220	0.188	0.185	0.0188	10	0.035	0.062
	S (μg/L)	0.0090	0.0061	0.0080	0.0121	0.0142	0.0220	0.0086					
	RSD (%)	4.7	3.4	4.6	7.3	7.3	10	4.6					
β -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.189	0.194	0.174	0.164	0.200	0.214	0.194	0.190	0.0165	8.7	0.030	0.054
	S (μg/L)	0.0080	0.0077	0.0070	0.0117	0.0122	0.0160	0.0093					
	RSD (%)	4.2	4.0	4.1	7.1	6.1	7.0	4.8					
七氯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.174	0.173	0.163	0.169	0.205	0.220	0.189	0.185	0.0210	11	0.028	0.064
	S (μg/L)	0.0110	0.0086	0.0080	0.0121	0.0109	0.0120	0.0048					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
	RSD (%)	6.0	5.0	5.2	7.2	5.3	5.0	2.5					
δ-六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.190	0.186	0.163	0.173	0.189	0.221	0.181	0.186	0.0181	9.7	0.031	0.058
	S (μg/L)	0.0090	0.0063	0.0090	0.0125	0.0129	0.0170	0.0051					
	RSD (%)	4.5	3.4	5.6	7.2	6.0	8.0	2.8					
艾氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.151	0.139	0.169	0.154	0.166	0.210	0.196	0.169	0.0255	15	0.031	0.077
	S (μg/L)	0.0080	0.0061	0.0070	0.0115	0.0147	0.0170	0.0097					
	RSD (%)	5.6	4.4	4.0	7.4	8.8	8.0	4.9					
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.198	0.192	0.171	0.162	0.194	0.223	0.205	0.192	0.0205	11	0.029	0.063
	S (μg/L)	0.0100	0.0055	0.0090	0.0108	0.0136	0.0150	0.0058					
	RSD (%)	5.0	2.9	5.5	6.7	7.0	7.0	2.8					
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.200	0.190	0.171	0.168	0.154	0.212	0.194	0.184	0.0204	11	0.026	0.062
	S (μg/L)	0.0100	0.0060	0.0070	0.0113	0.0106	0.0120	0.0067					
	RSD (%)	5.1	3.1	4.2	6.7	6.9	6.0	3.5					
反-氯丹 (γ-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.198	0.176	0.170	0.165	0.191	0.211	0.203	0.188	0.0176	9.4	0.027	0.055
	S (μg/L)	0.0100	0.0055	0.0080	0.0100	0.0139	0.0100	0.0076					
	RSD (%)	5.1	3.1	4.6	6.0	7.3	5.0	3.7					
o,p'-滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.203	0.202	0.171	0.170	0.148	0.212	0.194	0.186	0.0231	12	0.028	0.069
	S (μg/L)	0.0100	0.0061	0.0070	0.0118	0.0114	0.0130	0.0073					
	RSD (%)	4.9	3.0	4.3	6.9	7.7	6.0	3.8					
顺-氯丹 (α-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.201	0.179	0.167	0.166	0.191	0.209	0.200	0.188	0.0171	9.1	0.031	0.056
	S (μg/L)	0.0100	0.0058	0.0100	0.0081	0.0138	0.0160	0.0102					
	RSD (%)	5.1	3.2	6.1	4.8	7.2	8.0	5.1					
硫丹 I (α-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.205	0.195	0.170	0.164	0.193	0.197	0.194	0.188	0.0151	8.0	0.029	0.050

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
	S (μg/L)	0.0110	0.0054	0.0070	0.0094	0.0138	0.0150	0.0076					
	RSD (%)	5.1	2.8	4.4	5.7	7.1	8.0	3.9					
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.203	0.187	0.175	0.176	0.189	0.215	0.194	0.191	0.0143	7.5	0.033	0.050
	S (μg/L)	0.0110	0.0077	0.0080	0.0136	0.0151	0.0130	0.0119					
	RSD (%)	5.5	4.1	4.5	7.7	8.0	6.0	6.1					
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.214	0.210	0.174	0.165	0.191	0.211	0.197	0.195	0.0192	9.9	0.034	0.062
	S (μg/L)	0.0120	0.0088	0.0080	0.0099	0.0157	0.0180	0.0071					
	RSD (%)	5.5	4.2	4.5	6.0	8.2	8.0	3.6					
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.223	0.170	0.179	0.170	0.166	0.207	0.187	0.186	0.0215	12	0.024	0.064
	S (μg/L)	0.0080	0.0050	0.0070	0.0104	0.0121	0.0090	0.0072					
	RSD (%)	3.5	3.0	4.0	6.1	7.3	4.0	3.9					
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.248	0.216	0.168	0.179	0.220	0.219	0.189	0.206	0.0280	14	0.029	0.083
	S (μg/L)	0.0070	0.0068	0.0110	0.0114	0.0109	0.0110	0.0131					
	RSD (%)	2.8	3.2	6.5	6.4	5.0	5.0	6.9					
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.213	0.192	0.167	0.169	0.184	0.211	0.187	0.189	0.0182	9.6	0.036	0.060
	S (μg/L)	0.0110	0.0065	0.0100	0.0112	0.0144	0.0200	0.0118					
	RSD (%)	5.4	3.4	5.9	6.6	7.8	9.0	6.3					
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.208	0.198	0.177	0.153	0.180	0.216	0.189	0.189	0.0212	11	0.032	0.066
	S (μg/L)	0.0130	0.0076	0.0080	0.0081	0.0147	0.0170	0.0084					
	RSD (%)	6.2	3.9	4.3	5.3	8.2	8.0	4.4					
硫丹 II (β-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.220	0.197	0.174	0.163	0.195	0.218	0.198	0.195	0.0209	11	0.034	0.066
	S (μg/L)	0.0130	0.0070	0.0080	0.0111	0.0144	0.0190	0.0057					
	RSD (%)	5.9	3.6	4.3	6.8	7.4	9.0	2.9					

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)	重复性限 r (μg/L)	再现性限 R (μg/L)
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.216	0.192	0.170	0.169	0.177	0.209	0.187	0.189	0.0185	9.8	0.033	0.060
	S (μg/L)	0.0130	0.0066	0.0100	0.0103	0.0147	0.0160	0.0096					
	RSD (%)	6.1	3.4	5.8	6.1	8.3	8.0	5.1					
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.195	0.197	0.176	0.166	0.157	0.213	0.207	0.187	0.0212	11	0.036	0.068
	S (μg/L)	0.0130	0.0156	0.0090	0.0091	0.0172	0.0140	0.0092					
	RSD (%)	6.4	7.9	5.0	5.5	11	7.0	4.4					
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.237	0.205	0.172	0.153	0.199	0.213	0.181	0.194	0.0279	14	0.030	0.083
	S (μg/L)	0.0150	0.0098	0.0100	0.0079	0.0147	0.0080	0.0040					
	RSD (%)	6.4	4.8	5.7	5.1	7.4	4.0	2.2					
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.248	0.157	0.171	0.167	0.193	0.208	0.204	0.193	0.0312	16	0.035	0.093
	S (μg/L)	0.0170	0.0118	0.0080	0.0101	0.0152	0.0120	0.0113					
	RSD (%)	6.8	7.5	4.5	6.0	7.8	6.0	5.5					
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.218	0.189	0.177	0.172	0.191	0.211	0.196	0.193	0.0167	8.6	0.035	0.057
	S (μg/L)	0.0150	0.0072	0.0090	0.0116	0.0139	0.0160	0.0126					
	RSD (%)	7.0	3.8	5.1	6.7	7.3	7.0	6.4					
灭蚁灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.220	0.181	0.184	0.168	0.194	0.214	0.202	0.195	0.0187	9.6	0.038	0.062
	S (μg/L)	0.0130	0.0074	0.0080	0.0097	0.0158	0.0240	0.0078					
	RSD (%)	5.7	4.1	4.4	5.8	8.1	11	3.9					

表 167 地下水加标 0.010 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
-------	-----	---	---	---	---	---	---	---	------------------	-------------	----------

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.008	0.010	0.009	0.009	0.011	0.009	0.010	0.009	0.0008	9.0
	S (μg/L)	0.00024	0.00040	0.00083	0.00060	0.00160	0.00200	0.00140			
	RSD (%)	2.9	4.2	9.3	6.4	15	24	14			
α -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.010	0.010	0.009	0.008	0.009	0.009	0.009	0.0007	7.4
	S (μg/L)	0.00015	0.00040	0.00059	0.00063	0.00100	0.00200	0.00050			
	RSD (%)	1.5	4.4	5.9	7.1	12	23	8.6			
γ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.007	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.0011	12
	S (μg/L)	0.00018	0.00030	0.00043	0.00059	0.00160	0.00200	0.00140			
	RSD (%)	1.8	4.4	4.3	6.4	16	18	16			
β -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.0006	6.4
	S (μg/L)	0.00027	0.00020	0.00063	0.00078	0.00160	0.00200	0.00140			
	RSD (%)	3.0	2.4	6.3	8.2	16	20	16			
七氯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.012	0.010	0.011	0.009	0.009	0.009	0.010	0.0010	10
	S (μg/L)	0.00029	0.00040	0.00071	0.00046	0.00160	0.00100	0.00140			
	RSD (%)	2.7	3.2	7.1	4.2	18	14	16			
δ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.009	0.010	0.011	0.009	0.009	0.006	0.009	0.0016	18
	S (μg/L)	0.00024	0.00070	0.00045	0.00050	0.00150	0.00200	0.00090			
	RSD (%)	2.3	8.1	4.5	4.7	17	20	15			
艾氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.008	0.011	0.007	0.010	0.010	0.009	0.009	0.0014	15
	S (μg/L)	0.00015	0.00050	0.00137	0.00022	0.00130	0.00200	0.00160			
	RSD (%)	1.7	7.0	12	3.0	13	16	18			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.011	0.009	0.008	0.010	0.009	0.010	0.009	0.0009	9.7
	S (μg/L)	0.00028	0.00030	0.00088	0.00029	0.00170	0.00200	0.00170			
	RSD (%)	3.1	3.0	9.8	3.8	17	19	17			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.012	0.009	0.008	0.010	0.009	0.007	0.009	0.0015	17
	S (μg/L)	0.00028	0.00040	0.00054	0.00056	0.00110	0.00200	0.00080			
	RSD (%)	2.9	3.5	6.0	7.2	11	22	11			
反-氯丹 (γ-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.010	0.009	0.009	0.011	0.010	0.009	0.010	0.0008	7.8
	S (μg/L)	0.00023	0.00040	0.00074	0.00074	0.00160	0.00100	0.00160			
	RSD (%)	2.4	4.2	8.2	8.4	15	11	18			
<i>o,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.010	0.008	0.008	0.010	0.008	0.007	0.009	0.0011	13
	S (μg/L)	0.00028	0.00050	0.00081	0.00072	0.00210	0.00200	0.00090			
	RSD (%)	3.0	5.2	10	9.4	21	18	13			
顺-氯丹 (α-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.0005	5.0
	S (μg/L)	0.00030	0.00040	0.00096	0.00074	0.00120	0.00200	0.00180			
	RSD (%)	3.1	4.7	11	7.9	12	22	18			
硫丹 I (α-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.010	0.009	0.007	0.011	0.009	0.006	0.009	0.0018	20
	S (μg/L)	0.00037	0.00020	0.00069	0.00032	0.00200	0.00100	0.00040			
	RSD (%)	3.7	1.6	7.6	4.3	19	15	6.8			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.010	0.009	0.008	0.010	0.012	0.006	0.009	0.0019	20
	S (μg/L)	0.00028	0.00060	0.00042	0.00032	0.00180	0.00100	0.00050			
	RSD (%)	2.8	6.3	4.6	4.2	18	12	9.1			
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.009	0.010	0.009	0.009	0.011	0.007	0.009	0.0013	14
	S (μg/L)	0.00025	0.00030	0.00069	0.00083	0.00120	0.00100	0.00100			
	RSD (%)	2.4	3.1	6.9	9.2	14	13	14			
<i>o,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.011	0.008	0.011	0.010	0.013	0.006	0.010	0.0023	23
	S (μg/L)	0.00045	0.00030	0.00091	0.00087	0.00170	0.00100	0.00050			
	RSD (%)	4.6	2.8	11	8.1	17	4.2	8.6			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.012	0.012	0.008	0.009	0.011	0.011	0.010	0.010	0.0014	14
	S (μg/L)	0.00076	0.00040	0.00052	0.00073	0.00180	0.00100	0.00170			
	RSD (%)	6.4	3.4	6.5	7.8	16	11	17			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.012	0.009	0.010	0.008	0.010	0.006	0.009	0.0019	20
	S (μg/L)	0.00041	0.00020	0.00050	0.00085	0.00150	0.00100	0.00040			
	RSD (%)	4.1	1.5	5.6	8.2	18	6.0	6.8			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.012	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.0009	9.6
	S (μg/L)	0.00030	0.00050	0.00065	0.00076	0.00130	0.00200	0.00150			
	RSD (%)	3.1	4.5	6.5	8.7	15	16	17			
硫丹 II (β -硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.007	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.009	0.0011	12
	S (μg/L)	0.00049	0.00030	0.00061	0.00079	0.00180	0.00200	0.00160			
	RSD (%)	4.7	4.2	6.8	9.0	18	19	18			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.009	0.008	0.008	0.009	0.010	0.009	0.009	0.0012	13
	S (μg/L)	0.00039	0.00060	0.00076	0.00043	0.00200	0.00100	0.00180			
	RSD (%)	3.5	7.0	9.5	5.4	22	7.0	20			
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.012	0.008	0.008	0.008	0.008	0.010	0.006	0.009	0.0019	22
	S (μg/L)	0.00086	0.00080	0.00046	0.00042	0.00110	0.00100	0.00040			
	RSD (%)	7.3	11	5.8	5.5	14	14	6.8			
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.011	0.010	0.009	0.007	0.009	0.013	0.007	0.009	0.0021	23
	S (μg/L)	0.00060	0.00080	0.00058	0.00021	0.00170	0.00100	0.00080			
	RSD (%)	5.5	7.3	6.5	2.9	19	4.0	12			
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.012	0.009	0.010	0.007	0.009	0.009	0.009	0.0014	15
	S (μg/L)	0.00061	0.00080	0.00160	0.00069	0.00100	0.00100	0.00140			
	RSD (%)	6.5	6.6	17.8	6.8	15	16	16			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.010	0.012	0.010	0.008	0.009	0.009	0.006	0.009	0.0018	20
	S (μg/L)	0.00037	0.00030	0.00143	0.00064	0.00160	0.00200	0.00040			
	RSD (%)	3.8	2.8	14.3	8.2	18	17	6.8			
灭蚁灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.009	0.012	0.010	0.010	0.007	0.009	0.007	0.009	0.0017	19
	S (μg/L)	0.00071	0.00120	0.00092	0.00067	0.00140	0.00200	0.00080			
	RSD (%)	7.6	9.9	9.2	7.0	20	19	11			

表 168 地表水加标 0.050 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.046	0.050	0.042	0.044	0.041	0.050	0.052	0.046	0.0043	9.2
	S (μg/L)	0.0009	0.0016	0.0010	0.0024	0.0016	0.0070	0.0038			
	RSD (%)	2.0	3.3	2.7	5.3	4.0	15	7.3			
α -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.042	0.054	0.042	0.044	0.042	0.049	0.051	0.046	0.0051	11
	S (μg/L)	0.0008	0.0017	0.0010	0.0016	0.0019	0.0080	0.0039			
	RSD (%)	1.9	3.2	2.9	3.6	4.4	16	7.6			
γ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.044	0.053	0.042	0.047	0.043	0.048	0.050	0.047	0.0039	8.4
	S (μg/L)	0.0009	0.0015	0.0010	0.0017	0.0020	0.0030	0.0026			
	RSD (%)	2.1	2.8	2.8	3.7	4.6	6.0	5.2			
β -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.046	0.054	0.044	0.050	0.046	0.048	0.050	0.048	0.0032	6.6
	S (μg/L)	0.0008	0.0025	0.0010	0.0018	0.0024	0.0070	0.0056			
	RSD (%)	1.7	4.7	2.8	3.6	5.3	14	11			
七氯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.044	0.045	0.043	0.048	0.042	0.049	0.051	0.046	0.0034	7.3

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0011	0.0015	0.0020	0.0019	0.0023	0.0030	0.0036			
	RSD (%)	2.5	3.3	5.4	4.1	5.5	6.0	7.1			
δ-六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.052	0.052	0.043	0.049	0.040	0.047	0.047	0.047	0.0045	9.4
	S (μg/L)	0.0014	0.0016	0.0010	0.0011	0.0021	0.0090	0.0041			
	RSD (%)	2.7	3.1	3.1	2.3	5.3	18	8.7			
艾氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.043	0.032	0.042	0.038	0.038	0.044	0.051	0.041	0.0059	14
	S (μg/L)	0.0014	0.0019	0.0010	0.0016	0.0012	0.0070	0.0033			
	RSD (%)	3.3	5.8	2.9	4.3	3.1	15	6.5			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.047	0.049	0.045	0.045	0.045	0.043	0.051	0.047	0.0028	6.0
	S (μg/L)	0.0014	0.0014	0.0010	0.0013	0.0019	0.0080	0.0021			
	RSD (%)	2.9	2.8	2.3	3.0	4.3	18	4.1			
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.048	0.050	0.046	0.046	0.043	0.042	0.041	0.045	0.0034	7.4
	S (μg/L)	0.0014	0.0015	0.0030	0.0029	0.0021	0.0100	0.0021			
	RSD (%)	3.0	3.0	6.2	6.3	5.0	24	5.1			
反-氯丹 (γ-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.047	0.042	0.044	0.045	0.041	0.045	0.050	0.045	0.0031	6.8
	S (μg/L)	0.0015	0.0013	0.0010	0.0017	0.0013	0.0070	0.0031			
	RSD (%)	3.1	3.2	2.4	3.9	3.1	15	6.2			
o,p'-滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.049	0.049	0.046	0.043	0.033	0.045	0.040	0.044	0.0057	13
	S (μg/L)	0.0016	0.0014	0.0030	0.0024	0.0013	0.0070	0.0039			
	RSD (%)	3.3	2.8	6.7	5.6	4.0	16	9.8			
顺-氯丹 (α-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.048	0.045	0.044	0.046	0.048	0.046	0.049	0.047	0.0018	3.9
	S (μg/L)	0.0014	0.0024	0.0010	0.0013	0.0015	0.0090	0.0034			
	RSD (%)	2.9	5.3	2.2	2.7	3.1	20	6.9			
硫丹 I (α-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.049	0.048	0.043	0.045	0.040	0.046	0.050	0.046	0.0036	7.8

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0016	0.0011	0.0010	0.0021	0.0020	0.0080	0.0021			
	RSD (%)	3.2	2.3	2.0	4.8	4.9	18	4.2			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.048	0.051	0.044	0.045	0.038	0.047	0.046	0.046	0.0042	9.1
	S (μg/L)	0.0020	0.0023	0.0010	0.0015	0.0019	0.0040	0.0039			
	RSD (%)	4.1	4.5	2.2	3.3	5.1	8.0	8.5			
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.050	0.053	0.044	0.045	0.042	0.044	0.049	0.047	0.0039	8.4
	S (μg/L)	0.0021	0.0009	0.0010	0.0015	0.0021	0.0090	0.0033			
	RSD (%)	4.1	1.8	2.0	3.4	5.0	20	6.7			
<i>o,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.062	0.038	0.048	0.050	0.047	0.048	0.038	0.047	0.0083	18
	S (μg/L)	0.0013	0.0013	0.0030	0.0025	0.0021	0.0030	0.0035			
	RSD (%)	2.1	3.3	5.4	4.9	4.5	7.0	9.2			
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.063	0.050	0.047	0.048	0.050	0.045	0.049	0.050	0.0060	12
	S (μg/L)	0.0019	0.0015	0.0070	0.0044	0.0026	0.0080	0.0044			
	RSD (%)	3.1	3.1	14	9.1	5.2	17	9.0			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.055	0.047	0.047	0.050	0.038	0.047	0.048	0.047	0.0051	11
	S (μg/L)	0.0022	0.0012	0.0030	0.0017	0.0021	0.0040	0.0042			
	RSD (%)	4.0	2.6	7.5	3.4	5.3	8.0	8.8			
<i>p,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.049	0.047	0.046	0.042	0.044	0.048	0.046	0.046	0.0024	5.2
	S (μg/L)	0.0019	0.0014	0.0010	0.0015	0.0026	0.0030	0.0023			
	RSD (%)	3.9	3.1	2.5	3.5	5.9	6.0	5.0			
硫丹 II (β-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.055	0.051	0.045	0.046	0.042	0.043	0.047	0.047	0.0047	10
	S (μg/L)	0.0021	0.0012	0.0010	0.0014	0.0021	0.0070	0.0044			
	RSD (%)	3.8	2.3	2.9	3.0	4.9	17	9.4			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.042	0.049	0.047	0.049	0.032	0.044	0.053	0.045	0.0068	15

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0016	0.0032	0.0060	0.0022	0.0013	0.0060	0.0012			
	RSD (%)	3.7	6.4	12	4.5	4.0	14	2.3			
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.049	0.045	0.046	0.047	0.033	0.045	0.049	0.045	0.0055	12
	S (μg/L)	0.0031	0.0040	0.0030	0.0028	0.0019	0.0040	0.0041			
	RSD (%)	6.3	8.9	7.1	5.9	5.6	9.0	8.4			
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.048	0.043	0.048	0.044	0.039	0.046	0.046	0.045	0.0033	7.3
	S (μg/L)	0.0019	0.0015	0.0020	0.0012	0.0017	0.0060	0.0044			
	RSD (%)	3.9	3.6	3.5	2.8	4.3	12	9.6			
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.055	0.046	0.057	0.048	0.038	0.047	0.040	0.047	0.0070	15
	S (μg/L)	0.0022	0.0013	0.0060	0.0014	0.0022	0.0050	0.0063			
	RSD (%)	4.0	2.8	11	3.0	5.7	12	16			
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.045	0.047	0.052	0.047	0.038	0.044	0.049	0.046	0.0044	9.6
	S (μg/L)	0.0014	0.0009	0.0070	0.0025	0.0022	0.0040	0.0018			
	RSD (%)	3.1	1.8	13	5.2	5.7	10	3.7			
灭蚊灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.048	0.044	0.049	0.049	0.032	0.045	0.051	0.045	0.0064	14
	S (μg/L)	0.0015	0.0015	0.0050	0.0020	0.0012	0.0040	0.0043			
	RSD (%)	3.2	3.4	11	4.1	3.8	9.0	8.4			

表 169 海水加标 0.200 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.186	0.182	0.181	0.169	0.150	0.193	0.197	0.180	0.0159	8.9
	S (μg/L)	0.0130	0.0048	0.0070	0.0137	0.0072	0.0150	0.0277			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	RSD (%)	6.9	2.6	3.6	8.1	4.8	8.0	14			
α -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.182	0.191	0.185	0.172	0.139	0.221	0.184	0.182	0.0244	13
	S (μg/L)	0.0140	0.0049	0.0070	0.0156	0.0042	0.0260	0.0261			
	RSD (%)	7.5	2.5	3.9	9.1	3.0	12	14			
γ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.187	0.194	0.178	0.171	0.143	0.198	0.185	0.179	0.0185	10
	S (μg/L)	0.0130	0.0050	0.0070	0.0156	0.0040	0.0210	0.0261			
	RSD (%)	7.1	2.6	3.9	9.1	2.8	11	14			
β -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.192	0.204	0.183	0.179	0.156	0.193	0.198	0.186	0.0158	8.5
	S (μg/L)	0.0120	0.0049	0.0060	0.0089	0.0041	0.0160	0.0233			
	RSD (%)	6.1	2.4	3.1	5.0	2.6	8.0	12			
七氯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.184	0.181	0.183	0.171	0.162	0.215	0.194	0.184	0.0169	9.2
	S (μg/L)	0.0120	0.0050	0.0070	0.0132	0.0069	0.0160	0.0245			
	RSD (%)	6.8	2.7	4.0	7.7	4.2	7.0	13			
δ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.193	0.195	0.172	0.184	0.136	0.212	0.181	0.182	0.0239	13
	S (μg/L)	0.0120	0.0056	0.0050	0.0165	0.0037	0.0130	0.0189			
	RSD (%)	6.3	2.9	2.7	8.9	2.7	6.0	10			
艾氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.181	0.129	0.159	0.152	0.136	0.207	0.190	0.165	0.0288	18
	S (μg/L)	0.0120	0.0054	0.0050	0.0084	0.0037	0.0140	0.0216			
	RSD (%)	6.8	4.2	3.3	5.5	2.7	7.0	11			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.201	0.199	0.182	0.169	0.148	0.202	0.197	0.185	0.0205	11
	S (μg/L)	0.0130	0.0052	0.0050	0.0130	0.0046	0.0140	0.0174			
	RSD (%)	6.4	2.6	2.9	7.7	3.1	7.0	8.8			
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.203	0.197	0.187	0.175	0.140	0.201	0.184	0.184	0.0218	12
	S (μg/L)	0.0120	0.0051	0.0070	0.0134	0.0045	0.0150	0.0056			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	RSD (%)	6.1	2.6	3.5	7.7	3.2	7.0	3.0			
反-氯丹 (γ-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.197	0.188	0.185	0.172	0.142	0.146	0.198	0.175	0.0232	13
	S (μg/L)	0.0120	0.0051	0.0060	0.0118	0.0049	0.0070	0.0129			
	RSD (%)	6.3	2.7	3.4	6.8	3.5	5.0	6.5			
<i>o,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.201	0.198	0.184	0.174	0.148	0.197	0.185	0.184	0.0185	10
	S (μg/L)	0.0120	0.0049	0.0060	0.0140	0.0073	0.0160	0.0058			
	RSD (%)	6.2	2.5	3.3	8.0	5.0	8.0	3.1			
顺-氯丹 (α-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.205	0.192	0.171	0.180	0.145	0.199	0.192	0.183	0.0204	11
	S (μg/L)	0.0130	0.0053	0.0060	0.0068	0.0052	0.0140	0.0135			
	RSD (%)	6.6	2.8	3.5	3.8	3.6	7.0	7.0			
硫丹 I (α-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.208	0.194	0.185	0.174	0.143	0.196	0.198	0.185	0.0215	12
	S (μg/L)	0.0130	0.0052	0.0060	0.0102	0.0051	0.0140	0.0118			
	RSD (%)	6.1	2.7	3.1	5.9	3.6	7.0	6.0			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.207	0.186	0.187	0.183	0.137	0.164	0.198	0.180	0.0233	13
	S (μg/L)	0.0130	0.0052	0.0050	0.0160	0.0064	0.0120	0.0103			
	RSD (%)	6.5	2.8	2.6	8.7	4.7	7.0	5.2			
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.217	0.203	0.189	0.175	0.141	0.200	0.192	0.188	0.0245	13
	S (μg/L)	0.0120	0.0052	0.0060	0.0116	0.0061	0.0150	0.0137			
	RSD (%)	5.4	2.5	3.0	6.6	4.3	7.0	7.1			
<i>o,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.223	0.187	0.189	0.187	0.145	0.197	0.176	0.186	0.0234	13
	S (μg/L)	0.0120	0.0050	0.0050	0.0142	0.0074	0.0150	0.0078			
	RSD (%)	5.3	2.7	2.5	7.6	5.1	7.0	4.4			
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.198	0.207	0.218	0.189	0.157	0.204	0.196	0.196	0.0193	9.9
	S (μg/L)	0.0130	0.0054	0.0100	0.0129	0.0092	0.0100	0.0143			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	RSD (%)	6.7	2.6	4.4	6.8	5.9	5.0	7.3			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.223	0.195	0.187	0.177	0.138	0.196	0.193	0.187	0.0257	14
	S (μg/L)	0.0140	0.0055	0.0050	0.0133	0.0084	0.0160	0.0125			
	RSD (%)	6.3	2.8	2.9	7.5	6.1	8.0	6.5			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.220	0.197	0.185	0.162	0.142	0.198	0.195	0.186	0.0258	14
	S (μg/L)	0.0120	0.0057	0.0050	0.0079	0.0080	0.0150	0.0159			
	RSD (%)	5.4	2.9	2.9	4.9	5.6	8.0	8.2			
硫丹 II (β-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.230	0.197	0.196	0.174	0.159	0.205	0.201	0.195	0.0227	12
	S (μg/L)	0.0110	0.0069	0.0060	0.0127	0.0098	0.0130	0.0137			
	RSD (%)	5.0	3.5	2.9	7.3	6.1	7.0	6.8			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.230	0.195	0.190	0.177	0.155	0.197	0.188	0.190	0.0226	12
	S (μg/L)	0.0140	0.0055	0.0050	0.0138	0.0175	0.0150	0.0130			
	RSD (%)	6.2	2.8	2.7	7.8	11	8.0	6.9			
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.226	0.175	0.184	0.174	0.150	0.165	0.209	0.183	0.0261	14
	S (μg/L)	0.0120	0.0110	0.0040	0.0121	0.0234	0.0140	0.0136			
	RSD (%)	5.4	6.3	2.3	6.9	16	8.0	6.5			
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.249	0.197	0.195	0.161	0.148	0.175	0.195	0.189	0.0326	17
	S (μg/L)	0.0140	0.0097	0.0050	0.0107	0.0083	0.0180	0.0105			
	RSD (%)	5.4	4.9	2.8	6.7	5.6	11	5.4			
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.185	0.161	0.192	0.177	0.152	0.197	0.188	0.179	0.0166	9.3
	S (μg/L)	0.0100	0.0053	0.0140	0.0130	0.0097	0.0140	0.0091			
	RSD (%)	5.2	3.3	7.5	7.3	6.4	7.0	4.8			
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.237	0.198	0.187	0.182	0.147	0.196	0.189	0.191	0.0265	14
	S (μg/L)	0.0150	0.0056	0.0070	0.0137	0.0088	0.0170	0.0087			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	RSD (%)	6.2	2.8	3.9	7.5	6.0	9.0	4.6			
灭蚊灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.233	0.190	0.189	0.171	0.150	0.206	0.203	0.192	0.0265	14
	S (μg/L)	0.0150	0.0044	0.0060	0.0091	0.0101	0.0060	0.0092			
	RSD (%)	6.5	2.3	3.1	5.3	6.7	3.0	4.5			

表 170 生活污水加标 0.450 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.349	0.475	0.400	0.331	0.2996	0.429	0.437	0.389	0.064	16
	S (μg/L)	0.0190	0.0213	0.0080	0.0121	0.0277	0.0290	0.0602			
	RSD (%)	5.3	4.5	2.1	3.7	9.3	7.0	14			
α -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.363	0.526	0.399	0.351	0.352	0.402	0.426	0.403	0.061	15
	S (μg/L)	0.0170	0.0231	0.0070	0.0194	0.0220	0.0420	0.0616			
	RSD (%)	4.8	4.4	1.9	5.5	6.2	11	15			
γ -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.365	0.526	0.399	0.340	0.338	0.415	0.421	0.401	0.065	16
	S (μg/L)	0.0150	0.0224	0.0080	0.0172	0.0208	0.0280	0.0586			
	RSD (%)	4.1	4.3	2.1	5.0	6.2	7.0	14			
β -六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.361	0.499	0.399	0.367	0.336	0.401	0.426	0.398	0.054	13
	S (μg/L)	0.0150	0.0211	0.0080	0.0178	0.0218	0.0560	0.0545			
	RSD (%)	4.2	4.2	1.9	4.8	6.5	14	13			
七氯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.361	0.500	0.399	0.334	0.424	0.393	0.421	0.405	0.053	13
	S (μg/L)	0.0210	0.0205	0.0120	0.0133	0.0089	0.0230	0.0509			
	RSD (%)	5.9	4.1	2.9	4.0	2.1	6.0	12			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
δ-六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.374	0.512	0.403	0.374	0.336	0.444	0.404	0.407	0.057	14
	S (μg/L)	0.0150	0.0216	0.0100	0.0237	0.0214	0.0320	0.0521			
	RSD (%)	3.9	4.2	2.6	6.3	6.4	7.0	13			
艾氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.356	0.493	0.397	0.333	0.310	0.425	0.445	0.394	0.065	17
	S (μg/L)	0.0150	0.0255	0.0090	0.0160	0.0181	0.0430	0.0639			
	RSD (%)	4.2	5.2	2.3	4.8	5.8	10	14			
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.367	0.524	0.402	0.329	0.339	0.401	0.430	0.399	0.066	17
	S (μg/L)	0.0200	0.0218	0.0080	0.0106	0.0262	0.0360	0.0574			
	RSD (%)	5.4	4.2	2.0	3.2	7.7	9.0	13			
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.372	0.537	0.406	0.335	0.338	0.395	0.421	0.401	0.069	17
	S (μg/L)	0.0140	0.0222	0.0100	0.0167	0.0265	0.0450	0.0108			
	RSD (%)	3.8	4.1	2.6	5.0	7.8	11	2.6			
反-氯丹 (γ-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.362	0.468	0.401	0.333	0.325	0.280	0.409	0.368	0.063	17
	S (μg/L)	0.0220	0.0195	0.0090	0.0160	0.0263	0.0090	0.0561			
	RSD (%)	6.1	4.2	2.4	4.8	8.1	3.2	14			
o,p'-滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.360	0.528	0.407	0.353	0.317	0.388	0.423	0.397	0.068	17
	S (μg/L)	0.0200	0.0234	0.0100	0.0177	0.0257	0.0420	0.0108			
	RSD (%)	5.6	4.4	2.5	5.0	8.1	11	2.6			
顺-氯丹 (α-氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.377	0.517	0.405	0.350	0.339	0.384	0.410	0.397	0.059	15
	S (μg/L)	0.0200	0.0221	0.0140	0.0231	0.0270	0.0350	0.0534			
	RSD (%)	5.2	4.3	3.4	6.6	8.0	9.0	13			
硫丹 I (α-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.382	0.502	0.404	0.340	0.336	0.407	0.405	0.397	0.055	14
	S (μg/L)	0.0200	0.0214	0.0090	0.0197	0.0299	0.0490	0.0490			
	RSD (%)	5.1	4.3	2.1	5.8	8.9	12	12			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.388	0.542	0.404	0.369	0.327	0.397	0.378	0.401	0.067	17
	S (μg/L)	0.0220	0.0244	0.0100	0.0261	0.0301	0.0370	0.0434			
	RSD (%)	5.6	4.5	2.4	7.1	9.2	9.0	12			
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.380	0.544	0.406	0.339	0.333	0.393	0.402	0.400	0.070	18
	S (μg/L)	0.0320	0.0247	0.0090	0.0204	0.0306	0.0370	0.0478			
	RSD (%)	8.5	4.5	2.3	6.0	9.2	9.0	12			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.394	0.414	0.407	0.352	0.326	0.428	0.410	0.390	0.037	9.5
	S (μg/L)	0.0500	0.0179	0.0100	0.0207	0.0313	0.0360	0.0127			
	RSD (%)	13	4.3	2.6	5.9	9.6	8.0	3.1			
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.465	0.547	0.414	0.361	0.428	0.425	0.400	0.434	0.059	14
	S (μg/L)	0.0300	0.0235	0.0170	0.0209	0.0108	0.0350	0.0489			
	RSD (%)	6.4	4.3	4.2	5.8	2.5	8.0	12			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.398	0.515	0.402	0.334	0.326	0.387	0.428	0.399	0.063	16
	S (μg/L)	0.0200	0.0228	0.0110	0.0148	0.0241	0.0250	0.0628			
	RSD (%)	5.1	4.4	2.7	4.4	7.4	6.0	15			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.401	0.517	0.404	0.335	0.331	0.398	0.391	0.397	0.062	16
	S (μg/L)	0.0230	0.0289	0.0110	0.0161	0.0311	0.0410	0.0510			
	RSD (%)	5.9	5.6	2.6	4.8	9.4	10	13			
硫丹 II (β-硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.395	0.520	0.404	0.339	0.360	0.397	0.411	0.404	0.057	14
	S (μg/L)	0.0210	0.0295	0.0100	0.0184	0.0442	0.0410	0.0541			
	RSD (%)	5.4	5.7	2.5	5.4	12	10	13			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.410	0.519	0.400	0.338	0.382	0.424	0.438	0.416	0.056	13
	S (μg/L)	0.0230	0.0229	0.0120	0.0177	0.0479	0.0150	0.0554			
	RSD (%)	5.5	4.4	2.9	5.2	13	4.0	13			

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.371	0.411	0.411	0.336	0.392	0.380	0.404	0.386	0.027	7.0
	S (μg/L)	0.0160	0.0419	0.0080	0.0139	0.0992	0.0390	0.0472			
	RSD (%)	4.3	10	2.0	4.1	25	10	12			
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.427	0.456	0.404	0.355	0.344	0.429	0.369	0.398	0.042	11
	S (μg/L)	0.0220	0.0312	0.0100	0.0201	0.0278	0.0070	0.0525			
	RSD (%)	5.1	6.9	2.4	5.7	8.1	2.0	14			
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.428	0.474	0.405	0.344	0.364	0.411	0.439	0.409	0.044	11
	S (μg/L)	0.0220	0.0272	0.0140	0.0162	0.0269	0.0400	0.0151			
	RSD (%)	5.2	5.7	3.5	4.7	7.4	10	3.4			
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.399	0.498	0.399	0.347	0.341	0.404	0.393	0.397	0.052	13
	S (μg/L)	0.0240	0.0281	0.0100	0.0195	0.0352	0.0270	0.0500			
	RSD (%)	6.0	5.6	2.5	5.6	10	7.0	13			
灭蚊灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.370	0.492	0.400	0.324	0.354	0.385	0.402	0.390	0.053	14
	S (μg/L)	0.0190	0.0225	0.0110	0.0061	0.0239	0.0190	0.0535			
	RSD (%)	5.1	4.6	2.7	1.9	6.7	5.0	13			

表 171 工业废水加标 0.450 μg/L 测试数据精密度汇总表

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
六氯苯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.344	0.414	0.367	0.328	0.328	0.399	0.382	0.366	0.0342	9.4
	S (μg/L)	0.0180	0.0053	0.0120	0.0123	0.0080	0.0590	0.0503			
	RSD (%)	5.1	1.3	3.2	3.8	2.4	15	13			
α-六六六	$\bar{x}$ (μg/L)	0.362	0.435	0.396	0.341	0.310	0.479	0.364	0.384	0.0578	15

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0240	0.0062	0.0110	0.0224	0.0160	0.0360	0.0543			
	RSD (%)	6.7	1.4	2.9	6.6	5.2	8.0	15			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.366	0.420	0.372	0.331	0.327	0.393	0.368			
γ -六六六	S (μg/L)	0.0250	0.0043	0.0100	0.0150	0.0172	0.0520	0.0542	0.368	0.0326	8.8
	RSD (%)	6.9	1.0	2.8	4.5	5.2	13	15			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.360	0.431	0.327	0.352	0.361	0.401	0.362	0.371	0.0344	9.3
β -六六六	S (μg/L)	0.0240	0.0173	0.0170	0.0164	0.0217	0.0410	0.0240			
	RSD (%)	6.6	4.0	5.3	4.7	6.0	10	6.6			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.349	0.411	0.379	0.328	0.370	0.436	0.369	0.377	0.0364	9.7
七氯	S (μg/L)	0.0250	0.0048	0.0100	0.0106	0.0121	0.0490	0.0288			
	RSD (%)	7.1	1.2	2.7	3.2	3.3	11	7.8			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.378	0.407	0.361	0.377	0.312	0.449	0.355	0.377	0.0429	11
δ -六六六	S (μg/L)	0.0290	0.0042	0.0080	0.0145	0.0185	0.0670	0.0401			
	RSD (%)	7.6	1.0	2.3	3.9	5.9	15	11			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.362	0.366	0.345	0.330	0.423	0.406	0.388	0.374	0.0332	8.9
艾氏剂	S (μg/L)	0.0250	0.0086	0.0070	0.0106	0.0126	0.0740	0.0404			
	RSD (%)	7.0	2.4	2.0	3.2	3.0	18	10			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.374	0.415	0.351	0.326	0.339	0.442	0.382	0.376	0.0416	11
外环氧七氯 (环氧七氯 B)	S (μg/L)	0.0290	0.0046	0.0080	0.0079	0.0115	0.0490	0.0444			
	RSD (%)	7.9	1.1	2.3	2.4	3.4	11	12			
	$\bar{x}$ (μg/L)	0.364	0.397	0.399	0.341	0.340	0.418	0.380	0.377	0.0301	8.0
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	S (μg/L)	0.0110	0.0057	0.0090	0.0092	0.0114	0.0560	0.0444			
	RSD (%)	3.1	1.4	2.3	2.7	3.4	13	12			
反-氯丹 (γ -氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.371	0.370	0.360	0.367	0.342	0.339	0.377	0.361	0.0148	4.1

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0270	0.0081	0.0070	0.0102	0.0115	0.0470	0.0399			
	RSD (%)	7.2	2.2	2.0	2.8	3.4	14	11			
<i>o,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.348	0.387	0.368	0.350	0.347	0.460	0.403	0.380	0.0411	11
	S (μg/L)	0.0110	0.0049	0.0070	0.0136	0.0131	0.0750	0.0160			
	RSD (%)	3.1	1.3	1.9	3.9	3.8	16	4.0			
顺-氯丹 (α -氯丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.376	0.374	0.360	0.371	0.338	0.437	0.379	0.376	0.0302	8.0
	S (μg/L)	0.0300	0.0069	0.0100	0.0230	0.0097	0.0710	0.0407			
	RSD (%)	8.1	1.9	2.7	6.2	2.9	16	11			
硫丹 I (α -硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.381	0.384	0.365	0.339	0.330	0.394	0.375	0.367	0.0239	6.5
	S (μg/L)	0.0310	0.0075	0.0080	0.0101	0.0144	0.0290	0.0402			
	RSD (%)	8.1	2.0	2.1	3.0	4.4	7.0	11			
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{x}$ (μg/L)	0.386	0.358	0.378	0.415	0.352	0.382	0.365	0.377	0.0212	5.6
	S (μg/L)	0.0310	0.0072	0.0060	0.0128	0.0114	0.0720	0.0499			
	RSD (%)	8.1	2.0	1.5	3.1	3.2	19	14			
狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.397	0.391	0.370	0.339	0.343	0.398	0.372	0.373	0.0244	6.5
	S (μg/L)	0.0350	0.0252	0.0080	0.0110	0.0086	0.0560	0.0454			
	RSD (%)	8.7	6.5	2.2	3.3	2.5	14	12			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.368	0.414	0.405	0.387	0.341	0.411	0.353	0.383	0.0293	7.7
	S (μg/L)	0.0110	0.0152	0.0070	0.0263	0.0111	0.0540	0.0458			
	RSD (%)	3.1	3.7	1.6	6.8	3.3	13	13			
异狄氏剂	$\bar{x}$ (μg/L)	0.482	0.386	0.438	0.367	0.380	0.420	0.385	0.408	0.0408	10
	S (μg/L)	0.0510	0.0053	0.0100	0.0102	0.0114	0.0570	0.0514			
	RSD (%)	11	1.4	2.2	2.8	3.0	14	13			
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.394	0.345	0.381	0.329	0.350	0.423	0.378	0.371	0.0323	8.7

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0360	0.0047	0.0070	0.0064	0.0092	0.0580	0.0256			
	RSD (%)	9.2	1.4	1.9	1.9	2.6	14	6.8			
<i>p,p'</i> -滴滴滴	$\bar{x}$ (μg/L)	0.400	0.351	0.386	0.334	0.336	0.401	0.375	0.369	0.0288	7.8
	S (μg/L)	0.0380	0.0075	0.0060	0.0087	0.0123	0.0570	0.0471			
	RSD (%)	9.5	2.1	1.5	2.6	3.6	14	13			
硫丹 II (β -硫丹)	$\bar{x}$ (μg/L)	0.389	0.351	0.384	0.336	0.336	0.416	0.387	0.371	0.0306	8.2
	S (μg/L)	0.0310	0.0101	0.0060	0.0109	0.0118	0.0550	0.0474			
	RSD (%)	7.9	2.9	1.7	3.2	3.5	13	12			
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.406	0.342	0.374	0.348	0.370	0.404	0.391	0.376	0.0255	6.8
	S (μg/L)	0.0400	0.0073	0.0070	0.0179	0.0181	0.0540	0.0311			
	RSD (%)	9.9	2.1	2.0	5.2	4.9	13	8.0			
异狄氏剂醛	$\bar{x}$ (μg/L)	0.380	0.302	0.354	0.328	0.363	0.371	0.370	0.353	0.0280	7.9
	S (μg/L)	0.0380	0.0048	0.0070	0.0106	0.0424	0.0730	0.0390			
	RSD (%)	9.9	1.6	1.9	3.2	12	20	11			
硫丹硫酸酯	$\bar{x}$ (μg/L)	0.425	0.363	0.395	0.355	0.334	0.380	0.356	0.373	0.0302	8.1
	S (μg/L)	0.0420	0.0050	0.0070	0.0153	0.0171	0.0710	0.0517			
	RSD (%)	9.9	1.4	1.7	4.3	5.1	19	15			
甲氧滴滴涕	$\bar{x}$ (μg/L)	0.430	0.371	0.406	0.342	0.345	0.428	0.408	0.390	0.0372	9.5
	S (μg/L)	0.0390	0.0125	0.0090	0.0157	0.0073	0.0770	0.0218			
	RSD (%)	9.1	3.4	2.2	4.6	2.1	18	5.3			
异狄氏剂酮	$\bar{x}$ (μg/L)	0.400	0.357	0.389	0.346	0.326	0.419	0.389	0.375	0.0330	8.8
	S (μg/L)	0.0330	0.0059	0.0050	0.0136	0.0115	0.0590	0.0578			
	RSD (%)	8.3	1.7	1.3	3.9	3.5	14	15			
灭蚊灵	$\bar{x}$ (μg/L)	0.373	0.320	0.354	0.325	0.344	0.413	0.384	0.359	0.0333	9.3

化合物名称	统计值	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{x}$ (μg/L)	S' (μg/L)	RSD' (%)
	S (μg/L)	0.0340	0.0059	0.0070	0.0063	0.0091	0.0520	0.0491			
	RSD (%)	9.0	1.8	2.0	1.9	2.7	13	13			

小结：

7 家实验室对加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~26%、0.8%~19%、2.2%~11%；实验室间相对标准偏差分别为：7.9%~24%、4.8%~14%、7.5%~16%；重复性限分别为：0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.003 $\mu\text{g/L}$ 、0.008 $\mu\text{g/L}$ ~0.015 $\mu\text{g/L}$ 、0.024 $\mu\text{g/L}$ ~0.038 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$ 、0.011 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ ~0.093 $\mu\text{g/L}$ 。

7 家实验室对地表水加标浓度为 0.050 $\mu\text{g/L}$ 、地下水加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、海水加标浓度为 0.200 $\mu\text{g/L}$ 、生活污水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 、工业废水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 的非统一样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~24%、1.7%~24%、2.3%~16%、1.9%~25%、1.0%~20%。

2.4 方法正确度汇总

7 家验证实验室加标样品回收率测试汇总数据见表 172。

表 172 加标测试数据正确度汇总表

化合物名称	统计值	空白加标			地下水	地表水	海水	生活污水	工业废水
		0.010 (μg/L)	0.050 (μg/L)	0.200 (μg/L)	0.010 (μg/L)	0.050 (μg/L)	0.200 (μg/L)	0.450 (μg/L)	0.450 (μg/L)
六氯苯	$\bar{P}$ (%)	92.4	88.8	91.7	95.1	92.9	89.8	86.3	81.3
	$S_{\bar{P}}$ (%)	8.2	10.4	10.5	8.1	8.4	8.0	14.4	7.6
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	92.4±16.4	88.8±20.8	91.7±21.0	/	/	/	/	/
α -六六六	$\bar{P}$ (%)	95.6	87.7	93.2	91.4	93.1	90.9	89.5	85.3
	$S_{\bar{P}}$ (%)	9.4	11.5	11.1	6.3	9.9	12.1	13.7	12.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	95.6±18.8	87.7±23.0	93.2±22.2	/	/	/	/	/
γ -六六六	$\bar{P}$ (%)	102	90.3	92.6	91.7	93.3	89.7	89.0	81.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.4	12.0	9.4	10.7	7.5	9.2	14.5	7.2
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	102±20.8	90.3±24.0	92.6±18.8	/	/	/	/	/
β -六六六	$\bar{P}$ (%)	91.8	93.8	94.9	95.6	96.4	93.2	88.6	82.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	7.4	5.4	8.3	6.1	6.5	7.9	11.9	7.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	91.8±14.8	93.8±10.8	94.9±16.6	/	/	/	/	/
七氯	$\bar{P}$ (%)	98.7	94.1	92.3	100	91.9	92.2	89.9	83.9
	$S_{\bar{P}}$ (%)	11.8	7.1	10.4	10.3	6.8	8.6	11.7	8.1
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	98.7±23.6	94.1±14.2	92.3±20.8	/	/	/	/	/
δ -六六六	$\bar{P}$ (%)	98.6	89.1	93.2	90.3	94.1	91.0	90.4	83.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	13.6	7.9	9.2	15.1	8.9	11.9	12.8	9.6
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	98.6±27.2	89.1±15.8	93.2±18.4	/	/	/	/	/
艾氏剂	$\bar{P}$ (%)	87.8	84.4	84.6	91.5	82.6	82.5	87.6	83.2
	$S_{\bar{P}}$ (%)	16.1	12.4	12.8	13.9	11.8	14.5	14.6	83.4
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	87.8±32.2	84.4±24.8	84.6±25.6	/	/	/	/	/

外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{P}$ (%)	93.5	91.7	96.3	93.1	92.9	92.8	88.7	83.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	6.1	8.3	10.4	10.4	5.7	10.3	14.9	9.3
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	93.5±12.2	91.7±16.6	96.3±20.8	/	/	/	/	/
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{P}$ (%)	96.0	93.6	92.1	91.3	90.8	92.2	89.0	83.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	9.8	8.0	10.2	15.9	6.5	10.8	15.1	6.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	96.0±19.6	93.6±16.0	92.1±20.4	/	/	/	/	/
反-氯丹 (γ -氯丹)	$\bar{P}$ (%)	91.6	88.1	94.0	97.4	89.7	87.8	81.8	80.2
	$S_{\bar{P}}$ (%)	8.8	6.8	8.9	7.4	6.1	11.6	14.0	3.3
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	91.6±17.6	88.1±13.6	94.0±17.8	/	/	/	/	/
o,p' -滴滴伊	$\bar{P}$ (%)	93.9	90.6	90.6	87.4	83.9	91.3	84.5	85.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	11.0	10.4	11.4	14.6	10.7	8.9	8.6	9.5
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	93.9±22.0	90.6±20.8	90.6±22.8	/	/	/	/	/
顺-氯丹 (α -氯丹)	$\bar{P}$ (%)	92.3	88.1	94.0	93.7	93.7	91.8	88.3	83.6
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.2	10.0	8.7	5.0	3.7	10.3	13.1	6.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	92.0±20.4	88.1±20.0	94.0±17.4	/	/	/	/	/
硫丹 I (α -硫丹)	$\bar{P}$ (%)	87.9	90.0	94.2	88.2	91.9	92.7	88.2	81.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	14.5	7.5	7.6	16.7	7.1	10.7	12.5	5.3
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	87.9±29.0	90.2±15.0	94.1±15.2	/	/	/	/	/
p,p' -滴滴伊	$\bar{P}$ (%)	95.4	93.9	95.8	92.9	91.4	90.2	89.0	83.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	16.4	12.5	7.3	19.5	8.4	11.7	14.8	4.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	95.4±32.8	93.9±25.0	95.8±14.6	/	/	/	/	/
狄氏剂	$\bar{P}$ (%)	90.5	92.1	96.8	94.4	92.8	93.8	88.2	82.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	12.8	6.8	9.2	13.1	6.4	12.1	14.2	5.3
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	90.5±25.6	92.1±13.6	96.8±18.4	/	/	/	/	/
o,p' -滴滴滴	$\bar{P}$ (%)	96.4	97.5	95.9	95.6	98.6	94.3	90.8	84.3

	$S_{\bar{P}}$ (%)	20.2	9.7	11.2	21.6	14.3	12.2	15.5	5.8
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	96.4 $\pm$ 40.4	97.5 $\pm$ 19.4	95.9 $\pm$ 22.4	/	/	/	/	/
异狄氏剂	$\bar{P}$ (%)	102	98.8	103	104	101	97.8	96.5	90.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	13.7	13.2	14.1	13.4	11.7	9.6	13.2	9.0
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	102 $\pm$ 27.4	98.8 $\pm$ 26.4	103 $\pm$ 28.2	/	/	/	/	/
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	93.8	95.6	94.7	92.9	94.7	93.6	88.6	82.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	17.8	7.5	9.3	18.2	10.1	13.0	14.2	7.2
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	93.8 $\pm$ 35.6	95.6 $\pm$ 15.0	94.7 $\pm$ 18.6	/	/	/	/	/
<i>p,p'</i> -滴滴滴	$\bar{P}$ (%)	94.3	93.4	94.4	97.3	91.9	92.8	88.2	82.0
	$S_{\bar{P}}$ (%)	7.5	10.6	10.6	9.7	4.7	12.9	13.7	6.4
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	94.3 $\pm$ 15.0	93.4 $\pm$ 21.2	94.4 $\pm$ 21.2	/	/	/	/	/
硫丹 II (β -硫丹)	$\bar{P}$ (%)	92.2	93.5	97.5	90.1	94.0	97.4	89.8	82.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.9	7.3	10.5	10.7	9.5	11.4	12.9	6.8
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	92.2 $\pm$ 21.8	93.5 $\pm$ 14.6	97.5 $\pm$ 21.0	/	/	/	/	/
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	93.7	95.8	94.3	90.6	90.4	95.1	92.3	83.6
	$S_{\bar{P}}$ (%)	12.2	6.6	9.4	12.6	13.6	11.3	12.3	5.6
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	93.7 $\pm$ 24.4	95.8 $\pm$ 13.2	94.3 $\pm$ 19.8	/	/	/	/	/
异狄氏剂醛	$\bar{P}$ (%)	91.0	89.5	93.8	84.6	89.8	91.7	85.9	78.3
	$S_{\bar{P}}$ (%)	17.1	11.7	10.8	18.9	10.9	13.1	6.0	6.2
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	91.0 $\pm$ 34.2	90.0 $\pm$ 23.4	93.8 $\pm$ 21.6	/	/	/	/	/
硫丹硫酸酯	$\bar{P}$ (%)	89.8	94.7	97.2	95.7	89.9	94.3	88.4	82.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	21.5	10.7	14.1	20.8	6.5	16.5	9.4	6.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	89.8 $\pm$ 43.0	94.9 $\pm$ 21.4	97.2 $\pm$ 28.2	/	/	/	/	/
甲氧滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	90.3	101	96.3	92.7	94.9	89.4	90.9	86.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	13.9	14.6	15.5	14.6	14.5	8.3	9.8	8.3

	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	90.3±27.8	101±29.2	96.3±31.0	/	/	/	/	/
异狄氏剂酮	$\bar{P}$ (%)	87.6	97.0	96.8	91.2	92.0	95.3	88.3	83.3
	$S_{\bar{P}}$ (%)	18.4	10.6	8.4	18.4	8.7	13.1	11.5	7.3
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	87.6±36.8	97.0±21.2	96.8±16.8	/	/	/	/	/
灭蚁灵	$\bar{P}$ (%)	89.4	101	97.3	90.9	90.7	95.9	86.5	79.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	8.0	4.7	9.4	16.7	12.8	13.1	11.6	7.4
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	89.4±16.0	101±9.4	97.3±18.8	/	/	/	/	/

小结:

7 家实验室对加标浓度为 0.010 µg/L、0.050 µg/L、0.200 µg/L 的统一空白样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 87.3%~102%、84.4%~101%、84.6%~103%。加标回收率最终值分别为 89.8%±43.0%~96.4%±40.4%、84.4%±24.8%~101%±29.2%、84.6%±25.6%~103%±28.2%。

7 家实验室对地表水加标浓度为 0.050 µg/L、地下水加标浓度为 0.010 µg/L、海水加标浓度为 0.200 µg/L、生活污水加标浓度为 0.450 µg/L、工业废水加标浓度为 0.450 µg/L 的非统一样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 84.6%~104%、82.6%~101%、82.5%~97.8%、81.8%~96.5%、78.3%~90.7%。

3 方法验证结论

3.1 验证数据统计情况

编制组在进行方法验证报告数据统计时, 异常值的检验和处理按照 GB/T 6379.6—2009 标准进行。

3.2 方法检出限和测定下限

当取样体积为100 mL时, 26种有机氯农药检出限在0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$ 之间, 测定下限在0.008 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$ 之间。

3.3 精密度

7家实验室对加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白样品重复测定 6 次, 实验室内相对标准偏差分别为: 0.7%~26%、0.8%~19%、2.2%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为: 7.9%~24%、4.8%~14%、7.5%~16%; 重复性限分别为: 0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.003 $\mu\text{g/L}$ 、0.008 $\mu\text{g/L}$ ~0.015 $\mu\text{g/L}$ 、0.024 $\mu\text{g/L}$ ~0.038 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为: 0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$ 、0.011 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ ~0.093 $\mu\text{g/L}$ 。

7家实验室对地表水加标浓度为 0.050 $\mu\text{g/L}$ 、地下水加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、海水加标浓度为 0.200 $\mu\text{g/L}$ 、生活污水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 、工业废水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 的非统一样品重复测定 6 次, 实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~24%、1.7%~24%、2.3%~16%、1.9%~25%、1.0%~20%。

3.4 正确度

7家实验室对加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 87.3%~102%、84.4%~101%、84.6%~103%。加标回收率最终值分别为 89.8% $\pm$ 43.0%~96.4% $\pm$ 40.4%、84.4% $\pm$ 24.8%~101% $\pm$ 29.2%、84.6% $\pm$ 25.6%~103% $\pm$ 28.2%。

7家实验室对地表水加标浓度为 0.050 $\mu\text{g/L}$ 、地下水加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、海水加标浓度为 0.200 $\mu\text{g/L}$ 、生活污水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 、工业废水加标浓度为 0.450 $\mu\text{g/L}$ 的非统一样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 84.6%~104%、82.6%~101%、82.5%~97.8%、81.8%~96.5%、78.3%~90.7%。

3.5 标准曲线相关系数

7家实验室目标物标准曲线相关系数均 $\geq$ 0.995, 考虑到仪器性能差异, 相关系数适当放宽, 本标准规定标准曲线相关系数应 $\geq$ 0.990。

3.6 连续校准

每 20 个样品或每批次样品 (少于 20 个) 应测定 1 个标准曲线中间浓度点标准溶液, 测定结果与该浓度的相对误差应在 $\pm$ 20%以内, 否则应重新建立标准曲线。

3.7 平行样相对偏差

7家实验室对26种有机氯农药平行测定结果实验室内相对标准偏差最大值26%，本标准规定平行样测定结果的相对偏差应在±30%以内。

3.8 基体加标回收率

7家实验室对26种有机氯农药基体加标测定回收率最小值为60%，最大值为130%，本标准规定基体加标回收率范围60%~130%。

3.9 降解率

7家实验室进行降解率验证，*p,p'*-滴滴涕降解率最大值14.6%，异狄氏剂降解率最大值15.0%，总降解率最大值28.2%。本标准规定单一组分的降解率>15%或总降解率>30%，需在校准前对进样口和色谱柱头进行维护。系统检查合格后，方可进行样品的测定*p,p'*。

3.10 整体结论

26种有机氯农药检出限在0.002 μg/L~0.006 μg/L之间。方法检出限满足现有水质有机氯农药管理需求，方法各项特性指标及质控指标均达到了预期要求。