

附件5

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

《水质 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》标准编制组

二〇二五年七月

项目名称：水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法  
项目统一编号：2014-47

承担单位：湖北省生态环境监测中心站、浙江省生态环境监测中心、海南省  
生态环境监测中心、中国环境科学研究院

编制组主要成员：郭 丽、李爱民、吴 昊、葛红波、孙琴琴、

吴 艳、李旭华、唐 彦、王 璠、唐 琛

生态环境部南京环境科学研究所技术管理负责人：豆叶枝、宋宁慧、李菊颖

环境标准研究所技术管理负责人：裴淑玮、余若祯

生态环境监测司项目管理负责人：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    | 标准制修订的必要性分析          | 3  |
| 2.1  | 酰胺类农药的基本理化性质         | 3  |
| 2.2  | 酰胺类农药的生产使用情况及环境危害    | 4  |
| 2.3  | 相关生态环境标准和生态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  | 国内相关标准分析方法           | 13 |
| 3.3  | 国内外文献报道相关分析方法        | 13 |
| 3.4  | 国内外相关分析方法与本标准的联系     | 18 |
| 4    | 标准制修订的基本原则和技术路线      | 18 |
| 4.1  | 标准制修订的基本原则           | 18 |
| 4.2  | 标准制订的技术路线            | 18 |
| 5    | 方法研究报告               | 21 |
| 5.1  | 方法研究的目标              | 21 |
| 5.2  | 方法原理                 | 22 |
| 5.3  | 试剂和材料                | 22 |
| 5.4  | 仪器和设备                | 23 |
| 5.5  | 样品的采集和保存             | 24 |
| 5.6  | 试样的制备                | 45 |
| 5.7  | 分析步骤                 | 58 |
| 5.8  | 结果计算与表示              | 64 |
| 5.9  | 方法特性参数               | 65 |
| 5.10 | 质量控制和质量保证            | 81 |
| 6    | 方法比对                 | 82 |
| 7    | 方法验证                 | 82 |
| 7.1  | 方法验证方案               | 82 |
| 7.2  | 方法验证过程               | 83 |
| 7.3  | 方法验证结论               | 83 |
| 8    | 与开题报告的差异说明           | 88 |
| 9    | 参考文献                 | 89 |
|      | 附件一 方法验证报告           | 93 |

# 《水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》

## 征求意见稿

### 1 项目背景

#### 1.1 任务来源

2021 年 3 月，生态环境部生态环境监测司印发《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 酰胺类除草剂的测定 气相色谱-质谱法》标准制订任务，项目统一编号为：2014-47，项目承担单位为湖北省生态环境监测中心站，协作单位为浙江省生态环境监测中心、海南省生态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

湖北省生态环境监测中心站接到任务后，于 2021 年 3 月成立了标准编制组，召开了标准制修订工作启动会，明确了项目承担单位和协作单位的职责和分工。

##### 1.2.2 查询文献资料和调研

标准制修订工作启动会后，标准编制组开始查阅国内外相关文献资料，查阅的相关文献主要集中在酰胺类农药的概况、环境危害、国内外相关分析方法和限值标准等方面，调研了气相色谱-质谱法测定酰胺类农药的应用情况，对方法的适用范围和检出限等情况进行分析。

##### 1.2.3 确定标准制修订技术路线

标准编制组按照前期相关文献资料调研的结果，并结合《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关要求，确定了标准制修订的技术路线。

##### 1.2.4 开展方法条件试验研究

2021 年 6 月~2023 年 4 月，标准编制组按照标准制修订的技术路线开展了实验室内条件试验研究，研究内容包括样品采集及保存条件、样品前处理条件、干扰试验、仪器分析测试条件、实验室内方法检出限、测定范围、精密度、正确度等方法特性指标等内容。

##### 1.2.5 编制标准开题论证报告和标准草案

2021 年 12 月~2023 年 7 月，根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）、《生态环境标准管理办法》（生态环境部 部令〔2020〕第 17 号）和《国家生态环境标准制修订工作规则》（国环法规〔2020〕4 号）的相关要求，标准编制组编写完成《水质 酰胺类除草剂的测定 气相色谱-质谱法》标准开题论证报告和标准草案。

##### 1.2.6 召开标准开题论证会

2023年7月11日，生态环境部生态环境监测司组织召开了标准开题论证会，论证委员听取了标准主编单位所作的编制开题论证报告和标准草案的内容介绍，经质询、讨论，形成以下论证意见：

- (1) 标准主编单位提供的材料齐全，内容完整；
- (2) 标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研；
- (3) 标准定位准确，技术路线合理可行。

专家组通过该标准的开题论证，提出的具体修改意见和建议如下：

- (1) 建议标准名称修改为《水质 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》；
- (2) 完善验证方案，注意选择有国产仪器的单位参加验证；
- (3) 完善标准草案中关于条件试验 pH、净化条件、标准溶液的溶剂等内容的表述；
- (4) 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）的相关要求进行标准文本和编制说明的编写。

会后，编制组根据论证会意见，进一步细化了 pH 条件实验等实验室分析环节，在开展方法验证时选择了国产仪器参与验证，补充完善了本项目的验证方案。

#### 1.2.7 方法研究及标准征求意见稿编制

2023年7月~2024年8月，标准编制组根据标准开题论证会专家意见进一步开展了实验室内方法研究。2024年9月~12月完成6家实验室间方法验证，2025年3月在生态环境监测标准管理平台上提交了《水质 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》标准征求意见稿和编制说明。

#### 1.2.8 征求意见稿技术审查会前函审

2025年4月16日，技术支持单位反馈了会前函审专家的意见，函审意见主要包括：

（一）标准文本：完善采样和保存部分内容、样品的萃取液是否净化部分的表述、对样品中悬浮物的处理方法、增加标准谱图信息等。

（二）编制说明：完善标准制修订的原则、目标化合物选择依据、试剂材料的说明等部分内容，补充参考文献角标，补充方法验证使用标准物质的品牌、浓度等信息。

标准编制组根据专家意见认真修改完善标准征求意见稿及编制说明。2025年4月29日，在生态环境监测标准管理平台上提交了《水质 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》标准征求意见稿和编制说明修改版。

#### 1.2.9 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 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》标准征求意见稿技术审查会（视频会）。专家组听取了标准编制单位所作的标准征求意见稿和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，形成以下审查意见：

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整、格式规范；
- 二、标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研；
- 三、标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容较完善。

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、标准文本中修改完善样品制备的萃取与净化的内容、仪器质谱条件的表述，可去掉 7.2 仪器性能检查；

2、按照标准文本修改内容同步修改完善编制说明中相应内容；

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。

会后，标准编制组根据专家意见，逐条对标准文本进行了修改完善。修改完善试样的制备部分萃取与净化的表述、完善仪器质谱条件部分内容，去掉仪器性能检查部分、修改结果计算部分表述等内容。在编制说明中相应部分进行修改完善，进一步补充了悬浮物影响实验、工业废水实际样品方法适用性检验、标准和样品保存时间等条件实验的具体数据等。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）的技术要求，对标准文本和编制说明进行了修改。

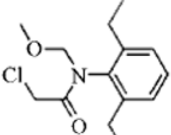
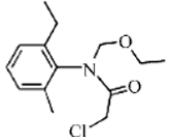
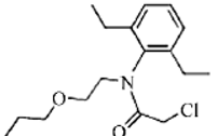
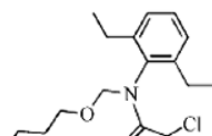
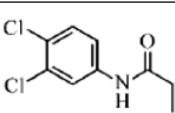
## 2 标准制修订的必要性分析

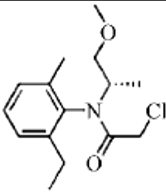
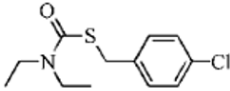
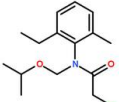
### 2.1 酰胺类农药的基本理化性质

酰胺类化合物是指氨或胺的氮原子上的氢被酰基取代后生成的化合物，其氮原子采取  $sp^2$  杂化，孤对电子所在的  $p$  轨道和羰基形成  $p-\pi$  共轭，使得酰胺类化合物中的电子云密度和键长趋于平均化，也使 C-N 单键的旋转受阻，C、N 以及与 C、N 相连的 4 个原子均处在同一平面上。酰胺的这种平面构型在很大程度上影响着酰胺的理化性质和空间结构，常见的酰胺类农药理化性质见表 2.1-1。

水解是酰胺类农药在土壤中的主要降解反应，通过土壤微生物含有的酰基胺酶使酰胺类农药水解形成苯胺和脂族，脂族作为基质被微生物利用，而苯胺有时能直接形成缩合产物，如敌稗在土壤中水解产生二氯苯胺缩合形成 3,3,4,4-四氯偶氮苯<sup>[1]</sup>。

表 2.1-1 常见酰胺类农药理化性质一览表

| 序号 | 中文名称 | 英文名称         | CAS No.    | 结构式                                                                                 | 理化性质                                                                             |
|----|------|--------------|------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| 1  | 甲草胺  | Alachlor     | 15972-60-8 |  | 纯品乳白色结晶，熔点 39.5 °C ~ 41.5 °C，沸点 100 °C，水溶性（23 °C）：240 mg/L，可溶于丙酮、苯、乙醇、乙酸乙酯等有机溶剂。 |
| 2  | 乙草胺  | Acetochlor   | 34256-82-1 |  | 原药为淡黄色至紫色液体，不易挥发，沸点 391.5 °C，不溶于水，易溶于有机溶剂。                                       |
| 3  | 丙草胺  | Pretilachlor | 51218-49-6 |  | 纯品为无色液体，沸点 135 °C，水溶性（20 °C）：50 mg/L，易溶于大多数有机溶剂。                                 |
| 4  | 丁草胺  | Butachlor    | 23184-66-9 |  | 纯品为淡黄色油状液体，沸点 196 °C，难溶于水，可与丙酮、苯、乙醇、乙酸乙酯、己烷等互溶。                                  |
| 5  | 敌稗   | Propanil     | 709-98-8   |  | 纯品为白色针状结晶，熔点 91 °C ~ 92 °C，沸点 369.9 °C，水溶性（25 °C）：130 mg/L，能溶于二氯甲烷、丙酮、苯等有机溶剂，对酸、 |

| 序号 | 中文名称  | 英文名称         | CAS No.    | 结构式                                                                               | 理化性质                                                            |
|----|-------|--------------|------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
|    |       |              |            |                                                                                   | 碱不稳定，在土壤中易分解。                                                   |
| 6  | 异丙甲草胺 | Metolachlor  | 51218-45-2 |  | 纯品为无色液体，沸点 100 ℃，水溶性（20 ℃）：530 mg/L，可与大多数有机溶剂互溶，常温贮存稳定期 2 a 以上。 |
| 7  | 杀草丹   | Thiobencarb  | 28249-77-6 |  | 淡黄色液体，熔点 3.3 ℃，沸点 126 ℃~129℃，水溶性（20 ℃）：30 mg/L，能溶于大部分有机溶剂。      |
| 8  | 异丙草胺  | Propisochlor | 86763-47-5 |  | 淡棕色至紫色油状液体，熔点 21.6 ℃，沸点 399.3 ℃，水溶性（25 ℃）：184 mg/L，能溶于大部分有机溶剂。  |

## 2.2 酰胺类农药的生产使用情况及环境危害

酰胺类农药是目前国际上大量使用的除草剂之一，孟山都（Monsanto）公司于 1956 年成功开发此类除草剂的第 1 个品种-旱田除草剂二丙烯草胺。此后，酰胺类农药有较大的发展，陆续开发出一系列品种。目前，酰胺类农药已商品化的品种至少有 53 个，氯代乙酰胺类占据主导地位，其中，甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺等得到市场广泛认同。全球销售量最大的酰胺类农药品种有 3 种，分别是乙草胺、丁草胺和甲草胺，占该类除草剂总产量的 96%<sup>[2]</sup>。我国上世纪 70 年代在黑龙江省首先引进甲草胺，其后是异丙草胺。80 年代随着乙草胺国产化以及药效、成本等因素影响，在我国的酰胺类农药市场中，乙草胺占据了绝对优势的份额，丁草胺、甲草胺在相应的应用范围和地域拥有一定的市场，国内酰胺类农药生产主要集中在甲草胺、乙草胺、丁草胺、丙草胺、异丙草胺、异丙甲草胺和克草胺。

国内酰胺类农药生产工业的发展可分为四个阶段：第一阶段在 20 世纪中期，酰胺类农药问世，国内属于进口依赖阶段；第二阶段在 20 世纪 80 年代初，国家主要扶持 25 个独立生产和进口并存的农药建设项目，1989 年开始在我国使用乙草胺；第三阶段在 2000 年后，农药出口超过进口，发展迅速，国内农药生产供应过剩，属于过度发展阶段；第四阶段在 2010 年后，随着我国对工业生产环境保护要求的提高，清洁生产在农药工业中的重要性尤为突出，大批不合规合法农药企业关停，酰胺类农药生产工业进入规模化、集中化、高效化阶段。国内酰胺类农药原药产量见图 2.2-1，由图 2.2-1 可知国内酰胺类农药原药产量 2006 年（3.94 万 t）至 2014 年（10.05 万 t）产量逐年上升，年均增长率为 14.12%，其中 2007 年增长率达到最大，为 71.32%。“十二五”以来，环境保护要求提高，企业的环保设施和自动化设备投资增加，加上能源、交通和原材料价格的上涨，都导致企业工业化生产酰胺类农药的投入成本提高，因而 2013 年后，酰胺类农药年增长率不断下降。2014 年国内环境保护要求进一步提高，酰胺类农药生产国内市场竞争日趋激烈，导致增速明显放缓。2015 年~2016 年，步入“十三五”，国家对生态文明建设和环境保护更加重视，采取更加有力的措施推进绿色发展、循环发展、低碳发展，农药企业在环保治理上的投入不断增多，不少落后企业限产停产。2018 年国内生产酰胺类农药设计生产能力超过 10 万 t，经市场调研酰胺类农药产量过剩，各类酰胺类农药产量出现下降趋势。

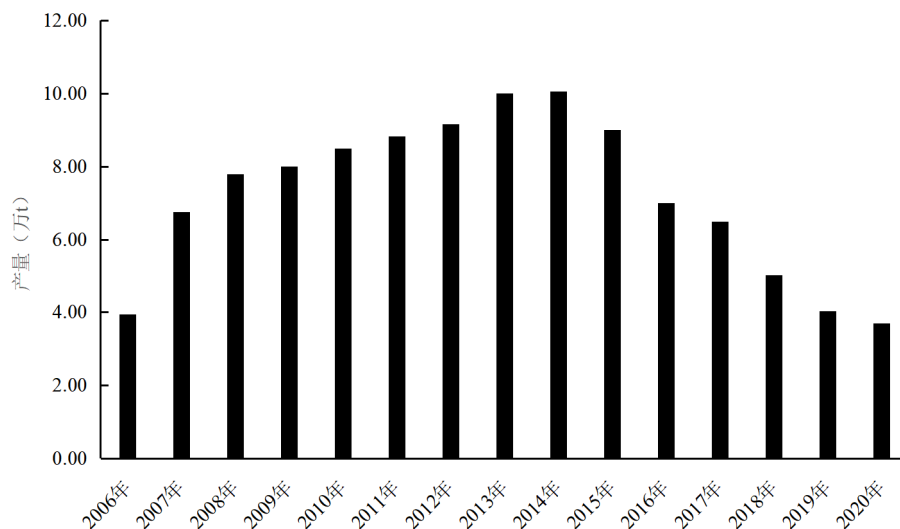


图 2.2-1 国内酰胺类农药原药产量（数据来自中国农药网）

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

虽然使用酰胺类农药可以带来很大的经济利益，但是也会引发一系列的问题。使用后会 对作物产生隐性药害，在使用量过大、或使用后遭遇持续低温高湿天气时，会严重影响到作物的生长。在施药后容易通过渗漏转移到地表水和浅层地下水中，进而被土壤和沉积物吸附。未起作用的酰胺类农药也会挥发进入空气中，对空气造成污染。有研究表明，大量的农药施用于农田后，只有大约 1% 发挥药效，其余的或残留于土壤，或通过地表径流进入水体，造成环境污染，带来潜在的生态危害。此外，酰胺类农药具有较强的水溶性和较低的土壤吸附能力，在施用后容易转移到地表水和浅层地下水中，进而污染水源，直接威胁人类健康<sup>[3]</sup>。

酰胺类农药对人体造成的急性毒性：轻度中毒表现为头晕、头痛、恶心、口唇轻度紫绀；中度中毒除轻度中毒症状外，伴有呕吐、躁动，口唇及四肢末梢明显紫绀，双侧瞳孔对光反射迟钝；重度中毒可造成患者昏迷，大小便失禁，双侧瞳孔对光反射迟钝或消失，口唇、皮肤重度紫绀，两肺底湿啰音，心率增快。敌稗在哺乳动物体内经水解产生 3,4-二氯苯胺，可引起高铁血红蛋白（MHb）血症，高铁血红蛋白的三价铁离子能与羟基牢固结合，从而使血红蛋白失去携氧功能，造成组织缺氧，致心、肝、肾脏器受损。乙草胺和丁草胺具有弱的基因毒性，能够引起人类淋巴细胞的姐妹染色单体的交换。乙草胺已被美国环保局定为 B-2 类致癌物<sup>[4]</sup>。大鼠体内实验研究表明，酰胺类农药通过一系列酶反应会生成具有致癌作用的二烷基胍亚胺。2011 年，欧盟食品安全局对敌稗进行了风险评估，涉及哺乳动物毒性、水生生物毒性、底栖生物毒性、环境行为等<sup>[5]</sup>。在反复剂量暴露的研究中，观察到血液学参数的变化；导致色素沉积在脾脏和肾脏，并影响肝脏；基于对大鼠睾丸间质细胞瘤发生率的增加和小鼠的多个器官淋巴瘤的发病率增加，专家们一致建议敌稗分类为致癌 3 类；敌稗的代谢产物 3,4-二氯苯胺有着更高的急

性毒性；敌稗和它的相关代谢产物，对水生生物毒性风险是高的。2009 年 10 月，美国农药环境行为与影响研究室（Environment Fate and Effects Division Office of Pesticide Programs）的 Christima Wendel 等人撰写的“Risks of Propanil Use to Federally Threatened California Red-legged Frog”《敌稗的使用对加利福尼亚红腿蛙的风险》一文中指出：对农作物喷洒敌稗而造成的影响很可能是不可逆的，且使用敌稗这种农药最直接的影响则是改变濒危物种的栖息地。

目前，我国酰胺类农药的环境污染已经有所显现，研究表明在部分水域和土壤中均存在污染。太湖流域属于我国粮食发达地区以及经济产业链重要一环，在该地区流域中农药使用较为密集，污染情况严重，其中便包括乙草胺、异丙甲草胺等酰胺类农药<sup>[5]</sup>。乙草胺与异丙甲草胺属于广泛使用中的酰胺类芽前除草剂，同时具备水溶性、易迁移转化性、土壤吸附常数低，故可通过土壤渗透进入地下水或地表水进而造成污染。陈晓等人调查了望虞河西岸九里河中乙草胺等 4 种除草剂的污染现状，发现水体中乙草胺和异丙甲草胺有检出，质量浓度分别为未检出至 0.0260  $\mu\text{g/L}$  和未检出至 0.094  $\mu\text{g/L}$ <sup>[6]</sup>。孙秀梅等人研究淡水养殖环境中除草剂类的残留进行采集测试与风险分析，检测到丙草胺存在于底泥中，其质量浓度为 5.74  $\mu\text{g/kg}$ ，量虽不多，但长期残留对于水生生物与人体具有潜在危害<sup>[7]</sup>。乔丹等人在山东沿海贝类中检测除草剂污染特征并进行分析，在 33 种贝类中检测出了 5 种除草剂的残留，其中包括异丙甲草胺、乙草胺等酰胺类农药，残留量分别为 2.06  $\mu\text{g/kg}$ ~4.89  $\mu\text{g/kg}$  和 2.21  $\mu\text{g/kg}$ ~9.19  $\mu\text{g/kg}$ ，检出率达 69.7%，且农业工业地区的沿海贝类中所含除草剂量较高<sup>[8]</sup>。酰胺类农药使用面积随着发展逐渐扩大，刘铮铮研究表明，在使用过量以及高湿度低温情况下影响作物生长，且由于其强水溶性与较低的土壤吸附常数，渗漏至地下水等水体。其中乙草胺与丁草胺具有基因毒性，引起人类淋巴细胞中的染色体交换与不正常情况<sup>[9]</sup>。同时，酰胺类在环境中以各种形式发生迁移转化，影响环境与健康自身。杨红对乙草胺与其他酰胺类农药研究发现，其在环境中具有降解以及迁移转化，包括水解、光解、降解、吸附等一系列迁移性<sup>[10]</sup>。

## 2.3 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要

### 2.3.1 生态环境标准对酰胺类农药的监测要求

1996 年，美国环保局(United States Environmental Protection Agency, US EPA)颁布的旨在保护人体健康和生态受体安全的《土壤筛选导则》（Soil Screening Guidance, SSG）中规定了乙草胺、敌稗和杀草丹的基于地下水保护的土壤筛选限值分别为 0.58  $\text{mg/kg}$ 、0.10  $\text{mg/kg}$  和 1.3  $\text{mg/kg}$ <sup>[11]</sup>。美国环保局 2015 年制订的《饮用水水质标准》（Water Quality Standards）中规定饮用水中甲草胺的浓度应低于 0.002  $\text{mg/L}$ <sup>[12]</sup>。世界卫生组织(World Health Organization, WHO)制订的《饮用水水质准则：第 4 版》(Guidelines for Drinking-water Quality) 中规定饮用水中丙草胺浓度应低于 0.01  $\text{mg/L}$ <sup>[13]</sup>。日本环境省(Ministry of the Environment)1971 年 12 月颁布的环境局通告第 59 号法，即日本的《地表水环境质量标准》(Environmental Quality Standards for Surface Water) 中规定了杀草丹的饮用水标准限值为 0.02  $\text{mg/L}$ <sup>[14]</sup>。我国《农药工业水污染物排放标准》（GB 21523—2024）也将酰胺类农药（甲草胺、乙草胺、丁草胺、丙草胺、异丙草胺及异丙甲草胺等）纳入到管控范畴之中<sup>[15]</sup>。

2022 年 3 月发布的《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）中新增了乙草胺的限值管控要求，其标准限值为 0.02  $\text{mg/L}$ <sup>[16]</sup>。

此外，我国《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763-2021）中也规定了谷物、油料和油脂、蔬菜、水果、糖料等食品中甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺杀草丹、敌稗、异丙甲草胺、异丙草胺等 8 种酰胺类农药的最高残留限量<sup>[17]</sup>。

表 2.3-1 国内外酰胺类农药相关标准汇总<sup>[11-17]</sup>

| 序号 | 标准名称                                                                                              | 目标化合物                       | 限值要求                                       | 备注                   |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|--------------------------------------------|----------------------|
| 1  | （Soil Screening Guidance,SSG）<br>（美国 EPA，1996 年）<br>《土壤筛选导则》                                      | 乙草胺、敌稗、杀草丹                  | 乙草胺 0.58 mg/kg；敌稗 0.10 mg/kg；杀草丹 1.3 mg/kg | 基于地下水保护的土壤筛选限值       |
| 2  | （Water Quality Standards, US EPA, 2015）<br>《饮用水水质标准》                                              | 甲草胺                         | 甲草胺低于 0.002 mg/L                           | 饮用水限值                |
| 3  | （Guidelines for Drinking-water Quality, WHO）<br>《饮用水水质准则》                                         | 丙草胺                         | 丙草胺低于 0.01 mg/L                            | 饮用水限值                |
| 4  | （Environmental Quality Standards for Surface Water）（日本环境省 1971 年 12 月环境局通告第 59 号法）<br>《地表水环境质量标准》 | 杀草丹                         | 杀草丹 0.02 mg/L                              | 饮用水限值                |
| 5  | 《酰胺类农药工业水污染排放标准》（征求意见稿，2007 年）                                                                    | 甲草胺、乙草胺、丁草胺                 | 排放限值均为 0.15 mg/L                           | 生产车间或设备废水排放口         |
| 6  | 《农药工业水污染物排放标准》（GB 21523—2024）                                                                     | 甲草胺、乙草胺、丁草胺、丙草胺、异丙草胺及异丙甲草胺  | 单位产品基准排水量为 30 m³/t                         | /                    |
| 7  | 《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763-2021）                                                              | 甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺杀草丹、敌稗、异丙甲草胺 | 0.05～2.0 mg/kg                             | 谷物、油料和油脂、蔬菜、水果、糖料等食品 |
| 8  | 《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）                                                                         | 乙草胺                         | 0.02 mg/L                                  | 生活饮用水                |

### 2.3.2 生态环境管理重点工作涉及的酰胺类农药监测要求

目前我国地表水、地下水中均无对酰胺类农药的限值管控要求，《污水综合排放标准》（GB 8978-1996）<sup>[18]</sup>中，将丁草胺列入除草剂行业的管控要求中，2024 年发布的《农药工业水污染物排放标准》（GB 21523—2024）<sup>[15]</sup>也将甲草胺、乙草胺、丁草胺、丙草胺、异丙草胺及异丙甲草胺等酰胺类农药纳入管控范畴中。2022 年 3 月发布的《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）<sup>[16]</sup>新增了乙草胺的限值管控要求，其标准限值为 0.02 mg/L。

此外，《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 15618-2018）和《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）中均没有对酰胺类农药管控要求，我国也尚无酰胺类农药的土壤环境质量标准，但土壤中酰胺类农药的监测分析方法标准《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 1053-2019）作为储备标准方法已发布<sup>[19]</sup>，为规范酰胺类农药的使用、监管控制水质、土壤等各类环境介质中酰胺类农药的污染，更好的摸清各类环境介质中酰胺类农药的污染状况，水质中酰胺类农药的标准监测分析方法亟待建立。该监测分析方法标准

的建立也有利于完善水环境质量标准体系，对于贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障社会和经济展，维护人体健康，有着重要的作用和实际应用价值。

### 3 国内外相关分析方法研究

#### 3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

通过前期调研发现，美国 EPA 中涉及酰胺类农药的分析方法相对较多，国际标准化组织（the International Organization for Standardization, ISO）、日本工业标准（Japanese Industrial Standards, JIS）和欧盟（European Union, EU）等相关分析方法较少，比如 EU 并不指定或限定针对农药残留的分析方法，只要是经过验证的方法都可以采用。

##### 3.1.1 美国

美国 EPA 建立了较多的分析方法，如 EPA Method 645、EPA Method 525.2、EPA Method 505、EPA Method 507、EPA Method 525.1、EPA Method 632.1、EPA Method 508.1、EPA Method 551.1 及 EPA Method 8085，但这些方法中并没有专门针对酰胺类农药的，方法中均涉及许多其他农药或环境污染物，且部分方法颁布时间较早，大部分用到的仪器测定方法是 GC-MS，样品的提取方式主要涉及液液萃取和固相萃取，其提取方式和仪器分析方法都可参考<sup>[20-28]</sup>。

##### 3.1.2 日本

###### 3.1.2.1 环境省 1971 年标准

1971 年 12 月，日本环境省（Ministry of the Environment）颁布了环境局通告第 59 号法，即日本的 Environmental Quality Standards for Surface Water（《地表水环境质量标准》）<sup>[14]</sup>，其中规定了杀草丹的标准限值为 0.02 mg/L，分析方法参照该标准的附录 5，采用液液萃取或固相萃取-弗罗里土柱或硅胶柱净化-气相色谱质谱（方法一）或气相色谱法（方法二）测定水体中杀草丹。具体方法如下：

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

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

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

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

###### 3.1.2.2 厚生劳动省 2005 年标准

2005 年 11 月，日本厚生劳动省医药食品局食品安全部颁布了 *Methods for Determination of Agricultural Chemical Residues in Foods*（《食品中农业化学品残留检测方法》）<sup>[29]</sup>，用于食品、饲料添加剂和兽药中有机氯类、三嗪类、酰胺类等残留农药的分析。

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

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

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

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

### 3.1.3 其他国家、地区及国际组织相关分析方法

2007 年，美国分析化学家协会（Association of Official Analytical Chemists）发布了 *Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate*（AOAC Official Method 2007.01）（《食品中农药残留量的测定方法》）<sup>[30]</sup>。该标准的适用范围为葡萄、莴苣和桔子中阿特拉津、联苯菊酯、百菌清、敌敌畏、利谷隆、敌稗等农药的测定。方法原理为样品经乙腈提取后，利用 QuEChERS 净化（PSA+Mg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>），GC-MS 或 LC/MS/MS 测定，检出限为 0.01 mg/kg。虽然上述方法针对的是食品，适用范围稍有不同且检测仪器也不一致，但是其中提到的净化方法仍然可以借鉴。

2008 年 12 月，英国标准政策与策略委员会（Authority of the Standards Policy and Strategy Committee）颁布了 BS EN 15662-2008: *Foods of plant origin-Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE-QuEChERS-method*（《植物源食品中农药残留量的测定 分散式固相净化-QuEChERS 气相色谱质谱/液相色谱串联质谱法》）<sup>[31]</sup>。该方法适用于水果、蔬菜、谷物及由植物加工而成的食品中农药的测定，原理与上一方法类似，其中不同点在于：此方法中 QuEChERS 净化的填料不仅有 PSA（乙二胺-N-丙基），还新增 GCB（石墨化炭黑）和 C<sub>18</sub>两种填料的净化剂。该方法在净化过程中根据基质不同而选取不同的净化剂，PSA 可去除 90%以上的脂肪酸和 40%左右的色素，GCB 可去除 90%以上的色素，但对脂肪酸的净化能力只有 10%左右，C<sub>18</sub>属于反相吸附剂，可以除去脂类、花青素、蜡类等非极性干扰物质。该方法对于部分水体的净化有一定的参考价值。

表 3.1-1 国外酰胺类农药相关标准分析方法<sup>[20-31]</sup>

| 序号 | 标准号                                           | 标准名称                                                                                                                                                                      | 介质      | 目标化合物              | 提取                    | 净化                                  | 检测仪器   | 色谱柱                  | 方法检出限                                                        |
|----|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|--------------------|-----------------------|-------------------------------------|--------|----------------------|--------------------------------------------------------------|
| 1  | US EPA<br>EN-CAS<br>Method<br>NO.ENC-4/<br>90 | Analytical Method for the Determination of Propanil and Free 3,4-Dichloroaniline in soil Using Capillary Gas Chromatography (土壤敌稗的测定 气相色谱法)                               | 土壤      | 敌稗                 | 丙酮-甲苯 (1+1)<br>振荡提取   | C <sub>18</sub> Mega Bond<br>Elut 柱 | GC-NPD | DB-17 或<br>DB-1701 柱 | 0.01 mg/kg                                                   |
| 2  | EPA<br>Method 645<br>(1993)                   | Determination of Certain Amine Pesticides and Ethane in Municipal and Industrial Effluents Using Gas Chromatography (城市和工业废水中某些胺类农药和乙烷的测定 气相色谱法)                          | 城市和工业废水 | 甲草胺、丁草胺等           | 二氯甲烷                  | Florisil 小柱, 丙酮-正己烷 (1+9)<br>洗脱     | GC-NPD | DB-17/DB-17<br>01    | /                                                            |
| 3  | EPA<br>Method<br>525.1<br>(1995)              | Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry (液固萃取-毛细管柱气相色谱/质谱法测定饮用水中的有机化合物) | 饮用水     | 甲草胺、丁草胺、<br>异丙甲草胺等 | C <sub>18</sub> 固相萃取盘 | Silica 小柱, 二氯<br>甲烷洗脱               | GC-MS  | DB-5MS 或等<br>效柱      | 甲草胺<br>0.044 µg/L<br>丁草胺<br>0.025 µg/L<br>异丙草胺<br>0.074 µg/L |
| 4  | EPA<br>Method 505<br>(1989)                   | Analysis of Organohalide Pesticides and Commercial Polychlorinated Biphenyl Products in Water by Microextraction and Gas Chromatography (微萃取气相色谱法分析水中有机卤化物农药和商业多氯联苯产品)    | 水质      | 甲草胺等               | 微波萃取, 己烷              | /                                   | GC-MS  | DB-1 或等效<br>柱        | 甲草胺<br>0.225 µg/L                                            |
| 5  | EPA<br>Method<br>525.2<br>(1991)              | Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry (液固萃取-毛细管气相色谱质谱法测定饮用水中有机物)      | 饮用水     | 甲草胺等               | C <sub>18</sub> 固相萃取盘 | /                                   | GC-MS  | DB-5MS 或等<br>效柱      | 甲草胺<br>0.16 µg/L                                             |
| 6  | EPA<br>Method<br>508.1<br>(1995)              | Determination of Chlorinated Pesticides, Herbicides, and Organohalides by Liquid-Solid Extraction and Electron Capture Gas                                                | 饮用水和地下水 | 甲草胺、丙草胺等           | C <sub>18</sub> 固相萃取盘 | /                                   | GC-ECD | DB-5 或等效<br>柱        | 甲草胺<br>0.093 µg/L<br>异丙甲草胺<br>0.012 µg/L                     |

| 序号 | 标准号                     | 标准名称                                                                                                                                                                                                            | 介质            | 目标化合物          | 提取                                                                                    | 净化                    | 检测仪器                | 色谱柱                | 方法检出限                                                      |
|----|-------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|----------------|---------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|---------------------|--------------------|------------------------------------------------------------|
|    |                         | Chromatography (液-固萃取-气相色谱法 (ECD) 测定氯化农药、除草剂和有机卤化物)                                                                                                                                                             |               |                |                                                                                       |                       |                     |                    |                                                            |
| 7  | EPA Method 507 (1995)   | Determination of Nitrogen and Phosphorus Containing Pesticides in Water by Gas Chromatography with a Nitrogen-Phosphorus Detector (气相色谱氮磷检测器测定水中含氮及含磷农药)                                                        | 水质            | 甲草胺、丁草胺、异丙甲草胺等 | 二氯甲烷                                                                                  | /                     | GC-NPD              | DB-5 或等效柱          | 甲草胺<br>0.14 µg/L<br>丁草胺<br>0.12 µg/L<br>异丙甲草胺<br>0.19 µg/L |
| 8  | EPA Method 632.1 (1993) | Determination of Carbamate and Amide Pesticides in Municipal and Industrial Wastewater by Liquid Chromatography (城市和工业废水中氨基甲酸酯和酰胺类农药的测定 液相色谱法)                                                                  | 城市和工业废水       | 敌稗等            | 二氯甲烷                                                                                  | /                     | HPLC-UV             | C <sub>18</sub> 柱  | 0.01 µg/L                                                  |
| 9  | EPA Method 551.1 (1995) | Determination of Chlorination Disinfection Byproducts, Chlorinated Solvents, and Halogenated Pesticides/Herbicides in Drinking Water by Electron-Capture Detection (液液萃取-气相色谱电子捕获测定饮用水中氯化消毒副产物、含氯溶剂和卤化物杀虫剂/除草剂) | 饮用水、水源水和洁净地表水 | 甲草胺、丙草胺、异丙甲草胺等 | 液液萃取, 甲基叔丁基醚、戊烷                                                                       | /                     | GC-ECD              | DB-1 和 Rtx-1701 双柱 | 甲草胺<br>0.025 µg/L<br>异丙草胺<br>0.024 µg/L                    |
| 10 | EPA Method 8085 (2007)  | Compound-independent Elemental Quantitation of Pesticides by Gas Chromatography with Atomic Emission Detection (气相色谱-原子发射检测器 (GC-AED) 定量测定农药中化合物独立元素)                                                           | 液体、固体         | 甲草胺等           | 液体样品: 二氯甲烷液液萃取 (EPA 3510、EPA 3520) 等<br>固体样品: EPA3500 系列, 正己烷-丙酮 (1+1) 或二氯甲烷-丙酮 (1+1) | /                     | GC-AED              | DB-5、DB-17 或等效柱    | 甲草胺<br>0.20 ng/µL                                          |
| 11 | /                       | 日本《地表水环境质量标准》附表 5                                                                                                                                                                                               | 水和废水          | 杀草丹等           | 液液萃取: 二氯甲烷<br>固相萃取: 丙酮                                                                | 弗罗里硅土柱、硅胶柱, 35%乙醚的正己烷 | GC-MS、GC-FID、GC-NPD | /                  | /                                                          |

| 序号 | 标准号                           | 标准名称                                                                                                                                                                                                                                | 介质                  | 目标化合物                            | 提取                                         | 净化                                                                                | 检测仪器             | 色谱柱              | 方法检出限                                                                        |
|----|-------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------------------------|--------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|------------------------------------------------------------------------------|
| 12 | /                             | 日本肯定列表食品中农业化学品残留检测方法                                                                                                                                                                                                                | 食品、饲料添加剂和兽药         | 敌稗、甲草胺、乙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺等 223 种 | 振荡萃取，肌肉、脂肪、肝脏、肾脏和鱼贝类样品使用丙酮:正己烷（1+2），其他使用乙腈 | GCB/酰胺丙基甲基硅烷基化硅胶柱，乙腈-甲苯（3+1）洗脱；乙二胺正丙基甲基硅烷基化硅胶柱，丙酮-正己烷（1+1）洗脱；GPC 净化，丙酮-环己烷（1+4）洗脱 | GC-MS            | DB-5MS           | 敌稗 0.13 ng<br>甲草胺 0.002 ng<br>乙草胺 0.007 ng<br>异丙甲草胺 0.001 ng<br>丁草胺 0.001 ng |
| 13 | AOAC Official Method 2007. 01 | Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate（食品中农药残留量的测定方法）                                                                                                                       | 葡萄、莴苣和桔子            | 含敌稗等 25 种农药                      | 振荡萃取，乙腈                                    | 分散固相萃取（含 150 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA/mL）                                               | GC-MS 或 LC-MS/MS | GC-MS 使用 DB-35MS | 0.01 mg/kg                                                                   |
| 14 | BS EN 15662:2008              | Foods of plant origin-Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE-QuEChERS-method（植物源食品中农药残留量的测定分散式固相净化-QuEChERS 气相色谱质谱/液相色谱串联质谱法） | 水果、蔬菜、谷物及由植物加工而成的食品 | 含敌稗等多种农药                         | 振荡萃取，乙腈                                    | 分散固相萃取（PSA、GCB、C <sub>18</sub> ）                                                  | GC-MS 或 LC-MS/MS | GC-MS 使用 DB-35MS | 0.01 mg/kg                                                                   |

### 3.2 国内相关标准分析方法

目前,我国涉及酰胺类农药的监测分析方法标准主要集中在对相关食品和水中的酰胺类农药的测定,如《大米中敌稈残留量的测定》(GB/T 5009.177-2003)<sup>[32]</sup>、《水果和蔬菜中多种农药残留量的测定》(GB/T 5009.218-2008)<sup>[33]</sup>、《蜂蜜中 486 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》(GB/T 20771-2008)<sup>[34]</sup>、《饮用水中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》(GB/T 23214-2008)<sup>[35]</sup>、《进出口植物性产品中氰草津、氟草隆、莠去津、敌稈、利谷隆残留量检验方法 液相色谱-质谱/质谱法》(SN/T 1605-2017)<sup>[36]</sup>、《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 1053-2019)<sup>[19]</sup>、《生活饮用水标准检验方法 第 9 部分:农药指标 41.1 乙草胺 气相色谱质谱法》(GB/T 5750.9-2023)<sup>[37]</sup>等,见表 3.2-1。

在样品提取方面,上述方法涉及振荡、高速均质提取、匀浆提取、C<sub>18</sub>柱富集等。

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

在仪器检测方面,上述方法涉及气相色谱(ECD、FID 检测器)、气相色谱-质谱联用仪、液相色谱质谱联用仪,本标准的仪器检测方法为气相色谱质谱联用仪,因此重点参考《水果和蔬菜中多种农药残留量的测定》(GB/T 5009.218-2008)、《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 1053-2019)中的仪器分析方法。

### 3.3 国内外文献报道相关分析方法

#### 3.3.1 国外文献报道相关分析方法

国外文献中一般都是研究某一类农药或有机物的检测分析方法时涉及几种酰胺类农药,其中较为典型的报道归纳于表 3.3-1 中。

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

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

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

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

表 3.2-1 国内酰胺类农药相关标准分析方法<sup>[15, 19, 32-39]</sup>

| 序号 | 方法名称                                                                     | 介质           | 目标化合物                            | 提取                                        | 净化                                                    | 仪器           | 检出限                          |
|----|--------------------------------------------------------------------------|--------------|----------------------------------|-------------------------------------------|-------------------------------------------------------|--------------|------------------------------|
| 1  | 《大米中敌稗残留量的测定》<br>(GB/T 5009.177-2003)                                    | 大米           | 敌稗                               | 丙酮、振荡、提取液<br>经石油醚萃取                       | Florisil 柱, 正己烷-<br>乙醚 (1+1) 洗脱                       | GC-ECD       | 0.0004 mg/<br>kg             |
| 2  | 《水果和蔬菜中多种农药残留量的测定》(GB/T 5009.<br>218-2008)                               | 水果<br>蔬菜     | 敌稗、乙草胺、甲草<br>胺、杀草丹、丙草胺、<br>丁草胺等  | 丙酮、高速均质提取                                 | GPC、活性炭                                               | GC-MS        | 0.20 mg/kg                   |
| 3  | 《食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相<br>关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》(GB<br>23200.8-2016)   | 水果<br>蔬菜     | 敌稗、丁草胺、甲草<br>胺、乙草胺等              | 乙腈、匀浆提取                                   | Envi-18 柱<br>Envi-Carb 柱<br>Sep-Pak NH <sub>2</sub> 柱 | GC-MS        | 0.0125<br>mg/kg              |
| 4  | 《蜂蜜中 486 种农药及相关化学品残留量的测定 液<br>相色谱-串联质谱法》(GB/T 20771-2008)                | 蜂蜜           | 敌稗、乙草胺、丁草<br>胺、杀草丹、氯甲酰<br>草胺等    | 二氯甲烷                                      | Envi-Carb 柱串联<br>Sep-Pak NH <sub>2</sub> 柱            | LC/MS/<br>MS | 0.89 µg/kg                   |
| 5  | 《饮用水中 450 种农药及相关化学品残留量的测定<br>液相色谱-串联质谱法》(GB/T 23214-2008)                | 饮用水          | 敌稗、甲草胺、乙草<br>胺、丙草胺、丁草胺、<br>杀草丹等  | 1%乙酸乙腈振荡提<br>取                            | Sep-Pak Vac 柱                                         | LC/MS/<br>MS | 2.16 µg/L                    |
| 6  | 《进出口植物性产品中氰草津、氟草隆、莠去津、敌<br>稗、利谷隆残留量检验方法 液相色谱-质谱/质谱法》<br>(SN/T 1605-2017) | 植物性产<br>品    | 敌稗等                              | 乙腈均质提取                                    | C <sub>18</sub> 柱                                     | LC/MS/<br>MS | 0.01 mg/kg                   |
| 7  | 《水体中甲草胺等六种酰胺类除草剂的多残留测定<br>气相色谱法》(NY/T 1728-2009)                         | 水体           | 甲草胺、乙草胺、丙<br>草胺、丁草胺、异丙<br>甲草胺、敌稗 | C <sub>18</sub> 柱富集, 丙酮-乙<br>酸乙酯 (1+1) 洗脱 | /                                                     | GC-ECD       | 0.02<br>µg/L~0.05<br>µg/L    |
| 8  | 《农药工业水污染物排放标准》(GB 21523—2024)                                            | 工业废水<br>和地面水 | 甲草胺、乙草胺、丁<br>草胺                  | 石油醚                                       | /                                                     | GC-FID       | 0.01 mg/L                    |
| 9  | 《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-<br>质谱法》(HJ 1053-2019)                          | 土壤和沉<br>积物   | 乙草胺、异丙草胺、<br>甲草胺、敌稗等 8<br>种      | 索氏提取、加压流体<br>萃取 (丙酮-正己烷 1<br>+1)          | Florisil 柱等<br>丙酮-正己烷 (5+95)                          | GC-MS        | 0.01<br>mg/kg~<br>0.02 mg/kg |
| 10 | 《生活饮用水标准检验方法 第 9 部分: 农药指标 41.1<br>乙草胺 气相色谱质谱法》(GB/T 5750.9-2023)         | 生活饮用<br>水    | 乙草胺                              | C <sub>18</sub> 柱富集<br>乙酸乙酯洗脱             | /                                                     | GC-MS        | 0.02 µg/L                    |

表 3.3-1 国外文献报道酰胺类农药相关分析方法<sup>[40-48]</sup>

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

表 3.3-2 国内文献报道酰胺类农药相关分析方法<sup>[49-65]</sup>

| 序号 | 介质         | 目标化合物                             | 样品前处理方式                                                                    | 仪器       | 色谱柱                 | 检出限                       | 参考文献                              |
|----|------------|-----------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|----------|---------------------|---------------------------|-----------------------------------|
| 1  | 地表水        | 甲草胺、乙草胺、丁草胺                       | 取 1 L 水样过 0.45 μm 水相滤膜, 调节 pH 值至 7.0, C <sub>18</sub> 富集, 正己烷和丙酮依次洗脱, 丙酮定容 | GC-ECD   | DB-17               | 0.004 μg/L ~ 0.007 μg/L   | 湖北农业科学, 2015,54(19):4818-4821.    |
| 2  | 地表水        | 甲草胺、乙草胺、丁草胺                       | 竹炭固相萃取, 丙酮洗脱                                                               | GC-MS    | HP-5MS              | 0.16 ng/L ~ 1.12 ng/L     | 广东化工, 2018,45(11):252-254.        |
| 3  | 地表水        | 甲草胺、乙草胺                           | 以甲醇为分散剂, 四氯化碳为萃取剂, 经分散液液微萃取富集后测定                                           | GC-FID   | HP-5MS              | 0.03 μg/L                 | 化学分析计量, 2018,27(3):65-68.         |
| 4  | 地表水        | 甲草胺、乙草胺、丁草胺                       | 以石油醚为萃取剂, 液液萃取后测定                                                          | GC-MS/MS | HP-5                | 0.01 μg/L ~ 0.02 μg/L     | 预防医学情报杂志, 2015,31(10):796-798.    |
| 5  | 饮用水        | 甲草胺、乙草胺、杀草丹、异丙甲草胺、丁草胺、丙草胺         | C <sub>18</sub> 固相萃取, 乙腈-甲苯 (3+1) 洗脱后测定                                    | GC-MS/MS | DB-5MS              | 0.14 ng/L ~ 0.32 ng/L     | 环境卫生学杂志, 2021,11(1):87-92.        |
| 6  | 地下水        | 异丙草胺                              | HLB 固相萃取, 二氯甲烷-丙酮 (4+1) 洗脱, 弗罗里硅土柱净化后测定                                    | LC-MS    | Shim-Pack XR-ODS    | <0.4 μg/L                 | 岩矿测试, 2014,33(01):96-101.         |
| 7  | 饮用水        | 甲草胺、乙草胺、丁草胺                       | 直接进样                                                                       | LC-MS/MS | Accycirea Q         | 0.05 ng/mL                | 中国卫生检验杂志, 2016,26(02):184-188.    |
| 8  | 地表水        | 甲草胺、乙草胺、异丙甲草胺、丙草胺、丁草胺、敌稗、异丙草胺、杀草丹 | HLB 固相萃取, 丙酮-正己烷 (3+7) 洗脱后测定                                               | LC-MS    | C <sub>18</sub> 色谱柱 | 0.4 ng/L~8.0 ng/L         | 理化检验-化学分册, 2016,52(05):602-606.   |
| 9  | 自来水<br>地表水 | 敌稗、乙草胺、甲草胺、异丙草胺、杀草丹、异丙甲草胺、丁草胺、丙草胺 | C <sub>18</sub> 固相膜萃取, 丙酮和正己烷依次洗脱, 浓缩后测定                                   | GC-MS    | HP-5MS              | 0.0055 μg/L ~ 0.0132 μg/L | 环境与健康杂志, 2020,37(02):172-174.     |
| 10 | 啤酒         | 甲草胺等 8 种酰胺类农药                     | C <sub>18</sub> 固相萃取柱, 乙腈-甲苯 (3+1) 混合溶液洗脱                                  | GC-MS    | DB-5MS              | 2.37 ng/L~10.28 ng/L      | 食品安全质量检测学报, 2018,9(06):1369-1376. |
| 11 | 饮用水<br>水源水 | 甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、异丙草胺、异丙甲草胺        | C <sub>18</sub> 固相萃取柱, 乙酸乙酯、二氯甲烷洗脱                                         | GC-MS    | /                   | 0.01 μg/L                 | 环境卫生学杂志, 2021,11(06):537-541.     |
| 12 | 水产品        | 乙草胺、甲草胺等 5 种酰胺类除草剂                | 二氯甲烷-乙酸乙酯 (3+2) 混合溶剂为提取液, 超声提取                                             | GC-MS    | DB-17               | 0.5 μg/kg                 | 分析测试学报, 2022,41(03):403-408.      |
| 13 | 土壤         | 甲草胺等 8 种酰胺类除                      | 丙酮-正己烷 (1+1) 混合溶剂为提取液,                                                     | GC-MS    | DB-35MS             | 5.0 μg/kg~9.2             | 环境科学与技术,                          |

| 序号 | 介质  | 目标化合物                 | 样品前处理方式                                   | 仪器       | 色谱柱                | 检出限                  | 参考文献                                 |
|----|-----|-----------------------|-------------------------------------------|----------|--------------------|----------------------|--------------------------------------|
|    |     | 草剂                    | ASE 提取                                    |          |                    | μg/kg                | 2018,41(02): 122-127.                |
| 14 | 大米  | 甲草胺、乙草胺等 11 种酰胺类除草剂   | 丙酮提取, QuEChERS 净化                         | GC-MS/MS | /                  | 0.15 μg/kg~5.0 μg/kg | 食品安全质量检测学报, 2018,9(17):4706-4710.    |
| 15 | 饮用水 | 甲草胺、乙草胺、杀草丹等 8 种酰胺类农药 | C <sub>18</sub> 固相萃取柱, 乙腈-甲苯 (3+1) 混合溶液洗脱 | GC-MS    | DB-5MS             | 0.14 ng/L~0.32 ng/L  | 环境卫生学杂志, 2021,11(01):87-92.          |
| 16 | 土壤  | 甲草胺、乙草胺、丁草胺           | 丙酮-石油醚 (2+1) 为提取液, 超声提取                   | GC(ECD)  | DB-1701            | 300 ng/kg~400 ng/kg  | 分析试验室, 2021,41(01):30-33.            |
| 17 | 烟草  | 乙草胺等 10 种酰胺类农药        | 含 1%乙酸的乙腈混合液振荡提取                          | GC-MS/MS | DB-5MS             | 0.2 μg/kg~4.7 μg/kg  | 贵州师范大学学报 (自然科学版), 2017,35(05):85-89. |
| 18 | 大豆  | 乙草胺、丁草胺等 18 种酰胺类农药    | 乙腈为提取剂, 经高速匀浆提取, 弗罗里硅土柱净化                 | LC-MS/MS | Shin-pacXR-ODSII 柱 | 0.16 μg/kg~1.8 μg/kg | 环境化学, 2018,37(11):2581-2584.         |

### 3.3.2 国内文献报道分析方法

除了国内酰胺类农药测定的监测分析方法标准外，文献中也涉及地表水、地下水、自来水、饮用水等各类水体中酰胺类农药检测的相关报道。检测所用仪器有气相色谱仪（ECD、FID 检测器）、气相色谱-质谱仪、液相色谱-质谱联用仪等。酰胺类农药提取方式通常为液液萃取、固相萃取法，其中液液萃取涉及的溶剂有正己烷、二氯甲烷、石油醚等，固相萃取法主要使用 C<sub>18</sub> 小柱或 HLB 小柱富集，表 3.3-2 归纳的是部分有代表性的相关报道。

### 3.4 国内外相关分析方法与本标准的联系

本标准在水样前处理方法上参考了国内外相关分析方法并进行了优化，样品的提取部分主要参考了 EPA Method 507、EPA Method 632-1、EPA Method 3510、EPA Method 3520，并选取相关方法中应用较为普遍的液液萃取法和固相萃取法进行提取条件的优化；仪器分析部分主要选取了相关方法中涉及的 DB-5MS 柱和 DB-35MS 柱进行了仪器分析条件的优化。

## 4 标准制修订的基本原则和技术路线

### 4.1 标准制修订的基本原则

本标准制修订过程中严格遵守《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）等的要求，在参考国内外相关文献资料的基础上，兼顾国内现有监测机构的监测能力和实际情况，确保方法标准具有一定的科学性、先进性、可行性和可操作性，明确标准制修订的基本原则，如下：

（1）方法的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。

为满足生态环境工作的要求，标准方法的测定下限应低于国内外质量标准、风险管控标准或排放标准中的限值规定，测定范围应尽可能涵盖不同类别的水，包括地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水。

（2）制订的方法准确可靠，能够满足各项方法特性指标的要求。

应采用实际样品、有证标准物质对本标准进行方法验证。选取 6 家通过检验检测机构资质认定的有代表性的实验室进行方法验证，以确保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。

（3）方法具有普遍适用性，易于推广使用。

本方法标准前处理方法拟采用液液萃取或固相萃取法，萃取水样中酰胺类农药，萃取液经脱水、浓缩、净化、定容后，用气相色谱分离、质谱检测。对于基体复杂的水样，使用便捷、净化效果较好的商业化净化柱对萃取液进行净化处理。根据保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性，内标法定量。制定出适应我国大部分环境监测及相关实验室仪器设备、技术能力的水质中 8 种酰胺类农药的气相色谱-质谱法监测方法标准。

### 4.2 标准制订的技术路线

#### 4.2.1 标准制订的工作程序

标准制订工作程序见图 4.2-1。

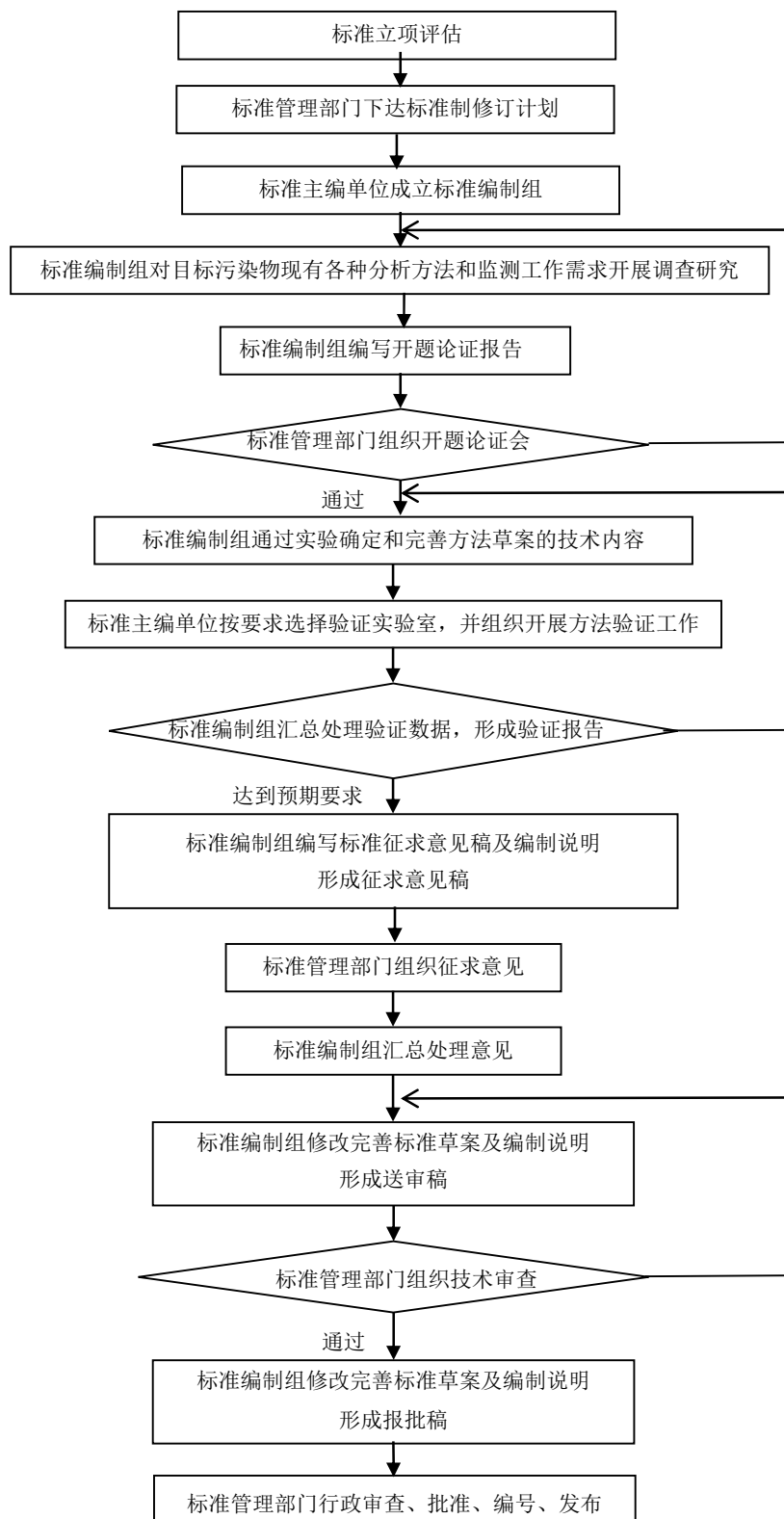


图 4.2-1 工作程序

#### 4.2.2 方法研究的技术路线

通过调研国内外关于酰胺类农药的分析方法,本标准选定酰胺类农药的提取方法为液液萃取法和固相萃取法,仪器检测方法选定为气相色谱-质谱法。本标准参考借鉴 EPA Method 507、EPA Method 632-1、EPA Method 3510、EPA Method 3520、HJ 1053-2019 的前处理和仪器测定方法,对样品的保存,液液萃取条件,固相萃取柱提取、净化和洗脱,以及仪器测定条件逐一进行优化和调整,建立了一套适用于气相色谱-质谱法检测水中酰胺类农药的分析方法。此外,通过实验室内和实验室间验证,得到样品采集、保存和分析条件,确定精密度、正确度和检出限等技术特性指标,完善质量保证和质量控制内容。保证方法标准的科学性、规范性和可操作性。技术路线见图 4.2-2。

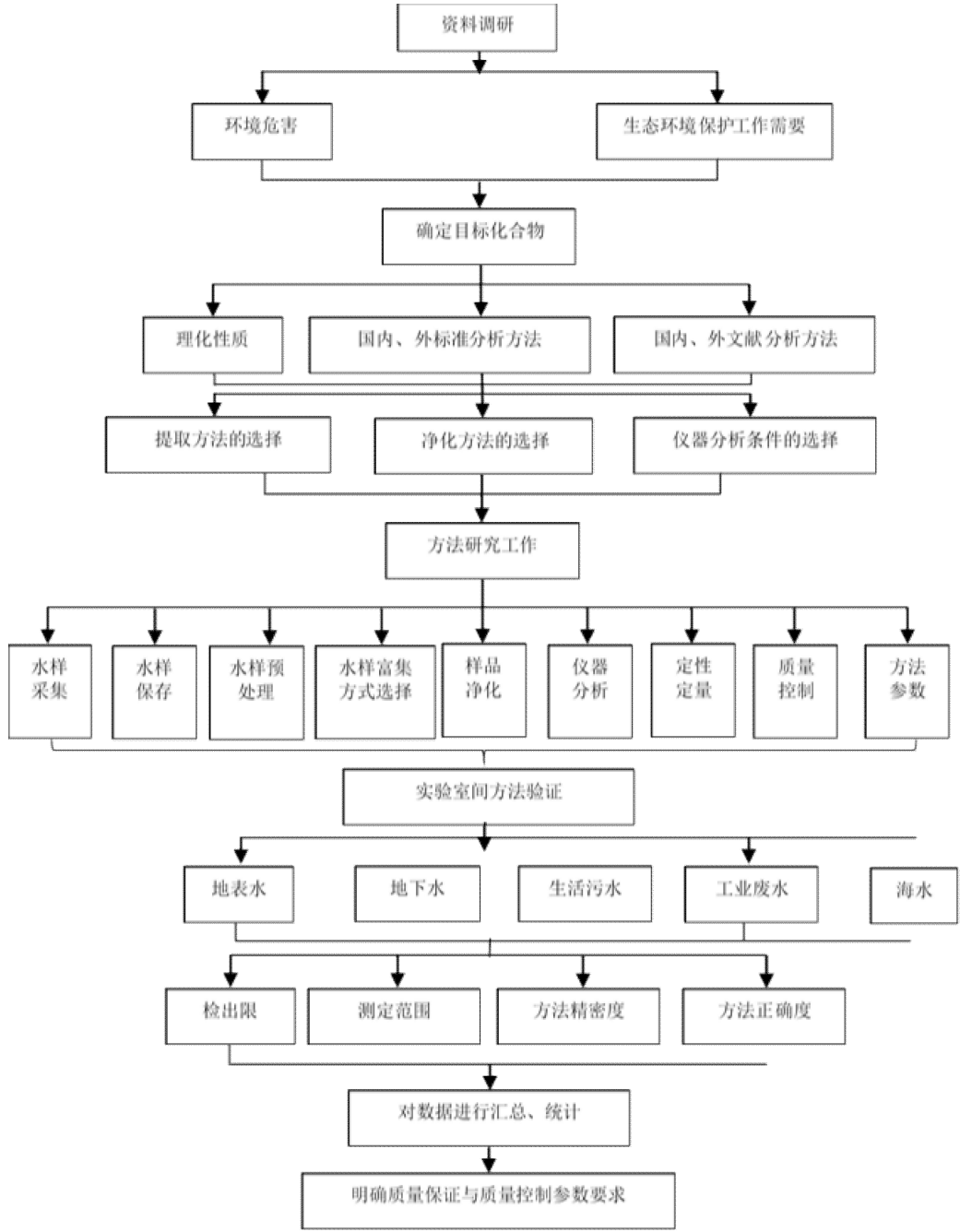


图 4.2-2 技术路线图

## 5 方法研究报告

### 5.1 方法研究的目标

建立水质中酰胺类农药的分析方法标准。标准内容包括适用范围、方法原理、实验材料和试剂、仪器和设备、样品采集和保存、样品制备、定性定量方法、结果表示、质量控制和质量保证等几方面的内容。方法应既适应当前生态环境保护工作需要，又满足当前实验室仪器设备要求。

#### 5.1.1 目标化合物的选择依据

本标准方法制订中目标化合物的选择遵循以下原则：（1）适用性：面向我国现阶段生态环境标准和生态环境管理工作的需要，与我国生态环境标准管理体系相配套，保障质量标准、风险管控标准与污染物排放（控制）标准的有效实施；（2）先进性：以国内外先进科学研究成果和实践经验为依据，借鉴国外相关标准、技术法规，在技术上处于国际先进水平；（3）可行性：符合现阶段我国环境监测人员的技术水平，方法整合度高、可操作性好、高效；（4）前瞻性：对于水环境危害大的酰胺类农药，应适当超前于我国现有环境质量和污染物排放标准。

酰胺类农药具有广谱性、效果好、价格低、使用方便等优点，是目前生产应用较为广泛的一类除草剂，且使用面积逐年扩大，氯代乙酰胺类占据主导地位。常见的氯代乙酰胺类农药有甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺、敌稗、杀草丹等，占据该类除草剂总产量的96%以上。在《农药工业水污染物排放标准》（GB 21523—2024）编制说明中，将甲草胺、乙草胺、丁草胺、丙草胺、异丙草胺及异丙甲草胺等6种酰胺类农药纳入到管控范畴之中；我国新修订发布的《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）中新增了乙草胺的限值管控要求，我国《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763-2021）中也规定了谷物、油料和油脂、蔬菜、水果、糖料等食品中甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、杀草丹、敌稗、异丙甲草胺、异丙草胺等8种酰胺类农药的最高残留限量。此外，现行有效的环境监测分析方法标准《土壤和沉积物 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 1053-2019）也是采用气相色谱-质谱法测定酰胺类农药，用于土壤和沉积物中乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺8种酰胺类农药的测定。

本标准目标化合物一是重点考虑涵盖占据主导地位几种酰胺类农药，二是应包括《农药工业水污染物排放标准》（GB 21523—2024）纳入管控范畴、《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）限值管控、《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763-2021）中规定残留限量的酰胺类农药，三是考虑与现行标准的匹配性，选择的所有目标化合物的测定应能以同一分析方法实现。综上所述，本标准拟将酰胺类农药目标化合物确定为甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺、异丙草胺、敌稗、杀草丹共8种酰胺类农药。

#### 5.1.2 标准的适用范围

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺等 8 种酰胺类农药的测定。

### 5.1.3 本标准拟达到的特性指标

2022 年 3 月发布的《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）中新增了乙草胺的限值管控要求，其标准限值为 0.02 mg/L。为满足水中酰胺类农药的监测需求，本方法对水质 8 种酰胺类农药的方法检出限应不超过 0.002 mg/L。参照我国目前颁布的同类监测方法标准对平行样、加标等的要求，精密度要求：3 种浓度水平的平行测试结果（ $\geq 6$  次）相对标准偏差 $\leq 30\%$ 。正确度要求：目标化合物回收率 70%~130%。

## 5.2 方法原理

采用液液萃取或固相萃取法，萃取水样中酰胺类农药，萃取液经脱水、浓缩、净化、定容后，用气相色谱分离、质谱检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性，内标法定量。

## 5.3 试剂和材料

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

### 5.3.1 盐酸（HCl）： $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ， $w\in[36\%, 38\%]$ 。

用于调节水样 pH，液液萃取法和固相萃取法 pH 值的选择分别见 5.6.2 和 5.6.9。

### 5.3.2 氢氧化钠（NaOH）：优级纯。

用于调节水样 pH，液液萃取法和固相萃取法 pH 值的选择分别见 5.6.2 和 5.6.9。

### 5.3.3 丙酮（C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O）：农残级。

用于稀释酰胺类农药标准使用液，本标准推荐的色谱条件下，建议使用农残级。

### 5.3.4 正己烷（C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>）：农残级。

用于稀释酰胺类农药标准使用液，本标准推荐的色谱条件下，建议使用农残级。

### 5.3.5 二氯甲烷（CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>）：农残级。

用于液液萃取的萃取溶剂、净化溶剂等，用于固相萃取的洗脱，建议使用农残级。液液萃取法萃取剂的优化见 5.6.1，固相萃取法洗脱液的选择见 5.6.7。

### 5.3.6 乙酸乙酯（C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O）：农残级。

用于液液萃取的萃取溶剂，建议使用农残级。液液萃取法萃取剂的优化见 5.6.1。

### 5.3.7 甲醇（CH<sub>3</sub>OH）：色谱纯。

用于固相萃取水样的预处理，萃取柱的活化，建议使用农残级试剂，当空白试验证明无干扰时可选用色谱纯试剂。

### 5.3.8 氯化钠（NaCl）。

用于液液萃取法水样的萃取步骤，可提高萃取效率，添加量的确定见 5.6.3 液液萃取法氯化钠添加量的优化。使用前在 450 °C 灼烧 4 h，置于干燥器中冷却至室温后，放入试剂瓶中密封保存。

### 5.3.9 无水硫酸钠（Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）。

用于液液萃取法有机相萃取液的脱水。使用前置于马弗炉中 450℃灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，于干燥器中保存。

#### 5.3.10 盐酸溶液。

盐酸（5.3.1）和水按 1:1 体积比混合。用于调节水样 pH。液液萃取法和固相萃取法 pH 值的选择分别见 5.6.2 和 5.6.9。

#### 5.3.11 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=0.4 \text{ g/mL}$ 。

称取 40 g 氢氧化钠（5.3.2）溶于水中，定容至 100 mL。用于调节水样 pH。液液萃取法和固相萃取法 pH 值的选择分别见 5.6.2 和 5.6.9。

#### 5.3.12 丙酮-正己烷混合溶剂。

丙酮（5.3.3）和正己烷（5.3.4）按 1:19 体积比混合。用于稀释配制标准系列溶液。

#### 5.3.13 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂。

乙酸乙酯（5.3.6）和二氯甲烷（5.3.5）按 1:19 体积比混合。用于液液萃取的萃取溶剂，液液萃取法萃取剂的优化见 5.6.1。

#### 5.3.15 酰胺类农药标准贮备液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。

购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书的相关说明保存。

#### 5.3.16 酰胺类农药标准使用液 I： $\rho=100 \text{ mg/L}$ 。

用丙酮-正己烷混合溶剂（5.3.12）稀释酰胺类农药标准贮备液（5.3.15），4℃以下密封避光冷藏，可保存 1 个月。保存条件的确定见 5.5.2.1 标准物质的保存。

#### 5.3.17 酰胺类农药标准使用液 II： $\rho=10.0 \text{ mg/L}$ 。

用丙酮-正己烷混合溶剂（5.3.12）稀释酰胺类农药标准使用液 I（5.3.16）。临用现配。

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

替代物选用乙草胺- $d_{11}$ ，市售有证标准溶液。

#### 5.3.19 内标物标准液： $\rho=100 \text{ mg/L}$ 。

内标物选用异丙甲草胺- $d_6$ ，也可选用菲- $d_{10}$ ，市售有证标准溶液。

#### 5.3.20 净化柱。

市售弗罗里硅土柱、氨基柱或具有同等净化性能的净化柱，1000 mg/6.0 mL 或等效规格。液液萃取法萃取液的净化，净化柱的选择见 5.6.5 液液萃取法净化条件优化。

#### 5.3.21 固相萃取柱。

市售  $\text{C}_{18}$  小柱、ENVI-18 小柱，500 mg/6.0 mL，或其他具有同等萃取性能的固相萃取柱。固相萃取法萃取小柱的选择见 5.6.6。

#### 5.3.22 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

用于试样的氮吹浓缩或固相萃取柱吹干。

#### 5.3.23 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

用于气相色谱质谱仪的载气。

### 5.4 仪器和设备

#### 5.4.1 采样瓶：500 mL，具塞磨口棕色玻璃瓶。

用于水样的采集。

5.4.2 气相色谱-质谱仪：具有分流/不分流进样口、程序升温功能，采用电子轰击（EI）源。

5.4.3 色谱柱：熔融石英毛细管柱，30 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 35%苯基-65%甲基聚硅氧烷，或其它等效毛细管色谱柱。

色谱柱的选择见 5.7.1.1 色谱条件部分，本标准选择 DB-35MS 色谱柱或其他同等性能的色谱柱。

5.4.4 固相萃取装置。

可使用手动或自动固相萃取装置。

5.4.5 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪或其他同等性能的设备。

5.4.6 分液漏斗：500 mL，玻璃材质，具聚四氟乙烯旋塞。

液液萃取法取样量为 200 mL，因此选择 500 mL 具聚四氟乙烯旋塞分液漏斗，聚四氟乙烯旋塞密封性好，且对目标化合物无吸附。

5.4.7 滤膜：孔径 0.45 μm，再生纤维素质料。

用于固相萃取法水样的过滤，悬浮物的影响见 5.6.10。。

5.4.8 一般实验室常用仪器和设备。

## 5.5 样品的采集和保存

### 5.5.1 样品的采集

酰胺类农药作为一类常规半挥发性有机物，样品的采集方式主要参照 SVOCs 进行，按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164、HJ 442.3 和 HJ 493 的相关规定采集水样。地表水参考 HJ 91.2 采样；地下水参考 HJ 164 采样；工业废水参考 HJ 91.1 或行业标准采样；海水参照 GB 17378.3、HJ 442.3 采样。采样时间和采样频次根据生态环境管理要求和相关技术规范确定。对于污染治理、污染源调查和评价等废水中检测，其采样时间和采样频次可以根据检测方案的要求确定。

《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）规定采样频次要求为：排污单位的排污许可证、相关污染物排放（控制）标准、环境影响评价文件及其审批意见、其他相关环境管理规定等对采样频次有规定的，按规定执行。如未明确采样频次的，按照生产周期确定采样频次。采样使用玻璃器皿采样，0℃~5℃冷藏保存；

《地表水环境监测技术规范》（HJ 91.2-2022）规定采样频次要求为：按照监测计划确定的频次开展监测。地表水环境质量例行监测可按月开展。采样使用玻璃器皿采样，冷藏保存；

《海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输》（GB 17378.3-2007）采用棕色玻璃瓶，4℃~10℃冷藏保存；

《地下水环境监测技术规范》（HJ 164-2020）依据具体水文地质条件和地下水监测井使用功能，结合当地污染源、污染物排放实际情况，确定采样频次与时间。采样使用硬质玻璃瓶，加盐酸保存；

《近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测》（HJ 442.3-2020）采用玻璃容器采样，0℃~4℃冷藏保存；

《水质 样品的保存和管理技术规定》（HJ 493—2009）规定了水样从容器的准备到添

加保护剂等各环节的保存措施，采样使用硬质玻璃瓶，1~5℃冷藏。

汇总 HJ 91.1-2019 和 HJ 164-2020 等标准中对有机物样品采集和保存规定：水样注满容器，上部不留空间，水样不需荡洗容器等要求；采样容器一般采用硬质玻璃瓶（G）；本标准参考上述标准对样品采集的规定。水样保存的 pH、温度、保存时间的确定见 5.5.2.2 实际样品的保存。本标准采集水样至棕色玻璃瓶中，用盐酸溶液或氢氧化钠溶液调节水样的 pH 值至 6~8，于 4℃ 以下密封、避光保存。

5.5.2 样品的保存

5.5.2.1 标准物质的保存

参考《土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 1053-2019）：标准溶液贮备液和使用液浓度依次为 500 mg/L 和 100 mg/L，保存条件均为 4℃ 下避光冷藏，密封保存，保存时间分别为 2 个月和 1 个月。验证实验过程如下：

（1）标准贮备液的保存实验

称取一定量 8 种酰胺类农药固体纯品单标（纯度≥98%），用甲醇稀释配制成 500 mg/L 的标准贮备液，在 4℃ 下避光冷藏，密封保存，于 30 d、45 d、60 d、75 d、91 d 进行测试，每次使用新配制的贮备液进行比对，计算两者的比值  $C/C_0$ 。参考 HJ 1053-2019 的相关要求，当质量浓度下降超过 10% 时，对定量结果准确性影响较大，不适宜继续保存使用，此时可作为 8 种酰胺类农药标准贮备液适宜的保存时间，结果如图 5.5-1 所示，具体数据如表 5.5-1 所示。在 75 d 内酰胺类农药标准贮备液浓度的下降率基本都保持在 10% 以内，即标准储备液的保存时间至少为 2 个月。购买市售有证标准溶液时按照标准溶液证书的相关说明保存。

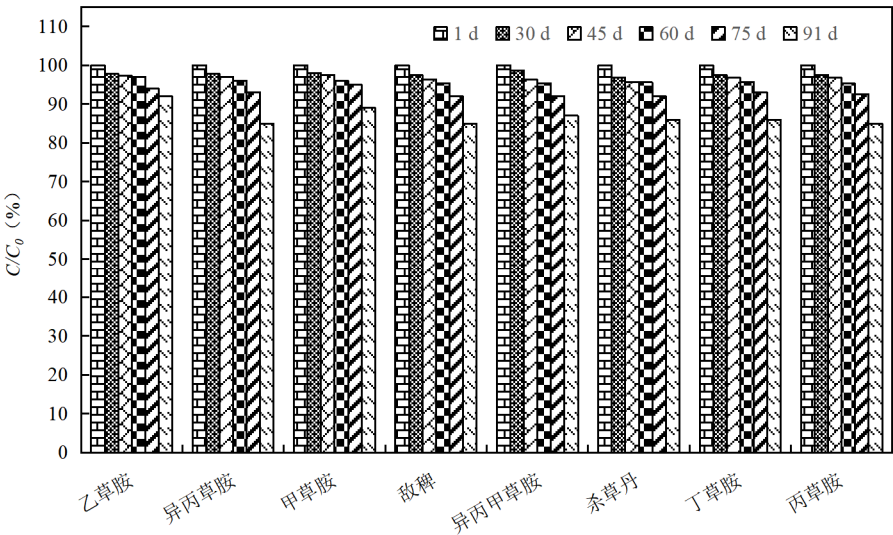


图 5.5-1 酰胺类农药标准储备液的浓度变化趋势图

表 5.5-1 酰胺类农药标准储备液的浓度变化结果 (%)

| 序号 | 目标化合物 | 1 d | 30 d | 45 d | 60 d | 75 d | 91 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 97.9 | 97.3 | 97.0 | 94.0 | 92.0 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 97.8 | 97.0 | 96.0 | 93.0 | 85.0 |

| 序号 | 目标化合物 | 1 d | 30 d | 45 d | 60 d | 75 d | 91 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|------|
| 3  | 甲草胺   | 100 | 98.0 | 97.5 | 96.0 | 95.0 | 89.0 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 97.5 | 96.4 | 95.4 | 92.0 | 85.0 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 98.7 | 96.3 | 95.4 | 92.0 | 87.0 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 96.9 | 95.6 | 95.6 | 92.0 | 86.0 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 97.5 | 96.8 | 95.7 | 93.0 | 86.0 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 97.5 | 96.8 | 95.3 | 92.6 | 85.0 |

### (2) 标准使用液的保存实验

将 8 种酰胺类农药的标准贮备液, 经过甲醇稀释配制成 100 mg/L 的标准使用液, 在 4 ℃ 下避光冷藏, 密封保存, 于 10 d、20 d、30 d、40 d 进行测试, 每次使用新配制的使用液进行比对, 计算两者的比值  $C/C_0$ 。参考 HJ 1053-2019 的相关要求, 当质量浓度下降 10% 时, 对定量结果准确性影响较大, 不适宜继续保存使用, 此时可作为 8 种酰胺类农药标准使用液适宜的保存时间, 结果如图 5.5-2 所示, 具体数据如表 5.5-2 所示。在 30 d 内, 8 种酰胺类农药标准使用液的质量浓度下降率都在 10% 以内, 因此, 标准使用液的保存时间至少为 1 个月。

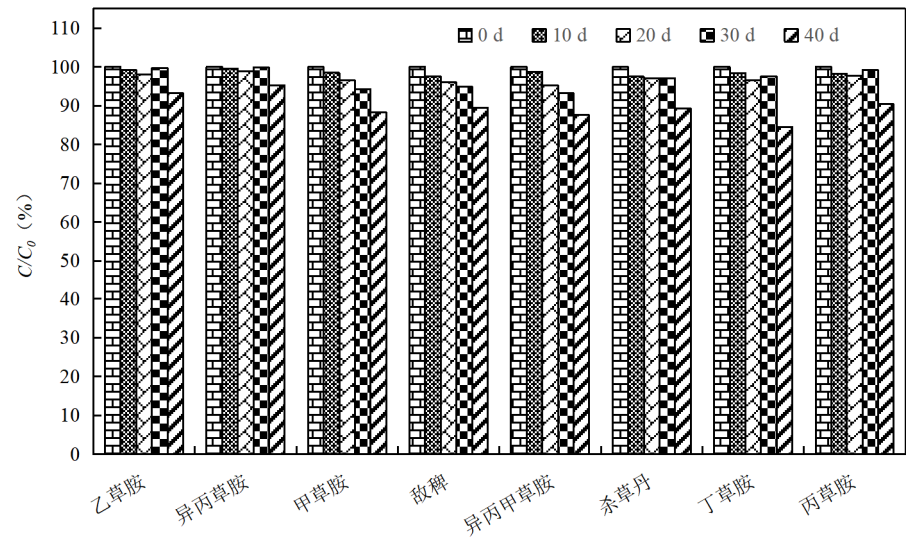


图 5.5-2 酰胺类农药标准使用液（溶剂为甲醇）的浓度变化趋势图

表 5.5-2 酰胺类农药标准使用液（溶剂为甲醇）的浓度变化结果（%）

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 10 d | 20 d | 30 d | 40 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 99.2 | 98.1 | 99.7 | 93.2 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 99.6 | 98.9 | 99.9 | 95.3 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 98.5 | 96.5 | 94.3 | 88.3 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 97.5 | 96.0 | 94.9 | 89.5 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 98.7 | 95.3 | 93.2 | 87.6 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 97.5 | 97.1 | 97.1 | 89.3 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 98.4 | 96.5 | 97.5 | 84.5 |

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 10 d | 20 d | 30 d | 40 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 8  | 丙草胺   | 100 | 98.2 | 97.8 | 99.2 | 90.4 |

由于本标准中配制校准曲线系列浓度点所用溶剂为丙酮-正己烷（1+19），标准开题论证会专家建议标准使用液溶剂尽量与配制校准曲线系列浓度点使用溶剂一致，标准编制组重新验证了标准使用液配制溶剂为丙酮-正己烷（1+19）时的保存实验，结果如图 5.5-3 所示，具体数据如表 5.5-3 所示。在 40 d 内，8 种酰胺类农药标准使用液的质量浓度下降率都在 10% 以内，说明标准使用液保存 1 个月可行。

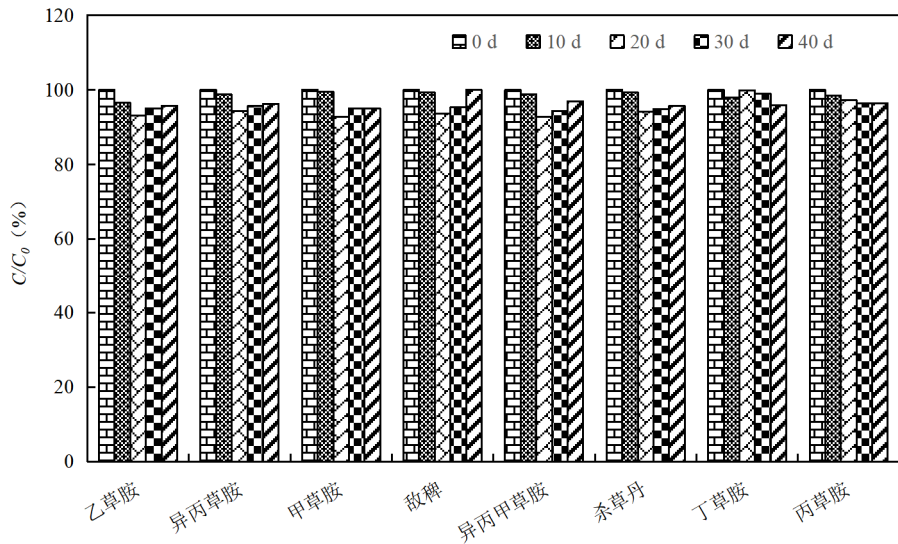


图 5.5-3 酰胺类农药标准使用液（溶剂为丙酮-正己烷（1+19））的浓度变化趋势图

表 5.5-3 酰胺类农药标准使用液（溶剂为丙酮-正己烷（1+19））的浓度变化结果（%）

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 10 d | 20 d | 30 d | 40 d  |
|----|-------|-----|------|------|------|-------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 96.6 | 93.1 | 95.1 | 95.7  |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 98.7 | 94.3 | 95.6 | 96.2  |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 99.5 | 92.8 | 95.1 | 95.1  |
| 4  | 敌稗    | 100 | 99.3 | 93.7 | 95.4 | 100.0 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 98.8 | 92.8 | 94.3 | 96.9  |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 99.3 | 94.1 | 94.8 | 95.7  |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 97.9 | 99.9 | 99.0 | 95.9  |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 98.5 | 97.3 | 96.4 | 96.4  |

在实验过程中发现，用标准物质纯品制备标准溶液对控制精度要求较高，且容易污染实验室，另外溶液配制后需要进行溯源，且各实验室之间数据一致性较差。目前酰胺类农药已有商品化有证标准溶液，推荐直接使用市售有证标准溶液开展实验，参照标准溶液证书要求进行保存，使用时应恢复至室温并摇匀。标准使用溶液的保存时间根据实验确定保存时间 1 个月，4℃以下避光冷藏，密封保存。

### 5.5.2.2 实际样品的保存

### (1) 水样保存的 pH 值

为研究 pH 值对水中 8 种酰胺类农药的稳定性影响，在常温下，测定地表水加标水样回收率的变化，不同 pH 值（2、5、7、9、12）与保存时间之间的关系结果如图 5.5-4～图 5.5-11 所示。

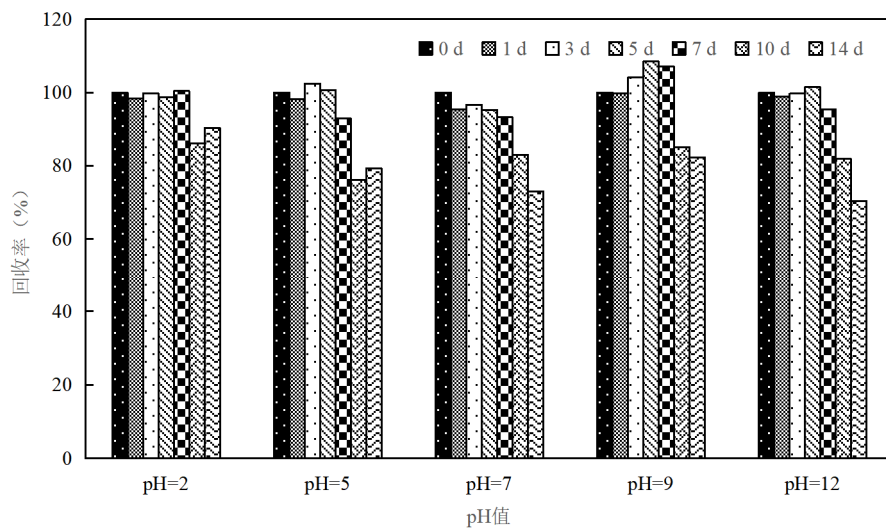


图 5.5-4 加标水样中乙草胺的浓度变化率与 pH 值的关系

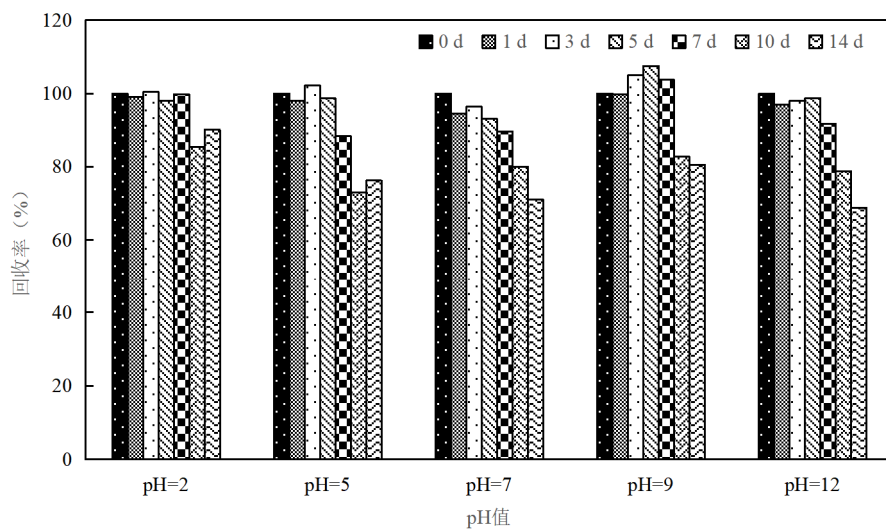


图 5.5-5 加标水样中异丙草胺的浓度变化率与 pH 值的关系

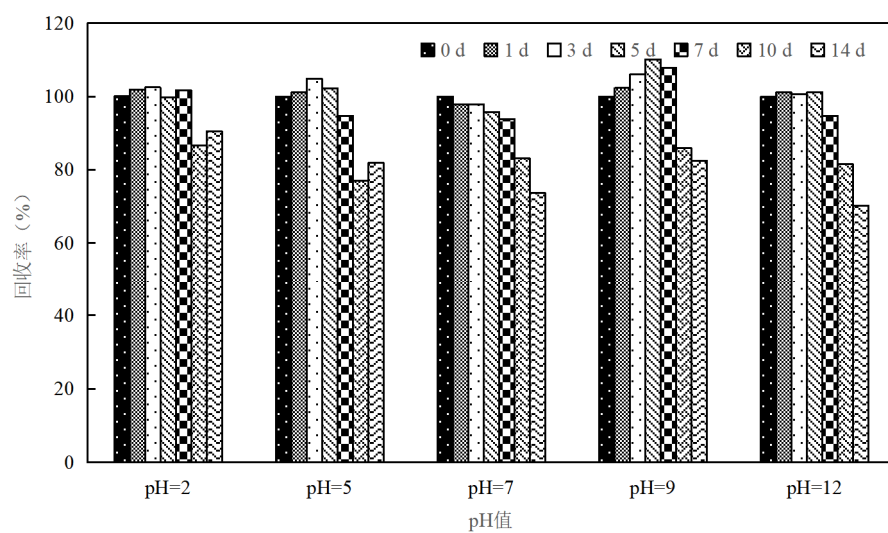


图 5.5-6 加标水样中甲草胺的浓度变化率与 pH 值的关系

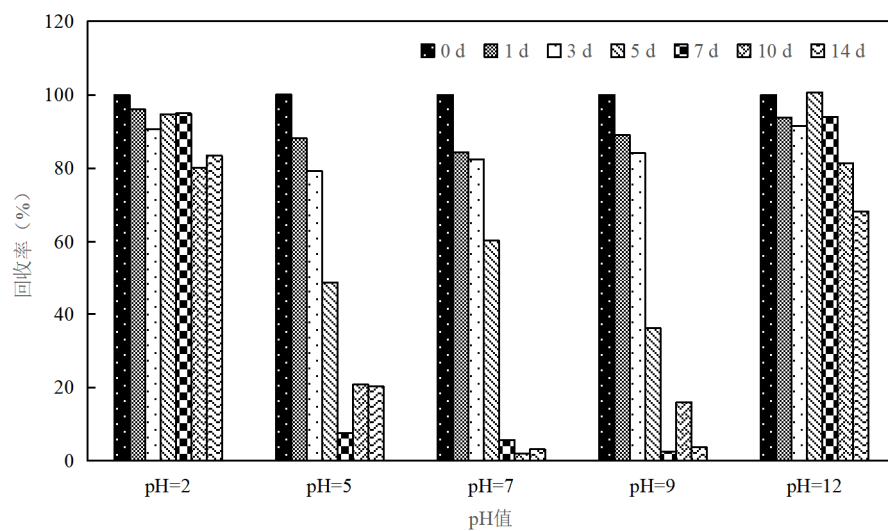


图 5.5-7 加标水样中敌稗的浓度变化率与 pH 值的关系

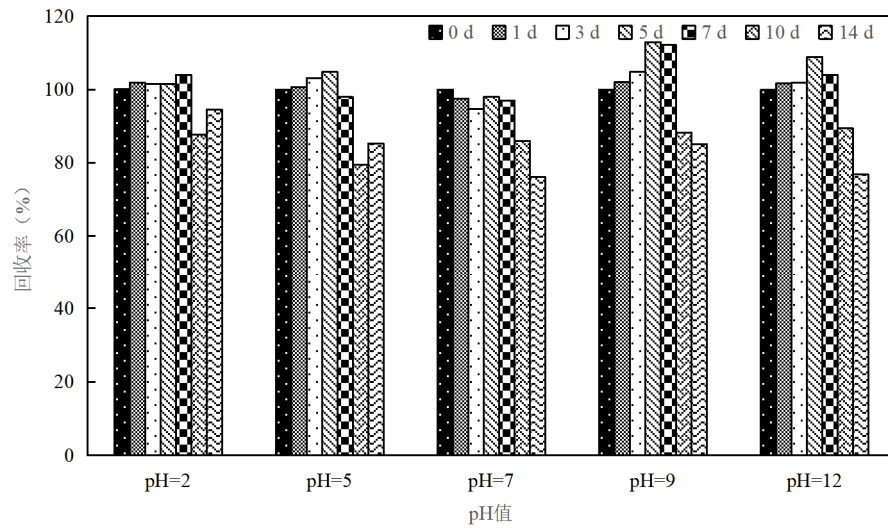


图 5.5-8 加标水样中异丙甲草胺的浓度变化率与 pH 值的关系

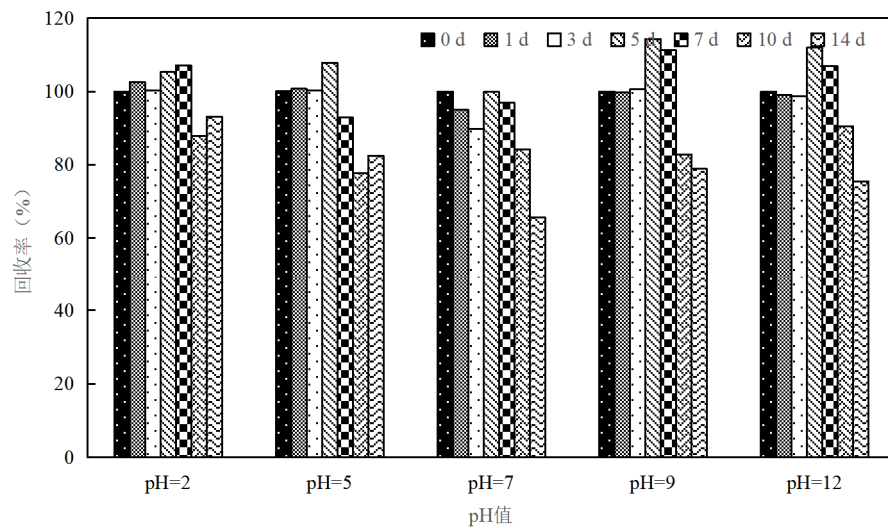


图 5.5-9 加标水样中杀草丹的浓度变化率与 pH 值的关系

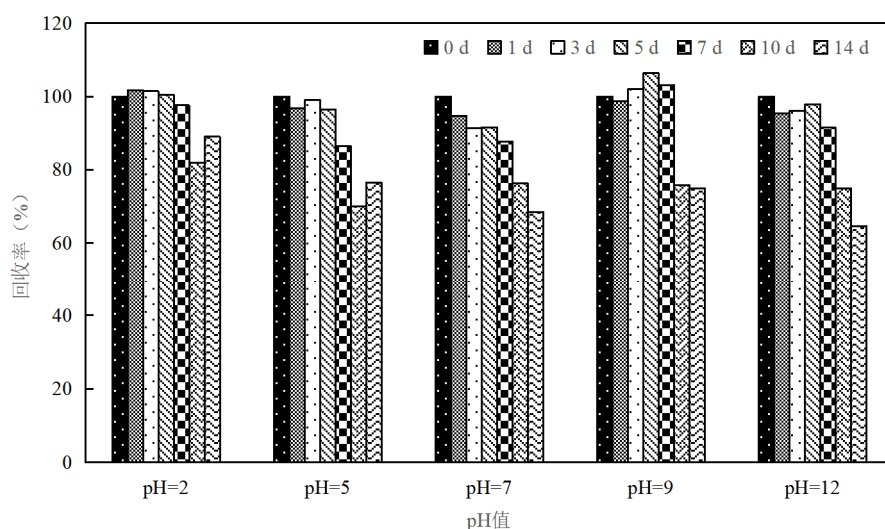


图 5.5-10 加标水样中丁草胺的浓度变化率与 pH 值的关系

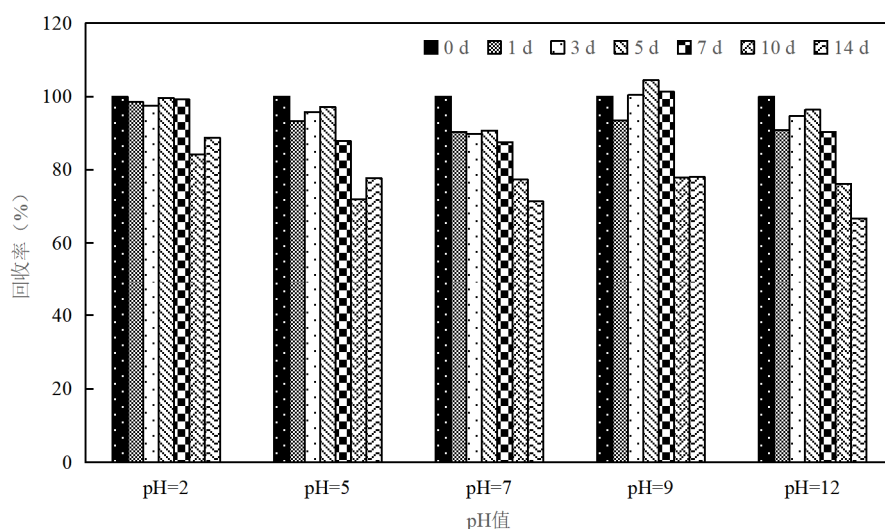


图 5.5-11 加标水样中丙草胺的浓度变化率与 pH 值的关系

由图 5.5-4~图 5.5-11 可知，除敌稗外的其他 7 种酰胺类农药的稳定性受水样 pH 值的影响较小，样品保存至 7 d 时，回收率均在 90% 以上；样品保存至 14 d 时，pH 值对回收率有一定的影响，水样 pH 值为 2 时回收率最高，为 87.7%~94.5%，其他 pH 值条件下样品的回收率较低，为 65%~80%。水样中敌稗的稳定性与水样的 pH 值有关，稳定性强弱依次为强酸性、强碱性、中性、弱酸性和弱碱性，pH 值为 2 和 12 时，样品保存至 7 d 时的回收率仍可达 95% 以上，样品保存至 14 d 时的回收率分别为 89.5% 和 73.9%，pH 值为 5、7、9 时，样品保存至 3 d 时的回收率为 80% 以上，保存至 7 d 时的回收率均不足 20%，稳定性明显比 pH 值为 2 和 12 时低。由于敌稗的理化性质显示，其对酸、碱不稳定，而本次实验结论则是在强酸、强碱条件下的稳定性更好，与其性质相悖，推测可能是因为本实验采用的是地表水

实际水样，实际水样中的微生物、藻类、菌类等基质可能会加速弱酸、弱碱及中性条件敌稗的分解，而强酸、强碱对实际水样有抑菌作用，所以敌稗的稳定性更好。

为进一步研究 pH 值对水中敌稗的稳定性影响，验证水样中基质对敌稗的稳定性可能存在影响，标准编制组又补充了部分 pH 的保存实验，一方面增强了保存的酸碱度，另一方面为验证基质的影响，增加了纯水条件下的保存实验。验证方案如下：对不同 pH 值不同加标浓度的纯水和地表水实际水样的保存时间进行研究，pH 值分别为 1、7、13，样品加标浓度分别为 2.0 μg/L 和 40.0 μg/L。样品于常温下密封避光保存，每隔一段时间进行分析测定（第 0 d、1 d、4 d、7 d、10 d，平行测定 2 次），计算当日目标化合物含量与初始目标化合物含量的比值  $C/C_0$ ，结果如图 5.5-12～图 5.5-23 所示，具体数据结果如表 5.5-4～表 5.5-15 所示。

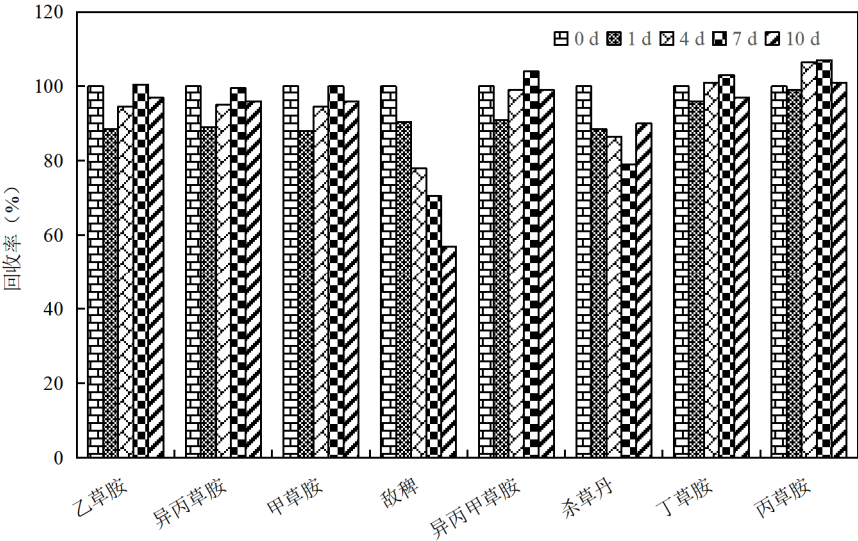


图 5.5-12 低浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性（pH=1）

表 5.5-4 低浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性结果（pH=1）

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d   | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|-------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 88.5 | 94.5 | 100.5 | 97.0 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 89.0 | 95.0 | 99.5  | 96.0 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 88.0 | 94.5 | 100   | 96.0 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 90.5 | 78.0 | 70.5  | 57.0 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 91.0 | 99.0 | 104   | 99.0 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 88.5 | 86.5 | 79.0  | 90.0 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 96.0 | 101  | 103   | 97.0 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 99.0 | 106  | 107   | 101  |

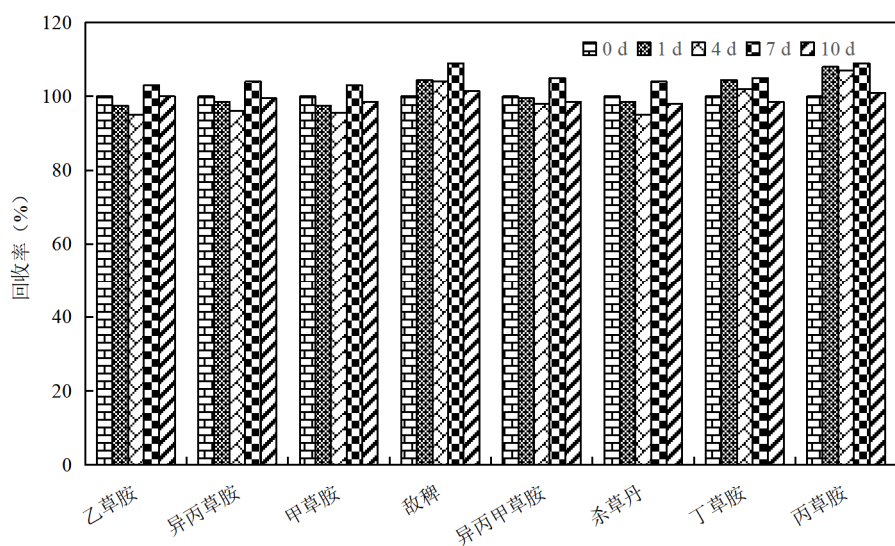


图 5.5-13 低浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性 (pH=7)

表 5.5-5 低浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性结果 (pH=7)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|-----|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 97.5 | 95.0 | 103 | 100  |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 98.5 | 96.0 | 104 | 99.5 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 97.5 | 95.5 | 103 | 98.5 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 105  | 104  | 109 | 102  |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 99.5 | 98.0 | 105 | 98.5 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 98.5 | 95.0 | 104 | 98.0 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 105  | 102  | 105 | 98.5 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 108  | 107  | 109 | 101  |

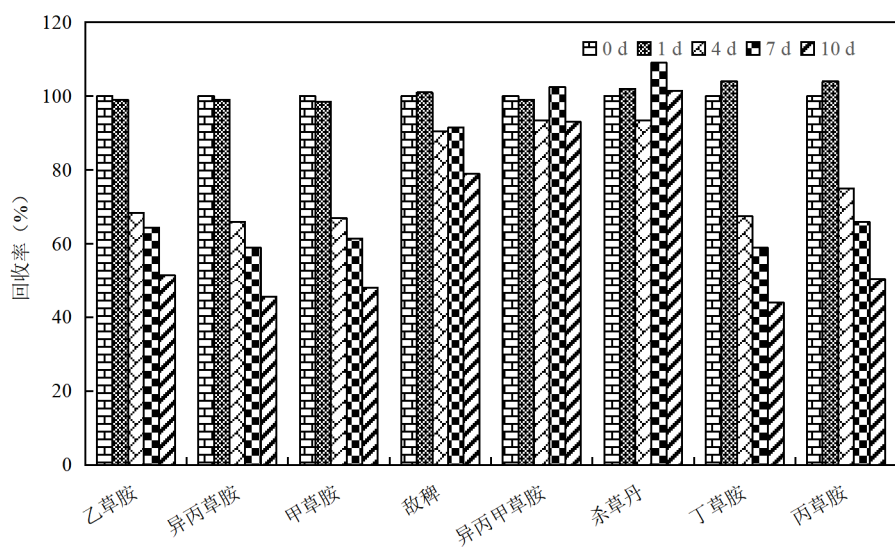


图 5.5-14 低浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性 (pH=13)

表 5.5-6 低浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性结果 (pH=13)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 99.0 | 68.5 | 64.5 | 51.5 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 99.0 | 66.0 | 59.0 | 45.5 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 98.5 | 67.0 | 61.5 | 48.0 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 101  | 90.5 | 91.5 | 79.0 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 99.0 | 93.5 | 103  | 93.0 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 102  | 93.5 | 109  | 102  |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 104  | 67.5 | 59.0 | 44.0 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 104  | 75.0 | 66.0 | 50.5 |

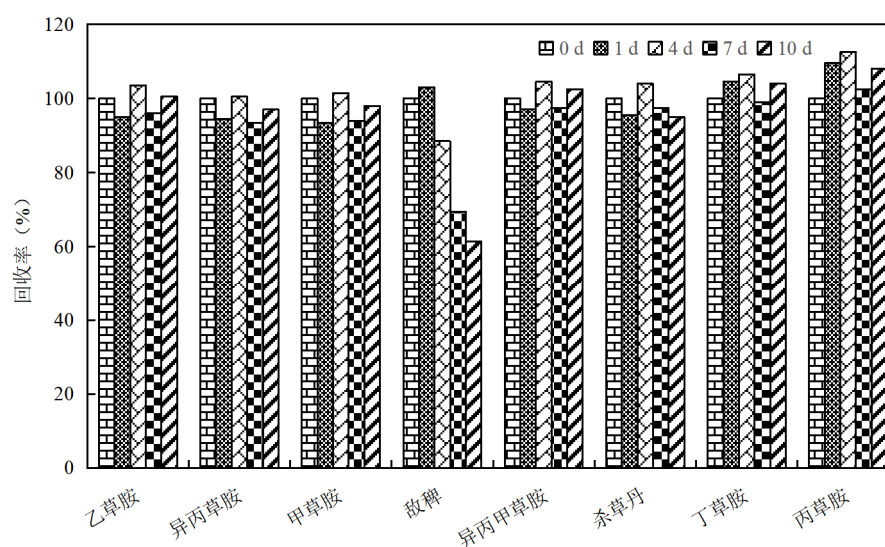


图 5.5-15 低浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性 (pH=1)

表 5.5-7 低浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性结果 (pH=1)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 95.0 | 104  | 96.0 | 101  |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 94.5 | 101  | 93.5 | 97.0 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 93.5 | 102  | 94.0 | 98.0 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 103  | 88.5 | 69.5 | 61.5 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 97.0 | 105  | 97.5 | 103  |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 95.5 | 104  | 97.5 | 95.0 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 105  | 107  | 99.0 | 104  |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 110  | 113  | 103  | 108  |

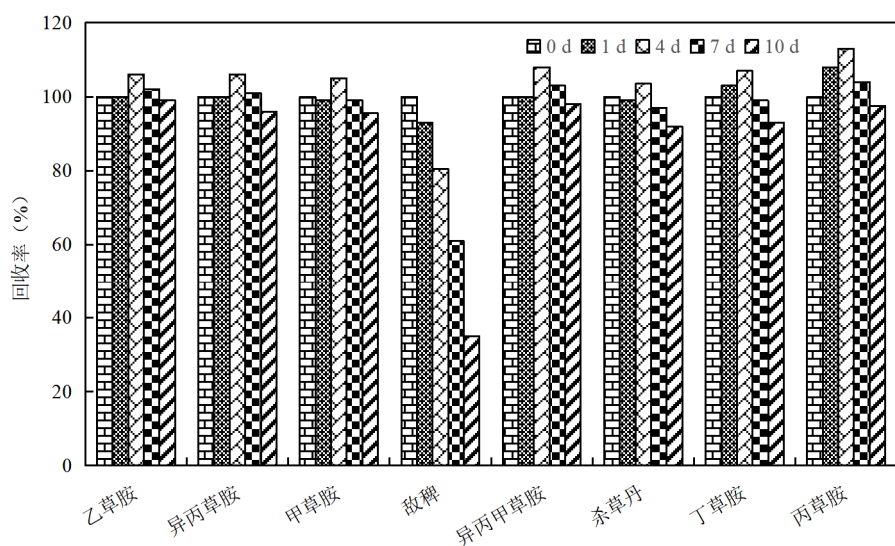


图 5.5-16 低浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性 (pH=7)

表 5.5-8 低浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性结果 (pH=7)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 100  | 106  | 102  | 99.0 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 100  | 106  | 101  | 96.0 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 99.0 | 105  | 99.0 | 95.5 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 93.0 | 80.5 | 61.0 | 35.0 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 100  | 108  | 103  | 98.0 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 99.0 | 104  | 97.0 | 92.0 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 103  | 107  | 99.0 | 93.0 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 108  | 113  | 104  | 97.5 |

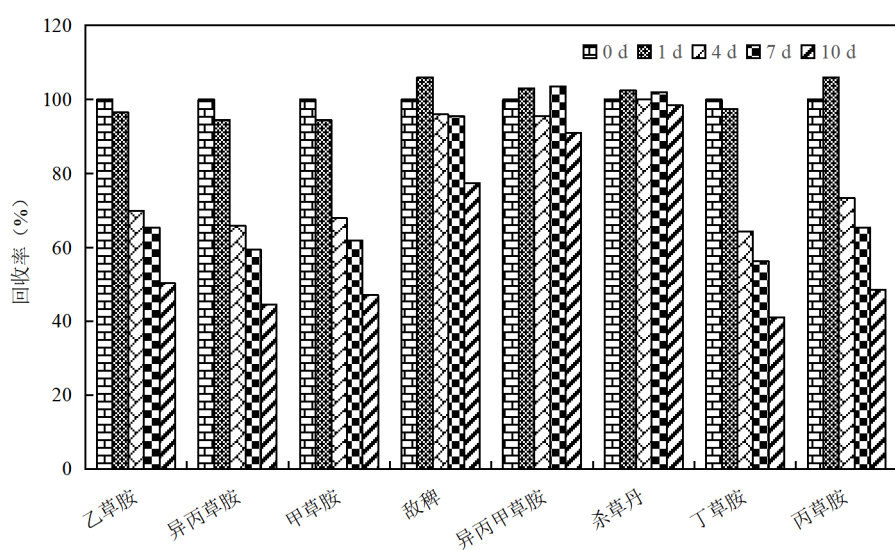


图 5.5-17 低浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性 (pH=13)

表 5.5-9 低浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性结果 (pH=13)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 96.5 | 70.0 | 65.5 | 50.5 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 94.5 | 66.0 | 59.5 | 44.5 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 94.5 | 68.0 | 62.0 | 47.0 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 106  | 96.0 | 95.5 | 77.5 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 103  | 95.5 | 104  | 91.0 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 103  | 100  | 102  | 98.5 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 97.5 | 64.5 | 56.5 | 41.0 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 106  | 73.5 | 65.5 | 48.5 |

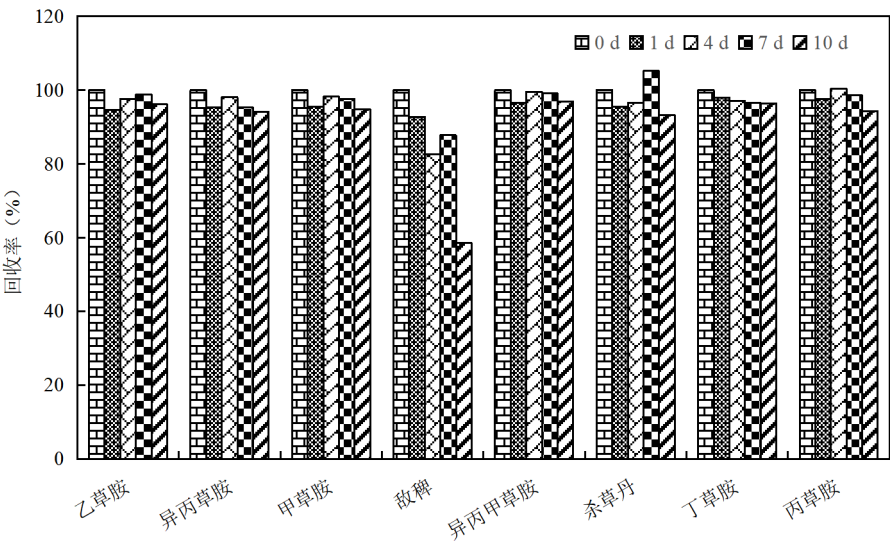


图 5.5-18 高浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性 (pH=1)

表 5.5-10 高浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性结果 (pH=1)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 94.7 | 97.7 | 98.8 | 96.2 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 95.3 | 98.1 | 95.3 | 94.1 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 95.5 | 98.2 | 97.6 | 94.8 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 92.8 | 82.6 | 87.8 | 58.6 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 96.5 | 99.6 | 99.1 | 96.9 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 95.5 | 96.5 | 105  | 93.3 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 98.0 | 97.0 | 96.6 | 96.4 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 97.5 | 100  | 98.6 | 94.3 |

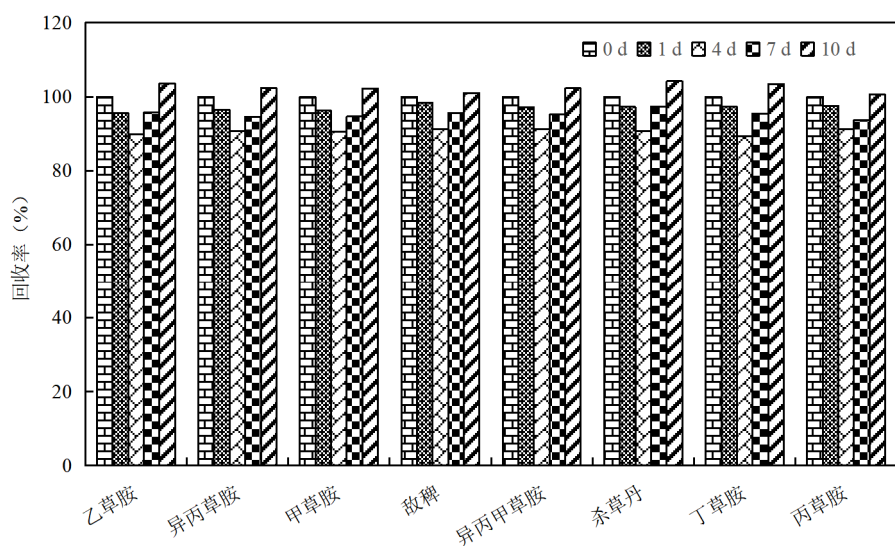


图 5.5-19 高浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性 (pH=7)

表 5.5-11 高浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性结果 (pH=7)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 95.6 | 89.9 | 95.7 | 104  |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 96.4 | 90.6 | 94.6 | 102  |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 96.2 | 90.5 | 94.6 | 102  |
| 4  | 敌稗    | 100 | 98.3 | 91.2 | 95.6 | 101  |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 97.1 | 91.2 | 95.2 | 102  |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 97.2 | 90.7 | 97.4 | 104  |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 97.3 | 89.4 | 95.5 | 103  |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 97.5 | 91.2 | 93.7 | 101  |

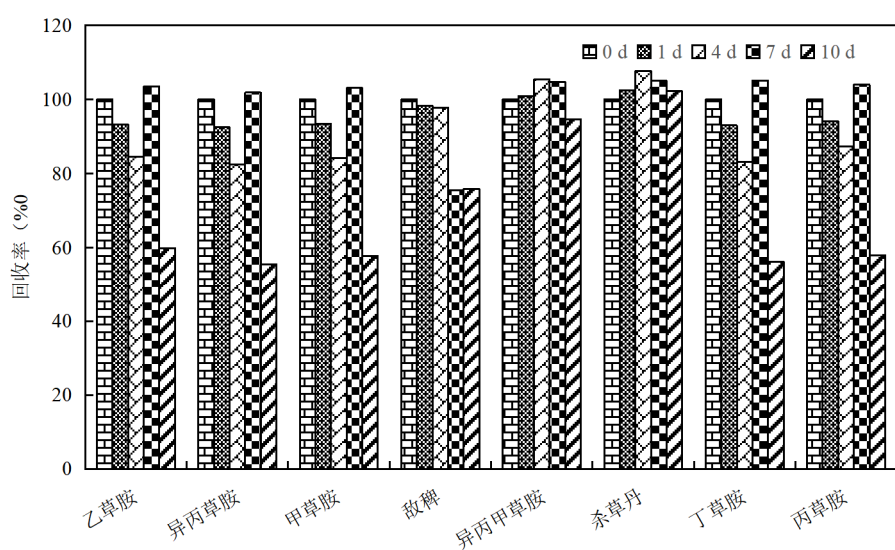


图 5.5-20 高浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性 (pH=13)

表 5.5-12 高浓度酰胺类农药在纯水中的稳定性结果 (pH=13)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 93.2 | 84.5 | 104  | 60.0 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 92.5 | 82.5 | 102  | 55.6 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 93.4 | 84.2 | 103  | 57.9 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 98.4 | 97.8 | 75.5 | 75.9 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 101  | 105  | 105  | 94.7 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 103  | 108  | 105  | 102  |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 93.0 | 83.2 | 105  | 56.2 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 94.1 | 87.4 | 104  | 58.1 |

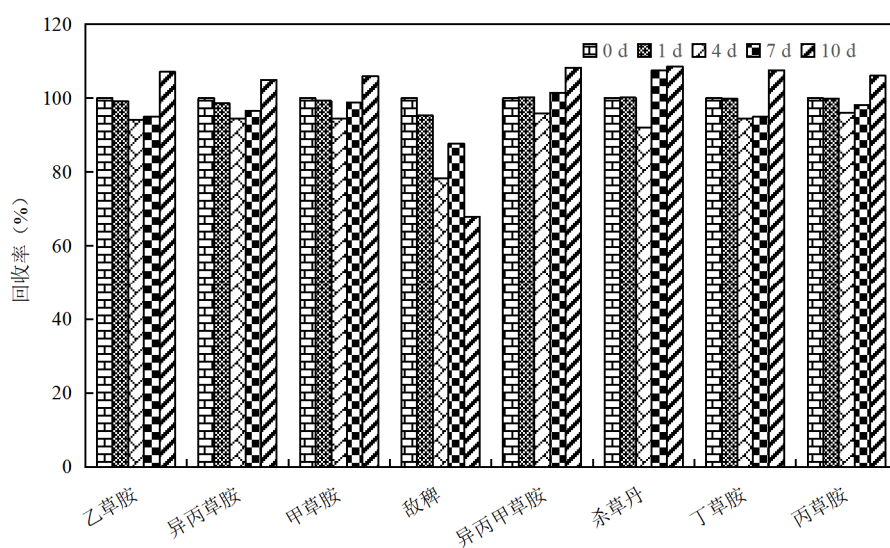


图 5.5-21 高浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性 (pH=1)

表 5.5-13 高浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性结果 (pH=1)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 99.2 | 94.1 | 95.0 | 107  |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 98.6 | 94.5 | 96.5 | 105  |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 99.2 | 94.5 | 98.9 | 106  |
| 4  | 敌稗    | 100 | 95.3 | 78.4 | 87.7 | 68.0 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 100  | 95.9 | 101  | 108  |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 100  | 92.0 | 107  | 108  |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 99.8 | 94.5 | 95.0 | 107  |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 99.9 | 96.1 | 98.1 | 106  |

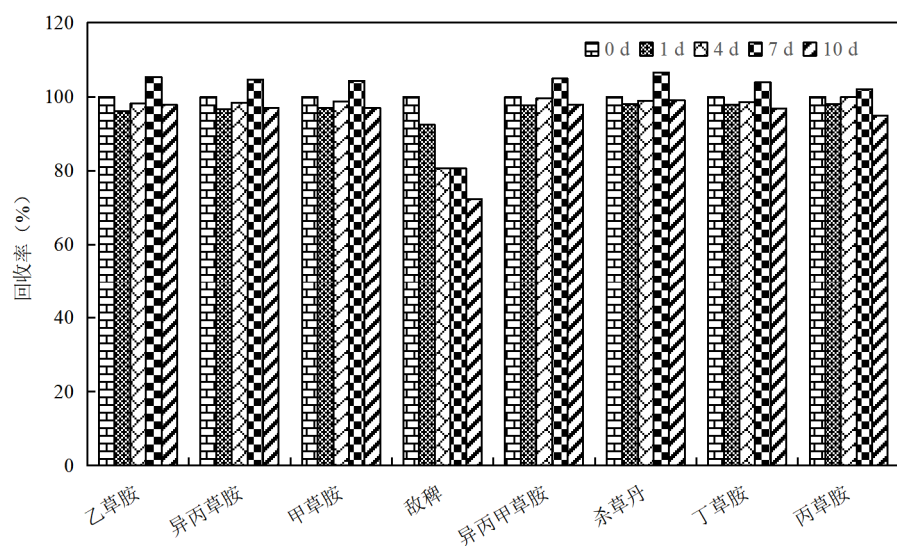


图 5.5-22 高浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性 (pH=7)

表 5.5-14 高浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性结果 (pH=7)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 96.1 | 98.1 | 105  | 97.8 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 96.6 | 98.4 | 105  | 97.0 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 97.0 | 98.8 | 104  | 96.9 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 92.4 | 80.7 | 80.7 | 72.4 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 97.6 | 99.6 | 105  | 97.8 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 98.1 | 98.9 | 107  | 99.1 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 97.8 | 98.5 | 104  | 96.8 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 97.9 | 99.9 | 102  | 94.9 |

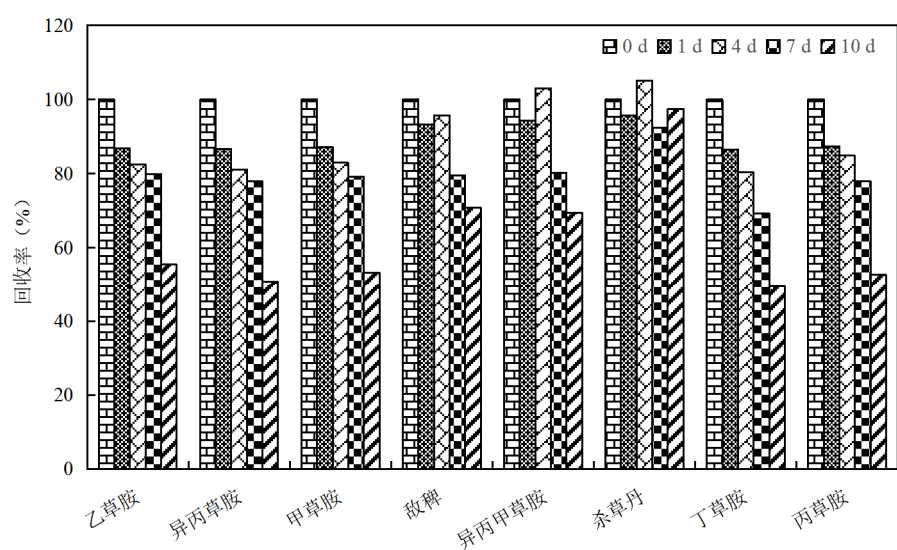


图 5.5-23 高浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性 (pH=13)

表 5.5-15 高浓度酰胺类农药在地表水中的稳定性结果 (pH=13)

| 序号 | 目标化合物 | 0 d | 1 d  | 4 d  | 7 d  | 10 d |
|----|-------|-----|------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 100 | 86.9 | 82.4 | 79.9 | 55.5 |
| 2  | 异丙草胺  | 100 | 86.7 | 81.2 | 77.9 | 50.8 |
| 3  | 甲草胺   | 100 | 87.2 | 82.9 | 79.2 | 53.3 |
| 4  | 敌稗    | 100 | 93.2 | 95.7 | 79.6 | 70.8 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 100 | 94.4 | 103  | 80.2 | 69.5 |
| 6  | 杀草丹   | 100 | 95.8 | 105  | 92.3 | 97.5 |
| 7  | 丁草胺   | 100 | 86.5 | 80.4 | 69.3 | 49.4 |
| 8  | 丙草胺   | 100 | 87.3 | 84.9 | 78.0 | 52.7 |

图 5.5-12~图 5.5-14 和图 5.5-18~图 5.5-20 分别为纯水中低、高浓度酰胺类农药在不同 pH 值条件下的稳定性结果,表明不同浓度下酰胺类农药的稳定性随 pH 值的变化趋势基本一致,8 种酰胺类农药稳定性为中性 $\geq$ 酸性 $>$ 碱性;在酸性和碱性条件下,敌稗均有不同程度的降解,在中性条件下比较稳定,这与敌稗的性质一致;对于除敌稗外的其他 7 种酰胺类农药,在中性条件下保存 10 d,降解率都在 5%以内,均较稳定,在强酸性条件下,降解率在 5%~20%之间,在强碱性条件下,除杀草丹和异丙甲草胺,其他 5 种目标化合物保存至第 4 d 时,降解率均超过了 20%,说明碱性条件下不适合 8 种酰胺类农药的保存。图 5.5-15~图 5.5-17 和图 5.5-21~图 5.5-23 分别为地表水中低、高浓度酰胺类农药在不同 pH 值条件下的稳定性结果,从中可发现,敌稗与其他 7 种酰胺类农药表现出了不同的结论,不同浓度的其他 7 种酰胺类农药的稳定性随 pH 值的变化趋势基本一致,且与纯水中结果也相近,即稳定性为中性 $\geq$ 酸性 $>$ 碱性;在地表水中,低浓度的敌稗在不同 pH 值条件下的稳定性分别为碱性 $>$ 酸性 $>$ 中性,高浓度的敌稗在不同 pH 值条件下的稳定性则相近;在强酸性和强碱性条件下,敌稗在地表水中的稳定性变化规律与在纯水中的基本一致;在中性条件下,低浓度敌稗在地表水中变化趋势是浓度逐渐降低,高浓度敌稗在地表水中则是先降低,当降解率达 20%时,浓度基本保持不变,在地表水中保存 4 d,低、高浓度的降解率均接近 20%,保存 10 d 时,低浓度的降解率达 60%,高浓度的降解率为 25%左右,而其在纯水中保存 10 d,降解率不超过 5%,表明敌稗在地表水中的稳定性明显比在纯水中差,且低浓度的降解速率比高浓度降解速率更快,说明实际水样中的基质对中性条件下敌稗的稳定性有一定的负效应,对强酸和强碱条件下的影响则不大,这印证了标准编制组之前的推测。由以上实验可知,对于除敌稗外的其它 7 种酰胺类农药,水样中的基质和 pH 值对其稳定性影响均不大,且常温下, pH 值为 2~12 时,样品保存 10 d,目标化合物降解率均在 10%以内,稳定性较好;对于敌稗来说,它在水样中的稳定性会受到基质和 pH 值的双重影响,常温下, pH 值为中性时,敌稗在地表水中保存 4 d,其降解率在 20%以内,考虑到实际水样类型众多,环境介质复杂,且结合敌稗自身对酸、碱不稳定的理化性质,标准编制组推荐水样保存的 pH 值为中性,通过研究不同浓度 8 种酰胺类农药在不同类型实际水样中的浓度变化情况以及保存温度条件来确定水样的保存时间。

#### (2) 水样保存温度

由于常温下敌稗在实际水样中的稳定性不如其他 7 种酰胺类农药,为延长样品保存时间,

标准编制组尝试通过降低样品保存温度的方式来达到理想的效果。现行有效相关标准中水样的保存温度多为常温和 4℃ 冷藏，标准编制组比较了常温（结果见图 5.5-16、图 5.5-22）和 4℃ 冷藏（结果见图 5.5-24～图 5.5-28）下 8 种酰胺类农药的保存时间，结果表明常温下除敌稗外其他 7 种目标化合物均能保存 10 d 以上，敌稗保存时间为 4 d，冷藏下 8 种目标化合物能保存 10 d 以上，冷藏能延长敌稗的保存时间，因此，建议水样 ≤4℃ 冷藏保存。

（3）水样保存时间

为进一步确定实际水样的保存时间，标准编制组对不同类型不同加标浓度实际水样的保存时间进行研究，包括地表水、海水、生活污水和工业废水，地表水加标浓度为 2.0 μg/L 和 20.0 μg/L，海水加标浓度为 2.0 μg/L，生活污水加标浓度为 20.0 μg/L，工业废水加标浓度为 40.0 μg/L，用盐酸或氢氧化钠调节 pH 值至 6～8，保存于 0℃～4℃，密封避光保存，每隔一段时间进行分析测定（第 0 d、2 d、4 d、7 d、10 d、14 d、16 d 等，平行测定 2 次），计算当日目标化合物含量与初始目标化合物含量的比值  $C/C_0$ ，参照 HJ 1053-2019 的相关要求，当  $C/C_0$  将降至 0.8 时，则表明目标化合物损失程度达到 20%，不适宜继续保存。具体试验步骤如下：

取若干份水样，每份 500 mL，每 2 份为 1 组，向每份水样中加入酰胺类标准溶液，充分混匀后置于 4℃ 下避光冷藏。间隔一段时间取出 1 组样品进行分析，计算当日目标化合物含量与初始目标化合物含量的比值  $C/C_0$ ，做出浓度随时间变化的曲线，浓度下降 20% 的时间点即为目标化合物在水样中的保存时间，结果如图 5.5-24～图 5.5-28 所示。

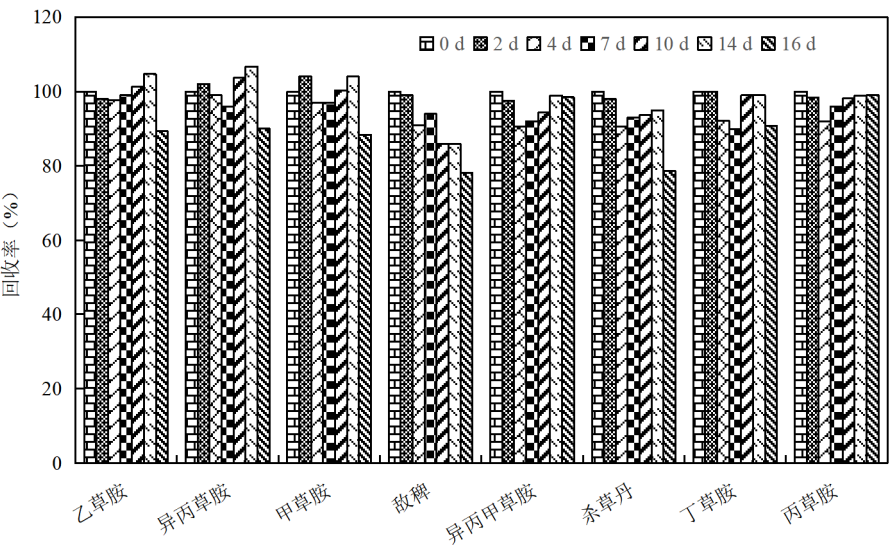


图 5.5-24 酰胺类农药在地表水中的稳定性（2.0 μg/L）

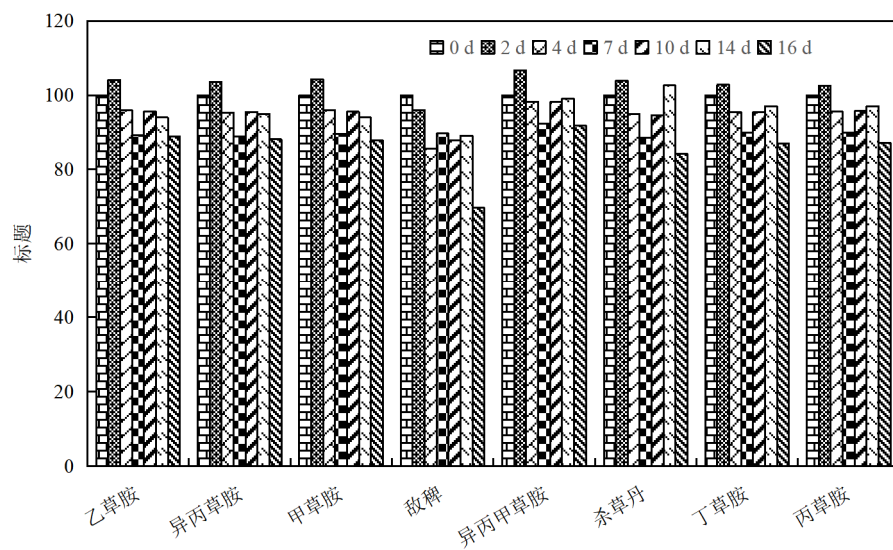


图 5.5-25 酰胺类农药在地表水中的稳定性 (20.0 µg/L)

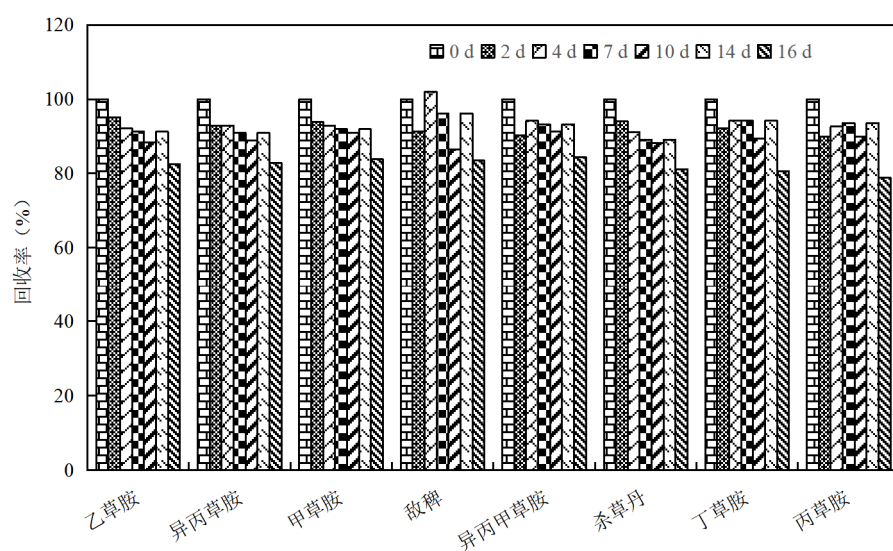


图 5.5-26 酰胺类农药在海水中的稳定性 (2.0 µg/L)

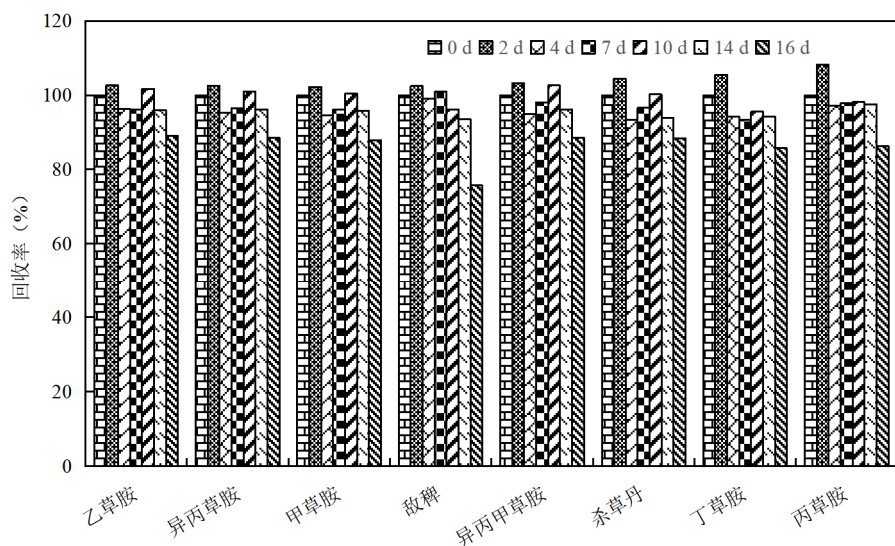


图 5.5-27 酰胺类农药在生活污水中的稳定性 (20.0  $\mu\text{g/L}$ )

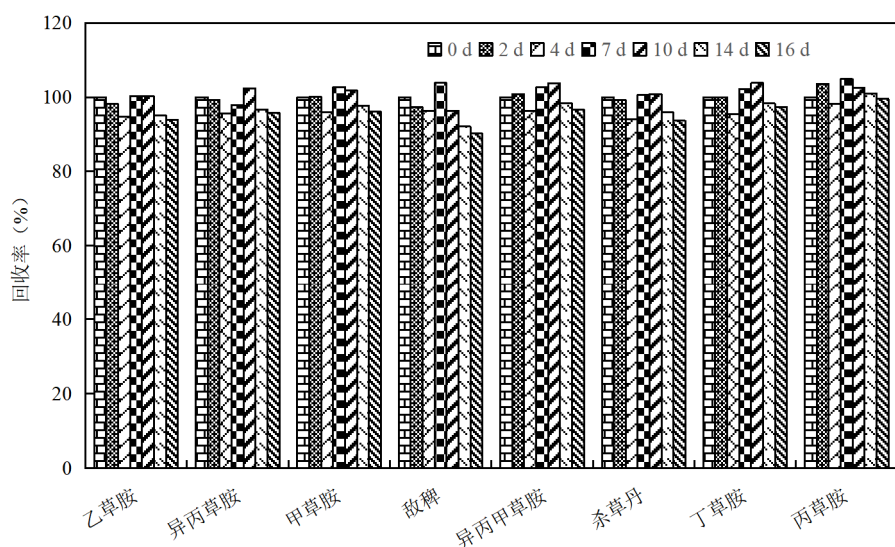


图 5.5-28 酰胺类农药在工业废水中的稳定性 (40.0  $\mu\text{g/L}$ )

由上述结果可知,地表水低浓度的样品在 16 d 内 8 种酰胺类农药的浓度下降率都在 20% 以内,地表水中浓度的样品在 14 d 内,目标化合物的浓度下降率都在 20% 以内;海水样品在 14 d 内 8 种酰胺类农药的浓度下降率都在 20% 以内;生活污水样品除敌稗外 7 种酰胺类农药在 16 d 内的浓度下降率都在 15% 以内,敌稗在 14 d 内的浓度下降率在 20% 以内;工业废水样品在 16 d 内 8 种酰胺类农药的浓度下降率都在 10% 以内;4 种类型的水质不同浓度的样品保存至 10 d 时,8 种酰胺类农药的浓度下降率均不超过 15%;敌稗在地表水的稳定性比海水、生活污水和工业废水差,且降低样品的保存温度,其稳定性明显增强;考虑到此前常温下,地表水中敌稗保存 4 d,其降解率即接近 20%,为稳妥起见,确定水样敌稗的保存时间为 4 d,其他 7 种酰胺类农药的保存时间为 7 d。

5.5.2.3 试样提取液的保存

标准编制组对样品提取液的保存时间进行了研究，将经制备的加标样品提取液保存于 0℃~4℃下，密封避光保存，其加标浓度为 2.0 μg/L、20.0 μg/L 和 40.0 μg/L，每隔一段时间进行分析测定（2 d、4 d、7 d、14 d、21 d、28 d……），计算当日目标化合物含量与初始目标化合物含量的比值  $C/C_0$ ，当  $C/C_0$  将降至 0.8 时则表明目标化合物损失程度达到 20%，不适宜继续保存。结果如图 5.5-29~图 5.5-31 所示。

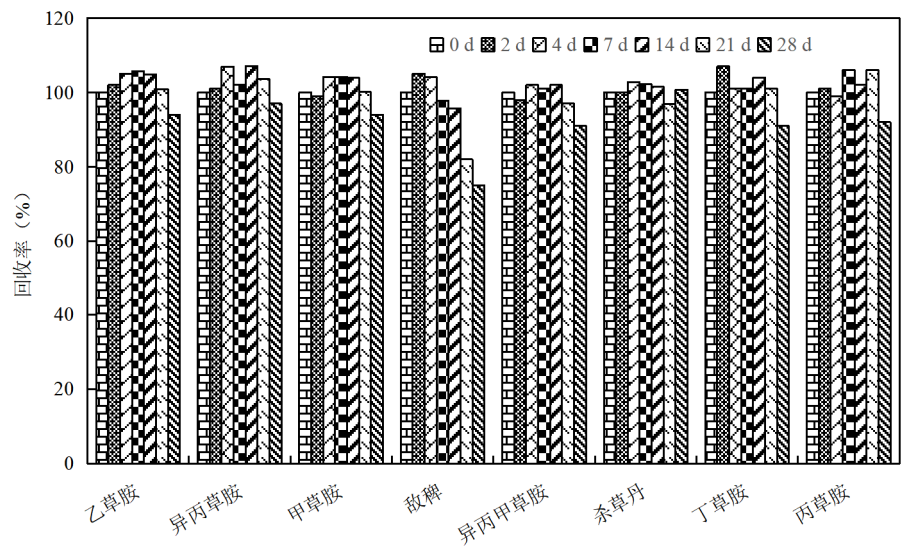


图 5.5-29 试样提取液中酰胺类农药浓度随时间变化趋势图（2.0 μg/L）

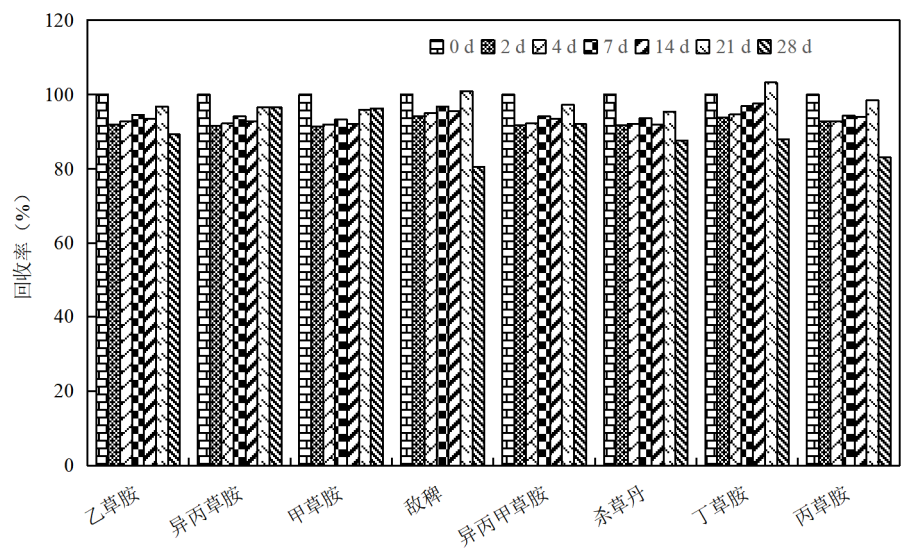


图 5.5-30 试样提取液中酰胺类农药浓度随时间变化趋势图（20.0 μg/L）

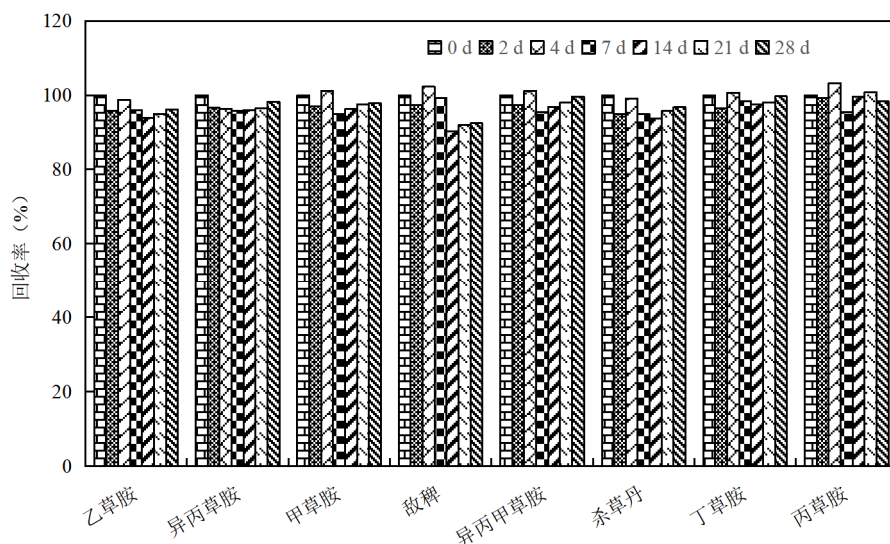


图 5.5-31 试样提取液中酰胺类农药浓度随时间变化趋势图 (40.0 μg/L)

由图 5.5-29~图 5.5-31 可知, 低浓度样品保存 21 d, 8 种酰胺类农药的浓度下降率都在 10% 以内, 样品保存至 28 d 时, 部分目标化合物的浓度下降率超过 15%; 中浓度样品保存 21 d, 8 种酰胺类农药的浓度下降率在 10% 以内, 保存 28 d 时, 部分目标化合物的浓度下降率超过 15%; 高浓度样品保存至 28 d 时, 8 种酰胺类农药的浓度下降率均在 10% 以内。不同浓度的提取液保存至 21 d 时, 8 种酰胺类农药的浓度下降率都在 10% 以内, 保守起见, 试样提取液的保存时间确定为 14 d 内。

## 5.6 试样的制备

### 5.6.1 液液萃取法萃取剂的优化

我国标准 GB/T 23214-2008 采用 1% 乙酸乙腈萃取水样中的敌稗、甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、杀草丹; GB/T 5009.177-2003 采用丙酮萃取大米中敌稗; GB 23200.8-2016 采用乙腈萃取水果蔬菜中敌稗、丁草胺、甲草胺、乙草胺; GB/T 5009.218-2008 采用丙酮萃取水果蔬菜中敌稗、乙草胺、甲草胺、杀草丹、丙草胺、丁草胺; GB/T 20771-2008 采用二氯甲烷萃取蜂蜜中敌稗、乙草胺、丁草胺、杀草丹; HJ 1053-2019 采用丙酮-正己烷 (1+1) 萃取土壤和沉积物中乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺。国外标准 EPA 645 采用二氯甲烷萃取城市和工业废水中甲草胺、丁草胺; EPA 505 采用已完萃取水中甲草胺; EPA 507 采用二氯甲烷萃取水中甲草胺、丁草胺、异丙甲草胺; EPA 632.1 采用二氯甲烷萃取城市和工业废水中敌稗; EPA 551.1 采用甲基叔丁基醚萃取饮用水、水源水和洁净地表水中甲草胺、丙草胺、异丙甲草胺。综合上述标准, 主要涉及的萃取溶剂有二氯甲烷、丙酮、正己烷、甲基叔丁基醚、乙腈。由于丙酮和乙腈水溶性较大, 不适合水样中有机溶剂的萃取, 不予考虑。酰胺类农药属于中等偏弱极性有机物, 适合选用中等极性溶剂或弱极性溶剂萃取。标准编制组首先比较了中等极性的二氯甲烷, 弱极性的甲基叔丁基醚和非极性的正己烷这 3 种单一溶剂对酰胺类农药的萃取效率。在 200 mL 浓度为 40 μg/L

的酰胺类农药水溶液中加入 10 g 氯化钠，以萃取剂萃取 3 次，每次萃取剂用量为 15 mL，合并萃取液，经脱水浓缩后，GC-MS 测定，测定结果如表 5.6-1 所示。以弱极性的甲基叔丁基醚作萃取溶剂时，8 种酰胺类农药的萃取效率均不超过 71%，整体较二氯甲烷和正己烷低；正己烷、二氯甲烷作为萃取溶剂时，除敌稗外，其他 7 种酰胺类农药的回收率相差不大，分别为 74.3%~100.3%和 74.3%~96.0%，敌稗的回收率分别为 22.5%和 76.6%，说明二氯甲烷对敌稗的萃取效果较正己烷更好，若目标化合物中不含敌稗，则选择正己烷或二氯甲烷作为萃取溶剂均可，当以 8 种酰胺类农药为目标化合物时，应选择二氯甲烷作为萃取剂。

表 5.6-1 单一溶剂的液液萃取回收率（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 正己烷  | 二氯甲烷 | 甲基叔丁基醚 |
|----|-------|------|------|--------|
| 1  | 乙草胺   | 75.0 | 75.5 | 61.0   |
| 2  | 异丙草胺  | 76.1 | 75.2 | 61.1   |
| 3  | 甲草胺   | 73.2 | 76.3 | 60.6   |
| 4  | 敌稗    | 22.5 | 76.6 | 70.7   |
| 5  | 异丙甲草胺 | 75.2 | 75.6 | 63.4   |
| 6  | 杀草丹   | 74.3 | 74.3 | 56.5   |
| 7  | 丁草胺   | 100  | 96.0 | 55.0   |
| 8  | 丙草胺   | 95.5 | 95.3 | 59.1   |

由于用二氯甲烷萃取 3 次，仍有部分目标化合物回收率低于 80%，且萃取 3 次样品前处理耗时长，二氯甲烷不是最佳的萃取溶剂。考虑到酰胺类化合物具有一定的水溶性，标准编制组选取具有水溶性且中等极性的乙酸乙酯与二氯甲烷配制成不同比例的混合液作为萃取剂，进一步研究不同萃取剂对 8 种酰胺类农药萃取的适用性。在 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药水溶液中加入 10 g 氯化钠，以萃取剂萃取 2 次，每次萃取剂用量为 15 mL，合并萃取液，经脱水浓缩后，GC-MS 测定，测定结果如表 5.6-2 所示。向二氯甲烷中加入乙酸乙酯后，酰胺类农药的萃取效率有显著提升，但随着乙酸乙酯比例增大，萃取效率逐渐降低，乙酸乙酯-二氯甲烷（10+90）与二氯甲烷的萃取效率相当，而乙酸乙酯-二氯甲烷（5+95）萃取 2 次时，8 种酰胺类农药的萃取回收率为 91.5%~106%，较为理想，建议选用乙酸乙酯-二氯甲烷（5+95）作为萃取溶剂。

表 5.6-2 乙酸乙酯/二氯甲烷混合溶剂的液液萃取回收率（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 乙酸乙酯-二氯<br>甲烷（20+80） | 乙酸乙酯-二氯<br>甲烷（10+90） | 乙酸乙酯-二氯甲<br>烷（5+95） | 二氯甲烷 |
|----|-------|----------------------|----------------------|---------------------|------|
| 1  | 乙草胺   | 73.8                 | 99.9                 | 105                 | 88.1 |
| 2  | 异丙草胺  | 64.7                 | 87.3                 | 91.6                | 77.5 |
| 3  | 甲草胺   | 64.4                 | 87.1                 | 91.5                | 76.8 |
| 4  | 敌稗    | 73.2                 | 97.7                 | 106                 | 86.3 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 65.5                 | 89.1                 | 92.9                | 79.9 |
| 6  | 杀草丹   | 66.8                 | 89.2                 | 95.6                | 79.8 |

| 序号 | 目标化合物 | 乙酸乙酯-二氯<br>甲烷（20+80） | 乙酸乙酯-二氯<br>甲烷（10+90） | 乙酸乙酯-二氯甲<br>烷（5+95） | 二氯甲烷 |
|----|-------|----------------------|----------------------|---------------------|------|
| 7  | 丁草胺   | 69.5                 | 93.4                 | 98.7                | 90.5 |
| 8  | 丙草胺   | 69.7                 | 93.1                 | 98.0                | 90.4 |

### 5.6.2 液液萃取法萃取 pH 值的选择

液液萃取时水样 pH 值可能会影响目标化合物的萃取效率，标准编制组考察不同 pH 值（2~12）对酰胺类农药萃取效率的影响。取 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药水溶液，调节水样为不同 pH 值，加入 10 g 氯化钠，用 15 mL 乙酸乙酯-二氯甲烷（5+95）萃取 2 次，合并萃取液，经脱水浓缩后，GC-MS 测定，测定结果如表 5.6-3 所示。调节水样 pH 值分别为 2、5、6、7、8、9 和 12 时，8 种酰胺类农药的加标回收率分别为 98.5%~107%、97.0%~107%、90.5%~104%、94.1%~103%、93.6%~101%、88.4%~94.6%和 95.5%~108%，水样 pH 值为弱碱性（pH=9）时，8 种酰胺类农药的回收率比其他条件下略低，但总体回收率均接近 90%以上，说明 pH 值对水样萃取的影响不大。考虑到样品采集时已将样品 pH 值调到中性（pH 值为 6~8），故在液液萃取时，可不再调节样品 pH 值，推荐在中性条件下萃取。

表 5.6-3 水样不同 pH 值下的液液萃取回收率（单位：%）

| 序号 | 目标物   | pH=2 | pH=5 | pH=6 | pH=7 | pH=8 | pH=9 | pH=12 |
|----|-------|------|------|------|------|------|------|-------|
| 1  | 乙草胺   | 102  | 99.4 | 90.5 | 94.1 | 90.9 | 90.1 | 95.5  |
| 2  | 异丙草胺  | 100  | 99.5 | 97.0 | 103  | 101  | 89.9 | 97.0  |
| 3  | 甲草胺   | 98.9 | 97   | 90.7 | 94.1 | 90.8 | 88.4 | 94.2  |
| 4  | 敌稗    | 107  | 107  | 93.6 | 95.6 | 93.6 | 97.4 | 108   |
| 5  | 异丙甲草胺 | 99.4 | 98.4 | 94.5 | 95.2 | 93.6 | 89.1 | 95.8  |
| 6  | 杀草丹   | 102  | 101  | 94.8 | 99.1 | 95.8 | 92.3 | 99    |
| 7  | 丁草胺   | 98.5 | 101  | 104  | 100  | 98.4 | 91   | 98.4  |
| 8  | 丙草胺   | 101  | 104  | 92.4 | 95.7 | 92.0 | 94.6 | 103   |

### 5.6.3 液液萃取法氯化钠添加量的优化

水样中加入一定量的盐，可以降低有机物在水中的溶解度，提高萃取效率，起到盐析的作用。标准编制组考察不同含盐量对萃取效率的影响。在 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药水溶液中加入不同量的氯化钠，用 15 mL 乙酸乙酯-二氯甲烷（5+95）萃取 2 次，合并萃取液，经脱水浓缩后，GC-MS 测定，测定结果如表 5.6-4 所示。当氯化钠加入量为 5 g、10 g 和 15 g 时，8 种酰胺类农药的回收率分别为 89.4%~106%和 88.4%~104%和 87.4%~105%，氯化钠加入量的增加对目标化合物回收率的影响很小，且各目标化合物的回收率均接近理想值，说明加入 5 g 的氯化钠即可。如果萃取液乳化严重，可以增加 NaCl 加入量。为方便操作，氯化钠加入量定为 5 g~10 g。

表 5.6-4 水样中不同氯化钠加入量下的液液萃取回收率（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 5 g  | 10 g | 15 g |
|----|-------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 92.3 | 94.5 | 91.3 |
| 2  | 异丙草胺  | 89.4 | 97.6 | 92.5 |
| 3  | 甲草胺   | 93.5 | 88.4 | 95.6 |
| 4  | 敌稗    | 96.7 | 95.3 | 87.4 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 96.2 | 94.8 | 96.3 |
| 6  | 杀草丹   | 98.4 | 97.3 | 95.3 |
| 7  | 丁草胺   | 106  | 101  | 105  |
| 8  | 丙草胺   | 102  | 104  | 99.4 |

5.6.4 液液萃取法萃取次数的优化

通常萃取次数越多，目标化合物的萃取效率越高，但随着萃取次数的增加，也会加大溶剂的消耗和增加前处理步骤，因此，需要在保证萃取效率的前提下尽可能减少萃取次数。标准编制组考察了不同萃取次数下酰胺类农药的萃取效率。在 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药水溶液中加入 5 g 氯化钠，加入 15 mL 乙酸乙酯-二氯甲烷（5+95）萃取，每次萃取剂用量为 15 mL，根据情况合并萃取液，经脱水浓缩后，GC-MS 测定，测定结果如表 5.6-5 所示。当萃取次数为 1 次、2 次和 3 次时，8 种酰胺类农药的回收率分别为 75.5%~92.4%、89.4%~106%和 90.2%~108%，萃取 2 次的回收率达 90%，可以满足实验要求，且萃取次数达到 2 次以上之后，回收率增加有限，由于萃取溶剂大量使用对实验人员身体健康和环境都会造成一定的影响，建议萃取次数不少于 2 次。

表 5.6-5 不同萃取次数下的液液萃取回收率（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 1 次  | 2 次  | 3 次  |
|----|-------|------|------|------|
| 1  | 乙草胺   | 75.5 | 92.3 | 97.8 |
| 2  | 异丙草胺  | 81.3 | 89.4 | 94.6 |
| 3  | 甲草胺   | 83.6 | 93.5 | 95.4 |
| 4  | 敌稗    | 82.8 | 96.7 | 94.8 |
| 5  | 异丙甲草胺 | 96.3 | 96.2 | 90.2 |
| 6  | 杀草丹   | 92.4 | 98.4 | 97.9 |
| 7  | 丁草胺   | 91.7 | 106  | 102  |
| 8  | 丙草胺   | 88.9 | 102  | 108  |

5.6.5 液液萃取法净化条件优化

气相色谱-质谱方法的净化，其主要目的是为了去除试样中大分子和有色物以减少对毛细气相色谱柱的损害。地下水及背景干扰低的地表水、海水等样品的萃取液可不经净化，直接分析；对于成分比较复杂的生活污水和工业废水，或提取液颜色较深时，可以对提取液进行净化。我国标准 HJ 1053-2019 采用弗罗里硅土小柱净化，丙酮-正己烷（5+95）洗脱乙草

胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗等 8 种酰胺类农药；GB/T 5009.177-2003 采用弗罗里硅土小柱净化，正己烷-乙醚（1+1）洗脱；国外标准 EPA 645 采用弗罗里硅土小柱净化，丙酮-正己烷（1+9）洗脱甲草胺、丁草胺；EPA 525.1 采用硅胶柱净化，二氯甲烷洗脱甲草胺、丁草胺、异丙甲草胺；日本《地表水环境质量标准》采用弗罗里硅土柱、硅胶柱净化，乙醚-正己烷（35+65）洗脱杀草丹。文献中报道酰胺类农药可采用弗罗里硅土柱、氨基柱、硅胶柱净化除杂。综上考虑，标准编制组选取弗罗里硅土柱、氨基柱和硅胶柱 3 种材质的 SPE 小柱对 8 种酰胺类农药的净化进行研究。

5.6.5.1 弗罗里硅土小柱

采用弗罗里硅土小柱（1 g，6 mL）对浓度为 10 mg/L 的酰胺类农药（实际水样经萃取后的浓缩液加标）进行净化，比较了不同比例丙酮/正己烷混合溶剂、二氯甲烷/正己烷混合溶剂作为洗脱溶剂，洗脱液体积为 10 mL，进行一次性洗脱的净化回收率，如表 5.6-6～表 5.6-7 所示。采用正己烷洗脱时，8 种酰胺类农药的回收率较低，为 10.6%～36.7%，丙酮/正己烷体系中，随着丙酮比例的增大，8 种酰胺类农药的回收率有所增大，丙酮-正己烷（2+98）、丙酮-正己烷（5+95）和丙酮-正己烷（1+9）对酰胺类农药的净化回收率分别为 75.8%～84.6%、80.5%～89.9%和 80.8%～88.9%，而丙酮-正己烷（5+95）和丙酮-正己烷（1+9）洗脱效果相当，均在 80%以上，但实验过程中发现，丙酮-正己烷（1+9）在洗脱过程中伴随有色素类干扰物流出，得到的收集液颜色偏深，可能是洗脱液与其极性相似的色素等干扰物质也一并淋洗了下来，其他洗脱液均未将填料上保留的色素类干扰物洗脱下来。二氯甲烷/正己烷体系中，随着二氯甲烷比例的增大，8 种酰胺类农药的净化回收率也越高，二氯甲烷-正己烷（1+9）、二氯甲烷-正己烷（2+8）、二氯甲烷-正己烷（3+7）和二氯甲烷对酰胺类农药的洗脱回收率分别为 47.4%～85.9%、56.8%～79.4%、70.5%～83.7%和 88.3%～95.4%，且小柱上均有明显的的色素保留，说明以二氯甲烷洗脱能达到较好的洗脱效果。

标准编制组进一步通过流出曲线实验确定净化过程中洗脱液的用量。采用弗罗里硅土小柱（1 g，6 mL）对浓度为 10 mg/L 的酰胺类农药进行净化，以二氯甲烷洗脱，每流出 1 mL 收集一次洗脱液，采用 GC-MS 分析，绘制洗脱曲线，如图 5.6-1 所示。当洗脱液为 7 mL～8 mL 时，8 种酰胺类农药洗脱回收率达 90%以上且趋于平稳，因此，为保证目标化合物完全洗脱，洗脱剂用量为 10 mL 较为合适。

表 5.6-6 以丙酮/正己烷混合溶液为洗脱溶剂时弗罗里硅土柱对酰胺类农药的净化回收率  
（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 正己烷  | 丙酮-正己烷<br>(2+98) | 丙酮-正己烷<br>(5+95) | 丙酮-正己烷<br>(1+9) |
|----|-------|------|------------------|------------------|-----------------|
| 1  | 乙草胺   | 14.5 | 78.5             | 88.5             | 81.8            |
| 2  | 异丙草胺  | 10.6 | 75.8             | 83.7             | 87.2            |
| 3  | 甲草胺   | 15.3 | 80.0             | 89.8             | 84              |
| 4  | 敌稗    | 14.8 | 77.6             | 85.4             | 80.8            |
| 5  | 异丙甲草胺 | 23.4 | 84.6             | 82.8             | 87.2            |
| 6  | 杀草丹   | 32.7 | 83.5             | 87.3             | 88.9            |

| 序号    | 目标化合物 | 正己烷       | 丙酮-正己烷<br>(2+98) | 丙酮-正己烷<br>(5+95) | 丙酮-正己烷<br>(1+9) |
|-------|-------|-----------|------------------|------------------|-----------------|
| 7     | 丁草胺   | 25.8      | 80.2             | 84.2             | 86.5            |
| 8     | 丙草胺   | 36.7      | 78.3             | 80.5             | 81.7            |
| 回收率范围 |       | 10.6~36.7 | 75.8~84.6        | 80.5~89.9        | 80.8~88.9       |

表 5.6-7 以二氯甲烷/正己烷混合溶液为洗脱溶剂时弗罗里硅土柱对酰胺类农药的净化回收率（单位：%）

| 序号    | 目标化合物 | 二氯甲烷-正己烷<br>(1+9) | 二氯甲烷-正己烷<br>(2+8) | 二氯甲烷-正己烷<br>(3+7) | 二氯甲烷      |
|-------|-------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------|
| 1     | 乙草胺   | 67.2              | 72.1              | 78.6              | 89.3      |
| 2     | 异丙草胺  | 55.1              | 66.9              | 79.2              | 88.7      |
| 3     | 甲草胺   | 65.9              | 71.7              | 78.5              | 88.3      |
| 4     | 敌稗    | 64.4              | 69.7              | 77.0              | 91.5      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 85.9              | 78.9              | 83.5              | 88.8      |
| 6     | 杀草丹   | 47.4              | 56.8              | 70.5              | 90.1      |
| 7     | 丁草胺   | 76.9              | 79.4              | 83.7              | 95.4      |
| 8     | 丙草胺   | 50.5              | 90.0              | 69.3              | 95.3      |
| 回收率范围 |       | 47.4~85.9         | 56.8~90.0         | 70.5~83.7         | 88.3~95.4 |

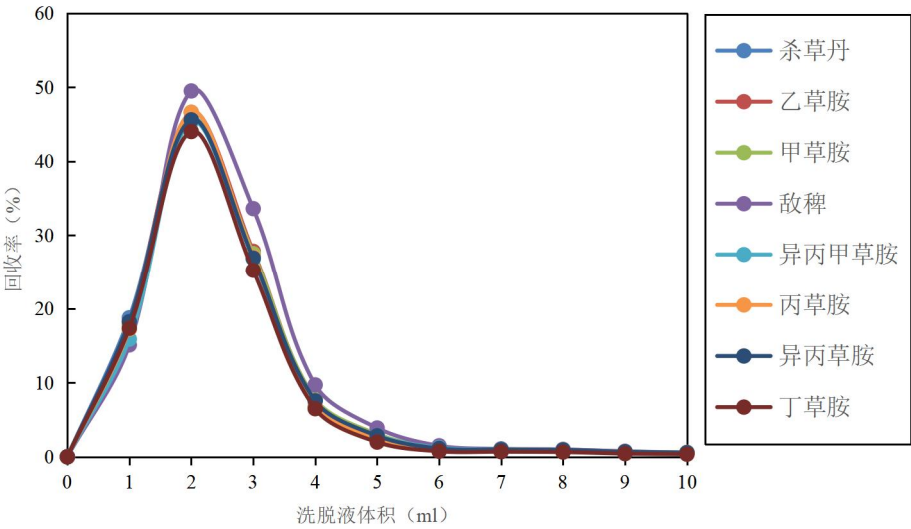


图 5.6-1 8 种酰胺类农药在弗罗里硅土柱上的流出曲线

### 5.6.5.2 氨基小柱

采用氨基小柱（1 g，6 mL）对浓度为 10 mg/L 的酰胺类农药（实际水样经萃取后的浓缩液加标）进行净化，比较了二氯甲烷/正己烷混合溶剂作为洗脱溶剂，洗脱液体积为 10 mL，进行一次性洗脱的净化回收率，如表 5.6-8 所示。二氯甲烷比例增大，敌稗、异丙甲草胺和

丙草胺等酰胺类农药的净化回收率有明显提升,说明以二氯甲烷洗脱也能达到较好的洗脱效果。标准编制组进一步通过流出曲线实验确定净化过程中洗脱液的用量。采用氨基小柱(1 g, 6 mL)对浓度为 10 mg/L 的酰胺类农药进行净化,以二氯甲烷洗脱,每流出 1 mL 收集一次洗脱液,采用 GC-MS 分析,绘制洗脱曲线,如图 5.6-2 所示。当洗脱液为 6 mL 时,除敌稗外的 7 种酰胺类农药的洗脱回收率均达 95%以上,当洗脱液体积为 8 mL 时,敌稗的洗脱回收率达 95%以上且趋于平稳,因此,为保证目标化合物完全洗脱,洗脱剂用量为 10 mL 较为合适。

表 5. 6-8 以二氯甲烷/正己烷混合溶液为洗脱溶剂时氨基柱对酰胺类农药的净化回收率  
(单位: %)

| 序号    | 目标化合物 | 二氯甲烷-正己烷 (1+9) | 二氯甲烷-正己烷 (3+7) | 二氯甲烷-正己烷 (5+5) | 二氯甲烷-正己烷 (7+3) | 二氯甲烷-正己烷 (9+1) | 二氯甲烷     |
|-------|-------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------|
| 1     | 乙草胺   | 0.11           | 79.7           | 90.1           | 97.2           | 99.4           | 100      |
| 2     | 异丙草胺  | 0.75           | 78.3           | 88.1           | 94.5           | 95.9           | 96.0     |
| 3     | 甲草胺   | 0.12           | 77.1           | 87.1           | 93.0           | 95.3           | 95.2     |
| 4     | 敌稗    | 0.08           | 0.06           | 22.6           | 79.1           | 87.1           | 96.5     |
| 5     | 异丙甲草胺 | 0.15           | 38.3           | 86.8           | 92.0           | 93.1           | 93.2     |
| 6     | 杀草丹   | 74.3           | 82.3           | 90.2           | 96.5           | 97.3           | 97.7     |
| 7     | 丁草胺   | 27.2           | 85.1           | 93.9           | 99.4           | 99.5           | 100      |
| 8     | 丙草胺   | 0.10           | 76.3           | 91.6           | 96.8           | 96.6           | 96.9     |
| 回收率范围 |       | 0.08~74.3      | 0.06~85.1      | 22.6~93.9      | 79.1~99.4      | 87.1~99.5      | 93.2~100 |

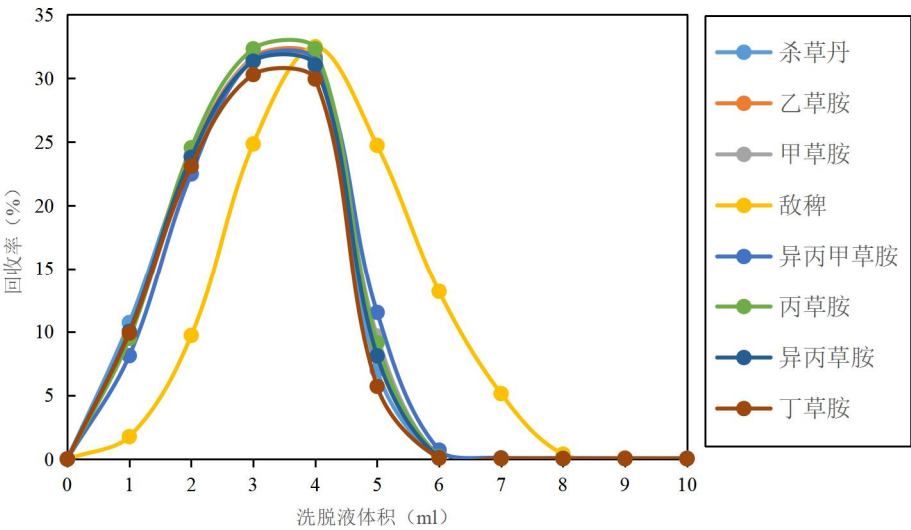


图 5. 6-2 8 种酰胺类农药在氨基柱上的流出曲线

### 5.6.5.3 硅胶小柱

采用硅胶小柱（1 g，6 mL）对浓度为 10 mg/L 的酰胺类农药（实际水样经萃取后的浓缩液加标）进行净化，以二氯甲烷为洗脱溶剂，比较了不同洗脱体积的净化回收率，如表 5.6-9 所示。当二氯甲烷洗脱剂用量为 10 mL 时，乙草胺、异丙草胺、甲草胺、杀草丹回收率较高，均在 85%以上，其他 4 种酰胺类农药的净化回收率均低于 80%，部分目标化合物净化回收率甚至低于 20%，随着洗脱剂用量增加至 20 mL，虽然敌稗、异丙甲草胺、丙草胺的净化回收率有所增加，但仍低于 80%，说明二氯甲烷的洗脱能力较弱，不适合用作洗脱溶剂。标准编制组又研究了丙酮-正己烷混合溶剂作为洗脱溶剂的净化效果，洗脱剂用量为 10 mL，结果如表 5.6-10 所示。以丙酮-正己烷（2+98）、丙酮-正己烷（5+95）和丙酮-正己烷（1+9）为洗脱溶剂，酰胺类农药的净化回收率分别为 74.3%~82.8%、84.15~106% 和 85.8%~98.6%，丙酮-正己烷（5+95）和丙酮-正己烷（1+9）洗脱回收率相当，均在 80% 以上。但实验过程中发现，丙酮/正己烷混合溶剂作为洗脱溶剂时，在洗脱过程中有时会伴随有少量色素类干扰物流出，得到的收集液浓缩后颜色偏深，可能是洗脱液与其极性相似的色素等干扰物质也一并淋洗了下来，将难以达到理想的净化除杂的效果。因此，标准编制组优先推荐弗罗里硅土小柱/氨基柱进行净化。

表 5.6-9 以二氯甲烷为洗脱溶剂时硅胶柱对酰胺类农药的净化回收率（单位：%）

| 序号    | 目标化合物 | 10 mL     | 20 mL     |
|-------|-------|-----------|-----------|
| 1     | 乙草胺   | 91.5      | 94.5      |
| 2     | 异丙草胺  | 94.2      | 95.2      |
| 3     | 甲草胺   | 89.2      | 92.0      |
| 4     | 敌稗    | 76.2      | 88.3      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 17.8      | 57.7      |
| 6     | 杀草丹   | 93.0      | 94.1      |
| 7     | 丁草胺   | 77.8      | 76.8      |
| 8     | 丙草胺   | 57.8      | 67.7      |
| 回收率范围 |       | 17.8~94.2 | 57.7~95.2 |

表 5.6-10 以丙酮/正己烷混合溶液为洗脱溶剂时硅胶柱对酰胺类农药的净化回收率（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 丙酮-正己烷<br>(2+98) | 丙酮-正己烷<br>(5+95) | 丙酮-正己烷<br>(1+9) |
|----|-------|------------------|------------------|-----------------|
| 1  | 乙草胺   | 76.6             | 93.2             | 85.9            |
| 2  | 异丙草胺  | 74.3             | 84.1             | 91.6            |
| 3  | 甲草胺   | 79.4             | 92.4             | 88.2            |
| 4  | 敌稗    | 78.0             | 106              | 94.8            |
| 5  | 异丙甲草胺 | 82.9             | 98.7             | 98.6            |
| 6  | 杀草丹   | 82.8             | 97.2             | 93.3            |
| 7  | 丁草胺   | 77.6             | 96.8             | 90.8            |

| 序号    | 目标化合物 | 丙酮-正己烷<br>(2+98) | 丙酮-正己烷<br>(5+95) | 丙酮-正己烷<br>(1+9) |
|-------|-------|------------------|------------------|-----------------|
| 8     | 丙草胺   | 76.7             | 95.6             | 85.8            |
| 回收率范围 |       | 74.3~82.8        | 84.1~106         | 85.8~98.6       |

通过以上条件实验，液液萃取法的条件为，准确量取 200 mL 水样，加入盐酸或氢氧化钠溶液调节 pH 值至中性，加入 5 g 氯化钠，用 15 mL 乙酸乙酯-二氯甲烷（5+95）萃取水样中酰胺类化合物，震荡萃取 5 min，收集萃取液，至少萃取 2 次，合并所有萃取液，待浓缩后直接测定。若需净化，则萃取液经弗罗里硅土/氨基柱或其他等效固相萃取小柱净化后测定。

### 5.6.6 固相萃取法萃取小柱的选择

我国标准 NY/T 1728-2009 采用 C<sub>18</sub> 固相萃取柱富集水样中甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、异丙甲草胺、敌稗，丙酮-乙酸乙酯（1+1）洗脱；《生活饮用水标准检验方法 第 9 部分：农药指标 41.1 乙草胺 气相色谱质谱法》（GB/T 5750.9-2023）采用 C<sub>18</sub> 固相萃取柱富集水样中乙草胺，乙酸乙酯洗脱；国外标准 EPA 525.1 采用 C<sub>18</sub> 固相萃取盘富集饮用水中甲草胺、丁草胺、异丙甲草胺，二氯甲烷洗脱；EPA 525.2 采用 C<sub>18</sub> 固相萃取盘富集饮用水中甲草胺，二氯甲烷-乙酸乙酯（1+1）洗脱；EPA 508.1 采用 C<sub>18</sub> 固相萃取盘富集饮用水和地下水中甲草胺、丙草胺，先用乙酸乙酯洗脱，再用二氯甲烷进行二次洗脱；文献中也选用 HLB、ENVI-18 作为萃取小柱富集水样中酰胺类农药。C<sub>18</sub> 萃取小柱是一种常见的反相固相萃取柱，其内部填充了疏水性的十八烷基基团，能够通过疏水作用优先吸附水溶性或极性较弱的有机化合物，适用于非极性至中等极性化合物的萃取，但对于强极性化合物的保留能力有限；ENVI-18 萃取小柱是一种特殊的 C<sub>18</sub> 柱，具有更高的含碳量（17%），并且经过多点键合和封尾处理，使其对非极性化合物的保留能力更强，回收率更高，同时能够耐受更苛刻的 pH 条件，适合在更广泛的 pH 范围内使用。HLB 萃取小柱是一种基于亲水亲脂平衡原理的固相萃取柱，其固定相材料同时具有亲水性和疏水性功能团，对于极性化合物、中等极性化合物和部分非极性化合物有良好的吸附能力，且其化学性质稳定，不受酸碱影响，属于通用型小柱。理论上，C<sub>18</sub> 柱、ENVI-18 和 HLB 三种小柱对酰胺类农药可能都有较好的富集效果。为更好地比较常用萃取小柱萃取酰胺类农药的萃取效率，标准编制组还同步比较了常用正相柱弗罗里硅土小柱的萃取效果。

选用 HLB（500 mg，6 mL）、ENVI-18（500 mg，6 mL）、C<sub>18</sub>（500 mg，6 mL）和 Florisil（500 mg，6 mL）固相萃取小柱，对 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药的地表水样品，以 5 mL/min 的流速进行富集，每种固相萃取柱平行测定 3 次。富集前对固相萃取柱进行预活化：依次用 10 mL 二氯甲烷、10 mL 甲醇、10 mL 水淋洗，淋洗过程柱床表面不能干，使其处于湿润和活化状态备用。开启真空系统，使水样连续通过活化过的萃取柱，在富集过程中始终保持柱床上有至少 1 cm 高水样。当样品富集完成，继续真空抽吸至柱床干燥。使用 20 mL 二氯甲烷进行淋洗，收集于样品接收瓶中，将接收瓶置于氮气浓缩仪中氮吹浓缩至 1.0 mL 左右，定容至 1.0 mL 于进样小瓶中，加入内标，GC-MS 分析，测定结果如表 5.6-11 所示。Florisil 小柱对 8 种酰胺类农药的富集回收率为 10.6%~25.2%，富集效率较低，不适合选用；HLB 小柱对 8 种酰胺类农药的富集回收率在 76.7%~93.3%，对异丙草胺和异

丙草胺的回收率低于 85%；C<sub>18</sub> 和 ENVI-18 两种小柱对酰胺类农药的回收率分别为 93.1%~97.8%和 92.9%~99.8%，富集效果均较理想，可根据实际情况选择 C<sub>18</sub> 柱或 ENVI-18 柱其中一种进行富集。综合考虑固相萃取小柱的成本，标准编制组推荐首选 C<sub>18</sub> 柱。

表 5.6-11 不同固相柱萃取柱的目标化合物回收率（单位：%）

| 序号    | 目标化合物 | C <sub>18</sub> | ENVI-18   | HLB       | Florisil  |
|-------|-------|-----------------|-----------|-----------|-----------|
| 1     | 乙草胺   | 94.2            | 92.9      | 90.1      | 10.6      |
| 2     | 异丙草胺  | 96.7            | 95.1      | 76.7      | 12.9      |
| 3     | 甲草胺   | 93.1            | 92.5      | 88.2      | 11.7      |
| 4     | 敌稗    | 93.7            | 93.4      | 90.4      | 16.3      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 97.8            | 99.8      | 84.5      | 13.6      |
| 6     | 杀草丹   | 94.4            | 94.7      | 91.1      | 24.3      |
| 7     | 丁草胺   | 93.8            | 95.8      | 90.7      | 25.2      |
| 8     | 丙草胺   | 96.9            | 98.2      | 93.3      | 24.3      |
| 回收率范围 |       | 93.1~97.8       | 92.9~99.8 | 76.7~93.3 | 10.6~25.2 |

### 5.6.7 固相萃取法洗脱液的选择

洗脱液的种类对固相萃取法的回收效率有直接影响。由于酰胺类农药属于中等偏弱极性化合物，因此保证淋洗回收率及净化效果的基础上，洗脱液也选用弱极性或中极性的溶剂。国内外标准和文献中涉及的洗脱溶剂主要有正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯和丙酮，由于丙酮极性较强，容易造成过度洗脱，正己烷为非极性，洗脱效果可能较差，标准编制组优先考虑正己烷与二氯甲烷和乙酸乙酯组成混合溶剂进行洗脱，若洗脱效果不佳再考虑加入不同比例的丙酮组成混合溶剂考察洗脱效果。选用 C<sub>18</sub> 固相萃取小柱，对 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药的地表水样品以 5 mL/min 的流速进行富集，样品富集完成，继续真空抽吸至柱床干燥。分别以 20 mL 不同比例正己烷-二氯甲烷和正己烷-乙酸乙酯混合溶剂作为洗脱剂洗脱，收集于样品接收瓶中，将接收瓶置于氮气浓缩仪中氮吹浓缩至 1.0 mL 左右，定容至 1.0 mL 于进样小瓶中，加入内标，GC-MS 分析。测定结果如表 5.6-12~表 5.6-13 所示。以二氯甲烷/正己烷混合溶液为洗脱溶剂时，随着二氯甲烷比例的增大，酰胺类农药的回收率越高，当采用二氯甲烷洗脱时能达到理想的回收率，为 92.8%~106%；以乙酸乙酯/正己烷混合溶液为洗脱溶剂时，随着乙酸乙酯比例的增大，酰胺类农药的回收率呈现先升后降的趋势，以乙酸乙酯-正己烷（2+8）时，回收率较高，为 92.7%~106%，与二氯甲烷洗脱效果相当。综合考虑样品浓缩的时长，推荐洗脱溶剂为二氯甲烷。

表 5.6-12 以二氯甲烷/正己烷混合溶液为洗脱溶剂对目标化合物的回收率（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 二氯甲烷-正己烷<br>(1+9) | 二氯甲烷-正己烷<br>(2+8) | 二氯甲烷-正己烷<br>(5+5) | 二氯甲烷 |
|----|-------|-------------------|-------------------|-------------------|------|
| 1  | 乙草胺   | 93.6              | 90.0              | 87.2              | 96.5 |
| 2  | 异丙草胺  | 94.2              | 91.0              | 88.0              | 96.9 |
| 3  | 甲草胺   | 92.8              | 89.5              | 86.4              | 95.6 |

| 序号    | 目标化合物 | 二氯甲烷-正己烷<br>(1+9) | 二氯甲烷-正己烷<br>(2+8) | 二氯甲烷-正己烷<br>(5+5) | 二氯甲烷     |
|-------|-------|-------------------|-------------------|-------------------|----------|
| 4     | 敌稗    | 98.2              | 95.7              | 93.8              | 104      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 96.0              | 91.9              | 89.5              | 97.9     |
| 6     | 杀草丹   | 79.7              | 83.0              | 81.6              | 92.8     |
| 7     | 丁草胺   | 104               | 100               | 98.4              | 106      |
| 8     | 丙草胺   | 101               | 96.9              | 95.5              | 104      |
| 回收率范围 |       | 79.7~104          | 83.0~100          | 81.6~98.4         | 92.8~106 |

表 5. 6-13 以乙酸乙酯/正己烷混合溶液为洗脱溶剂对目标化合物的回收率（单位：%）

| 序号    | 目标化合物 | 乙酸乙酯-正己烷<br>(1+9) | 乙酸乙酯-正己烷<br>(2+8) | 乙酸乙酯-正己烷<br>(5+5) | 乙酸乙酯     |
|-------|-------|-------------------|-------------------|-------------------|----------|
| 1     | 乙草胺   | 89.2              | 93.4              | 80.8              | 87.8     |
| 2     | 异丙草胺  | 90.0              | 94.5              | 84.4              | 88.0     |
| 3     | 甲草胺   | 88.4              | 92.7              | 81.2              | 87.0     |
| 4     | 敌稗    | 98.5              | 101               | 110               | 105      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 92.0              | 96.2              | 91.0              | 90.1     |
| 6     | 杀草丹   | 91.4              | 96.8              | 88.2              | 91.4     |
| 7     | 丁草胺   | 102               | 106               | 108               | 96.7     |
| 8     | 丙草胺   | 98.7              | 103               | 105               | 94.9     |
| 回收率范围 |       | 89.2~102          | 92.7~106          | 80.8~108          | 87.0~105 |

### 5. 6. 8 固相萃取法洗脱液用量的确定

通过流出曲线实验确定洗脱液的用量。选取 C<sub>18</sub> 柱作为富集柱,对 200 mL 浓度为 40 µg/L 的酰胺类农药水溶液以 5 mL/min 的流速富集,当样品富集完成,继续真空抽吸至柱床干燥,以二氯甲烷洗脱,每流出 1 mL 收集一次洗脱液,采用 GC-MS 分析,绘制洗脱曲线,如图 5.6-3 所示。随着二氯甲烷加入体积的增大,目标化合物的回收率逐渐升高,体积增大到 3 mL 以后,目标化合物的回收率趋于稳定,为保证回收率,建议洗脱液体积为 6 mL。

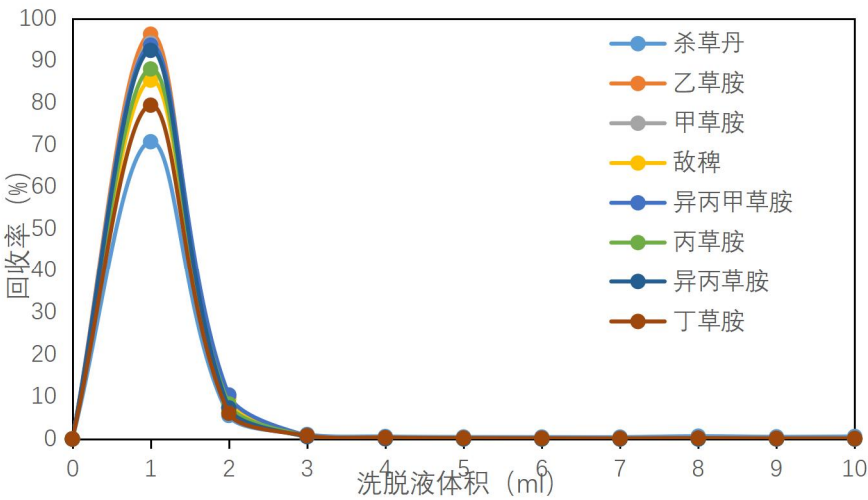


图 5.6-3 8 种酰胺类农药的固相萃取流出曲线

#### 5.6.9 固相萃取法 pH 值的选择

为确定水样 pH 值对固相萃取柱富集效率的影响，使用 C<sub>18</sub> 固相萃取柱对 pH 值分别约为 1、2、5、6、7、8、9 和 12 的地表水（未检出目标化合物）加标水样进行分析，水样加标浓度为 40 µg/L，平行测定 3 次，计算不同 pH 下提取各目标物的回收率，结果如表 5.6-14 所示。调节水样 pH 值为 1、2、5、6、7、8、9 和 12 时，8 种酰胺类农药的加标回收率分别为 79.3%~87.0%、82.4%~88.6%、81.6%~90.5%、85.2%~98.1%、85.7%~97.0%、85.9%~98.1%、82.4%~95.6%和 76.2%~98.9%，水样中丁草胺、丙草胺和杀草丹的回收率随 pH 值变化规律总体呈现先增大后降低的趋势，其他 5 种目标化合物的回收率总体呈现上升趋势，pH 值为 7、9 和 12 时，除杀草丹外 7 种酰胺类农药回收率，均在 90%以上，当 pH 值为 6~8 时，8 种目标化合物回收率均在 85%以上，说明固相萃取时水样适宜的 pH 值为中性。

表 5.6-14 水样不同 pH 值下的固相萃取回收率（单位：%）

| 序号    | 目标化合物 | pH=1          | pH=2          | pH=5          | pH=6          | pH=7          | pH=8          | pH=9          | pH=12         |
|-------|-------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 1     | 乙草胺   | 86.4          | 87.6          | 85.8          | 85.2          | 91.9          | 89.0          | 90            | 93            |
| 2     | 异丙草胺  | 86.6          | 88.3          | 86.5          | 92.3          | 92            | 92.4          | 91.6          | 97.1          |
| 3     | 甲草胺   | 87            | 87.9          | 86.6          | 91.2          | 91.8          | 99.2          | 91.4          | 96.1          |
| 4     | 敌稗    | 84.5          | 88.6          | 90.5          | 95.2          | 97            | 90.2          | 95            | 98.9          |
| 5     | 异丙甲草胺 | 83.7          | 84.8          | 86.9          | 96.2          | 92.6          | 87.0          | 92.7          | 95.4          |
| 6     | 杀草丹   | 80.8          | 82.4          | 81.6          | 90.6          | 85.7          | 85.9          | 82.4          | 82.3          |
| 7     | 丁草胺   | 79.3          | 83.1          | 86.1          | 98.1          | 95.1          | 98.1          | 91.7          | 76.2          |
| 8     | 丙草胺   | 82.6          | 87.1          | 89.6          | 89.4          | 96.1          | 93.5          | 95.6          | 81.2          |
| 回收率范围 |       | 79.3~<br>87.0 | 82.4~<br>88.6 | 81.6~<br>90.5 | 85.2~<br>98.1 | 85.7~<br>97.0 | 85.9~<br>98.1 | 82.4~<br>95.6 | 76.2~<br>98.9 |

#### 5.6.10 悬浮物的影响

在液液萃取法中，使用溶剂对水样进行充分振摇萃取，悬浮物吸附的目标化合物可被充分萃取，悬浮物不会对目标物的测定造成显著影响。在固相萃取法中，悬浮物的影响主要体现在两个方面：一方面是水样中的悬浮物是否在富集过程中使固相萃取柱堵塞而造成水样无法完全通过；另一方面是悬浮物对酰胺类农药的吸附作用导致回收率偏低。为考察样品中悬浮物对酰胺类农药的吸附作用，标准编制组分别进行了两组实验进行验证。一是选择了悬浮物浓度为 390 mg/L 的工业废水实际样品进行加标回收率测定，目标化合物的加标浓度分别为 2.0 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L。经 0.45 µm 滤膜过滤后经固相萃取测定的为水相中目标化合物的含量；将加标水样过滤后的滤膜放入 10.0 mL 玻璃管中，加入 5.0 mL 甲醇超声提取 10 min，将甲醇提取液与水相提取液合并测定的为固相+水相中目标化合物的含量，测定 3 次取均值，结果如表 5.6-15 所示，合并后的提取液中目标化合物的回收率相对于水相变化不大。二是选择了悬浮物浓度为 241 mg/L 的工业废水实际样品进行加标回收率测定，目标化合物的加标浓度为 20.0 µg/L。对加标水样进行液液萃取、经 0.45 µm 滤膜过滤后液

液萃取以及经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后固相萃取分别测定目标化合物的回收率,测定 3 次取均值,结果如表 5.6-16 所示, 目标化合物的回收率变化不大。以上两组实验说明悬浮物对 8 种酰胺类农药吸附作用较小, 为避免出现样品悬浮物过多堵塞固相萃取小柱的情况, 水样可选用液液萃取法或经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤处理后采用固相萃取法萃取。

表 5. 6-15 悬浮物对不同浓度目标化合物的影响 (单位: %)

| 序号    | 目标化合物 | 2.0 $\mu\text{g/L}$ |          | 20.0 $\mu\text{g/L}$ |           | 40.0 $\mu\text{g/L}$ |           |
|-------|-------|---------------------|----------|----------------------|-----------|----------------------|-----------|
|       |       | 水相                  | 水相+固相    | 水相                   | 水相+固相     | 水相                   | 水相+固相     |
| 1     | 乙草胺   | 78.5                | 75.2     | 77.4                 | 79.2      | 79.1                 | 77.6      |
| 2     | 异丙草胺  | 78.2                | 79.5     | 75.7                 | 76.9      | 75.3                 | 78.3      |
| 3     | 甲草胺   | 79.5                | 78.4     | 78.8                 | 80.6      | 75.6                 | 76.2      |
| 4     | 敌稗    | 110                 | 102      | 81.9                 | 83.8      | 93.5                 | 90.8      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 103                 | 99.3     | 82.7                 | 83.8      | 81.7                 | 80.3      |
| 6     | 杀草丹   | 116                 | 101      | 84.1                 | 85.7      | 80.8                 | 78.9      |
| 7     | 丁草胺   | 75.7                | 76.8     | 72.3                 | 72.7      | 78.0                 | 83.6      |
| 8     | 丙草胺   | 80.3                | 82.6     | 76.4                 | 76.9      | 77.2                 | 76.7      |
| 回收率范围 |       | 75.7~116            | 75.2~101 | 72.3~82.7            | 72.7~85.7 | 75.3~93.5            | 76.2~90.8 |

表 5. 6-16 不同萃取方式目标化合物的回收率 (单位: %)

| 序号    | 目标化合物 | 不过滤-液液萃取 | 过滤后液液萃取  | 过滤后固相萃取  |
|-------|-------|----------|----------|----------|
| 1     | 乙草胺   | 83.5     | 86.3     | 96.2     |
| 2     | 异丙草胺  | 83.8     | 85.9     | 96.1     |
| 3     | 甲草胺   | 82.3     | 84.7     | 94.0     |
| 4     | 敌稗    | 101      | 106      | 113      |
| 5     | 异丙甲草胺 | 84.4     | 87.0     | 97.2     |
| 6     | 杀草丹   | 85.3     | 80.6     | 78.5     |
| 7     | 丁草胺   | 91.5     | 85.3     | 90.5     |
| 8     | 丙草胺   | 90.5     | 90.2     | 99.7     |
| 回收率范围 |       | 82.3~101 | 80.6~106 | 78.5~113 |

### 5. 6. 11 固相萃取法水样富集速度的影响

采用固相萃取法富集水样时, 富集速率太快, 目标化合物与填料之间的吸附不足以达到平衡, 将影响最终的富集效率; 速率太慢则会延长前处理时间, 最常用的富集速率是 5 mL/min。标准编制组比较了不同富集速率对 8 种酰胺类农药固相萃取回收率的影响。采用 C<sub>18</sub> 小柱对 200 mL 浓度为 40  $\mu\text{g/L}$  的 8 种酰胺类农药水溶液分别以 2.5 mL/min、5 mL/min、10 mL/min 和 15 mL/min 的流速富集, 真空抽 30 min 使小柱干燥, 以 10 mL 二氯甲烷洗脱, 结果如表 5.6-17 所示。富集速率为 2.5 mL/min~10 mL/min 时, 目标化合物的回收率变化较小, 在 85%~98%之间, 流速越大回收率越低, 流速为 10 mL/min 时所有目标物回收率均能

高于 85%，流速高于 10 mL/min 时部分化合物回收率低于 85%；速率低于 5.0 mL/min 时对回收率的提高影响不大，降低富集流速，则会增加前处理时间。由此，选择上样速率为 5 mL/min~10 mL/min。

表 5.6-17 水样富集速率对固相萃取法测定水中 8 种酰胺类农药回收率的影响（单位：%）

| 序号 | 目标化合物 | 样品富集速率     |          |           |           |
|----|-------|------------|----------|-----------|-----------|
|    |       | 2.5 mL/min | 5 mL/min | 10 mL/min | 15 mL/min |
| 1  | 乙草胺   | 96.6       | 94.4     | 93.8      | 83.6      |
| 2  | 异丙草胺  | 97.2       | 96.4     | 94.2      | 83.1      |
| 3  | 甲草胺   | 96.7       | 98.3     | 92.0      | 84.5      |
| 4  | 敌稗    | 95.1       | 96.7     | 93.7      | 86.2      |
| 5  | 异丙甲草胺 | 86.0       | 88.2     | 86.7      | 80.9      |
| 6  | 杀草丹   | 92.8       | 93.1     | 94.7      | 84.2      |
| 7  | 丁草胺   | 91.7       | 94.2     | 90.1      | 83.9      |
| 8  | 丙草胺   | 94.7       | 97.5     | 94.7      | 87.8      |

综合以上，固相萃取法的前处理方式为：量取 200 mL 水样，用盐酸溶液或氢氧化钠溶液调节 pH 值至中性（pH 为 6~8），分别用 10 mL 正己烷、二氯甲烷、甲醇和水活化固相萃取柱，以 5 mL/min~10 mL/min 的上样速率上样，上样结束后，用 10 mL 水清洗固相萃取柱，抽干或用氮气吹干固相萃取柱，用 6 mL 二氯甲烷洗脱，浓缩后测定。

5.6.12 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备采用相同步骤制备实验室空白试样。

5.7 分析步骤

5.7.1 参考分析条件

5.7.1.1 色谱条件

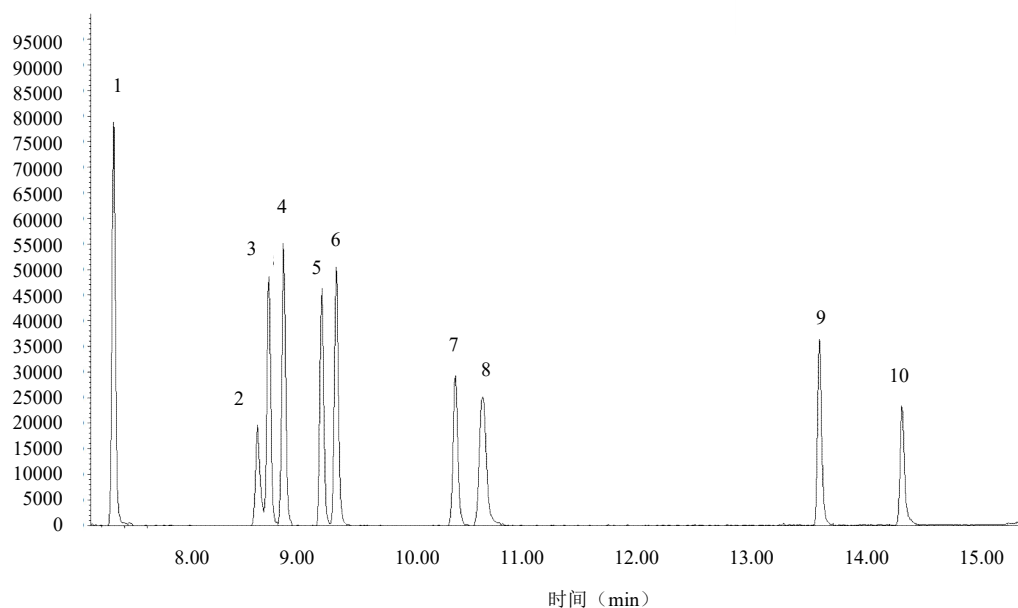
（1）色谱柱的选择

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

气相色谱条件：进样口温度：270 ℃，不分流进样；柱流量：1.0 mL/min；柱箱温度：80 ℃（保持 1 min），以 30 ℃/min 升至 190 ℃，再以 5 ℃/min 升至 220 ℃（保持 3 min），再以 20 ℃/min 升至 280 ℃（保持 2 min）；进样量：1.0 μL，载气：氮气（纯度≥99.999%）。

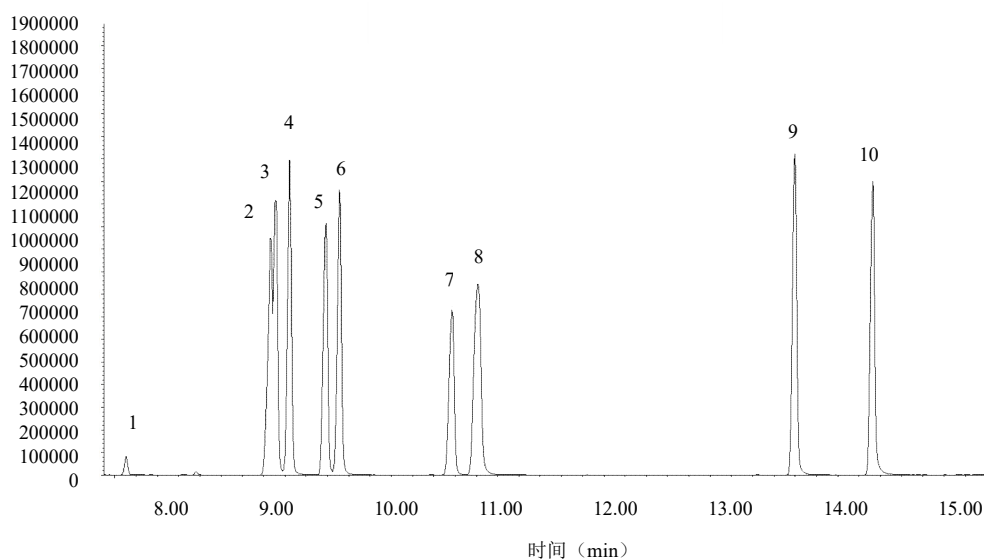
质谱条件：离子源温度：230 ℃；传输线温度：280 ℃；电子轰击电离（EI）源，离子化能量 70 eV。数据采集方式：全扫描（Scan）（扫描范围：50 u~350 u）和选择离子扫描（SIM），其中 Scan 模式用于定性，SIM 模式用于定量。溶剂延迟时间 6 min。

根据上述气相色谱-质谱条件，2 种不同规格色谱柱在不同浓度 8 种酰胺类农药（菲-*d*<sub>10</sub> 和乙草胺-*d*<sub>11</sub> 浓度均为 1.0 mg/L）下的色谱出峰情况见图 5.7-1~图 5.7-4 所示。



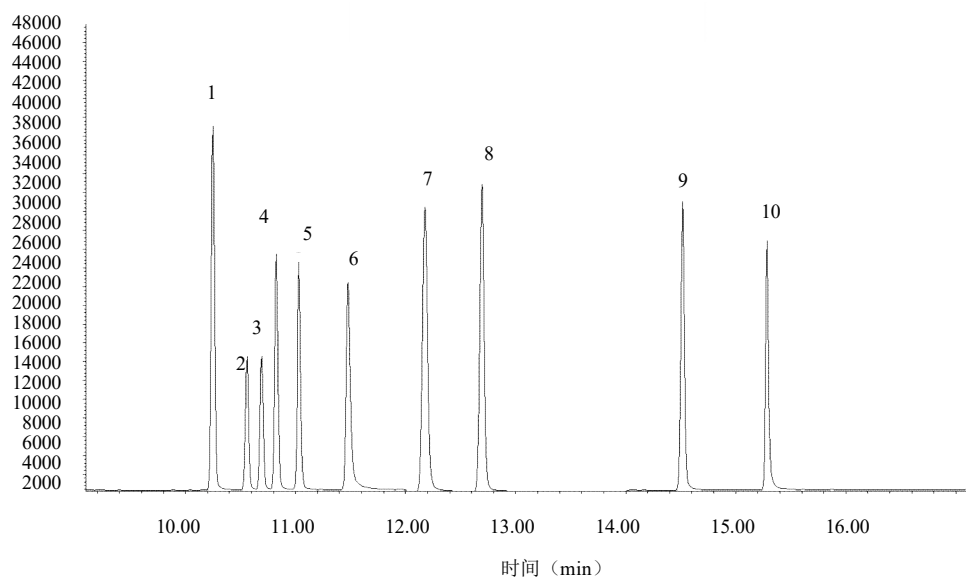
1——菲- $d_{10}$ ；2——敌稗；3——乙草胺- $d_{11}$ ；4——乙草胺；5——甲草胺；6——异丙草胺；7——杀草丹；8——异丙甲草胺；9——丁草胺；10——丙草胺。

图 5.7-1 DB-5MS 色谱柱低浓度 (1 mg/L) 8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图



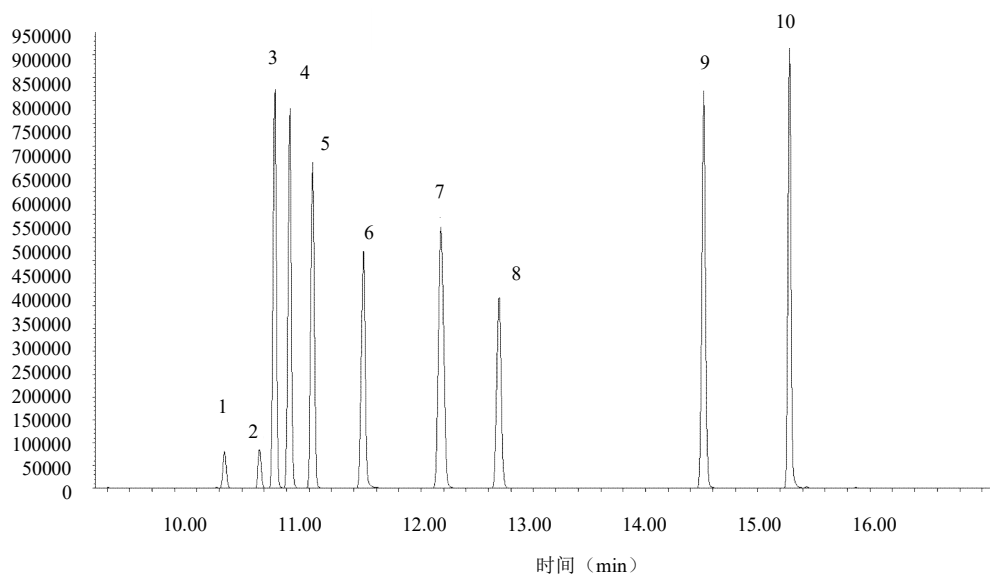
1——菲- $d_{10}$ ；2——敌稗；3——乙草胺- $d_{11}$ ；4——乙草胺；5——甲草胺；6——异丙草胺；7——杀草丹；8——异丙甲草胺；9——丁草胺；10——丙草胺。

图 5.7-2 DB-5MS 色谱柱高浓度 (20 mg/L) 8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图



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

图 5. 7-3 DB-35MS 色谱柱低浓度 (1 mg/L) 8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图



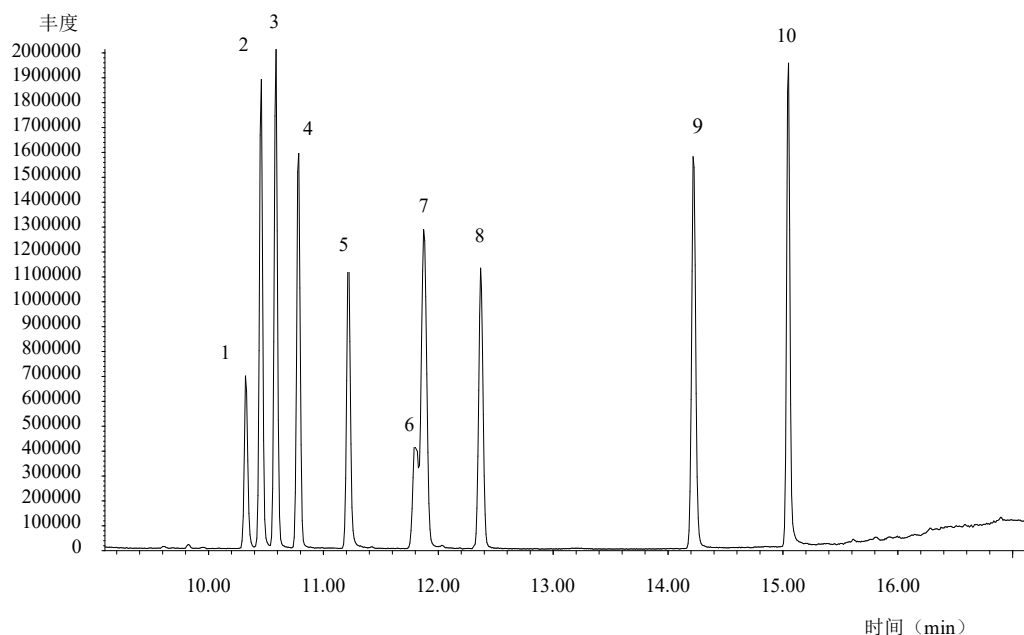
1——菲- $d_{10}$ ；2——乙草胺- $d_{11}$ ；3——乙草胺；4——异丙草胺；5——甲草胺；6——敌稗；7——异丙甲草胺；8——杀草丹；9——丁草胺；10——丙草胺。

图 5.7-4 DB-35MS 色谱柱高浓度 (20 mg/L) 8 种酰胺类农药的气相色谱质谱图

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

## (2) 进样内标的选择

此外, 标准编制组考虑到菲- $d_{10}$  出峰顺序为第一位, 不一定是最佳的内标物, 于是从与本方法中 8 种酰胺类农药性质相似的酰胺类农药的氘代物中选择合适的氘代物作为内标物。在原有分析条件基础上, 异丙甲草胺的出峰位置处于 8 种酰胺类农药出峰顺序的中间, 标准编制组在不改变原有仪器分析条件下, 向原标准溶液中加入适量异丙甲草胺- $d_6$ , 通过各目标化合物的出峰情况, 考察了异丙甲草胺- $d_6$  作为内标物的可能性。图 5.7-5 为加入异丙甲草胺- $d_6$  后的总离子流色谱图。由图 5.7-5 可知, 虽然异丙甲草胺和异丙甲草胺- $d_6$  不能实现完全分离, 但异丙甲草胺- $d_6$  的定性离子 (166) 和定量离子 (242) 与异丙甲草胺的定性离子 (238、146)、定量离子 (162) 不同, 对于结果的测定无影响。因此, 选择异丙甲草胺- $d_6$  作为内标物, 菲- $d_{10}$  作为备用内标物。8 种酰胺类农药和内标、替代物的定量和定性离子质荷比值基于全扫描标准品获取的质谱图确定, 参见表 5.7-1。



1——乙草胺- $d_{11}$  (替代物); 2——乙草胺; 3——异丙草胺; 4——甲草胺; 5——敌稗; 6——异丙甲草胺- $d_6$  (内标物); 7——异丙甲草胺; 8——杀草丹; 9——丁草胺; 10——丙草胺。

图 5.7-5 酰胺类农药总离子流图

表 5.7-1 目标化合物的测定参考参数

| 序号 | 化合物名称               | CAS No.      | 定量离子 ( $m/z$ ) | 定性离子 ( $m/z$ ) |
|----|---------------------|--------------|----------------|----------------|
| 1  | 乙草胺- $d_{11}$ (替代物) | 1189897-44-6 | 173            | 157、233        |
| 2  | 乙草胺                 | 34256-82-1   | 146            | 223、162        |
| 3  | 异丙草胺                | 86763-47-5   | 162            | 223、146        |
| 4  | 甲草胺                 | 15972-60-8   | 160            | 188、146        |
| 5  | 敌稗                  | 709-98-8     | 161            | 163、217        |
| 6  | 异丙甲草胺- $d_6$ (内标)   | 1219803-97-0 | 166            | 242、244        |
| 7  | 异丙甲草胺               | 51218-45-2   | 162            | 238、146        |
| 8  | 杀草丹                 | 28249-77-6   | 100            | 72、125         |
| 9  | 丁草胺                 | 23184-66-9   | 176            | 160、188        |
| 10 | 丙草胺                 | 51218-49-6   | 162            | 176、238        |

#### 5.7.1.2 仪器检出限

对低浓度标准溶液 (目标化合物浓度均为 0.05 mg/L, 仪器信噪比为 10 左右) 重复测定 7 次, 按 3.143 倍标准偏差计算仪器检出限、4 倍仪器检出限计算仪器定量下限 (美国 EPA SW-846), 结果如表 5.7-2 所示, 仪器检出限为 0.02 mg/L~0.03 mg/L, 仪器定量限为 0.08 mg/L~0.12 mg/L。

表 5.7-2 8 种酰胺类农药仪器检出限 (单位: mg/L)

| 序号 | 目标化合物 | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | SD     | 仪器检出限 | 仪器定量限 |
|----|-------|------|------|------|------|------|------|------|--------|-------|-------|
| 1  | 乙草胺   | 0.05 | 0.05 | 0.06 | 0.06 | 0.05 | 0.05 | 0.06 | 0.0039 | 0.02  | 0.08  |
| 2  | 异丙草胺  | 0.07 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.09 | 0.0058 | 0.02  | 0.08  |
| 3  | 甲草胺   | 0.07 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.07 | 0.08 | 0.09 | 0.0069 | 0.03  | 0.12  |
| 4  | 敌稗    | 0.05 | 0.07 | 0.06 | 0.05 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.0076 | 0.03  | 0.12  |
| 5  | 异丙甲草胺 | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.0038 | 0.02  | 0.08  |
| 6  | 杀草丹   | 0.07 | 0.08 | 0.09 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.10 | 0.0095 | 0.03  | 0.12  |
| 7  | 丁草胺   | 0.05 | 0.05 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.07 | 0.0069 | 0.03  | 0.12  |
| 8  | 丙草胺   | 0.06 | 0.06 | 0.07 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.08 | 0.0079 | 0.03  | 0.12  |

#### 5.7.2 校准

##### 5.7.2.1 校准曲线的建立

分别取适量酰胺类农药标准使用液和替代物标准溶液, 用丙酮-正己烷混合溶剂稀释配制质量浓度依次为 0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的标准系列溶液, 每 1.0 mL 标准溶液加入 20.0  $\mu$ L 内标物标准液。根据 GC-MS 测定结果绘制校准曲线。

按照参考分析条件，由低到高依次进行 GC-MS 测定。得到不同浓度各目标化合物的质谱图，记录各目标化合物的保留时间和定量离子质谱峰的峰面积（或峰高）。

（2）最小二乘法建立校准曲线

以目标化合物和内标的响应比值为纵坐标，浓度比为横坐标，用最小二乘法拟合建立校准曲线。实验室内获得的 8 种酰胺类农药的校准曲线信息见表 5.7-3，目标化合物的相关系数均大于 0.999。

表 5.7-3 酰胺类农药校准曲线（最小二乘法）

| 序号 | 化合物名称 | 校准曲线                                         | 线性范围（mg/L） | 相关系数   |
|----|-------|----------------------------------------------|------------|--------|
| 1  | 乙草胺   | $y=2.76 \times 10^{-1}x+4.40 \times 10^{-3}$ | 0.2~10.0   | 0.9996 |
| 2  | 异丙草胺  | $y=9.30 \times 10^{-1}x+9.38 \times 10^{-3}$ | 0.2~10.0   | 0.9995 |
| 3  | 甲草胺   | $y=3.86 \times 10^{-1}x+5.02 \times 10^{-3}$ | 0.2~10.0   | 0.9997 |
| 4  | 敌稗    | $y=6.36 \times 10^{-1}x+1.31 \times 10^{-2}$ | 0.2~10.0   | 0.9993 |
| 5  | 异丙甲草胺 | $y=1.20x+1.90 \times 10^{-2}$                | 0.2~10.0   | 0.9997 |
| 6  | 杀草丹   | $y=1.05x+1.29 \times 10^{-4}$                | 0.2~10.0   | 0.9994 |
| 7  | 丁草胺   | $y=4.98 \times 10^{-1}x-1.12 \times 10^{-2}$ | 0.2~10.0   | 0.9993 |
| 8  | 丙草胺   | $y=4.65 \times 10^{-1}x-5.47 \times 10^{-3}$ | 0.2~10.0   | 0.9996 |

（3）平均相对响应因子的计算

校准曲线第  $i$  点目标化合物（或替代物）的相对响应因子，按照公式（1）计算。

$$RRF_i = \frac{A_i \times \rho_{IS,i}}{A_{IS,i} \times \rho_i} \quad (1)$$

式中： $RRF_i$ ——校准曲线中第  $i$  点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

$A_i$ ——校准曲线中第  $i$  点目标化合物（或替代物）定量离子的响应值；

$\rho_{IS,i}$ ——校准曲线中内标化合物的质量浓度，mg/L；

$A_{IS,i}$ ——校准曲线中第  $i$  点内标化合物定量离子的响应值；

$\rho_i$ ——校准曲线中第  $i$  点目标化合物（或替代物）的质量浓度，mg/L。

目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子，按照公式（2）计算。

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中： $\overline{RRF}$ ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子；

$RRF_i$ ——校准曲线中第  $i$  点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

$n$ ——校准曲线点数。

RRF 的标准偏差，按照公式（3）计算。

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

式中：SD——RRF 的标准偏差；

$RRF_i$ ——校准曲线中第  $i$  点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

$\overline{RRF}$ ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子；

$n$ ——校准曲线点数。

RRF 的相对标准偏差，按照公式（4）计算。

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：RSD——RRF 的相对标准偏差；

SD——RRF 的标准偏差；

$\overline{RRF}$ ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子。

标准系列目标化合物（或替代物）相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 30\%$ 。

表 5.7-4 酰胺类农药校准曲线（相对响应因子法）

| 序号 | 化合物名称 | 平均相对响应因子 | 线性范围（mg/L） | RRF 的 RSD（%） |
|----|-------|----------|------------|--------------|
| 1  | 乙草胺   | 0.299    | 0.2~10.0   | 4.1          |
| 2  | 异丙草胺  | 0.975    | 0.2~10.0   | 3.0          |
| 3  | 甲草胺   | 0.412    | 0.2~10.0   | 3.4          |
| 4  | 敌稗    | 0.705    | 0.2~10.0   | 6.2          |
| 5  | 异丙甲草胺 | 1.32     | 0.2~10.0   | 4.9          |
| 6  | 杀草丹   | 1.05     | 0.2~10.0   | 2.9          |
| 7  | 丁草胺   | 0.438    | 0.2~10.0   | 7.5          |
| 8  | 丙草胺   | 0.433    | 0.2~10.0   | 4.7          |

（4）校准曲线的要求

校准曲线至少需 5 个浓度点，统计实验室内校准曲线的线性情况，目标化合物的相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 30\%$ ，或者校准曲线的相关系数应 $\geq 0.995$ 。否则应查找原因，重新建立校准曲线。

每测定 20 个样品或每批（少于 20 个样品）需测定 1 个校准曲线中间点浓度的标准溶液，测定值与初始校准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则，应查找原因，重新建立校准曲线。

5.8 结果计算与表示

5.8.1 定性分析

通过样品中目标化合物与标准系列中的目标化合物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比等信息比较，对目标化合物进行定性分析。应多次分析标准样品得到目标化合物的保留时间均值，以平均保留时间 $\pm 3$  倍的标准偏差为保留时间窗口，样品中目标化合物的保留时间应在其范围内。

样品中目标化合物的定性离子相对于定量离子的相对丰度与最近获得的标准样品的相对丰度比较，其相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

## 5.8.2 定量分析

### 5.8.2.1 平均相对响应因子法计算

采用平均相对响应因子法进行计算时,样品中目标化合物(或替代物)的质量浓度,按照公式(5)计算。

$$\rho = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times V_1 \times 1000}{A_{IS} \times \overline{RRF} \times V} \quad (5)$$

式中:  $\rho$ ——样品中目标化合物(或替代物)的质量浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;

$A_x$ ——试样中目标化合物(或替代物)定量离子的响应值;

$\rho_{IS}$ ——试样中内标物的质量浓度,  $\text{mg/L}$ ;

$V_1$ ——试样的定容体积,  $\text{mL}$ ;

$A_{IS}$ ——试样中内标物定量离子的响应值;

$\overline{RRF}$ ——目标化合物(或替代物)的平均相对响应因子;

$V_1V$ ——样品的取样体积,  $\text{mL}$ ;

1000—— $\text{mg}$  换算成  $\mu\text{g}$  的单位换算系数。

### 5.8.2.2 最小二乘法校准曲线计算

采用最小二乘法校准曲线进行计算时,从曲线上查出试样中目标化合物(或替代物)的质量浓度  $\rho_x$ , 样品中目标化合物(或替代物)的质量浓度,按照公式(6)计算:

$$\rho = \frac{\rho_x \times V_1 \times 1000}{V} \quad (6)$$

式中:  $\rho$ ——样品中目标化合物(或替代物)的质量浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;

$\rho_x$ ——试样中目标化合物(或替代物)的质量浓度,  $\text{mg/L}$ ;

$V_1$ ——试样的定容体积,  $\text{mL}$ ;

$V$ ——样品的取样体积,  $\text{mL}$ ;

1000—— $\text{mg}$  换算成  $\mu\text{g}$  的单位换算系数。

## 5.8.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致,最多保留 3 位有效数字。

## 5.9 方法特性参数

### 5.9.1 检出限与测定下限

HJ 168-2020 规定,按照样品分析的全部步骤,对含量为估计方法检出限 3~5 倍的样品进行不少于 7 次平行测定,根据以下公式计算标准偏差和方法检出限,以 4 倍方法检出限作为测定下限。

$$\text{MDL} = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (7)$$

式中: MDL——方法检出限;

$t_{(n-1,0.99)}$ ——取 99%置信区间时对应自由度下的  $t$  值,本实验自由度为 6,  $t$  值取 3.143;

$n$ ——样品的平行测定次数，本实验为 7 次；

$S$ ——平行测定结果的标准偏差。

要求至少有 50% 的目标化合物样品浓度在 3~5 倍计算出的方法检出限的范围内，同时，至少 90% 的目标化合物样品浓度在 1~10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10% 的目标化合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 倍之间的目标化合物，应调整样品浓度，重新进行评析分析，直至比值在 3~5 之间的 MDL 作为该化合物的 MDL。

取纯水作为空白基质，在确保空白基质中无酰胺类农药检出的情况下做 7 个空白加标平行样品，目标化合物加标后含量为 1.0  $\mu\text{g/L}$ ，结果如表 5.9-1~表 5.9-2 所示。

采用液液萃取法时，计算出的酰胺类农药的方法检出限在 0.2  $\mu\text{g/L}$ ~0.3  $\mu\text{g/L}$  之间，测定下限为 0.8  $\mu\text{g/L}$ ~1.2  $\mu\text{g/L}$ 。其中，有 50% 的酰胺类农药测定值在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内；100% 的酰胺类农药测定值在 1~10 倍计算出的方法检出限范围内；没有酰胺类农药测定值超过 20 倍计算出的方法检出限，满足 HJ 168-2020 中的要求。

采用固相萃取法时，计算出的酰胺类农药的方法检出限在 0.2  $\mu\text{g/L}$ ~0.4  $\mu\text{g/L}$  之间，测定下限为 0.8  $\mu\text{g/L}$ ~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。其中，有 75% 的酰胺类农药测定值在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内；100% 的酰胺类农药测定值在 1~10 倍计算出的方法检出限范围内；没有酰胺类农药测定值超过 20 倍计算出的方法检出限，满足 HJ 168-2020 中的要求。

实验室内液液萃取法和固相萃取法的方法检出限换算成仪器测定范围分别为 0.15  $\text{mg/L}$ ~0.25  $\text{mg/L}$  和 0.1  $\text{mg/L}$ ~0.2  $\text{mg/L}$ ，均高于仪器检出限（0.02  $\text{mg/L}$ ~0.04  $\text{mg/L}$ ）。

表 5.9-1 方法检出限和定量限（单位：μg/L）（液液萃取法）

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 |      |      |      |      |      |      | 平均值  | 标准偏差  | 方法检出限<br>(MDL) | 方法定量限<br>(LOQ) | 平均值/MDL |
|----|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|----------------|----------------|---------|
|    |       | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    |      |       |                |                |         |
| 1  | 乙草胺   | 0.60 | 0.63 | 0.71 | 0.61 | 0.69 | 0.74 | 0.64 | 0.66 | 0.053 | 0.2            | 0.8            | 3.9     |
| 2  | 异丙草胺  | 0.79 | 0.77 | 0.87 | 0.78 | 0.85 | 0.87 | 0.79 | 0.82 | 0.044 | 0.2            | 0.8            | 5.9     |
| 3  | 甲草胺   | 0.74 | 0.70 | 0.80 | 0.72 | 0.79 | 0.81 | 0.73 | 0.75 | 0.045 | 0.2            | 0.8            | 5.4     |
| 4  | 敌稗    | 1.18 | 1.27 | 1.29 | 1.25 | 1.29 | 1.37 | 1.29 | 1.28 | 0.059 | 0.2            | 0.8            | 6.9     |
| 5  | 异丙甲草胺 | 0.63 | 0.63 | 0.75 | 0.61 | 0.66 | 0.73 | 0.61 | 0.66 | 0.058 | 0.2            | 0.8            | 3.6     |
| 6  | 杀草丹   | 0.79 | 0.80 | 0.92 | 0.82 | 0.90 | 0.96 | 0.85 | 0.86 | 0.063 | 0.2            | 0.8            | 4.4     |
| 7  | 丁草胺   | 1.17 | 1.28 | 1.33 | 1.23 | 1.27 | 1.38 | 1.25 | 1.27 | 0.068 | 0.3            | 1.2            | 5.9     |
| 8  | 丙草胺   | 1.05 | 1.24 | 1.26 | 1.17 | 1.22 | 1.35 | 1.20 | 1.21 | 0.092 | 0.3            | 1.2            | 4.2     |

表 5.9-2 方法检出限和定量限（单位：μg/L）（固相萃取法）

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 |      |      |      |      |      |      | 平均值  | 标准偏差  | 方法检出限<br>(MDL) | 方法定量限<br>(LOQ) | 平均值/MDL |
|----|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|----------------|----------------|---------|
|    |       | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    |      |       |                |                |         |
| 1  | 乙草胺   | 1.05 | 0.90 | 0.85 | 0.90 | 0.95 | 0.93 | 0.85 | 0.92 | 0.069 | 0.3            | 1.2            | 4.3     |
| 2  | 异丙草胺  | 1.05 | 0.95 | 0.90 | 0.95 | 1.10 | 1.05 | 1.05 | 1.01 | 0.073 | 0.3            | 1.2            | 4.4     |
| 3  | 甲草胺   | 0.92 | 0.95 | 0.85 | 0.90 | 0.85 | 0.82 | 0.86 | 0.88 | 0.046 | 0.2            | 0.8            | 6.1     |
| 4  | 敌稗    | 1.15 | 1.05 | 0.95 | 1.00 | 1.05 | 1.15 | 1.00 | 1.05 | 0.076 | 0.3            | 1.2            | 4.4     |
| 5  | 异丙甲草胺 | 1.05 | 1.10 | 1.10 | 1.05 | 0.95 | 1.10 | 1.20 | 1.08 | 0.076 | 0.3            | 1.2            | 4.6     |
| 6  | 杀草丹   | 0.80 | 0.80 | 0.75 | 0.75 | 0.90 | 0.90 | 0.95 | 0.84 | 0.080 | 0.3            | 1.2            | 3.3     |
| 7  | 丁草胺   | 0.94 | 0.93 | 1.00 | 0.90 | 1.05 | 1.15 | 0.84 | 0.97 | 0.103 | 0.4            | 1.6            | 3.0     |
| 8  | 丙草胺   | 0.98 | 0.93 | 0.87 | 0.84 | 0.94 | 0.98 | 0.97 | 0.93 | 0.055 | 0.2            | 0.8            | 5.4     |

## 5.9.2 方法精密度和正确度

本标准实验室内精密度和正确度实验采用液液萃取法和固相萃取法。

分别对目标化合物加标浓度为 2.0 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白加标样品进行 6 次重复性测定，分别计算测定结果的平均值、标准偏差、相对标准偏差及加标回收率，结果见表 5.9-3~表 5.9-8。测定结果表明：6 次重复测试结果的相对标准偏差为 4.1%~18.7%；6 次重复测试结果的平均回收率在 73.2%~109%之间。

表 5.9-3 低浓度（2.00 µg/L）空白加标精密度和正确度结果（液液萃取）

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数（µg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（µg/L） | 标准偏差<br>（µg/L） | 相对标准<br>偏差（%） | 加标回<br>收率（%） |
|----|-----------------------------|------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|---------------|--------------|
|    |                             | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |               |              |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.82       | 1.95 | 1.81 | 1.75 | 2.09 | 1.80 | 1.87          | 0.12           | 6.7           | 93.6         |
| 2  | 乙草胺                         | 1.48       | 1.66 | 1.44 | 1.00 | 1.62 | 1.78 | 1.50          | 0.25           | 16.6          | 74.8         |
| 3  | 异丙草胺                        | 1.24       | 1.74 | 1.52 | 1.06 | 1.70 | 1.86 | 1.52          | 0.29           | 18.7          | 76.0         |
| 4  | 甲草胺                         | 1.44       | 1.72 | 1.48 | 1.02 | 1.66 | 1.82 | 1.52          | 0.26           | 17.1          | 76.2         |
| 5  | 敌稗                          | 1.44       | 1.92 | 1.88 | 1.24 | 1.98 | 1.92 | 1.73          | 0.28           | 16.4          | 86.5         |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 1.26       | 1.88 | 1.72 | 1.18 | 1.86 | 1.94 | 1.64          | 0.31           | 18.6          | 82.0         |
| 7  | 杀草丹                         | 1.38       | 1.64 | 1.42 | 0.98 | 1.62 | 1.74 | 1.46          | 0.25           | 17.1          | 73.2         |
| 8  | 丁草胺                         | 1.50       | 1.86 | 1.80 | 1.18 | 1.94 | 2.04 | 1.72          | 0.29           | 17.1          | 86.0         |
| 9  | 丙草胺                         | 1.44       | 1.98 | 1.94 | 1.28 | 2.08 | 2.12 | 1.81          | 0.33           | 18.0          | 90.3         |

表 5.9-4 中浓度（20.0 µg/L）空白加标精密度和正确度结果（液液萃取）

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数（µg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（µg/L） | 标准偏差<br>（µg/L） | 相对标准<br>偏差（%） | 加标回<br>收率（%） |
|----|-----------------------------|------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|---------------|--------------|
|    |                             | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |               |              |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.79       | 1.79 | 1.86 | 1.78 | 1.82 | 1.76 | 1.80          | 0.04           | 2.0           | 89.9         |
| 2  | 乙草胺                         | 17.6       | 13.2 | 14.2 | 17.2 | 13.2 | 13.5 | 14.8          | 1.861          | 12.6          | 74.0         |
| 3  | 异丙草胺                        | 15.8       | 13.6 | 14.6 | 17.7 | 13.7 | 13.9 | 14.9          | 1.475          | 9.9           | 74.5         |
| 4  | 甲草胺                         | 17.5       | 17.0 | 14.1 | 17.3 | 13.2 | 13.4 | 15.4          | 1.888          | 12.2          | 77.1         |
| 5  | 敌稗                          | 17.3       | 15.1 | 16.3 | 16.7 | 16.8 | 15.8 | 16.3          | 0.714          | 4.4           | 81.6         |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 16.5       | 14.4 | 15.5 | 16.7 | 14.9 | 14.7 | 15.5          | 0.880          | 5.7           | 77.3         |
| 7  | 杀草丹                         | 17.4       | 12.9 | 13.9 | 17.3 | 13.1 | 13.2 | 14.6          | 1.966          | 13.4          | 73.2         |
| 8  | 丁草胺                         | 17.6       | 19.1 | 20.6 | 12.2 | 20.9 | 20.0 | 18.4          | 2.975          | 16.2          | 92.0         |
| 9  | 丙草胺                         | 17.5       | 19.0 | 20.4 | 12.7 | 20.8 | 19.7 | 18.4          | 2.762          | 15.0          | 91.8         |

表 5.9-5 高浓度（40.0 µg/L）空白加标精密度和正确度结果（液液萃取）

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数（µg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（µg/L） | 标准偏差<br>（µg/L） | 相对标准<br>偏差（%） | 加标回<br>收率（%） |
|----|-----------------------------|------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|---------------|--------------|
|    |                             | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |               |              |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.86       | 1.93 | 2.03 | 1.98 | 2.04 | 1.91 | 1.96          | 0.07           | 3.6           | 97.9         |
| 2  | 乙草胺                         | 30.7       | 33.2 | 34.6 | 32.0 | 32.4 | 35.6 | 33.1          | 1.78           | 5.4           | 82.7         |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回<br>收率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 3  | 异丙草胺  | 33.3        | 34.8 | 36.5 | 33.9 | 34.0 | 37.2 | 34.9          | 1.56           | 4.5            | 87.4          |
| 4  | 甲草胺   | 32.0        | 34.4 | 35.5 | 32.6 | 33.2 | 36.4 | 34.0          | 1.72           | 5.0            | 85.1          |
| 5  | 敌稗    | 36.1        | 38.4 | 45.1 | 39.7 | 39.6 | 38.4 | 39.5          | 3.02           | 7.6            | 98.9          |
| 6  | 异丙甲草胺 | 40.3        | 37.6 | 41.3 | 37.8 | 37.2 | 38.8 | 38.8          | 1.65           | 4.2            | 97.1          |
| 7  | 杀草丹   | 31.4        | 32.8 | 34.1 | 31.4 | 32.4 | 34.8 | 32.8          | 1.41           | 4.3            | 82.0          |
| 8  | 丁草胺   | 41.6        | 37.2 | 43.2 | 37.8 | 38.8 | 40.8 | 39.9          | 2.35           | 5.9            | 99.7          |
| 9  | 丙草胺   | 37.4        | 39.6 | 35.6 | 46.8 | 41.6 | 42.4 | 40.6          | 3.97           | 9.8            | 101           |

表 5.9-6 低浓度 (2.00 μg/L) 空白加标精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 1.88        | 1.73 | 2.21 | 1.88 | 1.98 | 1.96 | 1.94          | 0.15           | 7.5            | 97.0          |
| 2  | 乙草胺                 | 2.00        | 1.80 | 2.30 | 1.90 | 2.02 | 2.08 | 2.02          | 0.16           | 7.7            | 101           |
| 3  | 异丙草胺                | 1.96        | 1.74 | 2.22 | 1.84 | 1.94 | 2.00 | 1.95          | 0.15           | 7.6            | 97.5          |
| 4  | 甲草胺                 | 1.92        | 1.72 | 2.20 | 1.82 | 1.90 | 2.00 | 1.93          | 0.15           | 7.8            | 96.3          |
| 5  | 敌稗                  | 1.98        | 1.94 | 2.46 | 2.08 | 2.22 | 2.34 | 2.17          | 0.19           | 8.7            | 109           |
| 6  | 异丙甲草胺               | 2.08        | 1.80 | 2.20 | 1.88 | 2.00 | 2.04 | 2.00          | 0.13           | 6.5            | 100           |
| 7  | 杀草丹                 | 2.12        | 1.70 | 2.20 | 1.90 | 1.94 | 2.10 | 1.99          | 0.17           | 8.4            | 99.7          |
| 8  | 丁草胺                 | 2.04        | 1.80 | 2.44 | 1.98 | 2.12 | 2.20 | 2.10          | 0.20           | 9.4            | 105           |
| 9  | 丙草胺                 | 2.08        | 1.88 | 2.10 | 2.06 | 2.22 | 2.32 | 2.11          | 0.14           | 6.5            | 106           |

表 5.9-7 中浓度 (20.0 μg/L) 空白加标精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 3.50        | 3.68 | 3.62 | 3.66 | 3.68 | 3.60 | 3.62          | 0.06           | 1.7            | 90.6          |
| 2  | 乙草胺                 | 15.9        | 18.1 | 17.3 | 16.2 | 17.3 | 15.9 | 16.8          | 0.82           | 4.9            | 83.8          |
| 3  | 异丙草胺                | 15.8        | 18.2 | 17.2 | 16.2 | 17.1 | 15.5 | 16.7          | 0.92           | 5.5            | 83.4          |
| 4  | 甲草胺                 | 15.7        | 17.9 | 17.1 | 16.1 | 17.1 | 15.6 | 16.6          | 0.83           | 5.0            | 82.8          |
| 5  | 敌稗                  | 16.1        | 18.6 | 18.1 | 16.7 | 17.7 | 16.3 | 17.3          | 0.95           | 5.5            | 86.3          |
| 6  | 异丙甲草胺               | 15.7        | 17.8 | 17.2 | 16.5 | 17.3 | 15.4 | 16.7          | 0.86           | 5.2            | 83.3          |
| 7  | 杀草丹                 | 15.1        | 17.3 | 15.3 | 17.5 | 16.0 | 17.8 | 16.5          | 1.09           | 6.6            | 82.4          |
| 8  | 丁草胺                 | 14.6        | 18.2 | 16.9 | 15.7 | 16.6 | 14.8 | 16.1          | 1.25           | 7.8            | 80.7          |
| 9  | 丙草胺                 | 15.6        | 18.6 | 17.5 | 16.4 | 17.1 | 15.6 | 16.8          | 1.09           | 6.5            | 84.0          |

表 5.9-8 高浓度 (40.0 μg/L) 空白加标精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 4.16        | 3.78 | 4.02 | 3.96 | 4.12 | 3.94 | 4.00          | 0.13           | 3.1            | 99.9          |
| 2  | 乙草胺                 | 38.1        | 35.3 | 37.5 | 32.9 | 37.6 | 36.8 | 36.4          | 1.77           | 4.9            | 90.9          |
| 3  | 异丙草胺                | 37.8        | 35.1 | 37.2 | 32.6 | 37.2 | 36.2 | 36.0          | 1.76           | 4.9            | 90.1          |
| 4  | 甲草胺                 | 37.8        | 35.1 | 37.2 | 32.4 | 37.1 | 36.4 | 36.0          | 1.84           | 5.1            | 90.0          |
| 5  | 敌稗                  | 39.7        | 37.1 | 39.7 | 35.6 | 39.7 | 39.4 | 38.5          | 1.59           | 4.1            | 96.4          |
| 6  | 异丙甲草胺               | 37.2        | 34.4 | 36.7 | 32.6 | 37.4 | 37.0 | 35.9          | 1.79           | 5.0            | 89.7          |
| 7  | 杀草丹                 | 32.8        | 33.8 | 32.1 | 27.1 | 33.8 | 33.1 | 32.1          | 2.32           | 7.2            | 80.3          |
| 8  | 丁草胺                 | 36.1        | 33.6 | 35.3 | 30.4 | 35.3 | 33.7 | 34.1          | 1.87           | 5.5            | 85.2          |
| 9  | 丙草胺                 | 37.1        | 35.1 | 37.0 | 32.0 | 36.8 | 35.6 | 35.6          | 1.76           | 4.9            | 89.1          |

### 5.9.3 不同类型水样的方法适用性检验

对地表水、生活污水、工业废水、地下水和海水实际水样进行基体加标测定, 实际水样均未检出酰胺类农药, 每种类型的水样的加标浓度依次为 2.00 μg/L、20.0 μg/L 和 40.0 μg/L。结果如表 5.9-9~表 5.9-38 所示, 液液萃取法: 地表水加标回收率范围为 70.9%~95.1%, 平行样测定相对标准偏差为 2.3%~11.8%; 生活污水加标回收率范围为 90.6%~112%, 平行样测定相对标准偏差为 0.5%~7.6%; 工业废水加标回收率范围为 71.0%~117%, 平行样测定相对标准偏差为 1.7%~18.5%; 地下水加标回收率范围为 79.7%~111%, 平行样测定相对标准偏差为 1.7%~11.5%; 海水加标回收率范围为 82.1%~114%, 平行样测定相对标准偏差为 2.6%~13.2%。固相萃取法: 地表水加标回收率范围为 80.7%~112%, 平行样测定相对标准偏差为 3.0%~7.9%; 生活污水加标回收率范围为 80.6%~98.6%, 平行样测定相对标准偏差为 4.1%~12.6%; 工业废水加标回收率范围为 75.3%~115%, 平行样测定相对标准偏差为 1.4%~20.0%; 地下水加标回收率范围为 72.1%~108%, 平行样测定相对标准偏差为 4.8%~13.2%; 海水加标回收率范围为 81.9%~100%, 平行样测定相对标准偏差为 0.8%~11.1%。对另一工业废水 (安徽某农化厂处理设施前的废水, 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、丁草胺、丙草胺有检出, 浓度为 3.03~31.8 μg/L) 实际样品中加标 20.0 μg/L 进行测定, 结果如表 5.9-39~表 5.9-40 所示, 液液萃取法: 加标回收率范围为 72.1%~98.6%, 平行样测定相对标准偏差为 1.8%~4.6%。固相萃取法: 加标回收率范围为 74.2%~101%, 平行样测定相对标准偏差为 2.7%~7.2%。

表 5.9-9 低浓度 (2.00 μg/L) 地表水加标精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 1.62        | 1.67 | 1.58 | 1.56 | 1.69 | 1.39 | 1.59          | 0.10           | 6.2            | 79.3          |
| 2  | 乙草胺                 | 1.67        | 1.86 | 1.56 | 1.64 | 1.56 | 1.62 | 1.65          | 0.11           | 6.8            | 82.7          |
| 3  | 异丙草胺                | 1.65        | 1.81 | 1.56 | 1.75 | 1.59 | 1.72 | 1.68          | 0.10           | 5.9            | 84.0          |
| 4  | 甲草胺                 | 1.61        | 1.95 | 1.61 | 1.61 | 1.58 | 1.72 | 1.68          | 0.14           | 8.2            | 84.1          |
| 5  | 敌稗                  | 1.55        | 1.88 | 1.70 | 1.73 | 1.53 | 1.55 | 1.65          | 0.14           | 8.3            | 82.7          |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 6  | 异丙甲草胺 | 1.32        | 1.46 | 1.44 | 1.46 | 1.32 | 1.50 | 1.42          | 0.08           | 5.4            | 70.9          |
| 7  | 杀草丹   | 1.52        | 1.68 | 1.57 | 1.70 | 1.57 | 1.76 | 1.63          | 0.09           | 5.7            | 81.6          |
| 8  | 丁草胺   | 2.07        | 2.00 | 1.89 | 1.78 | 1.48 | 1.78 | 1.83          | 0.21           | 11.4           | 91.6          |
| 9  | 丙草胺   | 1.70        | 1.99 | 1.70 | 1.70 | 1.56 | 1.86 | 1.75          | 0.15           | 8.6            | 87.5          |

表 5.9-10 中浓度 (20.0 μg/L) 地表水加标精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.42        | 3.34 | 3.16 | 3.28 | 3.56 | 3.47 | 3.37          | 0.13           | 3.9            | 84.3          |
| 2  | 乙草胺                         | 19.9        | 18.4 | 18.3 | 16.3 | 17.8 | 17.5 | 18.0          | 1.04           | 5.8            | 90.2          |
| 3  | 异丙草胺                        | 19.5        | 18.0 | 18.0 | 16.0 | 17.5 | 17.0 | 17.7          | 1.02           | 5.8            | 88.4          |
| 4  | 甲草胺                         | 19.8        | 18.2 | 18.1 | 16.3 | 17.7 | 17.4 | 17.9          | 1.06           | 5.9            | 89.6          |
| 5  | 敌稗                          | 20.8        | 19.0 | 19.0 | 17.4 | 18.6 | 19.3 | 19.0          | 0.92           | 4.8            | 95.1          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 19.4        | 18.2 | 18.2 | 16.2 | 17.7 | 17.5 | 17.9          | 0.94           | 5.2            | 89.3          |
| 7  | 杀草丹                         | 19.7        | 18.3 | 17.8 | 16.2 | 17.6 | 17.5 | 17.8          | 1.02           | 5.7            | 89.2          |
| 8  | 丁草胺                         | 16.7        | 16.0 | 16.2 | 15.2 | 17.0 | 17.0 | 16.3          | 0.61           | 3.7            | 81.7          |
| 9  | 丙草胺                         | 18.5        | 17.6 | 17.7 | 17.0 | 17.9 | 17.7 | 17.7          | 0.41           | 2.3            | 88.7          |

表 5.9-11 高浓度 (40.0 μg/L) 地表水加标精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.16        | 3.29 | 3.07 | 3.22 | 3.62 | 3.24 | 3.27          | 0.17           | 5.3            | 81.7          |
| 2  | 乙草胺                         | 37.4        | 30.1 | 41.2 | 30.1 | 33.5 | 34.6 | 34.5          | 3.98           | 11.5           | 86.2          |
| 3  | 异丙草胺                        | 37.8        | 30.7 | 41.5 | 30.5 | 33.8 | 35.1 | 34.9          | 3.92           | 11.2           | 87.3          |
| 4  | 甲草胺                         | 38.0        | 30.9 | 41.9 | 30.8 | 34.3 | 35.6 | 35.3          | 3.95           | 11.2           | 88.2          |
| 5  | 敌稗                          | 39.2        | 32.8 | 43.5 | 34.4 | 35.9 | 37.5 | 37.2          | 3.64           | 9.8            | 93.1          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 37.1        | 30.8 | 41.6 | 30.5 | 33.4 | 35.3 | 34.8          | 3.91           | 11.3           | 87.0          |
| 7  | 杀草丹                         | 37.8        | 31.0 | 42.2 | 30.7 | 34.2 | 36.1 | 35.3          | 4.18           | 11.8           | 88.3          |
| 8  | 丁草胺                         | 39.0        | 31.8 | 34.6 | 31.7 | 35.7 | 38.1 | 35.2          | 2.81           | 8.0            | 87.9          |
| 9  | 丙草胺                         | 35.3        | 36.4 | 39.6 | 35.8 | 38.5 | 34.0 | 36.6          | 1.80           | 4.9            | 91.5          |

表 5.9-12 低浓度 (2.00 μg/L) 生活污水加标精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.58        | 1.76 | 1.49 | 1.62 | 1.53 | 1.68 | 1.61          | 0.09           | 5.6            | 80.5          |
| 2  | 乙草胺                         | 1.86        | 2.09 | 2.04 | 2.01 | 2.06 | 2.07 | 2.02          | 0.08           | 4.1            | 101           |
| 3  | 异丙草胺                        | 1.91        | 2.14 | 2.06 | 2.06 | 2.12 | 2.14 | 2.07          | 0.09           | 4.2            | 104           |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 4  | 甲草胺   | 1.87        | 2.10 | 2.02 | 1.98 | 2.07 | 2.08 | 2.02          | 0.08           | 4.2            | 101           |
| 5  | 敌稗    | 2.15        | 2.10 | 2.13 | 2.02 | 2.13 | 2.25 | 2.13          | 0.07           | 3.5            | 106           |
| 6  | 异丙甲草胺 | 1.99        | 2.16 | 2.07 | 2.05 | 2.18 | 2.15 | 2.10          | 0.07           | 3.6            | 105           |
| 7  | 杀草丹   | 1.92        | 2.13 | 2.02 | 1.99 | 2.10 | 2.10 | 2.04          | 0.08           | 4.0            | 102           |
| 8  | 丁草胺   | 2.17        | 2.35 | 2.09 | 2.15 | 2.25 | 2.45 | 2.24          | 0.13           | 6.0            | 112           |
| 9  | 丙草胺   | 2.00        | 2.15 | 1.90 | 2.00 | 1.99 | 1.99 | 2.00          | 0.08           | 3.9            | 100           |

表 5.9-13 中浓度 (20.0 μg/L) 生活污水加标精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.39        | 3.48 | 3.62 | 3.48 | 3.62 | 3.72 | 3.55          | 0.11           | 3.1            | 88.8          |
| 2  | 乙草胺                         | 18.4        | 18.4 | 18.2 | 17.9 | 18.3 | 17.4 | 18.1          | 0.41           | 2.2            | 90.6          |
| 3  | 异丙草胺                        | 18.9        | 18.9 | 18.8 | 18.4 | 18.7 | 18.0 | 18.6          | 0.37           | 2.0            | 93.1          |
| 4  | 甲草胺                         | 18.7        | 18.8 | 18.6 | 18.2 | 18.6 | 17.7 | 18.4          | 0.40           | 2.2            | 92.2          |
| 5  | 敌稗                          | 20.7        | 20.8 | 20.8 | 20.8 | 20.9 | 20.6 | 20.8          | 0.10           | 0.5            | 104           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 19.8        | 19.7 | 19.7 | 19.4 | 19.5 | 19.0 | 19.5          | 0.30           | 1.5            | 97.6          |
| 7  | 杀草丹                         | 19.1        | 19.2 | 19.0 | 18.5 | 18.9 | 18.1 | 18.8          | 0.42           | 2.2            | 94.0          |
| 8  | 丁草胺                         | 20.9        | 20.9 | 21.1 | 21.1 | 20.7 | 20.4 | 20.8          | 0.27           | 1.3            | 104           |
| 9  | 丙草胺                         | 20.9        | 20.9 | 20.8 | 20.6 | 21.0 | 20.8 | 20.8          | 0.14           | 0.7            | 104           |

表 5.9-14 高浓度 (40.0 μg/L) 生活污水加标精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.29        | 3.46 | 3.17 | 3.18 | 3.65 | 3.42 | 3.36          | 0.17           | 5.0            | 84.0          |
| 2  | 乙草胺                         | 40.8        | 38.1 | 38.4 | 36.0 | 39.8 | 36.7 | 38.3          | 1.79           | 4.7            | 95.8          |
| 3  | 异丙草胺                        | 39.6        | 38.3 | 38.7 | 36.6 | 40.6 | 37.9 | 38.6          | 1.36           | 3.5            | 96.6          |
| 4  | 甲草胺                         | 39.8        | 45.1 | 39.0 | 36.4 | 40.3 | 37.7 | 39.7          | 3.00           | 7.6            | 99.3          |
| 5  | 敌稗                          | 41.0        | 41.1 | 41.9 | 38.6 | 44.2 | 41.7 | 41.4          | 1.81           | 4.4            | 104           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 40.9        | 40.1 | 40.0 | 37.5 | 41.8 | 39.2 | 39.9          | 1.47           | 3.7            | 99.8          |
| 7  | 杀草丹                         | 40.1        | 39.4 | 39.6 | 37.3 | 41.0 | 38.8 | 39.4          | 1.26           | 3.2            | 98.4          |
| 8  | 丁草胺                         | 41.8        | 41.7 | 41.6 | 38.9 | 43.4 | 40.4 | 41.3          | 1.51           | 3.7            | 103           |
| 9  | 丙草胺                         | 42.4        | 42.2 | 42.0 | 39.1 | 43.7 | 40.6 | 41.7          | 1.59           | 3.8            | 104           |

表 5.9-15 低浓度 (2.00 μg/L) 工业废水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.57        | 1.53 | 1.56 | 1.54 | 1.43 | 1.51 | 1.52          | 0.07           | 3.0            | 76.0          |
| 2  | 乙草胺                         | 1.55        | 1.53 | 1.55 | 1.53 | 1.47 | 1.51 | 1.53          | 0.03           | 1.9            | 76.3          |
| 3  | 异丙草胺                        | 1.56        | 1.52 | 1.58 | 1.56 | 1.47 | 1.54 | 1.54          | 0.04           | 2.3            | 77.0          |
| 4  | 甲草胺                         | 1.44        | 1.42 | 1.64 | 1.60 | 1.56 | 1.58 | 1.54          | 0.08           | 5.3            | 77.0          |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 5  | 敌稗    | 1.92        | 1.84 | 1.92 | 1.92 | 1.88 | 1.86 | 1.89          | 0.03           | 1.7            | 94.5          |
| 6  | 异丙甲草胺 | 1.54        | 1.58 | 1.82 | 1.76 | 1.74 | 1.84 | 1.71          | 0.11           | 6.7            | 85.7          |
| 7  | 杀草丹   | 1.46        | 1.52 | 1.82 | 1.76 | 1.80 | 1.88 | 1.71          | 0.16           | 9.3            | 85.3          |
| 8  | 丁草胺   | 1.48        | 1.50 | 1.62 | 1.58 | 1.54 | 1.58 | 1.55          | 0.05           | 3.1            | 77.5          |
| 9  | 丙草胺   | 1.42        | 1.34 | 1.40 | 1.52 | 1.36 | 1.48 | 1.42          | 0.06           | 4.5            | 71.0          |

表 5.9-16 中浓度 (20.0 μg/L) 工业废水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 3.33        | 3.21 | 3.04 | 3.19 | 3.16 | 1.72 | 2.94          | 0.55           | 18.7           | 73.6          |
| 2  | 乙草胺                 | 14.3        | 17.6 | 16.6 | 17.7 | 17.5 | 9.7  | 15.5          | 2.88           | 18.5           | 77.7          |
| 3  | 异丙草胺                | 14.4        | 16.8 | 16.1 | 17.1 | 17.0 | 9.4  | 15.1          | 2.71           | 17.9           | 75.7          |
| 4  | 甲草胺                 | 14.7        | 16.8 | 16.4 | 17.4 | 17.2 | 9.6  | 15.4          | 2.72           | 17.7           | 76.8          |
| 5  | 敌稗                  | 21.6        | 25.4 | 25.0 | 26.7 | 26.2 | 15.8 | 23.5          | 3.78           | 16.1           | 117           |
| 6  | 异丙甲草胺               | 13.6        | 15.4 | 15.8 | 17.2 | 17.0 | 9.8  | 14.8          | 2.53           | 17.1           | 74.1          |
| 7  | 杀草丹                 | 13.5        | 15.9 | 17.3 | 17.1 | 18.9 | 10.6 | 15.5          | 2.76           | 17.8           | 77.7          |
| 8  | 丁草胺                 | 13.8        | 16.2 | 15.6 | 16.7 | 16.8 | 9.1  | 14.7          | 2.69           | 18.3           | 73.5          |
| 9  | 丙草胺                 | 14.5        | 16.7 | 16.0 | 17.1 | 17.3 | 9.8  | 15.2          | 2.58           | 16.9           | 76.2          |

表 5.9-17 高浓度 (40.0 μg/L) 工业废水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 3.04        | 3.27 | 3.08 | 2.97 | 3.01 | 3.75 | 3.19          | 0.27           | 8.4            | 79.6          |
| 2  | 乙草胺                 | 30.7        | 33.4 | 30.9 | 30.6 | 31.6 | 32.6 | 31.6          | 1.04           | 3.3            | 79.1          |
| 3  | 异丙草胺                | 31.8        | 34.1 | 32.4 | 31.9 | 32.3 | 33.6 | 32.7          | 0.87           | 2.7            | 81.7          |
| 4  | 甲草胺                 | 31.6        | 34.0 | 32.7 | 31.6 | 32.3 | 33.2 | 32.6          | 0.86           | 2.6            | 81.4          |
| 5  | 敌稗                  | 39.0        | 36.1 | 34.4 | 33.8 | 33.5 | 34.6 | 35.2          | 1.87           | 5.3            | 88.1          |
| 6  | 异丙甲草胺               | 31.3        | 30.0 | 29.9 | 29.4 | 30.2 | 31.4 | 30.3          | 0.73           | 2.4            | 75.9          |
| 7  | 杀草丹                 | 30.0        | 28.6 | 30.0 | 29.2 | 30.3 | 32.1 | 30.0          | 1.09           | 3.6            | 75.1          |
| 8  | 丁草胺                 | 31.0        | 33.5 | 31.6 | 29.8 | 30.8 | 32.3 | 31.5          | 1.17           | 3.7            | 78.7          |
| 9  | 丙草胺                 | 34.3        | 36.7 | 34.7 | 33.2 | 34.3 | 35.7 | 34.8          | 1.11           | 3.2            | 87.1          |

表 5.9-18 低浓度 (2.00 μg/L) 地下水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 1.65        | 1.80 | 1.65 | 1.54 | 1.46 | 1.65 | 1.52          | 0.15           | 6.5            | 81.3          |
| 2  | 乙草胺                 | 1.66        | 1.78 | 1.66 | 1.58 | 1.50 | 1.60 | 1.63          | 0.09           | 5.3            | 81.5          |
| 3  | 异丙草胺                | 1.70        | 1.78 | 1.70 | 1.58 | 1.52 | 1.64 | 1.65          | 0.09           | 5.2            | 82.7          |
| 4  | 甲草胺                 | 1.66        | 1.76 | 1.68 | 1.56 | 1.50 | 1.60 | 1.63          | 0.08           | 5.2            | 81.3          |
| 5  | 敌稗                  | 1.82        | 2.03 | 2.12 | 2.12 | 2.16 | 2.18 | 2.07          | 0.12           | 5.9            | 104           |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 6  | 异丙甲草胺 | 1.84        | 1.82 | 1.68 | 1.70 | 1.68 | 1.66 | 1.73          | 0.07           | 4.2            | 86.5          |
| 7  | 杀草丹   | 1.76        | 1.76 | 1.60 | 1.58 | 1.60 | 1.52 | 1.64          | 0.09           | 5.6            | 81.8          |
| 8  | 丁草胺   | 1.90        | 1.94 | 1.90 | 1.94 | 1.92 | 2.02 | 1.94          | 0.04           | 2.1            | 96.8          |
| 9  | 丙草胺   | 2.16        | 2.22 | 2.20 | 2.26 | 2.26 | 2.26 | 2.23          | 0.04           | 1.7            | 111           |

表 5.9-19 中浓度 (20.0 μg/L) 地下水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.43        | 3.70 | 3.43 | 3.04 | 2.86 | 2.99 | 3.24          | 0.30           | 9.2            | 81.0          |
| 2  | 乙草胺                         | 18.0        | 18.3 | 17.2 | 15.4 | 14.8 | 15.7 | 16.6          | 1.32           | 8.0            | 82.8          |
| 3  | 异丙草胺                        | 17.9        | 18.1 | 17.0 | 15.5 | 14.7 | 15.5 | 16.5          | 1.29           | 7.8            | 82.4          |
| 4  | 甲草胺                         | 17.8        | 18.1 | 17.0 | 15.3 | 14.6 | 15.4 | 16.4          | 1.35           | 8.2            | 81.8          |
| 5  | 敌稗                          | 21.1        | 22.6 | 21.5 | 20.5 | 20.3 | 20.7 | 21.1          | 0.79           | 3.7            | 106           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 18.0        | 17.5 | 16.5 | 15.3 | 14.5 | 15.1 | 16.2          | 1.26           | 7.8            | 80.8          |
| 7  | 杀草丹                         | 16.8        | 16.0 | 15.2 | 14.3 | 19.5 | 14.1 | 16.0          | 1.84           | 11.5           | 79.9          |
| 8  | 丁草胺                         | 19.4        | 19.2 | 17.9 | 16.9 | 16.2 | 16.6 | 17.7          | 1.25           | 7.1            | 88.5          |
| 9  | 丙草胺                         | 20.6        | 20.5 | 19.2 | 18.3 | 17.6 | 18.0 | 19.0          | 1.18           | 6.2            | 95.2          |

表 5.9-20 高浓度 (40.0 μg/L) 地下水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.72        | 3.50 | 3.86 | 3.86 | 3.40 | 3.82 | 3.69          | 0.18           | 4.9            | 92.3          |
| 2  | 乙草胺                         | 35.2        | 32.7 | 34.9 | 34.8 | 31.3 | 35.1 | 34.0          | 1.49           | 4.4            | 85.0          |
| 3  | 异丙草胺                        | 34.7        | 32.3 | 34.5 | 34.4 | 31.1 | 34.4 | 33.6          | 1.39           | 4.1            | 83.9          |
| 4  | 甲草胺                         | 34.8        | 32.3 | 34.2 | 34.3 | 30.7 | 34.5 | 33.5          | 1.46           | 4.4            | 83.6          |
| 5  | 敌稗                          | 40.5        | 39.7 | 41.3 | 41.8 | 38.5 | 42.2 | 40.7          | 1.25           | 3.1            | 102           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 35.0        | 32.9 | 34.9 | 35.1 | 31.4 | 34.9 | 34.0          | 1.41           | 4.2            | 85.1          |
| 7  | 杀草丹                         | 32.8        | 31.5 | 32.3 | 33.2 | 28.3 | 33.1 | 31.9          | 1.68           | 5.3            | 79.7          |
| 8  | 丁草胺                         | 36.4        | 34.6 | 36.4 | 37.1 | 34.0 | 37.3 | 36.0          | 1.22           | 3.4            | 89.9          |
| 9  | 丙草胺                         | 38.0        | 36.4 | 37.8 | 38.8 | 35.6 | 38.9 | 37.6          | 1.22           | 3.2            | 93.9          |

表 5.9-21 低浓度 (2.00 μg/L) 海水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.94        | 1.92 | 1.88 | 1.74 | 1.62 | 1.70 | 1.52          | 0.16           | 6.6            | 89.9          |
| 2  | 乙草胺                         | 1.61        | 1.88 | 1.66 | 1.50 | 1.70 | 1.92 | 1.71          | 0.15           | 8.6            | 85.6          |
| 3  | 异丙草胺                        | 1.86        | 1.85 | 1.71 | 1.71 | 1.79 | 1.78 | 1.79          | 0.06           | 3.3            | 89.3          |
| 4  | 甲草胺                         | 1.62        | 1.62 | 1.69 | 1.76 | 1.76 | 1.88 | 1.72          | 0.09           | 5.3            | 86.1          |
| 5  | 敌稗                          | 2.09        | 2.19 | 2.30 | 2.35 | 2.07 | 2.24 | 2.21          | 0.10           | 4.6            | 110           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 1.91        | 1.90 | 1.80 | 1.68 | 1.87 | 1.86 | 1.84          | 0.08           | 4.2            | 91.8          |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 7  | 杀草丹   | 2.04        | 1.98 | 1.60 | 1.57 | 1.90 | 1.88 | 1.83          | 0.18           | 9.9            | 91.3          |
| 8  | 丁草胺   | 2.16        | 2.23 | 2.29 | 2.31 | 2.06 | 2.44 | 2.25          | 0.12           | 5.3            | 112           |
| 9  | 丙草胺   | 2.38        | 2.48 | 2.02 | 2.51 | 2.30 | 1.99 | 2.28          | 0.21           | 9.0            | 114           |

表 5.9-22 中浓度 (20.0 μg/L) 海水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.66        | 3.43 | 3.22 | 3.42 | 3.57 | 3.32 | 3.44          | 0.15           | 4.2            | 85.9          |
| 2  | 乙草胺                         | 17.6        | 17.9 | 17.7 | 18.9 | 17.7 | 18.9 | 18.1          | 0.58           | 3.2            | 90.6          |
| 3  | 异丙草胺                        | 18.4        | 18.2 | 16.7 | 17.1 | 20.2 | 17.9 | 18.1          | 1.12           | 6.2            | 90.5          |
| 4  | 甲草胺                         | 17.6        | 16.7 | 18.9 | 17.9 | 19.1 | 19.8 | 18.3          | 1.02           | 5.5            | 91.6          |
| 5  | 敌稗                          | 20.1        | 18.4 | 18.4 | 16.5 | 16.9 | 17.3 | 17.9          | 1.19           | 6.6            | 89.7          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 19.9        | 17.9 | 17.8 | 15.6 | 15.8 | 17.8 | 17.5          | 1.44           | 8.2            | 87.4          |
| 7  | 杀草丹                         | 18.4        | 16.7 | 16.0 | 15.1 | 16.2 | 16.0 | 16.4          | 1.03           | 6.3            | 82.1          |
| 8  | 丁草胺                         | 17.5        | 20.2 | 18.2 | 17.1 | 18.1 | 16.4 | 17.9          | 1.19           | 6.6            | 89.7          |
| 9  | 丙草胺                         | 23.8        | 18.9 | 19.1 | 16.0 | 17.8 | 17.1 | 18.8          | 2.47           | 13.2           | 93.9          |

表 5.9-23 高浓度 (40.0 μg/L) 海水精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.65        | 3.77 | 3.51 | 3.77 | 3.33 | 3.11 | 3.52          | 0.24           | 6.8            | 88.1          |
| 2  | 乙草胺                         | 39.3        | 37.8 | 35.3 | 36.4 | 35.8 | 36.4 | 36.8          | 1.34           | 3.6            | 92.1          |
| 3  | 异丙草胺                        | 36.5        | 38.7 | 37.7 | 35.8 | 37.3 | 36.4 | 37.1          | 0.96           | 2.6            | 92.7          |
| 4  | 甲草胺                         | 37.3        | 38.5 | 38.7 | 35.8 | 37.4 | 35.8 | 37.2          | 1.15           | 3.1            | 93.1          |
| 5  | 敌稗                          | 37.1        | 38.0 | 36.9 | 39.1 | 35.3 | 34.0 | 36.7          | 1.68           | 4.6            | 91.8          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 36.9        | 36.5 | 34.2 | 33.9 | 36.1 | 39.3 | 36.2          | 1.80           | 5.0            | 90.4          |
| 7  | 杀草丹                         | 37.8        | 39.3 | 37.1 | 35.3 | 34.0 | 34.4 | 36.3          | 1.90           | 5.2            | 90.8          |
| 8  | 丁草胺                         | 36.7        | 40.7 | 42.1 | 39.0 | 35.8 | 39.9 | 39.0          | 2.21           | 5.7            | 97.6          |
| 9  | 丙草胺                         | 35.3        | 38.0 | 38.5 | 39.8 | 38.9 | 38.2 | 38.1          | 1.37           | 3.6            | 95.3          |

表 5.9-24 低浓度 (2.00 μg/L) 地表水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.82        | 1.76 | 1.69 | 2.03 | 1.89 | 1.94 | 1.52          | 0.16           | 6.1            | 92.8          |
| 2  | 乙草胺                         | 1.94        | 2.16 | 2.06 | 2.12 | 1.98 | 2.12 | 2.06          | 0.08           | 3.9            | 103           |
| 3  | 异丙草胺                        | 1.90        | 2.10 | 2.02 | 2.08 | 1.94 | 2.08 | 2.02          | 0.08           | 3.7            | 101           |
| 4  | 甲草胺                         | 1.88        | 2.08 | 1.98 | 2.04 | 1.90 | 2.04 | 1.99          | 0.07           | 3.8            | 99.3          |
| 5  | 敌稗                          | 1.96        | 2.10 | 2.16 | 2.30 | 2.22 | 2.30 | 2.17          | 0.12           | 5.5            | 109           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 1.86        | 2.04 | 1.96 | 2.04 | 1.92 | 2.04 | 1.98          | 0.07           | 3.5            | 98.8          |
| 7  | 杀草丹                         | 1.88        | 2.08 | 2.02 | 2.00 | 1.88 | 2.02 | 1.98          | 0.07           | 3.8            | 99.0          |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 8  | 丁草胺   | 1.96        | 2.24 | 2.16 | 2.28 | 2.12 | 2.30 | 2.18          | 0.12           | 5.3            | 109           |
| 9  | 丙草胺   | 2.02        | 2.30 | 2.22 | 2.34 | 2.22 | 2.36 | 2.24          | 0.11           | 5.1            | 112           |

表 5.9-25 中浓度 (20.0 μg/L) 地表水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.46        | 3.52 | 3.88 | 3.84 | 3.76 | 3.52 | 3.66          | 0.17           | 4.6            | 91.6          |
| 2  | 乙草胺                         | 16.7        | 17.6 | 17.1 | 16.5 | 18.4 | 16.4 | 17.1          | 0.72           | 4.2            | 85.6          |
| 3  | 异丙草胺                        | 16.6        | 17.7 | 17.0 | 16.3 | 18.3 | 16.2 | 17.0          | 0.77           | 4.5            | 85.1          |
| 4  | 甲草胺                         | 16.7        | 17.5 | 16.9 | 16.3 | 18.4 | 16.3 | 17.0          | 0.74           | 4.4            | 85.1          |
| 5  | 敌稗                          | 16.2        | 17.3 | 17.2 | 16.0 | 18.9 | 16.9 | 17.1          | 0.95           | 5.5            | 85.4          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 16.8        | 17.6 | 17.2 | 16.5 | 18.6 | 16.5 | 17.2          | 0.75           | 4.3            | 86.0          |
| 7  | 杀草丹                         | 15.9        | 17.2 | 16.3 | 15.4 | 17.4 | 15.3 | 16.2          | 0.81           | 5.0            | 81.2          |
| 8  | 丁草胺                         | 15.8        | 17.4 | 16.3 | 15.4 | 17.9 | 14.0 | 16.1          | 1.27           | 7.9            | 80.7          |
| 9  | 丙草胺                         | 16.6        | 17.8 | 17.1 | 16.2 | 18.4 | 15.9 | 17.0          | 0.89           | 5.2            | 85.1          |

表 5.9-26 高浓度 (40.0 μg/L) 地表水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 4.04        | 3.88 | 3.92 | 3.72 | 4.08 | 3.72 | 3.89          | 0.14           | 3.6            | 97.3          |
| 2  | 乙草胺                         | 37.6        | 37.7 | 38.0 | 38.5 | 34.5 | 39.3 | 37.6          | 1.51           | 4.0            | 94.0          |
| 3  | 异丙草胺                        | 37.8        | 38.0 | 38.3 | 38.9 | 34.9 | 39.6 | 37.9          | 1.48           | 3.9            | 94.8          |
| 4  | 甲草胺                         | 37.6        | 37.8 | 38.0 | 38.7 | 34.7 | 39.3 | 37.7          | 1.45           | 3.8            | 94.2          |
| 5  | 敌稗                          | 37.8        | 37.3 | 38.3 | 38.9 | 35.6 | 39.0 | 37.8          | 1.15           | 3.0            | 94.5          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 38.0        | 38.0 | 38.4 | 39.0 | 35.2 | 39.5 | 38.0          | 1.37           | 3.6            | 95.1          |
| 7  | 杀草丹                         | 36.1        | 37.4 | 36.7 | 38.6 | 33.6 | 39.2 | 36.9          | 1.81           | 4.9            | 92.4          |
| 8  | 丁草胺                         | 35.8        | 37.0 | 36.2 | 38.6 | 34.6 | 39.4 | 36.9          | 1.64           | 4.4            | 92.3          |
| 9  | 丙草胺                         | 37.2        | 38.1 | 37.9 | 39.4 | 35.5 | 40.0 | 38.0          | 1.47           | 3.9            | 95.1          |

表 5.9-27 低浓度 (2.00 μg/L) 生活污水加标精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.55        | 1.66 | 1.98 | 1.86 | 1.71 | 1.85 | 1.77          | 0.16           | 8.8            | 88.3          |
| 2  | 乙草胺                         | 1.60        | 1.66 | 1.82 | 1.90 | 1.92 | 1.80 | 1.78          | 0.13           | 7.2            | 89.0          |
| 3  | 异丙草胺                        | 1.60        | 1.64 | 1.78 | 1.86 | 1.88 | 1.76 | 1.75          | 0.11           | 6.5            | 87.7          |
| 4  | 甲草胺                         | 1.60        | 1.64 | 1.78 | 1.86 | 1.86 | 1.74 | 1.75          | 0.11           | 6.3            | 87.3          |
| 5  | 敌稗                          | 1.68        | 1.76 | 1.94 | 2.00 | 2.06 | 1.92 | 1.89          | 0.15           | 7.7            | 94.7          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 1.62        | 1.64 | 1.78 | 1.86 | 1.88 | 1.76 | 1.76          | 0.11           | 6.2            | 87.8          |
| 7  | 杀草丹                         | 1.58        | 1.62 | 1.76 | 1.88 | 1.94 | 1.78 | 1.76          | 0.14           | 8.0            | 88.0          |
| 8  | 丁草胺                         | 1.42        | 1.52 | 1.68 | 1.84 | 2.00 | 1.82 | 1.71          | 0.22           | 12.6           | 85.7          |

| 序 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值  | 标准偏差 | 相对标准 | 加标回收 |
|---|-------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 9 | 丙草胺   | 1.54        | 1.64 | 1.80 | 1.94 | 1.98 | 1.82 | 1.79 | 0.17 | 9.5  | 89.3 |

表 5.9-28 中浓度 (20.0 μg/L) 生活污水加标精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.96        | 1.71 | 2.00 | 1.69 | 1.75 | 1.79 | 1.82          | 0.13           | 7.2            | 90.9          |
| 2  | 乙草胺                         | 18.8        | 17.2 | 20.3 | 18.1 | 18.9 | 21.5 | 19.1          | 1.56           | 8.1            | 95.6          |
| 3  | 异丙草胺                        | 19.2        | 17.3 | 20.6 | 18.2 | 19.1 | 21.9 | 19.4          | 1.67           | 8.6            | 97.0          |
| 4  | 甲草胺                         | 19.0        | 17.5 | 20.6 | 18.2 | 19.0 | 21.7 | 19.3          | 1.57           | 8.1            | 96.7          |
| 5  | 敌稗                          | 13.9        | 17.0 | 20.8 | 18.7 | 19.6 | 21.3 | 18.6          | 2.75           | 14.8           | 92.8          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 18.8        | 18.1 | 21.2 | 18.7 | 19.7 | 21.8 | 19.7          | 1.48           | 7.5            | 98.6          |
| 7  | 杀草丹                         | 18.1        | 17.7 | 20.9 | 18.0 | 19.1 | 21.1 | 19.1          | 1.51           | 7.9            | 95.7          |
| 8  | 丁草胺                         | 16.9        | 14.2 | 17.8 | 15.5 | 16.9 | 19.6 | 16.8          | 1.88           | 11.2           | 84.0          |
| 9  | 丙草胺                         | 18.2        | 14.4 | 18.1 | 15.9 | 17.1 | 20.8 | 17.4          | 2.19           | 12.6           | 87.0          |

表 5.9-29 高浓度 (40.0 μg/L) 生活污水加标精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.90        | 1.89 | 2.02 | 2.26 | 2.05 | 1.90 | 2.00          | 0.15           | 7.3            | 100.1         |
| 2  | 乙草胺                         | 32.5        | 36.8 | 33.9 | 35.8 | 34.9 | 35.4 | 34.9          | 1.51           | 4.3            | 87.2          |
| 3  | 异丙草胺                        | 32.8        | 36.8 | 33.9 | 35.8 | 35.0 | 35.8 | 35.0          | 1.46           | 4.2            | 87.5          |
| 4  | 甲草胺                         | 33.0        | 37.2 | 34.2 | 35.9 | 35.2 | 35.7 | 35.2          | 1.46           | 4.1            | 88.0          |
| 5  | 敌稗                          | 33.8        | 38.6 | 35.9 | 37.8 | 36.6 | 36.9 | 36.6          | 1.67           | 4.6            | 91.5          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 34.0        | 38.1 | 35.3 | 37.1 | 36.1 | 36.9 | 36.2          | 1.47           | 4.1            | 90.6          |
| 7  | 杀草丹                         | 32.8        | 37.0 | 33.8 | 35.3 | 35.1 | 35.4 | 34.9          | 1.46           | 4.2            | 87.2          |
| 8  | 丁草胺                         | 30.1        | 33.8 | 31.0 | 32.7 | 32.7 | 33.0 | 32.2          | 1.39           | 4.3            | 80.6          |
| 9  | 丙草胺                         | 30.7        | 35.0 | 32.1 | 34.0 | 33.5 | 33.9 | 33.2          | 1.55           | 4.7            | 82.9          |

表 5.9-30 低浓度 (2.00 μg/L) 工业废水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 1.67        | 1.55 | 1.47 | 2.01 | 1.63 | 2.29 | 1.77          | 0.29           | 16.2           | 88.5          |
| 2  | 乙草胺                         | 2.10        | 1.50 | 1.38 | 1.56 | 1.60 | 1.28 | 1.57          | 0.26           | 16.6           | 78.5          |
| 3  | 异丙草胺                        | 2.04        | 1.48 | 1.38 | 1.56 | 1.60 | 1.32 | 1.56          | 0.23           | 15.0           | 78.2          |
| 4  | 甲草胺                         | 2.08        | 1.52 | 1.42 | 1.58 | 1.60 | 1.34 | 1.59          | 0.24           | 14.9           | 79.5          |
| 5  | 敌稗                          | 2.26        | 2.04 | 1.92 | 2.06 | 2.14 | 1.8  | 2.04          | 0.15           | 7.2            | 102           |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 2.32        | 1.88 | 1.88 | 2.14 | 2.24 | 1.92 | 2.06          | 0.18           | 8.6            | 103           |
| 7  | 杀草丹                         | 2.24        | 1.98 | 2.14 | 2.50 | 2.66 | 2.34 | 2.31          | 0.22           | 9.7            | 115           |
| 8  | 丁草胺                         | 2.16        | 1.34 | 1.32 | 1.48 | 1.52 | 1.26 | 1.51          | 0.30           | 20.0           | 75.7          |
| 9  | 丙草胺                         | 2.02        | 1.44 | 1.40 | 1.68 | 1.68 | 1.42 | 1.61          | 0.22           | 13.6           | 80.3          |

表 5.9-31 中浓度 (20.0 μg/L) 工业废水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 2.33        | 2.38 | 3.26 | 3.26 | 3.04 | 3.15 | 2.90          | 0.39           | 13.6           | 72.5          |
| 2  | 乙草胺                         | 16.2        | 15.7 | 15.1 | 15.5 | 14.7 | 15.7 | 15.5          | 0.47           | 3.0            | 77.5          |
| 3  | 异丙草胺                        | 15.7        | 15.4 | 15.1 | 15.3 | 14.4 | 15.4 | 15.2          | 0.39           | 2.6            | 76.1          |
| 4  | 甲草胺                         | 15.4        | 15.4 | 15.1 | 15.2 | 14.5 | 15.5 | 15.2          | 0.35           | 2.3            | 75.9          |
| 5  | 敌稗                          | 17.8        | 17.3 | 17.5 | 17.8 | 17.0 | 17.7 | 17.5          | 0.27           | 1.5            | 87.5          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 17.1        | 17.5 | 17.1 | 17.4 | 16.6 | 17.2 | 17.1          | 0.27           | 1.6            | 85.7          |
| 7  | 杀草丹                         | 16.7        | 16.7 | 16.6 | 17.1 | 16.4 | 16.4 | 16.7          | 0.22           | 1.4            | 83.3          |
| 8  | 丁草胺                         | 16.4        | 15.1 | 14.7 | 15.0 | 15.2 | 15.2 | 15.3          | 0.54           | 3.6            | 76.3          |
| 9  | 丙草胺                         | 16.0        | 15.4 | 15.3 | 15.4 | 15.1 | 16.0 | 15.5          | 0.35           | 2.2            | 77.7          |

表 5.9-32 高浓度 (40.0 μg/L) 工业废水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 2.92        | 2.98 | 2.80 | 3.68 | 4.28 | 2.54 | 3.20          | 0.59           | 18.6           | 80.0          |
| 2  | 乙草胺                         | 31.8        | 34.4 | 32.2 | 31.6 | 32.0 | 27.9 | 31.7          | 1.92           | 6.1            | 79.1          |
| 3  | 异丙草胺                        | 30.1        | 32.3 | 30.4 | 30.6 | 31.0 | 26.4 | 30.1          | 1.80           | 6.0            | 75.3          |
| 4  | 甲草胺                         | 30.1        | 32.1 | 30.5 | 30.8 | 31.1 | 26.9 | 30.3          | 1.62           | 5.3            | 75.6          |
| 5  | 敌稗                          | 37.9        | 39.8 | 37.9 | 38.0 | 38.2 | 32.6 | 37.4          | 2.23           | 6.0            | 93.5          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 30.0        | 34.2 | 34.0 | 33.5 | 34.5 | 29.9 | 32.7          | 1.97           | 6.0            | 81.7          |
| 7  | 杀草丹                         | 28.0        | 34.7 | 32.6 | 34.6 | 34.1 | 29.9 | 32.3          | 2.54           | 7.9            | 80.8          |
| 8  | 丁草胺                         | 32.1        | 33.6 | 29.7 | 32.6 | 33.1 | 26.1 | 31.2          | 2.61           | 8.4            | 78.0          |
| 9  | 丙草胺                         | 31.9        | 32.9 | 29.8 | 32.1 | 32.1 | 26.4 | 30.9          | 2.22           | 7.2            | 77.2          |

表 5.9-33 低浓度 (2.00 μg/L) 地下水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 2.12        | 1.90 | 1.97 | 1.90 | 2.10 | 2.10 | 2.02          | 0.09           | 4.7            | 101           |
| 2  | 乙草胺                         | 2.06        | 1.84 | 1.94 | 1.86 | 2.10 | 2.10 | 1.98          | 0.11           | 5.5            | 99.2          |
| 3  | 异丙草胺                        | 2.04        | 1.80 | 1.90 | 1.84 | 2.06 | 2.04 | 1.95          | 0.10           | 5.4            | 97.3          |
| 4  | 甲草胺                         | 2.04        | 1.80 | 1.88 | 1.82 | 2.06 | 2.04 | 1.94          | 0.11           | 5.6            | 97.0          |
| 5  | 敌稗                          | 1.96        | 1.93 | 2.10 | 2.06 | 2.34 | 2.35 | 2.12          | 0.17           | 7.8            | 106.2         |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 1.98        | 1.76 | 1.84 | 1.76 | 1.96 | 1.96 | 1.88          | 0.09           | 5.0            | 93.8          |
| 7  | 杀草丹                         | 1.90        | 1.72 | 1.82 | 1.70 | 1.90 | 1.92 | 1.83          | 0.09           | 4.8            | 91.3          |
| 8  | 丁草胺                         | 2.08        | 1.86 | 2.05 | 1.95 | 2.24 | 2.22 | 2.07          | 0.14           | 6.6            | 103           |
| 9  | 丙草胺                         | 2.11        | 1.95 | 2.10 | 2.06 | 2.35 | 2.34 | 2.15          | 0.15           | 6.7            | 108           |

表 5.9-34 中浓度 (20.0 μg/L) 地下水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.62        | 3.50 | 3.66 | 3.58 | 3.52 | 3.50 | 3.56          | 0.06           | 1.7            | 89.1          |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 2  | 乙草胺   | 16.3        | 14.7 | 14.8 | 14.4 | 17.3 | 17.1 | 15.8          | 1.16           | 7.3            | 78.9          |
| 3  | 异丙草胺  | 16.3        | 14.8 | 14.3 | 13.9 | 17.3 | 17.2 | 15.6          | 1.36           | 8.7            | 78.2          |
| 4  | 甲草胺   | 16.4        | 14.7 | 14.6 | 14.3 | 17.3 | 17.2 | 15.7          | 1.24           | 7.9            | 78.7          |
| 5  | 敌稗    | 16.2        | 15.0 | 14.7 | 14.5 | 18.2 | 18.0 | 16.1          | 1.52           | 9.5            | 80.5          |
| 6  | 异丙甲草胺 | 16.7        | 14.7 | 15.1 | 14.6 | 17.2 | 17.4 | 16.0          | 1.18           | 7.4            | 79.8          |
| 7  | 杀草丹   | 15.0        | 13.6 | 12.2 | 12.3 | 16.9 | 16.4 | 14.4          | 1.84           | 12.8           | 72.1          |
| 8  | 丁草胺   | 15.2        | 14.0 | 12.3 | 12.8 | 16.8 | 16.0 | 14.5          | 1.65           | 11.4           | 72.6          |
| 9  | 丙草胺   | 15.9        | 14.9 | 13.4 | 13.4 | 17.6 | 17.2 | 15.4          | 1.67           | 10.9           | 77.0          |

表 5.9-35 高浓度 (40.0 μg/L) 地下水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.64        | 3.84 | 3.52 | 3.74 | 3.76 | 3.74 | 3.71          | 0.10           | 2.7            | 92.7          |
| 2  | 乙草胺                         | 30.1        | 36.9 | 31.2 | 35.5 | 36.5 | 36.6 | 34.5          | 2.77           | 8.0            | 86.2          |
| 3  | 异丙草胺                        | 29.2        | 36.7 | 30.7 | 35.1 | 36.3 | 36.4 | 34.1          | 3.00           | 8.8            | 85.2          |
| 4  | 甲草胺                         | 29.7        | 36.9 | 31.1 | 35.5 | 36.5 | 36.7 | 34.4          | 2.89           | 8.4            | 86.0          |
| 5  | 敌稗                          | 29.3        | 37.4 | 31.6 | 36.3 | 37.3 | 38.2 | 35.1          | 3.35           | 9.5            | 87.6          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 29.5        | 37.2 | 31.4 | 35.5 | 36.6 | 37.1 | 34.5          | 3.01           | 8.7            | 86.3          |
| 7  | 杀草丹                         | 24.6        | 34.2 | 28.0 | 33.9 | 35.1 | 36.3 | 32.0          | 4.23           | 13.2           | 80.0          |
| 8  | 丁草胺                         | 26.6        | 35.9 | 27.6 | 33.4 | 36.3 | 36.2 | 32.7          | 4.07           | 12.5           | 81.7          |
| 9  | 丙草胺                         | 27.9        | 37.2 | 30.2 | 35.1 | 37.5 | 37.3 | 34.2          | 3.79           | 11.1           | 85.5          |

表 5.9-36 低浓度 (2.00 μg/L) 海水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 2.02        | 1.94 | 1.78 | 1.80 | 1.64 | 1.60 | 1.80          | 0.15           | 8.3            | 89.8          |
| 2  | 乙草胺                         | 1.80        | 1.92 | 1.86 | 1.66 | 1.50 | 1.70 | 1.74          | 0.14           | 8.0            | 87.1          |
| 3  | 异丙草胺                        | 2.00        | 1.86 | 1.83 | 1.63 | 1.83 | 1.68 | 1.81          | 0.12           | 6.8            | 90.3          |
| 4  | 甲草胺                         | 2.20        | 1.79 | 1.67 | 1.64 | 1.68 | 1.67 | 1.78          | 0.20           | 11.1           | 88.8          |
| 5  | 敌稗                          | 1.99        | 1.77 | 1.69 | 1.85 | 1.93 | 1.95 | 1.86          | 0.11           | 5.7            | 93.2          |
| 6  | 异丙甲草胺                       | 1.83        | 1.80 | 1.76 | 1.68 | 1.66 | 1.65 | 1.73          | 0.07           | 4.1            | 86.6          |
| 7  | 杀草丹                         | 1.99        | 2.04 | 1.87 | 1.73 | 1.80 | 1.82 | 1.87          | 0.11           | 5.6            | 93.7          |
| 8  | 丁草胺                         | 2.04        | 1.99 | 1.97 | 1.77 | 1.92 | 1.71 | 1.90          | 0.12           | 6.3            | 95.1          |
| 9  | 丙草胺                         | 1.89        | 2.00 | 1.90 | 2.23 | 1.99 | 1.99 | 2.00          | 0.11           | 5.6            | 100           |

表 5.9-37 中浓度 (20.0 μg/L) 海水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物                       | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                             | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺- <i>d</i> <sub>11</sub> | 3.58        | 3.47 | 3.49 | 3.70 | 3.32 | 3.91 | 3.58          | 0.19           | 5.2            | 89.5          |
| 2  | 乙草胺                         | 19.8        | 18.0 | 16.2 | 17.3 | 18.1 | 16.5 | 17.7          | 1.18           | 6.7            | 88.3          |

| 序号 | 目标化合物 | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|-------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 3  | 异丙草胺  | 18.9        | 20.5 | 19.1 | 19.3 | 18.9 | 18.1 | 19.1          | 0.71           | 3.7            | 95.7          |
| 4  | 甲草胺   | 18.4        | 18.0 | 17.3 | 18.0 | 17.9 | 18.9 | 18.1          | 0.48           | 2.7            | 90.5          |
| 5  | 敌稗    | 18.5        | 17.7 | 18.5 | 17.1 | 16.3 | 16.0 | 17.4          | 0.99           | 5.7            | 86.8          |
| 6  | 异丙甲草胺 | 15.8        | 17.1 | 16.0 | 16.2 | 16.5 | 16.6 | 16.4          | 0.41           | 2.5            | 81.9          |
| 7  | 杀草丹   | 17.1        | 16.7 | 16.2 | 16.4 | 18.5 | 15.8 | 16.8          | 0.87           | 5.2            | 84.0          |
| 8  | 丁草胺   | 16.2        | 19.6 | 16.5 | 17.9 | 18.9 | 18.5 | 17.9          | 1.21           | 6.8            | 89.7          |
| 9  | 丙草胺   | 18.7        | 17.0 | 18.1 | 17.4 | 19.3 | 17.1 | 17.9          | 0.82           | 4.6            | 89.6          |

表 5.9-38 高浓度 (40.0 μg/L) 海水精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 测定次数 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> | 3.87        | 3.77 | 3.81 | 3.73 | 3.93 | 4.04 | 3.86          | 0.10           | 2.7            | 96.5          |
| 2  | 乙草胺                 | 36.5        | 38.1 | 38.5 | 39.3 | 38.5 | 39.3 | 38.4          | 0.94           | 2.4            | 95.9          |
| 3  | 异丙草胺                | 38.1        | 37.3 | 37.5 | 36.1 | 36.9 | 37.1 | 37.2          | 0.61           | 1.7            | 92.9          |
| 4  | 甲草胺                 | 40.5        | 40.7 | 36.4 | 38.5 | 37.1 | 36.7 | 38.3          | 1.75           | 4.6            | 95.8          |
| 5  | 敌稗                  | 39.1        | 38.5 | 37.3 | 35.8 | 35.4 | 38.5 | 37.4          | 1.42           | 3.8            | 93.6          |
| 6  | 异丙甲草胺               | 37.3        | 37.3 | 38.1 | 34.4 | 34.0 | 36.1 | 36.2          | 1.52           | 4.2            | 90.5          |
| 7  | 杀草丹                 | 37.9        | 38.5 | 38.6 | 37.8 | 38.4 | 38.5 | 38.3          | 0.30           | 0.8            | 95.8          |
| 8  | 丁草胺                 | 39.3        | 38.1 | 36.5 | 37.1 | 35.5 | 36.4 | 37.2          | 1.24           | 3.3            | 92.9          |
| 9  | 丙草胺                 | 37.8        | 36.4 | 36.7 | 35.8 | 40.1 | 39.3 | 37.7          | 1.56           | 4.1            | 94.2          |

表 5.9-39 工业废水 (有检出, 加标 20.0 μg/L) 精密度和正确度结果 (液液萃取)

| 序号 | 目标化合物               | 样品测定浓度<br>(μg/L) | 加标后测定值 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 标准偏差<br>(μg/L) | 相对标准<br>偏差 (%) | 加标回收<br>率 (%) |
|----|---------------------|------------------|---------------|------|------|------|------|------|---------------|----------------|----------------|---------------|
|    |                     |                  | 1             | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |                |                |               |
| 1  | 乙草胺-d <sub>11</sub> |                  | 1.81          | 1.87 | 1.84 | 1.76 | 1.95 | 1.78 | 1.84          | 0.07           | 3.8            | 91.8          |
| 2  | 乙草胺                 | 5.3              | 21.2          | 21.3 | 22.4 | 21.1 | 21.7 | 21.0 | 21.4          | 0.52           | 2.4            | 81.0          |
| 3  | 异丙草胺                | 31.8             | 50.2          | 48.4 | 50.7 | 48.7 | 49.3 | 48.1 | 49.2          | 1.03           | 2.1            | 87.3          |
| 4  | 甲草胺                 | 3.0              | 17.3          | 17.7 | 17.5 | 17.3 | 18.0 | 17.1 | 17.5          | 0.34           | 2.0            | 72.1          |
| 5  | 敌稗                  | ND               | 17.2          | 17.9 | 19.6 | 18.4 | 19.1 | 18.8 | 18.5          | 0.86           | 4.6            | 92.5          |
| 6  | 异丙甲草胺               | ND               | 14.8          | 15.4 | 14.9 | 15.2 | 15.1 | 14.6 | 15.0          | 0.28           | 1.8            | 75.0          |
| 7  | 杀草丹                 | ND               | 14.3          | 14.9 | 14.5 | 14.7 | 15.1 | 14.3 | 14.6          | 0.34           | 2.4            | 73.1          |
| 8  | 丁草胺                 | 3.4              | 22.8          | 23.5 | 24.2 | 23.4 | 22.4 | 22.2 | 23.1          | 0.76           | 3.3            | 98.6          |
| 9  | 丙草胺                 | 12.7             | 29.8          | 29.0 | 29.0 | 28.6 | 27.4 | 27.3 | 28.5          | 0.98           | 3.4            | 78.8          |

表 5.9-40 工业废水 (有检出, 加标 20.0 μg/L) 精密度和正确度结果 (固相萃取)

| 序号 | 目标化合物             | 样品测定浓度<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标后测定值 ( $\mu\text{g/L}$ ) |      |      |      |      |      | 平均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 标准偏差( $\mu\text{g/L}$ ) | 相对标准偏差<br>(%) | 加标回收率(%) |
|----|-------------------|-------------------------------|----------------------------|------|------|------|------|------|----------------------------|-------------------------|---------------|----------|
|    |                   |                               | 1                          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                            |                         |               |          |
| 1  | 乙草胺<br>- $d_{11}$ |                               | 1.70                       | 1.79 | 2.00 | 1.92 | 1.87 | 1.88 | 1.86                       | 0.10                    | 5.5           | 93.1     |
| 2  | 乙草胺               | 5.3                           | 23.2                       | 26.7 | 23.2 | 23.7 | 26.8 | 24.7 | 24.7                       | 1.67                    | 6.7           | 97.4     |
| 3  | 异丙草胺              | 31.8                          | 49.4                       | 50.8 | 48.6 | 47.1 | 51.9 | 46.5 | 49.1                       | 2.09                    | 4.3           | 86.5     |
| 4  | 甲草胺               | 3.0                           | 20.1                       | 22.1 | 20.2 | 20.1 | 22.7 | 19.8 | 20.8                       | 1.24                    | 5.9           | 89.0     |
| 5  | 敌稗                | ND                            | 17.7                       | 20.5 | 20.0 | 20.4 | 22.2 | 20.1 | 20.2                       | 1.44                    | 7.2           | 101      |
| 6  | 异丙甲草胺             | ND                            | 16.2                       | 18.4 | 17.0 | 16.8 | 19.1 | 16.6 | 17.4                       | 1.14                    | 6.6           | 86.8     |
| 7  | 杀草丹               | ND                            | 15.3                       | 14.1 | 15.0 | 14.8 | 14.2 | 15.7 | 14.9                       | 0.62                    | 4.2           | 74.2     |
| 8  | 丁草胺               | 3.4                           | 21.1                       | 21.6 | 21.3 | 21.9 | 22.7 | 22.2 | 21.8                       | 0.59                    | 2.7           | 92.1     |
| 9  | 丙草胺               | 12.7                          | 28.6                       | 29.5 | 28.0 | 27.4 | 29.8 | 27.2 | 28.4                       | 1.08                    | 3.8           | 78.4     |

## 5.10 质量控制和质量保证

### 5.10.1 空白试验

实验证明,一般情况下,在空白试验中酰胺类农药无检出。参照我国目前颁布的同类监测方法标准对空白的要求,每批样品(不超过20个)至少分析1个实验空白,空白中目标化合物的浓度应低于方法检出限。

### 5.10.2 平行样

参照我国目前颁布的同类监测方法标准对平行样的要求,每批样品(少于20个)应至少测定1个平行样。6家实验室对加标质量浓度分别为2.0  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和40.0  $\mu\text{g/L}$  的实际样品进行了6次重复测定。精密度验证数据表明,当加标浓度为2.0  $\mu\text{g/L}$  时,实验室内平行双样最大相对偏差范围分别为0.28%~17%,实验室间平行双样最大相对偏差范围分别为5.9%~24%;当加标浓度为20.0  $\mu\text{g/L}$  时,实验室内平行双样最大相对偏差范围分别为0.26%~15%,实验室间平行双样最大相对偏差范围分别为4.5%~21%;当加标浓度为40.0  $\mu\text{g/L}$  时,实验室内平行双样最大相对偏差范围分别为0.13%~14%,实验室间平行双样最大相对偏差范围分别为3.8%~19%。基于实验验证结果,确定平行双样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

### 5.10.3 基体加标

参照我国目前颁布的同类监测方法标准对基体加标的要求,每批样品(少于20个)至少测定1个基体加标样。本方法验证结果表明:6家实验室对加标质量浓度分别为2.0  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和40.0  $\mu\text{g/L}$  的实际样品进行了6次重复测定。加标回收率分别为70.0%~127%、71.8%~119%和80.2%~120%。基于实验验证结果,确定实际样品的加标回收率范围为70.0%~130%。

#### 5.10.4 替代物的回收率

6家实验室验证的替代物加标回收率范围为74.5%~123%，基于实验验证结果，确定本方法中替代物的加标回收率范围为70%~130%。

#### 5.10.5 校准

六家实验室采用平均相对响应因子计算的相对响应因子的RSD范围为1.2%~29.2%、采用最小二乘法绘制的8种酰胺类农药标准曲线的相关系数范围0.9991~0.9999、中间点浓度偏差范围-9.9%~9.7%。同时参照我国目前颁布的同类监测方法标准，确定校准曲线至少需5个浓度系列，目标化合物的相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 30\%$ ，或者校准曲线的相关系数应 $\geq 0.995$ 。否则应查找原因，重新建立校准曲线。每测定20个样品或每批样品（少于20个）需测定1个校准曲线中间点浓度的标准溶液，测定值与初始校准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则，应查找原因，重新建立校准曲线。

### 6 方法比对

根据HJ 168-2020的相关规定：新方法的目标化合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。目前尚无现行环境监测分析方法标准。因此，本标准未开展方法比对。

### 7 方法验证

#### 7.1 方法验证方案

##### 7.1.1 基本情况

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《国家生态环境标准制修订工作规则》（国环法规〔2020〕4号）的要求，组织6家及以上通过计量认证或实验室认可、具备验证条件的实验室进行验证，实验室应覆盖全国各地区域（或典型环境条件），并充分考虑仪器的覆盖性和全国环境监测机构的各类水平。根据影响标准方法的精密度和正确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度和正确度等。标准编制组考虑选取的验证实验室仪器设备尽量包括不同品牌、不同型号气相色谱质谱联用仪，以便获得的数据能够全面反映各种品牌型号仪器的检出限水平，拟选取下述6家方法验证单位：重庆市生态环境监测中心、湖南省生态环境监测中心、湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心、湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心、武汉智惠国检测科技有限公司和杭州谱育科技发展有限公司。验证单位覆盖系统内外，包含省级站2家、驻市中心2家、第三方检验检测机构1家及国产仪器设备生产厂家1家，且气相色谱-质谱联用仪涉及赛默飞、安捷伦、岛津和谱育等市场主流进口及国产仪器设备品牌和型号。各单位验证人员均为从事有机物监测的分析人员，具有丰富的有机物分析经验，能够按时完成方法验证任务，方法验证各实验室的人员基本情况、仪器使用情况及试剂使用情况，见附件一《方法验证报告》。

### 7.1.2 方法验证方案

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的规定，组织不少于六家有资质的实验室，按照样品分析的全部步骤进行分析和方法验证。确定样品类型、含量水平、分析人员、分析设备、分析时间及重复测试次数等，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，编制方法验证报告。

验证样品涵盖标准方法的全部适用范围，本标准选取空白水样、地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水进行验证，其中空白水样加标低、中、高3个浓度，地表水、地下水、海水进行低浓度加标、生活污水进行中浓度加标，代表性工业废水根据样品浓度进行高浓度加标。各单位验证所需标准溶液、海水样品和代表性工业废水由湖北省生态环境监测中心站统一提供，地表水、地下水和生活污水样品由验证单位准备。

标准编制组向6家验证单位提供统一的8种酰胺类农药、内标物和替代物标准贮备液，海水样品和代表性的工业废水。与验证单位确定验证方案和验证时间。验证单位按照标准草案和《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，主要验证方法检出限、测定下限、精密度和正确度等。在方法验证前，参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及方法验证过程中所用的试剂、材料、仪器和设备等。

## 7.2 方法验证过程

### 7.2.1 方法验证前期准备

通过筛选确定有资质的验证单位。按照方法验证方案准备实验用品，与验证单位确定验证时间。在方法验证前，确保参加验证的操作人员已经熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。

### 7.2.2 方法检出限、测定下限验证

按照样品分析的全部步骤进行分析，按 HJ 168-2020 附录 A 中检出限的计算公式得出方法检出限。最终方法的检出限为各实验室所得检出限数据的最高值。测定下限为检出限值的4倍。

### 7.2.3 方法精密度和正确度验证

选取空白水样、地表水（农田灌溉水）、地下水、生活污水（城镇污水处理厂的出水）、工业废水和海水样品。每个样品经全过程分析平行测定2次取其平均值作为样品原始浓度；空白水样加标低、中、高3个浓度（浓度分别为2.0 µg/L、20.0 µg/L和40.0 µg/L），地表水、地下水和海水样品加标低浓度（浓度为2.0 µg/L）、生活污水样品加标中浓度（浓度为20.0 µg/L），工业废水样品采用代表性样品进行高浓度加标（浓度为40.0 µg/L），配制6份，经全过程分析测定，分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差和加标回收率等。标准编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析。计算实验室间相对标准偏差、重复性限、再现性限、相对误差均值和加标回收率最终值等。

## 7.3 方法验证结论

### 7.3.1 方法检出限和测定下限

#### 7.3.1.1 液液萃取法

空白样品中, 8 种目标化合物均未检出, 六家实验室按照样品分析的步骤进行分析, 按 HJ 168-2020 中检出限的计算公式得出方法检出限 (MDL) 及测定下限 (LOQ)。其中, 液液萃取法的统计结果显示: 取样量为 200 mL, 定容体积为 1.0 mL 时, 方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.5  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~2.0  $\mu\text{g/L}$ 。

#### 7.3.1.2 固相萃取法

空白样品中, 8 种目标化合物均未检出, 六家实验室按照样品分析的步骤进行分析, 按 HJ 168-2020 中检出限的计算公式得出方法检出限 (MDL) 及测定下限 (LOQ)。其中, 固相萃取法的统计结果显示: 取样量为 200 mL, 定容体积为 1.0 mL 时, 方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.4  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。

### 7.3.2 精密度

#### 7.3.2.1 液液萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了液液萃取的方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~7.9%、0.22%~10%和 0.18%~8.6 %; 实验室间相对标准偏差分别为 4.5%~18%、8.7%~11%和 7.9%~11%; 重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.27  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.1  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ~3.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.29  $\mu\text{g/L}$ ~0.92  $\mu\text{g/L}$ 、5.7  $\mu\text{g/L}$ ~7.2  $\mu\text{g/L}$  和 8.3  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~18%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.49%~10%; 实验室间相对标准偏差分别为 9.0%~16%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.50%~7.1%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~16%; 重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.30  $\mu\text{g/L}$ ~0.85  $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.22%~3.9%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.0%~11%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.14%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.1%~10%; 重复性限为 2.6  $\mu\text{g/L}$ ~9.4  $\mu\text{g/L}$ ;

再现性限为 8.5 µg/L~13 µg/L。

### 7.3.2.2 固相萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.36%~6.1%、0.24%~11%和 0.22%~6.5 %；实验室间相对标准偏差分别为 9.8%~14%、3.1%~13%和 12%~14%；重复性限为 0.11 µg/L~0.16 µg/L、2.7 µg/L~3.6 µg/L 和 2.4 µg/L~5.3 µg/L；再现性限为 0.46 µg/L~0.73 µg/L、3.2 µg/L~7.3 µg/L 和 12 µg/L~16 µg/L。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地下水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.31%~5.5%；实验室间相对标准偏差分别为 4.1%~19%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地表水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.29%~9.4%；实验室间相对标准偏差分别为 7.6%~17%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的统一海水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.33%~13%；实验室间相对标准偏差分别为 6.4%~14%；重复性限为 0.25 µg/L~0.45 µg/L；再现性限为 0.51 µg/L~0.83 µg/L。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0 µg/L 的生活污水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 2.4%~7.0%；实验室间相对标准偏差分别为 6.5%~14%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0 µg/L 的统一工业废水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.17%~5.2%；实验室间相对标准偏差分别为 8.0%~10%；重复性限为 2.4 µg/L~4.3 µg/L；再现性限为 8.6 µg/L~11 µg/L。

### 7.3.3 正确度

#### 7.3.3.1 液液萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率分别为 70.2%~119%、84.6%~113%和 80.9%~119%；加标回收率最终值分别为 89.9%±21.0% ~ 95.2%±25.5%、95.2%±17.3% ~ 102%±21.9% 和 90.2%±14.2% ~ 98.9%±16.6%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地下水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.8%~127%；加标回收率最终值为 90.1%±12.2%~99.9%±35.6%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地表水加标水样进行了液液萃取

的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 70.1%~106%；加标回收率最终值为  $81.1\% \pm 15.9\% \sim 86.7\% \pm 27.6\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 71.0%~113%；加标回收率最终值为  $84.8\% \pm 14.2\% \sim 91.8\% \pm 29.6\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 85.2~119%；加标回收率最终值为  $94.3 \pm 13.2\% \sim 103 \pm 22.4\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 80.2%~112%；加标回收率最终值为  $92.1 \pm 13.0\% \sim 100 \pm 16.5\%$ 。

### 7.3.3.2 固相萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率分别为 71.0%~109%、71.8%~106%和 73.0%~120 %；加回收率最终值分别为  $78.3\% \pm 19.9\% \sim 93.8\% \pm 25.6\%$ 、 $76.3\% \pm 4.7\% \sim 92.3\% \pm 22.5\%$ 和  $87.7 \pm 24.3\% \sim 98.0\% \pm 26.2\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.0%~96.0%；加标回收率最终值为  $85.4\% \pm 16.3\% \sim 107\% \pm 40.1\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 70.8%~116%；加标回收率最终值为  $78.8\% \pm 22.2\% \sim 101\% \pm 22.9\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 70.1%~120%；加标回收率最终值为  $81.8\% \pm 22.9\% \sim 101\% \pm 26.8\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.1%~114%；加标回收率最终值为  $85.5\% \pm 12.6\% \sim 98.7\% \pm 26.0\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.7%~115%；加标回收率最终值为  $88.1\% \pm 14.1\% \sim 99.1\% \pm 17.5\%$ 。

### 7.3.4 校准

各家实验室采用平均相对响应因子计算的相对响应因子的 RSD 范围为 1.2%~29.2%、采用最小二乘法绘制的 8 种酰胺类农药标准曲线的相关系数范围 0.9991~0.9999、中间点浓度偏差范围 -9.9%~9.7%。说明各目标化合物相对响应因子的 RSD 应 $\leq 30\%$ ，标准曲线线性相关系数应 $\geq 0.995$ ，校准样中间点浓度相对误差应在 $\pm 20\%$ 内。

### 7.3.5 整体结论

当采用液液萃取法时, 取样量为 200 mL, 定容体积为 1.0 mL 时, 8 种目标化合物的方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.5  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~2.0  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~7.9%、0.22%~10%和 0.18%~8.6 %; 实验室间相对标准偏差分别为 4.5%~18%、8.7%~11%和 7.9%~11%; 重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.27  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.1  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ~3.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.29  $\mu\text{g/L}$ ~0.92  $\mu\text{g/L}$ 、5.7  $\mu\text{g/L}$ ~7.2  $\mu\text{g/L}$  和 8.3  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水、地表水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~11%、0.49%~10%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~18%、9.0%~16%。对浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.22%~3.9%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.0%~11%。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.50%~7.1%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~16%; 重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.30  $\mu\text{g/L}$ ~0.85  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一生活污水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.14%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.1%~10%; 重复性限为 2.6  $\mu\text{g/L}$ ~9.4  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 8.5  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了加标回收实验, 加标回收率最终值分别为 89.9% $\pm$ 21.0%~95.2% $\pm$ 25.5%、95.2% $\pm$ 17.3%~102% $\pm$ 21.9%和 90.2% $\pm$ 14.2%~98.9% $\pm$ 16.6%。对地下水、地表水和生活污水进行了实际样品加标回收实验, 加标浓度分别为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 。地下水加标回收率最终值为 90.1% $\pm$ 12.2%~99.9% $\pm$ 35.6%, 地表水加标回收率最终值为 81.1% $\pm$ 15.9%~86.7% $\pm$ 27.6%, 生活污水加标回收率最终值为 94.3 $\pm$ 13.2%~103 $\pm$ 22.4%。对海水和工业废水进行了统一实际样品加标回收实验, 加标浓度分别为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$ 。海水加标回收率最终值为 84.8% $\pm$ 14.2%~91.8% $\pm$ 29.6%, 工业废水加标回收率最终值为 92.1 $\pm$ 13.0%~100 $\pm$ 16.5%。

当采用固相萃取法时, 取样量为 200 mL, 定容体积为 1.0 mL 时, 8 种目标化合物的方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.4  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.36%~6.1%、0.24%~11%和 0.22%~6.5 %; 实验室间相对标准偏差分别为 9.8%~14%、3.1%~13%和 12%~14%; 重复性限为 0.11  $\mu\text{g/L}$ ~0.16  $\mu\text{g/L}$ 、2.7  $\mu\text{g/L}$ ~3.6  $\mu\text{g/L}$  和 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~5.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.46  $\mu\text{g/L}$ ~0.73  $\mu\text{g/L}$ 、3.2  $\mu\text{g/L}$ ~7.3  $\mu\text{g/L}$  和 12  $\mu\text{g/L}$ ~16  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水、地表水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.31%~5.5%、0.29%~9.4%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.1%~19%、7.6%~17%。对浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 2.4%~7.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.5%~14%。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.33%~13%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.4%~14%; 重复性限为 0.25  $\mu\text{g/L}$ ~0.45  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.51  $\mu\text{g/L}$ ~0.83  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一生活污水加标样品分别进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.17%~5.2%; 实验室间相对标准偏差分别为 8.0%~10%; 重复性限为 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 8.6  $\mu\text{g/L}$ ~11

$\mu\text{g/L}$ 。六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为  $2.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $20.0\ \mu\text{g/L}$  和  $40.0\ \mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了加标回收实验，加标回收率最终值分别为  $78.3\%\pm 19.9\%\sim 93.8\%\pm 25.6\%$ 、 $76.3\%\pm 4.7\%\sim 92.3\%\pm 22.5\%$  和  $87.7\%\pm 24.3\%\sim 98.0\%\pm 26.2\%$ 。对地下水、地表水和生活污水进行了实际样品加标回收实验，加标浓度分别为  $2.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $2.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $20.0\ \mu\text{g/L}$ 。地下水加标回收率最终值为  $85.4\%\pm 16.3\%\sim 107\%\pm 40.1\%$ ，地表水加标回收率最终值为  $78.8\%\pm 22.2\%\sim 101\%\pm 22.9\%$ ，生活污水加标回收率最终值为  $85.5\%\pm 12.6\%\sim 98.7\%\pm 26.0\%$ 。对海水和工业废水进行了统一实际样品加标回收实验，加标浓度分别为  $2.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $40.0\ \mu\text{g/L}$ 。海水加标回收率最终值为  $81.8\%\pm 22.9\%\sim 101\%\pm 26.8\%$ ，工业废水加标回收率最终值为  $88.1\%\pm 14.1\%\sim 99.1\%\pm 17.5\%$ 。

综上所述，方法各项指标达到预期要求。

## 8 与开题报告的差异说明

标准开题后主要进行了以下修改和完善：

- (1) 标准名称更改为：水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法；
- (2) 补充了不同溶剂标准溶液的保存实验及提取液保存实验；
- (3) 进一步完善了液液萃取法不同萃取溶剂的条件实验；
- (4) 进一步补充了水样保存的 pH 值的研究实验，明确了中性 pH 值的范围；
- (5) 进一步补充了了小柱净化部分不同小柱的洗脱性能实验；
- (6) 调整了样品取样量，并补充了相关性能实验；
- (7) 完成了各类环境样品的方法验证及数据统计。

## 9 参考文献

- [1] 季玉玲,刘运明,张莹,大米中敌稗残留量测定方法的研究[J].中国食品卫生杂志,2002,14(2):9-11.
- [2] 陆明若. 酰胺类除草剂国内外市场状况及未来前景[J]. 农药市场信,2009,(16):11.
- [3] 王盛男,王岩,李雯雯,等. 气相色谱法测定土壤中酰胺类除草剂[J]. 分析试验室,2021,41(1):30-33.
- [4] 王可,黄笑晨,赵灵芝,等. 酰胺类除草剂的残留检测技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报,2019,10(17):5590-5596.
- [5] Wang Tielong;Zhong Mengmeng;Lu Meiling;Xu Dongjiong;Xue Yingang;Huang Jun;Blaney Lee;Yu Gang.Occurrence, spatiotemporal distribution, and risk assessment of current-use pesticides in surface water: A case study near Taihu Lake, China[J].Science of the Total Environment,2021..
- [6] 陈晓;钱宗耀;朱赫特;孔继婕;冯建昉;鲜啟鸣.望虞河西岸九里河中四种除草剂的污染现状[J].环境监控与预警,2019,11(06):36-40+46.
- [7] 孙秀梅;程鑫;金衍健;郝青;胡红美;郭远明;尤炬炬.淡水养殖环境中除草剂类农药残留量及风险分析[J].浙江海洋大学学报(自然科学版),2017,36(04):355-359.
- [8] 乔丹;刘小静;张华威;罗晶晶;韩典峰;宫向红;张秀珍.山东沿海贝类中除草剂污染特征及风险评价[J].中国渔业质量与标准,2017,7(03):22-29.
- [9] 刘铮铮.环境中酰胺类除草剂的危害及检测方法[J].南方农业,2015,9(27):176-177.
- [10] 郭华;杨红.乙草胺及其它酰胺类除草剂在环境中的降解与迁移[J].农药,2006(02):87-91.DOI:10.16820/j.cnki.1006-0413.2006.02.004.
- [11] Soil Screening Guidance [R].Washington, D.C.: US Environmental Protection Agency (EPA), 1996..
- [12] Water Quality Standards 40 CFR Part 131[S].Washington, D.C.: US Environmental Protection Agency (EPA), 2015.
- [13] Guidelines for Drinking-water Quality, 4th Edition[S].Geneva: World Health Organization (WHO), 2011.
- [14] Environmental Quality Standards for Surface Water (日本環境省告示第59号,1971年12月) [S].Tokyo: 日本環境省 (Ministry of the Environment, Japan), 1971.
- [15] GB 21523—2024. 农药工业水污染物排放标准[S]. 北京: 生态环境部、国家市场监督管理总局,2024.
- [16] GB 5749-2022. 生活饮用水卫生标准[S]. 北京: 国家市场监督管理总局、国家标准化管理委员会,2022.
- [17] GB 2763-2021. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S]. 北京: 国家卫生健康委员会、农业农村部、国家市场监督管理总局,2021.
- [18] 国家环境保护局.国家技术监督局.污水综合排放标准: GB 8978-1996 [S]. 北京: 中国标准出版社,1996.
- [19] HJ 1053-2019.土壤和沉积物 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法[S].北京: 中华人民共和国生态环境部,2019.
- [20] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Determination of Chlorinated Pesticides in Water by Gas Chromatography with an Electron Capture Detector (EPA Method 508)[R]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 1995.

- [21] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Determination of Triazine Pesticides and Their Degradates in Drinking Water by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC-MS) (EPA Method 523) [R]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 2011.
- [22] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry (EPA Method 525) [R]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 1991.
- [23] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Determination of Selected Pesticides and Flame Retardants in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC-MS) (EPA Method 527) [R]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 2005.
- [24] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Determination of Triazine Pesticides and Their Degradates in Drinking Water by Liquid Chromatography Electrospray Ionization Tandem Mass Spectrometry (LC/ESI-MS/MS) (EPA Method 536) [R]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 2007.
- [25] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Compound-Independent Elemental Quantitation of Pesticides by Gas Chromatography with Atomic Emission Detection (GC-AED) (EPA Method 8085) [R]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 2007.
- [26] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). The Determination of Certain Amine Pesticides and Lethane in Municipal and Industrial Wastewater (EPA Method 645) [S]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 1993.
- [27] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). The Determination of Carbamate and Amide Pesticides in Municipal and Industrial Wastewater (EPA Method 632.1) [S]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 1993.
- [28] U.S. Environmental Protection Agency (EPA). Determination of Nitrogen- and Phosphorus-Containing Pesticides in Water by Gas Chromatography with a Nitrogen-Phosphorus Detector (EPA Method 507) [S]. Washington, D.C.: U.S. Environmental Protection Agency, 1995.
- [29] Methods for Determination of Agricultural Chemical Residues in Foods[S]. Tokyo, Japan: Ministry of Health, Labour and Welfare (MHLW), 2005.
- [30] Association of Official Analytical Chemists (AOAC). Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate (AOAC Official Method 2007.01) [S]. Gaithersburg, MD: AOAC, 2007.
- [31] British Standards Institution (BSI). BS EN 15662-2008: Foods of Plant Origin - Determination of Pesticide Residues Using GC-MS and/or LC-MS/MS Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Cleanup by Dispersive SPE - QuEChERS Method [S]. London, UK: British Standards Institution (BSI), 2008.
- [32] GB/T 5009.177-2003.大米中敌稗残留量的测定[S].北京:中国标准出版社,2003.
- [33] GB/T 5009.218-2008.水果和蔬菜中多种农药残留量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社,2008.
- [34] GB/T 20771-2008.蜂蜜中 486 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法[S].北京: 中国标准出版社,2008.
- [35] GB/T 23214-2008. 饮用水中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法[S].北京: 中国标准出版社,2008.
- [36] SN/T 1605-2017.进出口植物性产品中氰草津、氟草隆、莠去津、敌稗、利谷隆残留量检

- 验方法 液相色谱-质谱/质谱法[S].北京: 中国海关出版社有限公司,2017.
- [37] GB/T 5750.9-2023.生活饮用水标准检验方法 第9部分: 农药指标 41.1 乙草胺 气相色谱-质谱法 [S].北京: 中国标准出版社,2023.
- [38] GB 23200.8-2016.食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法[S].北京: 中国标准出版社,2016.
- [39] NY/T 1728-2009.水体中甲草胺等六种酰胺类除草剂的多残留测定 气相色谱法[S].北京: 中国农业出版社,2009.
- [40] A. Navarro-Ortega, R. Tauler, S. Lacorte et al., Occurrence and transport of PAHs, pesticides and alkylphenols in sediment samples along the Ebro River Basin[J]. Journal of Hydrology, 2010, 383:5-17.
- [41] T. C. R. Santos, J. C. Rocha, R. M. Alonso, E. Martinez et al., Rapid degradation of propanil in rice crop fields[J]. Environ. Sci. Technol. 1998, 32:3479-3484.
- [42] M. Kock-Schulmeyer, M. Olmos, M. L. Alda, D. Barcelo. Development of a multiresidue method for analysis of pesticides in sediments bPLEd on isotope dilution and liquid chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2013, 1305:176-187.
- [43] P. V. Toan, Z. Sebesvari, M. Blasing, I. Rosendahl, F. G. Renaud, Pesticide management and their residues in sediments and surface and drinking water in the Mekong Delta, Vietnam[J]. Sci. Total Environ. 2013, 452: 28-39.
- [44] M. Ricart, H. Guasch, D. Barcelo, R. Brix, M. H. Conceicao, et al., Primary and complex stressors in polluted mediterranean rivers: Pesticide effects on biological communities[J]. Journal of Hydrology, 2010, 383:52-61.
- [45] Dimitra A. Lambropoulou , Vasilios A. Sakkas , Dimitra G. Hela ,a,\* Triantafyllos A. Albanis, Application of solid-phase microextraction in the monitoring of priority pesticides in the Kalamas River, Journal of Chromatography A, 2002, 963: 107-116.
- [46] Cleonice Rochaa, Elizabeth A. Pappasb, Chi-hua Huangb, Determination of trace triazine and chloroacetamide herbicides in tile-fed drainage ditch water using solid-phase microextraction coupled with GC-MS, Environmental Pollution 2008, 152:239-244.
- [47] Akira Namera , Tomohiko Watanabe, Mikio Yashiki,Yasumasa Iwasaki, Tohru Kojima, Simple analysis of arylamide herbicides in serum using headspace-solid phase microextraction and GC-MS, Forensic Science International 1999, 103: 217-226.
- [48] D.W. Kolpina,U, E.M. Thurmanb, S.M. Linhart, Finding minimal herbicide concentrations in ground water. Try looking for their degradates. The Science of the Total Environment 2000, 248: 115-122.
- [49] 李为民. 固相萃取-气相色谱法检测水体中 11 种农药残留[J]. 湖北农业科学, 2015, 54 (19) : 4818-4821.
- [50] 王利民;战书涵;裴晓洋;张仁发;张燕玲.竹炭固相萃取-分散液相微萃取-气相色谱/质谱检测水中酰胺类除草剂[J].广东化工,2018,45(11):252-254.
- [51] 张妮娜.分散液液微萃取 - 气相色谱法测定地表水中甲草胺和乙草胺[J].化学分析计量,2018,27(03):65-68.
- [52] 雍莉;白利军;任琳;胡彬;李平.气相色谱-串联质谱法快速测定水中五种除草剂[J].预防医学情报杂志,2015,31(10):796-798.
- [53] 刘存卫;梁晓聪;郭蓉;田丽;王玮.气相色谱串联质谱法检测饮用水中酰胺类除草剂残留[J].环境卫生学杂志,2021,11(01):87-92.DOI:10.13421/j.cnki.hjwsxzz.2021.01.018.

- [54]左海英;张琳;刘菲.固相萃取-液相色谱/质谱法测定地下水中三嗪类和酰胺类除草剂残留[J].岩矿测试,2014,33(01):96-101.DOI:10.15898/j.cnki.11-2131/td.2014.01.020.
- [55]江阳;王艳;魏红;雍莉;胡彬;朱岚.高效液相色谱-串联质谱法同时测定饮用水中的 13 种农药残留[J].中国卫生检验杂志,2016,26(02):184-188.
- [56]吴春英;白鹭;谷风;陆文龙.固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定地表水中的 18 种酰胺类除草剂[J].理化检验(化学分册),2016,52(05):602-606.
- [57]卞战强;田向红;于建;夏云婷.水中 9 种酰胺类除草剂的固相膜萃取-气相色谱-质谱测定法[J].环境与健康杂志,2020,37(02):172-174. DOI:10.16241/j.cnki.1001-5914.2020.02.018.
- [58]蒲建宇;连玉晶;王明辉;陈佳楠;王明林.固相萃取-气相色谱-质谱联用法检测啤酒中酰胺类除草剂及其中间体物质[J].食品安全质量检测学报,2018,9(06):1369-1376.
- 邓永丽;李福敏;邵林;梁芳;李旭艳;孙钢;肖培云.QuEChERS-气相色谱-质谱法测定大米中的 10 种酰胺类除草剂残留量[J].食品安全质量检测学报,2018,9(17):4706-4710.
- [59]马杰;石矛;王辉龙;王蕴馨.GC-MS 测定生活饮用水及水源水中 6 种酰胺类除草剂[J].环境卫生学杂志,2021,11(06):537-541.DOI:10.13421/j.cnki.hjwsxzz.2021.06.010..
- [60]彭中校;张华威;李佳蔚;宫向红;张秀珍;徐英江;王丹;刘永春.水产品中酰胺类除草剂及其代谢物的气相色谱-质谱法测定[J].分析测试学报,2022,41(03):403-408. DOI:10.19969/j.fxcxb.21070202.
- [61]吴昊;贺小敏;李爱民;郭丽;刘宗林;文进.ASE-GC/MS 同时测定土壤中 8 种酰胺类除草剂[J].环境科学与技术,2018,41(02):122-127. DOI:10.19672/j.cnki.1003-6504.2018.02.018.
- [62]邓永丽;李福敏;邵林;梁芳;李旭艳;孙钢;肖培云.QuEChERS-气相色谱-质谱法测定大米中的 10 种酰胺类除草剂残留量[J].食品安全质量检测学报,2018,9(17):4706-4710.
- [89]刘存卫;梁晓聪;郭蓉;田丽;王玮.气相色谱串联质谱法检测饮用水中酰胺类除草剂残留[J].环境卫生学杂志,2021,11(01):87-92. DOI:10.13421/j.cnki.hjwsxzz.2021.01.018.
- [63]王盛男;王岩;李雯雯;曲颖超;宋文静;赵伟强;陈琪;娜日娜;荣迪.气相色谱法测定土壤中酰胺类除草剂[J].分析试验室,2021,40(01):30-33. DOI:10.13595/j.cnki.issn1000-0720.2020.042701.
- [64]王兴宁.气相色谱-串联质谱检测烟草中 10 种酰胺类除草剂残留[J].贵州师范大学学报(自然科学版),2017,35(05):85-89. DOI:10.16614/j.cnki.issn1004-5570.2017.05.014.
- [65]于徊萍;张盼盼;潘仲乐;高雨;张品;李彦锋;李漫;姜冰;吴岩.固相萃取净化-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定大豆中 18 种酰胺类除草剂残留[J].环境化学,2018,37(11):2581-2584.

附件一

# 方法验证报告

方法名称：水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

项目承担单位：湖北省生态环境监测中心站、浙江省生态环境监测中心、  
海南省生态环境监测中心、中国环境科学研究院  
验证单位：重庆市生态环境监测中心、湖南省生态环境监测中心、湖北省生  
态环境厅武汉市生态环境监测中心、湖北省生态环境厅荆门市生  
态环境监测中心、武汉智惠国测检测科技有限公司、杭州谱育科  
技发展有限公司

项目负责人及职称：郭丽（正高级工程师）

通讯地址及电话：武汉市武昌区公正路 28 号 电话：027-87663182

报告编写人及职称：吴昊（工程师）、唐彦（工程师）、黄文秀（助工）

报告日期：2024 年 12 月 31 日

## 1 原始测试数据

### 1.1 实验室基本情况

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，组织 6 家有资质的实验室进行验证。其中实验室 1 为重庆市生态环境监测中心、2 为湖南省生态环境监测中心、3 为湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心、4 为湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心、5 为武汉智惠国测检测科技有限公司、6 为杭州谱育科技发展有限公司。

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

附表 1-1-1 参加验证的人员情况登记表

| 序号 | 单位                 | 姓名  | 性别 | 年龄 | 职务或职称  | 所学专业    | 从事相关分析年限 |
|----|--------------------|-----|----|----|--------|---------|----------|
| 1  | 重庆市生态环境监测中心        | 杜兰  | 女  | 42 | 高级工程师  | 环境科学    | 14       |
|    |                    | 张飘为 | 男  | 30 | 工程师    | 应用化学    | 8        |
|    |                    | 邹志芬 | 女  | 38 | 高级工程师  | 分析化学    | 13       |
|    |                    | 吴晓妍 | 女  | 35 | 工程师    | 分析化学    | 8        |
| 2  | 湖南省生态环境监测中心        | 谢沙  | 女  | 39 | 工程师    | 环境工程    | 17       |
|    |                    | 周灵  | 女  | 31 | 工程师    | 化学      | 2        |
|    |                    | 李晨  | 女  | 31 | 工程师    | 环境科学    | 6        |
|    |                    | 刘静怡 | 女  | 32 | 助理工程师  | 生态学     | 5        |
|    |                    | 李憬然 | 女  | 31 | 助理工程师  | 环境工程    | 10       |
| 3  | 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心 | 舒治冲 | 男  | 37 | 助理工程师  | 化学工程与工艺 | 15       |
|    |                    | 曾斌  | 男  | 41 | 工程师    | 环境工程    | 13       |
| 4  | 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心 | 黄建飞 | 男  | 42 | 工程师    | 化学      | 18       |
|    |                    | 方羽  | 女  | 38 | 工程师    | 环境工程    | 16       |
|    |                    | 方义铭 | 女  | 31 | 助理工程师  | 化学      | 3        |
|    |                    | 杨莹  | 女  | 58 | 正高级工程师 | 生物      | 35       |
|    |                    | 张华静 | 女  | 46 | 高级工程师  | 环境监测    | 26       |
| 5  | 武汉智惠国测检测科技有限公司     | 张小莉 | 女  | 39 | 高级工程师  | 环境工程    | 16       |
|    |                    | 王斯雯 | 女  | 27 | 助理工程师  | 应用化学    | 4        |
|    |                    | 皮宇轩 | 男  | 28 | 助理工程师  | 核工程与核技术 | 5        |
|    |                    | 杨北鸿 | 男  | 30 | 工程师    | 化学      | 3        |
| 6  | 杭州谱育科技发展有限公司       | 邓嘉辉 | 男  | 40 | 高级工程师  | 分析化学    | 15       |
|    |                    | 徐艳艳 | 女  | 30 | 工程师    | 环境科学    | 3        |

附表 1-1-2 参加验证单位仪器情况登记表

| 序号 | 仪器名称       | 规格型号                  | 仪器出厂编号          | 性能状况 | 备注 |
|----|------------|-----------------------|-----------------|------|----|
| 1  | 气相色谱质谱联用仪  | TSQ8000EVO            | TSQ81707502     | 良好   |    |
|    | 氮吹仪        | MGs-2200A             | 11808262        | 良好   |    |
|    | 氮吹仪        | Auto EVA 30Plus       | 114600546       | 良好   |    |
|    | 全自动固相萃取仪   | Fotector-08HT         | 112180036       | 良好   |    |
|    | 全自动液液萃取振荡仪 | MMV-1000W             | 10905541        | 良好   |    |
| 2  | 气相色谱质谱联用仪  | 7890A/5975C           | CN11191066/     | 良好   |    |
|    | 高通量真空平行浓缩仪 | Multi Vap-10          | /               | 良好   |    |
|    | 固相萃取装置     | SUPELCO Visiprep™ SPE | /               | 良好   |    |
| 3  | 气相色谱质谱联用仪  | 安捷伦 7890A/5975C       | CN10805151/     | 良好   |    |
|    | 固相萃取装置     | SUPELCO               | /               | 良好   |    |
|    | 氮吹仪        | ATR Auto Vap S8       | AV1702N20137    | 良好   |    |
| 4  | 气相色谱质谱联用仪  | QP-2010Ultra          | O20525265212us  | 良好   |    |
|    | 固相萃取仪      | Agela SPE-24          | /               | 良好   |    |
|    | 平行蒸发仪      | SyncorePlus           | 1100059762      | 良好   |    |
| 5  | 气相色谱质谱联用仪  | GCMS-QP2020NX         | 021745802610SA  | 良好   |    |
|    | 高通量真空平行浓缩仪 | MPE                   | 143160150       | 良好   |    |
|    | 固相萃取装置     | ASE-24 固相萃取仪          | ASE2003105      | 良好   |    |
| 6  | 气相色谱质谱联用仪  | EXPEC 3750 GC-MS      | GC: 546P22B000E | 良好   |    |
|    | 固相萃取仪      | EXPEC 570             | /               | 良好   |    |
|    | RV10 旋转蒸发仪 | RV10 auto V           | /               | 良好   |    |

附表 1-1-3 参加验证单位试剂及溶剂登记表

| 序号 | 名称          | 厂家、规格                  | 纯化处理方法    | 备注 |
|----|-------------|------------------------|-----------|----|
| 1  | 甲醇          | Supelco, 色谱纯, 4L       | /         |    |
|    | 正己烷         | 诺尔施, 色谱纯, 4L           | /         |    |
|    | 二氯甲烷        | 诺尔施, 色谱纯, 4L           | /         |    |
|    | 丙酮          | ACS, 色谱纯, 4L           | /         |    |
|    | 乙酸乙酯        | DUKSAN, 色谱纯, 4L        | /         |    |
|    | 氯化钠         | 成都科隆, 优级纯, 500g        | 450℃灼烧 4h |    |
|    | 无水硫酸钠       | 成都科隆, 优级纯, 500g        | 450℃灼烧 4h |    |
|    | 8 种酰胺类除草剂混标 | 天津阿尔塔, 溶剂甲醇, 1000µg/mL | /         |    |
|    | 异丙甲草胺-d6    | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |    |
|    | 乙草胺-d11     | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |    |
| 2  | 甲醇          | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |    |
|    | 正己烷         | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |    |
|    | 二氯甲烷        | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |    |
|    | 丙酮          | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |    |
|    | 乙酸乙酯        | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |    |
|    | 氯化钠         | 国药, 优级纯, 500g          | 450℃灼烧 4h |    |
|    | 无水硫酸钠       | 国药, 优级纯, 500g          | 450℃灼烧 4h |    |
|    | 8 种酰胺类除草剂混标 | 天津阿尔塔, 溶剂甲醇, 1000µg/mL | /         |    |
|    | 异丙甲草胺-d6    | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |    |

|   |             |                        |           |  |
|---|-------------|------------------------|-----------|--|
|   | 乙草胺-d11     | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
| 3 | 甲醇          | FISHER, 色谱纯, 4L        | /         |  |
|   | 正己烷         | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |  |
|   | 二氯甲烷        | FISHER, 色谱纯, 4L        | /         |  |
|   | 丙酮          | DUKSAN, 农残级, 4L        | /         |  |
|   | 乙酸乙酯        | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |  |
|   | 氯化钠         | 沪试, 500g, AR           | 450℃灼烧 4h |  |
|   | 无水硫酸钠       | 沪试, 500g, AR           | 450℃灼烧 4h |  |
|   | 8 种酰胺类除草剂混标 | 天津阿尔塔, 溶剂甲醇, 1000µg/mL | /         |  |
|   | 异丙甲草胺-d6    | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
|   | 乙草胺-d11     | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
| 4 | 甲醇          | 默克, 色谱纯, 4L            |           |  |
|   | 正己烷         | 默克, 色谱纯, 4L            | /         |  |
|   | 二氯甲烷        | 默克, 色谱纯, 4L            | /         |  |
|   | 丙酮          | 默克, 色谱纯, 4L            |           |  |
|   | 乙酸乙酯        | 上海安谱, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 氯化钠         | 国药, 分析纯, 500g          | 450°灼烧 4h |  |
|   | 无水硫酸钠       | 天津科密欧, 优级纯, 500g       | 450°灼烧 4h |  |
|   | 8 种酰胺类除草剂混标 | 天津阿尔塔, 溶剂甲醇, 1000µg/mL | /         |  |
|   | 异丙甲草胺-d6    | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
|   | 乙草胺-d11     | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
| 5 | 甲醇          | CNW, 色谱纯, 4L           | /         |  |
|   | 正己烷         | CNW, 色谱纯, 4L           | /         |  |
|   | 二氯甲烷        | CNW, 色谱纯, 4L           | /         |  |
|   | 丙酮          | 成都科隆, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 乙酸乙酯        | TEDIA, 色谱纯, 4L         | /         |  |
|   | 氯化钠         | 国药, 分析纯, 500g          | 450℃灼烧 4h |  |
|   | 无水硫酸钠       | 国药, 分析纯, 500g          | 450℃灼烧 4h |  |
|   | 8 种酰胺类除草剂混标 | 天津阿尔塔, 溶剂甲醇, 1000µg/mL | /         |  |
|   | 异丙甲草胺-d6    | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
|   | 乙草胺-d11     | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
| 6 | 甲醇          | 上海安谱, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 正己烷         | 上海安谱, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 二氯甲烷        | 上海安谱, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 丙酮          | 上海安谱, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 乙酸乙酯        | 上海安谱, 色谱纯, 4L          | /         |  |
|   | 氯化钠         | 阿拉丁, 分析纯, 500g         | 450℃灼烧 4h |  |
|   | 无水硫酸钠       | 国药, 分析纯, 500g          | 450℃灼烧 4h |  |
|   | 8 种酰胺类除草剂混标 | 天津阿尔塔, 溶剂甲醇, 1000µg/mL | /         |  |
|   | 异丙甲草胺-d6    | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |
|   | 乙草胺-d11     | DR, 溶剂丙酮, 100µg/mL     | /         |  |

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

1.2.1 液液萃取法

表 1-2-1-1 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：重庆市生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | t 值   | 计算检出限（μg/L） | 方法检出限（μg/L） | 测定下限（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|------------|-------|-------------|-------------|------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |           |            |       |             |             |            |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.780      | 0.940 | 0.835 | 0.745 | 0.765 | 0.820 | 0.685 | 0.796     | 0.070      | 3.143 | 0.22        | 0.3         | 1.2        | 3.6 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.685      | 0.765 | 0.725 | 0.640 | 0.625 | 0.695 | 0.600 | 0.676     | 0.052      | 3.143 | 0.16        | 0.2         | 0.8        | 4.1 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.685      | 0.780 | 0.730 | 0.640 | 0.635 | 0.705 | 0.605 | 0.683     | 0.055      | 3.143 | 0.17        | 0.2         | 0.8        | 3.9 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.755      | 0.890 | 0.890 | 0.730 | 0.735 | 0.760 | 0.660 | 0.774     | 0.08       | 3.143 | 0.24        | 0.3         | 1.2        | 3.3 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.870      | 0.975 | 0.855 | 0.830 | 0.765 | 0.845 | 0.745 | 0.841     | 0.068      | 3.143 | 0.22        | 0.3         | 1.2        | 3.9 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.640      | 0.790 | 0.685 | 0.680 | 0.645 | 0.685 | 0.585 | 0.673     | 0.054      | 3.143 | 0.17        | 0.2         | 0.8        | 4.0 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 0.690      | 0.665 | 0.700 | 0.830 | 0.665 | 0.630 | 0.520 | 0.671     | 0.070      | 3.143 | 0.22        | 0.3         | 1.2        | 3.1 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 0.675      | 0.645 | 0.750 | 0.735 | 0.595 | 0.630 | 0.520 | 0.650     | 0.061      | 3.143 | 0.19        | 0.2         | 0.8        | 3.4 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |           |            |       |             |             |            |     |

结论：液液萃取法实验结果显示，实验室 1 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.3 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.2 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-1-2 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 1.08       | 1.27  | 1.12  | 1.06  | 1.07  | 1.12  | 1.03  | 1.10          | 0.080          | 3.143 | 0.25            | 0.3             | 1.2            | 4.4 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.876      | 1.04  | 0.934 | 0.837 | 0.843 | 0.907 | 0.833 | 0.896         | 0.074          | 3.143 | 0.23            | 0.3             | 1.2            | 3.8 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.931      | 1.13  | 1.00  | 0.925 | 0.916 | 0.981 | 0.887 | 0.967         | 0.081          | 3.143 | 0.25            | 0.3             | 1.2            | 3.8 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.593      | 0.740 | 0.663 | 0.651 | 0.622 | 0.683 | 0.616 | 0.653         | 0.049          | 3.143 | 0.15            | 0.4             | 1.6            | 4.2 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.849      | 1.02  | 0.874 | 0.862 | 0.776 | 0.864 | 0.758 | 0.858         | 0.086          | 3.143 | 0.27            | 0.3             | 1.2            | 3.2 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.939      | 1.11  | 1.06  | 1.06  | 0.985 | 1.04  | 0.933 | 1.02          | 0.066          | 3.143 | 0.21            | 0.3             | 1.2            | 4.9 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.14       | 1.46  | 1.31  | 1.29  | 1.19  | 1.16  | 1.08  | 1.23          | 0.12           | 3.143 | 0.40            | 0.5             | 2.0            | 3.0 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 0.577      | 0.729 | 0.630 | 0.717 | 0.625 | 0.658 | 0.548 | 0.640         | 0.067          | 3.143 | 0.21            | 0.3             | 1.2            | 3.1 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：液液萃取法实验结果显示，实验室 2 的方法检出限为 0.3 μg/L～0.5 μg/L，定量限为 1.2 μg/L～2.0 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-1-3 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.766      | 0.873 | 0.820 | 0.746 | 0.705 | 0.827 | 0.675 | 0.773         | 0.071          | 3.143 | 0.22            | 0.3             | 1.2            | 3.5 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.765      | 0.873 | 0.842 | 0.774 | 0.758 | 0.829 | 0.713 | 0.793         | 0.056          | 3.143 | 0.18            | 0.2             | 0.8            | 4.5 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.712      | 0.836 | 0.791 | 0.723 | 0.698 | 0.782 | 0.663 | 0.743         | 0.061          | 3.143 | 0.19            | 0.2             | 0.8            | 3.9 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.727      | 0.887 | 0.885 | 0.777 | 0.750 | 0.740 | 0.710 | 0.782         | 0.074          | 3.143 | 0.23            | 0.3             | 1.2            | 3.4 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.835      | 0.962 | 0.877 | 0.850 | 0.763 | 0.859 | 0.745 | 0.841         | 0.073          | 3.143 | 0.23            | 0.3             | 1.2            | 3.7 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.943      | 1.06  | 1.07  | 1.13  | 0.966 | 1.06  | 0.916 | 1.02          | 0.080          | 3.143 | 0.25            | 0.3             | 1.2            | 4.0 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 0.696      | 0.914 | 0.862 | 0.869 | 0.757 | 0.720 | 0.755 | 0.796         | 0.084          | 3.143 | 0.26            | 0.3             | 1.2            | 3.0 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 0.808      | 0.983 | 0.838 | 0.803 | 0.792 | 0.821 | 0.714 | 0.823         | 0.081          | 3.143 | 0.25            | 0.3             | 1.2            | 3.2 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：液液萃取法实验结果显示，实验室 3 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.3 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.2 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-1-4 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | t 值   | 计算检出限（μg/L） | 方法检出限（μg/L） | 测定下限（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|------------|-------|-------------|-------------|------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |           |            |       |             |             |            |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.959      | 0.932 | 0.933 | 0.949 | 0.918 | 0.933 | 1.12  | 0.942     | 0.069      | 3.143 | 0.218       | 0.3         | 1.2        | 4.3 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 1.01       | 1.02  | 1.01  | 1.01  | 0.991 | 1.01  | 1.20  | 1.01      | 0.073      | 3.143 | 0.229       | 0.3         | 1.2        | 4.4 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.952      | 0.946 | 0.935 | 0.938 | 0.911 | 0.943 | 1.09  | 0.939     | 0.060      | 3.143 | 0.188       | 0.2         | 0.8        | 5.0 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.924      | 0.917 | 0.904 | 0.892 | 0.877 | 0.889 | 1.05  | 0.902     | 0.058      | 3.143 | 0.181       | 0.2         | 0.8        | 5.0 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.993      | 0.996 | 0.990 | 0.972 | 0.965 | 0.979 | 1.16  | 0.986     | 0.067      | 3.143 | 0.211       | 0.3         | 1.2        | 4.7 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.879      | 0.859 | 0.843 | 0.850 | 0.832 | 0.848 | 0.994 | 0.854     | 0.056      | 3.143 | 0.175       | 0.2         | 0.8        | 4.9 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.03       | 1.02  | 1.008 | 0.993 | 0.972 | 0.987 | 1.18  | 1.01      | 0.072      | 3.143 | 0.226       | 0.3         | 1.2        | 4.5 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 1.05       | 1.05  | 1.02  | 1.01  | 1.02  | 1.01  | 1.20  | 1.03      | 0.067      | 3.143 | 0.212       | 0.3         | 1.2        | 4.9 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |           |            |       |             |             |            |     |

结论：液液萃取法实验结果显示，实验室 4 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.3 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.2 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-1-5 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |      |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6    | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.995      | 0.987 | 0.975 | 1.01  | 1.04  | 1.17 | 1.08  | 1.04          | 0.068          | 3.143 | 0.21            | 0.3             | 1.2            | 4.8 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.950      | 0.945 | 0.868 | 0.985 | 0.980 | 1.08 | 0.990 | 0.971         | 0.064          | 3.143 | 0.20            | 0.2             | 0.8            | 4.9 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.943      | 0.980 | 0.985 | 1.08  | 1.08  | 1.13 | 1.09  | 1.04          | 0.068          | 3.143 | 0.21            | 0.3             | 1.2            | 4.9 |
| 敌稗                         | N.D.     | 1.08       | 1.17  | 1.01  | 1.21  | 1.23  | 1.13 | 1.23  | 1.15          | 0.083          | 3.143 | 0.26            | 0.3             | 1.2            | 4.4 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 1.15       | 1.05  | 0.935 | 1.13  | 1.14  | 1.11 | 1.12  | 1.09          | 0.075          | 3.143 | 0.24            | 0.3             | 1.2            | 4.6 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 1.15       | 1.10  | 1.02  | 1.22  | 1.23  | 1.20 | 1.21  | 1.16          | 0.077          | 3.143 | 0.24            | 0.3             | 1.2            | 4.8 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 0.980      | 0.880 | 1.01  | 1.09  | 1.08  | 1.16 | 1.09  | 1.04          | 0.091          | 3.143 | 0.29            | 0.3             | 1.2            | 3.6 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 1.05       | 0.965 | 1.08  | 1.16  | 1.17  | 1.24 | 1.16  | 1.12          | 0.093          | 3.143 | 0.29            | 0.3             | 1.2            | 3.8 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |      |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：液液萃取法实验结果显示，实验室 5 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.3 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.2 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-1-6 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 1.03       | 1.08  | 0.889 | 0.967 | 1.05  | 1.05  | 0.930 | 1.00          | 0.069          | 3.143 | 0.22            | 0.3             | 1.2            | 4.6 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.91       | 0.952 | 0.817 | 0.841 | 0.932 | 0.927 | 0.805 | 0.883         | 0.060          | 3.143 | 0.19            | 0.2             | 0.8            | 4.7 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.857      | 0.901 | 0.793 | 0.787 | 0.874 | 0.876 | 0.762 | 0.836         | 0.054          | 3.143 | 0.17            | 0.2             | 0.8            | 4.9 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.953      | 1.10  | 0.967 | 0.934 | 0.919 | 0.937 | 0.810 | 0.947         | 0.09           | 3.143 | 0.27            | 0.3             | 1.2            | 3.5 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.754      | 0.791 | 0.761 | 0.672 | 0.761 | 0.766 | 0.639 | 0.735         | 0.056          | 3.143 | 0.18            | 0.2             | 0.8            | 4.2 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.768      | 0.809 | 0.789 | 0.694 | 0.779 | 0.781 | 0.622 | 0.749         | 0.067          | 3.143 | 0.21            | 0.3             | 1.2            | 3.6 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.74       | 1.78  | 1.72  | 1.61  | 1.59  | 1.60  | 1.41  | 1.64          | 0.12           | 3.143 | 0.39            | 0.4             | 1.6            | 4.2 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 1.38       | 1.48  | 1.43  | 1.24  | 1.29  | 1.30  | 1.12  | 1.32          | 0.12           | 3.143 | 0.38            | 0.4             | 1.6            | 3.4 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：液液萃取法实验结果显示，实验室 6 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.4 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.6 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

1.2.2 固相萃取法

表 1-2-2-1 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白 (µg/L) | 测定结果 (µg/L) |       |       |       |       |       |       | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | t 值   | 计算检出限 (µg/L) | 方法检出限 (µg/L) | 测定下限 (µg/L) | 备注  |
|----------------------------|-----------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------|-------------|-------|--------------|--------------|-------------|-----|
|                            |           | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |            |             |       |              |              |             |     |
| 乙草胺                        | N.D.      | 0.820       | 0.665 | 0.825 | 0.735 | 0.710 | 0.880 | 0.735 | 0.767      | 0.076       | 3.143 | 0.24         | 0.3          | 1.2         | 3.2 |
| 异丙草胺                       | N.D.      | 0.790       | 0.620 | 0.775 | 0.675 | 0.675 | 0.795 | 0.650 | 0.711      | 0.073       | 3.143 | 0.23         | 0.3          | 1.2         | 3.1 |
| 甲草胺                        | N.D.      | 0.760       | 0.610 | 0.635 | 0.655 | 0.645 | 0.715 | 0.625 | 0.664      | 0.054       | 3.143 | 0.17         | 0.2          | 0.8         | 3.9 |
| 敌稗                         | N.D.      | 0.780       | 0.620 | 0.780 | 0.800 | 0.760 | 0.805 | 0.780 | 0.761      | 0.064       | 3.143 | 0.20         | 0.2          | 0.8         | 3.8 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.      | 0.925       | 0.745 | 0.930 | 0.810 | 0.775 | 0.815 | 0.785 | 0.826      | 0.073       | 3.143 | 0.23         | 0.3          | 1.2         | 3.6 |
| 杀草丹                        | N.D.      | 0.450       | 0.430 | 0.465 | 0.525 | 0.445 | 0.510 | 0.500 | 0.475      | 0.037       | 3.143 | 0.11         | 0.2          | 0.8         | 4.1 |
| 丁草胺                        | N.D.      | 0.890       | 0.730 | 0.835 | 0.845 | 0.875 | 0.965 | 0.850 | 0.856      | 0.07        | 3.143 | 0.22         | 0.3          | 1.2         | 3.9 |
| 丙草胺                        | N.D.      | 0.850       | 0.655 | 0.820 | 0.870 | 0.765 | 0.795 | 0.690 | 0.778      | 0.080       | 3.143 | 0.25         | 0.3          | 1.2         | 3.1 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |           |             |       |       |       |       |       |       |            |             |       |              |              |             |     |

结论：固相萃取法实验结果显示，实验室 1 的方法检出限为 0.2 µg/L~0.3 µg/L，定量限为 0.8 µg/L~1.2 µg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-2-2 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 1.13       | 1.29  | 1.10  | 1.14  | 1.31  | 1.07  | 1.22  | 1.18          | 0.095          | 3.143 | 0.30            | 0.3             | 1.2            | 4.0 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.965      | 1.169 | 0.949 | 0.986 | 1.10  | 0.918 | 1.10  | 1.03          | 0.095          | 3.143 | 0.30            | 0.3             | 1.2            | 3.4 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 1.02       | 1.169 | 0.990 | 1.022 | 1.17  | 0.950 | 1.09  | 1.06          | 0.088          | 3.143 | 0.28            | 0.3             | 1.2            | 3.8 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.905      | 0.858 | 0.864 | 0.862 | 0.836 | 0.805 | 0.664 | 0.827         | 0.078          | 3.143 | 0.25            | 0.3             | 1.2            | 3.4 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.776      | 0.879 | 0.766 | 0.801 | 0.768 | 0.743 | 0.721 | 0.779         | 0.051          | 3.143 | 0.16            | 0.2             | 0.8            | 4.9 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.798      | 0.895 | 0.934 | 0.787 | 0.891 | 0.896 | 0.913 | 0.873         | 0.057          | 3.143 | 0.18            | 0.2             | 0.8            | 4.8 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.46       | 1.60  | 1.76  | 1.66  | 1.68  | 1.44  | 1.70  | 1.62          | 0.12           | 3.143 | 0.38            | 0.4             | 1.6            | 4.2 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 0.978      | 1.13  | 1.12  | 1.06  | 0.969 | 0.890 | 0.953 | 1.01          | 0.091          | 3.143 | 0.29            | 0.3             | 1.2            | 3.6 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：固相萃取法实验结果显示，实验室 2 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.4 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.6 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-2-3 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | t 值   | 计算检出限（μg/L） | 方法检出限（μg/L） | 测定下限（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|------------|-------|-------------|-------------|------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |           |            |       |             |             |            |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.801      | 0.800 | 0.712 | 0.715 | 0.883 | 0.780 | 0.766 | 0.780     | 0.058      | 3.143 | 0.18        | 0.2         | 0.8        | 4.2 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.820      | 0.867 | 0.712 | 0.720 | 0.802 | 0.821 | 0.950 | 0.813     | 0.082      | 3.143 | 0.26        | 0.3         | 1.2        | 3.1 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.728      | 0.734 | 0.645 | 0.639 | 0.779 | 0.758 | 0.765 | 0.721     | 0.057      | 3.143 | 0.18        | 0.2         | 0.8        | 4.0 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.634      | 0.794 | 0.752 | 0.757 | 0.794 | 0.876 | 0.759 | 0.766     | 0.072      | 3.143 | 0.23        | 0.3         | 1.2        | 3.4 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.908      | 0.866 | 0.751 | 0.721 | 0.785 | 0.874 | 0.755 | 0.808     | 0.073      | 3.143 | 0.23        | 0.3         | 1.2        | 3.5 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.641      | 0.759 | 0.806 | 0.721 | 0.800 | 0.886 | 0.853 | 0.781     | 0.083      | 3.143 | 0.26        | 0.3         | 1.2        | 3.0 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.04       | 0.875 | 1.05  | 0.950 | 1.06  | 0.829 | 1.09  | 0.983     | 0.10       | 3.143 | 0.31        | 0.4         | 1.6        | 3.1 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 0.974      | 1.06  | 1.06  | 0.915 | 0.861 | 1.02  | 1.00  | 0.984     | 0.073      | 3.143 | 0.23        | 0.3         | 1.2        | 4.3 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |           |            |       |             |             |            |     |

结论：固相萃取法实验结果显示，实验室 3 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.4 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.6 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-2-4 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.984      | 0.805 | 0.966 | 0.916 | 0.924 | 0.956 | 0.905 | 0.922         | 0.059          | 3.143 | 0.185           | 0.2             | 0.8            | 5.0 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 1.01       | 0.873 | 0.980 | 0.938 | 0.945 | 1.01  | 0.851 | 0.944         | 0.063          | 3.143 | 0.197           | 0.2             | 0.8            | 4.8 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.933      | 0.735 | 0.893 | 0.887 | 0.887 | 0.897 | 0.856 | 0.870         | 0.064          | 3.143 | 0.200           | 0.2             | 0.8            | 4.4 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.734      | 0.856 | 0.721 | 0.840 | 0.895 | 0.720 | 0.891 | 0.808         | 0.080          | 3.143 | 0.252           | 0.3             | 1.2            | 3.2 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 1.07       | 0.905 | 1.02  | 0.982 | 0.974 | 0.807 | 0.904 | 0.951         | 0.087          | 3.143 | 0.272           | 0.3             | 1.2            | 3.5 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.543      | 0.612 | 0.537 | 0.621 | 0.630 | 0.526 | 0.681 | 0.593         | 0.058          | 3.143 | 0.183           | 0.2             | 0.8            | 3.2 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.12       | 1.07  | 1.09  | 1.19  | 1.01  | 1.22  | 1.08  | 1.11          | 0.072          | 3.143 | 0.227           | 0.3             | 1.2            | 4.9 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 1.20       | 1.03  | 1.05  | 1.11  | 1.01  | 0.91  | 1.06  | 1.05          | 0.088          | 3.143 | 0.278           | 0.3             | 1.2            | 3.8 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：固相萃取法实验结果显示，实验室 4 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.3 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.2 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-2-5 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |      |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6    | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.984      | 1.11  | 0.965 | 1.06  | 1.08  | 1.17 | 1.07  | 1.06          | 0.070          | 3.143 | 0.22            | 0.3             | 1.2            | 4.8 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 1.04       | 0.921 | 0.945 | 0.876 | 0.946 | 1.08 | 0.995 | 0.892         | 0.069          | 3.143 | 0.22            | 0.3             | 1.2            | 4.1 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 1.14       | 1.13  | 0.910 | 1.09  | 1.09  | 1.20 | 1.08  | 1.09          | 0.089          | 3.143 | 0.28            | 0.3             | 1.2            | 3.9 |
| 敌稗                         | N.D.     | 1.32       | 1.31  | 1.05  | 1.25  | 1.25  | 1.19 | 1.23  | 1.23          | 0.090          | 3.143 | 0.28            | 0.3             | 1.2            | 4.4 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 1.19       | 1.18  | 0.950 | 1.12  | 1.14  | 1.23 | 1.12  | 1.13          | 0.089          | 3.143 | 0.28            | 0.3             | 1.2            | 4.1 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 1.29       | 1.29  | 1.06  | 1.26  | 1.26  | 1.34 | 1.23  | 1.25          | 0.089          | 3.143 | 0.28            | 0.3             | 1.2            | 4.4 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.15       | 0.948 | 1.03  | 1.09  | 1.09  | 1.16 | 1.07  | 1.07          | 0.072          | 3.143 | 0.23            | 0.3             | 1.2            | 4.7 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 0.983      | 1.18  | 1.07  | 1.13  | 1.13  | 1.21 | 1.12  | 1.11          | 0.072          | 3.143 | 0.23            | 0.3             | 1.2            | 4.9 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |      |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：固相萃取法实验结果显示，实验室 5 的方法检出限为 0.3 μg/L，定量限为 1.2 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

表 1-2-2-6 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 平行样品编号                     | 空白（μg/L） | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 标准偏差<br>（μg/L） | t 值   | 计算检出限<br>（μg/L） | 方法检出限<br>（μg/L） | 测定下限<br>（μg/L） | 备注  |
|----------------------------|----------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|----------------|-------|-----------------|-----------------|----------------|-----|
|                            |          | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |               |                |       |                 |                 |                |     |
| 乙草胺                        | N.D.     | 0.991      | 0.913 | 1.09  | 0.965 | 0.972 | 0.991 | 0.903 | 0.976         | 0.062          | 3.143 | 0.20            | 0.2             | 0.8            | 5.0 |
| 异丙草胺                       | N.D.     | 0.885      | 0.777 | 0.966 | 0.849 | 0.860 | 0.913 | 0.812 | 0.866         | 0.063          | 3.143 | 0.20            | 0.2             | 0.8            | 4.4 |
| 甲草胺                        | N.D.     | 0.797      | 0.715 | 0.874 | 0.766 | 0.767 | 0.792 | 0.749 | 0.780         | 0.050          | 3.143 | 0.16            | 0.2             | 0.8            | 5.0 |
| 敌稗                         | N.D.     | 0.679      | 0.821 | 0.749 | 0.874 | 0.867 | 0.695 | 0.861 | 0.792         | 0.084          | 3.143 | 0.26            | 0.3             | 1.2            | 3.0 |
| 异丙甲草胺                      | N.D.     | 0.678      | 0.632 | 0.678 | 0.714 | 0.686 | 0.507 | 0.667 | 0.652         | 0.068          | 3.143 | 0.21            | 0.3             | 1.2            | 3.0 |
| 杀草丹                        | N.D.     | 0.561      | 0.650 | 0.626 | 0.700 | 0.660 | 0.660 | 0.740 | 0.657         | 0.056          | 3.143 | 0.18            | 0.2             | 0.8            | 3.7 |
| 丁草胺                        | N.D.     | 1.06       | 0.880 | 0.970 | 1.15  | 1.07  | 1.12  | 0.898 | 1.02          | 0.11           | 3.143 | 0.33            | 0.4             | 1.6            | 3.1 |
| 丙草胺                        | N.D.     | 1.20       | 1.11  | 1.26  | 1.35  | 1.26  | 0.990 | 1.13  | 1.19          | 0.12           | 3.143 | 0.38            | 0.4             | 1.6            | 3.1 |
| 注：备注为目标化合物样品测定浓度与检出限的倍数关系。 |          |            |       |       |       |       |       |       |               |                |       |                 |                 |                |     |

结论：固相萃取法实验结果显示，实验室 6 的方法检出限为 0.2 μg/L～0.4 μg/L，定量限为 0.8 μg/L～1.6 μg/L。8 种（100%）物质均满足目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限范围内，说明用于测定 MDL 的样品浓度合适。

1.3 方法精密度测试数据

1.3.1 液液萃取法

表 1-3-1-1 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.83        | 1.79 | 1.87 | 1.69 | 1.81 | 1.97 | 1.82       | 0.092       | 5.1        | 7.7        |
| 异丙草胺  | 1.63        | 1.64 | 1.68 | 1.55 | 1.66 | 1.80 | 1.66       | 0.080       | 4.8        | 7.3        |
| 甲草胺   | 1.66        | 1.66 | 1.70 | 1.60 | 1.68 | 1.82 | 1.68       | 0.073       | 4.3        | 6.5        |
| 敌稗    | 1.65        | 1.65 | 1.67 | 1.66 | 1.76 | 2.00 | 1.73       | 0.14        | 7.9        | 9.6        |
| 异丙甲草胺 | 1.85        | 1.79 | 1.75 | 1.70 | 1.81 | 1.90 | 1.80       | 0.070       | 3.9        | 5.4        |
| 杀草丹   | 1.51        | 1.43 | 1.55 | 1.47 | 1.52 | 1.62 | 1.52       | 0.064       | 4.2        | 6.1        |
| 丁草胺   | 1.45        | 1.35 | 1.37 | 1.32 | 1.45 | 1.55 | 1.41       | 0.085       | 6.0        | 7.9        |
| 丙草胺   | 1.39        | 1.36 | 1.33 | 1.35 | 1.46 | 1.55 | 1.40       | 0.081       | 5.8        | 7.5        |

结论：选择加标浓度为2.00 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.40 µg/L~1.82 µg/L，标准偏差 0.064 µg/L~0.14 µg/L，相对标准偏差 3.9%~7.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 5.4%~9.6%。

表 1-3-1-2 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.83       | 1.79 | 1.87 | 1.83 | 1.74 | 1.69 | 1.79      | 0.067      | 3.8       | 5.2       |
| 异丙草胺  | 1.71       | 1.65 | 1.76 | 1.73 | 1.66 | 1.58 | 1.68      | 0.067      | 4.0       | 5.5       |
| 甲草胺   | 1.70       | 1.65 | 1.74 | 1.74 | 1.68 | 1.60 | 1.68      | 0.055      | 3.3       | 4.3       |
| 敌稗    | 1.86       | 1.84 | 1.93 | 1.94 | 1.85 | 1.82 | 1.87      | 0.052      | 2.8       | 3.3       |
| 异丙甲草胺 | 1.82       | 1.79 | 1.89 | 1.86 | 1.78 | 1.72 | 1.81      | 0.060      | 3.3       | 4.7       |
| 杀草丹   | 1.67       | 1.56 | 1.77 | 1.71 | 1.54 | 1.46 | 1.62      | 0.12       | 7.3       | 9.6       |
| 丁草胺   | 1.67       | 1.73 | 2.02 | 1.78 | 1.53 | 1.48 | 1.70      | 0.19       | 11        | 15        |
| 丙草胺   | 1.62       | 1.66 | 1.91 | 1.71 | 1.56 | 1.48 | 1.65      | 0.15       | 8.9       | 13        |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.62 μg/L~1.81 μg/L，标准偏差 0.052 μg/L~0.19 μg/L，相对标准偏差 2.8%~11%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.3%~15%。

表 1-3-1-3 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.80       | 1.87 | 1.86 | 1.86 | 1.89 | 1.90 | 1.86      | 0.036      | 1.9       | 2.7       |
| 异丙草胺  | 1.63       | 1.72 | 1.66 | 1.67 | 1.71 | 1.69 | 1.68      | 0.035      | 2.1       | 2.8       |
| 甲草胺   | 1.68       | 1.74 | 1.65 | 1.69 | 1.70 | 1.71 | 1.69      | 0.031      | 1.8       | 2.7       |
| 敌稗    | 1.83       | 1.84 | 1.74 | 1.85 | 1.87 | 1.83 | 1.82      | 0.047      | 2.6       | 3.7       |
| 异丙甲草胺 | 1.89       | 1.95 | 1.89 | 1.97 | 1.89 | 1.91 | 1.91      | 0.036      | 1.9       | 2.1       |
| 杀草丹   | 1.48       | 1.57 | 1.46 | 1.54 | 1.51 | 1.52 | 1.51      | 0.041      | 2.7       | 3.6       |
| 丁草胺   | 1.42       | 1.45 | 1.44 | 1.44 | 1.45 | 1.43 | 1.44      | 0.013      | 0.92      | 1.2       |
| 丙草胺   | 1.49       | 1.49 | 1.50 | 1.46 | 1.49 | 1.43 | 1.47      | 0.026      | 1.8       | 2.4       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.44 μg/L~1.91 μg/L，标准偏差 0.013 μg/L~0.047 μg/L，相对标准偏差 0.92%~2.7%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.2%~3.7%。

表 1-3-1-4 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.73       | 1.69 | 1.86 | 1.77 | 1.78 | 1.79 | 1.77      | 0.059      | 3.3       | 4.9       |
| 异丙草胺  | 1.59       | 1.57 | 1.67 | 1.62 | 1.62 | 1.63 | 1.62      | 0.036      | 2.2       | 3.2       |
| 甲草胺   | 1.60       | 1.57 | 1.70 | 1.61 | 1.62 | 1.65 | 1.62      | 0.045      | 2.8       | 4.0       |
| 敌稗    | 1.76       | 1.70 | 1.83 | 1.78 | 1.75 | 1.83 | 1.77      | 0.050      | 2.8       | 3.8       |
| 异丙甲草胺 | 1.73       | 1.69 | 1.83 | 1.75 | 1.76 | 1.77 | 1.75      | 0.047      | 2.7       | 4.0       |
| 杀草丹   | 1.46       | 1.44 | 1.53 | 1.46 | 1.46 | 1.54 | 1.48      | 0.042      | 2.8       | 3.4       |
| 丁草胺   | 1.43       | 1.41 | 1.48 | 1.38 | 1.38 | 1.45 | 1.42      | 0.040      | 2.8       | 3.7       |
| 丙草胺   | 1.44       | 1.41 | 1.48 | 1.42 | 1.42 | 1.46 | 1.44      | 0.027      | 1.9       | 2.4       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的海水样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.42 μg/L~1.77 μg/L，标准偏差0.027 μg/L~0.059 μg/L，相对标准偏差1.9%~3.3%。6组平行样的最大相对偏差为2.4%~4.9%。

表 1-3-1-5 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 19.6        | 23.6 | 22.7 | 20.5 | 24.9 | 21.8 | 22.2       | 2.0         | 8.9        | 12         |
| 异丙草胺  | 20.0        | 23.9 | 23.6 | 21.3 | 26.0 | 23.0 | 23.0       | 2.1         | 9.3        | 13         |
| 甲草胺   | 20.3        | 23.9 | 23.9 | 21.6 | 26.5 | 23.3 | 23.2       | 2.1         | 9.2        | 13         |
| 敌稗    | 22.2        | 23.4 | 23.6 | 22.6 | 28.4 | 26.6 | 24.5       | 2.5         | 10         | 12         |
| 异丙甲草胺 | 19.7        | 23.6 | 23.5 | 20.8 | 25.3 | 23.3 | 22.7       | 2.0         | 9.0        | 12         |
| 杀草丹   | 20.0        | 23.9 | 22.7 | 20.5 | 24.5 | 21.7 | 22.2       | 1.8         | 8.1        | 10         |
| 丁草胺   | 19.5        | 23.3 | 22.5 | 20.1 | 24.4 | 21.5 | 21.9       | 1.9         | 8.6        | 11         |
| 丙草胺   | 20.5        | 23.2 | 23.6 | 20.5 | 24.9 | 22.9 | 22.6       | 1.8         | 7.8        | 9.7        |

结论：选择加标浓度为 20.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 21.9 µg/L~24.5 µg/L，标准偏差 1.8 µg/L~2.5 µg/L，相对标准偏差 7.8%~10%。6 组平行样的最大相对偏差为 9.7%~13%。

表 1-3-1-6 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 21.3       | 21.9 | 20.6 | 20.6 | 20.9 | 20.9 | 21.0      | 0.51       | 2.4       | 3.1       |
| 异丙草胺  | 22.5       | 23.2 | 22.0 | 21.7 | 21.9 | 21.9 | 22.2      | 0.56       | 2.5       | 3.4       |
| 甲草胺   | 23.3       | 23.5 | 22.2 | 21.6 | 22.1 | 22.1 | 22.5      | 0.75       | 3.3       | 4.1       |
| 敌稗    | 22.6       | 23.3 | 23.0 | 22.8 | 23.3 | 23.3 | 23.0      | 0.30       | 1.3       | 1.5       |
| 异丙甲草胺 | 22.4       | 23.0 | 21.8 | 21.5 | 21.8 | 21.7 | 22.0      | 0.56       | 2.5       | 3.3       |
| 杀草丹   | 21.8       | 22.7 | 22.2 | 21.5 | 21.9 | 22.1 | 22.0      | 0.39       | 1.8       | 2.6       |
| 丁草胺   | 22.0       | 22.7 | 22.1 | 22.1 | 22.2 | 22.6 | 22.3      | 0.27       | 1.2       | 1.4       |
| 丙草胺   | 23.0       | 23.5 | 23.0 | 23.1 | 23.3 | 23.3 | 23.2      | 0.21       | 0.92      | 1.1       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 21.0 μg/L～23.2 μg/L，标准偏差 0.21 μg/L～0.75 μg/L，相对标准偏差 0.92%～3.3%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.1%～4.1%。

表 1-3-1-7 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 40.7        | 38.4 | 40.3 | 38.6 | 40.2 | 41.1 | 39.9       | 1.1         | 2.7        | 3.3        |
| 异丙草胺  | 43.7        | 41.4 | 43.3 | 42.0 | 42.7 | 43.6 | 42.8       | 0.94        | 2.2        | 2.7        |
| 甲草胺   | 45.2        | 42.5 | 44.6 | 42.8 | 43.9 | 45.3 | 44.0       | 1.2         | 2.7        | 3.2        |
| 敌稗    | 48.0        | 47.7 | 47.9 | 46.1 | 48.0 | 48.0 | 47.6       | 0.75        | 1.6        | 2.0        |
| 异丙甲草胺 | 44.7        | 41.9 | 44.3 | 42.1 | 44.2 | 44.9 | 43.7       | 1.3         | 3.0        | 3.4        |
| 杀草丹   | 43.7        | 41.1 | 43.2 | 41.9 | 43.0 | 43.5 | 42.7       | 1.0         | 2.4        | 3.0        |
| 丁草胺   | 43.7        | 41.1 | 43.7 | 43.0 | 42.8 | 43.9 | 43.0       | 1.0         | 2.4        | 3.3        |
| 丙草胺   | 45.2        | 42.5 | 45.1 | 44.0 | 44.6 | 45.7 | 44.5       | 1.1         | 2.5        | 3.6        |

结论：选择加标浓度为 40.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 39.9 µg/L~47.6 µg/L，标准偏差 0.75 µg/L~1.3 µg/L，相对标准偏差 1.6%~3.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.0%~3.6%。

表 1-3-1-8 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 42.1       | 38.8 | 39.3 | 43.5 | 41.8 | 37.7 | 40.5      | 2.3        | 5.6       | 7.2       |
| 异丙草胺  | 43.5       | 41.8 | 42.9 | 43.9 | 44.8 | 41.1 | 43.0      | 1.4        | 3.2       | 4.3       |
| 甲草胺   | 44.4       | 43.6 | 41.4 | 45.0 | 47.1 | 42.5 | 44.0      | 2.0        | 4.5       | 6.5       |
| 敌稗    | 42.2       | 43.9 | 46.5 | 41.3 | 47.8 | 46.5 | 44.7      | 2.6        | 5.9       | 7.3       |
| 异丙甲草胺 | 43.4       | 42.6 | 44.0 | 45.1 | 46.7 | 41.7 | 43.9      | 1.8        | 4.0       | 5.6       |
| 杀草丹   | 43.2       | 42.8 | 43.3 | 41.6 | 45.3 | 42.9 | 43.2      | 1.2        | 2.8       | 4.2       |
| 丁草胺   | 43.5       | 43.8 | 41.8 | 42.1 | 45.6 | 44.1 | 43.5      | 1.4        | 3.2       | 4.3       |
| 丙草胺   | 42.2       | 44.7 | 41.5 | 44.9 | 47.8 | 44.3 | 44.2      | 2.2        | 5.0       | 7.1       |

结论：选择加标浓度为40.0 μg/L的工业废水样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为40.5 μg/L~44.7 μg/L，标准偏差 1.2 μg/L~2.6 μg/L，相对标准偏差 2.8%~5.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.2%~7.3%。

表 1-3-1-9 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.97       | 1.99 | 2.18 | 1.90 | 2.01 | 2.11 | 2.03      | 0.10       | 5.1       | 6.9       |
| 异丙草胺  | 1.76       | 1.76 | 1.95 | 1.69 | 1.82 | 1.91 | 1.81      | 0.099      | 5.5       | 7.0       |
| 甲草胺   | 1.83       | 1.84 | 2.04 | 1.78 | 1.88 | 1.99 | 1.89      | 0.10       | 5.4       | 7.0       |
| 敌稗    | 1.58       | 1.52 | 1.73 | 1.63 | 1.71 | 1.77 | 1.66      | 0.095      | 5.7       | 7.5       |
| 异丙甲草胺 | 1.82       | 1.75 | 1.93 | 1.82 | 1.80 | 1.89 | 1.84      | 0.065      | 3.6       | 4.9       |
| 杀草丹   | 1.85       | 1.74 | 1.99 | 1.75 | 1.88 | 1.93 | 1.86      | 0.097      | 5.2       | 6.6       |
| 丁草胺   | 1.78       | 1.76 | 1.84 | 1.75 | 1.86 | 1.96 | 1.82      | 0.081      | 4.5       | 5.8       |
| 丙草胺   | 1.52       | 1.47 | 1.46 | 1.48 | 1.63 | 1.69 | 1.54      | 0.095      | 6.2       | 7.3       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的空白样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.54 μg/L~2.03 μg/L，标准偏差0.065 μg/L~0.10 μg/L，相对标准偏差3.6%~6.2%。6组平行样的最大相对偏差为4.9%~7.5%。

表 1-3-1-10 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.80        | 1.69 | 1.72 | 1.75 | 1.77 | 1.78 | 1.75       | 0.042       | 2.4        | 3.3        |
| 异丙草胺  | 1.61        | 1.51 | 1.55 | 1.57 | 1.60 | 1.58 | 1.57       | 0.036       | 2.3        | 3.2        |
| 甲草胺   | 1.70        | 1.56 | 1.62 | 1.64 | 1.67 | 1.68 | 1.64       | 0.049       | 3.0        | 4.2        |
| 敌稗    | 1.59        | 1.45 | 1.56 | 1.54 | 1.55 | 1.62 | 1.55       | 0.056       | 3.6        | 5.4        |
| 异丙甲草胺 | 1.54        | 1.42 | 1.49 | 1.48 | 1.50 | 1.54 | 1.50       | 0.046       | 3.0        | 4.2        |
| 杀草丹   | 1.75        | 1.63 | 1.78 | 1.72 | 1.69 | 1.73 | 1.72       | 0.054       | 3.1        | 4.6        |
| 丁草胺   | 2.05        | 2.04 | 2.25 | 2.06 | 1.98 | 1.93 | 2.05       | 0.11        | 5.2        | 7.5        |
| 丙草胺   | 1.60        | 1.66 | 1.78 | 1.65 | 1.69 | 1.61 | 1.67       | 0.064       | 3.9        | 5.3        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.50 µg/L~2.05 µg/L，标准偏差 0.036 µg/L~0.11 µg/L，相对标准偏差 2.3%~5.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.2%~7.5%。

表 1-3-1-11 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.74        | 1.82 | 1.81 | 1.76 | 1.86 | 2.00 | 1.83       | 0.094       | 5.1        | 7.1        |
| 异丙草胺  | 1.51        | 1.62 | 1.59 | 1.55 | 1.63 | 1.74 | 1.61       | 0.079       | 4.9        | 7.0        |
| 甲草胺   | 1.58        | 1.69 | 1.65 | 1.62 | 1.70 | 1.83 | 1.68       | 0.086       | 5.1        | 7.3        |
| 敌稗    | 1.40        | 1.50 | 1.50 | 1.57 | 1.63 | 1.88 | 1.58       | 0.16        | 10         | 15         |
| 异丙甲草胺 | 1.51        | 1.61 | 1.60 | 1.59 | 1.63 | 1.83 | 1.63       | 0.11        | 6.6        | 9.6        |
| 杀草丹   | 1.58        | 1.66 | 1.62 | 1.60 | 1.69 | 1.77 | 1.65       | 0.071       | 4.3        | 5.8        |
| 丁草胺   | 1.69        | 1.72 | 1.75 | 1.65 | 1.77 | 1.75 | 1.72       | 0.044       | 2.6        | 3.4        |
| 丙草胺   | 1.41        | 1.41 | 1.42 | 1.40 | 1.54 | 1.43 | 1.43       | 0.053       | 3.7        | 4.8        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.43 µg/L~1.83 µg/L，标准偏差 0.044 µg/L~0.16 µg/L，相对标准偏差 2.6%~10%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.4%~15%。

表 1-3-1-12 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.86       | 1.82 | 1.91 | 1.71 | 1.79 | 1.75 | 1.81      | 0.072      | 4.0       | 5.6       |
| 异丙草胺  | 1.68       | 1.66 | 1.74 | 1.52 | 1.62 | 1.57 | 1.63      | 0.080      | 4.9       | 6.9       |
| 甲草胺   | 1.72       | 1.71 | 1.79 | 1.57 | 1.67 | 1.65 | 1.68      | 0.074      | 4.4       | 6.6       |
| 敌稗    | 1.61       | 1.66 | 1.69 | 1.48 | 1.56 | 1.56 | 1.59      | 0.077      | 4.8       | 6.8       |
| 异丙甲草胺 | 1.53       | 1.50 | 1.61 | 1.41 | 1.49 | 1.46 | 1.50      | 0.067      | 4.5       | 6.5       |
| 杀草丹   | 1.73       | 1.72 | 1.81 | 1.60 | 1.69 | 1.66 | 1.70      | 0.070      | 4.1       | 6.0       |
| 丁草胺   | 1.96       | 2.03 | 2.05 | 1.81 | 1.87 | 1.90 | 1.94      | 0.094      | 4.9       | 6.2       |
| 丙草胺   | 1.49       | 1.54 | 1.68 | 1.49 | 1.59 | 1.54 | 1.55      | 0.071      | 4.6       | 6.1       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的海水样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.50 μg/L~1.94 μg/L，标准偏差0.067 μg/L~0.094 μg/L，相对标准偏差4.0%~4.9%。6组平行样的最大相对偏差为5.6%~6.9%。

表 1-3-1-13 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 15.7       | 18.3 | 17.1 | 16.9 | 18.6 | 18.1 | 17.5      | 1.1        | 6.2       | 8.3       |
| 异丙草胺  | 16.0       | 18.3 | 17.2 | 17.0 | 18.8 | 18.3 | 17.6      | 1.0        | 5.9       | 8.0       |
| 甲草胺   | 15.9       | 18.1 | 17.0 | 16.8 | 18.6 | 18.0 | 17.4      | 1.0        | 5.9       | 8.0       |
| 敌稗    | 18.9       | 20.9 | 20.1 | 19.2 | 21.6 | 21.8 | 20.4      | 1.2        | 5.9       | 7.1       |
| 异丙甲草胺 | 15.9       | 17.9 | 17.2 | 16.6 | 18.5 | 18.5 | 17.4      | 1.1        | 6.1       | 7.7       |
| 杀草丹   | 15.9       | 17.9 | 16.7 | 16.7 | 18.1 | 17.6 | 17.1      | 0.86       | 5.0       | 6.5       |
| 丁草胺   | 20.4       | 23.0 | 21.4 | 20.6 | 22.4 | 22.2 | 21.7      | 1.0        | 4.8       | 6.1       |
| 丙草胺   | 20.6       | 22.6 | 21.8 | 20.9 | 22.7 | 23.5 | 22.0      | 1.1        | 5.1       | 6.4       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.1 μg/L~22.0 μg/L，标准偏差 0.86 μg/L~1.2 μg/L，相对标准偏差 4.8%~6.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 6.1%~8.3%。

表 1-3-1-14 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 17.7       | 18.1 | 17.2 | 17.2 | 17.1 | 17.3 | 17.4      | 0.41       | 2.4       | 2.9       |
| 异丙草胺  | 17.7       | 18.1 | 17.3 | 17.2 | 17.2 | 17.3 | 17.5      | 0.36       | 2.0       | 2.6       |
| 甲草胺   | 17.4       | 17.7 | 17.0 | 16.8 | 16.8 | 16.9 | 17.1      | 0.40       | 2.3       | 2.8       |
| 敌稗    | 21.1       | 20.9 | 19.5 | 19.5 | 19.6 | 19.4 | 20.0      | 0.79       | 3.9       | 4.3       |
| 异丙甲草胺 | 17.4       | 17.7 | 16.9 | 16.9 | 16.8 | 16.8 | 17.1      | 0.36       | 2.1       | 2.6       |
| 杀草丹   | 17.3       | 17.7 | 17.2 | 17.0 | 17.2 | 17.4 | 17.3      | 0.22       | 1.3       | 1.9       |
| 丁草胺   | 23.4       | 23.9 | 23.6 | 23.5 | 23.8 | 24.0 | 23.7      | 0.24       | 1.0       | 1.2       |
| 丙草胺   | 22.9       | 23.1 | 22.6 | 22.6 | 22.7 | 22.8 | 22.8      | 0.20       | 0.87      | 1.2       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.1 μg/L～23.7 μg/L，标准偏差 0.20 μg/L～0.79 μg/L，相对标准偏差 0.87%～3.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.2%～4.3%。

表 1-3-1-15 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 33.7       | 31.4 | 33.8 | 32.9 | 33.0 | 34.1 | 33.1      | 0.97       | 2.9       | 4.1       |
| 异丙草胺  | 33.5       | 30.9 | 33.3 | 33.0 | 32.4 | 33.9 | 32.9      | 1.1        | 3.2       | 4.6       |
| 甲草胺   | 33.1       | 30.6 | 32.8 | 32.1 | 32.1 | 33.5 | 32.4      | 1.1        | 3.3       | 4.7       |
| 敌稗    | 39.9       | 37.4 | 40.6 | 37.7 | 40.3 | 41.3 | 39.5      | 1.6        | 4.0       | 4.9       |
| 异丙甲草胺 | 33.5       | 30.9 | 33.2 | 32.3 | 32.5 | 33.7 | 32.7      | 1.0        | 3.1       | 4.3       |
| 杀草丹   | 33.4       | 31.0 | 32.9 | 32.7 | 32.4 | 33.3 | 32.6      | 0.88       | 2.7       | 3.8       |
| 丁草胺   | 44.8       | 42.7 | 45.0 | 44.5 | 44.4 | 44.5 | 44.3      | 0.83       | 1.9       | 2.6       |
| 丙草胺   | 43.5       | 40.8 | 43.3 | 42.9 | 42.5 | 43.5 | 42.8      | 1.0        | 2.4       | 3.3       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 32.4 μg/L~44.3 μg/L，标准偏差 0.83 μg/L~1.6 μg/L，相对标准偏差 1.9%~4.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.6%~4.9%。

表 1-3-1-16 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 34.3       | 30.6 | 31.8 | 35.6 | 33.1 | 30.2 | 32.6      | 2.1        | 6.5       | 8.1       |
| 异丙草胺  | 33.7       | 30.5 | 31.4 | 35.0 | 32.5 | 30.2 | 32.2      | 1.9        | 5.8       | 7.3       |
| 甲草胺   | 33.6       | 30.3 | 31.4 | 34.6 | 32.8 | 29.8 | 32.1      | 1.9        | 5.9       | 7.5       |
| 敌稗    | 44.3       | 36.7 | 40.3 | 46.8 | 45.2 | 34.8 | 41.4      | 4.9        | 12        | 15        |
| 异丙甲草胺 | 34.0       | 30.5 | 31.7 | 35.1 | 33.2 | 30.0 | 32.4      | 2.0        | 6.3       | 7.9       |
| 杀草丹   | 33.4       | 31.3 | 31.9 | 34.2 | 32.7 | 31.0 | 32.4      | 1.2        | 3.8       | 4.9       |
| 丁草胺   | 43.9       | 45.2 | 43.6 | 44.4 | 44.3 | 42.4 | 44.0      | 0.93       | 2.1       | 3.2       |
| 丙草胺   | 45.2       | 40.9 | 41.6 | 45.1 | 43.6 | 40.5 | 42.8      | 2.1        | 4.9       | 5.5       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 32.1 μg/L～44.0 μg/L，标准偏差 0.93 μg/L～4.9 μg/L，相对标准偏差 2.1%～12%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.2%～15%。

表 1-3-1-17 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.89       | 1.87 | 1.88 | 1.78 | 1.91 | 2.03 | 1.89      | 0.080      | 4.3       | 6.6       |
| 异丙草胺  | 1.92       | 1.92 | 1.91 | 1.85 | 1.97 | 2.07 | 1.94      | 0.076      | 3.9       | 5.7       |
| 甲草胺   | 1.86       | 1.83 | 1.83 | 1.75 | 1.87 | 1.98 | 1.85      | 0.075      | 4.0       | 6.2       |
| 敌稗    | 1.88       | 1.92 | 1.86 | 1.85 | 2.03 | 2.10 | 1.94      | 0.10       | 5.3       | 6.4       |
| 异丙甲草胺 | 2.02       | 1.92 | 1.90 | 1.85 | 1.98 | 2.06 | 1.95      | 0.079      | 4.0       | 5.4       |
| 杀草丹   | 2.16       | 2.07 | 2.13 | 2.06 | 2.20 | 2.24 | 2.14      | 0.071      | 3.3       | 4.3       |
| 丁草胺   | 1.88       | 1.85 | 1.83 | 1.80 | 2.00 | 2.02 | 1.89      | 0.092      | 4.9       | 5.7       |
| 丙草胺   | 2.10       | 2.02 | 1.99 | 2.00 | 2.18 | 2.24 | 2.09      | 0.10       | 4.9       | 5.8       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L 的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.85 μg/L~2.14 μg/L,标准偏差 0.071 μg/L~0.10 μg/L,相对标准偏差 3.3%~5.3%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.3%~6.6%。

表 1-3-1-18 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.91        | 1.87 | 1.93 | 1.96 | 1.89 | 1.84 | 1.90       | 0.042       | 2.2        | 3.1        |
| 异丙草胺  | 1.99        | 1.94 | 2.07 | 2.06 | 1.95 | 1.91 | 1.99       | 0.065       | 3.3        | 4.0        |
| 甲草胺   | 1.89        | 1.86 | 1.94 | 1.95 | 1.87 | 1.84 | 1.89       | 0.045       | 2.4        | 2.9        |
| 敌稗    | 2.06        | 2.04 | 2.13 | 2.14 | 2.07 | 2.03 | 2.08       | 0.048       | 2.3        | 2.7        |
| 异丙甲草胺 | 1.95        | 1.94 | 2.00 | 2.02 | 1.90 | 1.87 | 1.95       | 0.059       | 3.0        | 3.9        |
| 杀草丹   | 2.29        | 2.21 | 2.46 | 2.35 | 2.21 | 2.13 | 2.27       | 0.12        | 5.2        | 7.2        |
| 丁草胺   | 2.19        | 2.23 | 2.58 | 2.29 | 2.03 | 1.94 | 2.21       | 0.22        | 10         | 14         |
| 丙草胺   | 2.22        | 2.31 | 2.57 | 2.34 | 2.15 | 2.07 | 2.28       | 0.18        | 7.8        | 11         |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.89 µg/L~2.28 µg/L，标准偏差 0.042 µg/L~0.22 µg/L，相对标准偏差 2.2%~10%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.7%~14%。

表 1-3-1-19 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（ $\mu\text{g/L}$ ） |      |      |      |      |      | 平均值（ $\mu\text{g/L}$ ） | 标准偏差（ $\mu\text{g/L}$ ） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|-------------------------|------|------|------|------|------|------------------------|-------------------------|-----------|-----------|
|       | 1                       | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                        |                         |           |           |
| 乙草胺   | 1.42                    | 1.50 | 1.34 | 1.26 | 1.66 | 1.44 | 1.44                   | 0.14                    | 9.6       | 14        |
| 异丙草胺  | 1.47                    | 1.55 | 1.39 | 1.32 | 1.74 | 1.49 | 1.49                   | 0.15                    | 9.9       | 14        |
| 甲草胺   | 1.40                    | 1.48 | 1.31 | 1.25 | 1.66 | 1.42 | 1.42                   | 0.14                    | 10        | 14        |
| 敌稗    | 1.54                    | 1.62 | 1.45 | 1.40 | 1.86 | 1.54 | 1.57                   | 0.16                    | 10        | 14        |
| 异丙甲草胺 | 1.47                    | 1.54 | 1.41 | 1.35 | 1.77 | 1.51 | 1.51                   | 0.15                    | 9.7       | 13        |
| 杀草丹   | 1.71                    | 1.80 | 1.61 | 1.55 | 1.99 | 1.71 | 1.73                   | 0.15                    | 8.9       | 12        |
| 丁草胺   | 1.49                    | 1.52 | 1.42 | 1.30 | 1.70 | 1.43 | 1.48                   | 0.14                    | 9.3       | 14        |
| 丙草胺   | 1.65                    | 1.70 | 1.58 | 1.47 | 1.90 | 1.59 | 1.65                   | 0.15                    | 8.9       | 13        |

结论：选择加标浓度为2.00  $\mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.42  $\mu\text{g/L}$ ~1.73  $\mu\text{g/L}$ ，标准偏差0.14  $\mu\text{g/L}$ ~0.16  $\mu\text{g/L}$ ，相对标准偏差 8.9%~10%。6 组平行样的最大相对偏差为 12%~14%。

表 1-3-1-20 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.69       | 1.66 | 1.77 | 1.51 | 1.65 | 1.57 | 1.64      | 0.091      | 5.5       | 7.8       |
| 异丙草胺  | 1.73       | 1.71 | 1.82 | 1.58 | 1.71 | 1.64 | 1.70      | 0.082      | 4.8       | 7.0       |
| 甲草胺   | 1.66       | 1.63 | 1.75 | 1.50 | 1.63 | 1.59 | 1.63      | 0.084      | 5.1       | 7.8       |
| 敌稗    | 2.03       | 1.85 | 1.93 | 1.69 | 1.80 | 1.77 | 1.84      | 0.12       | 6.5       | 9.0       |
| 异丙甲草胺 | 1.73       | 1.69 | 1.80 | 1.56 | 1.69 | 1.62 | 1.68      | 0.083      | 5.0       | 7.1       |
| 杀草丹   | 1.97       | 1.93 | 2.05 | 1.81 | 1.94 | 1.87 | 1.93      | 0.082      | 4.3       | 6.2       |
| 丁草胺   | 1.66       | 1.67 | 1.74 | 1.52 | 1.64 | 1.59 | 1.64      | 0.077      | 4.7       | 7.0       |
| 丙草胺   | 1.78       | 1.82 | 1.89 | 1.65 | 1.76 | 1.73 | 1.77      | 0.080      | 4.5       | 6.6       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的海水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.63 μg/L~1.93 μg/L，标准偏差 0.077 μg/L~0.12 μg/L，  
相对标准偏差 4.3%~6.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 6.2%~9.0%。

表 1-3-1-21 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 17.3       | 21.1 | 20.1 | 18.1 | 21.7 | 19.3 | 19.6      | 1.7        | 8.8       | 11        |
| 异丙草胺  | 17.3       | 20.9 | 20.2 | 18.1 | 21.8 | 19.4 | 19.6      | 1.7        | 8.6       | 11        |
| 甲草胺   | 16.7       | 20.4 | 19.6 | 17.5 | 21.0 | 18.9 | 19.0      | 1.6        | 8.6       | 11        |
| 敌稗    | 17.9       | 21.1 | 21.2 | 18.4 | 22.3 | 20.8 | 20.3      | 1.7        | 8.6       | 11        |
| 异丙甲草胺 | 17.2       | 20.9 | 20.5 | 17.9 | 21.7 | 19.8 | 19.7      | 1.8        | 8.9       | 12        |
| 杀草丹   | 17.4       | 20.8 | 20.2 | 18.2 | 21.4 | 19.2 | 19.5      | 1.5        | 7.9       | 10        |
| 丁草胺   | 17.9       | 20.8 | 20.5 | 18.1 | 21.8 | 19.5 | 19.8      | 1.5        | 7.8       | 10        |
| 丙草胺   | 18.6       | 21.3 | 21.0 | 18.7 | 22.5 | 20.6 | 20.5      | 1.5        | 7.5       | 9.4       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 19.0 μg/L~20.5 μg/L，标准偏差 1.5 μg/L~1.8 μg/L，相对标准偏差 7.5%~8.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 9.4%~12%。

表 1-3-1-22 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 19.6       | 20.0 | 19.3 | 18.9 | 19.4 | 19.2 | 19.4      | 0.39       | 2.0       | 2.9       |
| 异丙草胺  | 19.5       | 20.0 | 19.4 | 19.0 | 19.4 | 19.3 | 19.4      | 0.32       | 1.6       | 2.4       |
| 甲草胺   | 19.1       | 19.5 | 18.8 | 18.3 | 18.9 | 18.7 | 18.9      | 0.39       | 2.0       | 3.0       |
| 敌稗    | 20.3       | 20.7 | 19.2 | 19.1 | 19.0 | 19.2 | 19.6      | 0.72       | 3.7       | 4.1       |
| 异丙甲草胺 | 19.5       | 20.0 | 19.2 | 18.9 | 19.3 | 19.2 | 19.4      | 0.36       | 1.9       | 2.7       |
| 杀草丹   | 19.5       | 20.3 | 19.7 | 19.2 | 19.9 | 19.3 | 19.7      | 0.39       | 2.0       | 2.7       |
| 丁草胺   | 19.7       | 20.5 | 20.0 | 19.9 | 20.0 | 20.1 | 20.0      | 0.27       | 1.3       | 2.0       |
| 丙草胺   | 20.1       | 20.8 | 20.1 | 20.2 | 20.2 | 20.1 | 20.3      | 0.25       | 1.2       | 1.6       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 18.9 μg/L～20.3 μg/L，标准偏差 0.25 μg/L～0.72 μg/L，相对标准偏差 1.2%～2.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.6%～4.1%。

表 1-3-1-23 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 35.9       | 34.2 | 36.1 | 34.4 | 35.5 | 36.0 | 35.3      | 0.83       | 2.4       | 2.7       |
| 异丙草胺  | 35.7       | 33.9 | 35.8 | 34.5 | 35.4 | 35.8 | 35.2      | 0.83       | 2.3       | 2.8       |
| 甲草胺   | 34.8       | 32.8 | 34.6 | 33.2 | 34.3 | 34.8 | 34.1      | 0.86       | 2.5       | 2.9       |
| 敌稗    | 37.7       | 35.6 | 37.8 | 34.9 | 38.1 | 39.0 | 37.2      | 1.6        | 4.2       | 5.5       |
| 异丙甲草胺 | 35.9       | 33.8 | 35.9 | 34.2 | 35.5 | 36.0 | 35.2      | 0.96       | 2.7       | 3.2       |
| 杀草丹   | 36.1       | 34.2 | 35.9 | 34.9 | 35.6 | 35.7 | 35.4      | 0.74       | 2.1       | 2.8       |
| 丁草胺   | 36.5       | 34.5 | 36.9 | 36.0 | 36.2 | 36.8 | 36.2      | 0.87       | 2.4       | 3.3       |
| 丙草胺   | 36.7       | 34.5 | 36.9 | 36.1 | 36.5 | 37.4 | 36.4      | 1.0        | 2.8       | 4.0       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 34.1 μg/L~37.2 μg/L，标准偏差 0.74 μg/L~1.6 μg/L，相对标准偏差 2.1%~4.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.7%~5.5%。

表 1-3-1-24 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 38.8       | 35.7 | 36.6 | 39.4 | 38.3 | 34.8 | 37.2      | 1.8        | 4.9       | 6.1       |
| 异丙草胺  | 38.4       | 35.8 | 36.3 | 39.2 | 37.8 | 35.0 | 37.1      | 1.6        | 4.4       | 5.7       |
| 甲草胺   | 37.4       | 34.5 | 35.3 | 38.4 | 36.9 | 33.6 | 36.0      | 1.8        | 5.1       | 6.6       |
| 敌稗    | 44.3       | 38.3 | 41.7 | 46.5 | 47.5 | 36.2 | 42.4      | 4.5        | 11        | 14        |
| 异丙甲草胺 | 38.3       | 35.5 | 36.5 | 39.2 | 38.4 | 34.6 | 37.1      | 1.8        | 4.9       | 6.3       |
| 杀草丹   | 38.7       | 36.9 | 37.4 | 39.3 | 38.4 | 35.9 | 37.8      | 1.2        | 3.3       | 4.5       |
| 丁草胺   | 38.5       | 37.4 | 37.9 | 39.5 | 39.0 | 37.2 | 38.2      | 0.90       | 2.3       | 2.9       |
| 丙草胺   | 38.7       | 36.8 | 37.3 | 39.0 | 38.9 | 36.2 | 37.8      | 1.2        | 3.2       | 3.8       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 36.0 μg/L～42.4 μg/L，标准偏差 0.90 μg/L～4.5 μg/L，相对标准偏差 2.3%～11%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.9%～14%。

表 1-3-1-25 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.75       | 1.80 | 1.73 | 1.79 | 1.75 | 1.74 | 1.76      | 0.028      | 1.6       | 1.8       |
| 异丙草胺  | 1.68       | 1.71 | 1.68 | 1.74 | 1.72 | 1.67 | 1.70      | 0.026      | 1.5       | 1.9       |
| 甲草胺   | 1.72       | 1.79 | 1.76 | 1.84 | 1.79 | 1.73 | 1.77      | 0.043      | 2.4       | 3.4       |
| 敌稗    | 2.40       | 2.37 | 2.33 | 2.39 | 2.38 | 2.37 | 2.37      | 0.025      | 1.1       | 1.5       |
| 异丙甲草胺 | 1.65       | 1.65 | 1.63 | 1.68 | 1.64 | 1.61 | 1.65      | 0.025      | 1.5       | 2.2       |
| 杀草丹   | 1.69       | 1.68 | 1.63 | 1.72 | 1.67 | 1.59 | 1.66      | 0.048      | 2.9       | 4.1       |
| 丁草胺   | 1.94       | 1.97 | 1.94 | 2.02 | 1.98 | 1.95 | 1.97      | 0.033      | 1.7       | 2.2       |
| 丙草胺   | 1.95       | 2.02 | 2.05 | 2.08 | 2.00 | 1.93 | 2.01      | 0.056      | 2.8       | 3.7       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.65 μg/L~2.37 μg/L,标准偏差0.025 μg/L~0.056 μg/L,相对标准偏差1.1%~2.9%。6组平行样的最大相对偏差为1.5%~4.1%。

表 1-3-1-26 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.91       | 1.86 | 1.88 | 1.85 | 1.86 | 1.88 | 1.87      | 0.021      | 1.1       | 1.6       |
| 异丙草胺  | 2.02       | 1.93 | 1.91 | 1.95 | 1.95 | 1.94 | 1.95      | 0.038      | 2.0       | 2.8       |
| 甲草胺   | 1.91       | 1.84 | 1.80 | 1.84 | 1.83 | 1.84 | 1.84      | 0.038      | 2.0       | 3.1       |
| 敌稗    | 1.98       | 1.84 | 1.79 | 1.83 | 1.82 | 1.83 | 1.85      | 0.066      | 3.6       | 5.0       |
| 异丙甲草胺 | 1.96       | 1.83 | 1.87 | 1.88 | 1.91 | 1.89 | 1.89      | 0.042      | 2.2       | 3.3       |
| 杀草丹   | 1.78       | 1.72 | 1.69 | 1.70 | 1.73 | 1.72 | 1.73      | 0.031      | 1.8       | 2.6       |
| 丁草胺   | 2.04       | 1.91 | 1.95 | 1.88 | 1.97 | 1.93 | 1.94      | 0.058      | 3.0       | 4.2       |
| 丙草胺   | 2.08       | 2.04 | 1.95 | 1.96 | 2.01 | 1.98 | 2.00      | 0.051      | 2.5       | 3.4       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.73 μg/L~2.00 μg/L，标准偏差 0.021 μg/L~0.066 μg/L，相对标准偏差 1.1%~3.6%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.6%~5.0%。

表 1-3-1-27 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.64       | 1.87 | 1.76 | 1.80 | 1.70 | 1.74 | 1.75      | 0.079      | 4.5       | 6.5       |
| 异丙草胺  | 1.83       | 2.03 | 1.91 | 1.98 | 1.88 | 1.88 | 1.92      | 0.074      | 3.9       | 5.3       |
| 甲草胺   | 1.73       | 1.89 | 1.81 | 1.87 | 1.78 | 1.76 | 1.81      | 0.062      | 3.4       | 4.6       |
| 敌稗    | 1.64       | 1.78 | 1.67 | 1.71 | 1.64 | 1.65 | 1.68      | 0.053      | 3.2       | 3.9       |
| 异丙甲草胺 | 1.77       | 1.91 | 1.78 | 1.80 | 1.82 | 1.76 | 1.81      | 0.056      | 3.1       | 4.2       |
| 杀草丹   | 1.52       | 1.69 | 1.57 | 1.64 | 1.59 | 1.54 | 1.59      | 0.061      | 3.9       | 5.2       |
| 丁草胺   | 1.91       | 2.05 | 1.98 | 2.03 | 1.97 | 1.97 | 1.98      | 0.049      | 2.5       | 3.5       |
| 丙草胺   | 2.02       | 2.19 | 2.08 | 2.12 | 2.07 | 2.07 | 2.09      | 0.059      | 2.8       | 4.1       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.59 μg/L～2.09 μg/L，标准偏差 0.049 μg/L～0.079 μg/L，相对标准偏差 2.5%～4.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.5%～6.5%。

表 1-3-1-28 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.81       | 1.84 | 1.83 | 1.80 | 1.81 | 1.83 | 1.82      | 0.015      | 0.83      | 1.1       |
| 异丙草胺  | 1.93       | 1.96 | 1.93 | 1.91 | 1.93 | 1.94 | 1.93      | 0.016      | 0.82      | 1.2       |
| 甲草胺   | 1.81       | 1.82 | 1.83 | 1.79 | 1.80 | 1.82 | 1.81      | 0.013      | 0.71      | 1.0       |
| 敌稗    | 1.81       | 1.80 | 1.79 | 1.78 | 1.79 | 1.79 | 1.79      | 0.0090     | 0.50      | 0.77      |
| 异丙甲草胺 | 1.91       | 1.87 | 1.87 | 1.89 | 1.86 | 1.86 | 1.88      | 0.018      | 1.0       | 1.3       |
| 杀草丹   | 1.72       | 1.70 | 1.70 | 1.70 | 1.68 | 1.71 | 1.70      | 0.014      | 0.84      | 1.2       |
| 丁草胺   | 2.05       | 1.97 | 2.02 | 1.99 | 1.98 | 1.97 | 2.00      | 0.028      | 1.4       | 1.8       |
| 丙草胺   | 2.07       | 2.01 | 2.03 | 2.04 | 2.02 | 2.01 | 2.03      | 0.022      | 1.1       | 1.5       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的海水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.70 μg/L～2.03 μg/L，标准偏差 0.0090 μg/L～0.028 μg/L，相对标准偏差 0.50%～1.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.77%～1.8%。

表 1-3-1-29 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 17.8       | 17.7 | 18.0 | 17.7 | 18.1 | 17.8 | 17.8      | 0.16       | 0.89      | 1.1       |
| 异丙草胺  | 18.0       | 18.0 | 18.2 | 18.0 | 18.3 | 18.0 | 18.1      | 0.15       | 0.83      | 1.1       |
| 甲草胺   | 17.9       | 18.0 | 18.2 | 18.0 | 18.4 | 18.1 | 18.1      | 0.17       | 0.96      | 1.3       |
| 敌稗    | 19.6       | 19.8 | 19.8 | 19.5 | 20.0 | 19.6 | 19.7      | 0.17       | 0.89      | 1.2       |
| 异丙甲草胺 | 17.8       | 17.9 | 18.4 | 17.9 | 18.3 | 18.0 | 18.1      | 0.22       | 1.2       | 1.4       |
| 杀草丹   | 17.5       | 17.4 | 17.5 | 17.2 | 17.5 | 17.2 | 17.4      | 0.13       | 0.74      | 0.92      |
| 丁草胺   | 18.2       | 18.3 | 18.4 | 18.2 | 18.4 | 18.6 | 18.4      | 0.17       | 0.90      | 1.2       |
| 丙草胺   | 18.4       | 18.5 | 18.4 | 18.4 | 18.6 | 18.7 | 18.5      | 0.12       | 0.63      | 0.79      |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.4 μg/L～19.7 μg/L，标准偏差 0.12 μg/L～0.22 μg/L，相对标准偏差 0.63%～1.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.79%～1.4%。

表 1-3-1-30 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.5       | 17.2 | 18.2 | 17.9 | 18.2 | 18.3 | 18.1      | 0.45       | 2.5       | 3.5       |
| 异丙草胺  | 19.2       | 18.1 | 18.9 | 18.6 | 18.8 | 19.0 | 18.8      | 0.38       | 2.0       | 3.0       |
| 甲草胺   | 18.6       | 17.5 | 18.2 | 18.0 | 18.3 | 18.3 | 18.1      | 0.39       | 2.1       | 3.2       |
| 敌稗    | 18.9       | 17.9 | 18.7 | 18.4 | 18.7 | 19.1 | 18.6      | 0.40       | 2.1       | 3.1       |
| 异丙甲草胺 | 18.6       | 17.1 | 18.4 | 18.2 | 18.3 | 18.6 | 18.2      | 0.55       | 3.0       | 4.1       |
| 杀草丹   | 18.0       | 17.1 | 17.9 | 17.6 | 18.0 | 18.2 | 17.8      | 0.40       | 2.2       | 3.1       |
| 丁草胺   | 19.8       | 19.4 | 19.5 | 19.2 | 19.7 | 20.0 | 19.6      | 0.29       | 1.5       | 2.0       |
| 丙草胺   | 19.9       | 19.7 | 19.5 | 20.4 | 20.7 | 20.8 | 20.1      | 0.53       | 2.6       | 3.1       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.8 μg/L～20.1 μg/L，标准偏差 0.29 μg/L～0.55 μg/L，相对标准偏差 1.5%～3.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.0%～4.1%。

表 1-3-1-31 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 35.5       | 36.7 | 34.6 | 36.0 | 36.2 | 35.8 | 35.8      | 0.70       | 2.0       | 2.9       |
| 异丙草胺  | 36.7       | 37.6 | 35.5 | 36.9 | 37.1 | 37.9 | 36.9      | 0.83       | 2.3       | 3.2       |
| 甲草胺   | 35.8       | 36.9 | 34.6 | 36.2 | 36.3 | 36.2 | 36.0      | 0.77       | 2.1       | 3.2       |
| 敌稗    | 36.8       | 36.9 | 34.7 | 36.0 | 36.9 | 35.8 | 36.2      | 0.86       | 2.4       | 3.1       |
| 异丙甲草胺 | 36.6       | 37.5 | 35.2 | 36.3 | 37.1 | 36.1 | 36.5      | 0.80       | 2.2       | 3.1       |
| 杀草丹   | 35.7       | 36.4 | 34.0 | 35.0 | 35.6 | 35.5 | 35.4      | 0.82       | 2.3       | 3.5       |
| 丁草胺   | 37.9       | 39.3 | 37.4 | 38.4 | 39.5 | 38.5 | 38.5      | 0.80       | 2.1       | 2.7       |
| 丙草胺   | 38.0       | 39.1 | 37.7 | 38.7 | 39.1 | 38.7 | 38.5      | 0.59       | 1.5       | 1.8       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 35.4 μg/L～38.5 μg/L，标准偏差 0.59 μg/L～0.86 μg/L，相对标准偏差 1.5%～2.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.8%～3.5%。

表 1-3-1-32 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 35.7       | 36.5 | 35.6 | 35.4 | 35.4 | 35.8 | 35.7      | 0.39       | 1.1       | 1.5       |
| 异丙草胺  | 37.4       | 38.1 | 37.6 | 37.5 | 37.7 | 37.8 | 37.7      | 0.26       | 0.70      | 1.0       |
| 甲草胺   | 36.3       | 36.8 | 36.1 | 36.0 | 36.0 | 36.1 | 36.2      | 0.34       | 0.93      | 1.2       |
| 敌稗    | 36.3       | 36.5 | 35.9 | 35.6 | 35.5 | 35.3 | 35.9      | 0.47       | 1.3       | 1.7       |
| 异丙甲草胺 | 36.2       | 36.9 | 36.2 | 36.1 | 35.9 | 36.3 | 36.3      | 0.35       | 1.0       | 1.4       |
| 杀草丹   | 35.2       | 35.9 | 35.1 | 35.2 | 35.1 | 35.5 | 35.3      | 0.30       | 0.85      | 1.1       |
| 丁草胺   | 38.4       | 39.4 | 38.7 | 38.6 | 38.1 | 38.8 | 38.7      | 0.42       | 1.1       | 1.6       |
| 丙草胺   | 38.9       | 39.1 | 38.4 | 38.4 | 38.3 | 39.0 | 38.7      | 0.36       | 0.94      | 1.1       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 35.3 μg/L～38.7 μg/L，标准偏差 0.26 μg/L～0.47 μg/L，相对标准偏差 0.70%～1.3%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.0%～1.7%。

表 1-3-1-33 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.84        | 1.86 | 1.86 | 1.86 | 1.85 | 1.86 | 1.86       | 0.0084      | 0.45       | 0.54       |
| 异丙草胺  | 1.74        | 1.75 | 1.75 | 1.76 | 1.74 | 1.75 | 1.75       | 0.0075      | 0.43       | 0.57       |
| 甲草胺   | 1.89        | 1.90 | 1.89 | 1.88 | 1.89 | 1.87 | 1.89       | 0.010       | 0.55       | 0.80       |
| 敌稗    | 1.80        | 1.90 | 1.72 | 1.71 | 1.85 | 1.82 | 1.80       | 0.074       | 4.1        | 5.3        |
| 异丙甲草胺 | 1.93        | 1.92 | 1.91 | 1.93 | 1.91 | 1.91 | 1.92       | 0.010       | 0.51       | 0.52       |
| 杀草丹   | 1.83        | 1.74 | 1.70 | 1.72 | 1.87 | 1.88 | 1.79       | 0.079       | 4.4        | 5.0        |
| 丁草胺   | 1.65        | 1.64 | 1.64 | 1.64 | 1.62 | 1.63 | 1.64       | 0.010       | 0.63       | 0.92       |
| 丙草胺   | 1.62        | 1.54 | 1.62 | 1.63 | 1.64 | 1.63 | 1.61       | 0.037       | 2.3        | 3.1        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.61 µg/L~1.92 µg/L，标准偏差 0.0075 µg/L~0.079 µg/L，相对标准偏差 0.43%~4.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.52%~5.3%。

表 1-3-1-34 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.72       | 1.72 | 1.87 | 1.90 | 1.78 | 1.79 | 1.80      | 0.075      | 4.2       | 5.0       |
| 异丙草胺  | 1.76       | 1.76 | 1.95 | 1.91 | 1.85 | 1.68 | 1.82      | 0.10       | 5.6       | 7.4       |
| 甲草胺   | 1.75       | 1.75 | 1.70 | 1.95 | 1.84 | 1.79 | 1.80      | 0.088      | 4.9       | 6.8       |
| 敌稗    | 1.74       | 1.74 | 1.92 | 1.94 | 1.96 | 1.96 | 1.88      | 0.11       | 5.7       | 5.9       |
| 异丙甲草胺 | 1.85       | 1.85 | 1.83 | 1.70 | 1.82 | 1.85 | 1.82      | 0.059      | 3.2       | 4.2       |
| 杀草丹   | 1.94       | 1.94 | 1.99 | 1.78 | 1.82 | 1.78 | 1.88      | 0.092      | 4.9       | 5.6       |
| 丁草胺   | 1.94       | 1.94 | 1.94 | 1.75 | 1.82 | 1.63 | 1.84      | 0.13       | 7.0       | 8.7       |
| 丙草胺   | 1.94       | 1.94 | 1.95 | 1.79 | 1.81 | 1.64 | 1.85      | 0.12       | 6.7       | 8.6       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.80 μg/L～1.88 μg/L，标准偏差 0.059 μg/L～0.13 μg/L，相对标准偏差 3.2%～7.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.2%～8.7%。

表 1-3-1-35 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.78        | 1.78 | 1.75 | 1.75 | 1.79 | 1.77 | 1.77       | 0.017       | 0.95       | 1.1        |
| 异丙草胺  | 1.68        | 1.68 | 1.67 | 1.67 | 1.67 | 1.69 | 1.68       | 0.0082      | 0.49       | 0.60       |
| 甲草胺   | 1.78        | 1.78 | 1.76 | 1.77 | 1.80 | 1.81 | 1.78       | 0.019       | 1.0        | 1.4        |
| 敌稗    | 1.92        | 1.88 | 1.88 | 1.89 | 1.92 | 1.95 | 1.91       | 0.028       | 1.5        | 1.8        |
| 异丙甲草胺 | 1.82        | 1.87 | 1.86 | 1.89 | 1.87 | 1.87 | 1.86       | 0.023       | 1.3        | 1.9        |
| 杀草丹   | 1.83        | 1.89 | 1.76 | 1.89 | 1.84 | 1.90 | 1.85       | 0.053       | 2.9        | 3.8        |
| 丁草胺   | 1.65        | 1.66 | 1.64 | 1.65 | 1.66 | 1.66 | 1.65       | 0.0082      | 0.49       | 0.61       |
| 丙草胺   | 1.71        | 1.67 | 1.67 | 1.70 | 1.71 | 1.66 | 1.69       | 0.023       | 1.3        | 1.5        |

结论:选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行测试,测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.65 µg/L~1.91 µg/L,标准偏差 0.0082 µg/L~0.053 µg/L,相对标准偏差 0.49%~2.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.60%~3.8%。

表 1-3-1-36 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 2.01       | 1.79 | 1.81 | 1.89 | 1.62 | 1.88 | 1.83      | 0.13       | 7.1       | 11        |
| 异丙草胺  | 1.91       | 1.90 | 1.91 | 1.89 | 1.81 | 1.92 | 1.89      | 0.040      | 2.1       | 2.9       |
| 甲草胺   | 1.72       | 1.81 | 1.92 | 1.79 | 1.82 | 1.92 | 1.83      | 0.078      | 4.3       | 5.5       |
| 敌稗    | 1.76       | 1.84 | 2.19 | 1.83 | 1.86 | 1.87 | 1.89      | 0.15       | 8.0       | 11        |
| 异丙甲草胺 | 1.71       | 1.90 | 1.83 | 1.76 | 1.75 | 1.85 | 1.80      | 0.072      | 4.0       | 5.3       |
| 杀草丹   | 1.91       | 1.87 | 1.99 | 1.89 | 1.83 | 1.92 | 1.90      | 0.054      | 2.8       | 4.2       |
| 丁草胺   | 1.65       | 1.81 | 1.79 | 1.77 | 1.78 | 1.78 | 1.76      | 0.057      | 3.2       | 4.6       |
| 丙草胺   | 1.71       | 1.79 | 1.79 | 1.77 | 1.83 | 1.76 | 1.78      | 0.040      | 2.2       | 3.4       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L 的海水样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.76 μg/L~1.90 μg/L,标准偏差0.040 μg/L~0.15 μg/L,相对标准偏差 2.1%~8.0%。6组平行样的最大相对偏差为2.9%~11%。

表 1-3-1-37 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.2       | 18.2 | 18.3 | 18.2 | 18.2 | 18.2 | 18.2      | 0.041      | 0.22      | 0.27      |
| 异丙草胺  | 18.4       | 18.5 | 18.5 | 18.4 | 18.5 | 18.4 | 18.5      | 0.055      | 0.30      | 0.27      |
| 甲草胺   | 18.5       | 18.5 | 18.5 | 18.6 | 18.5 | 18.5 | 18.5      | 0.041      | 0.22      | 0.27      |
| 敌稗    | 18.0       | 18.1 | 18.1 | 18.1 | 18.0 | 18.1 | 18.1      | 0.052      | 0.29      | 0.28      |
| 异丙甲草胺 | 18.7       | 18.6 | 18.6 | 18.6 | 18.5 | 18.6 | 18.6      | 0.063      | 0.34      | 0.54      |
| 杀草丹   | 19.0       | 19.0 | 19.0 | 19.0 | 18.9 | 19.0 | 19.0      | 0.041      | 0.22      | 0.26      |
| 丁草胺   | 17.4       | 17.3 | 17.2 | 17.3 | 17.2 | 17.1 | 17.3      | 0.10       | 0.61      | 0.87      |
| 丙草胺   | 17.1       | 17.0 | 16.8 | 17.0 | 16.8 | 16.8 | 16.9      | 0.13       | 0.79      | 0.88      |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试,测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 16.9 μg/L~19.0 μg/L, 标准偏差 0.041 μg/L~0.13 μg/L, 相对标准偏差 0.22%~0.79%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.26%~0.88%。

表 1-3-1-38 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 17.9       | 18.0 | 17.9 | 18.0 | 17.9 | 18.0 | 18.0      | 0.055      | 0.31      | 0.28      |
| 异丙草胺  | 18.3       | 18.1 | 18.2 | 18.3 | 18.1 | 18.1 | 18.2      | 0.10       | 0.54      | 0.55      |
| 甲草胺   | 18.2       | 18.2 | 18.2 | 18.3 | 18.2 | 18.2 | 18.2      | 0.041      | 0.22      | 0.27      |
| 敌稗    | 17.9       | 17.8 | 17.9 | 17.9 | 17.7 | 17.8 | 17.8      | 0.082      | 0.46      | 0.56      |
| 异丙甲草胺 | 18.2       | 18.2 | 18.3 | 18.4 | 18.3 | 18.3 | 18.3      | 0.075      | 0.41      | 0.55      |
| 杀草丹   | 18.6       | 18.6 | 18.6 | 18.7 | 18.6 | 18.6 | 18.6      | 0.041      | 0.22      | 0.27      |
| 丁草胺   | 17.3       | 17.2 | 17.1 | 17.4 | 17.2 | 17.2 | 17.2      | 0.10       | 0.60      | 0.87      |
| 丙草胺   | 17.0       | 17.0 | 17.0 | 17.2 | 17.0 | 17.0 | 17.0      | 0.082      | 0.48      | 0.58      |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.0 μg/L～18.6 μg/L，标准偏差 0.041 μg/L～0.10 μg/L，相对标准偏差 0.22%～0.60%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.27%～0.87%。

表 1-3-1-39 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 38.8       | 39.3 | 39.1 | 39.2 | 39.0 | 39.1 | 39.1      | 0.17       | 0.44      | 0.64      |
| 异丙草胺  | 39.5       | 39.7 | 39.7 | 39.6 | 39.5 | 39.3 | 39.6      | 0.15       | 0.38      | 0.51      |
| 甲草胺   | 39.8       | 40.0 | 39.7 | 39.7 | 39.7 | 39.8 | 39.8      | 0.12       | 0.29      | 0.38      |
| 敌稗    | 39.6       | 39.8 | 39.8 | 39.7 | 39.9 | 39.6 | 39.7      | 0.12       | 0.30      | 0.38      |
| 异丙甲草胺 | 39.5       | 39.7 | 39.7 | 39.6 | 39.4 | 39.6 | 39.6      | 0.12       | 0.30      | 0.38      |
| 杀草丹   | 41.3       | 41.5 | 41.4 | 41.4 | 41.5 | 41.4 | 41.4      | 0.075      | 0.18      | 0.24      |
| 丁草胺   | 38.2       | 38.5 | 38.4 | 38.2 | 38.4 | 38.4 | 38.4      | 0.12       | 0.32      | 0.39      |
| 丙草胺   | 36.9       | 37.0 | 37.5 | 37.1 | 37.5 | 37.2 | 37.2      | 0.25       | 0.68      | 0.81      |

结论：选择加标浓度为40.0 μg/L的空白样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为37.2 μg/L~41.4 μg/L，标准偏差0.075 μg/L~0.25 μg/L，相对标准偏差 0.18%~0.68%。6组平行样的最大相对偏差为 0.24%~0.81%。

表 1-3-1-40 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 37.4       | 37.8 | 37.7 | 37.6 | 37.6 | 37.7 | 37.6      | 0.14       | 0.36      | 0.53      |
| 异丙草胺  | 38.0       | 38.3 | 38.2 | 38.3 | 38.2 | 38.1 | 38.2      | 0.12       | 0.31      | 0.39      |
| 甲草胺   | 38.3       | 38.3 | 38.4 | 38.3 | 38.3 | 38.1 | 38.3      | 0.10       | 0.26      | 0.39      |
| 敌稗    | 38.1       | 38.5 | 38.2 | 38.3 | 38.1 | 38.2 | 38.2      | 0.15       | 0.39      | 0.52      |
| 异丙甲草胺 | 38.3       | 38.3 | 38.2 | 38.2 | 38.2 | 38.2 | 38.2      | 0.052      | 0.14      | 0.13      |
| 杀草丹   | 39.8       | 39.8 | 39.8 | 39.9 | 39.7 | 39.7 | 39.8      | 0.075      | 0.19      | 0.25      |
| 丁草胺   | 37.4       | 37.5 | 37.4 | 37.3 | 37.4 | 37.2 | 37.4      | 0.10       | 0.28      | 0.40      |
| 丙草胺   | 36.9       | 36.7 | 37.2 | 37.1 | 36.7 | 36.7 | 36.9      | 0.22       | 0.60      | 0.68      |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 36.9 μg/L～39.8 μg/L，标准偏差 0.052 μg/L～0.22 μg/L，相对标准偏差 0.14%～0.60%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.13%～0.68%。

表 1-3-1-41 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 2.05        | 2.07 | 2.05 | 1.97 | 2.11 | 2.17 | 2.07       | 0.065       | 3.2        | 4.7        |
| 异丙草胺  | 1.90        | 1.92 | 1.88 | 1.84 | 1.97 | 2.05 | 1.93       | 0.073       | 3.8        | 5.3        |
| 甲草胺   | 1.86        | 1.84 | 1.83 | 1.78 | 1.92 | 2.00 | 1.87       | 0.077       | 4.1        | 5.9        |
| 敌稗    | 1.85        | 1.85 | 1.85 | 1.88 | 2.00 | 2.11 | 1.92       | 0.11        | 5.7        | 6.8        |
| 异丙甲草胺 | 1.94        | 1.85 | 1.82 | 1.78 | 1.87 | 2.01 | 1.88       | 0.083       | 4.4        | 6.1        |
| 杀草丹   | 1.80        | 1.74 | 1.81 | 1.75 | 1.89 | 1.93 | 1.82       | 0.077       | 4.3        | 5.3        |
| 丁草胺   | 2.15        | 2.13 | 2.10 | 2.16 | 2.36 | 2.34 | 2.21       | 0.11        | 5.1        | 5.7        |
| 丙草胺   | 2.14        | 2.04 | 2.03 | 2.10 | 2.29 | 2.32 | 2.15       | 0.12        | 5.8        | 6.6        |

结论：选择加标浓度为2.00 µg/L的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.82 µg/L~2.21 µg/L,标准偏差0.065 µg/L~0.12 µg/L,相对标准偏差3.2%~5.8%。6组平行样的最大相对偏差为4.7%~6.8%。

表 1-3-1-42 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 2.10        | 2.10 | 2.16 | 2.18 | 2.09 | 2.01 | 2.11       | 0.060       | 2.8        | 4.0        |
| 异丙草胺  | 2.04        | 2.01 | 2.13 | 2.11 | 2.00 | 1.90 | 2.03       | 0.082       | 4.0        | 5.5        |
| 甲草胺   | 1.96        | 1.95 | 2.01 | 2.04 | 1.93 | 1.87 | 1.96       | 0.061       | 3.1        | 4.4        |
| 敌稗    | 1.92        | 1.95 | 2.02 | 2.06 | 1.93 | 1.87 | 1.96       | 0.070       | 3.6        | 5.0        |
| 异丙甲草胺 | 1.88        | 1.86 | 1.97 | 1.95 | 1.86 | 1.78 | 1.88       | 0.067       | 3.6        | 4.9        |
| 杀草丹   | 1.94        | 1.89 | 2.11 | 2.00 | 1.85 | 1.73 | 1.92       | 0.13        | 6.8        | 10         |
| 丁草胺   | 1.91        | 1.97 | 2.21 | 1.97 | 1.80 | 1.72 | 1.93       | 0.17        | 8.7        | 12         |
| 丙草胺   | 2.52        | 2.60 | 2.86 | 2.60 | 2.40 | 2.31 | 2.55       | 0.19        | 7.5        | 11         |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.88 µg/L~2.55 µg/L，标准偏差 0.060 µg/L~0.19 µg/L，相对标准偏差 2.8%~8.7%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.0%~12%。

表 1-3-1-43 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.60        | 1.65 | 1.71 | 1.71 | 1.65 | 1.63 | 1.66       | 0.043       | 2.6        | 3.3        |
| 异丙草胺  | 1.50        | 1.53 | 1.60 | 1.59 | 1.55 | 1.53 | 1.55       | 0.036       | 2.3        | 3.0        |
| 甲草胺   | 1.46        | 1.48 | 1.54 | 1.56 | 1.48 | 1.47 | 1.50       | 0.041       | 2.7        | 3.4        |
| 敌稗    | 1.50        | 1.53 | 1.56 | 1.56 | 1.48 | 1.46 | 1.51       | 0.044       | 2.9        | 3.5        |
| 异丙甲草胺 | 1.46        | 1.39 | 1.47 | 1.46 | 1.43 | 1.41 | 1.44       | 0.033       | 2.3        | 2.7        |
| 杀草丹   | 1.46        | 1.35 | 1.44 | 1.43 | 1.37 | 1.37 | 1.40       | 0.047       | 3.3        | 4.1        |
| 丁草胺   | 2.11        | 2.16 | 2.17 | 2.16 | 2.10 | 2.07 | 2.13       | 0.039       | 1.8        | 2.3        |
| 丙草胺   | 1.85        | 1.88 | 1.89 | 1.94 | 1.85 | 1.83 | 1.87       | 0.040       | 2.1        | 3.0        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.40 µg/L~2.13 µg/L，标准偏差 0.033 µg/L~0.047 µg/L，相对标准偏差 1.8%~3.3%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.3%~4.1%。

表 1-3-1-44 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.88       | 1.86 | 1.98 | 1.74 | 1.81 | 1.82 | 1.85      | 0.082      | 4.4       | 6.6       |
| 异丙草胺  | 1.78       | 1.74 | 1.87 | 1.61 | 1.71 | 1.69 | 1.73      | 0.088      | 5.1       | 7.6       |
| 甲草胺   | 1.72       | 1.70 | 1.81 | 1.56 | 1.64 | 1.63 | 1.68      | 0.085      | 5.1       | 7.3       |
| 敌稗    | 1.70       | 1.66 | 1.75 | 1.52 | 1.57 | 1.61 | 1.64      | 0.085      | 5.2       | 7.1       |
| 异丙甲草胺 | 1.61       | 1.56 | 1.71 | 1.44 | 1.57 | 1.53 | 1.57      | 0.089      | 5.7       | 8.5       |
| 杀草丹   | 1.62       | 1.54 | 1.67 | 1.43 | 1.54 | 1.52 | 1.55      | 0.082      | 5.3       | 7.5       |
| 丁草胺   | 2.31       | 2.31 | 2.37 | 2.16 | 2.19 | 2.24 | 2.26      | 0.081      | 3.6       | 4.7       |
| 丙草胺   | 2.05       | 2.01 | 2.10 | 1.87 | 1.97 | 1.95 | 1.99      | 0.083      | 4.2       | 5.9       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L 的海水样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.55 μg/L~2.26 μg/L,标准偏差0.081 μg/L~0.089 μg/L,相对标准偏差 3.6%~5.7%。6组平行样的最大相对偏差为4.7%~8.5%。

表 1-3-1-45 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 16.6       | 21.2 | 20.1 | 17.9 | 18.1 | 18.2 | 18.7      | 1.6        | 8.8       | 12        |
| 异丙草胺  | 18.0       | 21.9 | 21.0 | 19.0 | 20.1 | 18.6 | 19.8      | 1.5        | 7.6       | 10        |
| 甲草胺   | 17.8       | 21.7 | 20.6 | 18.7 | 20.1 | 18.4 | 19.6      | 1.5        | 7.6       | 10        |
| 敌稗    | 18.1       | 21.2 | 21.0 | 18.1 | 19.2 | 17.6 | 19.2      | 1.6        | 8.2       | 9.4       |
| 异丙甲草胺 | 17.7       | 21.4 | 21.1 | 18.5 | 20.3 | 18.1 | 19.5      | 1.6        | 8.2       | 10        |
| 杀草丹   | 17.6       | 21.4 | 20.6 | 18.3 | 19.2 | 18.0 | 19.2      | 1.6        | 8.1       | 10        |
| 丁草胺   | 18.3       | 21.9 | 21.4 | 18.6 | 19.9 | 19.1 | 19.9      | 1.5        | 7.6       | 9.0       |
| 丙草胺   | 19.0       | 22.0 | 21.8 | 19.2 | 20.8 | 19.1 | 20.3      | 1.4        | 6.8       | 7.2       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 18.7 μg/L~20.3 μg/L，标准偏差 1.4 μg/L~1.6 μg/L，相对标准偏差 6.8%~8.8%。6 组平行样的最大相对偏差为 7.2%~12%。

表 1-3-1-46 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 19.3       | 19.7 | 19.2 | 18.8 | 19.4 | 19.5 | 19.3      | 0.31       | 1.6       | 2.4       |
| 异丙草胺  | 19.5       | 20.0 | 19.4 | 19.2 | 19.9 | 19.7 | 19.6      | 0.28       | 1.4       | 1.9       |
| 甲草胺   | 19.2       | 20.0 | 19.2 | 18.8 | 19.6 | 19.6 | 19.4      | 0.42       | 2.2       | 3.1       |
| 敌稗    | 18.6       | 18.9 | 17.5 | 17.4 | 17.5 | 17.9 | 18.0      | 0.64       | 3.6       | 4.1       |
| 异丙甲草胺 | 19.3       | 19.9 | 19.0 | 18.9 | 19.2 | 19.1 | 19.2      | 0.38       | 2.0       | 2.7       |
| 杀草丹   | 19.0       | 19.6 | 19.0 | 18.5 | 19.0 | 19.1 | 19.0      | 0.34       | 1.8       | 2.8       |
| 丁草胺   | 20.2       | 20.7 | 20.4 | 20.1 | 20.3 | 20.4 | 20.3      | 0.23       | 1.1       | 1.7       |
| 丙草胺   | 20.0       | 20.3 | 20.0 | 19.8 | 19.9 | 19.8 | 20.0      | 0.20       | 1.0       | 1.4       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 18.0 μg/L～20.3 μg/L，标准偏差 0.20 μg/L～0.64 μg/L，相对标准偏差 1.0%～3.6%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.4%～4.1%。

表 1-3-1-47 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 33.0        | 31.7 | 35.2 | 33.6 | 34.2 | 34.2 | 33.6       | 1.2         | 3.6        | 5.3        |
| 异丙草胺  | 37.0        | 34.0 | 36.4 | 35.3 | 36.8 | 37.4 | 36.2       | 1.3         | 3.5        | 4.8        |
| 甲草胺   | 36.9        | 34.1 | 36.3 | 35.1 | 37.1 | 37.5 | 36.2       | 1.3         | 3.6        | 4.7        |
| 敌稗    | 35.8        | 34.7 | 36.1 | 33.7 | 37.3 | 37.4 | 35.8       | 1.5         | 4.1        | 5.2        |
| 异丙甲草胺 | 36.7        | 34.3 | 36.6 | 35.0 | 36.5 | 37.4 | 36.1       | 1.2         | 3.3        | 4.3        |
| 杀草丹   | 37.0        | 34.2 | 36.4 | 35.2 | 35.9 | 36.7 | 35.9       | 1.0         | 2.9        | 3.9        |
| 丁草胺   | 37.9        | 35.4 | 37.0 | 36.7 | 36.8 | 38.1 | 37.0       | 0.95        | 2.6        | 3.6        |
| 丙草胺   | 37.4        | 35.6 | 37.4 | 36.8 | 36.6 | 38.8 | 37.1       | 1.1         | 2.8        | 4.3        |

结论：选择加标浓度为 40.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 33.6 µg/L~37.1 µg/L，标准偏差 0.95 µg/L~1.5 µg/L，相对标准偏差 2.6%~4.1%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.6%~5.3%。

表 1-3-1-48 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 38.9       | 35.4 | 36.4 | 40.2 | 38.9 | 34.7 | 37.4      | 2.2        | 5.9       | 7.3       |
| 异丙草胺  | 38.8       | 35.8 | 36.4 | 39.9 | 38.4 | 35.1 | 37.4      | 1.9        | 5.1       | 6.3       |
| 甲草胺   | 38.8       | 35.1 | 36.5 | 40.0 | 39.1 | 34.9 | 37.4      | 2.2        | 5.8       | 6.7       |
| 敌稗    | 39.2       | 34.4 | 36.9 | 41.8 | 42.5 | 32.6 | 37.9      | 4.0        | 11        | 13        |
| 异丙甲草胺 | 38.6       | 35.6 | 36.6 | 39.6 | 38.6 | 34.8 | 37.3      | 1.9        | 5.1       | 6.4       |
| 杀草丹   | 37.3       | 35.9 | 35.9 | 38.1 | 37.1 | 35.4 | 36.6      | 1.0        | 2.9       | 3.7       |
| 丁草胺   | 38.6       | 36.9 | 37.4 | 39.3 | 38.4 | 36.5 | 37.9      | 1.1        | 2.9       | 3.7       |
| 丙草胺   | 38.5       | 36.3 | 37.5 | 39.3 | 39.2 | 35.8 | 37.8      | 1.5        | 3.9       | 4.6       |

结论：选择加标浓度为40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为36.6 μg/L~37.9 μg/L，标准偏差1.0 μg/L~4.0 μg/L，  
相对标准偏差 2.9%~11%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.7%~13%。

1.3.2 固相萃取法

表 1-3-2-1 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（ $\mu\text{g/L}$ ） |      |      |      |      |      | 平均值（ $\mu\text{g/L}$ ） | 标准偏差（ $\mu\text{g/L}$ ） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|-------------------------|------|------|------|------|------|------------------------|-------------------------|-----------|-----------|
|       | 1                       | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |                        |                         |           |           |
| 乙草胺   | 1.56                    | 1.56 | 1.69 | 1.55 | 1.58 | 1.52 | 1.58                   | 0.059                   | 3.7       | 5.2       |
| 异丙草胺  | 1.50                    | 1.47 | 1.60 | 1.53 | 1.49 | 1.48 | 1.51                   | 0.046                   | 3.1       | 4.1       |
| 甲草胺   | 1.46                    | 1.42 | 1.54 | 1.49 | 1.45 | 1.45 | 1.47                   | 0.043                   | 2.9       | 4.0       |
| 敌稗    | 1.80                    | 1.85 | 1.84 | 1.81 | 1.72 | 1.77 | 1.80                   | 0.048                   | 2.7       | 3.7       |
| 异丙甲草胺 | 1.67                    | 1.72 | 1.72 | 1.82 | 1.77 | 1.74 | 1.74                   | 0.051                   | 3.0       | 4.3       |
| 杀草丹   | 1.41                    | 1.44 | 1.54 | 1.59 | 1.58 | 1.45 | 1.50                   | 0.078                   | 5.2       | 6.1       |
| 丁草胺   | 1.54                    | 1.54 | 1.64 | 1.67 | 1.55 | 1.51 | 1.57                   | 0.063                   | 4.0       | 4.9       |
| 丙草胺   | 1.69                    | 1.69 | 1.77 | 1.76 | 1.70 | 1.64 | 1.71                   | 0.050                   | 3.0       | 3.9       |

结论:选择加标浓度为2.00  $\mu\text{g/L}$ 的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.47  $\mu\text{g/L}$ ~1.80  $\mu\text{g/L}$ ,标准偏差0.043  $\mu\text{g/L}$ ~0.078  $\mu\text{g/L}$ ,相对标准偏差2.7%~5.2%。6组平行样的最大相对偏差为3.7%~6.1%。

表 1-3-2-2 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.70       | 1.79 | 1.80 | 1.79 | 1.83 | 1.71 | 1.77      | 0.055      | 3.1       | 3.8       |
| 异丙草胺  | 1.56       | 1.67 | 1.63 | 1.67 | 1.72 | 1.62 | 1.64      | 0.055      | 3.3       | 4.9       |
| 甲草胺   | 1.67       | 1.75 | 1.72 | 1.73 | 1.80 | 1.71 | 1.73      | 0.044      | 2.5       | 3.7       |
| 敌稗    | 2.00       | 1.99 | 2.05 | 2.01 | 2.07 | 2.05 | 2.03      | 0.033      | 1.6       | 2.0       |
| 异丙甲草胺 | 1.65       | 1.69 | 1.67 | 1.69 | 1.68 | 1.64 | 1.67      | 0.023      | 1.4       | 1.7       |
| 杀草丹   | 1.43       | 1.53 | 1.44 | 1.46 | 1.59 | 1.46 | 1.48      | 0.062      | 4.2       | 5.3       |
| 丁草胺   | 1.79       | 1.84 | 1.84 | 1.78 | 1.96 | 1.84 | 1.84      | 0.066      | 3.6       | 5.0       |
| 丙草胺   | 1.72       | 1.77 | 1.78 | 1.78 | 1.89 | 1.83 | 1.79      | 0.057      | 3.2       | 4.6       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.48 μg/L～2.03 μg/L，标准偏差 0.023 μg/L～0.066 μg/L，相对标准偏差 1.4%～4.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.7%～5.3%。

表 1-3-2-3 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.97        | 1.86 | 1.80 | 1.83 | 1.75 | 1.77 | 1.83       | 0.079       | 4.3        | 5.9        |
| 异丙草胺  | 1.81        | 1.69 | 1.62 | 1.68 | 1.59 | 1.63 | 1.67       | 0.077       | 4.6        | 6.3        |
| 甲草胺   | 1.90        | 1.76 | 1.68 | 1.77 | 1.67 | 1.71 | 1.75       | 0.086       | 4.9        | 6.6        |
| 敌稗    | 2.19        | 2.06 | 2.00 | 2.09 | 2.06 | 2.03 | 2.07       | 0.066       | 3.2        | 4.5        |
| 异丙甲草胺 | 1.90        | 1.78 | 1.71 | 1.77 | 1.63 | 1.73 | 1.75       | 0.090       | 5.1        | 7.6        |
| 杀草丹   | 1.48        | 1.41 | 1.40 | 1.45 | 1.42 | 1.42 | 1.43       | 0.028       | 2.0        | 2.6        |
| 丁草胺   | 1.90        | 1.81 | 2.13 | 2.01 | 1.92 | 1.76 | 1.92       | 0.14        | 7.1        | 9.7        |
| 丙草胺   | 1.93        | 1.82 | 1.93 | 1.93 | 1.83 | 1.81 | 1.87       | 0.061       | 3.2        | 3.3        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.43 µg/L~2.07 µg/L，标准偏差 0.061 µg/L~0.14 µg/L，相对标准偏差 2.0%~7.1%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.6%~9.7%。

表 1-3-2-4 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.86       | 2.09 | 1.80 | 1.83 | 1.73 | 1.55 | 1.81      | 0.18       | 9.8       | 15        |
| 异丙草胺  | 1.73       | 1.88 | 1.70 | 1.70 | 1.55 | 1.45 | 1.66      | 0.15       | 9.0       | 13        |
| 甲草胺   | 1.79       | 1.92 | 1.78 | 1.78 | 1.61 | 1.52 | 1.73      | 0.14       | 8.3       | 12        |
| 敌稗    | 2.00       | 1.99 | 2.13 | 1.97 | 1.87 | 1.77 | 1.95      | 0.12       | 6.3       | 9.2       |
| 异丙甲草胺 | 1.82       | 1.89 | 1.78 | 1.79 | 1.59 | 1.51 | 1.73      | 0.15       | 8.6       | 11        |
| 杀草丹   | 1.43       | 1.46 | 1.42 | 1.45 | 1.40 | 1.33 | 1.41      | 0.047      | 3.3       | 4.7       |
| 丁草胺   | 1.77       | 1.76 | 1.69 | 1.63 | 1.87 | 1.83 | 1.76      | 0.088      | 5.0       | 6.7       |
| 丙草胺   | 1.84       | 1.78 | 1.74 | 1.70 | 1.76 | 1.71 | 1.76      | 0.051      | 2.9       | 4.0       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L 的海水样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.41 μg/L~1.95 μg/L,标准偏差0.051 μg/L~0.18 μg/L,相对标准偏差 2.9%~9.8%。6组平行样的最大相对偏差为4.0%~15%。

表 1-3-2-5 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 17.2        | 18.6 | 16.1 | 16.1 | 15.0 | 18.0 | 16.8       | 1.4         | 8.1        | 11         |
| 异丙草胺  | 18.1        | 20.0 | 16.8 | 17.2 | 15.8 | 19.4 | 17.9       | 1.6         | 9.0        | 12         |
| 甲草胺   | 18.1        | 20.1 | 16.9 | 17.2 | 15.8 | 19.5 | 18.0       | 1.6         | 9.0        | 12         |
| 敌稗    | 21.4        | 23.6 | 20.4 | 21.0 | 18.6 | 22.7 | 21.3       | 1.8         | 8.3        | 12         |
| 异丙甲草胺 | 18.8        | 20.9 | 17.4 | 17.8 | 16.1 | 20.3 | 18.5       | 1.8         | 9.7        | 13         |
| 杀草丹   | 16.1        | 17.8 | 14.6 | 14.8 | 13.2 | 17.2 | 15.6       | 1.7         | 11         | 15         |
| 丁草胺   | 18.7        | 21.2 | 18.0 | 18.1 | 16.4 | 20.7 | 18.9       | 1.8         | 9.7        | 13         |
| 丙草胺   | 20.6        | 23.3 | 19.9 | 19.7 | 17.2 | 22.1 | 20.5       | 2.1         | 10         | 15         |

结论：选择加标浓度为 20.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 15.6 µg/L~21.3 µg/L，标准偏差 1.4 µg/L~2.1 µg/L，相对标准偏差 8.1%~11%。6 组平行样的最大相对偏差为 11%~15%。

表 1-3-2-6 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.4       | 17.7 | 18.9 | 19.0 | 18.8 | 19.2 | 18.7      | 0.53       | 2.8       | 4.0       |
| 异丙草胺  | 19.6       | 18.6 | 20.1 | 19.9 | 20.0 | 20.5 | 19.8      | 0.64       | 3.2       | 4.7       |
| 甲草胺   | 20.0       | 19.1 | 20.3 | 20.4 | 20.4 | 20.9 | 20.2      | 0.60       | 3.0       | 4.5       |
| 敌稗    | 22.7       | 23.4 | 22.6 | 24.0 | 20.8 | 23.8 | 22.9      | 1.2        | 5.1       | 7.0       |
| 异丙甲草胺 | 19.7       | 18.4 | 20.0 | 19.8 | 19.2 | 20.2 | 19.5      | 0.67       | 3.4       | 4.8       |
| 杀草丹   | 18.1       | 17.8 | 18.7 | 17.7 | 20.3 | 19.2 | 18.6      | 0.97       | 5.2       | 6.6       |
| 丁草胺   | 21.0       | 19.9 | 21.5 | 19.8 | 22.0 | 22.2 | 21.1      | 1.1        | 5.0       | 5.8       |
| 丙草胺   | 22.5       | 21.1 | 22.8 | 21.5 | 22.1 | 23.0 | 22.2      | 0.76       | 3.4       | 4.3       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 18.6 μg/L～22.9 μg/L，标准偏差 0.53 μg/L～1.2 μg/L，相对标准偏差 2.8%～5.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.0%～7.0%。

表 1-3-2-7 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 37.5        | 38.0 | 36.2 | 37.2 | 36.3 | 35.0 | 36.7       | 1.1         | 3.0        | 4.1        |
| 异丙草胺  | 39.8        | 40.8 | 39.9 | 40.2 | 39.6 | 37.5 | 39.6       | 1.1         | 2.9        | 4.3        |
| 甲草胺   | 41.4        | 42.3 | 40.6 | 41.3 | 40.2 | 38.8 | 40.8       | 1.2         | 3.0        | 4.4        |
| 敌稗    | 48.6        | 47.1 | 47.2 | 47.6 | 46.4 | 51.0 | 48.0       | 1.7         | 3.5        | 4.8        |
| 异丙甲草胺 | 42.7        | 44.7 | 42.8 | 42.9 | 42.6 | 40.5 | 42.7       | 1.3         | 3.1        | 4.9        |
| 杀草丹   | 40.5        | 40.9 | 40.3 | 39.8 | 39.6 | 36.4 | 39.6       | 1.6         | 4.1        | 5.8        |
| 丁草胺   | 42.7        | 44.0 | 43.4 | 45.0 | 44.4 | 40.8 | 43.4       | 1.5         | 3.5        | 4.9        |
| 丙草胺   | 44.9        | 47.6 | 46.5 | 47.3 | 46.6 | 43.3 | 46.0       | 1.6         | 3.5        | 4.7        |

结论：选择加标浓度为 40.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 36.7 µg/L~48.0 µg/L，标准偏差 1.1 µg/L~1.7 µg/L，相对标准偏差 2.9%~4.1%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.1%~5.8%。

表 1-3-2-8 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 35.1       | 37.6 | 37.1 | 37.3 | 37.4 | 35.3 | 36.6      | 1.2        | 3.1       | 3.5       |
| 异丙草胺  | 37.9       | 40.8 | 39.2 | 40.4 | 40.0 | 38.0 | 39.4      | 1.2        | 3.1       | 3.7       |
| 甲草胺   | 39.0       | 42.2 | 41.4 | 41.8 | 41.9 | 39.3 | 40.9      | 1.4        | 3.4       | 3.9       |
| 敌稗    | 42.8       | 46.3 | 47.0 | 46.4 | 45.1 | 47.2 | 45.8      | 1.6        | 3.6       | 4.9       |
| 异丙甲草胺 | 39.7       | 42.3 | 41.9 | 41.8 | 40.6 | 39.4 | 41.0      | 1.2        | 3.0       | 3.6       |
| 杀草丹   | 39.3       | 40.9 | 38.8 | 40.9 | 39.6 | 37.4 | 39.5      | 1.3        | 3.4       | 4.6       |
| 丁草胺   | 41.0       | 40.4 | 40.2 | 43.2 | 37.1 | 38.5 | 40.1      | 2.1        | 5.2       | 7.5       |
| 丙草胺   | 44.2       | 45.2 | 44.2 | 46.7 | 41.5 | 42.4 | 44.0      | 1.9        | 4.3       | 5.9       |

结论：选择加标浓度为40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为36.6 μg/L～45.8 μg/L，标准偏差1.2 μg/L～2.1 μg/L，相对标准偏差 3.0%～5.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.5%～7.5%。

表 1-3-2-9 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.63       | 1.59 | 1.70 | 1.68 | 1.62 | 1.61 | 1.64      | 0.043      | 2.6       | 3.3       |
| 异丙草胺  | 1.48       | 1.45 | 1.55 | 1.54 | 1.50 | 1.47 | 1.50      | 0.036      | 2.4       | 3.0       |
| 甲草胺   | 1.53       | 1.50 | 1.59 | 1.58 | 1.51 | 1.50 | 1.53      | 0.040      | 2.6       | 3.0       |
| 敌稗    | 1.56       | 1.52 | 1.55 | 1.53 | 1.41 | 1.44 | 1.50      | 0.062      | 4.1       | 5.1       |
| 异丙甲草胺 | 1.41       | 1.41 | 1.43 | 1.46 | 1.43 | 1.39 | 1.42      | 0.023      | 1.7       | 2.4       |
| 杀草丹   | 1.42       | 1.42 | 1.43 | 1.41 | 1.50 | 1.42 | 1.43      | 0.034      | 2.4       | 3.1       |
| 丁草胺   | 2.04       | 2.05 | 2.12 | 2.15 | 2.07 | 2.04 | 2.08      | 0.045      | 2.2       | 2.6       |
| 丙草胺   | 1.57       | 1.56 | 1.63 | 1.66 | 1.59 | 1.68 | 1.62      | 0.049      | 3.0       | 3.6       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的空白样品进行测试，测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.43 μg/L~2.08 μg/L，标准偏差0.023 μg/L~0.062 μg/L，相对标准偏差1.7%~4.1%。6组平行样的最大相对偏差为2.4%~5.1%。

表 1-3-2-10 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.89        | 2.00 | 1.89 | 1.94 | 2.00 | 1.90 | 1.94       | 0.054       | 2.8        | 3.0        |
| 异丙草胺  | 1.70        | 1.83 | 1.74 | 1.78 | 1.85 | 1.78 | 1.78       | 0.054       | 3.0        | 4.1        |
| 甲草胺   | 1.81        | 1.91 | 1.82 | 1.87 | 1.94 | 1.83 | 1.86       | 0.053       | 2.9        | 3.4        |
| 敌稗    | 1.83        | 1.89 | 1.86 | 1.83 | 1.90 | 1.87 | 1.86       | 0.029       | 1.5        | 1.9        |
| 异丙甲草胺 | 1.61        | 1.68 | 1.60 | 1.67 | 1.67 | 1.62 | 1.64       | 0.034       | 2.1        | 2.5        |
| 杀草丹   | 1.73        | 1.87 | 1.72 | 1.77 | 1.89 | 1.79 | 1.79       | 0.069       | 3.8        | 4.6        |
| 丁草胺   | 2.43        | 2.56 | 2.50 | 2.47 | 2.72 | 2.58 | 2.54       | 0.10        | 4.1        | 5.6        |
| 丙草胺   | 2.00        | 2.07 | 2.08 | 2.05 | 2.20 | 2.09 | 2.08       | 0.066       | 3.2        | 4.7        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.64 µg/L~2.54 µg/L，标准偏差 0.029 µg/L~0.10 µg/L，相对标准偏差 1.5%~4.1%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.9%~5.6%。

表 1-3-2-11 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.69        | 1.71 | 1.71 | 1.72 | 1.71 | 1.68 | 1.70       | 0.016       | 0.92       | 1.1        |
| 异丙草胺  | 1.54        | 1.55 | 1.56 | 1.56 | 1.56 | 1.53 | 1.55       | 0.015       | 1.0        | 1.2        |
| 甲草胺   | 1.61        | 1.61 | 1.62 | 1.63 | 1.62 | 1.59 | 1.61       | 0.014       | 0.85       | 1.2        |
| 敌稗    | 1.58        | 1.57 | 1.66 | 1.62 | 1.62 | 1.58 | 1.61       | 0.036       | 2.2        | 3.0        |
| 异丙甲草胺 | 1.45        | 1.50 | 1.42 | 1.41 | 1.49 | 1.48 | 1.46       | 0.036       | 2.5        | 2.9        |
| 杀草丹   | 1.47        | 1.47 | 1.55 | 1.53 | 1.55 | 1.49 | 1.51       | 0.038       | 2.5        | 2.7        |
| 丁草胺   | 2.18        | 2.18 | 2.30 | 2.32 | 2.39 | 2.21 | 2.26       | 0.085       | 3.8        | 4.6        |
| 丙草胺   | 1.55        | 1.57 | 1.68 | 1.67 | 1.65 | 1.54 | 1.61       | 0.064       | 4.0        | 4.3        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.46 µg/L~2.26 µg/L，标准偏差 0.014 µg/L~0.085 µg/L，相对标准偏差 0.85%~4.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.1%~4.6%。

表 1-3-2-12 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.86       | 2.18 | 1.95 | 1.78 | 1.77 | 1.80 | 1.89      | 0.16       | 8.3       | 10        |
| 异丙草胺  | 1.72       | 2.03 | 1.81 | 1.63 | 1.62 | 1.64 | 1.74      | 0.16       | 9.1       | 11        |
| 甲草胺   | 1.77       | 2.10 | 1.88 | 1.68 | 1.68 | 1.72 | 1.80      | 0.16       | 9.1       | 11        |
| 敌稗    | 1.72       | 1.89 | 1.98 | 1.61 | 1.70 | 1.75 | 1.77      | 0.14       | 7.7       | 10        |
| 异丙甲草胺 | 1.59       | 1.88 | 1.67 | 1.65 | 1.45 | 1.50 | 1.62      | 0.15       | 9.4       | 13        |
| 杀草丹   | 1.63       | 1.79 | 1.72 | 1.55 | 1.62 | 1.67 | 1.66      | 0.086      | 5.2       | 7.4       |
| 丁草胺   | 2.34       | 2.27 | 2.13 | 2.11 | 2.36 | 2.35 | 2.26      | 0.11       | 5.0       | 5.6       |
| 丙草胺   | 1.69       | 1.65 | 1.70 | 1.51 | 1.68 | 1.62 | 1.64      | 0.069      | 4.2       | 5.8       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L 的海水样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.62 μg/L~2.26 μg/L,标准偏差0.069 μg/L~0.16 μg/L,相对标准偏差4.2%~9.4%。6组平行样的最大相对偏差为5.6%~13%。

表 1-3-2-13 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 14.4       | 14.5 | 14.8 | 14.7 | 15.4 | 15.8 | 14.9      | 0.53       | 3.6       | 4.4       |
| 异丙草胺  | 14.6       | 14.7 | 15.0 | 14.9 | 15.6 | 15.9 | 15.1      | 0.53       | 3.5       | 4.4       |
| 甲草胺   | 14.3       | 14.3 | 14.6 | 14.6 | 15.3 | 15.5 | 14.8      | 0.52       | 3.5       | 4.3       |
| 敌稗    | 17.7       | 18.2 | 18.2 | 17.7 | 18.8 | 19.5 | 18.3      | 0.67       | 3.7       | 4.7       |
| 异丙甲草胺 | 14.6       | 14.8 | 14.9 | 14.8 | 15.7 | 16.0 | 15.1      | 0.59       | 3.9       | 4.7       |
| 杀草丹   | 14.1       | 15.4 | 14.7 | 15.9 | 16.9 | 14.1 | 15.2      | 1.1        | 7.4       | 9.3       |
| 丁草胺   | 20.0       | 20.6 | 20.9 | 19.5 | 21.9 | 22.1 | 20.8      | 1.0        | 5.0       | 6.4       |
| 丙草胺   | 19.5       | 20.3 | 20.2 | 19.3 | 21.1 | 21.4 | 20.3      | 0.82       | 4.0       | 5.1       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 14.9 μg/L~20.8 μg/L，标准偏差 0.52 μg/L~1.1 μg/L，相对标准偏差 3.5%~7.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.3%~9.3%。

表 1-3-2-14 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 15.6       | 14.6 | 15.5 | 15.9 | 15.6 | 16.3 | 15.6      | 0.58       | 3.7       | 5.7       |
| 异丙草胺  | 15.7       | 14.7 | 15.7 | 15.9 | 15.8 | 16.5 | 15.7      | 0.57       | 3.7       | 5.7       |
| 甲草胺   | 15.4       | 14.5 | 15.4 | 15.7 | 15.4 | 16.3 | 15.4      | 0.59       | 3.8       | 5.9       |
| 敌稗    | 20.4       | 18.7 | 19.6 | 19.9 | 17.3 | 20.6 | 19.4      | 1.2        | 6.4       | 8.8       |
| 异丙甲草胺 | 15.5       | 14.3 | 15.4 | 15.7 | 15.0 | 16.1 | 15.3      | 0.62       | 4.1       | 6.0       |
| 杀草丹   | 14.8       | 14.4 | 15.2 | 14.7 | 16.3 | 15.8 | 15.2      | 0.72       | 4.8       | 6.2       |
| 丁草胺   | 22.8       | 21.3 | 22.9 | 21.6 | 23.5 | 23.7 | 22.6      | 0.97       | 4.3       | 5.3       |
| 丙草胺   | 22.0       | 20.2 | 21.7 | 21.0 | 21.3 | 22.4 | 21.4      | 0.80       | 3.7       | 5.3       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 15.2 μg/L～22.6 μg/L，标准偏差 0.57 μg/L～1.2 μg/L，相对标准偏差 3.7%～6.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 5.3%～8.8%。

表 1-3-2-15 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 32.0        | 33.0 | 31.6 | 30.5 | 31.0 | 30.1 | 31.4       | 1.1         | 3.4        | 4.7        |
| 异丙草胺  | 31.2        | 32.3 | 31.3 | 30.0 | 30.8 | 29.3 | 30.8       | 1.1         | 3.5        | 4.9        |
| 甲草胺   | 30.9        | 32.0 | 30.7 | 29.5 | 30.1 | 29.3 | 30.4       | 1.0         | 3.3        | 4.4        |
| 敌稗    | 41.2        | 44.6 | 38.4 | 37.9 | 38.2 | 41.4 | 40.3       | 2.6         | 6.5        | 8.2        |
| 异丙甲草胺 | 31.8        | 33.1 | 31.7 | 30.5 | 31.4 | 30.1 | 31.4       | 1.0         | 3.3        | 4.7        |
| 杀草丹   | 30.8        | 31.4 | 30.8 | 29.2 | 30.2 | 28.2 | 30.1       | 1.2         | 4.0        | 5.4        |
| 丁草胺   | 44.2        | 46.7 | 47.0 | 44.3 | 47.6 | 42.6 | 45.4       | 2.0         | 4.4        | 5.6        |
| 丙草胺   | 41.4        | 44.8 | 44.1 | 41.6 | 43.9 | 40.2 | 42.7       | 1.8         | 4.3        | 5.4        |

结论：选择加标浓度为 40.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 30.1 µg/L~45.4 µg/L，标准偏差 1.0 µg/L~2.6 µg/L，相对标准偏差 3.3%~6.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.4%~8.2%。

表 1-3-2-16 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 29.0       | 31.1 | 30.4 | 30.5 | 31.0 | 29.4 | 30.3      | 0.86       | 2.9       | 3.5       |
| 异丙草胺  | 29.2       | 31.1 | 30.2 | 30.8 | 30.6 | 29.1 | 30.1      | 0.83       | 2.8       | 3.3       |
| 甲草胺   | 28.7       | 30.8 | 30.0 | 30.2 | 30.6 | 29.0 | 29.9      | 0.87       | 2.9       | 3.5       |
| 敌稗    | 39.7       | 41.7 | 41.2 | 41.1 | 39.9 | 40.9 | 40.8      | 0.78       | 1.9       | 2.4       |
| 异丙甲草胺 | 29.5       | 31.2 | 30.9 | 30.7 | 30.3 | 29.5 | 30.3      | 0.70       | 2.3       | 2.8       |
| 杀草丹   | 29.9       | 31.2 | 29.6 | 31.0 | 30.5 | 28.9 | 30.2      | 0.87       | 2.9       | 3.7       |
| 丁草胺   | 42.2       | 41.8 | 41.4 | 44.1 | 38.9 | 40.2 | 41.4      | 1.8        | 4.3       | 6.3       |
| 丙草胺   | 40.7       | 41.7 | 40.6 | 42.6 | 38.7 | 39.5 | 40.6      | 1.4        | 3.5       | 4.8       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 30.1 μg/L～41.4 μg/L，标准偏差 0.70 μg/L～1.8 μg/L，相对标准偏差 1.9%～4.3%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.4%～6.3%。

表 1-3-2-17 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.65       | 1.53 | 1.53 | 1.50 | 1.54 | 1.58 | 1.56      | 0.052      | 3.3       | 4.7       |
| 异丙草胺  | 1.65       | 1.56 | 1.56 | 1.54 | 1.57 | 1.62 | 1.58      | 0.042      | 2.7       | 3.4       |
| 甲草胺   | 1.57       | 1.48 | 1.47 | 1.46 | 1.48 | 1.53 | 1.50      | 0.041      | 2.7       | 3.4       |
| 敌稗    | 1.71       | 1.63 | 1.63 | 1.59 | 1.56 | 1.69 | 1.63      | 0.057      | 3.5       | 4.7       |
| 异丙甲草胺 | 1.76       | 1.64 | 1.60 | 1.64 | 1.64 | 1.69 | 1.66      | 0.059      | 3.5       | 5.0       |
| 杀草丹   | 1.44       | 1.43 | 1.46 | 1.49 | 1.54 | 1.47 | 1.47      | 0.039      | 2.7       | 3.6       |
| 丁草胺   | 1.66       | 1.62 | 1.58 | 1.59 | 1.59 | 1.64 | 1.61      | 0.034      | 2.1       | 2.7       |
| 丙草胺   | 2.01       | 1.94 | 1.86 | 1.89 | 1.81 | 1.93 | 1.91      | 0.068      | 3.6       | 5.1       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.47 μg/L~1.91 μg/L,标准偏差0.034 μg/L~0.068 μg/L,相对标准偏差2.1%~3.6%。6组平行样的最大相对偏差为2.7%~5.1%。

表 1-3-2-18 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.69       | 1.80 | 1.68 | 1.77 | 1.83 | 1.74 | 1.75      | 0.059      | 3.4       | 4.3       |
| 异丙草胺  | 1.76       | 1.88 | 1.75 | 1.84 | 1.91 | 1.80 | 1.82      | 0.065      | 3.6       | 4.3       |
| 甲草胺   | 1.68       | 1.77 | 1.67 | 1.75 | 1.81 | 1.69 | 1.73      | 0.058      | 3.4       | 4.1       |
| 敌稗    | 1.94       | 1.90 | 1.91 | 1.88 | 1.96 | 1.89 | 1.91      | 0.028      | 1.5       | 1.9       |
| 异丙甲草胺 | 1.75       | 1.80 | 1.72 | 1.85 | 1.84 | 1.78 | 1.79      | 0.050      | 2.8       | 3.7       |
| 杀草丹   | 1.87       | 2.01 | 1.83 | 1.89 | 2.03 | 1.89 | 1.92      | 0.080      | 4.2       | 5.2       |
| 丁草胺   | 1.95       | 2.05 | 1.95 | 1.94 | 2.13 | 1.99 | 2.00      | 0.077      | 3.8       | 4.9       |
| 丙草胺   | 2.03       | 2.08 | 2.00 | 2.05 | 2.13 | 2.08 | 2.06      | 0.045      | 2.2       | 3.2       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.73 μg/L～2.06 μg/L，标准偏差 0.028 μg/L～0.80 μg/L，相对标准偏差 1.5%～4.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.9%～5.2%。

表 1-3-2-19 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.44       | 1.45 | 1.47 | 1.49 | 1.47 | 1.43 | 1.46      | 0.022      | 1.5       | 2.0       |
| 异丙草胺  | 1.50       | 1.50 | 1.54 | 1.53 | 1.52 | 1.50 | 1.52      | 0.021      | 1.4       | 1.6       |
| 甲草胺   | 1.39       | 1.40 | 1.44 | 1.44 | 1.43 | 1.40 | 1.42      | 0.022      | 1.5       | 1.8       |
| 敌稗    | 1.60       | 1.64 | 1.66 | 1.64 | 1.65 | 1.59 | 1.63      | 0.029      | 1.8       | 2.1       |
| 异丙甲草胺 | 1.47       | 1.49 | 1.52 | 1.52 | 1.46 | 1.46 | 1.49      | 0.029      | 2.0       | 2.2       |
| 杀草丹   | 1.53       | 1.54 | 1.63 | 1.59 | 1.65 | 1.54 | 1.58      | 0.053      | 3.3       | 3.8       |
| 丁草胺   | 1.58       | 1.63 | 2.01 | 1.82 | 1.82 | 1.63 | 1.75      | 0.16       | 9.4       | 12        |
| 丙草胺   | 1.69       | 1.72 | 1.93 | 1.82 | 1.81 | 1.74 | 1.78      | 0.086      | 4.8       | 6.6       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.46 μg/L～1.78 μg/L，标准偏差 0.021 μg/L～0.16 μg/L，相对标准偏差 1.4%～9.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.6%～12%。

表 1-3-2-20 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.65       | 2.03 | 1.77 | 1.47 | 1.53 | 1.54 | 1.67      | 0.21       | 13        | 16        |
| 异丙草胺  | 1.71       | 2.08 | 1.81 | 1.52 | 1.57 | 1.62 | 1.72      | 0.21       | 12        | 16        |
| 甲草胺   | 1.61       | 1.98 | 1.74 | 1.46 | 1.49 | 1.53 | 1.63      | 0.20       | 12        | 15        |
| 敌稗    | 1.72       | 1.92 | 1.93 | 1.61 | 1.65 | 1.70 | 1.76      | 0.14       | 7.8       | 9.1       |
| 异丙甲草胺 | 1.75       | 2.04 | 1.84 | 1.53 | 1.55 | 1.60 | 1.72      | 0.20       | 12        | 14        |
| 杀草丹   | 1.70       | 1.89 | 1.81 | 1.54 | 1.69 | 1.75 | 1.73      | 0.12       | 7.0       | 10        |
| 丁草胺   | 1.73       | 1.92 | 1.75 | 1.44 | 1.89 | 1.97 | 1.78      | 0.19       | 11        | 16        |
| 丙草胺   | 1.89       | 2.05 | 1.92 | 1.60 | 1.90 | 1.96 | 1.89      | 0.15       | 8.1       | 12        |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的海水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.63 μg/L～1.89 μg/L，标准偏差 0.12 μg/L～0.21 μg/L，相对标准偏差 7.0%～13%。6 组平行样的最大相对偏差为 9.1%～16%。

表 1-3-2-21 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 15.9       | 15.9 | 15.8 | 15.6 | 17.2 | 17.2 | 16.3      | 0.73       | 4.5       | 5.0       |
| 异丙草胺  | 15.9       | 16.0 | 15.9 | 15.6 | 17.1 | 17.1 | 16.3      | 0.67       | 4.1       | 4.7       |
| 甲草胺   | 15.5       | 15.4 | 15.4 | 15.2 | 16.8 | 16.7 | 15.8      | 0.71       | 4.5       | 5.0       |
| 敌稗    | 16.2       | 16.5 | 16.5 | 16.2 | 17.6 | 17.7 | 16.8      | 0.67       | 4.0       | 4.5       |
| 异丙甲草胺 | 16.4       | 16.5 | 16.3 | 16.1 | 17.5 | 17.7 | 16.8      | 0.69       | 4.1       | 4.9       |
| 杀草丹   | 14.3       | 14.3 | 14.3 | 14.1 | 15.0 | 15.5 | 14.6      | 0.55       | 3.8       | 4.7       |
| 丁草胺   | 15.7       | 16.1 | 16.3 | 15.9 | 16.8 | 17.3 | 16.4      | 0.60       | 3.7       | 4.8       |
| 丙草胺   | 17.1       | 17.4 | 17.5 | 17.0 | 18.2 | 18.6 | 17.6      | 0.61       | 3.5       | 4.2       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 14.6 μg/L～17.6 μg/L，标准偏差 0.55 μg/L～0.73 μg/L，  
相对标准偏差 3.5%～4.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.2%～5.0%。

表 1-3-2-22 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.4       | 17.4 | 18.2 | 18.7 | 18.4 | 19.2 | 18.4      | 0.60       | 3.3       | 5.0       |
| 异丙草胺  | 18.6       | 17.5 | 18.5 | 18.8 | 18.6 | 19.3 | 18.5      | 0.60       | 3.2       | 5.0       |
| 甲草胺   | 17.9       | 16.9 | 17.9 | 18.2 | 17.8 | 18.7 | 17.9      | 0.62       | 3.4       | 5.3       |
| 敌稗    | 19.0       | 17.9 | 18.6 | 18.9 | 16.5 | 19.8 | 18.4      | 1.1        | 6.1       | 8.9       |
| 异丙甲草胺 | 18.4       | 17.1 | 18.2 | 18.4 | 17.7 | 18.9 | 18.1      | 0.65       | 3.6       | 5.1       |
| 杀草丹   | 17.3       | 17.0 | 17.7 | 17.3 | 19.2 | 18.5 | 17.8      | 0.85       | 4.8       | 6.0       |
| 丁草胺   | 19.3       | 18.1 | 19.2 | 18.2 | 19.6 | 20.3 | 19.1      | 0.85       | 4.4       | 5.8       |
| 丙草胺   | 19.9       | 18.5 | 19.7 | 19.1 | 19.4 | 20.3 | 19.5      | 0.65       | 3.3       | 4.8       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.8 μg/L～19.5 μg/L，标准偏差 0.60 μg/L～1.1 μg/L，相对标准偏差 3.2%～6.1%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.8%～8.9%。

表 1-3-2-23 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 31.0       | 30.0 | 30.9 | 30.3 | 30.9 | 28.4 | 30.2      | 1.0        | 3.3       | 4.4       |
| 异丙草胺  | 30.8       | 29.6 | 30.5 | 30.1 | 30.8 | 28.3 | 30.0      | 0.98       | 3.2       | 4.3       |
| 甲草胺   | 29.9       | 28.9 | 29.7 | 29.4 | 29.8 | 27.5 | 29.2      | 0.88       | 3.0       | 4.1       |
| 敌稗    | 32.2       | 30.5 | 31.1 | 31.5 | 31.4 | 29.7 | 31.1      | 0.88       | 2.8       | 4.1       |
| 异丙甲草胺 | 31.8       | 30.4 | 31.4 | 31.0 | 31.8 | 28.6 | 30.8      | 1.2        | 3.9       | 5.2       |
| 杀草丹   | 30.8       | 29.9 | 30.5 | 29.2 | 30.2 | 27.4 | 29.7      | 1.3        | 4.2       | 5.9       |
| 丁草胺   | 30.9       | 29.3 | 29.8 | 31.2 | 31.2 | 29.3 | 30.3      | 0.93       | 3.1       | 3.2       |
| 丙草胺   | 32.1       | 30.5 | 31.5 | 32.3 | 32.3 | 29.8 | 31.4      | 1.1        | 3.4       | 4.1       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 29.2 μg/L~31.4 μg/L，标准偏差 0.88 μg/L~1.3 μg/L，相对标准偏差 2.8%~4.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.2%~5.9%。

表 1-3-2-24 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 34.0       | 36.6 | 35.8 | 36.1 | 36.4 | 34.8 | 35.6      | 1.0        | 2.8       | 3.7       |
| 异丙草胺  | 34.4       | 36.8 | 35.5 | 36.5 | 35.9 | 34.5 | 35.6      | 1.0        | 2.9       | 3.5       |
| 甲草胺   | 32.9       | 35.5 | 34.8 | 34.9 | 35.2 | 33.6 | 34.5      | 1.0        | 2.9       | 3.7       |
| 敌稗    | 38.9       | 41.2 | 40.4 | 40.7 | 38.9 | 40.1 | 40.0      | 0.94       | 2.3       | 2.9       |
| 异丙甲草胺 | 34.5       | 36.7 | 36.4 | 36.2 | 35.3 | 34.7 | 35.6      | 0.92       | 2.6       | 3.1       |
| 杀草丹   | 35.3       | 37.1 | 35.2 | 36.9 | 36.0 | 34.7 | 35.9      | 1.0        | 2.8       | 3.4       |
| 丁草胺   | 35.3       | 35.0 | 34.6 | 37.1 | 32.7 | 34.0 | 34.8      | 1.5        | 4.2       | 6.3       |
| 丙草胺   | 36.1       | 37.2 | 36.2 | 38.2 | 34.5 | 35.0 | 36.2      | 1.4        | 3.8       | 5.1       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 34.5 μg/L～40.0 μg/L，标准偏差 0.92 μg/L～1.5 μg/L，相对标准偏差 2.3%～4.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.9%～6.3%。

表 1-3-2-25 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.62       | 1.58 | 1.69 | 1.69 | 1.61 | 1.60 | 1.63      | 0.048      | 2.9       | 3.4       |
| 异丙草胺  | 1.65       | 1.61 | 1.72 | 1.74 | 1.66 | 1.64 | 1.67      | 0.050      | 3.0       | 3.8       |
| 甲草胺   | 1.57       | 1.54 | 1.65 | 1.65 | 1.58 | 1.55 | 1.59      | 0.049      | 3.1       | 3.5       |
| 敌稗    | 1.68       | 1.64 | 1.68 | 1.71 | 1.56 | 1.59 | 1.64      | 0.058      | 3.5       | 4.5       |
| 异丙甲草胺 | 1.68       | 1.60 | 1.74 | 1.77 | 1.68 | 1.67 | 1.69      | 0.060      | 3.6       | 5.2       |
| 杀草丹   | 1.39       | 1.42 | 1.54 | 1.61 | 1.57 | 1.43 | 1.49      | 0.091      | 6.1       | 7.3       |
| 丁草胺   | 2.00       | 2.00 | 2.06 | 2.16 | 2.01 | 1.92 | 2.02      | 0.078      | 3.8       | 5.7       |
| 丙草胺   | 2.05       | 2.01 | 2.06 | 2.14 | 1.99 | 1.93 | 2.03      | 0.070      | 3.5       | 5.1       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.49 μg/L~2.03 μg/L,标准偏差0.048 μg/L~0.091 μg/L,相对标准偏差2.9%~6.1%。6组平行样的最大相对偏差为3.4%~7.3%。

表 1-3-2-26 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.88       | 1.99 | 1.89 | 1.97 | 2.01 | 1.86 | 1.93      | 0.065      | 3.4       | 3.9       |
| 异丙草胺  | 1.96       | 2.08 | 1.96 | 2.04 | 2.09 | 1.97 | 2.02      | 0.061      | 3.0       | 3.2       |
| 甲草胺   | 1.86       | 1.97 | 1.87 | 1.92 | 1.97 | 1.86 | 1.91      | 0.052      | 2.7       | 2.8       |
| 敌稗    | 1.92       | 1.91 | 1.89 | 1.93 | 1.91 | 1.90 | 1.91      | 0.015      | 0.80      | 1.1       |
| 异丙甲草胺 | 1.94       | 2.02 | 1.94 | 2.02 | 2.01 | 1.93 | 1.97      | 0.044      | 2.2       | 2.3       |
| 杀草丹   | 1.72       | 1.88 | 1.68 | 1.75 | 1.86 | 1.70 | 1.77      | 0.084      | 4.8       | 5.4       |
| 丁草胺   | 2.27       | 2.36 | 2.30 | 2.28 | 2.48 | 2.29 | 2.33      | 0.080      | 3.4       | 4.5       |
| 丙草胺   | 2.27       | 2.36 | 2.28 | 2.29 | 2.41 | 2.32 | 2.32      | 0.053      | 2.3       | 2.9       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.77 μg/L~2.33 μg/L，标准偏差 0.015 μg/L~0.084 μg/L，相对标准偏差 0.8%~4.8%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.1%~5.4%。

表 1-3-2-27 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.61       | 1.65 | 1.65 | 1.67 | 1.63 | 1.62 | 1.64      | 0.019      | 1.2       | 1.7       |
| 异丙草胺  | 1.68       | 1.69 | 1.73 | 1.71 | 1.71 | 1.69 | 1.70      | 0.019      | 1.1       | 1.7       |
| 甲草胺   | 1.59       | 1.61 | 1.63 | 1.64 | 1.61 | 1.59 | 1.61      | 0.017      | 1.1       | 1.4       |
| 敌稗    | 1.64       | 1.64 | 1.67 | 1.65 | 1.66 | 1.65 | 1.65      | 0.011      | 0.64      | 1.0       |
| 异丙甲草胺 | 1.70       | 1.70 | 1.74 | 1.72 | 1.68 | 1.68 | 1.70      | 0.020      | 1.1       | 1.6       |
| 杀草丹   | 1.42       | 1.41 | 1.51 | 1.47 | 1.53 | 1.40 | 1.46      | 0.048      | 3.3       | 4.2       |
| 丁草胺   | 1.86       | 1.90 | 2.32 | 2.11 | 2.13 | 1.90 | 2.04      | 0.17       | 8.1       | 11        |
| 丙草胺   | 1.90       | 1.94 | 2.15 | 2.05 | 2.04 | 1.97 | 2.01      | 0.084      | 4.2       | 6.3       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.46 μg/L～2.04 μg/L，标准偏差 0.011 μg/L～0.17 μg/L，相对标准偏差 0.64%～8.1%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.0%～11%。

表 1-3-2-28 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.83       | 2.22 | 1.97 | 1.58 | 1.72 | 1.74 | 1.84      | 0.21       | 11        | 17        |
| 异丙草胺  | 1.93       | 2.29 | 2.04 | 1.63 | 1.79 | 1.84 | 1.92      | 0.21       | 11        | 17        |
| 甲草胺   | 1.81       | 2.19 | 1.95 | 1.56 | 1.70 | 1.74 | 1.82      | 0.20       | 11        | 17        |
| 敌稗    | 1.75       | 1.91 | 2.03 | 1.50 | 1.70 | 1.70 | 1.77      | 0.17       | 9.5       | 15        |
| 异丙甲草胺 | 1.96       | 2.22 | 2.03 | 1.64 | 1.77 | 1.81 | 1.90      | 0.19       | 10        | 15        |
| 杀草丹   | 1.59       | 1.77 | 1.68 | 1.33 | 1.55 | 1.60 | 1.59      | 0.14       | 8.6       | 14        |
| 丁草胺   | 2.06       | 2.27 | 2.09 | 1.65 | 2.23 | 2.34 | 2.11      | 0.22       | 11        | 17        |
| 丙草胺   | 2.15       | 2.32 | 2.18 | 1.72 | 2.14 | 2.22 | 2.12      | 0.19       | 9.0       | 15        |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的海水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.59 μg/L～2.12 μg/L，标准偏差 0.14 μg/L～0.22 μg/L，  
相对标准偏差 8.6%～11%。6 组平行样的最大相对偏差为 14%～17%。

表 1-3-2-29 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 16.8       | 18.6 | 15.8 | 16.2 | 15.0 | 18.1 | 16.8      | 1.4        | 8.2       | 11        |
| 异丙草胺  | 17.2       | 19.1 | 16.3 | 16.5 | 15.4 | 18.6 | 17.2      | 1.4        | 8.1       | 11        |
| 甲草胺   | 16.8       | 18.5 | 15.8 | 16.2 | 15.1 | 18.1 | 16.7      | 1.3        | 7.9       | 10        |
| 敌稗    | 17.2       | 18.9 | 16.5 | 16.9 | 15.5 | 18.5 | 17.3      | 1.3        | 7.5       | 10        |
| 异丙甲草胺 | 17.1       | 19.2 | 16.5 | 16.6 | 15.5 | 18.8 | 17.3      | 1.5        | 8.4       | 11        |
| 杀草丹   | 15.2       | 16.9 | 14.2 | 14.4 | 13.0 | 16.6 | 15.1      | 1.5        | 9.9       | 13        |
| 丁草胺   | 18.9       | 21.3 | 18.4 | 18.5 | 16.3 | 20.8 | 19.0      | 1.8        | 9.5       | 13        |
| 丙草胺   | 18.9       | 21.4 | 18.5 | 18.3 | 16.5 | 20.5 | 19.0      | 1.7        | 9.1       | 13        |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 15.1 μg/L~19.0 μg/L，标准偏差 1.3 μg/L~1.8 μg/L，相对标准偏差 7.5%~9.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 10%~13%。

表 1-3-2-30 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.2       | 17.2 | 18.1 | 18.7 | 18.2 | 19.3 | 18.3      | 0.70       | 3.8       | 5.8       |
| 异丙草胺  | 19.1       | 18.0 | 19.1 | 19.3 | 19.1 | 20.1 | 19.1      | 0.68       | 3.5       | 5.6       |
| 甲草胺   | 18.3       | 17.3 | 18.2 | 18.6 | 18.3 | 19.3 | 18.4      | 0.64       | 3.5       | 5.4       |
| 敌稗    | 18.5       | 17.2 | 17.7 | 18.1 | 15.9 | 18.9 | 17.7      | 1.0        | 5.9       | 8.4       |
| 异丙甲草胺 | 18.8       | 17.5 | 18.5 | 18.9 | 18.2 | 19.4 | 18.6      | 0.63       | 3.4       | 5.0       |
| 杀草丹   | 17.3       | 17.0 | 17.7 | 17.2 | 19.3 | 18.7 | 17.9      | 0.93       | 5.2       | 6.4       |
| 丁草胺   | 20.5       | 19.3 | 20.5 | 19.5 | 21.1 | 21.6 | 20.4      | 0.89       | 4.4       | 5.8       |
| 丙草胺   | 21.4       | 20.0 | 21.2 | 20.5 | 21.0 | 21.9 | 21.0      | 0.68       | 3.2       | 4.6       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 17.7 μg/L~21.0 μg/L，标准偏差 0.63 μg/L~1.0 μg/L，相对标准偏差 3.2%~5.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 4.6%~8.4%。

表 1-3-2-31 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 35.5       | 36.5 | 35.5 | 34.8 | 35.3 | 34.4 | 35.3      | 0.75       | 2.1       | 3.1       |
| 异丙草胺  | 35.9       | 37.2 | 36.6 | 36.0 | 36.4 | 35.3 | 36.2      | 0.66       | 1.8       | 2.6       |
| 甲草胺   | 35.7       | 36.7 | 35.8 | 35.2 | 35.2 | 34.9 | 35.6      | 0.65       | 1.8       | 2.5       |
| 敌稗    | 38.6       | 41.6 | 36.3 | 36.4 | 36.1 | 40.2 | 38.2      | 2.4        | 6.2       | 7.2       |
| 异丙甲草胺 | 36.0       | 38.2 | 37.0 | 36.0 | 37.0 | 35.9 | 36.7      | 0.88       | 2.4       | 3.0       |
| 杀草丹   | 35.7       | 37.0 | 37.1 | 35.9 | 37.0 | 35.0 | 36.3      | 0.87       | 2.4       | 2.9       |
| 丁草胺   | 38.3       | 40.9 | 40.0 | 39.0 | 41.5 | 37.8 | 39.6      | 1.5        | 3.7       | 4.7       |
| 丙草胺   | 38.1       | 41.0 | 39.8 | 38.8 | 40.6 | 38.5 | 39.5      | 1.2        | 3.0       | 3.7       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 35.3 μg/L~39.6 μg/L，标准偏差 0.65 μg/L~2.4 μg/L，相对标准偏差 1.8%~6.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.5%~7.2%。

表 1-3-2-32 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 33.0       | 35.6 | 35.1 | 35.3 | 35.9 | 33.8 | 34.8      | 1.2        | 3.3       | 4.3       |
| 异丙草胺  | 34.7       | 37.5 | 36.4 | 37.2 | 36.8 | 35.1 | 36.3      | 1.2        | 3.2       | 3.9       |
| 甲草胺   | 33.5       | 36.3 | 35.8 | 35.9 | 36.2 | 34.2 | 35.3      | 1.2        | 3.3       | 4.0       |
| 敌稗    | 37.3       | 38.7 | 38.7 | 38.6 | 37.1 | 37.6 | 38.0      | 0.74       | 2.0       | 2.1       |
| 异丙甲草胺 | 35.5       | 37.5 | 37.2 | 37.0 | 36.6 | 35.6 | 36.6      | 0.83       | 2.3       | 2.7       |
| 杀草丹   | 36.1       | 37.8 | 36.0 | 37.9 | 37.3 | 35.8 | 36.8      | 0.98       | 2.7       | 3.0       |
| 丁草胺   | 36.0       | 36.0 | 35.9 | 38.2 | 34.2 | 34.5 | 35.8      | 1.4        | 3.9       | 5.5       |
| 丙草胺   | 37.5       | 39.2 | 38.4 | 40.0 | 36.7 | 36.7 | 38.1      | 1.4        | 3.6       | 4.4       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 34.8 μg/L~38.1 μg/L，标准偏差 0.74 μg/L~1.4 μg/L，相对标准偏差 2.0%~3.9%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.1%~5.5%。

表 1-3-2-33 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 2.15        | 2.16 | 2.15 | 2.17 | 2.17 | 2.17 | 2.16       | 0.010       | 0.45       | 0.46       |
| 异丙草胺  | 1.93        | 1.93 | 1.93 | 1.91 | 1.91 | 1.93 | 1.92       | 0.010       | 0.54       | 0.52       |
| 甲草胺   | 2.02        | 2.02 | 2.02 | 2.02 | 2.03 | 2.04 | 2.03       | 0.0084      | 0.41       | 0.49       |
| 敌稗    | 2.17        | 2.17 | 2.15 | 2.16 | 2.17 | 2.15 | 2.16       | 0.010       | 0.45       | 0.46       |
| 异丙甲草胺 | 2.08        | 2.07 | 2.07 | 2.07 | 2.06 | 2.06 | 2.07       | 0.0075      | 0.36       | 0.48       |
| 杀草丹   | 1.99        | 1.97 | 1.96 | 1.96 | 1.96 | 1.96 | 1.97       | 0.012       | 0.62       | 0.76       |
| 丁草胺   | 1.79        | 1.79 | 1.78 | 1.77 | 1.77 | 1.78 | 1.78       | 0.0089      | 0.50       | 0.56       |
| 丙草胺   | 1.74        | 1.73 | 1.71 | 1.70 | 1.72 | 1.70 | 1.72       | 0.016       | 0.95       | 1.2        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.72 µg/L~2.16 µg/L，标准偏差 0.0075 µg/L~0.016 µg/L，相对标准偏差 0.36%~0.95%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.46%~1.2%。

表 1-3-2-34 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.76        | 1.80 | 1.79 | 1.79 | 1.80 | 1.79 | 1.79       | 0.015       | 0.82       | 1.1        |
| 异丙草胺  | 1.58        | 1.61 | 1.61 | 1.61 | 1.60 | 1.61 | 1.60       | 0.012       | 0.76       | 0.94       |
| 甲草胺   | 1.68        | 1.67 | 1.69 | 1.68 | 1.69 | 1.69 | 1.68       | 0.0082      | 0.49       | 0.60       |
| 敌稗    | 1.84        | 1.86 | 1.85 | 1.85 | 1.86 | 1.87 | 1.86       | 0.010       | 0.57       | 0.81       |
| 异丙甲草胺 | 1.75        | 1.76 | 1.75 | 1.76 | 1.76 | 1.75 | 1.76       | 0.0055      | 0.31       | 0.28       |
| 杀草丹   | 1.76        | 1.75 | 1.74 | 1.73 | 1.72 | 1.71 | 1.74       | 0.019       | 1.1        | 1.4        |
| 丁草胺   | 1.61        | 1.61 | 1.58 | 1.56 | 1.58 | 1.57 | 1.59       | 0.021       | 1.3        | 1.6        |
| 丙草胺   | 1.56        | 1.58 | 1.56 | 1.53 | 1.55 | 1.54 | 1.55       | 0.018       | 1.1        | 1.6        |

结论:选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行测试,测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.55 µg/L~1.86 µg/L,标准偏差 0.0055 µg/L~0.021 µg/L,相对标准偏差 0.31%~1.3%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.28%~1.6%。

表 1-3-2-35 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 2.05       | 2.03 | 2.05 | 2.02 | 2.04 | 2.06 | 2.04      | 0.013      | 0.66      | 1.0       |
| 异丙草胺  | 1.87       | 1.85 | 1.86 | 1.85 | 1.86 | 1.86 | 1.86      | 0.0069     | 0.37      | 0.54      |
| 甲草胺   | 1.95       | 1.94 | 1.92 | 1.93 | 1.94 | 1.94 | 1.94      | 0.0094     | 0.49      | 0.78      |
| 敌稗    | 2.11       | 2.11 | 2.08 | 2.07 | 2.06 | 2.09 | 2.09      | 0.019      | 0.90      | 1.2       |
| 异丙甲草胺 | 1.99       | 1.98 | 1.99 | 1.99 | 1.99 | 2.00 | 1.99      | 0.0058     | 0.29      | 0.50      |
| 杀草丹   | 2.04       | 2.03 | 2.02 | 1.99 | 2.01 | 2.00 | 2.02      | 0.017      | 0.85      | 1.2       |
| 丁草胺   | 1.91       | 1.87 | 1.85 | 1.84 | 1.83 | 1.84 | 1.86      | 0.027      | 1.4       | 2.1       |
| 丙草胺   | 1.91       | 1.86 | 1.84 | 1.86 | 1.83 | 1.84 | 1.86      | 0.026      | 1.4       | 2.1       |

结论:选择加标浓度为 2.00 μg/L 的地表水样品进行测试,测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.86 μg/L~2.09 μg/L,标准偏差 0.0058 μg/L~0.027 μg/L,相对标准偏差 0.29%~1.4%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.50%~2.1%。

表 1-3-2-36 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 2.17       | 2.12 | 2.13 | 2.14 | 2.17 | 2.12 | 2.14      | 0.021      | 1.0       | 1.2       |
| 异丙草胺  | 1.94       | 1.95 | 1.92 | 1.95 | 1.97 | 1.97 | 1.95      | 0.017      | 0.89      | 1.3       |
| 甲草胺   | 2.04       | 2.02 | 2.02 | 2.04 | 2.05 | 2.06 | 2.04      | 0.015      | 0.72      | 1.0       |
| 敌稗    | 2.23       | 2.25 | 2.22 | 2.25 | 2.21 | 2.30 | 2.24      | 0.029      | 1.3       | 2.0       |
| 异丙甲草胺 | 2.11       | 2.10 | 2.09 | 2.11 | 2.10 | 2.10 | 2.10      | 0.0069     | 0.33      | 0.48      |
| 杀草丹   | 2.06       | 1.99 | 2.03 | 2.04 | 2.03 | 1.97 | 2.02      | 0.031      | 1.5       | 2.2       |
| 丁草胺   | 1.85       | 1.87 | 1.88 | 1.89 | 1.86 | 1.89 | 1.87      | 0.015      | 0.80      | 1.1       |
| 丙草胺   | 1.81       | 1.83 | 1.85 | 1.83 | 1.80 | 1.81 | 1.82      | 0.017      | 0.92      | 1.4       |

结论：选择加标浓度为 2.00 μg/L 的海水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.82 μg/L～2.24 μg/L，标准偏差 0.0069 μg/L～0.031 μg/L，相对标准偏差 0.33%～1.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.48%～2.2%。

表 1-3-2-37 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国测检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 16.8       | 16.9 | 16.8 | 16.8 | 16.8 | 16.8 | 16.8      | 0.041      | 0.24      | 0.30      |
| 异丙草胺  | 16.0       | 16.0 | 16.0 | 16.1 | 16.0 | 16.0 | 16.0      | 0.041      | 0.25      | 0.31      |
| 甲草胺   | 16.1       | 16.1 | 16.1 | 16.1 | 16.0 | 16.0 | 16.1      | 0.052      | 0.32      | 0.31      |
| 敌稗    | 15.6       | 15.7 | 15.7 | 15.5 | 15.6 | 15.5 | 15.6      | 0.089      | 0.57      | 0.64      |
| 异丙甲草胺 | 16.0       | 16.0 | 16.0 | 15.9 | 15.8 | 15.8 | 15.9      | 0.098      | 0.62      | 0.63      |
| 杀草丹   | 16.0       | 16.0 | 16.0 | 15.9 | 15.9 | 15.9 | 16.0      | 0.055      | 0.34      | 0.31      |
| 丁草胺   | 14.4       | 14.4 | 14.4 | 14.4 | 14.3 | 14.2 | 14.4      | 0.084      | 0.58      | 0.70      |
| 丙草胺   | 14.4       | 14.4 | 14.4 | 14.4 | 14.3 | 14.3 | 14.4      | 0.052      | 0.36      | 0.35      |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试,测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 14.4 μg/L~16.8 μg/L, 标准偏差 0.041 μg/L~0.098 μg/L, 相对标准偏差 0.24%~0.62%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.30%~0.70%。

表 1-3-2-38 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.1       | 15.6 | 17.2 | 16.1 | 16.8 | 18.4 | 17.0      | 1.1        | 6.4       | 8.2       |
| 异丙草胺  | 17.8       | 15.3 | 16.6 | 15.5 | 16.2 | 17.7 | 16.5      | 1.1        | 6.4       | 7.6       |
| 甲草胺   | 17.7       | 15.2 | 16.7 | 15.6 | 16.3 | 17.7 | 16.5      | 1.0        | 6.3       | 7.6       |
| 敌稗    | 17.5       | 15.0 | 16.4 | 15.3 | 15.9 | 17.3 | 16.2      | 1.0        | 6.3       | 7.7       |
| 异丙甲草胺 | 17.6       | 15.1 | 16.5 | 15.4 | 16.1 | 17.7 | 16.4      | 1.1        | 6.6       | 7.9       |
| 杀草丹   | 17.4       | 15.0 | 16.4 | 15.4 | 16.1 | 17.5 | 16.3      | 1.0        | 6.3       | 7.7       |
| 丁草胺   | 16.0       | 13.8 | 14.9 | 13.9 | 14.6 | 15.7 | 14.8      | 0.91       | 6.1       | 7.4       |
| 丙草胺   | 16.0       | 13.8 | 15.0 | 14.1 | 14.7 | 15.9 | 14.9      | 0.91       | 6.1       | 7.4       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 14.8 μg/L～17.0 μg/L，标准偏差 0.91 μg/L～1.1 μg/L，相对标准偏差 6.1%～6.6%。6 组平行样的最大相对偏差为 7.4%～8.2%。

表 1-3-2-39 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 41.7        | 41.9 | 41.4 | 42.3 | 41.9 | 41.9 | 41.9       | 0.29        | 0.70       | 1.1        |
| 异丙草胺  | 40.2        | 40.4 | 39.8 | 40.7 | 40.2 | 40.4 | 40.3       | 0.30        | 0.74       | 1.1        |
| 甲草胺   | 40.6        | 40.8 | 40.4 | 40.8 | 40.6 | 40.5 | 40.6       | 0.16        | 0.39       | 0.49       |
| 敌稗    | 39.8        | 39.8 | 39.3 | 40.1 | 39.8 | 39.9 | 39.8       | 0.26        | 0.66       | 1.0        |
| 异丙甲草胺 | 40.2        | 40.2 | 39.9 | 40.4 | 40.2 | 40.3 | 40.2       | 0.17        | 0.42       | 0.62       |
| 杀草丹   | 41.1        | 41.1 | 40.6 | 42.0 | 41.6 | 41.6 | 41.3       | 0.50        | 1.2        | 1.7        |
| 丁草胺   | 37.8        | 37.9 | 37.7 | 37.9 | 37.8 | 37.9 | 37.8       | 0.082       | 0.22       | 0.26       |
| 丙草胺   | 38.1        | 38.2 | 38.0 | 38.3 | 38.3 | 38.5 | 38.2       | 0.18        | 0.46       | 0.65       |

结论:选择加标浓度为40.0 µg/L的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为37.8 µg/L~41.9 µg/L,标准偏差0.082 µg/L~0.50 µg/L,相对标准偏差 0.22%~1.2%。6组平行样的最大相对偏差为 0.26%~1.7%。

表 1-3-2-40 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 38.7       | 38.8 | 39.0 | 38.9 | 38.7 | 38.5 | 38.8      | 0.18       | 0.45      | 0.65      |
| 异丙草胺  | 37.7       | 37.7 | 37.8 | 37.4 | 37.5 | 37.4 | 37.6      | 0.17       | 0.46      | 0.53      |
| 甲草胺   | 37.7       | 37.8 | 37.9 | 37.8 | 37.8 | 37.6 | 37.8      | 0.10       | 0.27      | 0.40      |
| 敌稗    | 37.2       | 37.1 | 37.2 | 37.2 | 37.0 | 36.9 | 37.1      | 0.13       | 0.34      | 0.40      |
| 异丙甲草胺 | 37.4       | 37.5 | 37.4 | 37.4 | 37.3 | 37.4 | 37.4      | 0.063      | 0.17      | 0.27      |
| 杀草丹   | 38.3       | 38.3 | 38.3 | 38.3 | 38.2 | 38.1 | 38.3      | 0.084      | 0.22      | 0.26      |
| 丁草胺   | 35.7       | 35.6 | 35.4 | 35.3 | 35.1 | 35.3 | 35.4      | 0.22       | 0.62      | 0.85      |
| 丙草胺   | 35.9       | 36.0 | 35.9 | 35.9 | 35.7 | 35.9 | 35.9      | 0.10       | 0.27      | 0.42      |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 35.4 μg/L～38.8 μg/L，标准偏差 0.063 μg/L～0.22 μg/L，相对标准偏差 0.17%～0.62%。6 组平行样的最大相对偏差为 0.26%～0.85%。

表 1-3-2-41 空白低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.64       | 1.64 | 1.70 | 1.72 | 1.64 | 1.65 | 1.66      | 0.035      | 2.1       | 2.5       |
| 异丙草胺  | 1.51       | 1.56 | 1.61 | 1.61 | 1.53 | 1.56 | 1.56      | 0.042      | 2.7       | 3.4       |
| 甲草胺   | 1.44       | 1.48 | 1.53 | 1.55 | 1.45 | 1.47 | 1.48      | 0.045      | 3.0       | 3.7       |
| 敌稗    | 1.52       | 1.46 | 1.58 | 1.58 | 1.59 | 1.58 | 1.55      | 0.051      | 3.3       | 4.2       |
| 异丙甲草胺 | 1.43       | 1.42 | 1.50 | 1.47 | 1.40 | 1.43 | 1.44      | 0.036      | 2.5       | 3.2       |
| 杀草丹   | 1.51       | 1.59 | 1.58 | 1.58 | 1.49 | 1.47 | 1.54      | 0.054      | 3.5       | 4.2       |
| 丁草胺   | 2.13       | 2.20 | 2.26 | 2.22 | 2.15 | 2.14 | 2.18      | 0.052      | 2.4       | 2.9       |
| 丙草胺   | 1.97       | 2.00 | 2.06 | 2.03 | 2.00 | 2.01 | 2.01      | 0.033      | 1.6       | 2.4       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L的空白样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.44 μg/L~2.18 μg/L,标准偏差0.033 μg/L~0.054 μg/L,相对标准偏差1.6%~3.5%。6组平行样的最大相对偏差为2.4%~4.2%。

表 1-3-2-42 地下水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.91        | 2.01 | 1.91 | 1.96 | 2.14 | 1.97 | 1.98       | 0.085       | 4.3        | 5.7        |
| 异丙草胺  | 1.82        | 1.93 | 1.79 | 1.89 | 2.02 | 1.88 | 1.89       | 0.080       | 4.2        | 5.8        |
| 甲草胺   | 1.76        | 1.87 | 1.74 | 1.81 | 1.95 | 1.82 | 1.82       | 0.073       | 4.0        | 5.4        |
| 敌稗    | 1.81        | 1.80 | 1.81 | 1.84 | 1.80 | 1.71 | 1.80       | 0.044       | 2.5        | 3.7        |
| 异丙甲草胺 | 1.67        | 1.77 | 1.65 | 1.78 | 1.77 | 1.69 | 1.72       | 0.057       | 3.3        | 3.8        |
| 杀草丹   | 1.50        | 1.65 | 1.47 | 1.51 | 1.67 | 1.51 | 1.55       | 0.085       | 5.5        | 6.5        |
| 丁草胺   | 2.48        | 2.62 | 2.53 | 2.53 | 2.71 | 2.56 | 2.57       | 0.082       | 3.2        | 4.5        |
| 丙草胺   | 2.14        | 2.28 | 2.22 | 2.22 | 2.30 | 2.21 | 2.23       | 0.055       | 2.5        | 3.4        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.55 µg/L~2.57 µg/L，标准偏差 0.044 µg/L~0.085 µg/L，相对标准偏差 2.5%~5.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.4%~6.5%。

表 1-3-2-43 地表水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 1.71        | 1.72 | 1.70 | 1.68 | 1.72 | 1.67 | 1.70       | 0.021       | 1.2        | 1.6        |
| 异丙草胺  | 1.57        | 1.61 | 1.57 | 1.57 | 1.59 | 1.57 | 1.58       | 0.015       | 1.0        | 1.3        |
| 甲草胺   | 1.52        | 1.55 | 1.51 | 1.52 | 1.55 | 1.50 | 1.52       | 0.020       | 1.3        | 1.7        |
| 敌稗    | 1.54        | 1.53 | 1.54 | 1.43 | 1.49 | 1.41 | 1.49       | 0.057       | 3.8        | 4.3        |
| 异丙甲草胺 | 1.44        | 1.43 | 1.46 | 1.44 | 1.41 | 1.41 | 1.43       | 0.019       | 1.3        | 1.7        |
| 杀草丹   | 1.21        | 1.19 | 1.26 | 1.21 | 1.27 | 1.18 | 1.22       | 0.036       | 2.9        | 3.5        |
| 丁草胺   | 2.18        | 2.14 | 2.62 | 2.41 | 2.38 | 2.21 | 2.32       | 0.18        | 7.8        | 10         |
| 丙草胺   | 1.95        | 1.88 | 2.21 | 2.05 | 2.01 | 1.94 | 2.01       | 0.12        | 5.9        | 8.2        |

结论：选择加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 1.43 µg/L~2.32 µg/L，标准偏差 0.015 µg/L~0.18 µg/L，相对标准偏差 1.0%~7.8%。6 组平行样的最大相对偏差为 1.3%~10%。

表 1-3-2-44 海水低浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 1.86       | 1.87 | 2.03 | 2.01 | 1.75 | 1.79 | 1.88      | 0.11       | 6.0       | 7.2       |
| 异丙草胺  | 1.78       | 1.79 | 1.91 | 1.90 | 1.65 | 1.63 | 1.78      | 0.12       | 6.7       | 7.8       |
| 甲草胺   | 1.68       | 1.70 | 1.86 | 1.86 | 1.57 | 1.60 | 1.71      | 0.12       | 7.2       | 8.3       |
| 敌稗    | 1.67       | 1.69 | 1.92 | 1.94 | 1.62 | 1.65 | 1.75      | 0.14       | 8.2       | 9.2       |
| 异丙甲草胺 | 1.68       | 1.69 | 1.76 | 1.76 | 1.52 | 1.50 | 1.65      | 0.11       | 7.0       | 7.9       |
| 杀草丹   | 1.47       | 1.35 | 1.47 | 1.48 | 1.31 | 1.33 | 1.40      | 0.079      | 5.6       | 6.3       |
| 丁草胺   | 2.34       | 2.33 | 2.39 | 2.39 | 2.46 | 2.52 | 2.40      | 0.072      | 3.0       | 4.0       |
| 丙草胺   | 2.09       | 2.09 | 2.15 | 2.14 | 2.06 | 2.12 | 2.11      | 0.033      | 1.6       | 2.1       |

结论：选择加标浓度为2.00 μg/L 的海水样品进行测试,测定结果显示8种目标化合物的平均测定值为1.40 μg/L~2.40 μg/L,标准偏差0.033 μg/L~0.14 μg/L,相对标准偏差 1.6%~8.2%。6组平行样的最大相对偏差为2.1%~9.2%。

表 1-3-2-45 空白中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 17.7       | 17.7 | 15.8 | 15.8 | 17.9 | 16.7 | 16.9      | 0.97       | 5.7       | 6.3       |
| 异丙草胺  | 18.4       | 18.2 | 16.1 | 16.1 | 18.4 | 16.9 | 17.3      | 1.1        | 6.3       | 6.5       |
| 甲草胺   | 18.3       | 18.2 | 16.1 | 15.9 | 18.1 | 16.7 | 17.2      | 1.1        | 6.2       | 6.8       |
| 敌稗    | 18.4       | 17.8 | 16.3 | 15.8 | 18.7 | 16.9 | 17.3      | 1.2        | 6.7       | 8.4       |
| 异丙甲草胺 | 18.5       | 18.4 | 16.4 | 16.1 | 18.6 | 16.9 | 17.5      | 1.1        | 6.5       | 7.3       |
| 杀草丹   | 16.1       | 16.0 | 14.0 | 13.7 | 16.5 | 15.0 | 15.2      | 1.2        | 7.6       | 9.0       |
| 丁草胺   | 20.5       | 20.1 | 17.4 | 17.8 | 20.3 | 18.4 | 19.1      | 1.4        | 7.2       | 8.2       |
| 丙草胺   | 20.3       | 19.7 | 17.6 | 17.7 | 20.1 | 18.4 | 18.9      | 1.2        | 6.4       | 7.2       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 15.2 μg/L~19.1 μg/L，标准偏差 0.97 μg/L~1.4 μg/L，相对标准偏差 5.7%~7.6%。6 组平行样的最大相对偏差为 6.3%~9.0%。

表 1-3-2-46 生活污水中浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 18.7       | 17.9 | 18.2 | 18.1 | 17.1 | 18.1 | 18.0      | 0.53       | 3.0       | 4.5       |
| 异丙草胺  | 19.5       | 18.6 | 18.7 | 18.7 | 17.7 | 18.8 | 18.7      | 0.57       | 3.1       | 4.8       |
| 甲草胺   | 19.0       | 18.4 | 18.4 | 18.4 | 17.6 | 18.3 | 18.4      | 0.44       | 2.4       | 3.8       |
| 敌稗    | 18.3       | 15.1 | 17.8 | 17.3 | 16.9 | 18.3 | 17.3      | 1.2        | 7.0       | 9.7       |
| 异丙甲草胺 | 18.8       | 17.8 | 18.2 | 18.0 | 16.9 | 18.5 | 18.0      | 0.65       | 3.6       | 5.3       |
| 杀草丹   | 17.4       | 17.9 | 16.0 | 16.7 | 16.0 | 16.6 | 16.8      | 0.76       | 4.5       | 5.6       |
| 丁草胺   | 21.1       | 20.2 | 18.6 | 19.5 | 19.0 | 20.1 | 19.7      | 0.89       | 4.5       | 6.2       |
| 丙草胺   | 20.4       | 19.3 | 19.0 | 19.5 | 18.5 | 20.0 | 19.5      | 0.69       | 3.6       | 4.9       |

结论：选择加标浓度为 20.0 μg/L 的生活污水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 16.8 μg/L~19.7 μg/L，标准偏差 0.44 μg/L~1.2 μg/L，相对标准偏差 2.4%~7.0%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.8%~9.7%。

表 1-3-2-47 空白高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值 (µg/L) | 标准偏差 (µg/L) | 相对标准偏差 (%) | 最大相对偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|------------|------------|
|       | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |            |             |            |            |
| 乙草胺   | 35.4        | 36.3 | 36.0 | 37.3 | 38.4 | 36.7 | 36.7       | 1.0         | 2.8        | 4.0        |
| 异丙草胺  | 35.4        | 36.2 | 36.4 | 36.7 | 37.3 | 36.3 | 36.4       | 0.62        | 1.7        | 2.6        |
| 甲草胺   | 35.0        | 35.5 | 35.8 | 36.0 | 37.5 | 36.4 | 36.1       | 0.86        | 2.4        | 3.4        |
| 敌稗    | 38.0        | 34.6 | 35.2 | 34.3 | 40.3 | 37.7 | 36.7       | 2.4         | 6.5        | 8.0        |
| 异丙甲草胺 | 34.5        | 35.8 | 35.4 | 35.8 | 37.5 | 35.7 | 35.8       | 1.0         | 2.7        | 4.2        |
| 杀草丹   | 31.5        | 33.5 | 32.9 | 34.2 | 35.0 | 34.3 | 33.5       | 1.2         | 3.7        | 5.3        |
| 丁草胺   | 36.3        | 40.0 | 38.1 | 39.6 | 40.5 | 37.6 | 38.7       | 1.6         | 4.2        | 5.6        |
| 丙草胺   | 35.3        | 37.5 | 37.0 | 37.8 | 39.7 | 36.5 | 37.3       | 1.4         | 3.9        | 5.8        |

结论：选择加标浓度为 40.0 µg/L 的空白样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 33.5 µg/L~38.7 µg/L，标准偏差 0.62 µg/L~2.4 µg/L，相对标准偏差 1.7%~6.5%。6 组平行样的最大相对偏差为 2.6%~8.0%。

表 1-3-2-48 工业废水高浓度加标样品精密度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值（μg/L） | 标准偏差（μg/L） | 相对标准偏差（%） | 最大相对偏差（%） |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----------|------------|-----------|-----------|
|       | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |           |            |           |           |
| 乙草胺   | 33.5       | 36.9 | 35.2 | 35.7 | 36.6 | 34.7 | 35.4      | 1.3        | 3.5       | 4.8       |
| 异丙草胺  | 34.1       | 37.2 | 35.5 | 36.9 | 36.2 | 35.2 | 35.8      | 1.2        | 3.2       | 4.4       |
| 甲草胺   | 33.9       | 36.5 | 35.5 | 35.9 | 36.6 | 34.8 | 35.6      | 1.0        | 2.9       | 3.8       |
| 敌稗    | 34.8       | 37.3 | 36.6 | 36.2 | 35.7 | 36.1 | 36.1      | 0.82       | 2.3       | 3.4       |
| 异丙甲草胺 | 34.1       | 36.4 | 35.8 | 35.8 | 34.8 | 34.0 | 35.2      | 0.99       | 2.8       | 3.4       |
| 杀草丹   | 32.3       | 33.8 | 32.1 | 33.8 | 33.3 | 31.8 | 32.9      | 0.88       | 2.7       | 3.1       |
| 丁草胺   | 34.8       | 34.9 | 35.4 | 36.8 | 32.6 | 33.6 | 34.7      | 1.5        | 4.2       | 6.1       |
| 丙草胺   | 34.8       | 36.0 | 36.2 | 37.2 | 33.6 | 33.8 | 35.3      | 1.4        | 4.0       | 5.0       |

结论：选择加标浓度为 40.0 μg/L 的工业废水样品进行测试，测定结果显示 8 种目标化合物的平均测定值为 32.9 μg/L~36.1 μg/L，标准偏差 0.82 μg/L~1.5 μg/L，相对标准偏差 2.7%~4.2%。6 组平行样的最大相对偏差为 3.1%~6.1%。

1.4 方法正确度测试数据

1.4.1 液液萃取法

表 1-4-1-1 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.1          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.79 | 1.87 | 1.69 | 1.81 | 1.97 | 1.82          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.0          |
|       | 加标样品 | 1.63        | 1.64 | 1.68 | 1.55 | 1.66 | 1.80 | 1.66          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.2          |
|       | 加标样品 | 1.66        | 1.66 | 1.70 | 1.60 | 1.68 | 1.82 | 1.68          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.4          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.65 | 1.67 | 1.66 | 1.76 | 2.00 | 1.73          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.9          |
|       | 加标样品 | 1.85        | 1.79 | 1.75 | 1.70 | 1.81 | 1.90 | 1.80          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.8          |
|       | 加标样品 | 1.51        | 1.43 | 1.55 | 1.47 | 1.52 | 1.62 | 1.52          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 70.6          |
|       | 加标样品 | 1.45        | 1.35 | 1.37 | 1.32 | 1.45 | 1.55 | 1.41          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 70.2          |
|       | 加标样品 | 1.39        | 1.36 | 1.33 | 1.35 | 1.46 | 1.55 | 1.40          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 70.2%~91.1%。

表 1-4-1-2 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.79 | 1.87 | 1.83 | 1.74 | 1.69 | 1.8           |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.9          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.65 | 1.76 | 1.73 | 1.66 | 1.58 | 1.7           |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.1          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.65 | 1.74 | 1.74 | 1.68 | 1.60 | 1.7           |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.5          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.84 | 1.93 | 1.94 | 1.85 | 1.82 | 1.9           |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.4          |
|       | 加标样品 | 1.82        | 1.79 | 1.89 | 1.86 | 1.78 | 1.72 | 1.8           |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.8          |
|       | 加标样品 | 1.67        | 1.56 | 1.77 | 1.71 | 1.54 | 1.46 | 1.6           |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.0          |
|       | 加标样品 | 1.67        | 1.73 | 2.02 | 1.78 | 1.53 | 1.48 | 1.7           |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.6          |
|       | 加标样品 | 1.62        | 1.66 | 1.91 | 1.71 | 1.56 | 1.48 | 1.7           |               |               |

结论：液液萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 80.8%~93.5%。

表 1-4-1-3 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.0          |
|       | 加标样品 | 1.80        | 1.87 | 1.86 | 1.86 | 1.89 | 1.90 | 1.9           |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.8          |
|       | 加标样品 | 1.63        | 1.72 | 1.66 | 1.67 | 1.71 | 1.69 | 1.7           |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.6          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.74 | 1.65 | 1.69 | 1.70 | 1.71 | 1.7           |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.2          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.84 | 1.74 | 1.85 | 1.87 | 1.83 | 1.8           |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.7          |
|       | 加标样品 | 1.89        | 1.95 | 1.89 | 1.97 | 1.89 | 1.91 | 1.9           |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.6          |
|       | 加标样品 | 1.48        | 1.57 | 1.46 | 1.54 | 1.51 | 1.52 | 1.5           |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.8          |
|       | 加标样品 | 1.42        | 1.45 | 1.44 | 1.44 | 1.45 | 1.43 | 1.4           |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.7          |
|       | 加标样品 | 1.49        | 1.49 | 1.50 | 1.46 | 1.49 | 1.43 | 1.5           |               |               |

结论：液液萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.8%~95.7%。

表 1-4-1-4 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.4          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.69 | 1.86 | 1.77 | 1.78 | 1.79 | 1.8           |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.8          |
|       | 加标样品 | 1.59        | 1.57 | 1.67 | 1.62 | 1.62 | 1.63 | 1.6           |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.1          |
|       | 加标样品 | 1.60        | 1.57 | 1.70 | 1.61 | 1.62 | 1.65 | 1.6           |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.6          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.70 | 1.83 | 1.78 | 1.75 | 1.83 | 1.8           |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.5          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.69 | 1.83 | 1.75 | 1.76 | 1.77 | 1.8           |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.0          |
|       | 加标样品 | 1.46        | 1.44 | 1.53 | 1.46 | 1.46 | 1.54 | 1.5           |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.0          |
|       | 加标样品 | 1.43        | 1.41 | 1.48 | 1.38 | 1.38 | 1.45 | 1.4           |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.9          |
|       | 加标样品 | 1.44        | 1.41 | 1.48 | 1.42 | 1.42 | 1.46 | 1.4           |               |               |

结论：液液萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.0%~88.6%。

表 1-4-1-5 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 111          |
|       | 加标样品 | 19.6       | 23.6 | 22.7 | 20.5 | 24.9 | 21.8 | 22.2          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 115          |
|       | 加标样品 | 20.0       | 23.9 | 23.6 | 21.3 | 26.0 | 23.0 | 23.0          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 116          |
|       | 加标样品 | 20.3       | 23.9 | 23.9 | 21.6 | 26.5 | 23.3 | 23.2          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 122          |
|       | 加标样品 | 22.2       | 23.4 | 23.6 | 22.6 | 28.4 | 26.6 | 24.5          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 113          |
|       | 加标样品 | 19.7       | 23.6 | 23.5 | 20.8 | 25.3 | 23.3 | 22.7          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 111          |
|       | 加标样品 | 20.0       | 23.9 | 22.7 | 20.5 | 24.5 | 21.7 | 22.2          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 109          |
|       | 加标样品 | 19.5       | 23.3 | 22.5 | 20.1 | 24.4 | 21.5 | 21.9          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 113          |
|       | 加标样品 | 20.5       | 23.2 | 23.6 | 20.5 | 24.9 | 22.9 | 22.6          |               |              |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 109%~122%。

表 1-4-1-6 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 105           |
|       | 加标样品 | 21.3        | 21.9 | 20.6 | 20.6 | 20.9 | 20.9 | 21.0          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 111           |
|       | 加标样品 | 22.5        | 23.2 | 22.0 | 21.7 | 21.9 | 21.9 | 22.2          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 112           |
|       | 加标样品 | 23.3        | 23.5 | 22.2 | 21.6 | 22.1 | 22.1 | 22.5          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 115           |
|       | 加标样品 | 22.6        | 23.3 | 23.0 | 22.8 | 23.3 | 23.3 | 23.0          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 110           |
|       | 加标样品 | 22.4        | 23.0 | 21.8 | 21.5 | 21.8 | 21.7 | 22.0          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 110           |
|       | 加标样品 | 21.8        | 22.7 | 22.2 | 21.5 | 21.9 | 22.1 | 22.0          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 111           |
|       | 加标样品 | 22.0        | 22.7 | 22.1 | 22.1 | 22.2 | 22.6 | 22.3          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 116           |
|       | 加标样品 | 23.0        | 23.5 | 23.0 | 23.1 | 23.3 | 23.3 | 23.2          |               |               |

结论：液液萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 105%~116%。

表 1-4-1-7 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 99.7          |
|       | 加标样品 | 40.7        | 38.4 | 40.3 | 38.6 | 40.2 | 41.1 | 39.9          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 43.7        | 41.4 | 43.3 | 42.0 | 42.7 | 43.6 | 42.8          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 110           |
|       | 加标样品 | 45.2        | 42.5 | 44.6 | 42.8 | 43.9 | 45.3 | 44.0          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 119           |
|       | 加标样品 | 48.0        | 47.7 | 47.9 | 46.1 | 48.0 | 48.0 | 47.6          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 109           |
|       | 加标样品 | 44.7        | 41.9 | 44.3 | 42.1 | 44.2 | 44.9 | 43.7          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 43.7        | 41.1 | 43.2 | 41.9 | 43.0 | 43.5 | 42.7          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 108           |
|       | 加标样品 | 43.7        | 41.1 | 43.7 | 43.0 | 42.8 | 43.9 | 43.0          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 111           |
|       | 加标样品 | 45.2        | 42.5 | 45.1 | 44.0 | 44.6 | 45.7 | 44.5          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 99.7%~119%。

表 1-4-1-8 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 101           |
|       | 加标样品 | 42.1        | 38.8 | 39.3 | 43.5 | 41.8 | 37.7 | 40.5          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 108           |
|       | 加标样品 | 43.5        | 41.8 | 42.9 | 43.9 | 44.8 | 41.1 | 43.0          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 110           |
|       | 加标样品 | 44.4        | 43.6 | 41.4 | 45.0 | 47.1 | 42.5 | 44.0          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 112           |
|       | 加标样品 | 42.2        | 43.9 | 46.5 | 41.3 | 47.8 | 46.5 | 44.7          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 110           |
|       | 加标样品 | 43.4        | 42.6 | 44.0 | 45.1 | 46.7 | 41.7 | 43.9          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 108           |
|       | 加标样品 | 43.2        | 42.8 | 43.3 | 41.6 | 45.3 | 42.9 | 43.2          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 109           |
|       | 加标样品 | 43.5        | 43.8 | 41.8 | 42.1 | 45.6 | 44.1 | 43.5          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 111           |
|       | 加标样品 | 42.2        | 44.7 | 41.5 | 44.9 | 47.8 | 44.3 | 44.2          |               |               |

结论：液液萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 101%~112%。

表 1-4-1-9 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 1.97        | 1.99 | 2.18 | 1.90 | 2.01 | 2.11 | 2.03          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.7          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.76 | 1.95 | 1.69 | 1.82 | 1.91 | 1.81          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.7          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.84 | 2.04 | 1.78 | 1.88 | 1.99 | 1.89          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.8          |
|       | 加标样品 | 1.58        | 1.52 | 1.73 | 1.63 | 1.71 | 1.77 | 1.66          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.8          |
|       | 加标样品 | 1.82        | 1.75 | 1.93 | 1.82 | 1.80 | 1.89 | 1.84          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.8          |
|       | 加标样品 | 1.85        | 1.74 | 1.99 | 1.75 | 1.88 | 1.93 | 1.86          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.2          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.76 | 1.84 | 1.75 | 1.86 | 1.96 | 1.82          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.1          |
|       | 加标样品 | 1.52        | 1.47 | 1.46 | 1.48 | 1.63 | 1.69 | 1.54          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 77.1%~101%。

表 1-4-1-10 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.6          |
|       | 加标样品 | 1.80        | 1.69 | 1.72 | 1.75 | 1.77 | 1.78 | 1.75          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 78.4          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.51 | 1.55 | 1.57 | 1.60 | 1.58 | 1.57          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.1          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.56 | 1.62 | 1.64 | 1.67 | 1.68 | 1.64          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.7          |
|       | 加标样品 | 1.59        | 1.45 | 1.56 | 1.54 | 1.55 | 1.62 | 1.55          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.8          |
|       | 加标样品 | 1.54        | 1.42 | 1.49 | 1.48 | 1.50 | 1.54 | 1.50          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.9          |
|       | 加标样品 | 1.75        | 1.63 | 1.78 | 1.72 | 1.69 | 1.73 | 1.72          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 103           |
|       | 加标样品 | 2.05        | 2.04 | 2.25 | 2.06 | 1.98 | 1.93 | 2.05          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.3          |
|       | 加标样品 | 1.60        | 1.66 | 1.78 | 1.65 | 1.69 | 1.61 | 1.67          |               |               |

结论：液液萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 74.8%~103%。

表 1-4-1-11 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.5          |
|       | 加标样品 | 1.74        | 1.82 | 1.81 | 1.76 | 1.86 | 2.00 | 1.83          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.4          |
|       | 加标样品 | 1.51        | 1.62 | 1.59 | 1.55 | 1.63 | 1.74 | 1.61          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.9          |
|       | 加标样品 | 1.58        | 1.69 | 1.65 | 1.62 | 1.70 | 1.83 | 1.68          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.1          |
|       | 加标样品 | 1.40        | 1.50 | 1.50 | 1.57 | 1.63 | 1.88 | 1.58          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.4          |
|       | 加标样品 | 1.51        | 1.61 | 1.60 | 1.59 | 1.63 | 1.83 | 1.63          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.7          |
|       | 加标样品 | 1.58        | 1.66 | 1.62 | 1.60 | 1.69 | 1.77 | 1.65          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.2          |
|       | 加标样品 | 1.69        | 1.72 | 1.75 | 1.65 | 1.77 | 1.75 | 1.72          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.7          |
|       | 加标样品 | 1.41        | 1.41 | 1.42 | 1.40 | 1.54 | 1.43 | 1.43          |               |               |

结论：液液萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.7%~91.5%。

表 1-4-1-12 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.3          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.82 | 1.91 | 1.71 | 1.79 | 1.75 | 1.81          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.5          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.66 | 1.74 | 1.52 | 1.62 | 1.57 | 1.63          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.2          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.71 | 1.79 | 1.57 | 1.67 | 1.65 | 1.68          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.6          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.66 | 1.69 | 1.48 | 1.56 | 1.56 | 1.59          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.0          |
|       | 加标样品 | 1.53        | 1.50 | 1.61 | 1.41 | 1.49 | 1.46 | 1.50          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.2          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.72 | 1.81 | 1.60 | 1.69 | 1.66 | 1.70          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.9          |
|       | 加标样品 | 1.96        | 2.03 | 2.05 | 1.81 | 1.87 | 1.90 | 1.94          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.7          |
|       | 加标样品 | 1.49        | 1.54 | 1.68 | 1.49 | 1.59 | 1.54 | 1.55          |               |               |

结论：液液萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 75.0%~96.9%。

表 1-4-1-13 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 87.3         |
|       | 加标样品 | 15.7       | 18.3 | 17.1 | 16.9 | 18.6 | 18.1 | 17.5          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 88.0         |
|       | 加标样品 | 16.0       | 18.3 | 17.2 | 17.0 | 18.8 | 18.3 | 17.6          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 87.0         |
|       | 加标样品 | 15.9       | 18.1 | 17.0 | 16.8 | 18.6 | 18.0 | 17.4          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 102          |
|       | 加标样品 | 18.9       | 20.9 | 20.1 | 19.2 | 21.6 | 21.8 | 20.4          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 87.2         |
|       | 加标样品 | 15.9       | 17.9 | 17.2 | 16.6 | 18.5 | 18.5 | 17.4          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 85.7         |
|       | 加标样品 | 15.9       | 17.9 | 16.7 | 16.7 | 18.1 | 17.6 | 17.1          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 108          |
|       | 加标样品 | 20.4       | 23.0 | 21.4 | 20.6 | 22.4 | 22.2 | 21.7          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 110          |
|       | 加标样品 | 20.6       | 22.6 | 21.8 | 20.9 | 22.7 | 23.5 | 22.0          |               |              |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 85.7%~110%。

表 1-4-1-14 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 87.1          |
|       | 加标样品 | 17.7        | 18.1 | 17.2 | 17.2 | 17.1 | 17.3 | 17.4          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 87.4          |
|       | 加标样品 | 17.7        | 18.1 | 17.3 | 17.2 | 17.2 | 17.3 | 17.5          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 85.4          |
|       | 加标样品 | 17.4        | 17.7 | 17.0 | 16.8 | 16.8 | 16.9 | 17.1          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 100           |
|       | 加标样品 | 21.1        | 20.9 | 19.5 | 19.5 | 19.6 | 19.4 | 20.0          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 85.4          |
|       | 加标样品 | 17.4        | 17.7 | 16.9 | 16.9 | 16.8 | 16.8 | 17.1          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.6          |
|       | 加标样品 | 17.3        | 17.7 | 17.2 | 17.0 | 17.2 | 17.4 | 17.3          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 119           |
|       | 加标样品 | 23.4        | 23.9 | 23.6 | 23.5 | 23.8 | 24.0 | 23.7          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 114           |
|       | 加标样品 | 22.9        | 23.1 | 22.6 | 22.6 | 22.7 | 22.8 | 22.8          |               |               |

结论：液液萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 85.4%~119%。

表 1-4-1-15 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 82.9          |
|       | 加标样品 | 33.7        | 31.4 | 33.8 | 32.9 | 33.0 | 34.1 | 33.1          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 82.1          |
|       | 加标样品 | 33.5        | 30.9 | 33.3 | 33.0 | 32.4 | 33.9 | 32.9          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 80.9          |
|       | 加标样品 | 33.1        | 30.6 | 32.8 | 32.1 | 32.1 | 33.5 | 32.4          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 98.8          |
|       | 加标样品 | 39.9        | 37.4 | 40.6 | 37.7 | 40.3 | 41.3 | 39.5          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 81.7          |
|       | 加标样品 | 33.5        | 30.9 | 33.2 | 32.3 | 32.5 | 33.7 | 32.7          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 81.6          |
|       | 加标样品 | 33.4        | 31.0 | 32.9 | 32.7 | 32.4 | 33.3 | 32.6          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 111           |
|       | 加标样品 | 44.8        | 42.7 | 45.0 | 44.5 | 44.4 | 44.5 | 44.3          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 43.5        | 40.8 | 43.3 | 42.9 | 42.5 | 43.5 | 42.8          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 80.9%~111%。

表 1-4-1-16 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 81.5          |
|       | 加标样品 | 34.3        | 30.6 | 31.8 | 35.6 | 33.1 | 30.2 | 32.6          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 80.5          |
|       | 加标样品 | 33.7        | 30.5 | 31.4 | 35.0 | 32.5 | 30.2 | 32.2          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 80.2          |
|       | 加标样品 | 33.6        | 30.3 | 31.4 | 34.6 | 32.8 | 29.8 | 32.1          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 103           |
|       | 加标样品 | 44.3        | 36.7 | 40.3 | 46.8 | 45.2 | 34.8 | 41.4          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 81.1          |
|       | 加标样品 | 34.0        | 30.5 | 31.7 | 35.1 | 33.2 | 30.0 | 32.4          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 81.1          |
|       | 加标样品 | 33.4        | 31.3 | 31.9 | 34.2 | 32.7 | 31.0 | 32.4          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 110           |
|       | 加标样品 | 43.9        | 45.2 | 43.6 | 44.4 | 44.3 | 42.4 | 44.0          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 45.2        | 40.9 | 41.6 | 45.1 | 43.6 | 40.5 | 42.8          |               |               |

结论：液液萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 80.2%~110%。

表 1-4-1-17 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.5          |
|       | 加标样品 | 1.89        | 1.87 | 1.88 | 1.78 | 1.91 | 2.03 | 1.89          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.0          |
|       | 加标样品 | 1.92        | 1.92 | 1.91 | 1.85 | 1.97 | 2.07 | 1.94          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.6          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.83 | 1.83 | 1.75 | 1.87 | 1.98 | 1.85          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.9          |
|       | 加标样品 | 1.88        | 1.92 | 1.86 | 1.85 | 2.03 | 2.10 | 1.94          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.7          |
|       | 加标样品 | 2.02        | 1.92 | 1.90 | 1.85 | 1.98 | 2.06 | 1.95          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 107           |
|       | 加标样品 | 2.16        | 2.07 | 2.13 | 2.06 | 2.20 | 2.24 | 2.14          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.7          |
|       | 加标样品 | 1.88        | 1.85 | 1.83 | 1.80 | 2.00 | 2.02 | 1.89          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 104           |
|       | 加标样品 | 2.10        | 2.02 | 1.99 | 2.00 | 2.18 | 2.24 | 2.09          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 92.6%~107%。

表 1-4-1-18 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位：湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.0          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.87 | 1.93 | 1.96 | 1.89 | 1.84 | 1.90          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 99.3          |
|       | 加标样品 | 1.99        | 1.94 | 2.07 | 2.06 | 1.95 | 1.91 | 1.99          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.6          |
|       | 加标样品 | 1.89        | 1.86 | 1.94 | 1.95 | 1.87 | 1.84 | 1.89          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 104           |
|       | 加标样品 | 2.06        | 2.04 | 2.13 | 2.14 | 2.07 | 2.03 | 2.08          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.3          |
|       | 加标样品 | 1.95        | 1.94 | 2.00 | 2.02 | 1.90 | 1.87 | 1.95          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 114           |
|       | 加标样品 | 2.29        | 2.21 | 2.46 | 2.35 | 2.21 | 2.13 | 2.27          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 110           |
|       | 加标样品 | 2.19        | 2.23 | 2.58 | 2.29 | 2.03 | 1.94 | 2.21          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 114           |
|       | 加标样品 | 2.22        | 2.31 | 2.57 | 2.34 | 2.15 | 2.07 | 2.28          |               |               |

结论：液液萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 94.6%~114%。

表 1-4-1-19 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.8          |
|       | 加标样品 | 1.42        | 1.50 | 1.34 | 1.26 | 1.66 | 1.44 | 1.44          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.7          |
|       | 加标样品 | 1.47        | 1.55 | 1.39 | 1.32 | 1.74 | 1.49 | 1.49          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.1          |
|       | 加标样品 | 1.40        | 1.48 | 1.31 | 1.25 | 1.66 | 1.42 | 1.42          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 78.4          |
|       | 加标样品 | 1.54        | 1.62 | 1.45 | 1.40 | 1.86 | 1.54 | 1.57          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.5          |
|       | 加标样品 | 1.47        | 1.54 | 1.41 | 1.35 | 1.77 | 1.51 | 1.51          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.4          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.80 | 1.61 | 1.55 | 1.99 | 1.71 | 1.73          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.8          |
|       | 加标样品 | 1.49        | 1.52 | 1.42 | 1.30 | 1.70 | 1.43 | 1.48          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.4          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.70 | 1.58 | 1.47 | 1.90 | 1.59 | 1.65          |               |               |

结论：液液萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.1%~86.4%。

表 1-4-1-20 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.2          |
|       | 加标样品 | 1.69        | 1.66 | 1.77 | 1.51 | 1.65 | 1.57 | 1.64          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.0          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.71 | 1.82 | 1.58 | 1.71 | 1.64 | 1.70          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.4          |
|       | 加标样品 | 1.66        | 1.63 | 1.75 | 1.50 | 1.63 | 1.59 | 1.63          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.2          |
|       | 加标样品 | 2.03        | 1.85 | 1.93 | 1.69 | 1.80 | 1.77 | 1.84          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.1          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.69 | 1.80 | 1.56 | 1.69 | 1.62 | 1.68          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.4          |
|       | 加标样品 | 1.97        | 1.93 | 2.05 | 1.81 | 1.94 | 1.87 | 1.93          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.8          |
|       | 加标样品 | 1.66        | 1.67 | 1.74 | 1.52 | 1.64 | 1.59 | 1.64          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.7          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.82 | 1.89 | 1.65 | 1.76 | 1.73 | 1.77          |               |               |

结论：液液萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 81.4%~96.4%。

表 1-4-1-21 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.0         |
|       | 加标样品 | 17.3       | 21.1 | 20.1 | 18.1 | 21.7 | 19.3 | 19.6          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.1         |
|       | 加标样品 | 17.3       | 20.9 | 20.2 | 18.1 | 21.8 | 19.4 | 19.6          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 95.1         |
|       | 加标样品 | 16.7       | 20.4 | 19.6 | 17.5 | 21.0 | 18.9 | 19.0          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 101          |
|       | 加标样品 | 17.9       | 21.1 | 21.2 | 18.4 | 22.3 | 20.8 | 20.3          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.3         |
|       | 加标样品 | 17.2       | 20.9 | 20.5 | 17.9 | 21.7 | 19.8 | 19.7          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.7         |
|       | 加标样品 | 17.4       | 20.8 | 20.2 | 18.2 | 21.4 | 19.2 | 19.5          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.9         |
|       | 加标样品 | 17.9       | 20.8 | 20.5 | 18.1 | 21.8 | 19.5 | 19.8          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 102          |
|       | 加标样品 | 18.6       | 21.3 | 21.0 | 18.7 | 22.5 | 20.6 | 20.5          |               |              |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 95.1%~102%。

表 1-4-1-22 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.0          |
|       | 加标样品 | 19.6        | 20.0 | 19.3 | 18.9 | 19.4 | 19.2 | 19.4          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.2          |
|       | 加标样品 | 19.5        | 20.0 | 19.4 | 19.0 | 19.4 | 19.3 | 19.4          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 94.4          |
|       | 加标样品 | 19.1        | 19.5 | 18.8 | 18.3 | 18.9 | 18.7 | 18.9          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.9          |
|       | 加标样品 | 20.3        | 20.7 | 19.2 | 19.1 | 19.0 | 19.2 | 19.6          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 96.8          |
|       | 加标样品 | 19.5        | 20.0 | 19.2 | 18.9 | 19.3 | 19.2 | 19.4          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.3          |
|       | 加标样品 | 19.5        | 20.3 | 19.7 | 19.2 | 19.9 | 19.3 | 19.7          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 100           |
|       | 加标样品 | 19.7        | 20.5 | 20.0 | 19.9 | 20.0 | 20.1 | 20.0          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 101           |
|       | 加标样品 | 20.1        | 20.8 | 20.1 | 20.2 | 20.2 | 20.1 | 20.3          |               |               |

结论：液液萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 94.4%~101%。

表 1-4-1-23 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.3          |
|       | 加标样品 | 35.9        | 34.2 | 36.1 | 34.4 | 35.5 | 36.0 | 35.3          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.0          |
|       | 加标样品 | 35.7        | 33.9 | 35.8 | 34.5 | 35.4 | 35.8 | 35.2          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 85.2          |
|       | 加标样品 | 34.8        | 32.8 | 34.6 | 33.2 | 34.3 | 34.8 | 34.1          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.0          |
|       | 加标样品 | 37.7        | 35.6 | 37.8 | 34.9 | 38.1 | 39.0 | 37.2          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.0          |
|       | 加标样品 | 35.9        | 33.8 | 35.9 | 34.2 | 35.5 | 36.0 | 35.2          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.5          |
|       | 加标样品 | 36.1        | 34.2 | 35.9 | 34.9 | 35.6 | 35.7 | 35.4          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.4          |
|       | 加标样品 | 36.5        | 34.5 | 36.9 | 36.0 | 36.2 | 36.8 | 36.2          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.9          |
|       | 加标样品 | 36.7        | 34.5 | 36.9 | 36.1 | 36.5 | 37.4 | 36.4          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 85.2%~93.0%。

表 1-4-1-24 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.1          |
|       | 加标样品 | 38.8        | 35.7 | 36.6 | 39.4 | 38.3 | 34.8 | 37.2          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 92.7          |
|       | 加标样品 | 38.4        | 35.8 | 36.3 | 39.2 | 37.8 | 35.0 | 37.1          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.0          |
|       | 加标样品 | 37.4        | 34.5 | 35.3 | 38.4 | 36.9 | 33.6 | 36.0          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 106           |
|       | 加标样品 | 44.3        | 38.3 | 41.7 | 46.5 | 47.5 | 36.2 | 42.4          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 92.7          |
|       | 加标样品 | 38.3        | 35.5 | 36.5 | 39.2 | 38.4 | 34.6 | 37.1          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.4          |
|       | 加标样品 | 38.7        | 36.9 | 37.4 | 39.3 | 38.4 | 35.9 | 37.8          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 95.6          |
|       | 加标样品 | 38.5        | 37.4 | 37.9 | 39.5 | 39.0 | 37.2 | 38.2          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.6          |
|       | 加标样品 | 38.7        | 36.8 | 37.3 | 39.0 | 38.9 | 36.2 | 37.8          |               |               |

结论：液液萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 90.0%~106%。

表 1-4-1-25 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.0          |
|       | 加标样品 | 1.75        | 1.80 | 1.73 | 1.79 | 1.75 | 1.74 | 1.76          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.0          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.71 | 1.68 | 1.74 | 1.72 | 1.67 | 1.70          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.6          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.79 | 1.76 | 1.84 | 1.79 | 1.73 | 1.77          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 119           |
|       | 加标样品 | 2.40        | 2.37 | 2.33 | 2.39 | 2.38 | 2.37 | 2.37          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.3          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.65 | 1.63 | 1.68 | 1.64 | 1.61 | 1.65          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.1          |
|       | 加标样品 | 1.69        | 1.68 | 1.63 | 1.72 | 1.67 | 1.59 | 1.66          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 98.4          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.97 | 1.94 | 2.02 | 1.98 | 1.95 | 1.97          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 100           |
|       | 加标样品 | 1.95        | 2.02 | 2.05 | 2.08 | 2.00 | 1.93 | 2.01          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 82.3%~119%。

表 1-4-1-26 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.7          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.86 | 1.88 | 1.85 | 1.86 | 1.88 | 1.87          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.5          |
|       | 加标样品 | 2.02        | 1.93 | 1.91 | 1.95 | 1.95 | 1.94 | 1.95          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.2          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.84 | 1.80 | 1.84 | 1.83 | 1.84 | 1.84          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.5          |
|       | 加标样品 | 1.98        | 1.84 | 1.79 | 1.83 | 1.82 | 1.83 | 1.85          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.5          |
|       | 加标样品 | 1.96        | 1.83 | 1.87 | 1.88 | 1.91 | 1.89 | 1.89          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.3          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.72 | 1.69 | 1.70 | 1.73 | 1.72 | 1.73          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.2          |
|       | 加标样品 | 2.04        | 1.91 | 1.95 | 1.88 | 1.97 | 1.93 | 1.94          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 100           |
|       | 加标样品 | 2.08        | 2.04 | 1.95 | 1.96 | 2.01 | 1.98 | 2.00          |               |               |

结论：液液萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 86.3%~100%。

表 1-4-1-27 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.5          |
|       | 加标样品 | 1.64        | 1.87 | 1.76 | 1.80 | 1.70 | 1.74 | 1.75          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.0          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 2.03 | 1.91 | 1.98 | 1.88 | 1.88 | 1.92          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.4          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.89 | 1.81 | 1.87 | 1.78 | 1.76 | 1.81          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.1          |
|       | 加标样品 | 1.64        | 1.78 | 1.67 | 1.71 | 1.64 | 1.65 | 1.68          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.3          |
|       | 加标样品 | 1.77        | 1.91 | 1.78 | 1.80 | 1.82 | 1.76 | 1.81          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.5          |
|       | 加标样品 | 1.52        | 1.69 | 1.57 | 1.64 | 1.59 | 1.54 | 1.59          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 99.2          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 2.05 | 1.98 | 2.03 | 1.97 | 1.97 | 1.98          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 105           |
|       | 加标样品 | 2.02        | 2.19 | 2.08 | 2.12 | 2.07 | 2.07 | 2.09          |               |               |

结论：液液萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 79.5%~105%。

表 1-4-1-28 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.0         |
|       | 加标样品 | 1.81       | 1.84 | 1.83 | 1.80 | 1.81 | 1.83 | 1.82          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.7         |
|       | 加标样品 | 1.93       | 1.96 | 1.93 | 1.91 | 1.93 | 1.94 | 1.93          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.6         |
|       | 加标样品 | 1.81       | 1.82 | 1.83 | 1.79 | 1.80 | 1.82 | 1.81          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.7         |
|       | 加标样品 | 1.81       | 1.80 | 1.79 | 1.78 | 1.79 | 1.79 | 1.79          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.8         |
|       | 加标样品 | 1.91       | 1.87 | 1.87 | 1.89 | 1.86 | 1.86 | 1.88          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.1         |
|       | 加标样品 | 1.72       | 1.70 | 1.70 | 1.70 | 1.68 | 1.71 | 1.70          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 99.9         |
|       | 加标样品 | 2.05       | 1.97 | 2.02 | 1.99 | 1.98 | 1.97 | 2.00          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101          |
|       | 加标样品 | 2.07       | 2.01 | 2.03 | 2.04 | 2.02 | 2.01 | 2.03          |               |              |

结论：液液萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 89.7%~101%。

表 1-4-1-29 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.2         |
|       | 加标样品 | 17.8       | 17.7 | 18.0 | 17.7 | 18.1 | 17.8 | 17.8          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.4         |
|       | 加标样品 | 18.0       | 18.0 | 18.2 | 18.0 | 18.3 | 18.0 | 18.1          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.6         |
|       | 加标样品 | 17.9       | 18.0 | 18.2 | 18.0 | 18.4 | 18.1 | 18.1          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.6         |
|       | 加标样品 | 19.6       | 19.8 | 19.8 | 19.5 | 20.0 | 19.6 | 19.7          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.3         |
|       | 加标样品 | 17.8       | 17.9 | 18.4 | 17.9 | 18.3 | 18.0 | 18.1          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.9         |
|       | 加标样品 | 17.5       | 17.4 | 17.5 | 17.2 | 17.5 | 17.2 | 17.4          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.8         |
|       | 加标样品 | 18.2       | 18.3 | 18.4 | 18.2 | 18.4 | 18.6 | 18.4          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 92.4         |
|       | 加标样品 | 18.4       | 18.5 | 18.4 | 18.4 | 18.6 | 18.7 | 18.5          |               |              |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 86.9%~98.6%。

表 1-4-1-30 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.3          |
|       | 加标样品 | 18.5        | 17.2 | 18.2 | 17.9 | 18.2 | 18.3 | 18.1          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.8          |
|       | 加标样品 | 19.2        | 18.1 | 18.9 | 18.6 | 18.8 | 18.9 | 18.8          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.7          |
|       | 加标样品 | 18.6        | 17.4 | 18.2 | 18.0 | 18.3 | 18.3 | 18.1          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.0          |
|       | 加标样品 | 18.9        | 17.9 | 18.7 | 18.4 | 18.7 | 19.1 | 18.6          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.0          |
|       | 加标样品 | 18.6        | 17.1 | 18.4 | 18.2 | 18.3 | 18.6 | 18.2          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 88.9          |
|       | 加标样品 | 18.0        | 17.1 | 17.9 | 17.6 | 18.0 | 18.2 | 17.8          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.0          |
|       | 加标样品 | 19.8        | 19.4 | 19.5 | 19.2 | 19.7 | 20.0 | 19.6          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 101           |
|       | 加标样品 | 19.9        | 19.6 | 19.5 | 20.4 | 20.6 | 20.8 | 20.1          |               |               |

结论：液液萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.9%~101%。

表 1-4-1-31 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 35.5        | 36.7 | 34.6 | 36.0 | 36.2 | 35.8 | 35.8          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 92.4          |
|       | 加标样品 | 36.7        | 37.6 | 35.5 | 36.9 | 37.1 | 37.9 | 36.9          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.0          |
|       | 加标样品 | 35.8        | 36.9 | 34.6 | 36.2 | 36.3 | 36.2 | 36.0          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.5          |
|       | 加标样品 | 36.8        | 36.9 | 34.7 | 36.0 | 36.9 | 35.8 | 36.2          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 91.2          |
|       | 加标样品 | 36.6        | 37.5 | 35.2 | 36.3 | 37.1 | 36.1 | 36.5          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.4          |
|       | 加标样品 | 35.7        | 36.4 | 34.0 | 35.0 | 35.6 | 35.5 | 35.4          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 96.3          |
|       | 加标样品 | 37.9        | 39.3 | 37.4 | 38.4 | 39.5 | 38.5 | 38.5          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 96.4          |
|       | 加标样品 | 38.0        | 39.1 | 37.7 | 38.7 | 39.1 | 38.7 | 38.5          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.4%~96.4%。

表 1-4-1-32 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.3          |
|       | 加标样品 | 35.7        | 36.5 | 35.6 | 35.4 | 35.4 | 35.8 | 35.7          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.2          |
|       | 加标样品 | 37.4        | 38.1 | 37.6 | 37.5 | 37.7 | 37.8 | 37.7          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.5          |
|       | 加标样品 | 36.3        | 36.8 | 36.1 | 36.0 | 36.0 | 36.1 | 36.2          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.6          |
|       | 加标样品 | 36.3        | 36.5 | 35.9 | 35.6 | 35.5 | 35.3 | 35.9          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.6          |
|       | 加标样品 | 36.2        | 36.9 | 36.2 | 36.1 | 35.9 | 36.3 | 36.3          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.3          |
|       | 加标样品 | 35.2        | 35.9 | 35.1 | 35.2 | 35.1 | 35.5 | 35.3          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 96.7          |
|       | 加标样品 | 38.4        | 39.4 | 38.7 | 38.6 | 38.1 | 38.8 | 38.7          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 96.7          |
|       | 加标样品 | 38.9        | 39.1 | 38.4 | 38.4 | 38.3 | 39.0 | 38.7          |               |               |

结论：液液萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.3%~96.7%。

表 1-4-1-33 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.8          |
|       | 加标样品 | 1.84        | 1.86 | 1.86 | 1.86 | 1.85 | 1.86 | 1.86          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.4          |
|       | 加标样品 | 1.74        | 1.75 | 1.75 | 1.76 | 1.74 | 1.75 | 1.75          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.3          |
|       | 加标样品 | 1.89        | 1.90 | 1.89 | 1.88 | 1.89 | 1.87 | 1.89          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.0          |
|       | 加标样品 | 1.80        | 1.90 | 1.72 | 1.71 | 1.85 | 1.82 | 1.80          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.9          |
|       | 加标样品 | 1.93        | 1.92 | 1.91 | 1.93 | 1.91 | 1.91 | 1.92          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.74 | 1.70 | 1.72 | 1.87 | 1.88 | 1.79          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.8          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.64 | 1.64 | 1.64 | 1.62 | 1.63 | 1.64          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.7          |
|       | 加标样品 | 1.62        | 1.54 | 1.62 | 1.63 | 1.64 | 1.63 | 1.61          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 80.7%~95.9%。

表 1-4-1-34 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.8          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.72 | 1.87 | 1.90 | 1.78 | 1.79 | 1.80          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.9          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.76 | 1.95 | 1.91 | 1.85 | 1.68 | 1.82          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.8          |
|       | 加标样品 | 1.75        | 1.75 | 1.70 | 1.95 | 1.84 | 1.79 | 1.80          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.8          |
|       | 加标样品 | 1.74        | 1.74 | 1.92 | 1.94 | 1.96 | 1.96 | 1.88          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.8          |
|       | 加标样品 | 1.85        | 1.85 | 1.83 | 1.70 | 1.82 | 1.85 | 1.82          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.8          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.94 | 1.99 | 1.78 | 1.82 | 1.78 | 1.88          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.8          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.94 | 1.94 | 1.75 | 1.82 | 1.63 | 1.84          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.3          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.94 | 1.95 | 1.79 | 1.81 | 1.64 | 1.85          |               |               |

结论：液液萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 89.8%~93.8%。

表 1-4-1-35 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.5          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.78 | 1.75 | 1.75 | 1.79 | 1.77 | 1.77          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.8          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.68 | 1.67 | 1.67 | 1.67 | 1.69 | 1.68          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.2          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.78 | 1.76 | 1.77 | 1.80 | 1.81 | 1.78          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.3          |
|       | 加标样品 | 1.92        | 1.88 | 1.88 | 1.89 | 1.92 | 1.95 | 1.91          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.2          |
|       | 加标样品 | 1.82        | 1.87 | 1.86 | 1.89 | 1.87 | 1.87 | 1.86          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.6          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.89 | 1.76 | 1.89 | 1.84 | 1.90 | 1.85          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.7          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.66 | 1.64 | 1.65 | 1.66 | 1.66 | 1.65          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.3          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.67 | 1.67 | 1.70 | 1.71 | 1.66 | 1.69          |               |               |

结论：液液萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 82.7%~95.3%。

表 1-4-1-36 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.7          |
|       | 加标样品 | 2.01        | 1.79 | 1.81 | 1.89 | 1.62 | 1.88 | 1.83          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.5          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.90 | 1.91 | 1.89 | 1.81 | 1.92 | 1.89          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.5          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.81 | 1.92 | 1.79 | 1.82 | 1.92 | 1.83          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.6          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.84 | 2.19 | 1.83 | 1.86 | 1.87 | 1.89          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.0          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.90 | 1.83 | 1.76 | 1.75 | 1.85 | 1.80          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.1          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.87 | 1.99 | 1.89 | 1.83 | 1.92 | 1.90          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.2          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.81 | 1.79 | 1.77 | 1.78 | 1.78 | 1.76          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.8          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.79 | 1.79 | 1.77 | 1.83 | 1.76 | 1.78          |               |               |

结论：液液萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.2%~95.1%。

表 1-4-1-37 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.1         |
|       | 加标样品 | 18.2       | 18.2 | 18.3 | 18.2 | 18.2 | 18.2 | 18.2          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 92.3         |
|       | 加标样品 | 18.4       | 18.5 | 18.5 | 18.4 | 18.5 | 18.4 | 18.5          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 92.6         |
|       | 加标样品 | 18.5       | 18.5 | 18.5 | 18.6 | 18.5 | 18.5 | 18.5          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.3         |
|       | 加标样品 | 18.0       | 18.1 | 18.1 | 18.1 | 18.0 | 18.1 | 18.1          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.0         |
|       | 加标样品 | 18.7       | 18.6 | 18.6 | 18.6 | 18.5 | 18.6 | 18.6          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 94.9         |
|       | 加标样品 | 19.0       | 19.0 | 19.0 | 19.0 | 18.9 | 19.0 | 19.0          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.3         |
|       | 加标样品 | 17.4       | 17.3 | 17.2 | 17.3 | 17.2 | 17.1 | 17.3          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 84.6         |
|       | 加标样品 | 17.1       | 17.0 | 16.8 | 17.0 | 16.8 | 16.8 | 16.9          |               |              |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 84.6%~94.9%。

表 1-4-1-38 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.8          |
|       | 加标样品 | 17.9        | 18.0 | 17.9 | 18.0 | 17.9 | 18.0 | 18.0          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.9          |
|       | 加标样品 | 18.3        | 18.1 | 18.2 | 18.3 | 18.1 | 18.1 | 18.2          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.1          |
|       | 加标样品 | 18.2        | 18.2 | 18.2 | 18.3 | 18.2 | 18.2 | 18.2          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.2          |
|       | 加标样品 | 17.9        | 17.8 | 17.9 | 17.9 | 17.7 | 17.8 | 17.8          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.4          |
|       | 加标样品 | 18.2        | 18.2 | 18.3 | 18.4 | 18.3 | 18.3 | 18.3          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.1          |
|       | 加标样品 | 18.6        | 18.6 | 18.6 | 18.7 | 18.6 | 18.6 | 18.6          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.2          |
|       | 加标样品 | 17.3        | 17.2 | 17.1 | 17.4 | 17.2 | 17.2 | 17.2          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 85.2          |
|       | 加标样品 | 17.0        | 17.0 | 17.0 | 17.2 | 17.0 | 17.0 | 17.0          |               |               |

结论：液液萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 85.2%~93.1%。

表 1-4-1-39 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值    | 加标量    | 加标回收  |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|--------|--------|-------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | (μg/L) | (μg/L) | 率 (%) |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 97.7  |
|       | 加标样品 | 38.8        | 39.3 | 39.1 | 39.2 | 39.0 | 39.1 | 39.1   |        |       |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 98.9  |
|       | 加标样品 | 39.5        | 39.7 | 39.7 | 39.6 | 39.5 | 39.3 | 39.6   |        |       |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 99.5  |
|       | 加标样品 | 39.8        | 40.0 | 39.7 | 39.7 | 39.7 | 39.8 | 39.8   |        |       |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 99.3  |
|       | 加标样品 | 39.6        | 39.8 | 39.8 | 39.7 | 39.9 | 39.6 | 39.7   |        |       |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 99.0  |
|       | 加标样品 | 39.5        | 39.7 | 39.7 | 39.6 | 39.4 | 39.6 | 39.6   |        |       |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 104   |
|       | 加标样品 | 41.3        | 41.5 | 41.4 | 41.4 | 41.5 | 41.4 | 41.4   |        |       |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 95.9  |
|       | 加标样品 | 38.2        | 38.5 | 38.4 | 38.2 | 38.4 | 38.4 | 38.4   |        |       |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 93.0  |
|       | 加标样品 | 36.9        | 37.0 | 37.5 | 37.1 | 37.5 | 37.2 | 37.2   |        |       |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 93.0%~104%。

表 1-4-1-40 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值    | 加标量    | 加标回收  |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|--------|--------|-------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | (μg/L) | (μg/L) | 率 (%) |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 94.1  |
|       | 加标样品 | 37.4        | 37.8 | 37.7 | 37.6 | 37.6 | 37.7 | 37.6   |        |       |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 95.5  |
|       | 加标样品 | 38.0        | 38.3 | 38.2 | 38.3 | 38.2 | 38.1 | 38.2   |        |       |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 95.7  |
|       | 加标样品 | 38.3        | 38.3 | 38.4 | 38.3 | 38.3 | 38.1 | 38.3   |        |       |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 95.6  |
|       | 加标样品 | 38.1        | 38.5 | 38.2 | 38.3 | 38.1 | 38.2 | 38.2   |        |       |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 95.6  |
|       | 加标样品 | 38.3        | 38.3 | 38.2 | 38.2 | 38.2 | 38.2 | 38.2   |        |       |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 99.5  |
|       | 加标样品 | 39.8        | 39.8 | 39.8 | 39.9 | 39.7 | 39.7 | 39.8   |        |       |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 93.4  |
|       | 加标样品 | 37.4        | 37.5 | 37.4 | 37.3 | 37.4 | 37.2 | 37.4   |        |       |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 92.2  |
|       | 加标样品 | 36.9        | 36.7 | 37.2 | 37.1 | 36.7 | 36.7 | 36.9   |        |       |

结论：液液萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 92.2%~99.5%。

表 1-4-1-41 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 103           |
|       | 加标样品 | 2.05        | 2.07 | 2.05 | 1.97 | 2.11 | 2.17 | 2.07          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.4          |
|       | 加标样品 | 1.90        | 1.92 | 1.88 | 1.84 | 1.97 | 2.05 | 1.93          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.6          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.84 | 1.83 | 1.78 | 1.92 | 2.00 | 1.87          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.1          |
|       | 加标样品 | 1.85        | 1.85 | 1.85 | 1.88 | 2.00 | 2.11 | 1.92          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.9          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.85 | 1.82 | 1.78 | 1.87 | 2.01 | 1.88          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.9          |
|       | 加标样品 | 1.80        | 1.74 | 1.81 | 1.75 | 1.89 | 1.93 | 1.82          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 110           |
|       | 加标样品 | 2.15        | 2.13 | 2.10 | 2.16 | 2.36 | 2.34 | 2.21          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 108           |
|       | 加标样品 | 2.14        | 2.04 | 2.03 | 2.10 | 2.29 | 2.32 | 2.15          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 90.9%~110%。

表 1-4-1-42 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 105           |
|       | 加标样品 | 2.10        | 2.10 | 2.16 | 2.18 | 2.09 | 2.01 | 2.11          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 102           |
|       | 加标样品 | 2.04        | 2.01 | 2.13 | 2.11 | 2.00 | 1.90 | 2.03          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.9          |
|       | 加标样品 | 1.96        | 1.95 | 2.01 | 2.04 | 1.93 | 1.87 | 1.96          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 98.0          |
|       | 加标样品 | 1.92        | 1.95 | 2.02 | 2.06 | 1.93 | 1.87 | 1.96          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.1          |
|       | 加标样品 | 1.88        | 1.86 | 1.97 | 1.95 | 1.86 | 1.78 | 1.88          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.0          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.89 | 2.11 | 2.00 | 1.85 | 1.73 | 1.92          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.3          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.97 | 2.21 | 1.97 | 1.80 | 1.72 | 1.93          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 127           |
|       | 加标样品 | 2.52        | 2.60 | 2.86 | 2.60 | 2.40 | 2.31 | 2.55          |               |               |

结论：液液萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 94.1%~127%。

表 1-4-1-43 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.8          |
|       | 加标样品 | 1.60        | 1.65 | 1.71 | 1.71 | 1.65 | 1.63 | 1.66          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.5          |
|       | 加标样品 | 1.50        | 1.53 | 1.60 | 1.59 | 1.55 | 1.53 | 1.55          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.9          |
|       | 加标样品 | 1.46        | 1.48 | 1.54 | 1.56 | 1.48 | 1.47 | 1.50          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.7          |
|       | 加标样品 | 1.50        | 1.53 | 1.56 | 1.56 | 1.48 | 1.46 | 1.51          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.8          |
|       | 加标样品 | 1.46        | 1.39 | 1.47 | 1.46 | 1.43 | 1.41 | 1.44          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 70.1          |
|       | 加标样品 | 1.46        | 1.35 | 1.44 | 1.43 | 1.37 | 1.37 | 1.40          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 106           |
|       | 加标样品 | 2.11        | 2.16 | 2.17 | 2.16 | 2.10 | 2.07 | 2.13          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.7          |
|       | 加标样品 | 1.85        | 1.88 | 1.89 | 1.94 | 1.85 | 1.83 | 1.87          |               |               |

结论：液液萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 70.1%~106%。

表 1-4-1-44 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.5          |
|       | 加标样品 | 1.88        | 1.86 | 1.98 | 1.74 | 1.81 | 1.82 | 1.85          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.6          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.74 | 1.87 | 1.61 | 1.71 | 1.69 | 1.73          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.8          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.70 | 1.81 | 1.56 | 1.64 | 1.63 | 1.68          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.8          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.66 | 1.75 | 1.52 | 1.57 | 1.61 | 1.64          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 78.6          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.56 | 1.71 | 1.44 | 1.57 | 1.53 | 1.57          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.7          |
|       | 加标样品 | 1.62        | 1.54 | 1.67 | 1.43 | 1.54 | 1.52 | 1.55          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 113           |
|       | 加标样品 | 2.31        | 2.31 | 2.37 | 2.16 | 2.19 | 2.24 | 2.26          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 99.5          |
|       | 加标样品 | 2.05        | 2.01 | 2.10 | 1.87 | 1.97 | 1.95 | 1.99          |               |               |

结论：液液萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 77.7%~113%。

表 1-4-1-45 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.5         |
|       | 加标样品 | 16.6       | 21.2 | 20.1 | 17.9 | 18.1 | 18.2 | 18.7          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.8         |
|       | 加标样品 | 18.0       | 21.9 | 21.0 | 19.0 | 20.1 | 18.6 | 19.8          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.8         |
|       | 加标样品 | 17.8       | 21.7 | 20.6 | 18.7 | 20.1 | 18.4 | 19.6          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 96.0         |
|       | 加标样品 | 18.1       | 21.2 | 21.0 | 18.1 | 19.2 | 17.6 | 19.2          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.7         |
|       | 加标样品 | 17.7       | 21.4 | 21.1 | 18.5 | 20.3 | 18.1 | 19.5          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 95.9         |
|       | 加标样品 | 17.6       | 21.4 | 20.6 | 18.3 | 19.2 | 18.0 | 19.2          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 99.4         |
|       | 加标样品 | 18.3       | 21.9 | 21.4 | 18.6 | 19.9 | 19.1 | 19.9          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 102          |
|       | 加标样品 | 19.0       | 22.0 | 21.8 | 19.2 | 20.8 | 19.1 | 20.3          |               |              |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 93.5%~102%。

表 1-4-1-46 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 96.4          |
|       | 加标样品 | 19.3        | 19.7 | 19.2 | 18.8 | 19.4 | 19.5 | 19.3          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.1          |
|       | 加标样品 | 19.5        | 20.0 | 19.4 | 19.2 | 19.9 | 19.7 | 19.6          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.1          |
|       | 加标样品 | 19.2        | 20.0 | 19.2 | 18.8 | 19.6 | 19.6 | 19.4          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.9          |
|       | 加标样品 | 18.6        | 18.9 | 17.5 | 17.4 | 17.5 | 17.9 | 18.0          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 96.2          |
|       | 加标样品 | 19.3        | 19.9 | 19.0 | 18.9 | 19.2 | 19.1 | 19.2          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 95.0          |
|       | 加标样品 | 19.0        | 19.6 | 19.0 | 18.5 | 19.0 | 19.1 | 19.0          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 102           |
|       | 加标样品 | 20.2        | 20.7 | 20.4 | 20.1 | 20.3 | 20.4 | 20.3          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 100           |
|       | 加标样品 | 20.0        | 20.3 | 20.0 | 19.8 | 19.9 | 19.8 | 20.0          |               |               |

结论：液液萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 89.9%~102%。

表 1-4-1-47 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 84.1          |
|       | 加标样品 | 33.0        | 31.7 | 35.2 | 33.6 | 34.2 | 34.2 | 33.6          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.4          |
|       | 加标样品 | 37.0        | 34.0 | 36.4 | 35.3 | 36.8 | 37.4 | 36.2          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.4          |
|       | 加标样品 | 36.9        | 34.1 | 36.3 | 35.1 | 37.1 | 37.5 | 36.2          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 35.8        | 34.7 | 36.1 | 33.7 | 37.3 | 37.4 | 35.8          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.2          |
|       | 加标样品 | 36.7        | 34.3 | 36.6 | 35.0 | 36.5 | 37.4 | 36.1          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.8          |
|       | 加标样品 | 37.0        | 34.2 | 36.4 | 35.2 | 35.9 | 36.7 | 35.9          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 92.4          |
|       | 加标样品 | 37.9        | 35.4 | 37.0 | 36.7 | 36.8 | 38.1 | 37.0          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 92.8          |
|       | 加标样品 | 37.4        | 35.6 | 37.4 | 36.8 | 36.6 | 38.8 | 37.1          |               |               |

结论：液液萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 84.1%~92.8%。

表 1-4-1-48 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.5         |
|       | 加标样品 | 38.9       | 35.4 | 36.4 | 40.2 | 38.9 | 34.7 | 37.4          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.5         |
|       | 加标样品 | 38.8       | 35.8 | 36.4 | 39.9 | 38.4 | 35.1 | 37.4          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.5         |
|       | 加标样品 | 38.8       | 35.1 | 36.5 | 40.0 | 39.1 | 34.9 | 37.4          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.8         |
|       | 加标样品 | 39.2       | 34.4 | 36.9 | 41.8 | 42.5 | 32.6 | 37.9          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.2         |
|       | 加标样品 | 38.6       | 35.6 | 36.6 | 39.6 | 38.6 | 34.8 | 37.3          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 91.5         |
|       | 加标样品 | 37.3       | 35.9 | 35.9 | 38.1 | 37.1 | 35.4 | 36.6          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.7         |
|       | 加标样品 | 38.6       | 36.9 | 37.4 | 39.3 | 38.4 | 36.5 | 37.9          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.4         |
|       | 加标样品 | 38.5       | 36.3 | 37.5 | 39.3 | 39.2 | 35.8 | 37.8          |               |              |

结论：液液萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 91.5%～94.8%。

1.4.2 固相萃取法

表 1-4-2-1 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.0         |
|       | 加标样品 | 1.56       | 1.56 | 1.69 | 1.55 | 1.58 | 1.52 | 1.58          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.6         |
|       | 加标样品 | 1.50       | 1.47 | 1.60 | 1.53 | 1.49 | 1.48 | 1.51          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.5         |
|       | 加标样品 | 1.46       | 1.42 | 1.54 | 1.49 | 1.45 | 1.45 | 1.47          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.0         |
|       | 加标样品 | 1.80       | 1.85 | 1.84 | 1.81 | 1.72 | 1.77 | 1.80          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.1         |
|       | 加标样品 | 1.67       | 1.72 | 1.72 | 1.82 | 1.77 | 1.74 | 1.74          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.0         |
|       | 加标样品 | 1.41       | 1.44 | 1.54 | 1.59 | 1.58 | 1.45 | 1.50          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 78.7         |
|       | 加标样品 | 1.54       | 1.54 | 1.64 | 1.67 | 1.55 | 1.51 | 1.57          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.4         |
|       | 加标样品 | 1.69       | 1.69 | 1.77 | 1.76 | 1.70 | 1.64 | 1.71          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 75.0%~90.0%。

表 1-4-2-2 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.4          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.79 | 1.80 | 1.79 | 1.83 | 1.71 | 1.77          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.1          |
|       | 加标样品 | 1.56        | 1.67 | 1.63 | 1.67 | 1.72 | 1.62 | 1.64          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.5          |
|       | 加标样品 | 1.67        | 1.75 | 1.72 | 1.73 | 1.80 | 1.71 | 1.73          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 2.00        | 1.99 | 2.05 | 2.01 | 2.07 | 2.05 | 2.03          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.4          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.69 | 1.67 | 1.69 | 1.68 | 1.64 | 1.67          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.0          |
|       | 加标样品 | 1.43        | 1.53 | 1.44 | 1.46 | 1.59 | 1.46 | 1.48          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.9          |
|       | 加标样品 | 1.79        | 1.84 | 1.84 | 1.78 | 1.96 | 1.84 | 1.84          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.6          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.77 | 1.78 | 1.78 | 1.89 | 1.83 | 1.79          |               |               |

结论：固相萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 74.0%~101%。

表 1-4-2-3 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.3          |
|       | 加标样品 | 1.97        | 1.86 | 1.80 | 1.83 | 1.75 | 1.77 | 1.83          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.3          |
|       | 加标样品 | 1.81        | 1.69 | 1.62 | 1.68 | 1.59 | 1.63 | 1.67          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.3          |
|       | 加标样品 | 1.90        | 1.76 | 1.68 | 1.77 | 1.67 | 1.71 | 1.75          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 103           |
|       | 加标样品 | 2.19        | 2.06 | 2.00 | 2.09 | 2.06 | 2.03 | 2.07          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.5          |
|       | 加标样品 | 1.90        | 1.78 | 1.71 | 1.77 | 1.63 | 1.73 | 1.75          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.4          |
|       | 加标样品 | 1.48        | 1.41 | 1.40 | 1.45 | 1.42 | 1.42 | 1.43          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.0          |
|       | 加标样品 | 1.90        | 1.81 | 2.13 | 2.01 | 1.92 | 1.76 | 1.92          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.6          |
|       | 加标样品 | 1.93        | 1.82 | 1.93 | 1.93 | 1.83 | 1.81 | 1.87          |               |               |

结论：固相萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 83.3%~103%。

表 1-4-2-4 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 90.3          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 2.09 | 1.80 | 1.83 | 1.73 | 1.55 | 1.81          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.2          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.88 | 1.70 | 1.70 | 1.55 | 1.45 | 1.66          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.6          |
|       | 加标样品 | 1.79        | 1.92 | 1.78 | 1.78 | 1.61 | 1.52 | 1.73          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.7          |
|       | 加标样品 | 2.00        | 1.99 | 2.13 | 1.97 | 1.87 | 1.77 | 1.95          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.3          |
|       | 加标样品 | 1.82        | 1.89 | 1.78 | 1.79 | 1.59 | 1.51 | 1.73          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 70.7          |
|       | 加标样品 | 1.43        | 1.46 | 1.42 | 1.45 | 1.40 | 1.33 | 1.41          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.8          |
|       | 加标样品 | 1.77        | 1.76 | 1.69 | 1.63 | 1.87 | 1.83 | 1.76          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.8          |
|       | 加标样品 | 1.84        | 1.78 | 1.74 | 1.70 | 1.76 | 1.71 | 1.76          |               |               |

结论：固相萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 70.7%~97.7%。

表 1-4-2-5 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 84.2         |
|       | 加标样品 | 17.2       | 18.6 | 16.1 | 16.1 | 15.0 | 18.0 | 16.8          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.4         |
|       | 加标样品 | 18.1       | 20.0 | 16.8 | 17.2 | 15.8 | 19.4 | 17.9          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.8         |
|       | 加标样品 | 18.1       | 20.1 | 16.9 | 17.2 | 15.8 | 19.5 | 18.0          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 106          |
|       | 加标样品 | 21.4       | 23.6 | 20.4 | 21.0 | 18.6 | 22.7 | 21.3          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 92.7         |
|       | 加标样品 | 18.8       | 20.9 | 17.4 | 17.8 | 16.1 | 20.3 | 18.5          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 78.1         |
|       | 加标样品 | 16.1       | 17.8 | 14.6 | 14.8 | 13.2 | 17.2 | 15.6          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 94.3         |
|       | 加标样品 | 18.7       | 21.2 | 18.0 | 18.1 | 16.4 | 20.7 | 18.9          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 102          |
|       | 加标样品 | 20.6       | 23.3 | 19.9 | 19.7 | 17.2 | 22.1 | 20.5          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 84.2%~106%。

表 1-4-2-6 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心  
验证日期：2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.3         |
|       | 加标样品 | 18.4       | 17.7 | 18.9 | 19.0 | 18.8 | 19.2 | 18.7          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 99.0         |
|       | 加标样品 | 19.6       | 18.6 | 20.1 | 19.9 | 20.0 | 20.5 | 19.8          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 101          |
|       | 加标样品 | 20.0       | 19.1 | 20.3 | 20.4 | 20.4 | 20.9 | 20.2          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 114          |
|       | 加标样品 | 22.7       | 23.4 | 22.6 | 24.0 | 20.8 | 23.8 | 22.9          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.7         |
|       | 加标样品 | 19.7       | 18.4 | 20.0 | 19.8 | 19.2 | 20.2 | 19.5          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.2         |
|       | 加标样品 | 18.1       | 17.8 | 18.7 | 17.7 | 20.3 | 19.2 | 18.6          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 105          |
|       | 加标样品 | 21.0       | 19.9 | 21.5 | 19.8 | 22.0 | 22.2 | 21.1          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 111          |
|       | 加标样品 | 22.5       | 21.1 | 22.8 | 21.5 | 22.1 | 23.0 | 22.2          |               |              |

结论：固相萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 93.2%～114%。

表 1-4-2-7 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 91.8          |
|       | 加标样品 | 37.5        | 38.0 | 36.2 | 37.2 | 36.3 | 35.0 | 36.7          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 99.1          |
|       | 加标样品 | 39.8        | 40.8 | 39.9 | 40.2 | 39.6 | 37.5 | 39.6          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 102           |
|       | 加标样品 | 41.4        | 42.3 | 40.6 | 41.3 | 40.2 | 38.8 | 40.8          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 120           |
|       | 加标样品 | 48.6        | 47.1 | 47.2 | 47.6 | 46.4 | 51.0 | 48.0          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 42.7        | 44.7 | 42.8 | 42.9 | 42.6 | 40.5 | 42.7          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 99.0          |
|       | 加标样品 | 40.5        | 40.9 | 40.3 | 39.8 | 39.6 | 36.4 | 39.6          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 108           |
|       | 加标样品 | 42.7        | 44.0 | 43.4 | 45.0 | 44.4 | 40.8 | 43.4          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 115           |
|       | 加标样品 | 44.9        | 47.6 | 46.5 | 47.3 | 46.6 | 43.3 | 46.0          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 91.8%~120%。

表 1-4-2-8 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 重庆市生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值    | 加标量    | 加标回收  |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|--------|--------|-------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | (µg/L) | (µg/L) | 率 (%) |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 91.6  |
|       | 加标样品 | 35.1        | 37.6 | 37.1 | 37.3 | 37.4 | 35.3 | 36.6   |        |       |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 98.4  |
|       | 加标样品 | 37.9        | 40.8 | 39.2 | 40.4 | 40.0 | 38.0 | 39.4   |        |       |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 102   |
|       | 加标样品 | 39.0        | 42.2 | 41.4 | 41.8 | 41.9 | 39.3 | 40.9   |        |       |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 115   |
|       | 加标样品 | 42.8        | 46.3 | 47.0 | 46.4 | 45.1 | 47.2 | 45.8   |        |       |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 102   |
|       | 加标样品 | 39.7        | 42.3 | 41.9 | 41.8 | 40.6 | 39.4 | 41.0   |        |       |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 98.7  |
|       | 加标样品 | 39.3        | 40.9 | 38.8 | 40.9 | 39.6 | 37.4 | 39.5   |        |       |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 100   |
|       | 加标样品 | 41.0        | 40.4 | 40.2 | 43.2 | 37.1 | 38.5 | 40.1   |        |       |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 110   |
|       | 加标样品 | 44.2        | 45.2 | 44.2 | 46.7 | 41.5 | 42.4 | 44.0   |        |       |

结论：固相萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 91.6%~115%。

表 1-4-2-9 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.0          |
|       | 加标样品 | 1.63        | 1.59 | 1.70 | 1.68 | 1.62 | 1.61 | 1.64          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.9          |
|       | 加标样品 | 1.48        | 1.45 | 1.55 | 1.54 | 1.50 | 1.47 | 1.50          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 76.7          |
|       | 加标样品 | 1.53        | 1.50 | 1.59 | 1.58 | 1.51 | 1.50 | 1.53          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.1          |
|       | 加标样品 | 1.56        | 1.52 | 1.55 | 1.53 | 1.41 | 1.44 | 1.50          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.0          |
|       | 加标样品 | 1.41        | 1.41 | 1.43 | 1.46 | 1.43 | 1.39 | 1.42          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.6          |
|       | 加标样品 | 1.42        | 1.42 | 1.43 | 1.41 | 1.50 | 1.42 | 1.43          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 104           |
|       | 加标样品 | 2.04        | 2.05 | 2.12 | 2.15 | 2.07 | 2.04 | 2.08          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.8          |
|       | 加标样品 | 1.57        | 1.56 | 1.63 | 1.66 | 1.59 | 1.68 | 1.62          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.0%~104%。

表 1-4-2-10 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.9          |
|       | 加标样品 | 1.89        | 2.00 | 1.89 | 1.94 | 2.00 | 1.90 | 1.94          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.1          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.83 | 1.74 | 1.78 | 1.85 | 1.78 | 1.78          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.1          |
|       | 加标样品 | 1.81        | 1.91 | 1.82 | 1.87 | 1.94 | 1.83 | 1.86          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.2          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.89 | 1.86 | 1.83 | 1.90 | 1.87 | 1.86          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.1          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.68 | 1.60 | 1.67 | 1.67 | 1.62 | 1.64          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.7          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.87 | 1.72 | 1.77 | 1.89 | 1.79 | 1.79          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 116           |
|       | 加标样品 | 2.30        | 2.41 | 2.40 | 2.31 | 2.29 | 2.20 | 2.32          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 104           |
|       | 加标样品 | 2.00        | 2.07 | 2.08 | 2.05 | 2.20 | 2.09 | 2.08          |               |               |

结论：固相萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 82.1%~116%。

表 1-4-2-11 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.1          |
|       | 加标样品 | 1.69        | 1.71 | 1.71 | 1.72 | 1.71 | 1.68 | 1.70          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.6          |
|       | 加标样品 | 1.54        | 1.55 | 1.56 | 1.56 | 1.56 | 1.53 | 1.55          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.7          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.61 | 1.62 | 1.63 | 1.62 | 1.59 | 1.61          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.3          |
|       | 加标样品 | 1.58        | 1.57 | 1.66 | 1.62 | 1.62 | 1.58 | 1.61          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.0          |
|       | 加标样品 | 1.45        | 1.50 | 1.42 | 1.41 | 1.49 | 1.48 | 1.46          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.5          |
|       | 加标样品 | 1.47        | 1.47 | 1.55 | 1.53 | 1.55 | 1.49 | 1.51          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 113           |
|       | 加标样品 | 2.18        | 2.18 | 2.30 | 2.32 | 2.39 | 2.21 | 2.26          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.5          |
|       | 加标样品 | 1.55        | 1.57 | 1.68 | 1.67 | 1.65 | 1.54 | 1.61          |               |               |

结论：固相萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 73.0%~113%。

表 1-4-2-12 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.9          |
|       | 加标样品 | 1.89        | 2.00 | 1.89 | 1.94 | 2.00 | 1.90 | 1.94          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.1          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.83 | 1.74 | 1.78 | 1.85 | 1.78 | 1.78          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.1          |
|       | 加标样品 | 1.81        | 1.91 | 1.82 | 1.87 | 1.94 | 1.83 | 1.86          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.2          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 1.89 | 1.86 | 1.83 | 1.90 | 1.87 | 1.86          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.1          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.68 | 1.60 | 1.67 | 1.67 | 1.62 | 1.64          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.7          |
|       | 加标样品 | 1.73        | 1.87 | 1.72 | 1.77 | 1.89 | 1.79 | 1.79          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 116           |
|       | 加标样品 | 2.30        | 2.41 | 2.40 | 2.31 | 2.29 | 2.20 | 2.32          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 104           |
|       | 加标样品 | 2.00        | 2.07 | 2.08 | 2.05 | 2.20 | 2.09 | 2.08          |               |               |

结论：固相萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 82.1%~116%。

表 1-4-2-13 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 74.7         |
|       | 加标样品 | 14.4       | 14.5 | 14.8 | 14.7 | 15.4 | 15.8 | 14.9          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 75.5         |
|       | 加标样品 | 14.6       | 14.7 | 15.0 | 14.9 | 15.6 | 15.9 | 15.1          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 73.9         |
|       | 加标样品 | 14.3       | 14.3 | 14.6 | 14.6 | 15.3 | 15.5 | 14.8          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.7         |
|       | 加标样品 | 17.7       | 18.2 | 18.2 | 17.7 | 18.8 | 19.5 | 18.3          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 75.7         |
|       | 加标样品 | 14.6       | 14.8 | 14.9 | 14.8 | 15.7 | 16.0 | 15.1          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 75.8         |
|       | 加标样品 | 14.1       | 15.4 | 14.7 | 15.9 | 16.9 | 14.1 | 15.2          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 104          |
|       | 加标样品 | 20.0       | 20.6 | 20.9 | 19.5 | 21.9 | 22.1 | 20.8          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 102          |
|       | 加标样品 | 19.5       | 20.3 | 20.2 | 19.3 | 21.1 | 21.4 | 20.3          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 73.9%~104%。

表 1-4-2-14 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 78.0          |
|       | 加标样品 | 15.6        | 14.6 | 15.5 | 15.9 | 15.6 | 16.3 | 15.6          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 78.6          |
|       | 加标样品 | 15.7        | 14.7 | 15.7 | 15.9 | 15.8 | 16.5 | 15.7          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 77.2          |
|       | 加标样品 | 15.4        | 14.5 | 15.4 | 15.7 | 15.4 | 16.3 | 15.4          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.0          |
|       | 加标样品 | 20.4        | 18.7 | 19.6 | 19.9 | 17.3 | 20.6 | 19.4          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 76.7          |
|       | 加标样品 | 15.5        | 14.3 | 15.4 | 15.7 | 15.0 | 16.1 | 15.3          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 75.9          |
|       | 加标样品 | 14.8        | 14.4 | 15.2 | 14.7 | 16.3 | 15.8 | 15.2          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 113           |
|       | 加标样品 | 22.8        | 21.3 | 22.9 | 21.6 | 23.5 | 23.7 | 22.6          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 22.0        | 20.2 | 21.7 | 21.0 | 21.3 | 22.4 | 21.4          |               |               |

结论：固相萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 75.9%~113%。

表 1-4-2-15 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 78.4          |
|       | 加标样品 | 32.0        | 33.0 | 31.6 | 30.5 | 31.0 | 30.1 | 31.4          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 77.1          |
|       | 加标样品 | 31.2        | 32.3 | 31.3 | 30.0 | 30.8 | 29.3 | 30.8          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 76.1          |
|       | 加标样品 | 30.9        | 32.0 | 30.7 | 29.5 | 30.1 | 29.3 | 30.4          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 101           |
|       | 加标样品 | 41.2        | 44.6 | 38.4 | 37.9 | 38.2 | 41.4 | 40.3          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 78.6          |
|       | 加标样品 | 31.8        | 33.1 | 31.7 | 30.5 | 31.4 | 30.1 | 31.4          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.1          |
|       | 加标样品 | 30.8        | 31.4 | 30.8 | 29.2 | 30.2 | 28.2 | 30.1          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 114           |
|       | 加标样品 | 44.2        | 46.7 | 47.0 | 44.3 | 47.6 | 42.6 | 45.4          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 107           |
|       | 加标样品 | 41.4        | 44.8 | 44.1 | 41.6 | 43.9 | 40.2 | 42.7          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 75.1%~114%。

表 1-4-2-16 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖南省生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.6          |
|       | 加标样品 | 29.0        | 31.1 | 30.4 | 30.5 | 31.0 | 29.4 | 30.3          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.4          |
|       | 加标样品 | 29.2        | 31.1 | 30.2 | 30.8 | 30.6 | 29.1 | 30.1          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 74.7          |
|       | 加标样品 | 28.7        | 30.8 | 30.0 | 30.2 | 30.6 | 29.0 | 29.9          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 102           |
|       | 加标样品 | 39.7        | 41.7 | 41.2 | 41.1 | 39.9 | 40.9 | 40.8          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.8          |
|       | 加标样品 | 29.5        | 31.2 | 30.9 | 30.7 | 30.3 | 29.5 | 30.3          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.4          |
|       | 加标样品 | 29.9        | 31.2 | 29.6 | 31.0 | 30.5 | 28.9 | 30.2          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 104           |
|       | 加标样品 | 42.2        | 41.8 | 41.4 | 44.1 | 38.9 | 40.2 | 41.4          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 102           |
|       | 加标样品 | 40.7        | 41.7 | 40.6 | 42.6 | 38.7 | 39.5 | 40.6          |               |               |

结论：固相萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 74.7%~104%。

表 1-4-2-17 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.8          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.53 | 1.53 | 1.50 | 1.54 | 1.58 | 1.56          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.2          |
|       | 加标样品 | 1.65        | 1.56 | 1.56 | 1.54 | 1.57 | 1.62 | 1.58          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.9          |
|       | 加标样品 | 1.57        | 1.48 | 1.47 | 1.46 | 1.48 | 1.53 | 1.50          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.7          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.63 | 1.63 | 1.59 | 1.56 | 1.69 | 1.63          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.1          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.64 | 1.60 | 1.64 | 1.64 | 1.69 | 1.66          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.6          |
|       | 加标样品 | 1.44        | 1.43 | 1.46 | 1.49 | 1.54 | 1.47 | 1.47          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.7          |
|       | 加标样品 | 1.66        | 1.62 | 1.58 | 1.59 | 1.59 | 1.64 | 1.61          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.4          |
|       | 加标样品 | 2.01        | 1.94 | 1.86 | 1.89 | 1.81 | 1.93 | 1.91          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 73.6%~95.4%。

表 1-4-2-18 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.6          |
|       | 加标样品 | 1.69        | 1.80 | 1.68 | 1.77 | 1.83 | 1.74 | 1.75          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.2          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.88 | 1.75 | 1.84 | 1.91 | 1.80 | 1.82          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.5          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.77 | 1.67 | 1.75 | 1.81 | 1.69 | 1.73          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.7          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.90 | 1.91 | 1.88 | 1.96 | 1.89 | 1.91          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 1.75        | 1.80 | 1.72 | 1.85 | 1.84 | 1.78 | 1.79          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.0          |
|       | 加标样品 | 1.87        | 2.01 | 1.83 | 1.89 | 2.03 | 1.89 | 1.92          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 100           |
|       | 加标样品 | 1.95        | 2.05 | 1.95 | 1.94 | 2.13 | 1.99 | 2.00          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 103           |
|       | 加标样品 | 2.03        | 2.08 | 2.00 | 2.05 | 2.13 | 2.08 | 2.06          |               |               |

结论：固相萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 86.5%~103%。

表 1-4-2-19 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.0          |
|       | 加标样品 | 1.44        | 1.45 | 1.47 | 1.49 | 1.47 | 1.43 | 1.46          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 75.8          |
|       | 加标样品 | 1.50        | 1.50 | 1.54 | 1.53 | 1.52 | 1.50 | 1.52          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 70.8          |
|       | 加标样品 | 1.39        | 1.40 | 1.44 | 1.44 | 1.43 | 1.40 | 1.42          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.4          |
|       | 加标样品 | 1.60        | 1.64 | 1.66 | 1.64 | 1.65 | 1.59 | 1.63          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.4          |
|       | 加标样品 | 1.47        | 1.49 | 1.52 | 1.52 | 1.46 | 1.46 | 1.49          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.0          |
|       | 加标样品 | 1.53        | 1.54 | 1.63 | 1.59 | 1.65 | 1.54 | 1.58          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.4          |
|       | 加标样品 | 1.58        | 1.63 | 2.01 | 1.82 | 1.82 | 1.63 | 1.75          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.2          |
|       | 加标样品 | 1.69        | 1.72 | 1.93 | 1.82 | 1.81 | 1.74 | 1.78          |               |               |

结论：固相萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 70.8%~89.2%。

表 1-4-2-20 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.3         |
|       | 加标样品 | 1.65       | 2.03 | 1.77 | 1.47 | 1.53 | 1.54 | 1.67          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.9         |
|       | 加标样品 | 1.71       | 2.08 | 1.81 | 1.52 | 1.57 | 1.62 | 1.72          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.7         |
|       | 加标样品 | 1.61       | 1.98 | 1.74 | 1.46 | 1.49 | 1.53 | 1.63          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.8         |
|       | 加标样品 | 1.72       | 1.92 | 1.93 | 1.61 | 1.65 | 1.70 | 1.76          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.9         |
|       | 加标样品 | 1.75       | 2.04 | 1.84 | 1.53 | 1.55 | 1.60 | 1.72          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.4         |
|       | 加标样品 | 1.70       | 1.89 | 1.81 | 1.54 | 1.69 | 1.75 | 1.73          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.0         |
|       | 加标样品 | 1.73       | 1.92 | 1.75 | 1.44 | 1.89 | 1.97 | 1.78          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.4         |
|       | 加标样品 | 1.89       | 2.05 | 1.92 | 1.60 | 1.90 | 1.96 | 1.89          |               |              |

结论：固相萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 81.7%~94.4%。

表 1-4-2-21 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 81.4         |
|       | 加标样品 | 15.9       | 15.9 | 15.8 | 15.6 | 17.2 | 17.2 | 16.3          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 81.3         |
|       | 加标样品 | 15.9       | 16.0 | 15.9 | 15.6 | 17.1 | 17.1 | 16.3          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 79.1         |
|       | 加标样品 | 15.5       | 15.4 | 15.4 | 15.2 | 16.8 | 16.7 | 15.8          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 83.8         |
|       | 加标样品 | 16.2       | 16.5 | 16.5 | 16.2 | 17.6 | 17.7 | 16.8          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 83.8         |
|       | 加标样品 | 16.4       | 16.5 | 16.3 | 16.1 | 17.5 | 17.7 | 16.8          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 72.9         |
|       | 加标样品 | 14.3       | 14.3 | 14.3 | 14.1 | 15.0 | 15.5 | 14.6          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 81.8         |
|       | 加标样品 | 15.7       | 16.1 | 16.3 | 15.9 | 16.8 | 17.3 | 16.4          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 88.1         |
|       | 加标样品 | 17.1       | 17.4 | 17.5 | 17.0 | 18.2 | 18.6 | 17.6          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 72.9%~88.1%。

表 1-4-2-22 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.8          |
|       | 加标样品 | 18.4        | 17.4 | 18.2 | 18.7 | 18.4 | 19.2 | 18.4          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 92.7          |
|       | 加标样品 | 18.6        | 17.5 | 18.5 | 18.8 | 18.6 | 19.3 | 18.5          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 17.9        | 16.9 | 17.9 | 18.2 | 17.8 | 18.7 | 17.9          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 92.2          |
|       | 加标样品 | 19.0        | 17.9 | 18.6 | 18.9 | 16.5 | 19.8 | 18.4          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.6          |
|       | 加标样品 | 18.4        | 17.1 | 18.2 | 18.4 | 17.7 | 18.9 | 18.1          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 89.2          |
|       | 加标样品 | 17.3        | 17.0 | 17.7 | 17.3 | 19.2 | 18.5 | 17.8          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 95.6          |
|       | 加标样品 | 19.3        | 18.1 | 19.2 | 18.2 | 19.6 | 20.3 | 19.1          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.5          |
|       | 加标样品 | 19.9        | 18.5 | 19.7 | 19.1 | 19.4 | 20.3 | 19.5          |               |               |

结论：固相萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 89.2%~97.5%。

表 1-4-2-23 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.6          |
|       | 加标样品 | 31.0        | 30.0 | 30.9 | 30.3 | 30.9 | 28.4 | 30.2          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.1          |
|       | 加标样品 | 30.8        | 29.6 | 30.5 | 30.1 | 30.8 | 28.3 | 30.0          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 73.0          |
|       | 加标样品 | 29.9        | 28.9 | 29.7 | 29.4 | 29.8 | 27.5 | 29.2          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 77.7          |
|       | 加标样品 | 32.2        | 30.5 | 31.1 | 31.5 | 31.4 | 29.7 | 31.1          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 77.1          |
|       | 加标样品 | 31.8        | 30.4 | 31.4 | 31.0 | 31.8 | 28.6 | 30.8          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 74.1          |
|       | 加标样品 | 30.8        | 29.9 | 30.5 | 29.2 | 30.2 | 27.4 | 29.7          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 75.7          |
|       | 加标样品 | 30.9        | 29.3 | 29.8 | 31.2 | 31.2 | 29.3 | 30.3          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 78.5          |
|       | 加标样品 | 32.1        | 30.5 | 31.5 | 32.3 | 32.3 | 29.8 | 31.4          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 73.0%~78.5%。

表 1-4-2-24 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅武汉生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.0          |
|       | 加标样品 | 34.0        | 36.6 | 35.8 | 36.1 | 36.4 | 34.8 | 35.6          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.0          |
|       | 加标样品 | 34.4        | 36.8 | 35.5 | 36.5 | 35.9 | 34.5 | 35.6          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 86.2          |
|       | 加标样品 | 32.9        | 35.5 | 34.8 | 34.9 | 35.2 | 33.6 | 34.5          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 100           |
|       | 加标样品 | 38.9        | 41.2 | 40.4 | 40.7 | 38.9 | 40.1 | 40.0          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.1          |
|       | 加标样品 | 34.5        | 36.7 | 36.4 | 36.2 | 35.3 | 34.7 | 35.6          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.7          |
|       | 加标样品 | 35.3        | 37.1 | 35.2 | 36.9 | 36.0 | 34.7 | 35.9          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 86.9          |
|       | 加标样品 | 35.3        | 35.0 | 34.6 | 37.1 | 32.7 | 34.0 | 34.8          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.5          |
|       | 加标样品 | 36.1        | 37.2 | 36.2 | 38.2 | 34.5 | 35.0 | 36.2          |               |               |

结论：固相萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 86.2%~100%。

表 1-4-2-25 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.6         |
|       | 加标样品 | 1.62       | 1.58 | 1.69 | 1.69 | 1.61 | 1.60 | 1.63          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.5         |
|       | 加标样品 | 1.65       | 1.61 | 1.72 | 1.74 | 1.66 | 1.64 | 1.67          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.4         |
|       | 加标样品 | 1.57       | 1.54 | 1.65 | 1.65 | 1.58 | 1.55 | 1.59          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.2         |
|       | 加标样品 | 1.68       | 1.64 | 1.68 | 1.71 | 1.56 | 1.59 | 1.64          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.5         |
|       | 加标样品 | 1.68       | 1.60 | 1.74 | 1.77 | 1.68 | 1.67 | 1.69          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.7         |
|       | 加标样品 | 1.39       | 1.42 | 1.54 | 1.61 | 1.57 | 1.43 | 1.49          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101          |
|       | 加标样品 | 2.00       | 2.00 | 2.06 | 2.16 | 2.01 | 1.92 | 2.02          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 102          |
|       | 加标样品 | 2.05       | 2.01 | 2.06 | 2.14 | 1.99 | 1.93 | 2.03          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 74.7%~102%。

表 1-4-2-26 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.7          |
|       | 加标样品 | 1.88        | 1.99 | 1.89 | 1.97 | 2.01 | 1.86 | 1.93          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 1.96        | 2.08 | 1.96 | 2.04 | 2.09 | 1.97 | 2.02          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.4          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.97 | 1.87 | 1.92 | 1.97 | 1.86 | 1.91          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.6          |
|       | 加标样品 | 1.92        | 1.91 | 1.89 | 1.93 | 1.91 | 1.90 | 1.91          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 98.7          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 2.02 | 1.94 | 2.02 | 2.01 | 1.93 | 1.97          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.3          |
|       | 加标样品 | 1.72        | 1.88 | 1.68 | 1.75 | 1.86 | 1.70 | 1.77          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 117           |
|       | 加标样品 | 2.27        | 2.36 | 2.30 | 2.28 | 2.48 | 2.29 | 2.33          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 116           |
|       | 加标样品 | 2.27        | 2.36 | 2.28 | 2.29 | 2.41 | 2.32 | 2.32          |               |               |

结论：固相萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.3%~117%。

表 1-4-2-27 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 81.9          |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.65 | 1.65 | 1.67 | 1.63 | 1.62 | 1.64          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.1          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.69 | 1.73 | 1.71 | 1.71 | 1.69 | 1.70          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 80.6          |
|       | 加标样品 | 1.59        | 1.61 | 1.63 | 1.64 | 1.61 | 1.59 | 1.61          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.5          |
|       | 加标样品 | 1.64        | 1.64 | 1.67 | 1.65 | 1.66 | 1.65 | 1.65          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.1          |
|       | 加标样品 | 1.70        | 1.70 | 1.74 | 1.72 | 1.68 | 1.68 | 1.70          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 72.8          |
|       | 加标样品 | 1.42        | 1.41 | 1.51 | 1.47 | 1.53 | 1.40 | 1.46          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 102           |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.90 | 2.32 | 2.11 | 2.13 | 1.90 | 2.04          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 1.90        | 1.94 | 2.15 | 2.05 | 2.04 | 1.97 | 2.01          |               |               |

结论：固相萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 72.8%~102%。

表 1-4-2-28 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.1          |
|       | 加标样品 | 1.83        | 2.22 | 1.97 | 1.58 | 1.72 | 1.74 | 1.84          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.0          |
|       | 加标样品 | 1.93        | 2.29 | 2.04 | 1.63 | 1.79 | 1.84 | 1.92          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.2          |
|       | 加标样品 | 1.81        | 2.19 | 1.95 | 1.56 | 1.70 | 1.74 | 1.82          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.3          |
|       | 加标样品 | 1.75        | 1.91 | 2.03 | 1.50 | 1.70 | 1.70 | 1.77          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 95.2          |
|       | 加标样品 | 1.96        | 2.22 | 2.03 | 1.64 | 1.77 | 1.81 | 1.90          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.4          |
|       | 加标样品 | 1.59        | 1.77 | 1.68 | 1.33 | 1.55 | 1.60 | 1.59          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 105           |
|       | 加标样品 | 2.06        | 2.27 | 2.09 | 1.65 | 2.23 | 2.34 | 2.11          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 106           |
|       | 加标样品 | 2.15        | 2.32 | 2.18 | 1.72 | 2.14 | 2.22 | 2.12          |               |               |

结论：固相萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 79.4%~106%。

表 1-4-2-29 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |       |       |       |       |       | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 83.8         |
|       | 加标样品 | 16.80      | 18.57 | 15.81 | 16.19 | 15.04 | 18.14 | 16.8          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 86.0         |
|       | 加标样品 | 17.22      | 19.09 | 16.32 | 16.54 | 15.45 | 18.58 | 17.2          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 83.6         |
|       | 加标样品 | 16.75      | 18.46 | 15.76 | 16.19 | 15.06 | 18.05 | 16.7          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 86.3         |
|       | 加标样品 | 17.18      | 18.94 | 16.51 | 16.91 | 15.45 | 18.52 | 17.3          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 86.4         |
|       | 加标样品 | 17.13      | 19.24 | 16.51 | 16.56 | 15.47 | 18.82 | 17.3          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 75.3         |
|       | 加标样品 | 15.23      | 16.91 | 14.22 | 14.38 | 13.00 | 16.59 | 15.1          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 95.2         |
|       | 加标样品 | 18.91      | 21.29 | 18.44 | 18.51 | 16.30 | 20.79 | 19.0          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 95.0         |
|       | 加标样品 | 18.88      | 21.40 | 18.46 | 18.30 | 16.47 | 20.45 | 19.0          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 75.3%~95.2%。

表 1-4-2-30 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 91.4          |
|       | 加标样品 | 18.24       | 17.17 | 18.11 | 18.70 | 18.17 | 19.27 | 18.3          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 95.6          |
|       | 加标样品 | 19.09       | 18.00 | 19.14 | 19.27 | 19.06 | 20.13 | 19.1          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 91.8          |
|       | 加标样品 | 18.31       | 17.35 | 18.24 | 18.62 | 18.28 | 19.33 | 18.4          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 88.5          |
|       | 加标样品 | 18.47       | 17.21 | 17.66 | 18.10 | 15.92 | 18.86 | 17.7          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 92.8          |
|       | 加标样品 | 18.79       | 17.54 | 18.53 | 18.87 | 18.25 | 19.41 | 18.6          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 89.3          |
|       | 加标样品 | 17.31       | 17.02 | 17.71 | 17.18 | 19.34 | 18.66 | 17.9          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 102           |
|       | 加标样品 | 20.48       | 19.27 | 20.54 | 19.54 | 21.07 | 21.63 | 20.4          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 20.0          | 105           |
|       | 加标样品 | 21.42       | 20.02 | 21.17 | 20.50 | 21.04 | 21.93 | 21.0          |               |               |

结论：固相萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.5%~105%。

表 1-4-2-31 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 88.3          |
|       | 加标样品 | 35.52       | 36.53 | 35.55 | 34.76 | 35.25 | 34.36 | 35.3          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 90.6          |
|       | 加标样品 | 35.88       | 37.24 | 36.58 | 35.96 | 36.40 | 35.34 | 36.2          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 88.9          |
|       | 加标样品 | 35.66       | 36.70 | 35.85 | 35.18 | 35.18 | 34.88 | 35.6          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 95.5          |
|       | 加标样品 | 38.64       | 41.65 | 36.26 | 36.41 | 36.07 | 40.25 | 38.2          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 91.7          |
|       | 加标样品 | 36.03       | 38.15 | 37.03 | 35.97 | 37.02 | 35.92 | 36.7          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 90.7          |
|       | 加标样品 | 35.71       | 37.04 | 37.11 | 35.90 | 36.98 | 35.02 | 36.3          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 99.0          |
|       | 加标样品 | 38.31       | 40.94 | 40.05 | 38.95 | 41.50 | 37.80 | 39.6          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 98.7          |
|       | 加标样品 | 38.07       | 40.97 | 39.84 | 38.84 | 40.58 | 38.47 | 39.5          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.3%~99.0%。

表 1-4-2-32 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 湖北省生态环境厅荆门生态环境监测中心  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |       |       |       |       |       | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 87.0          |
|       | 加标样品 | 32.96       | 35.63 | 35.12 | 35.30 | 35.93 | 33.81 | 34.8          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 90.7          |
|       | 加标样品 | 34.70       | 37.52 | 36.36 | 37.19 | 36.83 | 35.07 | 36.3          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 88.3          |
|       | 加标样品 | 33.51       | 36.30 | 35.78 | 35.92 | 36.19 | 34.24 | 35.3          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 95.0          |
|       | 加标样品 | 37.30       | 38.68 | 38.66 | 38.64 | 37.11 | 37.61 | 38.0          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 91.4          |
|       | 加标样品 | 35.49       | 37.47 | 37.16 | 37.03 | 36.60 | 35.61 | 36.6          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 92.0          |
|       | 加标样品 | 36.07       | 37.79 | 36.02 | 37.94 | 37.33 | 35.77 | 36.8          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 35.99       | 36.05 | 35.94 | 38.18 | 34.21 | 34.52 | 35.8          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.  | N.D.          | 40.0          | 95.2          |
|       | 加标样品 | 37.46       | 39.16 | 38.43 | 40.02 | 36.67 | 36.68 | 38.1          |               |               |

结论：固相萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 87.0%~95.2%。

表 1-4-2-33 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 108.1         |
|       | 加标样品 | 2.15        | 2.16 | 2.15 | 2.17 | 2.17 | 2.17 | 2.16          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.2          |
|       | 加标样品 | 1.93        | 1.93 | 1.93 | 1.91 | 1.91 | 1.93 | 1.92          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101.3         |
|       | 加标样品 | 2.02        | 2.02 | 2.02 | 2.02 | 2.03 | 2.04 | 2.03          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 108.1         |
|       | 加标样品 | 2.17        | 2.17 | 2.15 | 2.16 | 2.17 | 2.15 | 2.16          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 103.4         |
|       | 加标样品 | 2.08        | 2.07 | 2.07 | 2.07 | 2.06 | 2.06 | 2.07          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 98.3          |
|       | 加标样品 | 1.99        | 1.97 | 1.96 | 1.96 | 1.96 | 1.96 | 1.97          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.0          |
|       | 加标样品 | 1.79        | 1.79 | 1.78 | 1.77 | 1.77 | 1.78 | 1.78          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.8          |
|       | 加标样品 | 1.74        | 1.73 | 1.71 | 1.70 | 1.72 | 1.70 | 1.72          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 85.8%~108.1%。

表 1-4-2-34 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值    | 加标量    | 加标回收  |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|--------|--------|-------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | (μg/L) | (μg/L) | 率 (%) |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 89.4  |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.80 | 1.79 | 1.79 | 1.80 | 1.79 | 1.79   |        |       |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 80.2  |
|       | 加标样品 | 1.58        | 1.61 | 1.61 | 1.61 | 1.60 | 1.61 | 1.60   |        |       |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 84.2  |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.67 | 1.69 | 1.68 | 1.69 | 1.69 | 1.68   |        |       |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 92.8  |
|       | 加标样品 | 1.84        | 1.86 | 1.85 | 1.85 | 1.86 | 1.87 | 1.86   |        |       |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 87.8  |
|       | 加标样品 | 1.75        | 1.76 | 1.75 | 1.76 | 1.76 | 1.75 | 1.76   |        |       |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 86.8  |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.75 | 1.74 | 1.73 | 1.72 | 1.71 | 1.74   |        |       |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 79.3  |
|       | 加标样品 | 1.61        | 1.61 | 1.58 | 1.56 | 1.58 | 1.57 | 1.59   |        |       |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 2.00   | 77.7  |
|       | 加标样品 | 1.56        | 1.58 | 1.56 | 1.53 | 1.55 | 1.54 | 1.55   |        |       |

结论：固相萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 77.7%~92.8%。

表 1-4-2-35 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 102           |
|       | 加标样品 | 2.05        | 2.03 | 2.05 | 2.02 | 2.04 | 2.06 | 2.04          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.9          |
|       | 加标样品 | 1.87        | 1.85 | 1.86 | 1.85 | 1.86 | 1.86 | 1.86          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 96.8          |
|       | 加标样品 | 1.95        | 1.94 | 1.92 | 1.93 | 1.94 | 1.94 | 1.94          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 104           |
|       | 加标样品 | 2.11        | 2.11 | 2.08 | 2.07 | 2.06 | 2.09 | 2.09          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 99.5          |
|       | 加标样品 | 1.99        | 1.98 | 1.99 | 1.99 | 1.99 | 2.00 | 1.99          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 2.04        | 2.03 | 2.02 | 1.99 | 2.01 | 2.00 | 2.02          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.8          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.87 | 1.85 | 1.84 | 1.83 | 1.84 | 1.86          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 92.8          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 1.86 | 1.84 | 1.86 | 1.83 | 1.84 | 1.86          |               |               |

结论：固相萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 92.8%~104%。

表 1-4-2-36 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 107           |
|       | 加标样品 | 2.17        | 2.12 | 2.13 | 2.14 | 2.17 | 2.12 | 2.14          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 97.5          |
|       | 加标样品 | 1.94        | 1.95 | 1.92 | 1.95 | 1.97 | 1.97 | 1.95          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 102           |
|       | 加标样品 | 2.04        | 2.02 | 2.02 | 2.04 | 2.05 | 2.06 | 2.04          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 112           |
|       | 加标样品 | 2.23        | 2.25 | 2.22 | 2.25 | 2.21 | 2.30 | 2.24          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 105           |
|       | 加标样品 | 2.11        | 2.10 | 2.09 | 2.11 | 2.10 | 2.10 | 2.10          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 2.06        | 1.99 | 2.03 | 2.04 | 2.03 | 1.97 | 2.02          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 93.7          |
|       | 加标样品 | 1.85        | 1.87 | 1.88 | 1.89 | 1.86 | 1.89 | 1.87          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.1          |
|       | 加标样品 | 1.81        | 1.83 | 1.85 | 1.83 | 1.80 | 1.81 | 1.82          |               |               |

结论：固相萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 91.1%~112%。

表 1-4-2-37 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 84.1         |
|       | 加标样品 | 16.8       | 16.9 | 16.8 | 16.8 | 16.8 | 16.8 | 16.8          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 80.1         |
|       | 加标样品 | 16.0       | 16.0 | 16.0 | 16.1 | 16.0 | 16.0 | 16.0          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 80.3         |
|       | 加标样品 | 16.1       | 16.1 | 16.1 | 16.1 | 16.0 | 16.0 | 16.1          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 78.0         |
|       | 加标样品 | 15.6       | 15.7 | 15.7 | 15.5 | 15.6 | 15.5 | 15.6          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 79.6         |
|       | 加标样品 | 16.0       | 16.0 | 16.0 | 15.9 | 15.8 | 15.8 | 15.9          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 79.8         |
|       | 加标样品 | 16.0       | 16.0 | 16.0 | 15.9 | 15.9 | 15.9 | 16.0          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 71.8         |
|       | 加标样品 | 14.4       | 14.4 | 14.4 | 14.4 | 14.3 | 14.2 | 14.4          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 71.8         |
|       | 加标样品 | 14.4       | 14.4 | 14.4 | 14.4 | 14.3 | 14.3 | 14.4          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.8%~84.1%。

表 1-4-2-38 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 85.2          |
|       | 加标样品 | 18.1        | 15.6 | 17.2 | 16.1 | 16.8 | 18.4 | 17.0          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 82.6          |
|       | 加标样品 | 17.8        | 15.3 | 16.6 | 15.5 | 16.2 | 17.7 | 16.5          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 82.7          |
|       | 加标样品 | 17.7        | 15.2 | 16.7 | 15.6 | 16.3 | 17.7 | 16.5          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 81.2          |
|       | 加标样品 | 17.5        | 15.0 | 16.4 | 15.3 | 15.9 | 17.3 | 16.2          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 82.0          |
|       | 加标样品 | 17.6        | 15.1 | 16.5 | 15.4 | 16.1 | 17.7 | 16.4          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 81.5          |
|       | 加标样品 | 17.4        | 15.0 | 16.4 | 15.4 | 16.1 | 17.5 | 16.3          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 74.1          |
|       | 加标样品 | 16.0        | 13.8 | 14.9 | 13.9 | 14.6 | 15.7 | 14.8          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 74.6          |
|       | 加标样品 | 16.0        | 13.8 | 15.0 | 14.1 | 14.7 | 15.9 | 14.9          |               |               |

结论：固相萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 74.1%~85.2%。

表 1-4-2-39 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 105           |
|       | 加标样品 | 41.7        | 41.9 | 41.4 | 42.3 | 41.9 | 41.9 | 41.9          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 101           |
|       | 加标样品 | 40.2        | 40.4 | 39.8 | 40.7 | 40.2 | 40.4 | 40.3          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 102           |
|       | 加标样品 | 40.6        | 40.8 | 40.4 | 40.8 | 40.6 | 40.5 | 40.6          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 99.5          |
|       | 加标样品 | 39.8        | 39.8 | 39.3 | 40.1 | 39.8 | 39.9 | 39.8          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 101           |
|       | 加标样品 | 40.2        | 40.2 | 39.9 | 40.4 | 40.2 | 40.3 | 40.2          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 103           |
|       | 加标样品 | 41.1        | 41.1 | 40.6 | 42.0 | 41.6 | 41.6 | 41.3          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 94.6          |
|       | 加标样品 | 37.8        | 37.9 | 37.7 | 37.9 | 37.8 | 37.9 | 37.8          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 95.6          |
|       | 加标样品 | 38.1        | 38.2 | 38.0 | 38.3 | 38.3 | 38.5 | 38.2          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 94.6%~105%。

表 1-4-2-40 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 武汉智惠国检测科技有限公司  
验证日期： 2024-11

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值    | 加标量    | 加标回收  |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|--------|--------|-------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | (μg/L) | (μg/L) | 率 (%) |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 96.9  |
|       | 加标样品 | 38.7        | 38.8 | 39.0 | 38.9 | 38.7 | 38.5 | 38.8   |        |       |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 94.0  |
|       | 加标样品 | 37.7        | 37.7 | 37.8 | 37.4 | 37.5 | 37.4 | 37.6   |        |       |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 94.4  |
|       | 加标样品 | 37.7        | 37.8 | 37.9 | 37.8 | 37.8 | 37.6 | 37.8   |        |       |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 92.8  |
|       | 加标样品 | 37.2        | 37.1 | 37.2 | 37.2 | 37.0 | 36.9 | 37.1   |        |       |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 93.5  |
|       | 加标样品 | 37.4        | 37.5 | 37.4 | 37.4 | 37.3 | 37.4 | 37.4   |        |       |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 95.6  |
|       | 加标样品 | 38.3        | 38.3 | 38.3 | 38.3 | 38.2 | 38.1 | 38.3   |        |       |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 88.5  |
|       | 加标样品 | 35.7        | 35.6 | 35.4 | 35.3 | 35.1 | 35.3 | 35.4   |        |       |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.   | 40.0   | 89.7  |
|       | 加标样品 | 35.9        | 36.0 | 35.9 | 35.9 | 35.7 | 35.9 | 35.9   |        |       |

结论：固相萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 88.5%~96.9%。

表 1-4-2-41 空白低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 83.2          |
|       | 加标样品 | 1.64        | 1.64 | 1.70 | 1.72 | 1.64 | 1.65 | 1.66          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 78.0          |
|       | 加标样品 | 1.51        | 1.56 | 1.61 | 1.61 | 1.53 | 1.56 | 1.56          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.2          |
|       | 加标样品 | 1.44        | 1.48 | 1.53 | 1.55 | 1.45 | 1.47 | 1.48          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.6          |
|       | 加标样品 | 1.52        | 1.46 | 1.58 | 1.58 | 1.59 | 1.58 | 1.55          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 72.1          |
|       | 加标样品 | 1.43        | 1.42 | 1.50 | 1.47 | 1.40 | 1.43 | 1.44          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 76.8          |
|       | 加标样品 | 1.51        | 1.59 | 1.58 | 1.58 | 1.49 | 1.47 | 1.54          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 109           |
|       | 加标样品 | 2.13        | 2.20 | 2.26 | 2.22 | 2.15 | 2.14 | 2.18          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 101           |
|       | 加标样品 | 1.97        | 2.00 | 2.06 | 2.03 | 2.00 | 2.01 | 2.01          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 72.1%~109%。

表 1-4-2-42 地下水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 99.2          |
|       | 加标样品 | 1.91        | 2.01 | 1.91 | 1.96 | 2.14 | 1.97 | 1.98          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.5          |
|       | 加标样品 | 1.82        | 1.93 | 1.79 | 1.89 | 2.02 | 1.88 | 1.89          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 91.2          |
|       | 加标样品 | 1.76        | 1.87 | 1.74 | 1.81 | 1.95 | 1.82 | 1.82          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 89.8          |
|       | 加标样品 | 1.81        | 1.80 | 1.81 | 1.84 | 1.80 | 1.71 | 1.80          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 86.0          |
|       | 加标样品 | 1.67        | 1.77 | 1.65 | 1.78 | 1.77 | 1.69 | 1.72          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 77.5          |
|       | 加标样品 | 1.50        | 1.65 | 1.47 | 1.51 | 1.67 | 1.51 | 1.55          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 129           |
|       | 加标样品 | 2.48        | 2.62 | 2.53 | 2.53 | 2.71 | 2.56 | 2.57          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 111           |
|       | 加标样品 | 2.14        | 2.28 | 2.22 | 2.22 | 2.30 | 2.21 | 2.23          |               |               |

结论：固相萃取法地下水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 77.5%~129%。

表 1-4-2-43 地表水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 84.9          |
|       | 加标样品 | 1.71        | 1.72 | 1.70 | 1.68 | 1.72 | 1.67 | 1.70          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 79.0          |
|       | 加标样品 | 1.57        | 1.61 | 1.57 | 1.57 | 1.59 | 1.57 | 1.58          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 76.1          |
|       | 加标样品 | 1.52        | 1.55 | 1.51 | 1.52 | 1.55 | 1.50 | 1.52          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 74.5          |
|       | 加标样品 | 1.54        | 1.53 | 1.54 | 1.43 | 1.49 | 1.41 | 1.49          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 71.5          |
|       | 加标样品 | 1.44        | 1.43 | 1.46 | 1.44 | 1.41 | 1.41 | 1.43          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 73.2          |
|       | 加标样品 | 1.45        | 1.43 | 1.51 | 1.46 | 1.52 | 1.42 | 1.46          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 116           |
|       | 加标样品 | 2.18        | 2.14 | 2.62 | 2.41 | 2.38 | 2.21 | 2.32          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 100           |
|       | 加标样品 | 1.95        | 1.88 | 2.21 | 2.05 | 2.01 | 1.94 | 2.01          |               |               |

结论：固相萃取法地表水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 71.5%~116%。

表 1-4-2-44 海水低浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 94.2          |
|       | 加标样品 | 1.86        | 1.87 | 2.03 | 2.01 | 1.75 | 1.79 | 1.88          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 88.8          |
|       | 加标样品 | 1.78        | 1.79 | 1.91 | 1.90 | 1.65 | 1.63 | 1.78          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 85.6          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.70 | 1.86 | 1.86 | 1.57 | 1.60 | 1.71          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 87.4          |
|       | 加标样品 | 1.67        | 1.69 | 1.92 | 1.94 | 1.62 | 1.65 | 1.75          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 82.5          |
|       | 加标样品 | 1.68        | 1.69 | 1.76 | 1.76 | 1.52 | 1.50 | 1.65          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 70.1          |
|       | 加标样品 | 1.47        | 1.35 | 1.47 | 1.48 | 1.31 | 1.33 | 1.40          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 120           |
|       | 加标样品 | 2.34        | 2.33 | 2.39 | 2.39 | 2.46 | 2.52 | 2.40          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 2.00          | 105           |
|       | 加标样品 | 2.09        | 2.09 | 2.15 | 2.14 | 2.06 | 2.12 | 2.11          |               |               |

结论：固相萃取法海水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 2.00 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 70.1%~120%。

表 1-4-2-45 空白中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果（μg/L） |      |      |      |      |      | 平均值<br>（μg/L） | 加标量<br>（μg/L） | 加标回收<br>率（%） |
|-------|------|------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|--------------|
|       |      | 1          | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |              |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 84.7         |
|       | 加标样品 | 17.7       | 17.7 | 15.8 | 15.8 | 17.9 | 16.7 | 16.9          |               |              |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.7         |
|       | 加标样品 | 18.4       | 18.2 | 16.1 | 16.1 | 18.4 | 16.9 | 17.3          |               |              |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.1         |
|       | 加标样品 | 18.3       | 18.2 | 16.1 | 15.9 | 18.1 | 16.7 | 17.2          |               |              |
| 敌稗    | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.6         |
|       | 加标样品 | 18.4       | 17.8 | 16.3 | 15.8 | 18.7 | 16.9 | 17.3          |               |              |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 87.4         |
|       | 加标样品 | 18.5       | 18.4 | 16.4 | 16.1 | 18.6 | 16.9 | 17.5          |               |              |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 76.0         |
|       | 加标样品 | 16.1       | 16.0 | 14.0 | 13.7 | 16.5 | 15.0 | 15.2          |               |              |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 95.4         |
|       | 加标样品 | 20.5       | 20.1 | 17.4 | 17.8 | 20.3 | 18.4 | 19.1          |               |              |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.       | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 94.7         |
|       | 加标样品 | 20.3       | 19.7 | 17.6 | 17.7 | 20.1 | 18.4 | 18.9          |               |              |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 76.0%~95.4%。

表 1-4-2-46 生活污水中浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.0          |
|       | 加标样品 | 18.7        | 17.9 | 18.2 | 18.1 | 17.1 | 18.1 | 18.0          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 93.3          |
|       | 加标样品 | 19.5        | 18.6 | 18.7 | 18.7 | 17.7 | 18.8 | 18.7          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 91.8          |
|       | 加标样品 | 19.0        | 18.4 | 18.4 | 18.4 | 17.6 | 18.3 | 18.4          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 86.4          |
|       | 加标样品 | 18.3        | 15.1 | 17.8 | 17.3 | 16.9 | 18.3 | 17.3          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 90.1          |
|       | 加标样品 | 18.8        | 17.8 | 18.2 | 18.0 | 16.9 | 18.5 | 18.0          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 83.8          |
|       | 加标样品 | 17.4        | 17.9 | 16.0 | 16.7 | 16.0 | 16.6 | 16.8          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 98.6          |
|       | 加标样品 | 21.1        | 20.2 | 18.6 | 19.5 | 19.0 | 20.1 | 19.7          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 20.0          | 97.3          |
|       | 加标样品 | 20.4        | 19.3 | 19.0 | 19.5 | 18.5 | 20.0 | 19.5          |               |               |

结论：固相萃取法生活污水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 20.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 83.8%~98.6%。

表 1-4-2-47 空白高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (µg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(µg/L) | 加标量<br>(µg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 91.7          |
|       | 加标样品 | 35.4        | 36.3 | 36.0 | 37.3 | 38.4 | 36.7 | 36.7          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.9          |
|       | 加标样品 | 35.4        | 36.2 | 36.4 | 36.7 | 37.3 | 36.3 | 36.4          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.1          |
|       | 加标样品 | 35.0        | 35.5 | 35.8 | 36.0 | 37.5 | 36.4 | 36.1          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 91.7          |
|       | 加标样品 | 38.0        | 34.6 | 35.2 | 34.3 | 40.3 | 37.7 | 36.7          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.5          |
|       | 加标样品 | 34.5        | 35.8 | 35.4 | 35.8 | 37.5 | 35.7 | 35.8          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 83.9          |
|       | 加标样品 | 31.5        | 33.5 | 32.9 | 34.2 | 35.0 | 34.3 | 33.5          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 96.7          |
|       | 加标样品 | 36.3        | 40.0 | 38.1 | 39.6 | 40.5 | 37.6 | 38.7          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 93.2          |
|       | 加标样品 | 35.3        | 37.5 | 37.0 | 37.8 | 39.7 | 36.5 | 37.3          |               |               |

结论：固相萃取法空白样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 µg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 83.9%~96.7%。

表 1-4-2-48 工业废水高浓度加标样品正确度测试数据

验证单位： 杭州谱育科技发展有限公司  
验证日期： 2024-12

| 目标化合物 |      | 测定结果 (μg/L) |      |      |      |      |      | 平均值<br>(μg/L) | 加标量<br>(μg/L) | 加标回收<br>率 (%) |
|-------|------|-------------|------|------|------|------|------|---------------|---------------|---------------|
|       |      | 1           | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    |               |               |               |
| 乙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.6          |
|       | 加标样品 | 33.5        | 36.9 | 35.2 | 35.7 | 36.6 | 34.7 | 35.4          |               |               |
| 异丙草胺  | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 89.6          |
|       | 加标样品 | 34.1        | 37.2 | 35.5 | 36.9 | 36.2 | 35.2 | 35.8          |               |               |
| 甲草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.9          |
|       | 加标样品 | 33.9        | 36.5 | 35.5 | 35.9 | 36.6 | 34.8 | 35.6          |               |               |
| 敌稗    | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 90.3          |
|       | 加标样品 | 34.8        | 37.3 | 36.6 | 36.2 | 35.7 | 36.1 | 36.1          |               |               |
| 异丙甲草胺 | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 87.9          |
|       | 加标样品 | 34.1        | 36.4 | 35.8 | 35.8 | 34.8 | 34.0 | 35.2          |               |               |
| 杀草丹   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 82.2          |
|       | 加标样品 | 32.3        | 33.8 | 32.1 | 33.8 | 33.3 | 31.8 | 32.9          |               |               |
| 丁草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 86.7          |
|       | 加标样品 | 34.8        | 34.9 | 35.4 | 36.8 | 32.6 | 33.6 | 34.7          |               |               |
| 丙草胺   | 样品   | N.D.        | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D.          | 40.0          | 88.1          |
|       | 加标样品 | 34.8        | 36.0 | 36.2 | 37.2 | 33.6 | 33.8 | 35.3          |               |               |

结论：固相萃取法工业废水样品加标试验过程中，选择加标浓度为 40.0 μg/L 的加标量，测定结果显示 8 种目标化合物的加标回收率范围是 82.2%~90.3%。

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限汇总

2.1.1 液液萃取法

表 2-1-1-1 液液萃取法方法检出限、测定下限汇总结果

单位: μg/L

| 目标化合物名称 |   | 乙草胺 | 异丙草胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 |     |
|---------|---|-----|------|-----|-----|-------|-----|-----|-----|-----|
| 实验室编号   | 1 | MDL | 0.3  | 0.2 | 0.2 | 0.3   | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 0.2 |
|         |   | LOQ | 1.2  | 0.8 | 0.8 | 1.2   | 1.2 | 0.8 | 1.2 | 0.8 |
|         | 2 | MDL | 0.3  | 0.3 | 0.3 | 0.4   | 0.3 | 0.3 | 0.5 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2  | 1.2 | 1.2 | 1.6   | 1.2 | 1.2 | 2.0 | 1.2 |
|         | 3 | MDL | 0.3  | 0.2 | 0.2 | 0.3   | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2  | 0.8 | 0.8 | 1.2   | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
|         | 4 | MDL | 0.3  | 0.3 | 0.2 | 0.2   | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2  | 0.8 | 0.8 | 0.8   | 1.2 | 0.8 | 1.2 | 1.2 |
|         | 5 | MDL | 0.3  | 0.2 | 0.3 | 0.3   | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2  | 0.8 | 1.2 | 1.2   | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
|         | 6 | MDL | 0.3  | 0.2 | 0.2 | 0.3   | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.4 |
|         |   | LOQ | 1.2  | 0.8 | 0.8 | 1.2   | 0.8 | 1.2 | 1.6 | 1.6 |
| MDL     |   | 0.3 | 0.3  | 0.3 | 0.4 | 0.3   | 0.3 | 0.5 | 0.4 |     |
| LOQ     |   | 1.2 | 1.2  | 1.2 | 1.6 | 1.2   | 1.2 | 2.0 | 1.6 |     |

结论: 六家实验室按照“水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱质谱法”中样品分析的全部步骤进行分析, 按 HJ 168-2020 中检出限的计算公式得出方法检出限 (MDL) 及测定下限 (LOQ)。其中, 液液萃取法的统计结果显示: 取样量为 200 mL, 进样体积 1  $\mu\text{L}$  时, 方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.5  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~2.0  $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.1.2 固相萃取法

表 2-1-2-1 固相萃取法方法检出限、测定下限汇总结果

单位:  $\mu\text{g/L}$

| 目标化合物名称 |   |     | 乙草胺 | 异丙草胺 | 甲草胺 | 敌稗  | 异丙甲草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 |
|---------|---|-----|-----|------|-----|-----|-------|-----|-----|-----|
| 实验室编号   | 1 | MDL | 0.3 | 0.3  | 0.2 | 0.2 | 0.3   | 0.2 | 0.3 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2 | 1.2  | 0.8 | 0.8 | 1.2   | 0.8 | 1.2 | 1.2 |
|         | 2 | MDL | 0.3 | 0.3  | 0.3 | 0.3 | 0.2   | 0.2 | 0.4 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2 | 1.2  | 1.2 | 1.2 | 0.8   | 0.8 | 1.6 | 1.2 |
|         | 3 | MDL | 0.2 | 0.3  | 0.2 | 0.3 | 0.3   | 0.3 | 0.4 | 0.2 |
|         |   | LOQ | 0.8 | 1.2  | 0.8 | 1.2 | 1.2   | 1.2 | 1.6 | 0.8 |
|         | 4 | MDL | 0.2 | 0.2  | 0.2 | 0.3 | 0.3   | 0.2 | 0.3 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 0.8 | 0.8  | 0.4 | 1.2 | 1.2   | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
|         | 5 | MDL | 0.3 | 0.3  | 0.3 | 0.3 | 0.3   | 0.3 | 0.3 | 0.3 |
|         |   | LOQ | 1.2 | 1.2  | 1.2 | 1.2 | 1.2   | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
|         | 6 | MDL | 0.2 | 0.2  | 0.2 | 0.3 | 0.3   | 0.2 | 0.4 | 0.4 |
|         |   | LOQ | 0.8 | 0.8  | 0.8 | 1.2 | 1.2   | 0.8 | 1.6 | 1.6 |
| MDL     |   |     | 0.3 | 0.3  | 0.3 | 0.3 | 0.3   | 0.3 | 0.4 | 0.4 |
| LOQ     |   |     | 1.2 | 1.2  | 1.2 | 1.2 | 1.2   | 1.2 | 1.6 | 1.6 |

结论：六家实验室按照“水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱质谱法”中样品分析的全部步骤进行分析，按 HJ 168-2020 中检出限的计算公式得出方法检出限（MDL）及测定下限（LOQ）。其中，固相萃取法的统计结果显示：取样量为 200 mL，进样体积 1  $\mu\text{L}$  时，方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.4  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.2 方法精密度数据汇总

### 2.2.1 液液萃取法

附表 2-2-1-1 乙草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.82                       | 0.092                | 5.1         | 22.2                       | 2.0                  | 8.9         | 39.9                       | 1.1                  | 2.7         |
| 2                          | 2.03                       | 0.10                 | 5.1         | 17.5                       | 1.1                  | 6.2         | 32.9                       | 1.1                  | 3.2         |
| 3                          | 1.89                       | 0.080                | 4.3         | 19.6                       | 1.7                  | 8.8         | 35.3                       | 0.83                 | 2.4         |
| 4                          | 1.76                       | 0.028                | 1.6         | 17.8                       | 0.16                 | 0.89        | 35.8                       | 0.70                 | 2.0         |
| 5                          | 1.86                       | 0.0084               | 0.45        | 18.2                       | 0.041                | 0.22        | 39.1                       | 0.17                 | 0.44        |
| 6                          | 2.07                       | 0.065                | 3.2         | 18.7                       | 1.6                  | 8.8         | 33.6                       | 1.2                  | 3.6         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.90                       |                      |             | 19.0                       |                      |             | 36.1                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.12                       |                      |             | 1.7                        |                      |             | 2.8                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 6.3                        |                      |             | 9.1                        |                      |             | 7.9                        |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.20                       |                      |             | 3.8                        |                      |             | 2.6                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.38                       |                      |             | 5.9                        |                      |             | 8.3                        |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.45%~5.1%、0.22%~8.9%、0.44%~3.6%；实验室间相对标准偏差分别为 6.3%、9.1%和 7.9%；重复性限 ( $r$ ) 分别为 0.20  $\mu\text{g/L}$ 、3.8  $\mu\text{g/L}$  和 2.6  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 ( $R$ ) 分别为 0.38  $\mu\text{g/L}$ 、5.9  $\mu\text{g/L}$  和 8.3  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-2 异丙草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.66                       | 0.080                | 4.8         | 23.0                       | 2.1                  | 9.3         | 42.8                       | 0.94                 | 2.2         |
| 2                          | 1.81                       | 0.099                | 5.5         | 17.6                       | 1.0                  | 5.9         | 32.9                       | 1.1                  | 3.2         |
| 3                          | 1.94                       | 0.076                | 3.9         | 19.6                       | 1.7                  | 8.6         | 35.2                       | 0.83                 | 2.3         |
| 4                          | 1.70                       | 0.026                | 1.5         | 18.1                       | 0.15                 | 0.83        | 36.9                       | 0.83                 | 2.3         |
| 5                          | 1.75                       | 0.0075               | 0.43        | 18.5                       | 0.055                | 0.30        | 39.6                       | 0.15                 | 0.38        |
| 6                          | 1.93                       | 0.073                | 3.8         | 19.8                       | 1.5                  | 7.6         | 36.2                       | 1.3                  | 3.5         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.80                       |                      |             | 19.4                       |                      |             | 37.2                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.12                       |                      |             | 1.9                        |                      |             | 3.5                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 6.5                        |                      |             | 10                         |                      |             | 9.4                        |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.19                       |                      |             | 3.7                        |                      |             | 2.6                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.37                       |                      |             | 6.4                        |                      |             | 10                         |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~5.5%、0.30%~9.3%、0.38%~3.5%；实验室间相对标准偏差分别为 6.5%、10%和 9.4%；重复性限 ( $r$ ) 分别为 0.19  $\mu\text{g/L}$ 、3.7  $\mu\text{g/L}$  和 2.6  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 ( $R$ ) 分别为 0.37  $\mu\text{g/L}$ 、6.4  $\mu\text{g/L}$  和 10  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-3 甲草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.68                       | 0.073                | 4.3         | 22.2                       | 2.0                  | 8.9         | 44.0                       | 1.2                  | 2.7         |
| 2                          | 1.89                       | 0.10                 | 5.4         | 17.4                       | 1.0                  | 5.9         | 32.4                       | 1.1                  | 3.3         |
| 3                          | 1.85                       | 0.075                | 4.0         | 19.0                       | 1.6                  | 8.6         | 34.1                       | 0.86                 | 2.5         |
| 4                          | 1.77                       | 0.043                | 2.4         | 18.1                       | 0.17                 | 0.96        | 36.0                       | 0.77                 | 2.1         |
| 5                          | 1.89                       | 0.010                | 0.55        | 18.5                       | 0.041                | 0.22        | 39.8                       | 0.12                 | 0.29        |
| 6                          | 1.87                       | 0.077                | 4.1         | 19.6                       | 1.5                  | 7.6         | 36.2                       | 1.3                  | 3.6         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.83                       |                      |             | 19.1                       |                      |             | 37.1                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.08                       |                      |             | 1.7                        |                      |             | 4.2                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 4.5                        |                      |             | 8.7                        |                      |             | 11                         |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.20                       |                      |             | 3.6                        |                      |             | 2.7                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.29                       |                      |             | 5.7                        |                      |             | 12                         |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。甲草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.55%~5.4%、0.22%~8.9%、0.29%~3.6%；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%、8.7%和 11%；重复性限 ( $r$ ) 分别为 0.20  $\mu\text{g/L}$ 、3.6  $\mu\text{g/L}$  和 2.7  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 ( $R$ ) 分别为 0.29  $\mu\text{g/L}$ 、5.7  $\mu\text{g/L}$  和 12  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-4 敌稗空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.73                       | 0.14                 | 7.9         | 24.5                       | 2.5                  | 10          | 47.6                       | 0.75                 | 1.6         |
| 2                          | 1.66                       | 0.095                | 5.7         | 20.4                       | 1.2                  | 5.9         | 39.5                       | 1.6                  | 4.0         |
| 3                          | 1.94                       | 0.10                 | 5.3         | 20.3                       | 1.7                  | 8.6         | 37.2                       | 1.6                  | 4.2         |
| 4                          | 2.37                       | 0.025                | 1.1         | 19.7                       | 0.17                 | 0.89        | 36.2                       | 0.86                 | 2.4         |
| 5                          | 1.80                       | 0.074                | 4.1         | 18.1                       | 0.052                | 0.29        | 39.7                       | 0.12                 | 0.30        |
| 6                          | 1.92                       | 0.11                 | 5.7         | 19.2                       | 1.6                  | 8.2         | 35.8                       | 1.5                  | 4.1         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.90                       |                      |             | 20.4                       |                      |             | 39.4                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.26                       |                      |             | 2.2                        |                      |             | 4.4                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 13                         |                      |             | 11                         |                      |             | 11                         |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.27                       |                      |             | 4.1                        |                      |             | 3.3                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.76                       |                      |             | 7.2                        |                      |             | 13                         |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。敌稗的实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~7.9%、0.29%~10%、0.30%~4.2%；实验室间相对标准偏差分别为 13%、11%和 11%；重复性限 ( $r$ ) 分别为 0.27  $\mu\text{g/L}$ 、4.1  $\mu\text{g/L}$  和 3.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 ( $R$ ) 分别为 0.76  $\mu\text{g/L}$ 、7.2  $\mu\text{g/L}$  和 13  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-5 异丙甲草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.80                       | 0.070                | 3.9         | 22.7                       | 2.0                  | 9.0         | 43.7                       | 1.3                  | 3.0         |
| 2                          | 1.84                       | 0.065                | 3.6         | 17.4                       | 1.1                  | 6.1         | 32.7                       | 1.0                  | 3.1         |
| 3                          | 1.95                       | 0.079                | 4.0         | 19.7                       | 1.8                  | 8.9         | 35.2                       | 0.96                 | 2.7         |
| 4                          | 1.65                       | 0.025                | 1.5         | 18.1                       | 0.22                 | 1.2         | 36.5                       | 0.80                 | 2.2         |
| 5                          | 1.92                       | 0.010                | 0.51        | 18.6                       | 0.063                | 0.34        | 39.6                       | 0.12                 | 0.30        |
| 6                          | 1.88                       | 0.083                | 4.4         | 19.5                       | 1.6                  | 8.2         | 36.1                       | 1.2                  | 3.3         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.84                       |                      |             | 19.3                       |                      |             | 37.3                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.11                       |                      |             | 1.9                        |                      |             | 3.8                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 6.0                        |                      |             | 9.6                        |                      |             | 10                         |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.17                       |                      |             | 3.8                        |                      |             | 2.7                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.35                       |                      |             | 6.2                        |                      |             | 11.0                       |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.51%~4.4%、0.34%~9.0%、0.30%~3.3%；实验室间相对标准偏差分别为 6.0%、9.6%和 10%；重复性限 ( $r$ ) 分别为 0.17  $\mu\text{g/L}$ 、3.8  $\mu\text{g/L}$  和 2.7  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 ( $R$ ) 分别为 0.35  $\mu\text{g/L}$ 、6.2  $\mu\text{g/L}$  和 11  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-6 杀草丹空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.52                       | 0.064                | 4.2         | 22.2                       | 1.8                  | 8.1         | 42.7                       | 1.0                  | 2.4         |
| 2                          | 1.86                       | 0.097                | 5.2         | 17.1                       | 0.86                 | 5.0         | 32.6                       | 0.88                 | 2.7         |
| 3                          | 2.14                       | 0.071                | 3.3         | 19.5                       | 1.5                  | 7.9         | 35.4                       | 0.74                 | 2.1         |
| 4                          | 1.66                       | 0.048                | 2.9         | 17.4                       | 0.13                 | 0.74        | 35.4                       | 0.82                 | 2.3         |
| 5                          | 1.79                       | 0.079                | 4.4         | 19.0                       | 0.041                | 0.22        | 41.4                       | 0.075                | 0.18        |
| 6                          | 1.82                       | 0.077                | 4.3         | 19.2                       | 1.6                  | 8.1         | 35.9                       | 1.0                  | 2.9         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.80                       |                      |             | 19.1                       |                      |             | 37.2                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.21                       |                      |             | 1.8                        |                      |             | 3.9                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 12                         |                      |             | 9.5                        |                      |             | 11                         |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.21                       |                      |             | 3.4                        |                      |             | 2.3                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )   | 0.62                       |                      |             | 6.0                        |                      |             | 11                         |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。杀草丹的实验室内相对标准偏差分别为 2.9%~5.2%、0.22%~8.1%、0.18%~2.9%；实验室间相对标准偏差分别为 12%、9.5%和 11%；重复性限 ( $r$ ) 分别为 0.21  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 ( $R$ ) 分别为 0.62  $\mu\text{g/L}$ 、6.0  $\mu\text{g/L}$  和 11  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-7 丁草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                            | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                                  | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                                | 1.41                       | 0.085                | 6.0         | 21.9                       | 1.9                  | 8.6         | 43.0                       | 1.0                  | 2.4         |
| 2                                | 1.82                       | 0.081                | 4.5         | 21.7                       | 1.0                  | 4.8         | 44.3                       | 0.83                 | 1.9         |
| 3                                | 1.89                       | 0.092                | 4.9         | 19.8                       | 1.5                  | 7.8         | 36.2                       | 0.87                 | 2.4         |
| 4                                | 1.97                       | 0.033                | 1.7         | 18.4                       | 0.17                 | 0.90        | 38.5                       | 0.80                 | 2.1         |
| 5                                | 1.64                       | 0.010                | 0.63        | 17.3                       | 0.10                 | 0.61        | 38.4                       | 0.12                 | 0.32        |
| 6                                | 2.21                       | 0.11                 | 5.1         | 19.9                       | 1.5                  | 7.6         | 37.0                       | 0.95                 | 2.6         |
| $\bar{\bar{X}}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.82                       |                      |             | 19.8                       |                      |             | 39.6                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$              | 0.27                       |                      |             | 1.8                        |                      |             | 3.3                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                       | 15                         |                      |             | 9.1                        |                      |             | 8.4                        |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )         | 0.22                       |                      |             | 3.5                        |                      |             | 2.3                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )         | 0.79                       |                      |             | 6.0                        |                      |             | 9.6                        |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丁草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.63%~6.0%、0.61%~8.6%、0.32%~2.6%；实验室间相对标准偏差分别为 15%、9.1%和 8.4%；重复性限（r）分别为 0.22  $\mu\text{g/L}$ 、3.5  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限（R）分别为 0.79  $\mu\text{g/L}$ 、6.0  $\mu\text{g/L}$  和 9.6  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-8 丙草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                            | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                                  | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                                | 1.40                       | 0.081                | 5.8         | 22.6                       | 1.8                  | 7.8         | 44.5                       | 1.1                  | 2.5         |
| 2                                | 1.54                       | 0.095                | 6.2         | 22.0                       | 1.1                  | 5.1         | 42.8                       | 1.0                  | 2.4         |
| 3                                | 2.09                       | 0.10                 | 4.9         | 20.5                       | 1.5                  | 7.5         | 36.4                       | 1.0                  | 2.8         |
| 4                                | 2.01                       | 0.056                | 2.8         | 18.5                       | 0.12                 | 0.63        | 38.5                       | 0.59                 | 1.5         |
| 5                                | 1.61                       | 0.037                | 2.3         | 16.9                       | 0.13                 | 0.79        | 37.2                       | 0.25                 | 0.68        |
| 6                                | 2.15                       | 0.12                 | 5.8         | 20.3                       | 1.4                  | 6.8         | 37.1                       | 1.1                  | 2.8         |
| $\bar{\bar{X}}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.80                       |                      |             | 20.1                       |                      |             | 39.4                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$              | 0.32                       |                      |             | 2.1                        |                      |             | 3.4                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                       | 18                         |                      |             | 11                         |                      |             | 8.6                        |                      |             |
| 重复性限 ( $\mu\text{g/L}$ )         | 0.25                       |                      |             | 3.4                        |                      |             | 2.5                        |                      |             |
| 再现性限 ( $\mu\text{g/L}$ )         | 0.92                       |                      |             | 6.7                        |                      |             | 10                         |                      |             |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丙草胺的实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~6.2%、0.63%~7.8%、0.68%~2.8%；实验室间相对标准偏差分别为 18%、11%和 8.6%；重复性限（r）分别为 0.25  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$  和 2.5  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限（R）分别为 0.92  $\mu\text{g/L}$ 、6.7  $\mu\text{g/L}$  和 10  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-1-9 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗地下水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.79               | 0.067        | 3.8                  | 1.68               | 0.067        | 4.0                  | 1.68               | 0.055        | 3.3                  | 1.87               | 0.052        | 2.8                  |
| 2                        | 1.75               | 0.042        | 2.4                  | 1.57               | 0.036        | 2.3                  | 1.64               | 0.049        | 3.0                  | 1.55               | 0.056        | 3.6                  |
| 3                        | 1.90               | 0.042        | 2.2                  | 1.99               | 0.065        | 3.3                  | 1.89               | 0.045        | 2.4                  | 2.08               | 0.048        | 2.3                  |
| 4                        | 1.87               | 0.021        | 1.1                  | 1.95               | 0.038        | 2.0                  | 1.84               | 0.038        | 2.0                  | 1.85               | 0.066        | 3.6                  |
| 5                        | 1.80               | 0.075        | 4.2                  | 1.82               | 0.10         | 5.6                  | 1.80               | 0.088        | 4.9                  | 1.88               | 0.11         | 5.7                  |
| 6                        | 2.11               | 0.060        | 2.8                  | 2.03               | 0.082        | 4.0                  | 1.96               | 0.061        | 3.1                  | 1.96               | 0.070        | 3.6                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.87               |              |                      | 1.84               |              |                      | 1.80               |              |                      | 1.86               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.13               |              |                      | 0.18               |              |                      | 0.12               |              |                      | 0.17               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 6.9                |              |                      | 10                 |              |                      | 6.8                |              |                      | 9.4                |              |                      |

附表 2-2-1-10 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺地下水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.81               | 0.060        | 3.3                  | 1.62               | 0.12         | 7.3                  | 1.70               | 0.19         | 11                   | 1.65               | 0.15         | 8.9                  |
| 2                        | 1.50               | 0.046        | 3.0                  | 1.72               | 0.054        | 3.1                  | 2.05               | 0.11         | 5.2                  | 1.67               | 0.064        | 3.9                  |
| 3                        | 1.95               | 0.059        | 3.0                  | 2.27               | 0.12         | 5.2                  | 2.21               | 0.22         | 10                   | 2.28               | 0.18         | 7.8                  |
| 4                        | 1.89               | 0.042        | 2.2                  | 1.73               | 0.031        | 1.8                  | 1.94               | 0.058        | 3.0                  | 2.00               | 0.051        | 2.5                  |
| 5                        | 1.82               | 0.059        | 3.2                  | 1.88               | 0.092        | 4.9                  | 1.84               | 0.13         | 7.0                  | 1.85               | 0.12         | 6.7                  |
| 6                        | 1.88               | 0.067        | 3.6                  | 1.92               | 0.13         | 6.8                  | 1.93               | 0.17         | 8.7                  | 2.55               | 0.19         | 7.5                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.81               |              |                      | 1.85               |              |                      | 1.94               |              |                      | 2.00               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.16               |              |                      | 0.23               |              |                      | 0.17               |              |                      | 0.36               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 8.9                |              |                      | 13                 |              |                      | 9.0                |              |                      | 18                 |              |                      |

结论：液液萃取法实验过程中，对 2.00 μg/L 的地下水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 1.1%~4.2%；实验室间相对标准偏差为 6.9%；异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 2.0%~5.6%；实验室间相对标准偏差为 10%。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 2.0%~4.9%；实验室间相对标准偏差为 6.8%。敌稗的实验室内相对标准偏差为 2.3%~5.7%；实验室间相对标准偏差为 9.4%。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 2.2%~3.6%；实验室间相对标准偏差为 8.9%。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 1.8%~7.3%；实验室间相对标准偏差为 13%。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 3.0%~11%；实验室间相对标准偏差为 9.0%。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 2.5%~8.9%；实验室间相对标准偏差为 18%。

附表 2-2-1-11 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗地表水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.86               | 0.036        | 1.9                  | 1.68               | 0.035        | 2.1                  | 1.69               | 0.031        | 1.8                  | 1.82               | 0.047        | 2.6                  |
| 2                        | 1.83               | 0.094        | 5.1                  | 1.61               | 0.079        | 4.9                  | 1.68               | 0.086        | 5.1                  | 1.58               | 0.16         | 10                   |
| 3                        | 1.44               | 0.14         | 9.6                  | 1.49               | 0.15         | 9.9                  | 1.42               | 0.14         | 10                   | 1.57               | 0.16         | 10                   |
| 4                        | 1.75               | 0.079        | 4.5                  | 1.92               | 0.074        | 3.9                  | 1.81               | 0.062        | 3.4                  | 1.68               | 0.053        | 3.2                  |
| 5                        | 1.77               | 0.017        | 0.95                 | 1.68               | 0.0082       | 0.49                 | 1.78               | 0.019        | 1.0                  | 1.91               | 0.028        | 1.5                  |
| 6                        | 1.66               | 0.043        | 2.6                  | 1.55               | 0.036        | 2.3                  | 1.50               | 0.041        | 2.7                  | 1.51               | 0.044        | 2.9                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.72               |              |                      | 1.65               |              |                      | 1.65               |              |                      | 1.68               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.154              |              |                      | 0.148              |              |                      | 0.155              |              |                      | 0.156              |              |                      |
| RSD' (%)                 | 9.0                |              |                      | 9.0                |              |                      | 9.4                |              |                      | 9.3                |              |                      |

附表 2-2-1-12 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺地表水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号              | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                  | 1.91               | 0.036        | 1.9                  | 1.51               | 0.041        | 2.7                  | 1.44               | 0.013        | 0.92                 | 1.47               | 0.026        | 1.8                  |
| 2                  | 1.63               | 0.11         | 6.6                  | 1.65               | 0.071        | 4.3                  | 1.72               | 0.044        | 2.6                  | 1.43               | 0.053        | 3.7                  |
| 3                  | 1.51               | 0.15         | 9.7                  | 1.73               | 0.15         | 8.9                  | 1.48               | 0.14         | 9.3                  | 1.65               | 0.15         | 8.9                  |
| 4                  | 1.81               | 0.056        | 3.1                  | 1.59               | 0.061        | 3.9                  | 1.98               | 0.049        | 2.5                  | 2.09               | 0.059        | 2.8                  |
| 5                  | 1.86               | 0.023        | 1.3                  | 1.85               | 0.053        | 2.9                  | 1.65               | 0.0082       | 0.49                 | 1.69               | 0.023        | 1.3                  |
| 6                  | 1.44               | 0.033        | 2.3                  | 1.40               | 0.047        | 3.3                  | 2.13               | 0.039        | 1.8                  | 1.87               | 0.040        | 2.1                  |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 1.69               |              |                      | 1.62               |              |                      | 1.73               |              |                      | 1.70               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)        | 0.197              |              |                      | 0.159              |              |                      | 0.276              |              |                      | 0.248              |              |                      |
| RSD' (%)           | 12                 |              |                      | 9.8                |              |                      | 16                 |              |                      | 15                 |              |                      |

结论：液液萃取法实验过程中，对 2.00 μg/L 的地表水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.95%~5.1%；实验室间相对标准偏差为 9.0%；异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.49%~9.9%；实验室间相对标准偏差为 9.0%。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 1.0%~10%；实验室间相对标准偏差为 9.4%。敌稗的实验室内相对标准偏差为 1.5%~10%；实验室间相对标准偏差为 9.3%。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 1.3%~9.7%；实验室间相对标准偏差为 12%。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 2.7%~8.9%；实验室间相对标准偏差为 9.8%。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 0.49%~9.3%；实验室间相对标准偏差为 16%。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 1.3%~8.9%；实验室间相对标准偏差为 15%。

附表 2-2-1-13 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗海水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号 | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|-------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|       | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1     | 1.77               | 0.059        | 3.3                  | 1.62               | 0.036        | 2.2                  | 1.62               | 0.045        | 2.8                  | 1.77               | 0.050        | 2.8                  |
| 2     | 1.81               | 0.072        | 4.0                  | 1.63               | 0.080        | 4.9                  | 1.68               | 0.074        | 4.4                  | 1.59               | 0.077        | 4.8                  |
| 3     | 1.64               | 0.091        | 5.5                  | 1.70               | 0.082        | 4.8                  | 1.63               | 0.084        | 5.1                  | 1.84               | 0.12         | 6.5                  |

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 4                        | 1.82               | 0.015        | 0.83                 | 1.93               | 0.016        | 0.82                 | 1.81               | 0.013        | 0.71                 | 1.79               | 0.0090       | 0.50                 |
| 5                        | 1.83               | 0.13         | 7.1                  | 1.89               | 0.040        | 2.1                  | 1.83               | 0.078        | 4.3                  | 1.89               | 0.15         | 8.0                  |
| 6                        | 1.85               | 0.082        | 4.4                  | 1.73               | 0.088        | 5.1                  | 1.68               | 0.085        | 5.1                  | 1.64               | 0.085        | 5.2                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.79               |              |                      | 1.75               |              |                      | 1.71               |              |                      | 1.76               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.075              |              |                      | 0.13               |              |                      | 0.090              |              |                      | 0.12               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 4.2                |              |                      | 7.6                |              |                      | 5.3                |              |                      | 6.7                |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)              | 0.23               |              |                      | 0.18               |              |                      | 0.19               |              |                      | 0.26               |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)              | 0.30               |              |                      | 0.41               |              |                      | 0.31               |              |                      | 0.41               |              |                      |

附表 2-2-1-14 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺海水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.75               | 0.047        | 2.7                  | 1.48               | 0.042        | 2.8                  | 1.42               | 0.040        | 2.8                  | 1.44               | 0.027        | 1.9                  |
| 2                        | 1.50               | 0.067        | 4.5                  | 1.70               | 0.070        | 4.1                  | 1.94               | 0.094        | 4.9                  | 1.55               | 0.071        | 4.6                  |
| 3                        | 1.68               | 0.083        | 5.0                  | 1.93               | 0.082        | 4.3                  | 1.64               | 0.077        | 4.7                  | 1.77               | 0.080        | 4.5                  |
| 4                        | 1.88               | 0.018        | 1.0                  | 1.70               | 0.014        | 0.84                 | 2.00               | 0.028        | 1.4                  | 2.03               | 0.022        | 1.1                  |
| 5                        | 1.80               | 0.072        | 4.0                  | 1.90               | 0.054        | 2.8                  | 1.76               | 0.057        | 3.2                  | 1.78               | 0.040        | 2.2                  |
| 6                        | 1.57               | 0.089        | 5.7                  | 1.55               | 0.082        | 5.3                  | 2.26               | 0.081        | 3.6                  | 1.99               | 0.083        | 4.2                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.70               |              |                      | 1.71               |              |                      | 1.84               |              |                      | 1.76               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.14               |              |                      | 0.18               |              |                      | 0.30               |              |                      | 0.23               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 8.3                |              |                      | 10                 |              |                      | 16                 |              |                      | 13                 |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)              | 0.19               |              |                      | 0.17               |              |                      | 0.19               |              |                      | 0.17               |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)              | 0.43               |              |                      | 0.53               |              |                      | 0.85               |              |                      | 0.67               |              |                      |

结论：液液萃取法实验过程中，对 2.00 μg/L 的海水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.83%~7.1%；实验室间相

对标准偏差为 4.2%；重复性限 (r) 为 0.23 µg/L；再现性限 (R) 为 0.30 µg/L。异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.82%~5.1%；实验室间相对标准偏差为 7.6%；重复性限 (r) 为 0.18 µg/L；再现性限 (R) 为 0.41 µg/L。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.71%~5.1%；实验室间相对标准偏差为 5.3%；重复性限 (r) 为 0.19 µg/L；再现性限 (R) 为 0.31 µg/L。敌稗的实验室内相对标准偏差为 0.50%~6.5%；实验室间相对标准偏差为 6.7%；重复性限 (r) 为 0.26 µg/L；再现性限 (R) 为 0.41 µg/L。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 1.0%~5.7%；实验室间相对标准偏差为 8.3%；重复性限 (r) 为 0.19 µg/L；再现性限 (R) 为 0.43 µg/L。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 0.84%~5.3%；实验室间相对标准偏差为 10%；重复性限 (r) 为 0.17 µg/L；再现性限 (R) 为 0.53 µg/L。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 1.4%~4.9%；实验室间相对标准偏差为 16%；重复性限 (r) 为 0.19 µg/L；再现性限 (R) 为 0.85 µg/L。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 1.1%~4.6%；实验室间相对标准偏差为 13%；重复性限 (r) 为 0.17 µg/L；再现性限 (R) 为 0.67 µg/L。

附表 2-2-1-15 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗生活污水中浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号              | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                  | 21.0               | 0.51         | 2.4                  | 22.2               | 0.56         | 2.5                  | 22.5               | 0.75         | 3.3                  | 23.0               | 0.30         | 1.3                  |
| 2                  | 17.4               | 0.41         | 2.4                  | 17.5               | 0.36         | 2.0                  | 17.1               | 0.40         | 2.3                  | 20.0               | 0.79         | 3.9                  |
| 3                  | 19.4               | 0.39         | 2.0                  | 19.4               | 0.32         | 1.6                  | 18.9               | 0.39         | 2.0                  | 19.6               | 0.72         | 3.7                  |
| 4                  | 18.1               | 0.45         | 2.5                  | 18.8               | 0.38         | 2.0                  | 18.1               | 0.39         | 2.1                  | 18.6               | 0.40         | 2.1                  |
| 5                  | 18.0               | 0.055        | 0.31                 | 18.2               | 0.10         | 0.54                 | 18.2               | 0.041        | 0.22                 | 17.8               | 0.082        | 0.46                 |
| 6                  | 19.3               | 0.31         | 1.6                  | 19.6               | 0.28         | 1.4                  | 19.4               | 0.42         | 2.2                  | 18.0               | 0.64         | 3.6                  |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 18.9               |              |                      | 19.3               |              |                      | 19.0               |              |                      | 19.5               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)        | 1.3                |              |                      | 1.6                |              |                      | 1.9                |              |                      | 1.9                |              |                      |
| RSD' (%)           | 7.0                |              |                      | 8.5                |              |                      | 9.7                |              |                      | 9.9                |              |                      |

附表 2-2-1-16 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺生活污水中浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号              | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                  | 22.0               | 0.56         | 2.5                  | 22.0               | 0.39         | 1.8                  | 22.3               | 0.27         | 1.2                  | 23.2               | 0.21         | 0.92                 |
| 2                  | 17.1               | 0.36         | 2.1                  | 17.3               | 0.22         | 1.3                  | 23.7               | 0.24         | 1.0                  | 22.8               | 0.20         | 0.87                 |
| 3                  | 19.4               | 0.36         | 1.9                  | 19.7               | 0.39         | 2.0                  | 20.0               | 0.27         | 1.3                  | 20.3               | 0.25         | 1.2                  |
| 4                  | 18.2               | 0.55         | 3.0                  | 17.8               | 0.40         | 2.2                  | 19.6               | 0.29         | 1.5                  | 20.1               | 0.53         | 2.6                  |
| 5                  | 18.3               | 0.075        | 0.41                 | 18.6               | 0.041        | 0.22                 | 17.2               | 0.10         | 0.60                 | 17.0               | 0.082        | 0.48                 |
| 6                  | 19.2               | 0.38         | 2.0                  | 19.0               | 0.34         | 1.8                  | 20.3               | 0.23         | 1.1                  | 20.0               | 0.20         | 1.0                  |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 19.0               |              |                      | 19.1               |              |                      | 20.5               |              |                      | 20.6               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)        | 1.7                |              |                      | 1.7                |              |                      | 2.2                |              |                      | 2.2                |              |                      |
| RSD' (%)           | 8.8                |              |                      | 8.8                |              |                      | 11                 |              |                      | 11                 |              |                      |

结论：液液萃取法实验过程中，对 20.0 μg/L 的生活污水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.31%~2.5%；实验室间相对标准偏差为 7.0%；异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.54%~2.5%；实验室间相对标准偏差为 8.5%。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.22%~3.3%；实验室间相对标准偏差为 9.7%。敌稗的实验室内相对标准偏差为 0.46%~3.9%；实验室间相对标准偏差为 9.9%。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.41%~3.0%；实验室间相对标准偏差为 8.8%。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 0.22%~2.2%；实验室间相对标准偏差为 8.8%。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 0.60%~1.5%；实验室间相对标准偏差为 11%。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.48%~2.6%；实验室间相对标准偏差为 11%。

附表 2-2-1-17 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗工业废水高浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号              | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                  | 40.5               | 2.3          | 5.6                  | 43.0               | 1.4          | 3.2                  | 44.0               | 2.0          | 4.5                  | 44.7               | 2.6          | 5.9                  |
| 2                  | 32.6               | 2.1          | 6.5                  | 32.2               | 1.9          | 5.8                  | 32.1               | 1.9          | 5.9                  | 41.4               | 4.9          | 12                   |
| 3                  | 37.2               | 1.8          | 4.9                  | 37.1               | 1.6          | 4.4                  | 36.0               | 1.8          | 5.1                  | 42.4               | 4.5          | 11                   |
| 4                  | 35.7               | 0.39         | 1.1                  | 37.7               | 0.26         | 0.70                 | 36.2               | 0.34         | 0.93                 | 35.9               | 0.47         | 1.3                  |
| 5                  | 37.6               | 0.14         | 0.36                 | 38.2               | 0.12         | 0.31                 | 38.3               | 0.10         | 0.26                 | 38.2               | 0.15         | 0.39                 |
| 6                  | 37.4               | 2.2          | 5.9                  | 37.4               | 1.9          | 5.1                  | 37.4               | 2.2          | 5.8                  | 37.9               | 4.0          | 11                   |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 36.9               |              |                      | 37.6               |              |                      | 37.3               |              |                      | 40.1               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)        | 2.6                |              |                      | 3.4                |              |                      | 3.9                |              |                      | 3.3                |              |                      |
| RSD' (%)           | 7.1                |              |                      | 9.1                |              |                      | 10                 |              |                      | 8.2                |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)        | 4.8                |              |                      | 3.9                |              |                      | 4.5                |              |                      | 9.4                |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)        | 8.5                |              |                      | 10                 |              |                      | 12                 |              |                      | 13                 |              |                      |

附表 2-2-1-18 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺工业废水高浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 43.9               | 1.8          | 4.0                  | 43.2               | 1.2          | 2.8                  | 43.5               | 1.4          | 3.2                  | 44.2               | 2.2          | 5.0                  |
| 2                        | 32.4               | 2.0          | 6.3                  | 32.4               | 1.2          | 3.8                  | 44.0               | 0.93         | 2.1                  | 42.8               | 2.1          | 4.9                  |
| 3                        | 37.1               | 1.8          | 4.9                  | 37.8               | 1.2          | 3.3                  | 38.2               | 0.90         | 2.3                  | 37.8               | 1.2          | 3.2                  |
| 4                        | 36.3               | 0.35         | 1.0                  | 35.3               | 0.30         | 0.85                 | 38.7               | 0.42         | 1.1                  | 38.7               | 0.36         | 0.94                 |
| 5                        | 38.2               | 0.052        | 0.14                 | 39.8               | 0.075        | 0.19                 | 37.4               | 0.10         | 0.28                 | 36.9               | 0.22         | 0.60                 |
| 6                        | 37.3               | 1.9          | 5.1                  | 36.6               | 1.0          | 2.9                  | 37.9               | 1.1          | 2.9                  | 37.8               | 1.5          | 3.9                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 37.5               |              |                      | 37.5               |              |                      | 39.9               |              |                      | 39.7               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 3.7                |              |                      | 3.7                |              |                      | 3.0                |              |                      | 3.0                |              |                      |
| RSD' (%)                 | 9.9                |              |                      | 9.9                |              |                      | 7.4                |              |                      | 7.7                |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)              | 4.3                |              |                      | 2.7                |              |                      | 2.6                |              |                      | 4.2                |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)              | 11                 |              |                      | 11                 |              |                      | 8.6                |              |                      | 9.3                |              |                      |

结论：液液萃取法实验过程中，对 40.0 μg/L 的工业废水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.36%~6.5%；实验室间相对标准偏差为 7.1%；重复性限（r）为 4.8 μg/L；再现性限（R）为 8.5 μg/L。异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.31%~5.8%；实验室间相对标准偏差为 9.1%；重复性限（r）为 3.9 μg/L；再现性限（R）为 10 μg/L。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.26%~5.9%；实验室间相对标准偏差为 10%；重复性限（r）为 4.5 μg/L；再现性限（R）为 12 μg/L。敌稗的实验室内相对标准偏差为 0.39%~11%；实验室间相对标准偏差为 8.2%；重复性限（r）为 9.4 μg/L；再现性限（R）为 13 μg/L。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.14%~6.3%；实验室间相对标准偏差为 9.9%；重复性限（r）为 4.3 μg/L；再现性限（R）为 11 μg/L。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 0.19%~3.8%；实验室间相对标准偏差为 9.9%；重复性限（r）为 2.7 μg/L；再现性限（R）为 11 μg/L。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 0.28%~3.2%；实验室间相对标准偏差为 7.4%；重复性限（r）为 2.6 μg/L；再现性限（R）为 8.6 μg/L。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.60%~5.0%；实验室间相对标准偏差为 7.7%；重复性限（r）为 4.2 μg/L；再现性限（R）为 9.3 μg/L。

附表 2-2-1-19 8 种酰胺类农药精密度测试数据汇总表

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 加标量<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 平均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 实验室内<br>相对标准<br>偏差 (%) | 实验室间<br>相对标准<br>偏差 (%) | 重复性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 再现性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) |
|----|-------|------|----------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 1  | 乙草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.90                       | 0.45~5.1               | 6.3                    | 0.20                        | 0.38                        |
|    |       |      | 20.0                       | 19.0                       | 0.22~8.9               | 9.1                    | 3.8                         | 5.9                         |
|    |       |      | 40.0                       | 36.1                       | 0.44~3.6               | 7.9                    | 2.6                         | 8.3                         |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.87                       | 1.1~4.2                | 6.9                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.72                       | 0.95~5.1               | 9.0                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.79                       | 0.83~7.1               | 4.2                    | 0.23                        | 0.30                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 18.9                       | 0.31~2.5               | 7.0                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 36.9                       | 0.36~6.5               | 7.1                    | 4.8                         | 8.5                         |
| 2  | 异丙草胺  | 空白   | 2.00                       | 1.80                       | 0.43~5.5               | 6.5                    | 0.19                        | 0.37                        |
|    |       |      | 20.0                       | 19.4                       | 0.30~9.3               | 10                     | 3.7                         | 6.4                         |
|    |       |      | 40.0                       | 37.2                       | 0.38~3.5               | 9.4                    | 2.6                         | 10                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.84                       | 2.0~5.6                | 10                     | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.65                       | 0.49~9.9               | 9.0                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.75                       | 0.82~5.1               | 7.6                    | 0.18                        | 0.41                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.3                       | 0.54~2.5               | 8.5                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 37.6                       | 0.31~5.8               | 9.1                    | 3.9                         | 10                          |
| 3  | 甲草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.83                       | 0.55~5.4               | 4.5                    | 0.20                        | 0.29                        |
|    |       |      | 20.0                       | 19.1                       | 0.22~8.9               | 8.7                    | 3.6                         | 5.7                         |
|    |       |      | 40.0                       | 37.1                       | 0.29~3.6               | 11                     | 2.7                         | 12                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.80                       | 2.0~4.9                | 6.8                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.65                       | 1.0~10                 | 9.4                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.71                       | 0.71~5.1               | 5.3                    | 0.19                        | 0.31                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.0                       | 0.22~3.3               | 9.7                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 37.3                       | 0.26~5.9               | 10                     | 4.5                         | 12                          |
| 4  | 敌稗    | 空白   | 2.00                       | 1.90                       | 1.1~7.9                | 13                     | 0.27                        | 0.76                        |
|    |       |      | 20.0                       | 20.4                       | 0.29~10                | 11                     | 4.1                         | 7.2                         |
|    |       |      | 40.0                       | 39.4                       | 0.30~4.2               | 11                     | 3.3                         | 13                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.86                       | 2.3~5.7                | 9.4                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.68                       | 1.5~10                 | 9.3                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.76                       | 0.50~6.5               | 6.7                    | 0.26                        | 0.41                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.5                       | 0.46~3.9               | 9.9                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 40.1                       | 0.39~11                | 8.2                    | 9.4                         | 13                          |
| 5  | 异丙甲草胺 | 空白   | 2.00                       | 1.84                       | 0.51~4.4               | 6.0                    | 0.17                        | 0.35                        |
|    |       |      | 20.0                       | 19.3                       | 0.34~9.0               | 9.6                    | 3.8                         | 6.2                         |
|    |       |      | 40.0                       | 37.7                       | 0.30~3.3               | 10                     | 2.7                         | 11                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.81                       | 2.2~3.6                | 8.9                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.69                       | 1.3~9.7                | 12                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.70                       | 1.0~5.7                | 8.3                    | 0.19                        | 0.43                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.0                       | 0.41~3.0               | 8.8                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 37.5                       | 0.14~6.3               | 9.9                    | 4.3                         | 11                          |
| 6  | 杀草丹   | 空白   | 2.00                       | 1.80                       | 2.9~5.2                | 12                     | 0.21                        | 0.62                        |
|    |       |      | 20.0                       | 19.1                       | 0.22~8.1               | 9.5                    | 3.4                         | 6.0                         |

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 加标量<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 平均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 实验室内<br>相对标准<br>偏差 (%) | 实验室间<br>相对标准<br>偏差 (%) | 重复性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 再现性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) |
|----|-------|------|----------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|    |       |      | 40.0                       | 37.2                       | 0.18~2.9               | 11                     | 2.3                         | 11                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.85                       | 1.8~7.3                | 13                     | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.62                       | 2.7~8.9                | 9.8                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.71                       | 0.84~5.3               | 10                     | 0.17                        | 0.53                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.1                       | 0.22~2.2               | 8.8                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 37.5                       | 0.19~3.8               | 9.9                    | 2.7                         | 11                          |
| 7  | 丁草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.82                       | 0.63~6.0               | 15                     | 0.22                        | 0.79                        |
|    |       |      | 20.0                       | 19.8                       | 0.61~8.6               | 9.1                    | 3.5                         | 6.0                         |
|    |       |      | 40.0                       | 39.6                       | 0.61~8.6               | 8.4                    | 2.3                         | 9.6                         |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.94                       | 3.0~11                 | 9.0                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.73                       | 0.49~9.3               | 16                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.84                       | 1.4~4.9                | 16                     | 0.19                        | 0.85                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 20.5                       | 0.60~1.5               | 11                     | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 39.9                       | 0.28~3.2               | 7.4                    | 2.6                         | 8.6                         |
| 8  | 丙草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.80                       | 2.3~6.2                | 18                     | 0.25                        | 0.92                        |
|    |       |      | 20.0                       | 20.1                       | 0.63~7.8               | 11                     | 3.4                         | 6.7                         |
|    |       |      | 40.0                       | 39.4                       | 0.68~2.8               | 8.6                    | 2.5                         | 10                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 2.00                       | 2.5~8.9                | 18                     | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.70                       | 1.3~8.9                | 15                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.76                       | 1.1~4.6                | 13                     | 0.17                        | 0.67                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 20.6                       | 0.48~2.6               | 11                     | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 39.7                       | 0.60~5.0               | 7.7                    | 4.2                         | 9.3                         |

结论：六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~7.9%、0.22%~10%和 0.18%~8.6 %；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%~18%、8.7%~11%和 7.9%~11%；重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.27  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.1  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ~3.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.29  $\mu\text{g/L}$ ~0.92  $\mu\text{g/L}$ 、5.7  $\mu\text{g/L}$ ~7.2  $\mu\text{g/L}$  和 8.3  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~18%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.49%~10%；实验室间相对标准偏差分别为 9.0%~16%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的海水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.50%~7.1%；实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~16%；重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.30  $\mu\text{g/L}$ ~0.85  $\mu\text{g/L}$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了液液萃取的前处

理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.22%~3.9%；实验室间相对标准偏差分别为 7.0%~11%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0 µg/L 的工业废水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.14%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 7.1%~10%；重复性限为 2.6 µg/L~9.4 µg/L；再现性限为 8.5 µg/L~13 µg/L。

## 2.2.2 固相萃取法

附表 2-2-2-1 乙草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.58                       | 0.059                | 3.7         | 16.8                       | 1.4                  | 8.1         | 36.7                       | 1.1                  | 3.0         |
| 2                          | 1.64                       | 0.043                | 2.6         | 14.9                       | 0.53                 | 3.6         | 31.4                       | 1.1                  | 3.4         |
| 3                          | 1.56                       | 0.052                | 3.3         | 16.3                       | 0.73                 | 4.5         | 30.2                       | 1.0                  | 3.3         |
| 4                          | 1.63                       | 0.048                | 2.9         | 16.8                       | 1.4                  | 8.2         | 35.3                       | 0.75                 | 2.1         |
| 5                          | 2.16                       | 0.010                | 0.45        | 16.8                       | 0.041                | 0.24        | 41.9                       | 0.29                 | 0.70        |
| 6                          | 1.66                       | 0.035                | 2.1         | 16.9                       | 0.97                 | 5.7         | 36.7                       | 1.0                  | 2.8         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.71                       |                      |             | 16.4                       |                      |             | 35.4                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.23                       |                      |             | 0.8                        |                      |             | 4.2                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 13                         |                      |             | 4.6                        |                      |             | 12                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                 | 0.12                       |                      |             | 2.7                        |                      |             | 2.6                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                 | 0.65                       |                      |             | 3.2                        |                      |             | 12                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.45%~3.7%、0.24%~8.2%、0.70%~3.4%；实验室间相对标准偏差分别为 13%、4.6%和 12%；重复性限（ $r$ ）分别为 0.12 µg/L、2.7 µg/L 和 2.6 µg/L；再现性限（ $R$ ）分别为 0.65 µg/L、3.2 µg/L 和 12 µg/L。

附表 2-2-2-2 异丙草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.51                       | 0.046                | 3.1         | 17.9                       | 1.6                  | 9.0         | 39.6                       | 1.1                  | 2.9         |
| 2                          | 1.50                       | 0.036                | 2.4         | 15.1                       | 0.53                 | 3.5         | 30.8                       | 1.1                  | 3.5         |
| 3                          | 1.58                       | 0.042                | 2.7         | 16.3                       | 0.67                 | 4.1         | 30.0                       | 0.98                 | 3.2         |
| 4                          | 1.67                       | 0.050                | 3.0         | 17.2                       | 1.4                  | 8.1         | 36.2                       | 0.66                 | 1.8         |
| 5                          | 1.92                       | 0.010                | 0.54        | 16.0                       | 0.041                | 0.25        | 40.3                       | 0.30                 | 0.74        |
| 6                          | 1.56                       | 0.042                | 2.7         | 17.3                       | 1.1                  | 6.3         | 36.4                       | 0.62                 | 1.7         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.62                       |                      |             | 16.6                       |                      |             | 35.6                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.16                       |                      |             | 1.0                        |                      |             | 4.3                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 9.8                        |                      |             | 6.1                        |                      |             | 12                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                 | 0.11                       |                      |             | 2.9                        |                      |             | 2.4                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                 | 0.46                       |                      |             | 3.9                        |                      |             | 12                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.54%~3.1%、0.25%~9.0%、0.74%~3.5%；实验室间相对标准偏差分别为 9.8%、6.1%和 12%；重复性限（*r*）分别为 0.11 µg/L、2.9 µg/L 和 2.4 µg/L；再现性限（*R*）分别为 0.46 µg/L、3.9 µg/L 和 12 µg/L。

附表 2-2-2-3 甲草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                            | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                                  | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                                | 1.47                       | 0.043                | 2.9         | 18.0                       | 1.6                  | 9.0         | 40.8                       | 1.2                  | 3.0         |
| 2                                | 1.53                       | 0.040                | 2.6         | 14.8                       | 0.52                 | 3.5         | 30.4                       | 1.0                  | 3.3         |
| 3                                | 1.50                       | 0.041                | 2.7         | 15.8                       | 0.71                 | 4.5         | 29.2                       | 0.88                 | 3.0         |
| 4                                | 1.59                       | 0.049                | 3.1         | 16.7                       | 1.3                  | 7.9         | 35.6                       | 0.65                 | 1.8         |
| 5                                | 2.03                       | 0.0084               | 0.41        | 16.1                       | 0.052                | 0.32        | 40.6                       | 0.16                 | 0.39        |
| 6                                | 1.48                       | 0.045                | 3.0         | 17.2                       | 1.1                  | 6.2         | 36.1                       | 0.86                 | 2.4         |
| $\bar{\bar{X}}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.60                       |                      |             | 16.4                       |                      |             | 35.4                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$              | 0.21                       |                      |             | 1.1                        |                      |             | 4.9                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                       | 13                         |                      |             | 6.8                        |                      |             | 14                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                       | 0.11                       |                      |             | 2.9                        |                      |             | 2.4                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                       | 0.60                       |                      |             | 4.1                        |                      |             | 14                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。甲草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.41%~3.1%、0.32%~9.0%、0.39%~3.3%；实验室间相对标准偏差分别为 13%、6.8%和 14%；重复性限（*r*）分别为 0.11 µg/L、2.9 µg/L 和 2.4 µg/L；再现性限（*R*）分别为 0.60 µg/L、4.1 µg/L 和 14 µg/L。

附表 2-2-2-4 敌稗空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                            | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                                  | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                                | 1.80                       | 0.048                | 2.7         | 21.3                       | 1.8                  | 8.3         | 48.0                       | 1.7                  | 3.5         |
| 2                                | 1.50                       | 0.062                | 4.1         | 18.3                       | 0.67                 | 3.7         | 40.3                       | 2.6                  | 6.5         |
| 3                                | 1.63                       | 0.057                | 3.5         | 16.8                       | 0.67                 | 4.0         | 31.1                       | 0.88                 | 2.8         |
| 4                                | 1.64                       | 0.058                | 3.5         | 17.3                       | 1.3                  | 7.5         | 38.2                       | 2.4                  | 6.2         |
| 5                                | 2.16                       | 0.010                | 0.45        | 15.6                       | 0.089                | 0.57        | 39.8                       | 0.26                 | 0.66        |
| 6                                | 1.55                       | 0.051                | 3.3         | 17.3                       | 1.2                  | 6.7         | 36.7                       | 2.4                  | 6.5         |
| $\bar{\bar{X}}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.72                       |                      |             | 17.8                       |                      |             | 39.0                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$              | 0.24                       |                      |             | 1.9                        |                      |             | 5.5                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                       | 14                         |                      |             | 11                         |                      |             | 14                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                       | 0.14                       |                      |             | 3.0                        |                      |             | 5.3                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                       | 0.69                       |                      |             | 6.1                        |                      |             | 16                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。敌稗的实验室内相对标准偏差分别为 0.45%~4.1%、0.57%~8.3%、0.66%~6.5%；实验室间相对标准偏差分别为 14%、11%和 14%；重复性限（*r*）分别为 0.14 µg/L、3.0 µg/L 和 5.3 µg/L；再现性限（*R*）分别为 0.69 µg/L、6.1 µg/L 和 16 µg/L。

附表 2-2-2-5 异丙甲草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.74                       | 0.051                | 3.0         | 18.5                       | 1.8                  | 9.7         | 42.7                       | 1.3                  | 3.1         |
| 2                          | 1.42                       | 0.023                | 1.7         | 15.1                       | 0.59                 | 3.9         | 31.4                       | 1.0                  | 3.3         |
| 3                          | 1.66                       | 0.059                | 3.5         | 16.8                       | 0.69                 | 4.1         | 30.8                       | 1.2                  | 3.9         |
| 4                          | 1.69                       | 0.060                | 3.6         | 17.3                       | 1.5                  | 8.4         | 36.7                       | 0.88                 | 2.4         |
| 5                          | 2.07                       | 0.0075               | 0.36        | 15.9                       | 0.098                | 0.62        | 40.2                       | 0.17                 | 0.42        |
| 6                          | 1.44                       | 0.036                | 2.5         | 17.5                       | 1.1                  | 6.5         | 35.8                       | 1.0                  | 2.7         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.67                       |                      |             | 16.9                       |                      |             | 36.3                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.24                       |                      |             | 1.2                        |                      |             | 4.7                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 14                         |                      |             | 7.1                        |                      |             | 13                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                 | 0.12                       |                      |             | 3.1                        |                      |             | 2.8                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                 | 0.67                       |                      |             | 4.4                        |                      |             | 13                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.36%~3.6%、0.62%~9.7%、0.42%~3.9%；实验室间相对标准偏差分别为 14%、7.1%和 13%；重复性限（*r*）分别为 0.12 µg/L、3.1 µg/L 和 2.8 µg/L；再现性限（*R*）分别为 0.67 µg/L、4.4 µg/L 和 13 µg/L。

附表 2-2-2-6 杀草丹空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.50                       | 0.078                | 5.2         | 15.6                       | 1.7                  | 11          | 39.6                       | 1.6                  | 4.1         |
| 2                          | 1.43                       | 0.034                | 2.4         | 15.2                       | 1.1                  | 7.4         | 30.1                       | 1.2                  | 4.0         |
| 3                          | 1.47                       | 0.039                | 2.7         | 14.6                       | 0.55                 | 3.8         | 29.7                       | 1.3                  | 4.2         |
| 4                          | 1.49                       | 0.091                | 6.1         | 15.1                       | 1.5                  | 9.9         | 36.3                       | 0.87                 | 2.4         |
| 5                          | 1.97                       | 0.012                | 0.62        | 16.0                       | 0.055                | 0.34        | 41.3                       | 0.50                 | 1.2         |
| 6                          | 1.54                       | 0.054                | 3.5         | 15.2                       | 1.2                  | 7.6         | 33.5                       | 1.2                  | 3.7         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.57                       |                      |             | 15.3                       |                      |             | 35.1                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.20                       |                      |             | 0.5                        |                      |             | 4.9                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 13                         |                      |             | 3.1                        |                      |             | 14                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                 | 0.16                       |                      |             | 3.3                        |                      |             | 3.3                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                 | 0.58                       |                      |             | 3.3                        |                      |             | 14                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。杀草丹的实验室内相对标准偏差分别为 0.62%~6.1%、0.34%~11%、1.2%~4.2%；实验室间相对标准偏差分别为 13%、3.1%和 14%；重复性限（*r*）分别为 0.16 µg/L、3.3 µg/L 和 3.3 µg/L；再现性限（*R*）分别为 0.58 µg/L、3.3 µg/L 和 14 µg/L。

附表 2-2-2-7 丁草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.57                       | 0.063                | 4.0         | 18.9                       | 1.8                  | 9.7         | 43.4                       | 1.5                  | 3.5         |
| 2                          | 2.08                       | 0.045                | 2.2         | 20.8                       | 1.0                  | 5.0         | 45.4                       | 2.0                  | 4.4         |
| 3                          | 1.61                       | 0.034                | 2.1         | 16.4                       | 0.60                 | 3.7         | 30.3                       | 0.93                 | 3.1         |
| 4                          | 2.02                       | 0.078                | 3.8         | 19.0                       | 1.8                  | 9.5         | 39.6                       | 1.5                  | 3.7         |
| 5                          | 1.78                       | 0.0089               | 0.50        | 14.4                       | 0.084                | 0.58        | 37.8                       | 0.082                | 0.22        |
| 6                          | 2.18                       | 0.052                | 2.4         | 19.1                       | 1.4                  | 7.2         | 38.7                       | 1.6                  | 4.2         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.88                       |                      |             | 18.1                       |                      |             | 39.2                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.26                       |                      |             | 2.3                        |                      |             | 5.2                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 14                         |                      |             | 13                         |                      |             | 13                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                 | 0.14                       |                      |             | 3.6                        |                      |             | 3.9                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                 | 0.73                       |                      |             | 7.3                        |                      |             | 15                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丁草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.50%~4.0%、0.58%~9.7%、0.22%~4.4%；实验室间相对标准偏差分别为 14%、13%和 13%；重复性限（*r*）分别为 0.14 µg/L、3.6 µg/L 和 3.9 µg/L；再现性限（*R*）分别为 0.73 µg/L、7.3 µg/L 和 15 µg/L。

附表 2-2-2-8 丙草胺空白加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                      | 浓度（含量）1                    |                      |             | 浓度（含量）2                    |                      |             | 浓度（含量）3                    |                      |             |
|----------------------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|----------------------------|----------------------|-------------|
|                            | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $S_i(\mu\text{g/L})$ | $RSD_i(\%)$ |
| 1                          | 1.71                       | 0.050                | 3.0         | 20.5                       | 2.1                  | 10          | 46.0                       | 1.6                  | 3.5         |
| 2                          | 1.62                       | 0.049                | 3.0         | 20.3                       | 0.82                 | 4.0         | 42.7                       | 1.8                  | 4.3         |
| 3                          | 1.91                       | 0.068                | 3.6         | 17.6                       | 0.61                 | 3.5         | 31.4                       | 1.1                  | 3.4         |
| 4                          | 2.03                       | 0.070                | 3.5         | 19.0                       | 1.7                  | 9.1         | 39.5                       | 1.2                  | 3.0         |
| 5                          | 1.72                       | 0.016                | 0.95        | 14.4                       | 0.052                | 0.36        | 38.2                       | 0.18                 | 0.46        |
| 6                          | 2.01                       | 0.033                | 1.6         | 18.9                       | 1.2                  | 6.4         | 37.3                       | 1.4                  | 3.9         |
| $\bar{X}_i(\mu\text{g/L})$ | 1.83                       |                      |             | 18.5                       |                      |             | 39.2                       |                      |             |
| $S'(\mu\text{g/L})$        | 0.17                       |                      |             | 2.3                        |                      |             | 5.0                        |                      |             |
| $RSD'(\%)$                 | 10                         |                      |             | 12                         |                      |             | 13                         |                      |             |
| 重复性限（µg/L）                 | 0.14                       |                      |             | 3.6                        |                      |             | 3.7                        |                      |             |
| 再现性限（µg/L）                 | 0.51                       |                      |             | 7.1                        |                      |             | 14                         |                      |             |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.00 µg/L 的空白加标样品进

行了 6 次平行测定和统计。丙草胺的实验室内相对标准偏差分别为 0.95%~3.6%、0.36%~10%、0.46%~4.3%；实验室间相对标准偏差分别为 10%、12%和 13%；重复性限（r）分别为 0.14 μg/L、3.6 μg/L 和 3.7 μg/L；再现性限（R）分别为 0.51 μg/L、7.1 μg/L 和 14 μg/L。

附表 2-2-2-9 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗地下水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.77               | 0.055        | 3.1                  | 1.64               | 0.055        | 3.3                  | 1.73               | 0.044        | 2.5                  | 2.03               | 0.033        | 1.6                  |
| 2                        | 1.94               | 0.054        | 2.8                  | 1.78               | 0.054        | 3.0                  | 1.86               | 0.053        | 2.9                  | 1.86               | 0.029        | 1.5                  |
| 3                        | 1.75               | 0.059        | 3.4                  | 1.82               | 0.065        | 3.6                  | 1.73               | 0.058        | 3.4                  | 1.91               | 0.028        | 1.5                  |
| 4                        | 1.93               | 0.065        | 3.4                  | 2.02               | 0.061        | 3.0                  | 1.91               | 0.052        | 2.7                  | 1.91               | 0.015        | 0.80                 |
| 5                        | 1.79               | 0.015        | 0.82                 | 1.60               | 0.012        | 0.76                 | 1.68               | 0.0082       | 0.49                 | 1.86               | 0.010        | 0.57                 |
| 6                        | 1.98               | 0.085        | 4.3                  | 1.89               | 0.080        | 4.2                  | 1.82               | 0.073        | 4.0                  | 1.80               | 0.044        | 2.5                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.86               |              |                      | 1.79               |              |                      | 1.79               |              |                      | 1.89               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.10               |              |                      | 0.15               |              |                      | 0.088              |              |                      | 0.078              |              |                      |
| RSD' (%)                 | 5.5                |              |                      | 8.6                |              |                      | 4.9                |              |                      | 4.1                |              |                      |

附表 2-2-2-10 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺地下水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.67               | 0.023        | 1.4                  | 1.48               | 0.062        | 4.2                  | 1.84               | 0.066        | 3.6                  | 1.79               | 0.057        | 3.2                  |
| 2                        | 1.64               | 0.034        | 2.1                  | 1.79               | 0.069        | 3.8                  | 2.54               | 0.10         | 4.1                  | 2.08               | 0.066        | 3.2                  |
| 3                        | 1.79               | 0.050        | 2.8                  | 1.92               | 0.080        | 4.2                  | 2.00               | 0.077        | 3.8                  | 2.06               | 0.045        | 2.2                  |
| 4                        | 1.97               | 0.044        | 2.2                  | 1.77               | 0.084        | 4.8                  | 2.33               | 0.080        | 3.4                  | 2.32               | 0.053        | 2.3                  |
| 5                        | 1.76               | 0.0055       | 0.31                 | 1.74               | 0.019        | 1.1                  | 1.59               | 0.021        | 1.3                  | 1.55               | 0.018        | 1.1                  |
| 6                        | 1.72               | 0.057        | 3.3                  | 1.55               | 0.085        | 5.5                  | 2.57               | 0.082        | 3.2                  | 2.23               | 0.055        | 2.5                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.76               |              |                      | 1.71               |              |                      | 2.14               |              |                      | 2.01               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.12               |              |                      | 0.16               |              |                      | 0.40               |              |                      | 0.29               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 6.8                |              |                      | 10                 |              |                      | 19                 |              |                      | 14                 |              |                      |

结论：固相萃取法实验过程中，对 2.00 μg/L 的地下水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.82%~4.3%；实验室间相对标准偏差为 5.5%；异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.76%~4.2%；实验室间相对标准偏差为 8.6%。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.49%~4.0%；实验室间相对标准偏差为 4.9%。敌稗的实验室内相对标准偏差为 0.57%~2.5%；实验室间相对标准偏差为 4.1%。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.31%~3.3%；实验室间相对标准偏差为 6.8%。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 1.1%~5.5%；实验室间相对标准偏差为 10%。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 1.3%~4.1%；实验室间相对标准偏差为 19%。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 1.1%~3.2%；实验室间相对标准偏差为 14%。

附表 2-2-2-11 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗地表水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.83               | 0.079        | 4.3                  | 1.67               | 0.077        | 4.6                  | 1.75               | 0.086        | 4.9                  | 2.07               | 0.066        | 3.2                  |
| 2                        | 1.70               | 0.016        | 0.92                 | 1.55               | 0.015        | 1.0                  | 1.61               | 0.014        | 0.85                 | 1.61               | 0.036        | 2.2                  |
| 3                        | 1.46               | 0.022        | 1.5                  | 1.52               | 0.021        | 1.4                  | 1.42               | 0.022        | 1.5                  | 1.63               | 0.029        | 1.8                  |
| 4                        | 1.64               | 0.019        | 1.2                  | 1.70               | 0.019        | 1.1                  | 1.61               | 0.017        | 1.1                  | 1.65               | 0.011        | 0.64                 |
| 5                        | 2.04               | 0.013        | 0.66                 | 1.86               | 0.0069       | 0.37                 | 1.94               | 0.0094       | 0.49                 | 2.09               | 0.019        | 0.90                 |
| 6                        | 1.70               | 0.021        | 1.2                  | 1.58               | 0.015        | 1.0                  | 1.52               | 0.020        | 1.3                  | 1.49               | 0.057        | 3.8                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.73               |              |                      | 1.65               |              |                      | 1.64               |              |                      | 1.75               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.19               |              |                      | 0.13               |              |                      | 0.18               |              |                      | 0.26               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 11                 |              |                      | 7.6                |              |                      | 11                 |              |                      | 15                 |              |                      |

附表 2-2-2-12 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺地表水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号 | 异丙甲草胺 | 杀草丹 | 丁草胺 | 丙草胺 |
|-------|-------|-----|-----|-----|
|-------|-------|-----|-----|-----|

|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
|--------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
| 1                  | 1.75               | 0.090        | 5.1                  | 1.43               | 0.028        | 2.0                  | 1.92               | 0.14         | 7.1                  | 1.87               | 0.061        | 3.2                  |
| 2                  | 1.46               | 0.036        | 2.5                  | 1.51               | 0.038        | 2.5                  | 2.26               | 0.085        | 3.8                  | 1.61               | 0.064        | 4.0                  |
| 3                  | 1.49               | 0.029        | 2.0                  | 1.58               | 0.053        | 3.3                  | 1.75               | 0.16         | 9.4                  | 1.78               | 0.086        | 4.8                  |
| 4                  | 1.70               | 0.020        | 1.1                  | 1.46               | 0.048        | 3.3                  | 2.04               | 0.17         | 8.1                  | 2.01               | 0.084        | 4.2                  |
| 5                  | 1.99               | 0.0058       | 0.29                 | 2.02               | 0.017        | 0.85                 | 1.86               | 0.027        | 1.4                  | 1.86               | 0.026        | 1.4                  |
| 6                  | 1.43               | 0.019        | 1.3                  | 1.46               | 0.036        | 2.4                  | 2.32               | 0.18         | 7.8                  | 2.01               | 0.12         | 5.9                  |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 1.64               |              |                      | 1.58               |              |                      | 2.03               |              |                      | 1.86               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)        | 0.22               |              |                      | 0.22               |              |                      | 0.23               |              |                      | 0.15               |              |                      |
| RSD' (%)           | 13                 |              |                      | 14                 |              |                      | 11                 |              |                      | 8.1                |              |                      |

结论：固相萃取法实验过程中，对 2.00 μg/L 的地表水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.66%~4.3%；实验室间相对标准偏差为 11%；异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.37%~4.6%；实验室间相对标准偏差为 7.6%。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.49%~4.9%；实验室间相对标准偏差为 11%。敌稗的实验室内相对标准偏差为 0.64%~3.8%；实验室间相对标准偏差为 15%。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.29%~5.1%；实验室间相对标准偏差为 13%。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 0.85%~3.3%；实验室间相对标准偏差为 14%。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 3.8%~9.4%；实验室间相对标准偏差为 11%。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 1.4%~5.9%；实验室间相对标准偏差为 8.1%。

附表 2-2-2-13 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗海水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号 | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|-------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|       | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1     | 1.81               | 0.18         | 9.8                  | 1.66               | 0.15         | 9.0                  | 1.73               | 0.14         | 8.3                  | 1.95               | 0.12         | 6.3                  |
| 2     | 1.89               | 0.16         | 8.3                  | 1.74               | 0.16         | 9.1                  | 1.80               | 0.16         | 9.1                  | 1.77               | 0.14         | 7.7                  |
| 3     | 1.67               | 0.21         | 13                   | 1.72               | 0.21         | 12                   | 1.63               | 0.20         | 12                   | 1.76               | 0.14         | 7.8                  |
| 4     | 1.84               | 0.21         | 11                   | 1.92               | 0.21         | 11                   | 1.82               | 0.20         | 11                   | 1.77               | 0.17         | 9.5                  |

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 5                        | 2.14               | 0.021        | 1.0                  | 1.95               | 0.017        | 0.89                 | 2.04               | 0.015        | 0.72                 | 2.24               | 0.029        | 1.3                  |
| 6                        | 1.88               | 0.11         | 6.0                  | 1.78               | 0.12         | 6.7                  | 1.71               | 0.12         | 7.2                  | 1.75               | 0.14         | 8.2                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.87               |              |                      | 1.80               |              |                      | 1.79               |              |                      | 1.87               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.16               |              |                      | 0.11               |              |                      | 0.14               |              |                      | 0.20               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 8.3                |              |                      | 6.4                |              |                      | 7.8                |              |                      | 11                 |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)              | 0.45               |              |                      | 0.44               |              |                      | 0.43               |              |                      | 0.36               |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)              | 0.60               |              |                      | 0.51               |              |                      | 0.55               |              |                      | 0.64               |              |                      |

附表 2-2-2-14 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺海水低浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 1.73               | 0.15         | 8.6                  | 1.41               | 0.047        | 3.3                  | 1.76               | 0.088        | 5.0                  | 1.76               | 0.051        | 2.9                  |
| 2                        | 1.62               | 0.15         | 9.4                  | 1.66               | 0.086        | 5.2                  | 2.26               | 0.11         | 5.0                  | 1.64               | 0.069        | 4.2                  |
| 3                        | 1.72               | 0.20         | 12                   | 1.73               | 0.12         | 7.0                  | 1.78               | 0.19         | 11                   | 1.89               | 0.15         | 8.1                  |
| 4                        | 1.90               | 0.19         | 10                   | 1.59               | 0.14         | 8.6                  | 2.11               | 0.22         | 11                   | 2.12               | 0.19         | 9.0                  |
| 5                        | 2.10               | 0.0069       | 0.33                 | 2.02               | 0.031        | 1.5                  | 1.87               | 0.015        | 0.80                 | 1.82               | 0.017        | 0.92                 |
| 6                        | 1.65               | 0.11         | 7.0                  | 1.40               | 0.079        | 5.6                  | 2.40               | 0.072        | 3.0                  | 2.11               | 0.033        | 1.6                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 1.79               |              |                      | 1.64               |              |                      | 2.03               |              |                      | 1.89               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 0.18               |              |                      | 0.23               |              |                      | 0.27               |              |                      | 0.19               |              |                      |
| RSD' (%)                 | 10                 |              |                      | 14                 |              |                      | 13                 |              |                      | 10                 |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)              | 0.42               |              |                      | 0.25               |              |                      | 0.39               |              |                      | 0.30               |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)              | 0.64               |              |                      | 0.68               |              |                      | 0.83               |              |                      | 0.60               |              |                      |

结论：固相萃取法实验过程中，对 2.00 μg/L 的海水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 1.0%~13%；实验室间相

对标准偏差为 8.3%；重复性限 (r) 为 0.45  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.60  $\mu\text{g/L}$ 。异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.89%~12%；实验室间相对标准偏差为 6.4%；重复性限 (r) 为 0.44  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.51  $\mu\text{g/L}$ 。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.72%~12%；实验室间相对标准偏差为 7.8%；重复性限 (r) 为 0.43  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.55  $\mu\text{g/L}$ 。敌稗的实验室内相对标准偏差为 1.3%~9.5%；实验室间相对标准偏差为 11%；重复性限 (r) 为 0.36  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.64  $\mu\text{g/L}$ 。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.33%~12%；实验室间相对标准偏差为 10%；重复性限 (r) 为 0.42  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.64  $\mu\text{g/L}$ 。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 1.5%~8.6%；实验室间相对标准偏差为 14%；重复性限 (r) 为 0.25  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.68  $\mu\text{g/L}$ 。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 0.80%~11%；实验室间相对标准偏差为 13%；重复性限 (r) 为 0.39  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.83  $\mu\text{g/L}$ 。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.92%~9.0%；实验室间相对标准偏差为 10%；重复性限 (r) 为 0.30  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限 (R) 为 0.60  $\mu\text{g/L}$ 。

附表 2-2-2-15 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗生活污水中浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 乙草胺                |              |                      | 异丙草胺               |              |                      | 甲草胺                |              |                      | 敌稗                 |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 18.7               | 0.53         | 2.8                  | 19.8               | 0.64         | 3.2                  | 20.2               | 0.60         | 3.0                  | 22.9               | 1.2          | 5.1                  |
| 2                        | 15.6               | 0.58         | 3.7                  | 15.7               | 0.57         | 3.7                  | 15.4               | 0.59         | 3.8                  | 19.4               | 1.2          | 6.4                  |
| 3                        | 18.4               | 0.60         | 3.3                  | 18.5               | 0.60         | 3.2                  | 17.9               | 0.62         | 3.4                  | 18.4               | 1.1          | 6.1                  |
| 4                        | 18.3               | 0.70         | 3.8                  | 19.1               | 0.68         | 3.5                  | 18.4               | 0.64         | 3.5                  | 17.7               | 1.0          | 5.9                  |
| 5                        | 17.0               | 1.1          | 6.4                  | 16.5               | 1.1          | 6.4                  | 16.5               | 1.0          | 6.3                  | 16.2               | 1.0          | 6.3                  |
| 6                        | 18.0               | 0.53         | 3.0                  | 18.7               | 0.57         | 3.1                  | 18.4               | 0.44         | 2.4                  | 17.3               | 1.2          | 7.0                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 17.7               |              |                      | 18.1               |              |                      | 17.8               |              |                      | 18.7               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 1.2                |              |                      | 1.6                |              |                      | 1.6                |              |                      | 2.3                |              |                      |
| RSD' (%)                 | 6.5                |              |                      | 8.8                |              |                      | 9.2                |              |                      | 12                 |              |                      |

附表 2-2-2-16 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺生活污水中浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号                    | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                          | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                        | 19.5               | 0.67         | 3.4                  | 18.6               | 0.97         | 5.2                  | 21.1               | 1.1          | 5.0                  | 22.2               | 0.76         | 3.4                  |
| 2                        | 15.3               | 0.62         | 4.1                  | 15.2               | 0.72         | 4.8                  | 22.6               | 0.97         | 4.3                  | 21.4               | 0.80         | 3.7                  |
| 3                        | 18.1               | 0.65         | 3.6                  | 17.8               | 0.85         | 4.8                  | 19.1               | 0.85         | 4.4                  | 19.5               | 0.65         | 3.3                  |
| 4                        | 18.6               | 0.63         | 3.4                  | 17.9               | 0.93         | 5.2                  | 20.4               | 0.89         | 4.4                  | 21.0               | 0.68         | 3.2                  |
| 5                        | 16.4               | 1.1          | 6.6                  | 16.3               | 1.0          | 6.3                  | 14.8               | 0.91         | 6.1                  | 14.9               | 0.91         | 6.1                  |
| 6                        | 18.0               | 0.65         | 3.6                  | 16.8               | 0.76         | 4.5                  | 19.7               | 0.89         | 4.5                  | 19.5               | 0.69         | 3.6                  |
| $\bar{\bar{X}}_i$ (μg/L) | 17.7               |              |                      | 17.1               |              |                      | 19.6               |              |                      | 19.7               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)              | 1.5                |              |                      | 1.3                |              |                      | 2.7                |              |                      | 2.6                |              |                      |
| RSD' (%)                 | 8.7                |              |                      | 7.4                |              |                      | 14                 |              |                      | 13                 |              |                      |

结论：固相萃取法实验过程中，对 20.0 μg/L 的生活污水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 2.8%~6.4%；实验室间

相对标准偏差为6.5%；异丙草胺的实验室内相对标准偏差为3.1%~6.4%；实验室间相对标准偏差为8.8%。甲草胺的实验室内相对标准偏差为2.4%~6.3%；实验室间相对标准偏差为9.2%。敌稗的实验室内相对标准偏差为5.1%~7.0%；实验室间相对标准偏差为12%。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为3.4%~6.6%；实验室间相对标准偏差为8.7%。杀草丹的实验室内相对标准偏差为4.5%~6.3%；实验室间相对标准偏差为7.4%。丁草胺的实验室内相对标准偏差为4.3%~6.1%；实验室间相对标准偏差为14%。丙草胺的实验室内相对标准偏差为3.2%~6.1%；实验室间相对标准偏差为13%。

附表 2-2-2-17 乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗工业废水高浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号              | 乙草胺                |              |             | 异丙草胺               |              |             | 甲草胺                |              |             | 敌稗                 |              |             |
|--------------------|--------------------|--------------|-------------|--------------------|--------------|-------------|--------------------|--------------|-------------|--------------------|--------------|-------------|
|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | $RSD_i$ (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | $RSD_i$ (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | $RSD_i$ (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | $RSD_i$ (%) |
| 1                  | 36.6               | 1.2          | 3.1         | 39.4               | 1.2          | 3.1         | 40.9               | 1.4          | 3.4         | 45.8               | 1.6          | 3.6         |
| 2                  | 30.3               | 0.86         | 2.9         | 30.1               | 0.83         | 2.8         | 29.9               | 0.87         | 2.9         | 40.8               | 0.78         | 1.9         |
| 3                  | 35.6               | 1.0          | 2.8         | 35.6               | 1.0          | 2.9         | 34.5               | 1.0          | 2.9         | 40.0               | 0.94         | 2.3         |
| 4                  | 34.8               | 1.2          | 3.3         | 36.3               | 1.2          | 3.2         | 35.3               | 1.2          | 3.3         | 38.0               | 0.74         | 2.0         |
| 5                  | 38.8               | 0.18         | 0.45        | 37.6               | 0.17         | 0.46        | 37.8               | 0.10         | 0.27        | 37.1               | 0.13         | 0.34        |
| 6                  | 35.4               | 1.3          | 3.5         | 35.8               | 1.2          | 3.2         | 35.6               | 1.0          | 2.9         | 36.1               | 0.82         | 2.3         |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 35.2               |              |             | 35.8               |              |             | 35.7               |              |             | 39.6               |              |             |
| $S'$ (μg/L)        | 2.8                |              |             | 3.1                |              |             | 3.7                |              |             | 3.5                |              |             |
| $RSD'$ (%)         | 8.0                |              |             | 8.7                |              |             | 10                 |              |             | 8.8                |              |             |
| 重复性限 (μg/L)        | 2.8                |              |             | 2.8                |              |             | 2.8                |              |             | 2.7                |              |             |
| 再现性限 (μg/L)        | 8.3                |              |             | 9.1                |              |             | 11                 |              |             | 10                 |              |             |

附表 2-2-2-18 异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺、丙草胺工业废水高浓度加标精密度测试数据汇总表

| 实验室编号              | 异丙甲草胺              |              |                      | 杀草丹                |              |                      | 丁草胺                |              |                      | 丙草胺                |              |                      |
|--------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|--------------------|--------------|----------------------|
|                    | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) | $\bar{x}_i$ (μg/L) | $S_i$ (μg/L) | RSD <sub>i</sub> (%) |
| 1                  | 41.0               | 1.2          | 3.0                  | 39.5               | 1.3          | 3.4                  | 40.1               | 2.1          | 5.2                  | 44.0               | 1.9          | 4.3                  |
| 2                  | 30.3               | 0.70         | 2.3                  | 30.2               | 0.87         | 2.9                  | 41.4               | 1.8          | 4.3                  | 40.6               | 1.4          | 3.5                  |
| 3                  | 35.6               | 0.92         | 2.6                  | 35.9               | 1.0          | 2.8                  | 34.8               | 1.5          | 4.2                  | 36.2               | 1.4          | 3.8                  |
| 4                  | 36.6               | 0.83         | 2.3                  | 36.8               | 0.98         | 2.7                  | 35.8               | 1.4          | 3.9                  | 38.1               | 1.4          | 3.6                  |
| 5                  | 37.4               | 0.063        | 0.17                 | 38.3               | 0.084        | 0.22                 | 35.4               | 0.22         | 0.62                 | 35.9               | 0.10         | 0.27                 |
| 6                  | 35.2               | 0.99         | 2.8                  | 32.9               | 0.88         | 2.7                  | 34.7               | 1.5          | 4.2                  | 35.3               | 1.4          | 4.0                  |
| $\bar{X}_i$ (μg/L) | 36.0               |              |                      | 35.6               |              |                      | 37.0               |              |                      | 38.4               |              |                      |
| $S'$ (μg/L)        | 3.5                |              |                      | 3.5                |              |                      | 2.9                |              |                      | 3.4                |              |                      |
| RSD' (%)           | 9.6                |              |                      | 9.8                |              |                      | 8.0                |              |                      | 8.9                |              |                      |
| 重复性限 (μg/L)        | 2.4                |              |                      | 2.6                |              |                      | 4.3                |              |                      | 3.8                |              |                      |
| 再现性限 (μg/L)        | 9.9                |              |                      | 10                 |              |                      | 9.1                |              |                      | 10                 |              |                      |

结论：固相萃取法实验过程中，对 40.0 μg/L 的工业废水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.45%~3.5%；实验室间相对标准偏差为 8.0%；重复性限（r）为 2.8 μg/L；再现性限（R）为 8.3 μg/L。异丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.46%~3.2%；实验室间相对标准偏差为 8.7%；重复性限（r）为 2.8 μg/L；再现性限（R）为 9.1 μg/L。甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.27%~3.4%；实验室间相对标准偏差为 10%；重复性限（r）为 2.8 μg/L；再现性限（R）为 11 μg/L。敌稗的实验室内相对标准偏差为 0.34%~3.6%；实验室间相对标准偏差为 8.8%；重复性限（r）为 2.7 μg/L；再现性限（R）为 10 μg/L。异丙甲草胺的实验室内相对标准偏差为 0.17%~3.0%；实验室间相对标准偏差为 9.6%；重复性限（r）为 2.4 μg/L；再现性限（R）为 9.9 μg/L。杀草丹的实验室内相对标准偏差为 0.22%~3.4%；实验室间相对标准偏差为 9.8%；重复性限（r）为 2.6 μg/L；再现性限（R）为 10 μg/L。丁草胺的实验室内相对标准偏差为 0.62%~5.2%；实验室间相对标准偏差为 8.0%；重复性限（r）为 4.3 μg/L；再现性限（R）为 9.1 μg/L。丙草胺的实验室内相对标准偏差为 0.27%~4.3%；实验室间相对标准偏差为 8.9%；重复性限（r）为 3.8 μg/L；再现性限（R）为 10 μg/L。

附表 2-2-2-19 8 种酰胺类农药精密度测试数据汇总表

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 加标量<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 平均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 实验室内<br>相对标准<br>偏差 (%) | 实验室间<br>相对标准<br>偏差 (%) | 重复性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 再现性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) |
|----|-------|------|----------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 1  | 乙草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.71                       | 0.45~3.7               | 13                     | 0.12                        | 0.65                        |
|    |       |      | 20.0                       | 16.4                       | 0.24~8.2               | 4.6                    | 2.7                         | 3.2                         |
|    |       |      | 40.0                       | 35.4                       | 0.70~3.4               | 12                     | 2.6                         | 12                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.86                       | 0.82~4.3               | 5.5                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.73                       | 0.66~4.3               | 11                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.87                       | 1.0~13                 | 8.3                    | 0.45                        | 0.60                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 17.7                       | 2.8~6.4                | 6.5                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 35.2                       | 0.45~3.5               | 8.0                    | 2.8                         | 8.3                         |
| 2  | 异丙草胺  | 空白   | 2.00                       | 1.62                       | 0.54~3.1               | 9.8                    | 0.11                        | 0.46                        |
|    |       |      | 20.0                       | 16.6                       | 0.25~9.0               | 6.1                    | 2.9                         | 3.9                         |
|    |       |      | 40.0                       | 35.6                       | 0.74~3.5               | 12                     | 2.4                         | 12                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.79                       | 0.76~4.2               | 8.6                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.65                       | 0.37~4.6               | 7.6                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.80                       | 0.89~12                | 6.4                    | 0.44                        | 0.51                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 18.1                       | 3.1~6.4                | 8.8                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 35.8                       | 0.46~3.2               | 8.7                    | 2.8                         | 9.1                         |
| 3  | 甲草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.60                       | 0.41~3.1               | 13                     | 0.11                        | 0.60                        |
|    |       |      | 20.0                       | 16.4                       | 0.32~9.0               | 6.8                    | 2.9                         | 4.1                         |
|    |       |      | 40.0                       | 35.4                       | 0.39~3.3               | 14                     | 2.4                         | 14                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.79                       | 0.49~4.0               | 4.9                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.64                       | 0.49~4.9               | 11                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.79                       | 0.72~12                | 7.8                    | 0.43                        | 0.55                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 17.8                       | 2.4~6.3                | 9.2                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 35.7                       | 0.27~3.4               | 10                     | 2.8                         | 11                          |
| 4  | 敌稗    | 空白   | 2.00                       | 1.72                       | 0.45~4.1               | 14                     | 0.14                        | 0.69                        |
|    |       |      | 20.0                       | 17.8                       | 0.57~8.3               | 11                     | 3.0                         | 6.1                         |
|    |       |      | 40.0                       | 39.0                       | 0.66~6.5               | 14                     | 5.3                         | 16                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.89                       | 0.57~2.5               | 4.1                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.75                       | 0.64~3.8               | 15                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.87                       | 1.3~9.5                | 11                     | 0.36                        | 0.64                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 18.7                       | 5.1~7.0                | 12                     | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 39.6                       | 0.34~3.6               | 8.8                    | 2.7                         | 10                          |
| 5  | 异丙甲草胺 | 空白   | 2.00                       | 1.67                       | 0.36~3.6               | 14                     | 0.12                        | 0.67                        |
|    |       |      | 20.0                       | 16.9                       | 0.62~9.7               | 7.1                    | 3.1                         | 4.4                         |
|    |       |      | 40.0                       | 36.3                       | 0.42~3.9               | 13                     | 2.8                         | 13                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.76                       | 0.31~3.3               | 6.8                    | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.64                       | 0.29~5.1               | 13                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.79                       | 0.33~12                | 10                     | 0.42                        | 0.64                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 17.7                       | 3.4~6.6                | 8.7                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 36.0                       | 0.17~3.0               | 9.6                    | 2.4                         | 9.9                         |
| 6  | 杀草丹   | 空白   | 2.00                       | 1.57                       | 0.62~6.1               | 13                     | 0.16                        | 0.58                        |
|    |       |      | 20.0                       | 15.3                       | 0.34~11                | 3.1                    | 3.3                         | 3.3                         |

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 加标量<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 平均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 实验室内<br>相对标准<br>偏差 (%) | 实验室间<br>相对标准<br>偏差 (%) | 重复性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 再现性限<br>( $\mu\text{g/L}$ ) |
|----|-------|------|----------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|    |       |      | 40.0                       | 35.1                       | 1.2~4.2                | 14                     | 3.3                         | 14                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 1.71                       | 1.1~5.5                | 10                     | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.53                       | 0.85~3.3               | 17                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 1.64                       | 1.5~8.6                | 14                     | 0.25                        | 0.68                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 17.1                       | 4.5~6.3                | 7.4                    | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 35.6                       | 0.22~3.4               | 9.8                    | 2.6                         | 10                          |
| 7  | 丁草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.88                       | 0.50~4.0               | 14                     | 0.14                        | 0.73                        |
|    |       |      | 20.0                       | 18.1                       | 0.58~9.7               | 13                     | 3.6                         | 7.3                         |
|    |       |      | 40.0                       | 39.2                       | 0.22~4.4               | 13                     | 3.9                         | 15                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 2.14                       | 1.3~4.1                | 19                     | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 2.03                       | 3.8~9.4                | 11                     | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 2.03                       | 0.80~11                | 13                     | 0.39                        | 0.83                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.6                       | 4.3~6.1                | 14                     | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 37.0                       | 0.62~5.2               | 8.0                    | 4.3                         | 9.1                         |
| 8  | 丙草胺   | 空白   | 2.00                       | 1.83                       | 0.95~3.6               | 10                     | 0.14                        | 0.51                        |
|    |       |      | 20.0                       | 18.5                       | 0.36~10                | 12                     | 3.6                         | 7.1                         |
|    |       |      | 40.0                       | 39.2                       | 0.46~4.3               | 13                     | 3.7                         | 14                          |
|    |       | 地下水  | 2.00                       | 2.01                       | 1.1~3.2                | 14                     | /                           | /                           |
|    |       | 地表水  | 2.00                       | 1.86                       | 1.4~5.9                | 8.1                    | /                           | /                           |
|    |       | 海水   | 2.00                       | 2.11                       | 0.92~9.0               | 10                     | 0.30                        | 0.60                        |
|    |       | 生活污水 | 20.0                       | 19.7                       | 3.2~6.1                | 13                     | /                           | /                           |
|    |       | 工业废水 | 40.0                       | 38.4                       | 0.27~4.3               | 8.9                    | 3.8                         | 10                          |

结论：六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.36%~6.1%、0.24%~11%和 0.22%~6.5 %；实验室间相对标准偏差分别为 9.8%~14%、3.1%~13%和 12%~14%；重复性限为 0.11  $\mu\text{g/L}$ ~0.16  $\mu\text{g/L}$ 、2.7  $\mu\text{g/L}$ ~3.6  $\mu\text{g/L}$  和 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~5.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.46  $\mu\text{g/L}$ ~0.73  $\mu\text{g/L}$ 、3.2  $\mu\text{g/L}$ ~7.3  $\mu\text{g/L}$  和 12  $\mu\text{g/L}$ ~16  $\mu\text{g/L}$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.31%~5.5%；实验室间相对标准偏差分别为 4.1%~19%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.29%~9.4%；实验室间相对标准偏差分别为 7.6%~17%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的海水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.33%~13%；实验室间相对标准偏差分别为 6.4%~14%；重复性限为 0.25  $\mu\text{g/L}$ ~0.45  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.51  $\mu\text{g/L}$ ~0.83  $\mu\text{g/L}$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了固相萃取的前处

理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 2.4%~7.0%；实验室间相对标准偏差分别为 6.5%~14%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0 µg/L 的工业废水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.17%~5.2%；实验室间相对标准偏差分别为 8.0%~10%；重复性限为 2.4 µg/L~4.3 µg/L；再现性限为 8.6 µg/L~11 µg/L。

## 2.3 方法正确度数据汇总

### 2.3.1 液液萃取法

附表 2-3-1-1 乙草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.82                       | 91.1      | N.D.                       | 22.2                       | 111       | N.D.                       | 39.9                       | 99.7      |
| 2               | N.D.                       | 2.03                       | 101       | N.D.                       | 17.5                       | 87.3      | N.D.                       | 32.9                       | 82.1      |
| 3               | N.D.                       | 1.89                       | 94.5      | N.D.                       | 19.6                       | 98.0      | N.D.                       | 35.3                       | 88.3      |
| 4               | N.D.                       | 1.76                       | 88.0      | N.D.                       | 17.8                       | 89.2      | N.D.                       | 35.8                       | 89.5      |
| 5               | N.D.                       | 1.86                       | 92.8      | N.D.                       | 18.2                       | 91.1      | N.D.                       | 39.1                       | 97.7      |
| 6               | N.D.                       | 2.07                       | 103       | N.D.                       | 18.7                       | 93.5      | N.D.                       | 33.6                       | 84.1      |
| $\bar{P}(\%)$   | 95.2                       |                            |           | 95.0                       |                            |           | 90.2                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 6.0                        |                            |           | 8.6                        |                            |           | 7.1                        |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 95.2±12                    |                            |           | 95.0±17                    |                            |           | 90.2±14                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.0 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 88.0%~103%、87.3%~111%、82.1%~99.7%；6 家实验室加标回收率均值分别为 95.2%、95.0%和 90.2%；加标回收率最终值分别为 95.2%±12%、95.0%±17%和 90.2%±14%。

附表 2-3-1-2 异丙草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.66                       | 83.0      | N.D.                       | 23.0                       | 115       | N.D.                       | 42.8                       | 107       |
| 2               | N.D.                       | 1.81                       | 90.7      | N.D.                       | 17.6                       | 88.0      | N.D.                       | 32.9                       | 82.1      |
| 3               | N.D.                       | 1.94                       | 97.0      | N.D.                       | 19.6                       | 98.1      | N.D.                       | 35.2                       | 88.0      |
| 4               | N.D.                       | 1.70                       | 85.0      | N.D.                       | 18.1                       | 90.4      | N.D.                       | 36.9                       | 92.4      |
| 5               | N.D.                       | 1.75                       | 87.4      | N.D.                       | 18.5                       | 92.3      | N.D.                       | 39.6                       | 98.9      |
| 6               | N.D.                       | 1.93                       | 96.4      | N.D.                       | 19.8                       | 98.8      | N.D.                       | 36.2                       | 90.4      |
| $\bar{P}(\%)$   | 89.9                       |                            |           | 97.1                       |                            |           | 93.1                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 5.9                        |                            |           | 9.7                        |                            |           | 8.7                        |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 89.9±12                    |                            |           | 97.1±19                    |                            |           | 93.1±17                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.0 µg/L 的空白加标样品进

进行了 6 次平行测定和统计。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 83.0%~97.0%、88.0%~115%、88.0%~107%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.9%、97.1%和 93.1%；加标回收率最终值分别为 89.9%±12%、97.1%±19%和 93.1%±17%。

附表 2-3-1-3 甲草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.68                       | 84.2      | N.D.                       | 22.2                       | 111       | N.D.                       | 44.0                       | 110       |
| 2               | N.D.                       | 1.89                       | 94.7      | N.D.                       | 17.4                       | 87.0      | N.D.                       | 32.4                       | 80.9      |
| 3               | N.D.                       | 1.85                       | 92.6      | N.D.                       | 19.0                       | 95.1      | N.D.                       | 34.1                       | 85.2      |
| 4               | N.D.                       | 1.77                       | 88.6      | N.D.                       | 18.1                       | 90.6      | N.D.                       | 36.0                       | 90.0      |
| 5               | N.D.                       | 1.89                       | 94.3      | N.D.                       | 18.5                       | 92.6      | N.D.                       | 39.8                       | 99.5      |
| 6               | N.D.                       | 1.87                       | 93.6      | N.D.                       | 19.6                       | 97.8      | N.D.                       | 36.2                       | 90.4      |
| $\bar{P}(\%)$   | 91.3                       |                            |           | 95.6                       |                            |           | 92.7                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 4.1                        |                            |           | 8.3                        |                            |           | 11                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 91.3±8.3                   |                            |           | 95.6±17                    |                            |           | 92.7±21                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 84.2%~94.7%、87.0%~111%、80.9%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 91.3%、95.6%和 92.7%；加标回收率最终值分别为 91.3%±8.3%、95.6%±17%和 92.7%±21%。

附表 2-3-1-4 敌稗正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.73                       | 86.4      | N.D.                       | 24.5                       | 122       | N.D.                       | 47.6                       | 119       |
| 2               | N.D.                       | 1.66                       | 82.8      | N.D.                       | 20.4                       | 102       | N.D.                       | 39.5                       | 98.8      |
| 3               | N.D.                       | 1.94                       | 96.9      | N.D.                       | 20.3                       | 101       | N.D.                       | 37.2                       | 93.0      |
| 4               | N.D.                       | 2.37                       | 119       | N.D.                       | 19.7                       | 98.6      | N.D.                       | 36.2                       | 90.5      |
| 5               | N.D.                       | 1.80                       | 90.0      | N.D.                       | 18.1                       | 90.3      | N.D.                       | 39.7                       | 99.3      |
| 6               | N.D.                       | 1.92                       | 96.1      | N.D.                       | 19.2                       | 96.0      | N.D.                       | 35.8                       | 89.5      |
| $\bar{P}(\%)$   | 95.2                       |                            |           | 102                        |                            |           | 98.4                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 13                         |                            |           | 11                         |                            |           | 11                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 95.2±26                    |                            |           | 102±22                     |                            |           | 98.4±22                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。敌稗的实验室内加标回收率分别为 82.8%~119%、90.3%~112%、90.5%~119%；6 家实验室加标回收率均值分别为 95.2%、102%和 98.4%；加标回收率最终值分别为 95.2%±26%、102%±22%和 98.4±22%。

附表 2-3-1-5 异丙甲草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.80                       | 89.9      | N.D.                       | 22.7                       | 113       | N.D.                       | 43.7                       | 109       |
| 2               | N.D.                       | 1.84                       | 91.8      | N.D.                       | 17.4                       | 87.2      | N.D.                       | 32.7                       | 81.7      |
| 3               | N.D.                       | 1.95                       | 97.7      | N.D.                       | 19.7                       | 98.3      | N.D.                       | 35.2                       | 88.0      |
| 4               | N.D.                       | 1.65                       | 82.3      | N.D.                       | 18.1                       | 90.3      | N.D.                       | 36.5                       | 91.2      |
| 5               | N.D.                       | 1.92                       | 95.9      | N.D.                       | 18.6                       | 93.0      | N.D.                       | 39.6                       | 99.0      |
| 6               | N.D.                       | 1.88                       | 93.9      | N.D.                       | 19.5                       | 97.7      | N.D.                       | 36.1                       | 90.2      |
| $\bar{P}(\%)$   | 91.9                       |                            |           | 96.6                       |                            |           | 93.2                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 5.5                        |                            |           | 9.3                        |                            |           | 9.6                        |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 91.9±11                    |                            |           | 96.6±19                    |                            |           | 93.2±19                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 82.3%~97.7%、87.2%~113%、81.7%~109%；6 家实验室加标回收率均值分别为 91.9%、96.6%和 93.2%；加标回收率最终值分别为 91.9%±11%、96.6%±19%和 93.2%±19%。

附表 2-3-1-6 杀草丹正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.52                       | 75.8      | N.D.                       | 22.2                       | 111       | N.D.                       | 42.7                       | 107       |
| 2               | N.D.                       | 1.86                       | 92.8      | N.D.                       | 17.1                       | 85.7      | N.D.                       | 32.6                       | 81.6      |
| 3               | N.D.                       | 2.14                       | 107       | N.D.                       | 19.5                       | 97.7      | N.D.                       | 35.4                       | 88.5      |
| 4               | N.D.                       | 1.66                       | 83.1      | N.D.                       | 17.4                       | 86.9      | N.D.                       | 35.4                       | 88.4      |
| 5               | N.D.                       | 1.79                       | 89.5      | N.D.                       | 19.0                       | 94.9      | N.D.                       | 41.4                       | 104       |
| 6               | N.D.                       | 1.82                       | 90.9      | N.D.                       | 19.2                       | 95.9      | N.D.                       | 35.9                       | 89.8      |
| $\bar{P}(\%)$   | 89.9                       |                            |           | 95.4                       |                            |           | 93.1                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 11                         |                            |           | 9.1                        |                            |           | 9.9                        |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 89.9±21                    |                            |           | 95.4±18                    |                            |           | 93.1±20                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 75.8%~107%、85.7%~111%、81.6%~107%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.9%、95.4%和 93.1%；加标回收率最终值分别为 89.9%±21%、95.4%±18%和 93.1%±20%。

附表 2-3-1-7 丁草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.41                       | 70.6      | N.D.                       | 21.9                       | 109       | N.D.                       | 43.0                       | 108       |
| 2               | N.D.                       | 1.82                       | 91.2      | N.D.                       | 21.7                       | 108       | N.D.                       | 44.3                       | 111       |
| 3               | N.D.                       | 1.89                       | 94.7      | N.D.                       | 19.8                       | 98.9      | N.D.                       | 36.2                       | 90.4      |
| 4               | N.D.                       | 1.97                       | 98.4      | N.D.                       | 18.4                       | 91.8      | N.D.                       | 38.5                       | 96.3      |
| 5               | N.D.                       | 1.64                       | 81.8      | N.D.                       | 17.3                       | 86.3      | N.D.                       | 38.4                       | 95.9      |
| 6               | N.D.                       | 2.21                       | 110       | N.D.                       | 19.9                       | 99.4      | N.D.                       | 37.0                       | 92.4      |
| $\bar{P}(\%)$   | 91.2                       |                            |           | 99.0                       |                            |           | 98.9                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 14                         |                            |           | 9.0                        |                            |           | 8.3                        |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 91.2±27                    |                            |           | 99.0±18                    |                            |           | 98.9±17                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 70.6%~110%、86.3%~109%、92.4%~111%；6 家实验室加标回收率均值分别为 91.2%、99.0%和 98.9%；加标回收率最终值分别为 91.2%±27%、99.0%±18%和 98.9%±17%。

附表 2-3-1-8 丙草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.40                       | 70.2      | N.D.                       | 22.6                       | 113       | N.D.                       | 44.5                       | 111       |
| 2               | N.D.                       | 1.54                       | 77.1      | N.D.                       | 22.0                       | 110       | N.D.                       | 42.8                       | 107       |
| 3               | N.D.                       | 2.09                       | 104       | N.D.                       | 20.5                       | 102       | N.D.                       | 36.4                       | 90.9      |
| 4               | N.D.                       | 2.01                       | 100       | N.D.                       | 18.5                       | 92.4      | N.D.                       | 38.5                       | 96.4      |
| 5               | N.D.                       | 1.61                       | 80.7      | N.D.                       | 16.9                       | 84.6      | N.D.                       | 37.2                       | 93.0      |
| 6               | N.D.                       | 2.15                       | 108       | N.D.                       | 20.3                       | 102       | N.D.                       | 37.1                       | 92.8      |
| $\bar{P}(\%)$   | 90.0                       |                            |           | 101                        |                            |           | 98.5                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 16                         |                            |           | 11                         |                            |           | 8.5                        |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 90.0±32                    |                            |           | 101±21                     |                            |           | 98.5±17                    |                            |           |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 70.2%~108%、84.6%~113%、90.9%~111%；6 家实验室加标回收率均值分别为 90.0%、101%和 98.5%；加标回收率最终值分别为 90.0%±32%、101%±21%和 98.5%±17%。

附表 2-3-1-9 地下水低浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 1.79                               | 89.5         | N.D.                               | 1.68                               | 83.9         | N.D.                               | 1.68                               | 84.1         | N.D.                               | 1.87                               | 93.5         | N.D.                               | 1.81                               | 90.4         | N.D.                               | 1.62                               | 80.8         | N.D.                               | 1.70                               | 85.0         | N.D.                               | 1.65                               | 82.6         |
| 2             | N.D.                               | 1.75                               | 87.6         | N.D.                               | 1.57                               | 78.4         | N.D.                               | 1.64                               | 82.1         | N.D.                               | 1.55                               | 77.7         | N.D.                               | 1.50                               | 74.8         | N.D.                               | 1.72                               | 85.9         | N.D.                               | 2.05                               | 103          | N.D.                               | 1.67                               | 83.3         |
| 3             | N.D.                               | 1.90                               | 95.0         | N.D.                               | 1.99                               | 99.3         | N.D.                               | 1.89                               | 94.6         | N.D.                               | 2.08                               | 104          | N.D.                               | 1.95                               | 97.3         | N.D.                               | 2.27                               | 114          | N.D.                               | 2.21                               | 110          | N.D.                               | 2.28                               | 114          |
| 4             | N.D.                               | 1.87                               | 93.7         | N.D.                               | 1.95                               | 97.5         | N.D.                               | 1.84                               | 92.2         | N.D.                               | 1.85                               | 92.5         | N.D.                               | 1.89                               | 94.5         | N.D.                               | 1.73                               | 86.3         | N.D.                               | 1.94                               | 97.2         | N.D.                               | 2.00                               | 100          |
| 5             | N.D.                               | 1.80                               | 89.8         | N.D.                               | 1.82                               | 90.9         | N.D.                               | 1.80                               | 89.8         | N.D.                               | 1.88                               | 93.8         | N.D.                               | 1.82                               | 90.8         | N.D.                               | 1.88                               | 93.8         | N.D.                               | 1.84                               | 91.8         | N.D.                               | 1.85                               | 92.3         |
| 6             | N.D.                               | 2.11                               | 105          | N.D.                               | 2.03                               | 102          | N.D.                               | 1.96                               | 97.9         | N.D.                               | 1.96                               | 98.0         | N.D.                               | 1.88                               | 94.1         | N.D.                               | 1.92                               | 96.0         | N.D.                               | 1.93                               | 96.3         | N.D.                               | 2.55                               | 127          |
| $\bar{P}$ (%) | 93.5                               |                                    |              | 91.9                               |                                    |              | 90.1                               |                                    |              | 93.2                               |                                    |              | 90.3                               |                                    |              | 92.7                               |                                    |              | 97.2                               |                                    |              | 99.9                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 6.4                                |                                    |              | 9.2                                |                                    |              | 6.1                                |                                    |              | 8.7                                |                                    |              | 8.0                                |                                    |              | 12                                 |                                    |              | 8.7                                |                                    |              | 18                                 |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 93.5±13                            |                                    |              | 91.9±18                            |                                    |              | 90.1±12                            |                                    |              | 93.2±17                            |                                    |              | 90.3±16                            |                                    |              | 92.7±23                            |                                    |              | 97.2±17                            |                                    |              | 99.9±36                            |                                    |              |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 87.6%~105%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.5%；加标回收率最终值分别为 93.5%±13%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 78.4%~102%；6 家实验室加标回收率均值分别为 91.9%；加标回收率最终值分别为 91.9%±18%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 82.1%~97.9%；6 家实验室加标回收率均值分别为 90.1%；加标回收率最终值分别为 90.1%±12%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 77.7%~104%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.2%；加标回收率最终值分别为 93.2%±17%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 74.8%~97.3%；6 家实验室加标回收率均值分别为 90.3%；加标回收率最终值分别为 90.3%±16%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 80.8%~114%；6 家实验室加标回收率均值分别为 92.7%；加标回收率最终值分别为 92.7%±23%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 85.0%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 97.2%；加标回收率最终值分别为 97.2%±17%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 82.6%~127%；6 家实验室加标回收率均值分别为 99.9%；加标回收率最终值分别为 99.9%±36%。

附表 2-3-1-10 地表水低浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 1.86                               | 93.0         | N.D.                               | 1.68                               | 83.8         | N.D.                               | 1.69                               | 84.6         | N.D.                               | 1.82                               | 91.2         | N.D.                               | 1.91                               | 95.7         | N.D.                               | 1.51                               | 75.6         | N.D.                               | 1.44                               | 71.8         | N.D.                               | 1.47                               | 73.7         |
| 2             | N.D.                               | 1.83                               | 91.5         | N.D.                               | 1.61                               | 80.4         | N.D.                               | 1.68                               | 83.9         | N.D.                               | 1.58                               | 79.1         | N.D.                               | 1.63                               | 81.4         | N.D.                               | 1.65                               | 82.7         | N.D.                               | 1.72                               | 86.2         | N.D.                               | 1.43                               | 71.7         |
| 3             | N.D.                               | 1.44                               | 71.8         | N.D.                               | 1.49                               | 74.7         | N.D.                               | 1.42                               | 71.1         | N.D.                               | 1.57                               | 78.4         | N.D.                               | 1.51                               | 75.5         | N.D.                               | 1.73                               | 86.4         | N.D.                               | 1.48                               | 73.8         | N.D.                               | 1.65                               | 82.4         |
| 4             | N.D.                               | 1.75                               | 87.5         | N.D.                               | 1.92                               | 96.0         | N.D.                               | 1.81                               | 90.4         | N.D.                               | 1.68                               | 84.1         | N.D.                               | 1.81                               | 90.3         | N.D.                               | 1.59                               | 79.5         | N.D.                               | 1.98                               | 99.2         | N.D.                               | 2.09                               | 105          |
| 5             | N.D.                               | 1.77                               | 88.5         | N.D.                               | 1.68                               | 83.8         | N.D.                               | 1.78                               | 89.2         | N.D.                               | 1.91                               | 95.3         | N.D.                               | 1.86                               | 93.2         | N.D.                               | 1.85                               | 92.6         | N.D.                               | 1.65                               | 82.7         | N.D.                               | 1.69                               | 84.3         |
| 6             | N.D.                               | 1.66                               | 82.8         | N.D.                               | 1.55                               | 77.5         | N.D.                               | 1.50                               | 74.9         | N.D.                               | 1.51                               | 75.7         | N.D.                               | 1.44                               | 71.8         | N.D.                               | 1.40                               | 70.1         | N.D.                               | 2.13                               | 106          | N.D.                               | 1.87                               | 93.7         |
| $\bar{P}$ (%) | 85.9                               |                                    |              | 82.7                               |                                    |              | 82.3                               |                                    |              | 84.0                               |                                    |              | 84.6                               |                                    |              | 81.1                               |                                    |              | 86.7                               |                                    |              | 85.1                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 7.7                                |                                    |              | 7.4                                |                                    |              | 7.8                                |                                    |              | 7.8                                |                                    |              | 9.9                                |                                    |              | 8.0                                |                                    |              | 14                                 |                                    |              | 12                                 |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 85.9±15                            |                                    |              | 82.7±15                            |                                    |              | 82.3±16                            |                                    |              | 84.0±16                            |                                    |              | 84.6±20                            |                                    |              | 81.1±16                            |                                    |              | 86.7±28                            |                                    |              | 85.1±25                            |                                    |              |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 71.8%~93.0%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.9%；加标回收率最终值分别为 85.9%±15%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 74.7%~96.0%；6 家实验室加标回收率均值分别为 82.7%；加标回收率最终值分别为 82.7%±15%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 71.1%~90.4%；6 家实验室加标回收率均值分别为 82.3%；加标回收率最终值分别为 82.3%±16%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 75.7%~95.3%；6 家实验室加标回收率均值分别为 84.0%；加标回收率最终值分别为 84.0%±16%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 71.8%~95.7%；6 家实验室加标回收率均值分别为 84.6%；加标回收率最终值分别为 84.6%±20%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 70.1%~92.6%；6 家实验室加标回收率均值分别为 81.1%；加标回收率最终值分别为 81.1%±16%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 71.8%~106%；6 家实验室加标回收率均值分别为 86.7%；加标回收率最终值分别为 86.7%±28%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 71.7%~105%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.1%；加标回收率最终值分别为 85.1%±25%。

附表 2-3-1-11 海水低浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 1.77                               | 88.4         | N.D.                               | 1.62                               | 80.8         | N.D.                               | 1.62                               | 81.1         | N.D.                               | 1.77                               | 88.6         | N.D.                               | 1.75                               | 87.5         | N.D.                               | 1.48                               | 74.0         | N.D.                               | 1.42                               | 71.0         | N.D.                               | 1.44                               | 71.9         |
| 2             | N.D.                               | 1.81                               | 90.3         | N.D.                               | 1.63                               | 81.5         | N.D.                               | 1.68                               | 84.2         | N.D.                               | 1.59                               | 79.6         | N.D.                               | 1.50                               | 75.0         | N.D.                               | 1.70                               | 85.2         | N.D.                               | 1.94                               | 96.9         | N.D.                               | 1.55                               | 77.7         |
| 3             | N.D.                               | 1.64                               | 82.2         | N.D.                               | 1.70                               | 85.0         | N.D.                               | 1.63                               | 81.4         | N.D.                               | 1.84                               | 92.2         | N.D.                               | 1.68                               | 84.1         | N.D.                               | 1.93                               | 96.4         | N.D.                               | 1.64                               | 81.8         | N.D.                               | 1.77                               | 88.7         |
| 4             | N.D.                               | 1.82                               | 91.0         | N.D.                               | 1.93                               | 96.7         | N.D.                               | 1.81                               | 90.6         | N.D.                               | 1.79                               | 89.7         | N.D.                               | 1.88                               | 93.8         | N.D.                               | 1.70                               | 85.1         | N.D.                               | 2.00                               | 99.9         | N.D.                               | 2.03                               | 101          |
| 5             | N.D.                               | 1.83                               | 91.7         | N.D.                               | 1.89                               | 94.5         | N.D.                               | 1.83                               | 91.5         | N.D.                               | 1.89                               | 94.6         | N.D.                               | 1.80                               | 90.0         | N.D.                               | 1.90                               | 95.1         | N.D.                               | 1.76                               | 88.2         | N.D.                               | 1.78                               | 88.8         |
| 6             | N.D.                               | 1.85                               | 92.5         | N.D.                               | 1.73                               | 86.6         | N.D.                               | 1.68                               | 83.8         | N.D.                               | 1.64                               | 81.8         | N.D.                               | 1.57                               | 78.6         | N.D.                               | 1.55                               | 77.7         | N.D.                               | 2.26                               | 113          | N.D.                               | 1.99                               | 99.5         |
| $\bar{P}$ (%) | 89.4                               |                                    |              | 87.5                               |                                    |              | 85.5                               |                                    |              | 87.8                               |                                    |              | 84.8                               |                                    |              | 85.6                               |                                    |              | 91.8                               |                                    |              | 88.0                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 3.8                                |                                    |              | 6.7                                |                                    |              | 4.5                                |                                    |              | 5.9                                |                                    |              | 7.1                                |                                    |              | 9.0                                |                                    |              | 15                                 |                                    |              | 12                                 |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 89.4 $\pm$ 7.5                     |                                    |              | 87.5 $\pm$ 13                      |                                    |              | 85.5 $\pm$ 9.0                     |                                    |              | 87.8 $\pm$ 12                      |                                    |              | 84.8 $\pm$ 14                      |                                    |              | 85.6 $\pm$ 18                      |                                    |              | 91.8 $\pm$ 30                      |                                    |              | 88.0 $\pm$ 23                      |                                    |              |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 82.2%~92.5%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.4%；加标回收率最终值分别为 89.4% $\pm$ 7.5%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 80.8%~96.7%；6 家实验室加标回收率均值分别为 87.5%；加标回收率最终值分别为 87.5% $\pm$ 13%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 81.1%~91.5%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.5%；加标回收率最终值分别为 85.5% $\pm$ 9.0%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 79.6%~94.6%；6 家实验室加标回收率均值分别为 87.8%；加标回收率最终值分别为 87.8% $\pm$ 12%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 75.0%~93.8%；6 家实验室加标回收率均值分别为 84.8%；加标回收率最终值分别为 84.8% $\pm$ 14%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 74.0%~96.4%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.6%；加标回收率最终值分别为 85.6% $\pm$ 18%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 71.0%~113%；6 家实验室加标回收率均值分别为 91.8%；加标回收率最终值分别为 91.8% $\pm$ 30%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 71.9%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 88.0%；加标回收率最终值分别为 88.0% $\pm$ 23%。

附表 2-3-1-12 生活污水中浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 21.0                               | 105          | N.D.                               | 22.2                               | 111          | N.D.                               | 22.5                               | 112          | N.D.                               | 23.0                               | 115          | N.D.                               | 22.0                               | 110          | N.D.                               | 22.0                               | 110          | N.D.                               | 22.3                               | 111          | N.D.                               | 23.2                               | 116          |
| 2             | N.D.                               | 17.4                               | 87.1         | N.D.                               | 17.5                               | 87.4         | N.D.                               | 17.1                               | 85.4         | N.D.                               | 20.0                               | 100          | N.D.                               | 17.1                               | 85.4         | N.D.                               | 17.3                               | 86.6         | N.D.                               | 23.7                               | 119          | N.D.                               | 22.8                               | 114          |
| 3             | N.D.                               | 19.4                               | 97.0         | N.D.                               | 19.4                               | 97.2         | N.D.                               | 18.9                               | 94.4         | N.D.                               | 19.6                               | 97.9         | N.D.                               | 19.4                               | 96.8         | N.D.                               | 19.7                               | 98.3         | N.D.                               | 20.0                               | 100          | N.D.                               | 20.3                               | 101          |
| 4             | N.D.                               | 18.1                               | 90.3         | N.D.                               | 18.8                               | 93.8         | N.D.                               | 18.1                               | 90.7         | N.D.                               | 18.6                               | 93.0         | N.D.                               | 18.2                               | 91.0         | N.D.                               | 17.8                               | 88.9         | N.D.                               | 19.6                               | 98.0         | N.D.                               | 20.1                               | 101          |
| 5             | N.D.                               | 18.0                               | 89.8         | N.D.                               | 18.2                               | 90.9         | N.D.                               | 18.2                               | 91.1         | N.D.                               | 17.8                               | 89.2         | N.D.                               | 18.3                               | 91.4         | N.D.                               | 18.6                               | 93.1         | N.D.                               | 17.2                               | 86.2         | N.D.                               | 17.0                               | 85.2         |
| 6             | N.D.                               | 19.3                               | 96.4         | N.D.                               | 19.6                               | 98.1         | N.D.                               | 19.4                               | 97.1         | N.D.                               | 18.0                               | 89.9         | N.D.                               | 19.2                               | 96.2         | N.D.                               | 19.0                               | 95.0         | N.D.                               | 20.3                               | 102          | N.D.                               | 20.0                               | 99.9         |
| $\bar{P}$ (%) | 94.3                               |                                    |              | 96.4                               |                                    |              | 95.2                               |                                    |              | 97.6                               |                                    |              | 95.2                               |                                    |              | 95.3                               |                                    |              | 103                                |                                    |              | 103                                |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 6.6                                |                                    |              | 8.2                                |                                    |              | 9.3                                |                                    |              | 9.7                                |                                    |              | 8.4                                |                                    |              | 8.4                                |                                    |              | 11                                 |                                    |              | 11                                 |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 94.3±13                            |                                    |              | 96.4±16                            |                                    |              | 95.2±19                            |                                    |              | 97.6±19                            |                                    |              | 95.2±17                            |                                    |              | 95.3±17                            |                                    |              | 103±22                             |                                    |              | 103±22                             |                                    |              |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 87.1%~105%；6 家实验室加标回收率均值分别为 94.3%；加标回收率最终值分别为 94.3%±13%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 87.4%~111%；6 家实验室加标回收率均值分别为 96.4%；加标回收率最终值分别为 96.4%±16%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 85.4%~112%；6 家实验室加标回收率均值分别为 95.2%；加标回收率最终值分别为 95.2%±19%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 89.2%~115%；6 家实验室加标回收率均值分别为 97.6%；加标回收率最终值分别为 97.6%±19%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 85.4%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 95.2%；加标回收率最终值分别为 95.2%±17%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 86.6%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 95.3%；加标回收率最终值分别为 95.3%±17%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 86.2%~119%；6 家实验室加标回收率均值分别为 103%；加标回收率最终值分别为 103%±22%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 85.2%~116%；6 家实验室加标回收率均值分别为 103%；加标回收率最终值分别为 103%±22%。

附表 2-3-1-13 工业废水高浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 40.5                               | 101          | N.D.                               | 43.0                               | 108          | N.D.                               | 44.0                               | 110          | N.D.                               | 44.7                               | 112          | N.D.                               | 43.9                               | 110          | N.D.                               | 43.2                               | 108          | N.D.                               | 43.5                               | 109          | N.D.                               | 44.2                               | 111          |
| 2             | N.D.                               | 32.6                               | 81.5         | N.D.                               | 32.2                               | 80.5         | N.D.                               | 32.1                               | 80.2         | N.D.                               | 41.4                               | 103          | N.D.                               | 32.4                               | 81.1         | N.D.                               | 32.4                               | 81.1         | N.D.                               | 44.0                               | 110          | N.D.                               | 42.8                               | 107          |
| 3             | N.D.                               | 37.2                               | 93.1         | N.D.                               | 37.1                               | 92.7         | N.D.                               | 36.0                               | 90.0         | N.D.                               | 42.4                               | 106          | N.D.                               | 37.1                               | 92.7         | N.D.                               | 37.8                               | 94.4         | N.D.                               | 38.2                               | 95.6         | N.D.                               | 37.8                               | 94.6         |
| 4             | N.D.                               | 35.7                               | 89.3         | N.D.                               | 37.7                               | 94.2         | N.D.                               | 36.2                               | 90.5         | N.D.                               | 35.9                               | 89.6         | N.D.                               | 36.3                               | 90.6         | N.D.                               | 35.3                               | 88.3         | N.D.                               | 38.7                               | 96.7         | N.D.                               | 38.7                               | 96.7         |
| 5             | N.D.                               | 37.6                               | 94.1         | N.D.                               | 38.2                               | 95.5         | N.D.                               | 38.3                               | 95.7         | N.D.                               | 38.2                               | 95.6         | N.D.                               | 38.2                               | 95.6         | N.D.                               | 39.8                               | 99.5         | N.D.                               | 37.4                               | 93.4         | N.D.                               | 36.9                               | 92.2         |
| 6             | N.D.                               | 37.4                               | 93.5         | N.D.                               | 37.4                               | 93.5         | N.D.                               | 37.4                               | 93.5         | N.D.                               | 37.9                               | 94.8         | N.D.                               | 37.3                               | 93.2         | N.D.                               | 36.6                               | 91.5         | N.D.                               | 37.9                               | 94.7         | N.D.                               | 37.8                               | 94.4         |
| $\bar{P}$ (%) | 92.1                               |                                    |              | 94.0                               |                                    |              | 93.3                               |                                    |              | 100                                |                                    |              | 93.8                               |                                    |              | 93.8                               |                                    |              | 99.8                               |                                    |              | 99.2                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 6.5                                |                                    |              | 8.6                                |                                    |              | 9.7                                |                                    |              | 8.2                                |                                    |              | 9.3                                |                                    |              | 9.3                                |                                    |              | 7.4                                |                                    |              | 7.6                                |                                    |              |
| 加标回收率最终值      | 92.1±13                            |                                    |              | 94.0±17                            |                                    |              | 93.3±19                            |                                    |              | 100±16                             |                                    |              | 93.8±19                            |                                    |              | 93.8±19                            |                                    |              | 99.8±15                            |                                    |              | 99.2±15                            |                                    |              |

结论：液液萃取法实验过程中，分别对 40.0  $\mu\text{g/L}$  的工业废水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 81.5%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 92.1%；加标回收率最终值分别为 92.1%±13%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 80.5%~108%；6 家实验室加标回收率均值分别为 94.0%；加标回收率最终值分别为 94.0%±17%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 80.2%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.3%；加标回收率最终值分别为 93.3%±19%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 89.6%~112%；6 家实验室加标回收率均值分别为 100%；加标回收率最终值分别为 100%±16%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 81.1%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.8%；加标回收率最终值分别为 93.8%±19%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 81.1%~108%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.8%；加标回收率最终值分别为 93.8%±19%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 93.4%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 99.8%；加标回收率最终值分别为 99.8%±15%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 92.2%~111%；6 家实验室加标回收率均值分别为 99.2%；加标回收率最终值分别为 99.2%±15%。

附表 2-3-1-14 8 种酰胺类农药正确度测试数据汇总表

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 原样浓度<br>均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标量<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标回收率<br>范围 (%) | 加标回收率均<br>值 (%) | 加标回收率标准偏<br>差 (%) | 加标回收率最终值<br>(%) |
|----|-------|------|-----------------------------------|----------------------------|-----------------|-----------------|-------------------|-----------------|
| 1  | 乙草胺   | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 88.0~103        | 95.2            | 6.0               | 95.2 $\pm$ 12   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 87.3~111        | 95.0            | 8.6               | 95.0 $\pm$ 17   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 82.1~99.7       | 90.2            | 7.1               | 90.2 $\pm$ 14   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 87.6~105        | 93.5            | 6.4               | 93.5 $\pm$ 13   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 71.8~93.0       | 85.9            | 7.7               | 85.9 $\pm$ 15   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 82.2~92.5       | 89.4            | 3.8               | 89.4 $\pm$ 7.5  |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 87.1~105        | 94.3            | 6.6               | 94.3 $\pm$ 13   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 81.5~101        | 92.1            | 6.5               | 92.1 $\pm$ 13   |
| 2  | 异丙草胺  | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 83.0~97.0       | 89.9            | 5.9               | 89.9 $\pm$ 12   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 88.0~115        | 97.1            | 9.69              | 97.1 $\pm$ 19   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 88.0~107        | 93.1            | 8.7               | 93.1 $\pm$ 17   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 78.4~102        | 91.9            | 9.2               | 91.9 $\pm$ 18   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 74.7~96.0       | 82.7            | 7.4               | 82.7 $\pm$ 15   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 80.8~96.7       | 87.5            | 6.7               | 87.5 $\pm$ 13   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 87.4~111        | 96.4            | 8.2               | 96.4 $\pm$ 16   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 80.5~108        | 94.0            | 8.6               | 94.0 $\pm$ 17   |
| 3  | 甲草胺   | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 84.2~94.7       | 91.3            | 4.1               | 91.3 $\pm$ 8.3  |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 87.0~111        | 95.6            | 8.3               | 95.6 $\pm$ 17   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 80.9~110        | 92.7            | 11                | 92.7 $\pm$ 21   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 82.1~97.9       | 90.1            | 6.1               | 90.1 $\pm$ 12   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 71.1~90.4       | 82.3            | 7.8               | 82.3 $\pm$ 16   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 81.1~91.5       | 85.5            | 4.5               | 85.5 $\pm$ 9.0  |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 85.4~112        | 95.2            | 9.3               | 95.2 $\pm$ 19   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 80.2~110        | 93.3            | 9.7               | 93.3 $\pm$ 19   |
| 4  | 敌稗    | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 82.8~119        | 95.2            | 13                | 95.2 $\pm$ 26   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 90.3~112        | 102             | 11                | 102 $\pm$ 22    |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 90.5~119        | 98.4            | 11                | 98.4 $\pm$ 22   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 77.7~104        | 93.2            | 8.7               | 93.2 $\pm$ 17   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 75.7~95.3       | 84.0            | 7.8               | 84.0 $\pm$ 16   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 79.6~94.6       | 87.8            | 5.9               | 87.8 $\pm$ 12   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 89.2~115        | 97.6            | 9.7               | 97.6 $\pm$ 19   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 89.6~112        | 100             | 8.2               | 100 $\pm$ 16    |
| 5  | 异丙甲草胺 | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 82.3~97.7       | 91.9            | 5.5               | 91.9 $\pm$ 11   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 87.2~113        | 96.6            | 9.3               | 96.6 $\pm$ 19   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 81.7~109        | 93.2            | 9.6               | 93.2 $\pm$ 19   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 74.8~97.3       | 90.3            | 8.0               | 90.3 $\pm$ 8.0  |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 71.8~95.7       | 84.6            | 9.9               | 84.6 $\pm$ 20   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 75.0~93.8       | 84.8            | 7.1               | 84.8 $\pm$ 14   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 85.4~110        | 95.2            | 8.4               | 95.2 $\pm$ 17   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 81.1~110        | 93.8            | 9.3               | 93.8 $\pm$ 19   |
| 6  | 杀草丹   | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 75.8~107        | 89.9            | 11                | 89.9 $\pm$ 21   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 85.7~111        | 95.4            | 9.1               | 95.4 $\pm$ 18   |

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 原样浓度均值 (µg/L) | 加标量 (µg/L) | 加标回收率范围 (%) | 加标回收率均值 (%) | 加标回收率标准偏差 (%) | 加标回收率最终值 (%) |
|----|-------|------|---------------|------------|-------------|-------------|---------------|--------------|
|    |       |      | N.D.          | 40.0       | 81.6~107    | 93.1        | 9.6           | 93.1±20      |
|    |       | 地下水  | N.D.          | 2.00       | 80.8~114    | 92.7        | 12            | 92.7±23      |
|    |       | 地表水  | N.D.          | 2.00       | 70.1~92.6   | 81.1        | 8.0           | 81.1±16      |
|    |       | 海水   | N.D.          | 2.00       | 74.0~96.4   | 85.6        | 9.0           | 85.6±18      |
|    |       | 生活污水 | N.D.          | 20.0       | 86.6~110    | 95.3        | 8.4           | 95.3±17      |
|    |       | 工业废水 | N.D.          | 40.0       | 81.1~108    | 93.8        | 9.3           | 93.8±19      |
| 7  | 丁草胺   | 空白   | N.D.          | 2.00       | 70.6~110    | 91.2        | 14            | 91.2±27      |
|    |       |      | N.D.          | 20.0       | 86.3~109    | 99.0        | 9.0           | 99.0±18      |
|    |       |      | N.D.          | 40.0       | 92.4~111    | 98.9        | 8.3           | 98.9±17      |
|    |       | 地下水  | N.D.          | 2.00       | 85.0~110    | 97.2        | 8.7           | 97.2±17      |
|    |       | 地表水  | N.D.          | 2.00       | 71.8~106    | 86.7        | 14            | 86.7±28      |
|    |       | 海水   | N.D.          | 2.00       | 71.0~113    | 91.8        | 15            | 91.8±30      |
|    |       | 生活污水 | N.D.          | 20.0       | 86.2~119    | 103         | 11            | 103±22       |
|    |       | 工业废水 | N.D.          | 40.0       | 93.4~110    | 99.8        | 7.4           | 99.8±15      |
| 8  | 丙草胺   | 空白   | N.D.          | 2.00       | 70.2~108    | 90.0        | 16            | 90.0±32      |
|    |       |      | N.D.          | 20.0       | 84.6~113    | 101         | 11            | 101±21       |
|    |       |      | N.D.          | 40.0       | 90.9~111    | 98.5        | 8.5           | 98.5±17      |
|    |       | 地下水  | N.D.          | 2.00       | 82.6~127    | 99.9        | 18            | 99.9±36      |
|    |       | 地表水  | N.D.          | 2.00       | 71.7~105    | 85.1        | 12            | 85.1±25      |
|    |       | 海水   | N.D.          | 2.00       | 71.9~101    | 88.0        | 12            | 88.0±23      |
|    |       | 生活污水 | N.D.          | 20.0       | 85.2~116    | 103         | 11            | 103±22       |
|    |       | 工业废水 | N.D.          | 40.0       | 92.2~111    | 99.2        | 7.6           | 99.2±15      |

结论：六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率分别为 70.2%~119%、84.6%~113%和 80.9%~119 %；加标回收率最终值分别为 89.9%±21% ~ 95.2%±26%、95.2%±17% ~ 102%±22% 和 90.2%±14%~98.9%±17%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地下水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.8%~127%；加标回收率最终值为 90.1%±12%~99.9%±36%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地表水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 70.1%~106%；加标回收率最终值为 81.1%±16%~86.7%±28%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的海水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 71.0%~113%；加标回收率最终值为 84.8%±14%~91.8%±30%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0 µg/L 的生活污水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 85.2%~119%；加标回收率最终值为 94.3%±13%~103%±22%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0 µg/L 的工业废水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 80.2%~112%；加标回收率最终值为 92.1%±13%~100%±16%。

### 2.3.2 固相萃取法

附表 2-3-2-1 乙草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.58                       | 79.0      | N.D.                       | 16.8                       | 84.2      | N.D.                       | 36.7                       | 91.8      |
| 2               | N.D.                       | 1.64                       | 82.0      | N.D.                       | 14.9                       | 74.7      | N.D.                       | 31.4                       | 78.4      |
| 3               | N.D.                       | 1.56                       | 77.8      | N.D.                       | 16.3                       | 81.4      | N.D.                       | 30.2                       | 75.6      |
| 4               | N.D.                       | 1.63                       | 81.6      | N.D.                       | 16.8                       | 83.8      | N.D.                       | 35.3                       | 88.3      |
| 5               | N.D.                       | 2.16                       | 108       | N.D.                       | 16.8                       | 84.1      | N.D.                       | 41.9                       | 105       |
| 6               | N.D.                       | 1.66                       | 83.2      | N.D.                       | 16.9                       | 84.7      | N.D.                       | 36.7                       | 91.7      |
| $\bar{P}(\%)$   | 85.3                       |                            |           | 82.1                       |                            |           | 88.4                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 11                         |                            |           | 3.8                        |                            |           | 10                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 85.3±23                    |                            |           | 82.1±7.6                   |                            |           | 88.4±21                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.0 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 77.8%~108%、74.7%~84.7%、75.6%~105%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.3%、82.1%和 88.4%；加标回收率最终值分别为 85.3%±23%、82.1%±7.6%和 88.4%±21%。

附表 2-3-2-2 异丙草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.51                       | 75.6      | N.D.                       | 17.9                       | 89.4      | N.D.                       | 39.6                       | 99.1      |
| 2               | N.D.                       | 1.50                       | 74.9      | N.D.                       | 15.1                       | 75.5      | N.D.                       | 30.8                       | 77.1      |
| 3               | N.D.                       | 1.58                       | 79.2      | N.D.                       | 16.3                       | 81.3      | N.D.                       | 30.0                       | 75.1      |
| 4               | N.D.                       | 1.67                       | 83.5      | N.D.                       | 17.2                       | 86.0      | N.D.                       | 36.2                       | 90.6      |
| 5               | N.D.                       | 1.92                       | 96.2      | N.D.                       | 16.0                       | 80.1      | N.D.                       | 40.3                       | 101       |
| 6               | N.D.                       | 1.56                       | 78.0      | N.D.                       | 17.3                       | 86.7      | N.D.                       | 36.4                       | 90.9      |
| $\bar{P}(\%)$   | 81.2                       |                            |           | 83.2                       |                            |           | 88.9                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 7.9                        |                            |           | 5.1                        |                            |           | 11                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 81.2±16                    |                            |           | 83.2±10                    |                            |           | 88.9±22                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00 µg/L、20.0 µg/L、40.0 µg/L 的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 74.9%~96.2%、75.5%~89.4%、75.1%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 81.2%、83.2%和 88.9%；加标回收率最终值分别为 81.2%±16%、83.2%±10%和 88.9%±22%。

附表 2-3-2-3 甲草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.47                       | 73.5      | N.D.                       | 18.0                       | 89.8      | N.D.                       | 40.8                       | 102       |
| 2               | N.D.                       | 1.53                       | 76.7      | N.D.                       | 14.8                       | 73.9      | N.D.                       | 30.4                       | 76.1      |
| 3               | N.D.                       | 1.50                       | 74.9      | N.D.                       | 15.8                       | 79.1      | N.D.                       | 29.2                       | 73.0      |
| 4               | N.D.                       | 1.59                       | 79.4      | N.D.                       | 16.7                       | 83.6      | N.D.                       | 35.6                       | 88.9      |
| 5               | N.D.                       | 2.03                       | 101       | N.D.                       | 16.1                       | 80.3      | N.D.                       | 40.6                       | 102       |
| 6               | N.D.                       | 1.48                       | 74.2      | N.D.                       | 17.2                       | 86.1      | N.D.                       | 36.1                       | 90.1      |
| $\bar{P}(\%)$   | 80.0                       |                            |           | 82.1                       |                            |           | 88.6                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 11                         |                            |           | 5.6                        |                            |           | 12                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 80.0±21                    |                            |           | 82.1±11                    |                            |           | 88.6±24                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 73.5%~101%、73.9%~89.8%、73.0%~102%；6 家实验室加标回收率均值分别为 80.0%、82.1%和 88.6%；加标回收率最终值分别为 80.0%±21%、82.1%±11%和 88.6%±24%。

附表 2-3-2-4 敌稗正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.80                       | 90.0      | N.D.                       | 21.3                       | 106       | N.D.                       | 48.0                       | 120       |
| 2               | N.D.                       | 1.50                       | 75.1      | N.D.                       | 18.3                       | 91.7      | N.D.                       | 40.3                       | 101       |
| 3               | N.D.                       | 1.63                       | 81.7      | N.D.                       | 16.8                       | 83.8      | N.D.                       | 31.1                       | 77.7      |
| 4               | N.D.                       | 1.64                       | 82.2      | N.D.                       | 17.3                       | 86.3      | N.D.                       | 38.2                       | 95.5      |
| 5               | N.D.                       | 2.16                       | 108       | N.D.                       | 15.6                       | 78.0      | N.D.                       | 39.8                       | 99.5      |
| 6               | N.D.                       | 1.55                       | 77.6      | N.D.                       | 17.3                       | 86.6      | N.D.                       | 36.7                       | 91.7      |
| $\bar{P}(\%)$   | 85.8                       |                            |           | 88.8                       |                            |           | 97.5                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 12                         |                            |           | 9.7                        |                            |           | 14                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 85.8±24                    |                            |           | 88.8±19                    |                            |           | 97.5±28                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。敌稗的实验室内加标回收率分别为 75.1%~108%、78.0%~106%、77.7%~120%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.8%、88.8%和 97.5%；加标回收率最终值分别为 85.8%±24%、88.8%±19%和 97.5%±28%。

附表 2-3-2-5 异丙甲草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.74                       | 87.1      | N.D.                       | 18.5                       | 92.7      | N.D.                       | 42.7                       | 107       |
| 2               | N.D.                       | 1.42                       | 71.0      | N.D.                       | 15.1                       | 75.7      | N.D.                       | 31.4                       | 78.6      |
| 3               | N.D.                       | 1.66                       | 83.1      | N.D.                       | 16.8                       | 83.8      | N.D.                       | 30.8                       | 77.1      |
| 4               | N.D.                       | 1.69                       | 84.5      | N.D.                       | 17.3                       | 86.4      | N.D.                       | 36.7                       | 91.7      |
| 5               | N.D.                       | 2.07                       | 103       | N.D.                       | 15.9                       | 79.6      | N.D.                       | 40.2                       | 101       |
| 6               | N.D.                       | 1.44                       | 72.1      | N.D.                       | 17.5                       | 87.4      | N.D.                       | 35.8                       | 89.5      |
| $\bar{P}(\%)$   | 83.5                       |                            |           | 84.3                       |                            |           | 90.7                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 12                         |                            |           | 6.0                        |                            |           | 12                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 83.5±24                    |                            |           | 84.3±12                    |                            |           | 90.7±23                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 71.0%~103%、75.7%~92.7%、77.1%~107%；6 家实验室加标回收率均值分别为 83.5%、84.3%和 90.7%；加标回收率最终值分别为 83.5%±24%、84.3%±12%和 90.7%±23%。

附表 2-3-2-6 杀草丹正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.50                       | 75.0      | N.D.                       | 15.6                       | 78.1      | N.D.                       | 39.6                       | 99.0      |
| 2               | N.D.                       | 1.43                       | 71.6      | N.D.                       | 15.2                       | 75.8      | N.D.                       | 30.1                       | 75.1      |
| 3               | N.D.                       | 1.47                       | 73.6      | N.D.                       | 14.6                       | 72.9      | N.D.                       | 29.7                       | 74.1      |
| 4               | N.D.                       | 1.49                       | 74.7      | N.D.                       | 15.1                       | 75.3      | N.D.                       | 36.3                       | 90.7      |
| 5               | N.D.                       | 1.97                       | 98.3      | N.D.                       | 16.0                       | 79.8      | N.D.                       | 41.3                       | 103       |
| 6               | N.D.                       | 1.54                       | 76.8      | N.D.                       | 15.2                       | 76.0      | N.D.                       | 33.5                       | 83.9      |
| $\bar{P}(\%)$   | 78.3                       |                            |           | 76.3                       |                            |           | 87.7                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 9.9                        |                            |           | 2.4                        |                            |           | 12                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 78.3±20                    |                            |           | 76.3±4.7                   |                            |           | 87.7±24                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 71.6%~98.3%、72.9%~79.8%、74.1%~103%；6 家实验室加标回收率均值分别为 78.3%、76.3%和 87.7%；加标回收率最终值分别为 78.3%±20%、76.3%±4.7%和 87.7%±24%。

附表 2-3-2-7 丁草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.57                       | 78.7      | N.D.                       | 18.9                       | 94.3      | N.D.                       | 43.4                       | 108       |
| 2               | N.D.                       | 2.08                       | 104       | N.D.                       | 20.8                       | 104       | N.D.                       | 45.4                       | 114       |
| 3               | N.D.                       | 1.61                       | 80.7      | N.D.                       | 16.4                       | 81.8      | N.D.                       | 30.3                       | 75.7      |
| 4               | N.D.                       | 2.02                       | 101       | N.D.                       | 19.0                       | 95.2      | N.D.                       | 39.6                       | 99.0      |
| 5               | N.D.                       | 1.78                       | 89.0      | N.D.                       | 14.4                       | 71.8      | N.D.                       | 37.8                       | 94.6      |
| 6               | N.D.                       | 2.18                       | 109       | N.D.                       | 19.1                       | 95.4      | N.D.                       | 38.7                       | 96.7      |
| $\bar{P}(\%)$   | 93.8                       |                            |           | 90.4                       |                            |           | 98.0                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 13                         |                            |           | 12                         |                            |           | 13                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 93.8±26                    |                            |           | 90.4±23                    |                            |           | 98.0±26                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 78.7%~109%、71.8%~104%、75.7%~114%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.8%、90.4%和 98.0%；加标回收率最终值分别为 93.8%±26%、90.4%±23%和 98.0%±26%。

附表 2-3-2-8 丙草胺正确度测试数据汇总表

| 实验室编号           | 浓度（含量）1                    |                            |           | 浓度（含量）2                    |                            |           | 浓度（含量）3                    |                            |           |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|----------------------------|-----------|
|                 | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ | $\bar{x}_i(\mu\text{g/L})$ | $\bar{y}_i(\mu\text{g/L})$ | $P_i(\%)$ |
| 1               | N.D.                       | 1.71                       | 85.4      | N.D.                       | 20.5                       | 102       | N.D.                       | 46.0                       | 115       |
| 2               | N.D.                       | 1.62                       | 80.8      | N.D.                       | 20.3                       | 102       | N.D.                       | 42.7                       | 107       |
| 3               | N.D.                       | 1.91                       | 95.4      | N.D.                       | 17.6                       | 88.1      | N.D.                       | 31.4                       | 78.5      |
| 4               | N.D.                       | 2.03                       | 102       | N.D.                       | 19.0                       | 95.0      | N.D.                       | 39.5                       | 98.7      |
| 5               | N.D.                       | 1.72                       | 85.8      | N.D.                       | 14.4                       | 71.8      | N.D.                       | 38.2                       | 95.6      |
| 6               | N.D.                       | 2.01                       | 101       | N.D.                       | 18.9                       | 94.7      | N.D.                       | 37.3                       | 93.2      |
| $\bar{P}(\%)$   | 91.6                       |                            |           | 92.3                       |                            |           | 97.9                       |                            |           |
| $S_p(\%)$       | 8.7                        |                            |           | 11                         |                            |           | 12                         |                            |           |
| 加标回收率最终值<br>(%) | 91.6±17                    |                            |           | 92.3±23                    |                            |           | 97.9±25                    |                            |           |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行了 6 次平行测定和统计。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 80.8%~102%、71.8%~102%、78.5%~115%；6 家实验室加标回收率均值分别为 91.6%、92.3%和 97.9%；加标回收率最终值分别为 91.6%±17%、92.3%±23%和 97.9%±25%。

附表 2-3-2-9 地下水低浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 1.77                               | 88.4         | N.D.                               | 1.64                               | 82.1         | N.D.                               | 1.73                               | 86.5         | N.D.                               | 2.03                               | 101          | N.D.                               | 1.67                               | 83.4         | N.D.                               | 1.48                               | 74.0         | N.D.                               | 1.84                               | 91.9         | N.D.                               | 1.79                               | 89.6         |
| 2             | N.D.                               | 1.94                               | 96.9         | N.D.                               | 1.78                               | 89.1         | N.D.                               | 1.86                               | 93.1         | N.D.                               | 1.86                               | 93.2         | N.D.                               | 1.64                               | 82.1         | N.D.                               | 1.79                               | 89.7         | N.D.                               | 2.54                               | 127          | N.D.                               | 2.08                               | 104          |
| 3             | N.D.                               | 1.75                               | 87.6         | N.D.                               | 1.82                               | 91.2         | N.D.                               | 1.73                               | 86.5         | N.D.                               | 1.91                               | 95.7         | N.D.                               | 1.79                               | 89.5         | N.D.                               | 1.92                               | 96.0         | N.D.                               | 2.00                               | 100          | N.D.                               | 2.06                               | 103          |
| 4             | N.D.                               | 1.93                               | 96.7         | N.D.                               | 2.02                               | 101          | N.D.                               | 1.91                               | 95.4         | N.D.                               | 1.91                               | 95.6         | N.D.                               | 1.97                               | 98.7         | N.D.                               | 1.77                               | 88.3         | N.D.                               | 2.33                               | 117          | N.D.                               | 2.32                               | 116          |
| 5             | N.D.                               | 1.79                               | 89.4         | N.D.                               | 1.60                               | 80.2         | N.D.                               | 1.68                               | 84.2         | N.D.                               | 1.86                               | 92.8         | N.D.                               | 1.76                               | 87.8         | N.D.                               | 1.74                               | 86.8         | N.D.                               | 1.59                               | 79.3         | N.D.                               | 1.55                               | 77.7         |
| 6             | N.D.                               | 1.98                               | 99.2         | N.D.                               | 1.89                               | 94.5         | N.D.                               | 1.82                               | 91.2         | N.D.                               | 1.80                               | 89.8         | N.D.                               | 1.72                               | 86.0         | N.D.                               | 1.55                               | 77.5         | N.D.                               | 2.57                               | 129          | N.D.                               | 2.23                               | 111          |
| $\bar{P}$ (%) | 93.0                               |                                    |              | 89.6                               |                                    |              | 89.5                               |                                    |              | 94.7                               |                                    |              | 87.9                               |                                    |              | 85.4                               |                                    |              | 107                                |                                    |              | 100                                |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 5.1                                |                                    |              | 7.7                                |                                    |              | 4.4                                |                                    |              | 3.9                                |                                    |              | 6.0                                |                                    |              | 8.1                                |                                    |              | 20                                 |                                    |              | 14                                 |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 93.0±10                            |                                    |              | 89.6±15                            |                                    |              | 89.5±8.8                           |                                    |              | 94.7±7.8                           |                                    |              | 87.9±12                            |                                    |              | 85.4±16                            |                                    |              | 107±40                             |                                    |              | 100±29                             |                                    |              |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 87.6%~99.2%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.0%；加标回收率最终值分别为 93.0%±10%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 80.2%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.6%；加标回收率最终值分别为 89.6%±15%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 84.2%~95.4%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.5%；加标回收率最终值分别为 89.5%±8.8%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 89.8%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 94.7%；加标回收率最终值分别为 94.7%±7.8%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 82.1%~98.7%；6 家实验室加标回收率均值分别为 87.9%；加标回收率最终值分别为 87.9%±12%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 74.0%~96.0%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.4%；加标回收率最终值分别为 85.4%±16%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 79.3%~129%；6 家实验室加标回收率均值分别为 107%；加标回收率最终值分别为 107%±40%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 77.7%~116%；6 家实验室加标回收率均值分别为 100%；加标回收率最终值分别为 100%±29%。

附表 2-3-2-10 地表水低浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号             | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|-------------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|                   | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1                 | N.D.                               | 1.83                               | 91.3         | N.D.                               | 1.67                               | 83.3         | N.D.                               | 1.75                               | 87.3         | N.D.                               | 2.07                               | 103          | N.D.                               | 1.75                               | 87.5         | N.D.                               | 1.43                               | 71.4         | N.D.                               | 1.92                               | 96.0         | N.D.                               | 1.87                               | 93.6         |
| 2                 | N.D.                               | 1.70                               | 85.1         | N.D.                               | 1.55                               | 77.6         | N.D.                               | 1.61                               | 80.7         | N.D.                               | 1.61                               | 80.3         | N.D.                               | 1.46                               | 73.0         | N.D.                               | 1.51                               | 75.5         | N.D.                               | 2.26                               | 113          | N.D.                               | 1.61                               | 80.5         |
| 3                 | N.D.                               | 1.46                               | 73.0         | N.D.                               | 1.52                               | 75.8         | N.D.                               | 1.42                               | 70.8         | N.D.                               | 1.63                               | 81.4         | N.D.                               | 1.49                               | 74.4         | N.D.                               | 1.58                               | 79.0         | N.D.                               | 1.75                               | 87.4         | N.D.                               | 1.78                               | 89.2         |
| 4                 | N.D.                               | 1.64                               | 81.9         | N.D.                               | 1.70                               | 85.1         | N.D.                               | 1.61                               | 80.6         | N.D.                               | 1.65                               | 82.5         | N.D.                               | 1.70                               | 85.1         | N.D.                               | 1.46                               | 72.8         | N.D.                               | 2.04                               | 102          | N.D.                               | 2.01                               | 101          |
| 5                 | N.D.                               | 2.04                               | 102          | N.D.                               | 1.86                               | 92.9         | N.D.                               | 1.94                               | 96.8         | N.D.                               | 2.09                               | 104          | N.D.                               | 1.99                               | 99.5         | N.D.                               | 2.02                               | 101          | N.D.                               | 1.86                               | 92.8         | N.D.                               | 1.86                               | 92.8         |
| 6                 | N.D.                               | 1.70                               | 84.9         | N.D.                               | 1.58                               | 79.0         | N.D.                               | 1.52                               | 76.1         | N.D.                               | 1.49                               | 74.5         | N.D.                               | 1.43                               | 71.5         | N.D.                               | 1.46                               | 73.2         | N.D.                               | 2.32                               | 116          | N.D.                               | 2.01                               | 100          |
| $\bar{P}$ (%)     | 86.4                               |                                    |              | 82.3                               |                                    |              | 82.1                               |                                    |              | 87.7                               |                                    |              | 81.8                               |                                    |              | 78.8                               |                                    |              | 101                                |                                    |              | 92.8                               |                                    |              |
| $S_{\bar{P}}$ (%) | 9.7                                |                                    |              | 6.3                                |                                    |              | 9.1                                |                                    |              | 13                                 |                                    |              | 11                                 |                                    |              | 11                                 |                                    |              | 11                                 |                                    |              | 7.5                                |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)      | 86.4±19                            |                                    |              | 82.3±13                            |                                    |              | 82.1±18                            |                                    |              | 87.7±26                            |                                    |              | 81.8±22                            |                                    |              | 78.8±22                            |                                    |              | 101±23                             |                                    |              | 92.8±15                            |                                    |              |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 73.0%~102%；6 家实验室加标回收率均值分别为 86.4%；加标回收率最终值分别为 86.4%±19%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 75.8%~92.9%；6 家实验室加标回收率均值分别为 82.3%；加标回收率最终值分别为 82.3%±13%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 70.8%~96.8%；6 家实验室加标回收率均值分别为 82.1%；加标回收率最终值分别为 82.1%±18%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 74.5%~104%；6 家实验室加标回收率均值分别为 87.7%；加标回收率最终值分别为 87.7%±26%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 71.5%~99.5%；6 家实验室加标回收率均值分别为 81.8%；加标回收率最终值分别为 81.8%±22%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 71.4%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 78.8%；加标回收率最终值分别为 78.8%±22%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 87.4%~116%；6 家实验室加标回收率均值分别为 101%；加标回收率最终值分别为 101%±23%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 80.5%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 92.8%；加标回收率最终值分别为 92.8%±15%。

附表 2-3-2-11 海水低浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 1.81                               | 90.3         | N.D.                               | 1.66                               | 83.2         | N.D.                               | 1.73                               | 86.6         | N.D.                               | 1.95                               | 97.7         | N.D.                               | 1.73                               | 86.3         | N.D.                               | 1.41                               | 70.7         | N.D.                               | 1.76                               | 87.8         | N.D.                               | 1.76                               | 87.8         |
| 2             | N.D.                               | 1.89                               | 94.5         | N.D.                               | 1.74                               | 87.1         | N.D.                               | 1.80                               | 90.2         | N.D.                               | 1.77                               | 88.7         | N.D.                               | 1.62                               | 81.2         | N.D.                               | 1.66                               | 83.2         | N.D.                               | 2.26                               | 113          | N.D.                               | 1.64                               | 82.0         |
| 3             | N.D.                               | 1.67                               | 83.3         | N.D.                               | 1.72                               | 85.9         | N.D.                               | 1.63                               | 81.7         | N.D.                               | 1.76                               | 87.8         | N.D.                               | 1.72                               | 85.9         | N.D.                               | 1.73                               | 86.4         | N.D.                               | 1.78                               | 89.0         | N.D.                               | 1.89                               | 94.4         |
| 4             | N.D.                               | 1.84                               | 92.1         | N.D.                               | 1.92                               | 96.0         | N.D.                               | 1.82                               | 91.2         | N.D.                               | 1.77                               | 88.3         | N.D.                               | 1.90                               | 95.2         | N.D.                               | 1.59                               | 79.4         | N.D.                               | 2.11                               | 105          | N.D.                               | 2.12                               | 106          |
| 5             | N.D.                               | 2.14                               | 107          | N.D.                               | 1.95                               | 97.5         | N.D.                               | 2.04                               | 102          | N.D.                               | 2.24                               | 112          | N.D.                               | 2.10                               | 105          | N.D.                               | 2.02                               | 101          | N.D.                               | 1.87                               | 93.7         | N.D.                               | 1.82                               | 91.1         |
| 6             | N.D.                               | 1.88                               | 94.2         | N.D.                               | 1.78                               | 88.8         | N.D.                               | 1.71                               | 85.6         | N.D.                               | 1.75                               | 87.4         | N.D.                               | 1.65                               | 82.5         | N.D.                               | 1.40                               | 70.1         | N.D.                               | 2.40                               | 120          | N.D.                               | 2.11                               | 105          |
| $\bar{P}$ (%) | 93.6                               |                                    |              | 89.8                               |                                    |              | 89.5                               |                                    |              | 93.7                               |                                    |              | 89.4                               |                                    |              | 81.8                               |                                    |              | 101                                |                                    |              | 94.4                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 7.8                                |                                    |              | 5.7                                |                                    |              | 7.0                                |                                    |              | 9.8                                |                                    |              | 9.1                                |                                    |              | 11                                 |                                    |              | 13                                 |                                    |              | 9.6                                |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 93.6±16                            |                                    |              | 89.8±11                            |                                    |              | 89.5±14                            |                                    |              | 93.7±20                            |                                    |              | 89.4±18                            |                                    |              | 81.8±23                            |                                    |              | 101±27                             |                                    |              | 94.4±19                            |                                    |              |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 83.3%~107%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.6%；加标回收率最终值分别为 93.6%±16%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 83.2%~97.5%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.8%；加标回收率最终值分别为 89.8%±11%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 81.7%~102%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.5%；加标回收率最终值分别为 89.5%±14%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 87.4%~112%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.7%；加标回收率最终值分别为 93.7%±20%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 81.2%~105%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.4%；加标回收率最终值分别为 89.4%±18%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 70.1%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 81.8%；加标回收率最终值分别为 81.8%±23%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 87.8%~120%；6 家实验室加标回收率均值分别为 101%；加标回收率最终值分别为 101%±27%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 82.0%~106%；6 家实验室加标回收率均值分别为 94.4%；加标回收率最终值分别为 94.4%±19%。

附表 2-3-2-12 生活污水中浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 18.7                               | 93.3         | N.D.                               | 19.8                               | 99.0         | N.D.                               | 20.2                               | 101          | N.D.                               | 22.9                               | 114          | N.D.                               | 19.5                               | 97.7         | N.D.                               | 18.6                               | 93.2         | N.D.                               | 21.1                               | 105          | N.D.                               | 22.2                               | 111          |
| 2             | N.D.                               | 15.6                               | 78.0         | N.D.                               | 15.7                               | 78.6         | N.D.                               | 15.4                               | 77.2         | N.D.                               | 19.4                               | 97.0         | N.D.                               | 15.3                               | 76.7         | N.D.                               | 15.2                               | 75.9         | N.D.                               | 22.6                               | 113          | N.D.                               | 21.4                               | 107          |
| 3             | N.D.                               | 18.4                               | 91.8         | N.D.                               | 18.5                               | 92.7         | N.D.                               | 17.9                               | 89.5         | N.D.                               | 18.4                               | 92.2         | N.D.                               | 18.1                               | 90.6         | N.D.                               | 17.8                               | 89.2         | N.D.                               | 19.1                               | 95.6         | N.D.                               | 19.5                               | 97.5         |
| 4             | N.D.                               | 18.3                               | 91.4         | N.D.                               | 19.1                               | 95.6         | N.D.                               | 18.4                               | 91.8         | N.D.                               | 17.7                               | 88.5         | N.D.                               | 18.6                               | 92.8         | N.D.                               | 17.9                               | 89.3         | N.D.                               | 20.4                               | 102          | N.D.                               | 21.0                               | 105          |
| 5             | N.D.                               | 17.0                               | 85.2         | N.D.                               | 16.5                               | 82.6         | N.D.                               | 16.5                               | 82.7         | N.D.                               | 16.2                               | 81.2         | N.D.                               | 16.4                               | 82.0         | N.D.                               | 16.3                               | 81.5         | N.D.                               | 14.8                               | 74.1         | N.D.                               | 14.9                               | 74.6         |
| 6             | N.D.                               | 18.0                               | 90.0         | N.D.                               | 18.7                               | 93.3         | N.D.                               | 18.4                               | 91.8         | N.D.                               | 17.3                               | 86.4         | N.D.                               | 18.0                               | 90.1         | N.D.                               | 16.8                               | 83.8         | N.D.                               | 19.7                               | 98.6         | N.D.                               | 19.5                               | 97.3         |
| $\bar{P}$ (%) | 88.3                               |                                    |              | 90.3                               |                                    |              | 89.0                               |                                    |              | 93.3                               |                                    |              | 88.3                               |                                    |              | 85.5                               |                                    |              | 98.1                               |                                    |              | 98.7                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 5.8                                |                                    |              | 7.9                                |                                    |              | 8.2                                |                                    |              | 12                                 |                                    |              | 7.6                                |                                    |              | 6.3                                |                                    |              | 13                                 |                                    |              | 13                                 |                                    |              |
| 加标回收率最终值 (%)  | 88.3±12                            |                                    |              | 90.3±16                            |                                    |              | 89.0±16                            |                                    |              | 93.3±23                            |                                    |              | 88.3±15                            |                                    |              | 85.5±13                            |                                    |              | 98.1±27                            |                                    |              | 98.7±26                            |                                    |              |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 78.0%~93.3%；6 家实验室加标回收率均值分别为 88.3%；加标回收率最终值分别为 88.3%±12%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 78.6%~99.0%；6 家实验室加标回收率均值分别为 90.3%；加标回收率最终值分别为 90.3%±16%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 77.2%~101%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.0%；加标回收率最终值分别为 89.0%±16%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 81.2%~114%；6 家实验室加标回收率均值分别为 93.3%；加标回收率最终值分别为 93.3%±23%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 76.7%~97.7%；6 家实验室加标回收率均值分别为 88.3%；加标回收率最终值分别为 88.3%±15%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 75.9%~93.2%；6 家实验室加标回收率均值分别为 85.5%；加标回收率最终值分别为 85.5%±13%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 74.1%~113%；6 家实验室加标回收率均值分别为 98.1%；加标回收率最终值分别为 98.1%±27%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 74.6%~111%；6 家实验室加标回收率均值分别为 98.7%；加标回收率最终值分别为 98.7%±26%。

附表 2-3-2-13 工业废水高浓度加标正确度测试数据汇总表

| 实验室编号         | 乙草胺                                |                                    |              | 异丙草胺                               |                                    |              | 甲草胺                                |                                    |              | 敌稗                                 |                                    |              | 异丙甲草胺                              |                                    |              | 杀草丹                                |                                    |              | 丁草胺                                |                                    |              | 丙草胺                                |                                    |              |
|---------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------|
|               | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) | $\bar{x}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $\bar{y}_i$<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | $P_i$<br>(%) |
| 1             | N.D.                               | 36.6                               | 91.6         | N.D.                               | 39.4                               | 98.4         | N.D.                               | 40.9                               | 102          | N.D.                               | 45.8                               | 115          | N.D.                               | 41.0                               | 102          | N.D.                               | 39.5                               | 98.7         | N.D.                               | 40.1                               | 100          | N.D.                               | 44.0                               | 110          |
| 2             | N.D.                               | 30.3                               | 75.6         | N.D.                               | 30.1                               | 75.4         | N.D.                               | 29.9                               | 74.7         | N.D.                               | 40.8                               | 102          | N.D.                               | 30.3                               | 75.8         | N.D.                               | 30.2                               | 75.4         | N.D.                               | 41.4                               | 104          | N.D.                               | 40.6                               | 102          |
| 3             | N.D.                               | 35.6                               | 89.0         | N.D.                               | 35.6                               | 89.0         | N.D.                               | 34.5                               | 86.2         | N.D.                               | 40.0                               | 100          | N.D.                               | 35.6                               | 89.1         | N.D.                               | 35.9                               | 89.7         | N.D.                               | 34.8                               | 86.9         | N.D.                               | 36.2                               | 90.5         |
| 4             | N.D.                               | 34.8                               | 87.0         | N.D.                               | 36.3                               | 90.7         | N.D.                               | 35.3                               | 88.3         | N.D.                               | 38.0                               | 95.0         | N.D.                               | 36.6                               | 91.4         | N.D.                               | 36.8                               | 92.0         | N.D.                               | 35.8                               | 89.5         | N.D.                               | 38.1                               | 95.2         |
| 5             | N.D.                               | 38.8                               | 96.9         | N.D.                               | 37.6                               | 94.0         | N.D.                               | 37.8                               | 94.4         | N.D.                               | 37.1                               | 92.8         | N.D.                               | 37.4                               | 93.5         | N.D.                               | 38.3                               | 95.6         | N.D.                               | 35.4                               | 88.5         | N.D.                               | 35.9                               | 89.7         |
| 6             | N.D.                               | 35.4                               | 88.6         | N.D.                               | 35.8                               | 89.6         | N.D.                               | 35.6                               | 88.9         | N.D.                               | 36.1                               | 90.3         | N.D.                               | 35.2                               | 87.9         | N.D.                               | 32.9                               | 82.2         | N.D.                               | 34.7                               | 86.7         | N.D.                               | 35.3                               | 88.1         |
| $\bar{P}$ (%) | 88.1                               |                                    |              | 89.5                               |                                    |              | 89.1                               |                                    |              | 99.1                               |                                    |              | 90.0                               |                                    |              | 88.9                               |                                    |              | 92.6                               |                                    |              | 95.9                               |                                    |              |
| $S_p$ (%)     | 7.0                                |                                    |              | 7.8                                |                                    |              | 9.2                                |                                    |              | 8.7                                |                                    |              | 8.6                                |                                    |              | 8.7                                |                                    |              | 7.4                                |                                    |              | 8.5                                |                                    |              |
| 加标回收率最终值      | 88.1±14                            |                                    |              | 89.5±16                            |                                    |              | 89.1±18                            |                                    |              | 99.1±17                            |                                    |              | 90.0±17                            |                                    |              | 88.9±17                            |                                    |              | 92.6±15                            |                                    |              | 95.9±17                            |                                    |              |

结论：固相萃取法实验过程中，分别对 40.0  $\mu\text{g/L}$  的工业废水加标样品进行了 6 次平行测定和统计。乙草胺的实验室内加标回收率分别为 75.6%~96.9%；6 家实验室加标回收率均值分别为 88.1%；加标回收率最终值分别为 88.1%±14%。异丙草胺的实验室内加标回收率分别为 75.4%~98.4%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.5%；加标回收率最终值分别为 89.5%±16%。甲草胺的实验室内加标回收率分别为 74.7%~102%；6 家实验室加标回收率均值分别为 89.1%；加标回收率最终值分别为 89.1%±18%。敌稗的实验室内加标回收率分别为 90.3%~115%；6 家实验室加标回收率均值分别为 99.1%；加标回收率最终值分别为 99.1%±17%。异丙甲草胺的实验室内加标回收率分别为 75.8%~102%；6 家实验室加标回收率均值分别为 90.0%；加标回收率最终值分别为 90.0%±17%。杀草丹的实验室内加标回收率分别为 75.4%~98.7%；6 家实验室加标回收率均值分别为 88.9%；加标回收率最终值分别为 88.9%±17%。丁草胺的实验室内加标回收率分别为 86.7%~104%；6 家实验室加标回收率均值分别为 92.6%；加标回收率最终值分别为 92.6%±15%。丙草胺的实验室内加标回收率分别为 88.1%~110%；6 家实验室加标回收率均值分别为 95.9%；加标回收率最终值分别为 95.9%±17%。

附表 2-3-2-14 8 种酰胺类农药正确度测试数据汇总表

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 原样浓度<br>均值<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标量<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标回收率<br>范围 (%) | 加标回收率均<br>值 (%) | 加标回收率标准偏<br>差 (%) | 加标回收率最终值<br>(%) |
|----|-------|------|-----------------------------------|----------------------------|-----------------|-----------------|-------------------|-----------------|
| 1  | 乙草胺   | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 77.8~108        | 85.3            | 11                | 85.3 $\pm$ 23   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 74.7~84.7       | 82.1            | 3.8               | 82.1 $\pm$ 7.6  |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 75.6~105        | 88.4            | 10                | 88.4 $\pm$ 21   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 87.6~99.2       | 93.0            | 5.1               | 93.0 $\pm$ 10   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 73.0~102        | 86.4            | 9.7               | 86.4 $\pm$ 19   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 83.3~107        | 93.6            | 7.8               | 93.6 $\pm$ 16   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 78.0~93.3       | 88.3            | 5.8               | 88.3 $\pm$ 12   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 75.6~96.9       | 88.1            | 7.0               | 88.1 $\pm$ 14   |
| 2  | 异丙草胺  | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 74.9~96.2       | 81.2            | 7.9               | 81.2 $\pm$ 16   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 75.5~89.4       | 83.2            | 5.1               | 83.2 $\pm$ 10   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 75.1~101        | 88.9            | 11                | 88.9 $\pm$ 22   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 80.2~101        | 89.6            | 7.7               | 89.6 $\pm$ 15   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 75.8~92.9       | 82.3            | 6.3               | 82.3 $\pm$ 13   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 83.2~97.5       | 89.8            | 5.7               | 89.8 $\pm$ 11   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 78.6~99.0       | 90.3            | 7.9               | 90.3 $\pm$ 16   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 75.4~98.4       | 89.5            | 7.8               | 89.5 $\pm$ 16   |
| 3  | 甲草胺   | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 73.5~101        | 80.0            | 11                | 80.0 $\pm$ 21   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 73.9~89.8       | 82.1            | 5.6               | 82.1 $\pm$ 11   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 73.0~102        | 88.6            | 12                | 88.6 $\pm$ 24   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 84.2~95.4       | 89.5            | 4.4               | 89.5 $\pm$ 8.8  |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 70.8~96.8       | 82.1            | 9.1               | 82.1 $\pm$ 18   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 81.7~102        | 89.5            | 7.0               | 89.5 $\pm$ 14   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 77.2~101        | 89.0            | 8.2               | 89.0 $\pm$ 16   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 74.7~102        | 89.1            | 9.2               | 89.1 $\pm$ 18   |
| 4  | 敌稗    | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 75.1~108        | 85.8            | 12                | 85.8 $\pm$ 24   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 78.0~106        | 88.8            | 9.7               | 88.8 $\pm$ 19   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 77.7~120        | 97.5            | 14                | 97.5 $\pm$ 28   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 89.8~101        | 94.7            | 3.9               | 94.7 $\pm$ 7.8  |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 74.5~104        | 87.7            | 13                | 87.7 $\pm$ 26   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 87.4~112        | 93.7            | 9.8               | 93.7 $\pm$ 20   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 81.2~114        | 93.3            | 12                | 93.3 $\pm$ 23   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 90.3~115        | 99.1            | 8.7               | 99.1 $\pm$ 17   |
| 5  | 异丙甲草胺 | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 71.0~103        | 83.5            | 12                | 83.5 $\pm$ 24   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 75.7~92.7       | 84.3            | 6.0               | 84.3 $\pm$ 12   |
|    |       |      | N.D.                              | 40.0                       | 77.1~107        | 90.7            | 12                | 90.7 $\pm$ 23   |
|    |       | 地下水  | N.D.                              | 2.00                       | 82.1~98.7       | 87.9            | 6.0               | 87.9 $\pm$ 12   |
|    |       | 地表水  | N.D.                              | 2.00                       | 71.5~99.5       | 81.8            | 11                | 81.8 $\pm$ 22   |
|    |       | 海水   | N.D.                              | 2.00                       | 81.2~105        | 89.4            | 9.1               | 89.4 $\pm$ 18   |
|    |       | 生活污水 | N.D.                              | 20.0                       | 76.7~97.7       | 88.3            | 7.6               | 88.3 $\pm$ 15   |
|    |       | 工业废水 | N.D.                              | 40.0                       | 75.8~102        | 90.0            | 8.6               | 90.0 $\pm$ 17   |
| 6  | 杀草丹   | 空白   | N.D.                              | 2.00                       | 71.6~98.3       | 78.3            | 9.9               | 78.3 $\pm$ 20   |
|    |       |      | N.D.                              | 20.0                       | 72.9~79.8       | 76.3            | 2.4               | 76.3 $\pm$ 4.7  |

| 序号 | 化合物名称 | 样品类型 | 原样浓度均值 (µg/L) | 加标量 (µg/L) | 加标回收率范围 (%) | 加标回收率均值 (%) | 加标回收率标准偏差 (%) | 加标回收率最终值 (%) |
|----|-------|------|---------------|------------|-------------|-------------|---------------|--------------|
|    |       |      | N.D.          | 40.0       | 74.1~103    | 87.7        | 12            | 87.7±24      |
|    |       | 地下水  | N.D.          | 2.00       | 74.0~96.0   | 85.4        | 8.1           | 85.4±16      |
|    |       | 地表水  | N.D.          | 2.00       | 71.4~101    | 78.8        | 11            | 78.8±22      |
|    |       | 海水   | N.D.          | 2.00       | 70.1~101    | 81.8        | 11            | 81.8±23      |
|    |       | 生活污水 | N.D.          | 20.0       | 75.9~93.2   | 85.5        | 6.3           | 85.5±13      |
|    |       | 工业废水 | N.D.          | 40.0       | 75.4~98.7   | 88.9        | 8.7           | 88.9±17      |
| 7  | 丁草胺   | 空白   | N.D.          | 2.00       | 78.7~109    | 93.8        | 13            | 93.8±26      |
|    |       |      | N.D.          | 20.0       | 71.8~104    | 90.4        | 12            | 90.4±23      |
|    |       |      | N.D.          | 40.0       | 75.7~114    | 98.0        | 13            | 98.0±26      |
|    |       | 地下水  | N.D.          | 2.00       | 79.3~129    | 107         | 20            | 107±40       |
|    |       | 地表水  | N.D.          | 2.00       | 87.4~116    | 101         | 11            | 101±23       |
|    |       | 海水   | N.D.          | 2.00       | 87.8~120    | 101         | 13            | 101±27       |
|    |       | 生活污水 | N.D.          | 20.0       | 74.1~113    | 98.1        | 13            | 98.1±27      |
|    |       | 工业废水 | N.D.          | 40.0       | 86.7~104    | 92.6        | 7.4           | 92.6±15      |
| 8  | 丙草胺   | 空白   | N.D.          | 2.00       | 80.8~102    | 91.6        | 8.7           | 91.6±17      |
|    |       |      | N.D.          | 20.0       | 71.8~102    | 92.3        | 11            | 92.3±23      |
|    |       |      | N.D.          | 40.0       | 78.5~115    | 97.9        | 12            | 97.9±25      |
|    |       | 地下水  | N.D.          | 2.00       | 77.7~116    | 100         | 14            | 100±29       |
|    |       | 地表水  | N.D.          | 2.00       | 80.5~101    | 92.8        | 7.5           | 92.8±15      |
|    |       | 海水   | N.D.          | 2.00       | 82.0~106    | 94.4        | 9.6           | 94.4±19      |
|    |       | 生活污水 | N.D.          | 20.0       | 74.6~111    | 98.7        | 13            | 98.7±26      |
|    |       | 工业废水 | N.D.          | 40.0       | 88.1~110    | 95.9        | 8.5           | 95.9±17      |

结论：六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率分别为 71.0%~109%、71.8%~106%和 73.0%~120 %；加回收率最终值分别为 78.3%±20% ~ 93.8%±26%、76.3%±4.7% ~ 92.3%±23% 和 87.7%±24%~98.0%±26%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地下水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.0%~96.0%；加标回收率最终值为 85.4%±16%~107%±40%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的地表水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 70.8%~116%；加标回收率最终值为 78.8%±22%~101%±23%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00 µg/L 的海水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 70.1%~120%；加标回收率最终值为 81.8%±23%~101%±27%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0 µg/L 的生活污水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.1%~114%；加标回收率最终值为 85.5%±13%~98.7%±26%。

对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0 µg/L 的工业废水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.7%~115%；加标回收率最终值为 88.1%±14%~99.1%±17%。

## 2.4 校准控制指标数据汇总

附表 2-4-1 乙草胺、异丙草胺校准控制指标数据汇总表

| 实验室号 | 乙草胺                       |                |                      | 异丙草胺                      |                |                      |
|------|---------------------------|----------------|----------------------|---------------------------|----------------|----------------------|
|      | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) |
| 1    | 6.9                       | 0.9999         | 3.8                  | 15.6                      | 0.9997         | 9.3                  |
| 2    | 21.4                      | 0.9999         | -4.9                 | 25.8                      | 0.9997         | -3.9                 |
| 3    | 3.0                       | 0.9997         | -3.2                 | 4.7                       | 0.9998         | 7.9                  |
| 4    | 5.5                       | 0.9996         | 0.70                 | 3.9                       | 0.9996         | 1.4                  |
| 5    | 9.9                       | 0.9998         | -4.2                 | 9.9                       | 0.9996         | -5.1                 |
| 6    | 6.4                       | 0.9997         | 3.2                  | 6.1                       | 0.9991         | 6.6                  |

附表 2-4-2 甲草胺、敌稗实际样品校准控制指标数据汇总表

| 实验室号 | 甲草胺                       |                |                      | 敌稗                        |                |                      |
|------|---------------------------|----------------|----------------------|---------------------------|----------------|----------------------|
|      | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) |
| 1    | 16.0                      | 0.9997         | 8.9                  | 11.2                      | 0.9997         | 7.2                  |
| 2    | 15.5                      | 0.9999         | -4.6                 | 29.4                      | 0.9994         | -9.9                 |
| 3    | 4.5                       | 0.9996         | -9.5                 | 10.9                      | 0.9995         | 0.94                 |
| 4    | 4.2                       | 0.9996         | 0.70                 | 6.6                       | 0.9999         | -2.0                 |
| 5    | 9.3                       | 0.9998         | -3.3                 | 9.3                       | 0.9999         | -2.8                 |
| 6    | 6.8                       | 0.9991         | 6.6                  | 10.9                      | 0.9997         | 3.2                  |

附表 2-4-3 异丙甲草胺、杀草丹实际样品校准控制指标数据汇总表

| 实验室号 | 异丙甲草胺                     |                |                      | 杀草丹                       |                |                      |
|------|---------------------------|----------------|----------------------|---------------------------|----------------|----------------------|
|      | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) |
| 1    | 11.8                      | 0.9995         | 6.5                  | 17.5                      | 0.9992         | 7.2                  |
| 2    | 5.6                       | 0.9999         | -4.5                 | 17.7                      | 0.9998         | -9.4                 |
| 3    | 1.2                       | 0.9998         | -5.7                 | 7.0                       | 0.9998         | -9.2                 |
| 4    | 8.7                       | 0.9998         | 1.4                  | 5.6                       | 0.9999         | 0.40                 |
| 5    | 11.2                      | 0.9998         | -2.9                 | 9.2                       | 0.9999         | -1.3                 |
| 6    | 13.9                      | 0.9994         | 5.0                  | 9.7                       | 0.9993         | 5.4                  |

附表 2-4-4 丁草胺、丙草胺实际样品校准控制指标数据汇总表

| 实验室号 | 丁草胺                       |                |                      | 丙草胺                       |                |                      |
|------|---------------------------|----------------|----------------------|---------------------------|----------------|----------------------|
|      | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) | 目标化合物<br>响应因子的<br>RSD (%) | 校准曲线相<br>关系数 R | 中间点浓度<br>测定偏差<br>(%) |
| 1    | 20.0                      | 0.9990         | 9.5                  | 19.4                      | 0.9994         | 9.7                  |
| 2    | 29.2                      | 0.9997         | 3.9                  | 28.8                      | 0.9992         | -0.45                |
| 3    | 14.3                      | 0.9995         | -1.4                 | 9.3                       | 0.9998         | 4.6                  |
| 4    | 1.2                       | 0.9998         | -0.80                | 1.8                       | 0.9999         | 0.50                 |
| 5    | 7.4                       | 0.9999         | -8.3                 | 8.2                       | 0.9999         | -5.8                 |
| 6    | 18.2                      | 0.9993         | 4.6                  | 8.9                       | 0.9995         | 4.2                  |

结论:实验过程中,乙草胺的响应因子的 RSD 为 6.9~21.4;校准曲线相关系数 R 为 0.9996~0.9999,中间点浓度偏差范围-4.9%~3.8%。异丙草胺的响应因子的 RSD 为 3.9~25.8;校准曲线相关系数 R 为 0.9991~0.9998,中间点浓度偏差范围-5.1%~9.3%。甲草胺的响应因子的 RSD 为 4.2~16.0;校准曲线相关系数 R 为 0.9991~0.9999,中间点浓度偏差范围-9.5%~8.9%。敌稗的响应因子的 RSD 为 6.6~29.4;校准曲线相关系数 R 为 0.9994~0.9999,中间点浓度偏差范围-9.9%~7.2%。异丙甲草胺的响应因子的 RSD 为 1.2~13.9;校准曲线相关系数 R 为 0.9994~0.9999,中间点浓度偏差范围-5.7%~6.5%。杀草丹的响应因子的 RSD 为 5.6~17.7;校准曲线相关系数 R 为 0.9992~0.9999,中间点浓度偏差范围-9.4%~7.2%。丁草胺的响应因子的 RSD 为 1.2~29.2;校准曲线相关系数 R 为 0.9990~0.9999,中间点浓度偏差范围-8.3%~9.5%。丙草胺的响应因子的 RSD 为 1.8~28.8;校准曲线相关系数 R 为 0.9992~0.9999,中间点浓度偏差范围-5.8%~9.7%。

附表 2-4-5 8 种酰胺类农药校准控制指标数据汇总表

| 序号 | 目标化合物 | 目标化合物<br>响应因子的 RSD (%) | 校准曲线相关系数 R    | 中间点浓度测定偏差 (%) |
|----|-------|------------------------|---------------|---------------|
| 1  | 乙草胺   | 6.9~21.4               | 0.9996~0.9999 | -4.9~3.8      |
| 2  | 异丙草胺  | 3.9~25.8               | 0.9991~0.9998 | -5.1~9.3      |
| 3  | 甲草胺   | 4.2~16.0               | 0.9991~0.9999 | -9.5~8.9      |
| 4  | 敌稗    | 6.6~29.4               | 0.9994~0.9999 | -9.9~7.2      |
| 5  | 异丙甲草胺 | 1.2~13.9               | 0.9994~0.9999 | -5.7~6.5      |
| 6  | 杀草丹   | 5.6~17.7               | 0.9992~0.9999 | -9.4~7.2      |
| 7  | 丁草胺   | 1.2~29.2               | 0.9990~0.9999 | -8.3~9.5      |
| 8  | 丙草胺   | 1.8~28.8               | 0.9992~0.9999 | -5.8~9.7      |

结论:各家实验室采用平均相对响应因子计算的相对响应因子的 RSD 范围为 1.2%~29.2%、采用最小二乘法绘制的 8 种酰胺类农药标准曲线的相关系数范围 0.9991~0.9999、中间点浓度偏差范围-9.9%~9.7%。说明各目标化合物相对响应因子的 RSD 应 $\leq$ 30%,标准曲线线性相关系数应 $\geq$ 0.995,校准样中间点浓度相对误差应在 $\pm$ 20%内。

### 3 方法验证结论

#### 3.1 方法的检出限和测定下限

##### 3.1.1 液液萃取法

空白样品中, 8 种目标化合物均未检出, 六家实验室按照样品分析的步骤进行分析, 按 HJ 168-2020 中检出限的计算公式得出方法检出限 (MDL) 及测定下限 (LOQ)。其中, 液液萃取法的统计结果显示: 取样量为 200 mL, 定容体积为 1.0 mL 时, 方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.5  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~2.0  $\mu\text{g/L}$ 。

##### 3.1.2 固相萃取法

空白样品中, 8 种目标化合物均未检出, 六家实验室按照样品分析的步骤进行分析, 按 HJ 168-2020 中检出限的计算公式得出方法检出限 (MDL) 及测定下限 (LOQ)。其中, 固相萃取法的统计结果显示: 取样量为 200 mL, 定容体积为 1.0 mL 时, 方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.4  $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。

#### 3.2 精密度

##### 3.2.1 液液萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了液液萃取的方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~7.9%、0.22%~10%和 0.18%~8.6 %; 实验室间相对标准偏差分别为 4.5%~18%、8.7%~11%和 7.9%~11%; 重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.27  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.1  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ~3.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.29  $\mu\text{g/L}$ ~0.92  $\mu\text{g/L}$ 、5.7  $\mu\text{g/L}$ ~7.2  $\mu\text{g/L}$  和 8.3  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~18%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.49%~10%; 实验室间相对标准偏差分别为 9.0%~16%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.50%~7.1%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~16%; 重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.30  $\mu\text{g/L}$ ~0.85  $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.22%~3.9%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.0%~11%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了液

液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.14%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.1%~10%; 重复性限为 2.6  $\mu\text{g/L}$ ~9.4  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 8.5  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。

### 3.2.2 固相萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.36%~6.1%、0.24%~11%和 0.22%~6.5 %; 实验室间相对标准偏差分别为 9.8%~14%、3.1%~13%和 12%~14%; 重复性限为 0.11  $\mu\text{g/L}$ ~0.16  $\mu\text{g/L}$ 、2.7  $\mu\text{g/L}$ ~3.6  $\mu\text{g/L}$  和 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~5.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.46  $\mu\text{g/L}$ ~0.73  $\mu\text{g/L}$ 、3.2  $\mu\text{g/L}$ ~7.3  $\mu\text{g/L}$  和 12  $\mu\text{g/L}$ ~16  $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.31%~5.5%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.1%~19%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.29%~9.4%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.6%~17%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.33%~13%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.4%~14%; 重复性限为 0.25  $\mu\text{g/L}$ ~0.45  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.51  $\mu\text{g/L}$ ~0.83  $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 2.4%~7.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.5%~14%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 0.17%~5.2%; 实验室间相对标准偏差分别为 8.0%~10%; 重复性限为 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.3  $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 8.6  $\mu\text{g/L}$ ~11  $\mu\text{g/L}$ 。

## 3.3 正确度

### 3.3.1 液液萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率分别为 70.2%~119%、84.6%~113%和 80.9%~119 %; 加标回收率最终值分别为 89.9% $\pm$ 21.0% ~ 95.2% $\pm$ 25.5%、95.2% $\pm$ 17.3% ~ 102% $\pm$ 21.9% 和 90.2% $\pm$ 14.2% ~ 98.9% $\pm$ 16.6%。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为 74.8%~

127%；加标回收率最终值为  $90.1\% \pm 12.2\% \sim 99.9\% \pm 35.6\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为  $2.00 \mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $70.1\% \sim 106\%$ ；加标回收率最终值为  $81.1\% \pm 15.9\% \sim 86.7\% \pm 27.6\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为  $2.00 \mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $71.0\% \sim 113\%$ ；加标回收率最终值为  $84.8\% \pm 14.2\% \sim 91.8\% \pm 29.6\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为  $20.0 \mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $85.2\% \sim 119\%$ ；加标回收率最终值为  $94.3\% \pm 13.2\% \sim 103\% \pm 22.4\%$ 。

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度为  $40.0 \mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了液液萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $80.2\% \sim 112\%$ ；加标回收率最终值为  $92.1\% \pm 13.0\% \sim 100\% \pm 16.5\%$ 。

### 3.3.2 固相萃取法

六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为  $2.00 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$  和  $40.0 \mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率分别为  $71.0\% \sim 109\%$ 、 $71.8\% \sim 106\%$  和  $73.0\% \sim 120\%$ ；加回收率最终值分别为  $78.3\% \pm 19.9\% \sim 93.8\% \pm 25.6\%$ 、 $76.3\% \pm 4.7\% \sim 92.3\% \pm 22.5\%$  和  $87.7\% \pm 24.3\% \sim 98.0\% \pm 26.2\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为  $2.00 \mu\text{g/L}$  的地下水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $74.0\% \sim 96.0\%$ ；加标回收率最终值为  $85.4\% \pm 16.3\% \sim 107\% \pm 40.1\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为  $2.00 \mu\text{g/L}$  的地表水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $70.8\% \sim 116\%$ ；加标回收率最终值为  $78.8\% \pm 22.2\% \sim 101\% \pm 22.9\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为  $2.00 \mu\text{g/L}$  的统一海水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $70.1\% \sim 120\%$ ；加标回收率最终值为  $81.8\% \pm 22.9\% \sim 101\% \pm 26.8\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为  $20.0 \mu\text{g/L}$  的生活污水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $74.1\% \sim 114\%$ ；加标回收率最终值为  $85.5\% \pm 12.6\% \sim 98.7\% \pm 26.0\%$ 。

对含有 8 种目标化合物浓度为  $40.0 \mu\text{g/L}$  的统一工业废水加标水样进行了固相萃取的前处理方式进行测定。每种加标浓度样品 6 次重复测定。实验室内加标回收率为  $74.7\% \sim 115\%$ ；加标回收率最终值为  $88.1\% \pm 14.1\% \sim 99.1\% \pm 17.5\%$ 。

### 3.4 校准

各家实验室采用平均相对响应因子计算的相对响应因子的 RSD 范围为  $1.2\% \sim 29.2\%$ 、采用最小二乘法绘制的 8 种酰胺类农药标准曲线的相关系数范围  $0.9991 \sim 0.9999$ 、中间点浓度偏差范围  $-9.9\% \sim 9.7\%$ 。说明各目标化合物相对响应因子的 RSD 应  $\leq 30\%$ ，标准曲线线性

相关系数应 $\geq 0.995$ ，校准样中间点浓度相对误差应在 $\pm 20\%$ 内。

### 3.5 整体结论

当采用液液萃取法时，取样量为 200 mL，进样量为 1  $\mu\text{L}$  时，8 种目标化合物的方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.5  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~2.0  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.43%~7.9%、0.22%~10%和 0.18%~8.6 %；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%~18%、8.7%~11%和 7.9%~11%；重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.27  $\mu\text{g/L}$ 、3.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.1  $\mu\text{g/L}$  和 2.3  $\mu\text{g/L}$ ~3.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.29  $\mu\text{g/L}$ ~0.92  $\mu\text{g/L}$ 、5.7  $\mu\text{g/L}$ ~7.2  $\mu\text{g/L}$  和 8.3  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水、地表水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~11%、0.49%~10%；实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~18%、9.0%~16%。对浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.22%~3.9%；实验室间相对标准偏差分别为 7.0%~11%。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.50%~7.1%；实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~16%；重复性限为 0.17  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.30  $\mu\text{g/L}$ ~0.85  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统一生活污水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.14%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 7.1%~10%；重复性限为 2.6  $\mu\text{g/L}$ ~9.4  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 8.5  $\mu\text{g/L}$ ~13  $\mu\text{g/L}$ 。六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了加标回收实验，加标回收率最终值分别为 89.9% $\pm$ 21.0%~95.2% $\pm$ 25.5%、95.2% $\pm$ 17.3%~102% $\pm$ 21.9%和 90.2% $\pm$ 14.2%~98.9% $\pm$ 16.6%。对地下水、地表水和生活污水进行了实际样品加标回收实验，加标浓度分别为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 。地下水加标回收率最终值为 90.1% $\pm$ 12.2%~99.9% $\pm$ 35.6%，地表水加标回收率最终值为 81.1% $\pm$ 15.9%~86.7% $\pm$ 27.6%，生活污水加标回收率最终值为 94.3 $\pm$ 13.2%~103 $\pm$ 22.4%。对海水和工业废水进行了统一实际样品加标回收实验，加标浓度分别为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$ 。海水加标回收率最终值为 84.8% $\pm$ 14.2%~91.8% $\pm$ 29.6%，工业废水加标回收率最终值为 92.1 $\pm$ 13.0%~100 $\pm$ 16.5%。

当采用固相萃取法时，取样量为 200 mL，进样量为 1  $\mu\text{L}$  时，8 种目标化合物的方法检出限为 0.3  $\mu\text{g/L}$ ~0.4  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ ~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.36%~6.1%、0.24%~11%和 0.22%~6.5 %；实验室间相对标准偏差分别为 9.8%~14%、3.1%~13%和 12%~14%；重复性限为 0.11  $\mu\text{g/L}$ ~0.16  $\mu\text{g/L}$ 、2.7  $\mu\text{g/L}$ ~3.6  $\mu\text{g/L}$  和 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~5.3  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.46  $\mu\text{g/L}$ ~0.73  $\mu\text{g/L}$ 、3.2  $\mu\text{g/L}$ ~7.3  $\mu\text{g/L}$  和 12  $\mu\text{g/L}$ ~16  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的地下水、地表水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.31%~5.5%、0.29%~9.4%；实验室间相对标准偏差分别为 4.1%~19%、7.6%~17%。对浓度为 20.0  $\mu\text{g/L}$  的生活污水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 2.4%~7.0%；实验室间相对标准偏差分别为 6.5%~14%。对浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的统一海水加标样品分别进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.33%~13%；实验室间相对标准偏差分别为 6.4%~14%；重复性限为 0.25  $\mu\text{g/L}$ ~0.45  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.51  $\mu\text{g/L}$ ~0.83  $\mu\text{g/L}$ 。对浓度为 40.0  $\mu\text{g/L}$  的统

一生活污水加标样品分别进行测定,实验室内相对标准偏差分别为 0.17%~5.2%;实验室间相对标准偏差分别为 8.0%~10%;重复性限为 2.4  $\mu\text{g/L}$ ~4.3  $\mu\text{g/L}$ ;再现性限为 8.6  $\mu\text{g/L}$ ~11  $\mu\text{g/L}$ 。六家实验室对含有 8 种目标化合物浓度依次为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 40.0  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样进行了加标回收实验,加标回收率最终值分别为 78.3% $\pm$ 19.9%~93.8% $\pm$ 25.6%、76.3% $\pm$ 4.7%~92.3% $\pm$ 22.5%和 87.7% $\pm$ 24.3%~98.0% $\pm$ 26.2%。对地下水、地表水和生活污水进行了实际样品加标回收实验,加标浓度分别为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、2.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 。地下水加标回收率最终值为 85.4% $\pm$ 16.3%~107% $\pm$ 40.1%,地表水加标回收率最终值为 78.8% $\pm$ 22.2%~101% $\pm$ 22.9%,生活污水加标回收率最终值为 85.5% $\pm$ 12.6%~98.7% $\pm$ 26.0%。对海水和工业废水进行了统一实际样品加标回收实验,加标浓度分别为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$ 。海水加标回收率最终值为 81.8% $\pm$ 22.9%~101% $\pm$ 26.8%,工业废水加标回收率最终值为 88.1% $\pm$ 14.1%~99.1% $\pm$ 17.5%。

综上所述,方法各项指标达到预期要求。