

## 中华人民共和国国家生态环境标准

# 水质 11 种氨基甲酸酯类农药的测定 柱后衍生-高效液相色谱法

Water quality—Determination of 11 carbamate pesticides—Post-column derivatization-high performance liquid chromatography

(征求意见稿)

202 -- -- -- -- -- -- 发布

202 🗆 – 🗆 🗆 – 🗆 三实施

# 目 次

前	当 日	Ι.
	适用范围	
	规范性引用文件	
	方法原理	
	干扰和消除	
5	试剂和材料	2
	仪器和设备	
	样品	
8	分析步骤	4
	结果计算与表示	
10	准确度	8
11	质量保证和质量控制	. ç
12	注意事项	10
附	录 A (规范性附录) 方法检出限和测定下限	11
附	录 B (资料性附录) 方法准确度	12

### 前言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》《中华人民共和国海洋环境保护法》,防治生态环境污染,改善生态环境质量,规范水中氨基甲酸酯类农药的测定方法,制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中11种氨基甲酸酯类农药的柱后衍生-高效液相色谱法。

本标准的附录A为规范性附录,附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位: 江苏省南京环境监测中心、江苏省环境监测中心、江苏省镇江环境监测中心。

本标准验证单位:山东省生态环境监测中心、天津市生态环境监测中心、浙江省宁波生态环境监测中心、云南省产品质量监督检验研究院、江苏康达检测技术股份有限公司、大连至臻检测技术有限公司。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

### 水质 11种氨基甲酸酯类农药的测定

### 柱后衍生-高效液相色谱法

警告:实验中使用的溶剂和标准溶液对人体健康有害,溶液配制和样品前处理操作应在通风橱内:操作时应按要求佩戴防护器具,避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

#### 1 适用范围

本标准规定了测定水中11种氨基甲酸酯类农药的高效液相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中涕灭威亚砜、涕灭威砜、灭多威、3-羟基克百威、涕灭威、残杀威、克百威、甲萘威、异丙威、仲丁威、灭虫威 11种氨基甲酸酯类农药的测定。

直接进样法: 进样体积 50  $\mu$ L 时,方法检出限为 3  $\mu$ g/L~4  $\mu$ g/L,测定下限为 12  $\mu$ g/L~16  $\mu$ g/L,详见附录 A。直接进样法不适用于海水样品测定。

固相萃取法:取样体积 200 mL,定容体积 1.0 mL,进样体积 50  $\mu$ L 时,方法检出限均为 0.01  $\mu$ g/L,测定下限均为 0.04  $\mu$ g/L,详见附录 A。

#### 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准,仅注日期的版本适用 于本标准。凡是未注日期的引用标准,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。其 他文件被新文件废止、修改、修订的,新文件适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分: 样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

#### 3 方法原理

水样中氨基甲酸酯类农药经固相萃取法富集、净化或直接进样,经液相色谱柱分离后,在碱性条件下水解生成甲胺(式(1)),甲胺与衍生化试剂反应生成具有强荧光的 1-烷 硫基-2-甲基异吲哚 (式(2)),用荧光检测器测定,根据保留时间定性,外标法定量。

$$R'-O-C-NH-CH_3 \xrightarrow{\overline{W}^{\underline{t}}} CH_3NH_2 + R'-OH + CO_3^{2-}$$
 (1)

R=-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH

#### 4 干扰和消除

本身有荧光的物质或与目标物具有相近保留时间的物质可能对测定产生干扰,可通过改变色谱柱类型、调整流动相梯度洗脱程序等方式消除,也可通过不同发射波长下的荧光强度比、液相色谱-质谱等方式辅助定性。

#### 5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂,实验用水为不含目标化合物的纯水。

- 5.1 甲醇(CH<sub>3</sub>OH):色谱纯。
- 5.2 2-巯基乙醇(HSC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH)。
- 5.3 硫酸  $(H_2SO_4)$ :  $\rho=1.84$  g/mL,  $w \in [95.0\%, 98.0\%]$ 。
- 5.4 氢氧化钠 (NaOH): 优级纯。
- 5.5 十水合四硼酸钠(Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> 10H<sub>2</sub>O): 优级纯。
- 5.6 邻苯二甲醛 (C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>): 优级纯。
- 5.7 硫酸溶液: 1+1用硫酸(5.3)和水按1:1的体积比混合。
- 5.8 氢氧化钠溶液: ρ=4.0 g/L。
   称取4.0 g氢氧化钠(5.4)溶于1 L水中。
- 5.9 氢氧化钠溶液(水解液): c(NaOH)=0.05 mol/L。

称取2.0 g氢氧化钠(5.4),用水溶解并稀释至1 L,经滤膜 I(5.16)过滤,也可直接购买市售商品。

5. 10 四硼酸钠溶液: c(Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> • 10H<sub>2</sub>O)=0.05 mol/L。

称取19.1 g十水合四硼酸钠(5.5),加入1 L水,超声溶解,经滤膜 I(5.16)过滤,也可直接购买市售商品。

5.11 衍生化试剂。

称取0.10 g邻苯二甲醛(5.6),溶于10 mL甲醇(5.1),加入1 L四硼酸钠溶液(5.10),用滤膜 I(5.16)过滤,再加入1.0 mL 2-巯基乙醇(5.2),临用现配。也可直接购买市售商品。

5.12 甲醇水溶液: 1+1

用甲醇(5.1)和水按1:1的体积比混合。

- 5.13 11种氨基甲酸酯类农药标准贮备液: ρ=1000 mg/L。 直接购买市售有证标准溶液,按标准溶液证书要求保存。
- 5. 14 11种氨基甲酸酯类农药标准使用液:  $\rho = 10.0 \text{ mg/L}$ .

取适量氨基甲酸酯类农药标准贮备液(5.13),用甲醇(5.1)稀释定容, 4 ℃以下避 光、密封冷藏,保存期60 d。

- 5.15 固相萃取柱: 乙烯苯/N-乙烯基吡咯烷酮萃取柱(500 mg/6 mL)或其他性能相近的固相萃取柱。
- 5.16 滤膜 I: 聚四氟乙烯、再生纤维素或其他等效材质,孔径0.45 μm。
- 5.17 滤膜 II: 聚四氟乙烯、再生纤维素或其他等效材质, 孔径0.22 μm。
- 5.18 氮气: 纯度≥99.99%。

#### 6 仪器和设备

- 6.1 采样瓶: 1L 具塞磨口棕色玻璃瓶。
- 6.2 高效液相色谱仪:配荧光检测器,具有梯度洗脱功能。
- 6.4 色谱柱: 可用  $C_{18}$ 或  $C_{8}$ 色谱柱, 或其他可实现等效分离的色谱柱。 $C_{18}$ 色谱柱: 150 mm (柱长)×4.6 mm (内径)×5.0  $\mu$ m (填料粒径), 封端;  $C_{8}$ 色谱柱: 250 mm (柱长)×4.6 mm (内径)×5.0  $\mu$ m (填料粒径), 封端。
- 6.5 固相萃取装置:自动或手动。
- 6.6 浓缩装置: 氮吹浓缩仪、平行蒸发仪、旋转蒸发仪或其他性能相当的设备。
- 6.7 一般实验室常用仪器和设备。

#### 7 样品

#### 7.1 样品采集和保存

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

用采样瓶(6.1)采集样品,加硫酸溶液(5.7)或氢氧化钠溶液(5.8)调节 pH 值至  $5\sim$ 7,样品应充满采样瓶(6.1),4 ℃以下冷藏、避光保存,用于固相萃取法测定的样品,可在现场用滤膜 I(5.16)过滤,也可带回实验室过滤。直接进样法灭多威 3 d 内完成分析,其他组分 7 d 内完成分析;固相萃取法灭多威 3 d 内完成萃取,其他组分 7 d 内完成萃取,萃取液如不能立刻分析,于 4 ℃以下冷藏、密封、避光保存 30 d 内完成分析。

#### 7.2 试样制备

#### 7.2.1 直接进样法

样品恢复至室温,混匀。经滤膜 II (5.17) 过滤,弃去约 1 mL 初滤液,待测。含盐量较高和基体复杂的样品建议采用固相萃取法。

#### 7.2.2 固相萃取法

样品恢复至室温,混匀。依次用 10 mL 甲醇(5.1)和 10 mL 实验用水活化固相萃取柱(5.15),量取 200 mL 经滤膜 I(5.16)过滤后的水样,以 5 mL/min~10 mL/min 的流量通过固相萃取柱(5.15),整个萃取过程中应确保固相萃取柱填料不暴露于空气中,上样完毕后,用 10 mL 实验用水淋洗固相萃取柱,用真空泵抽气干燥或氮气(5.18)吹干固相萃取柱,用 6 mL 甲醇(5.1)洗脱(当约 2 mL 洗脱液流过固相萃取柱后关闭活塞,保持 5 min),洗脱流量在 3 mL/min~5 mL/min 之间,收集洗脱液,待浓缩。

注: 如样品测定浓度超过校准曲线上限,将样品适当稀释后重新取样分析。

#### 7.2.3 浓缩

在 7.2.2 洗脱液中加入 0.5 mL 实验用水,用浓缩装置 (6.5) 于 40  $\mathbb{C}$  以下浓缩至略少于 1 mL,浓缩过程保持液面微微波动,甲醇 (5.1) 定容至 1.0 mL,用滤膜 II (5.16) 过滤后 待测。

#### 7.2.4 空白试样制备

用实验用水代替样品,按照与试样制备(7.2)相同的步骤,制备实验室空白试样。

#### 8 分析步骤

#### 8.1 仪器参考条件

#### 8.1.1 柱后衍生参考条件

水解反应器温度: 100 ℃; 水解液 (5.9) 流量: 0.3 mL/min; 衍生化试剂 (5.11) 流量: 0.3 mL/min; 衍生反应器温度: 室温。

#### 8.1.2 色谱参考条件

#### 8.1.2.1 C<sub>18</sub>色谱柱分离

流动相 A: 水,流动相 B: 甲醇(5.1),柱温: 40 ℃; 进样体积: 50.0  $\mu$ L; 流量: 1.2 mL/min; 参考梯度洗脱程序见表 1。

检测器: 荧光检测器: 激发波长 330 nm, 定量发射波长 460 nm, 定性发射波长 435 nm。

表 1 C18 色谱柱分离 11 种氨基甲酸酯类农药梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	85	15
6	85	15
31	40	60
35	40	60
36	85	15
40	85	15

#### 8.1.2.2 C。色谱柱分离

流动相 A: 水, 流动相 B: 甲醇 (5.1), 柱温: 40 ℃; 进样体积: 50  $\mu$ L; 流量: 1.8 mL/min; 参考梯度洗脱程序见表 2。

检测器: 荧光检测器; 激发波长 330 nm, 定量发射波长 460 nm, 定性发射波长 435 nm。

时间 (min) 流动相 A(%) 流动相 B(%) 0 75 25 6 75 25 40 60 30 35 40 60 36 75 25 75

表 2 C。色谱柱分离 11 种氨基甲酸酯类农药梯度洗脱程序

#### 8.2 校准

#### 8.2.1 标准系列的配制

准确移取适量目标化合物标准使用液(5.14),直接进样法用实验室用水定容,固相萃取法用甲醇水溶液(5.12)定容,配制至少 5个浓度点的校准系列,质量浓度分别为  $20.0~\mu g/L$ 、50.0  $\mu g/L$ 、200  $\mu g/L$ 、500  $\mu g/L$ 、 $\pi$  1 000  $\mu g/L$ (此为参考浓度),混匀,待测。

#### 8.2.2 标准系列的测定

按照仪器参考条件(8.1),由低浓度到高浓度依次进样分析,以目标物浓度为横坐标, 峰面积或峰高为纵坐标,绘制校准曲线。

#### 8.3 试样测定

按照与校准曲线测定相同的仪器参考条件(8.1)测定试样(7.2)。

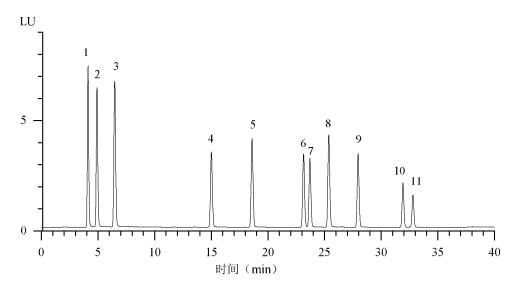
#### 8.4 空白试验

按照与试样测定相同的仪器参考条件(8.1),测定空白试样(7.2.4)。

#### 9 结果计算与表示

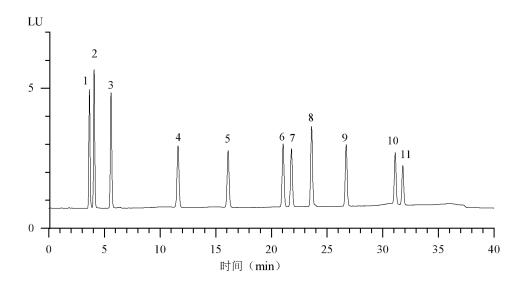
#### 9.1 定性分析

根据样品中目标化合物与校准系列溶液中目标化合物的保留时间定性,样品分析前,建立保留时间窗  $t\pm3S$ 。t 为校准时各浓度级别的目标化合物保留时间均值,S 为校准时各浓度级别目标化合物保留时间的标准偏差,样品分析时,目标化合物应在保留时间窗内出峰,必要时还可通过不同发射波长下的荧光强度辅助定性,或用液相色谱-质谱法确认。在本标准推荐的色谱参考条件(8.1.2)下, $C_{18}$  色谱柱分离 11 种氨基甲酸酯类农药标准溶液色谱图见图 2。



1——涕灭威亚砜; 2——涕灭威砜; 3——灭多威; 4——3-羟基克百威; 5——涕灭威; 6——残杀威; 7——克百威; 8——甲萘威; 9——异丙威; 10——仲丁威; 11——灭虫威。

图 1  $C_{18}$  (150 mm  $\times$  4.6 mm, 5.0  $\mu$  m) 柱分离 11 种氨基甲酸酯类农药高效液相色谱图 ( $\rho$ =200  $\mu$  g/L)



1——涕灭威亚砜; 2——涕灭威砜; 3——灭多威; 4——3-羟基克百威; 5——涕灭威; 6——残杀威; 7——克百威; 8——甲萘威; 9——异丙威; 10——仲丁威; 11——灭虫威。

图 2  $C_s$ (250 mm  $\times$  4.6 mm, 5.0  $\mu$  m)色谱柱分离 11 种氨基甲酸类农药高效液相色谱图( $\rho$ =200  $\mu$ g/L)

#### 9.2 结果计算

#### 9.2.1 直接进样法

样品中目标化合物的质量浓度,按照公式(3)计算。

$$\rho_i = \rho_{c,i} \times D \tag{3}$$

式中:  $\rho_i$  — 样品中目标化合物 i 的质量浓度,  $\mu g/L$ ;

 $ho_{c,i}$  — 由校准曲线计算所得的目标化合物 i 质量浓度, $\mu$ g/L;

D —— 试样的稀释倍数。

#### 9.2.2 固相萃取法

样品中目标化合物的质量浓度,按照公式(2)计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{c,i} \times V_c}{V} \times D \tag{4}$$

式中:  $\rho_i$  — 样品中目标化合物 i 的质量浓度,  $\mu g/L$ ;

 $ho_{c,i}$  — 由校准曲线计算所得的目标化合物 i 质量浓度, $\mu$ g/L;

 $V_{\rm c}$  — 试样的定容体积, mL;

V — 取样体积, mL;

D — 试样的稀释倍数。

#### 9.3 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。

#### 10 准确度

#### 10.1 精密度

#### 10.1.1 直接进样法

6 家实验室分别对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为 20.0 μg/L、200 μg/L、900 μg/L 的空白加标样品重复测定 6 次:实验室内相对标准偏差分别为 0.2%~26%、0.4%~27%、0.1%~12%,实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~14%、3.1%~11%、3.7%~7.9%;重复性限分别为 3 μg/L~7 μg/L、14 μg/L~36 μg/L、60 μg/L~136 μg/L,再现性限分别为 4 μg/L~9 μg/L、25 μg/L~67 μg/L、124 μg/L~225 μg/L。

6 家实验室分别对加标浓度为 50.0 μg/L 的地表水非统一样品重复测定 6 次:实验室内相对标准偏差为 0.8%~19%。6 家实验室分别对加标浓度为 30.0 μg/L 的地下水和生活污水非统一样品重复测定 6 次:实验室内相对标准偏差分别为 1.4%~25%、0.8%~22%。

6 家实验室分别对工业废水非统一样品重复测定 6 次,其中仲丁威检出浓度为 5  $\mu$ g/L~ 31  $\mu$ g/L,测定其本底值:实验室内相对偏差为 4.3%~17%;其余 10 种氨基甲酸酯类农药均未检出,加标 200  $\mu$ g/L、900  $\mu$ g/L 后测定:实验室内相对标准偏差为 0.5%~24%、0.6%~24%。

#### 10.1.2 固相萃取法

6 家实验室对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为 0.04  $\mu$ g/L、 0.50  $\mu$ g/L、 4.50  $\mu$ g/L 的空白样品重复测定 6 次:实验室内相对标准偏差分别为 3.4%~12%、1.0%~25%、0.6%~23%,实验室间相对标准偏差分别为 5.9%~16%、10%~18%和 8.2%~21%; 重复性限分别为 0.01  $\mu$ g/L、 0.10  $\mu$ g/L~0.15  $\mu$ g/L 和 0.63  $\mu$ g/L~1.51  $\mu$ g/L,再现性限分别为 0.01  $\mu$ g/L~0.02  $\mu$ g/L 0.17  $\mu$ g/L~0.28  $\mu$ g/L 和 1.52  $\mu$ g/L~2.50  $\mu$ g/L。

6 家实验室分别对加标浓度为  $0.05~\mu g/L$  的地表水和地下水非统一样品重复测定 6 次: 实验室内相对标准偏差为  $1.4\%\sim22\%$ 、 $0.9\%\sim22\%$ 。6 家实验室分别对生活污水非统一样品重复测定 6 次,其中 2 家验证单位涕灭威亚砜、涕灭威砜有检出,检出浓度为  $0.06~\mu g/L\sim0.07~\mu g/L$ 、 $0.21~\mu g/L\sim0.26~\mu g/L$ ,实验室内相对标准偏差为  $11\%\sim13\%$ 、 $10\%\sim11\%$ ,其余 9 种氨基甲酸酯类农药未检出或低于测定下限,加标  $0.20~\mu g/L$  后测定:实验室内相对标准偏差为  $0.8\%\sim21\%$ 。

6 家实验室分别对工业废水非统一样品重复测定 6 次,其中仲丁威检出浓度为 0.29  $\mu$ g/L~2.66  $\mu$ g/L,测定其本底值:实验室内相对偏差为 0.6%~23%;其余 10 种氨基甲酸酯 类农药均未检出,加标 0.20  $\mu$ g/L、2.00  $\mu$ g/L 后测定:实验室内相对标准偏差为 1.6%~25%、1.7%~14%。

精密度结果统计见附录 B 中的表 B.1 和表 B.2。

#### 10.2 正确度

#### 10.2.1 直接进样法

6 家实验室对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为 20.0 μg/L、200 μg/L、900 μg/L 的空白样品重复测定 6 次: 加标回收率范围分别为: 77.4%~119%、72.6%~124%、83.1%~108%,加标回收率最终值分别为 97.5%±8.6%~107%±18.3%、91.9%±19.9%~102%±23.0%、93.7%±14.7%~99.7%±11.4%。

6 家实验室分别对加标浓度为 50.0 μg/L 的地表水非统一样品重复测定 6 次: 加标回收率范围为 74.5%~119%。6 家实验室分别对加标浓度为 30.0 μg/L 地下水和生活污水非统一样品重复测定 6 次: 加标回收率范围为 70.5%~123%、75.9%~125%。6 家实验室分别加标浓度 200 μg/L、900 μg/L 的工业废水非统一样品重复测定 6 次: 加标回收率范围分别为: 71.1%~113%、75.3%~116%。

#### 10.2.2 固相萃取法

6 家实验室对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为  $0.04~\mu g/L$ 、 $0.50~\mu g/L$ 、 $4.50~\mu g/L$  的空白样品重复测定 6 次: 加标回收率范围分别为:  $67.0\%\sim108\%$ 、 $74.0\%\sim129\%$ 、 $70.5\%\sim128\%$ ,加标回收率最终值分别为  $78.6\%\pm10.6\%\sim86.9\%\pm13.9\%$ 、 $90.4\%\pm19.1\%\sim104\%\pm36.0\%$ 、 $84.8\%\pm17.9\%\sim94.6\%\pm32.2\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 μg/L 的地表水、地下水非统一样品重复测定 6次: 加标回收率范围为 71.7%~125%、69.3%~124%。 6家实验室分别对加标浓度为 0.20 μg/L 的生活污水和海水非统一样品重复测定 6次: 加标回收率范围为 70.6%~129%、63.8%~123%。

6 家实验室分别对加标浓度 0.20 μg/L、2.00 μg/L 的工业废水非统一样品,重复测定 6次: 加标回收率范围分别为 63.8%~127%、74.3%~111%。

正确度结果统计见附录 B 中的表 B.3 和表 B.4。

#### 11 质量保证和质量控制

#### 11.1 空白试验

每批次样品应至少测定1个实验室空白,空白测定结果应低于方法检出限。

#### 11.2 校准

每批次样品应建立校准曲线,线性相关系数应≥0.995。

每 20 个样品或每批次(少于 20 个)测定 1 个校准曲线中间浓度点标准溶液,测定结果与该点理论浓度的相对误差应在±20%以内。否则应重新建立校准曲线。

#### 11.3 平行样

每批次(少于 20 个)应分析测定 1 个实验室平行样,平行样测定结果的相对偏差应在±30%以内。

#### 11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次(少于 20 个)应测定 1 个基体加标样品,基体加标回收率应在  $60\%\sim140\%$ 之间。

#### 12 注意事项

- **12.1** 邻苯二甲醛容易被氧化,由其配制而成的衍生化试剂(5.11),在连续分析过程中,如出现基线升高、基线波动明显等现象,需重新配制。
- 12.2 衍生化试剂具有强碱性,分析结束后,尽快用高比例水相(推荐5%甲醇水溶液)充分冲洗高效液相色谱系统,用实验用水充分冲洗柱后衍生系统,冲洗时间建议30 min 以上。

#### 附录A

#### (规范性附录)

#### 方法检出限和测定下限

表A.1给出了本方法目标化合物的检出限和测定下限,直接进样法以进样体积50  $\mu L$ 计,固相萃取法以取样体积200 mL,进样体积50  $\mu L$ 计。

表A.1 方法检出限和测定下限

-> F	U A 41 ( . et		直接迫		固相萃取法	
序号	化合物名称 	CAS No.	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	涕灭威亚砜	1646-87-3	4	16	0.01	0.04
2	涕灭威砜	1646-88-4	4	16	0.01	0.04
3	灭多威	16752-77-5	4	16	0.01	0.04
4	3-羟基克百威	16655-82-6	4	16	0.01	0.04
5	涕灭威	116-06-3	3	12	0.01	0.04
6	残杀威	114-26-1	3	12	0.01	0.04
7	克百威(呋喃丹)	1563-66-2	3	12	0.01	0.04
8	甲萘威 (西维因)	63-25-2	3	12	0.01	0.04
9	异丙威 (叶蝉散)	2631-40-5	4	16	0.01	0.04
10	仲丁威(扑杀威)	3766-81-2	3	12	0.01	0.04
11	灭虫威 (甲硫威)	2032-65-7	4	16	0.01	0.04

# 附 录 B (资料性附录)

#### 方法准确度

直接进样法和固相萃取法的精密度和正确度汇总数据见表B.1~表B.2。地表水、地下水、生活污水、 工业废水和海水均为非统一样品,不适用于实验室间精密度统计,仅进行了实验室内精密度统计。

表B. 1 直接进样法精密度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	总均值	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 (µg/L)	再现性限 (μg/L)
			20.0	21.1	0.3~25	8.2	6	7
		空白	200	204	0.4~6.1	11	25	67
			900	884	0.1~7.2	3.7	95	127
1	> <del>&gt;</del> → = = = = = = = = = = = = = = = = = =	地表水	50.0	/	1.8~19	/	/	/
1	涕灭威亚砜	地下水	30.0	/	1.5~17	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.2~17	/	/	/
		工业废水	200	/	0.9~17	/	/	/
		工业废水	900	/	0.7~15	/	/	/
			20.0	21.4	0.2~9.5	10	3	7
	涕灭威砜	空白	200	201	0.4~6.4	11	23	64
			900	897	0.1~6.2	5.7	77	159
		地表水	50.0	/	1.8~16	/	/	/
2		地下水	30.0	/	1.5~21	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.2~19	/	/	/
		工业废水	200	/	0.9~8.0	/	/	/
		工业废水	900	/	0.6~24	/	/	/
			20.0	20.5	0.2~16	8.4	4	6
		空白	200	195	0.5~6.7	3.1	20	25
			900	893	0.1~4.3	4.4	60	124
_	工力量	地表水	50.0	/	1.8~6.2	/	/	/
3	灭多威	地下水	30.0	/	1.7~12	/	/	/
		生活污水	30.0	/	0.9~13	/	/	/
		工业废水	200	/	0.5~7.0	/	/	/
		工业废水	900	/	0.6~14	/	/	/
			20.0	20.1	0.3~25	8.4	7	8
	2 数 世 士 王	空白	200	184	0.7~15	11	36	65
4	3-羟基克百		900	875	0.1~9.4	5.0	132	172
	威	地表水	50.0	/	2.2~17	/	/	/
		地下水	30.0	/	1.7~25	/	/	/

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	总均值	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 (µg/L)	再现性限 (µg/L)
		生活污水	30.0	/	1.4~21	/	/	/
		工业废水	200	/	0.8~18	/	/	/
		工业废水	900	/	0.7~19	/	/	/
			20.0	20.7	0.3~12	7.9	3	5
		空白	200	189	0.5~11	5.7	26	39
			900	858	0.1~9.4	5.5	78	150
_	深云武	地表水	50.0	/	1.8~7.0	/	/	/
5	涕灭威	地下水	30.0	/	1.5~20	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.1~20	/	/	/
		工业废水	200	/	1.2~5.8	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~14	/	/	/
			20.0	21.3	0.5~12	8.5	4	6
		空白	200	188	0.5~11	6.1	28	41
	残杀威		900	851	0.1~8.8	6.5	99	180
		地表水	50.0	/	2.0~10	/	/	/
6		地下水	30.0	/	1.4~15	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.0~15	/	/	/
		工业废水	200	/	1.0~24	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~21	/	/	/
			20.0	20.8	0.6~22	10	6	8
	+	空白	200	184	1.1~9.0	11	27	60
			900	856	0.1~5.6	7.3	63	183
7		地表水	50.0	/	2.4~16	/	/	/
7	克百威	地下水	30.0	/	3.0~11	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.1~11	/	/	/
		工业废水	200	/	1.1~9.2	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~16	/	/	/
			20.0	20.5	1.0~26	11	7	9
		空白	200	187	0.5~16	8.8	36	57
			900	869	0.1~6.9	6.6	108	189
8	田夫式	地表水	50.0	/	2.2~14	/	/	/
0	甲萘威	地下水	30.0	/	1.8~22	/	/	/
		生活污水	30.0	/	0.8~22	/	/	/
		工业废水	200	/	0.9~18	/	/	/
		工业废水	900	/	0.8~19	/	/	/
			20.0	19.9	0.9~15	9.1	4	6
9	异丙威	空白	200	194	0.7~4.4	4.6	14	28
			900	874	0.1~6.2	4.3	83	129

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	总均值	实验室内相对标准偏差(%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 (µg/L)	再现性限 (μg/L)
		地表水	50.0	/	0.8~6.8	/	/	/
		地下水	30.0	/	1.5~11	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.1~11	/	/	/
		海水	30.0	/	1.2~15	/	/	/
		工业废水	200	/	1.0~7.4	/	/	/
		工业废水	900	/	1.0~23	/	/	/
			20.0	19.5	0.4~14	4.2	4	4
	仲丁威	空白	200	188	0.5~8.1	8.9	22	51
			900	870	0.1~6.7	4.8	92	143
10		地表水	50.0	/	2.1~11	/	/	/
10		地下水	30.0	/	1.7~11	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.3~11	/	/	/
		工业废水	/	/	4.3~17	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~19	/	/	/
			20.0	19.6	0.9~25	14	6	9
		空白	200	186	1.5~27	8.7	33	54
			900	844	0.1~12	7.9	136	225
11	   灭虫威	地表水	50.0	/	1.6~7.5	/	/	/
11	八宝网	地下水	30.0	/	1.7~10	/	/	/
		生活污水	30.0	/	1.4~10	/	/	/
		工业废水	200	/	1.0~12	/	/	/
		工业废水	900	/	0.6~15	/	/	/

表B. 2 固相萃取法精密度汇总表

					ما ا حرامت ا	ما در کے موجی		
序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	总均值	实验室内相对标准偏差(%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 (μg/L)	再现性限 (μg/L)
			0.04	0.04	6.6~11	13	0.01	0.02
		空白	0.50	0.52	2.1~9.9	17	0.10	0.27
			4.50	4.05	1.2~16	17	0.79	2.04
		地表水	0.05	/	2.0~13	/	/	/
1	涕灭威亚砜	地下水	0.05	/	1.8~22	/	/	/
		生活污水	0.20	/	4.3~19	/	/	/
		海水	0.20	/	2.2~17	/	/	/
		工业废水	0.20	/	3.6~18	/	/	/
		工业废水	2.00	/	1.9~8.0	/	/	/
			0.04	0.04	4.2~12	15	0.01	0.02
		空白	0.50	0.50	1.9~14	17	0.12	0.26
	涕灭威砜		4.50	4.12	1.3~17	21	0.79	2.47
		地表水	0.05	/	1.4~10	/	/	/
2		地下水	0.05	/	1.4~10	/	/	/
		生活污水	0.20	/	1.8~19	/	/	/
		海水	0.20	/	2.8~23	/	/	/
		工业废水	0.20	/	3.5~21	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.3~14	/	/	/
		空白	0.04	0.04	6.0~10	6.2	0.01	0.01
			0.50	0.48	1.5~17	16	0.10	0.23
				4.50	4.29	0.6~11	17	0.82
		地表水	0.05	/	3.1~14	/	/	/
3	灭多威	地下水	0.05	/	2.4~19	/	/	/
		生活污水	0.20	/	3.0~12	/	/	/
		海水	0.20	/	2.3~17	/	/	/
		工业废水	0.20	/	2.3~17	/	/	/
		工业废水	2.00	/	3.1~7.9	/	/	/
			0.04	0.04	3.9~9.4	8.0	0.01	0.01
		空白	0.50	0.50	1.4~17	16	0.12	0.25
			4.50	4.19	1.3~7.1	21	0.63	2.50
4	3-羟基克百威	地表水	0.05	/	4.5~22	/	/	/
		地下水	0.05	/	4.1~22	/	/	/
		生活污水	0.20	/	2.8~13	/	/	/
		海水	0.20	/	2.3~21	/	/	/

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	总均值	实验室内相对标准偏差(%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 (μg/L)	再现性限 (µg/L)		
		工业废水	0.20	/	1.6~22	/	/	/		
		工业废水	2.00	/	2.6~11	/	/	/		
			0.04	0.04	7.0~12	6.8	0.01	0.01		
		空白	0.50	0.47	1.5~16	18	0.10	0.25		
			4.50	3.95	1.7~15	16	0.93	1.97		
		地表水	0.05	/	4.2~19	/	/	/		
5	涕灭威	地下水	0.05	/	2.0~14	/	/	/		
		生活污水	0.20	/	1.6~14	/	/	/		
		海水	0.20	/	2.3~19	/	/	/		
		工业废水	0.20	/	1.6~19	/	/	/		
		工业废水	2.00	/	1.7~8.6	/	/	/		
			0.04	0.04	6.2~12	5.9	0.01	0.01		
		空白	0.50	0.48	1.6~25	18	0.15	0.28		
	残杀威		4.50	4.09	1.0~16	18	1.12	2.33		
		地表水	0.05	/	3.1~15	/	/	/		
6		地下水	0.05	/	3.2~11	/	/	/		
		生活污水	0.20	/	2.1~12	/	/	/		
		海水	0.20	/	2.3~20	/	/	/		
		工业废水	0.20	/	2.5~20	/	/	/		
		工业废水	2.00	/	2.2~8.1	/	/	/		
			0.04	0.04	5.4~9.3	6.0	0.01	0.01		
		空白	0.50	0.48	1.9~23	18	0.13	0.27		
					4.50	4.10	1.4~17	17	1.05	2.17
		地表水	0.05	/	5.4~14	/	/	/		
7	克百威	地下水	0.05	/	3.8~14	/	/	/		
		生活污水	0.20	/	3.2~12	/	/	/		
		海水	0.20	/	4.7~15	/	/	/		
		工业废水	0.20	/	4.8~15	/	/	/		
		工业废水	2.00	/	2.8~11	/	/	/		
			0.04	0.04	3.4~9.9	9.0	0.01	0.01		
		空白	0.50	0.48	1.4~14	13	0.10	0.20		
	4- #		4.50	4.21	1.3~23	15	1.25	2.13		
8	甲萘威	地表水	0.05	/	3.3~14	/	/	/		
		地下水	0.05	/	6.0~15	/	/	/		
		生活污水	0.20	/	4.0~11	/	/	/		

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/L)	总均值	实验室内相对标准偏差(%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 (µg/L)	再现性限 (µg/L)
		海水	0.20	/	2.6~25	/	/	/
		工业废水	0.20	/	2.6~25	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.6~11	/	/	/
			0.04	0.04	3.7~9.8	11	0.01	0.02
		空白	0.50	0.48	1.5~15	16	0.12	0.24
			4.50	3.98	1.3~21	9.8	1.50	1.75
		地表水	0.05	/	1.9~16	/	/	/
9	异丙威	地下水	0.05	/	5.0~16	/	/	/
		生活污水	0.20	/	0.6~14	/	/	/
		海水	0.20	/	3.2~15	/	/	/
		工业废水	0.20	/	2.7~15	/	/	/
		工业废水	2.00	/	4.5~12	/	/	/
	仲丁威		0.04	0.04	4.2~11	8.4	0.01	0.01
		空白	0.50	0.46	1.0~20	12	0.11	0.19
			4.50	3.79	1.7~23	8.2	1.51	1.63
		地表水	0.05	/	2.7~20	/	/	/
10		地下水	0.05	/	2.3~21	/	/	/
		生活污水	0.20	/	1.8~13	/	/	/
		海水	0.20	/	0.3~20	/	/	/
		工业废水	/	/	/	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.5~8.2	/	/	/
			0.04	0.04	7.1~10	16	0.01	0.02
		空白	0.50	0.45	1.1~22	10	0.13	0.17
			4.50	3.84	1.9~19	11	1.06	1.52
		地表水	0.05	/	4.5~16	/	/	/
11	灭虫威	地下水	0.05	/	0.9~12	/	/	/
		生活污水	0.20	/	3.3~21	/	/	/
		海水	0.20	/	3.0~14	/	/	/
		工业废水	0.20	/	3.4~8.0	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.8~12	/	/	/

表B. 3 直接进样法正确度汇总表

				直接进样法	
序号	目标化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
			20.0	97.3~118	106±17.0
		空白	200	91.0~124	102±23.0
			900	91.4~103	98.2±7.5
1	N -	地表水	50.0	74.5~118	98.3±32.3
	涕灭威亚砜	地下水	30.0	85.9~121	$101 \pm 26.0$
		生活污水	30.0	90.6~124	$103 \pm 30.0$
		工业废水	200	81.5~113	93.9±22.5
		工业废水	900	75.3~112	98.8±28.1
			20.0	95.0~119	107±21.6
		空白	200	92.6~122	101±22.0
			900	91.5~108	99.7±11.4
•	涕灭威砜	地表水	50.0	85.2~118	99.3±27.4
2		地下水	50.0	92.8~121	102.5±22
		生活污水	30.0	92.4~119	105±24.2
		工业废水	200	84.8~112	97.7±20.6
		工业废水	900	79.7~114	98.3±25.4
			20.0	93.1~118	$102 \pm 17.1$
		空白	200	93.7~101	$97.3 \pm 6.0$
			900	91.9~104	99.3±8.8
2	 	地表水	50.0	97.8~117	$106 \pm 15.5$
3	八多	地下水	50.0	96.4~120	$106 \pm 17.9$
		生活污水	30.0	95.5~119	105.6±22
		工业废水	200	81.2~111	96.7±22.1
		工业废水	900	79.7~114	$98.3 \pm 25.4$
			20.0	96.0~118	$101 \pm 17.3$
		空白	200	72.6~101	91.9±19.9
			900	91.0~103	$97.2 \pm 10.0$
4	3-羟基克百	地表水	50.0	80.6~115	97.3±29.7
4	威	地下水	50.0	70.5~122	$97.3 \pm 33.8$
		生活污水	30.0	86.1~120	$103.3 \pm 24.9$
		工业废水	200	81.7~112	99.9±23.1
		工业废水	900	80.9~116	$101 \pm 25.6$
5	涕灭威	空白	20.0	93.3~114	$104 \pm 16.8$

				直接进样法		
序号	目标化合物	拉口茶型	加标浓度	加标回收率范围	加标回收率最终值	
		样品类型	(µg/L)	(%)	(%)	
			200	86.8~102	94.6±10.9	
			900	87.9~102	$95.3 \pm 10.4$	
		地表水	50.0	95.4~116	106±16.6	
		地下水	50.0	87.1~122	$104 \pm 26.3$	
		生活污水	30.0	87.1~117	$105 \pm 24.3$	
		工业废水	200	81.1~113	$90.4 \pm 22.4$	
		工业废水	900	80.4~111	92.0±22.6	
			20.0	97.8~119	$107 \pm 18.3$	
		空白	200	85.5~102	93.8±11.4	
			900	86.3~103	94.6±12.6	
(	残杀威	地表水	50.0	82.3~117	101±29.3	
6		地下水	50.0	87.2~122	$103 \pm 26.3$	
		生活污水	30.0	88.5~118	104±27.4	
		工业废水	200	88.1~111	99.6±16.4	
		工业废水	900	85.7~115	101±21.3	
			20.0	93.7~118	104±20.8	
		空白	200	75.8~103	$92.2 \pm 19.8$	
			900	83.1~103	$95.2 \pm 14.0$	
7	   克百威	地表水	50.0	82.3~117	$101 \pm 29.3$	
7	上 兄日 <u>网</u>	地下水	50.0	90.9~123	$105 \pm 24.8$	
		生活污水	30.0	83.1~118	$104 \pm 27.5$	
		工业废水	200	85.5~110	$99.4 \pm 17.7$	
		工业废水	900	81.4~115	$98.6 \pm 24.5$	
			20.0	84.6~118	$102\pm23.1$	
		空白	200	81.9~102	$93.3 \pm 16.5$	
			900	85.6~103	$96.6 \pm 12.7$	
0	田茶武	地表水	50.0	77.7~114	$100\pm26.7$	
8	甲萘威	地下水	50.0	75.4~123	97.1±32.4	
		生活污水	30.0	83.7~120	$101 \pm 28.4$	
		工业废水	200	84.7~112	99.5±21.4	
		工业废水	900	82.3~115	99.7±23.9	
			20.0	88.8~114	99.7±18.1	
9	异丙威	空白	200	90.1~102	96.8±8.8	
9		异内威   		900	91.6~101	97.1±8.3
		地表水	50.0	81.5~114	102±25.9	

	目标化合物	直接进样法					
序号		样品类型	加标浓度	加标回收率范围	加标回收率最终值		
			(µg/L)	(%)	(%)		
		地下水	50.0	75.9~123	$102\pm31.3$		
		生活污水	30.0	75.9~118	$102 \pm 30.5$		
		工业废水	200	71.1~111	95.7±27.8		
		工业废水	900	76.2~114	$96.8 \pm 27.8$		
		空白	20.0	93.4~105	97.5±8.6		
			200	80.5~103	$94.1 \pm 16.9$		
	仲丁威		900	89.8~102	96.6±9.3		
10		地表水	50.0	86.9~116	101±19.9		
10		地下水	50.0	79.3~111	98.2±27.9		
		生活污水	30.0	79.3~119	98.2±31.0		
		工业废水	200	72.3~104	93.0±21.7		
		工业废水	900	76.9~114	95.7±24.3		
	灭虫威	空白	20.0	77.4~118	$97.9 \pm 27.0$		
11			200	83.9~105	$93.2 \pm 16.2$		
			900	84.6~102	$93.7 \pm 14.7$		
		地表水	50.0	84.3~119	98.8±22.9		
		地下水	50.0	83.9~117	99.4±22.9		
		生活污水	30.0	91.1~125	101±25.1		
		工业废水	200	82.5~104	92.4±17.2		
		工业废水	900	79.9~114	94.0±23.7		

表B. 4 固相萃取法正确度汇总表

		固相萃取法			
序号	目标化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
			0.04	75.3 ~ 103	83.6±21.4
		空白	0.50	76.7 ~ 129	104±36.0
			4.50	74.7 ~ 119	89.9±30.3
	涕灭威亚砜	地表水	0.05	76.3 ~ 124	98.2±44.3
1		地下水	0.05	80.0 ~ 116	92.4±25.3
		生活污水	0.20	80.4 ~ 121	99.1±35.2
		海水	0.20	76.1 ~ 123	92.2±34.0
		工业废水	0.20	77.8 ~ 123	94.0±43.3
		工业废水	2.00	80.3 ~ 103	92.8±20.0
			0.04	67.0 ~ 103	84.4±25.5
		空白	0.50	80.8 ~ 125	99.2±34.4
			4.50	77.1 ~ 128	91.7±37.2
		地表水	0.05	76.7 ~ 124	98.6±40.6
2	涕灭威砜	地下水	0.05	88.7 ~ 124	98.8±27.3
		生活污水	0.20	75.9 ~ 125	99.7±38.3
		海水	0.20	76.1 ~ 93.3	84.6±12.8
		工业废水	0.20	79.5 ~ 121	94.4±28.7
		工业废水	2.00	81.3 ~ 99.3	87.1±13.5
	灭多威	空白	0.04	75.4 ~ 90.0	83.9±10.8
			0.50	85.2 ~ 124	96.4±30.6
			4.50	81.5 ~ 124	94.6±32.2
		地表水	0.05	78.7 ~ 110	90.1±22.6
3		地下水	0.05	73.3 ~ 104	92.1±21.5
		生活污水	0.20	78.7 ~ 94.2	88.0±10.9
		海水	0.20	73.3 ~ 112	88.3±27.7
		工业废水	0.20	64.6 ~ 89.2	78.8±17.9
		工业废水	2.00	82.6 ~ 99.2	89.6±11.5
4	3-羟基克百威	空白	0.04	77.0 ~ 95.7	86.9±13.9
			0.50	81.0 ~ 124	100±31.9
			4.50	73.3 ~ 124	93.0±38.6
		地表水	0.05	73.0~114	96.1±36.2
		地下水	0.05	69.3 ~ 114	85.1±31.8
		生活污水	0.20	71.9 ~ 129	101.8±45.1
		海水	0.20	80.1 ~ 107	88.7±19.6

		工业废水	0.20	80.1 ~ 127	99.2±36.0
		工业废水	2.00	87.2 ~ 103	
		工业/友小		73.3 ~ 88.6	90.2±12.2
		·	0.04	73.3 ~ 88.0 74.7 ~ 118	78.6±10.6
		空白	0.50		94.2±32.6
		pt + t.	4.50	70.5 ~ 111	87.7±28.1
_	, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	地表水	0.05	79.7 ~ 97.3	88.8±14.3
5	涕灭威	地下水	0.05	75.0~89.3	83.7±12.0
		生活污水	0.20	73.6 ~ 113	94.2±28.7
		海水	0.20	63.8 ~ 104	81.8±29.4
		工业废水	0.20	63.8 ~ 116	81.1±37.2
		工业废水	2.00	79.9 ~ 111	92.0±27.2
			0.04	78.7 ~ 90.7	85.0±9.8
		空白	0.50	74.0 ~ 122	96.5±35.0
			4.50	75.4 ~ 117	90.0±31.8
		地表水	0.05	71.7 ~ 117	93.6±37.6
6	残杀威	地下水	0.05	75.3 ~ 117	90.3±29.6
		生活污水	0.20	78.6 ~ 115	91.8±26.5
		海水	0.20	78.0 ~ 104	87.5±18.8
		工业废水	0.20	78.0~116	90.7±29.9
		工业废水	2.00	82.4 ~ 100	91.6±12.4
			0.04	75.0 ~ 89.1	82.7±10.4
	克百威	空白	0.50	82.0 ~ 126	97.0±35.1
			4.50	76.9 ~ 120	90.8±30.7
		地表水	0.05	76.7 ~ 118	97.0±36.7
7		地下水	0.05	72.7 ~ 110	93.6±24.7
		生活污水	0.20	76.8 ~ 124	96.2±36.8
		海水	0.20	68.0 ~ 95.0	83.7±22.7
		工业废水	0.20	68.0 ~ 124	86.9±39.3
		工业废水	2.00	82.6 ~ 103	92.4±13.2
			0.04	68.7 ~ 88.2	79.3±14.6
		空白	0.50	83.3 ~ 115	95.9±24.8
			4.50	77.5 ~ 117	93.8±28.7
		地表水	0.05	73.0 ~ 116	87.8±32.5
8	甲萘威	地下水	0.05	71.0 ~ 94.7	79.7±19.2
		生活污水	0.20	70.6 ~ 107	93.5±28.3
		海水	0.20	73.5 ~ 94.9	83.9±16.0
		工业废水	0.20	73.5 ~ 124	89.5±37.2
		工业废水	2.00	82.8 ~ 93.2	87.1±8.8
9	异丙威	空白	0.04	71.3 ~ 91.9	82.2±18.7
	i .	1	I.	l .	I

中丁成   中丁成   中丁成   中丁成   中丁成   東京						
地表水				0.50	75.0 ~ 111	94.9±30.2
地下水				4.50	80.2 ~ 101	87.9±16.2
## (Parish			地表水	0.05	76.7 ~ 107.	89.0±22.6
海水			地下水	0.05	72.7 ~ 95.7	82.9±17.2
工业废水       0.20       74.0~99.2       87.8±22.0         工业废水       2.00       81.1~101       90.3±14.4         中丁處       0.04       72.3~89.5       80.4±13.6         空白       0.50       75.7~106       92.3±23.2         4.50       77.7~98.7       85.3±17.2         地表水       0.05       72.0~108       91.7±29.2         地下水       0.05       74.7~96.0       87.8±19.2         生活污水       0.20       75.8~94.5       88.2±15.8         海水       0.20       80.0~104       92.2±17.5         工业废水       2.00       74.3~91.8       81.7±14.2         20       70.43~91.8       81.7±14.2         20       70.04       69.0~108       86.2±27.7         空白       0.50       77.0~103       90.4±19.1         4.50       70.8~97.7       84.8±17.9         地表水       0.05       70.7~119       91.3±35.2         生活污水       0.20       73.5~106       86.0±23.5         海水       0.20       74.3~97.0       84.3±16.3         工业废水       0.20       74.3~122       86.0±36.9			生活污水	0.20	71.3 ~ 101	89.8±21.5
田田			海水	0.20	74.0 ~ 112	90.0±28.1
中丁威			工业废水	0.20	74.0 ~ 99.2	87.8±22.0
中丁威     空白     0.50     75.7~106     92.3±23.2       地表水     0.05     77.7~98.7     85.3±17.2       地表水     0.05     72.0~108     91.7±29.2       地下水     0.05     74.7~96.0     87.8±19.2       生活污水     0.20     75.8~94.5     88.2±15.8       海水     0.20     80.0~104     92.2±17.5       工业废水     2.00     74.3~91.8     81.7±14.2       空白     0.50     77.0~103     90.4±19.1       4.50     70.8~97.7     84.8±17.9       地表水     0.05     73.3~125     94.3±35.7       地下水     0.05     70.7~119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9			工业废水	2.00	81.1 ~ 101	90.3±14.4
中丁威			空白	0.04	72.3 ~ 89.5	80.4±13.6
地表水   0.05   72.0~108   91.7±29.2     地下水   0.05   74.7~96.0   87.8±19.2     生活污水   0.20   75.8~94.5   88.2±15.8     海水   0.20   80.0~104   92.2±17.5     工业废水   2.00   74.3~91.8   81.7±14.2     空白   0.50   77.0~103   90.4±19.1     4.50   70.8~97.7   84.8±17.9     地表水   0.05   73.3~125   94.3±35.7     世下水   0.05   70.7~119   91.3±35.2     生活污水   0.20   74.3~97.0   84.3±16.3     工业废水   0.20   74.3~97.0   84.3±16.3     工业废水   0.20   74.3~122   86.0±36.9				0.50	75.7 ~ 106	92.3±23.2
地下水		仲丁威		4.50	77.7 ~ 98.7	85.3±17.2
世下水 0.05 74.7~96.0 87.8±19.2  生活污水 0.20 75.8~94.5 88.2±15.8  海水 0.20 80.0~104 92.2±17.5  工业废水 2.00 74.3~91.8 81.7±14.2  2.00 77.0~103 86.2±27.7  空白 0.50 77.0~103 90.4±19.1  4.50 70.8~97.7 84.8±17.9  地表水 0.05 73.3~125 94.3±35.7  地下水 0.05 70.7~119 91.3±35.2  生活污水 0.20 73.5~106 86.0±23.5  海水 0.20 74.3~97.0 84.3±16.3  工业废水 0.20 74.3~97.0 84.3±16.3  工业废水 0.20 74.3~122 86.0±36.9	10		地表水	0.05	72.0 ~ 108	91.7±29.2
海水     0.20     80.0~104     92.2±17.5       工业废水     2.00     74.3~91.8     81.7±14.2       0.04     69.0~108     86.2±27.7       空白     0.50     77.0~103     90.4±19.1       4.50     70.8~97.7     84.8±17.9       地表水     0.05     73.3~125     94.3±35.7       地下水     0.05     70.7~119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9	10		地下水	0.05	74.7 ~ 96.0	87.8±19.2
工业废水       2.00       74.3 ~ 91.8       81.7±14.2         0.04       69.0 ~ 108       86.2±27.7         空白       0.50       77.0 ~ 103       90.4±19.1         4.50       70.8 ~ 97.7       84.8±17.9         地表水       0.05       73.3 ~ 125       94.3±35.7         地下水       0.05       70.7 ~ 119       91.3±35.2         生活污水       0.20       73.5 ~ 106       86.0±23.5         海水       0.20       74.3 ~ 97.0       84.3±16.3         工业废水       0.20       74.3 ~ 122       86.0±36.9			生活污水	0.20	75.8 ~ 94.5	88.2±15.8
空白     0.04     69.0~108     86.2±27.7       0.50     77.0~103     90.4±19.1       4.50     70.8~97.7     84.8±17.9       地表水     0.05     73.3~125     94.3±35.7       地下水     0.05     70.7~119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9			海水	0.20	80.0 ~ 104	92.2±17.5
空白     0.50     77.0~103     90.4±19.1       4.50     70.8~97.7     84.8±17.9       地表水     0.05     73.3~125     94.3±35.7       地下水     0.05     70.7~119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9			工业废水	2.00	74.3 ~ 91.8	81.7±14.2
11     灭虫威     4.50     70.8 ~ 97.7     84.8±17.9       地表水     0.05     73.3 ~ 125     94.3±35.7       地下水     0.05     70.7 ~ 119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5 ~ 106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3 ~ 97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3 ~ 122     86.0±36.9		灭虫威	空白	0.04	69.0 ~ 108	86.2±27.7
地表水     0.05     73.3~125     94.3±35.7       地下水     0.05     70.7~119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9				0.50	77.0 ~ 103	90.4±19.1
11     灭虫威     地下水     0.05     70.7~119     91.3±35.2       生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9	11			4.50	70.8 ~ 97.7	84.8±17.9
生活污水     0.20     73.5~106     86.0±23.5       海水     0.20     74.3~97.0     84.3±16.3       工业废水     0.20     74.3~122     86.0±36.9			地表水	0.05	73.3 ~ 125	94.3±35.7
海水 0.20 74.3~97.0 84.3±16.3 工业废水 0.20 74.3~122 86.0±36.9			地下水	0.05	70.7 ~ 119	91.3±35.2
工业废水 0.20 74.3~122 86.0±36.9			生活污水	0.20	73.5 ~ 106	86.0±23.5
			海水	0.20	74.3 ~ 97.0	84.3±16.3
工业废水 2.00 81.1~99.4 89.9±15.7			工业废水	0.20	74.3 ~ 122	86.0±36.9
			工业废水	2.00	81.1 ~ 99.4	89.9±15.7