

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ□□□—202□

水质 6种酰胺类农药和2种苯胺类化合物的测定 气相色谱法

Water quality—Determination of 6 Amide herbicides and 2 aniline
compounds—Gas chromatography

（征求意见稿）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	II
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 干扰和消除	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	3
7 样品	3
8 分析步骤	4
9 结果计算及表示	5
10 准确度	6
11 质量保证和质量控制	7
附 录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限	9
附 录 B（资料性附录） 双柱定性参考出峰参数	10
附 录 C（资料性附录） 方法的精密度和正确度	11

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中 6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水中 6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物的气相色谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：生态环境部南京环境科学研究所。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心，江苏省无锡环境监测中心，江苏省扬州环境监测中心，生态环境部淮河流域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心，岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心，青岛斯坦德衡立环境技术研究院有限公司。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类

化合物的测定 气相色谱法

警告：实验中使用的有机溶剂和标准溶液等具有一定的挥发性和毒性，实验操作过程应在通风橱中进行，并按规定佩戴防护用具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中 6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物的气相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中甲草胺、乙草胺、丙草胺、异丙草胺、异丙甲草胺、丁草胺 6 种酰胺类农药，及其中间体 2,6-二乙基苯胺和 2-甲基-6-乙基苯胺 2 种苯胺类化合物的测定。

当取样体积为 100 mL，定容体积为 1.0 mL 时，6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物方法检出限均为 0.002 mg/L，测定下限均为 0.008 mg/L。详见附录 A。

2 规范性引用文件

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

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

水样中的 6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物经液液萃取或固相萃取处理后，用具有氮磷检测器的气相色谱仪分离检测。根据保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

敌敌畏与 2,6-二乙基苯胺，西玛津与丙草胺，特丁津与异丙甲草胺，阿特拉津与丁草胺有干扰，可采用双柱法消除干扰，双柱法参见附录 B。

5 试剂和材料

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

5.1 盐酸（HCl）： $\rho=1.18\text{ g/mL}$ ， $w\in[36\%, 38\%]$ 。

5.2 二氯甲烷（CH₂Cl₂）：色谱纯。

5.3 正己烷（C₆H₁₄）：色谱纯。

5.4 丙酮（C₃H₆O）：色谱纯。

5.5 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

5.6 氯化钠（NaCl）。

在 400 °C 下烘烤 2 h，冷却后于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.7 无水硫酸钠（Na₂SO₄）。

在 400 °C 下烘烤 4 h，冷却后于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.8 氢氧化钠（NaOH）：优级纯。

5.9 盐酸溶液。

量取 50 mL 盐酸（5.1），缓慢加入到 50 mL 水中。

5.10 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

称取 0.4 g 氢氧化钠（5.8）溶于少量水中，定容至 100 mL。

5.11 丙酮-正己烷混合溶液。

丙酮（5.4）和正己烷（5.3）按 5:95 体积比混合。

5.12 酰胺类农药标准物质：纯度 $\geq 95\%$ 。

5.13 苯胺类化合物标准物质：纯度 $\geq 95\%$ 。

5.14 酰胺类农药标准贮备液： $\rho=500\text{ mg/L}$ 。

分别称取 50 mg（精确到 0.1 mg）酰胺类农药标准物质（5.12），用丙酮-正己烷混合溶剂（5.11）溶解，正己烷（5.3）定容至 100 mL，标准贮备液在 4 °C 以下密封避光冷藏，可至少保存 2 个月。或选用市售有证标准溶液，保存条件参见标准溶液证书的相关说明。

5.15 苯胺类化合物标准贮备液： $\rho=500\text{ mg/L}$ 。

分别称取 50 mg（精确到 0.1 mg）苯胺类标准物质（5.13），用丙酮-正己烷混合溶剂（5.11）溶解，正己烷（5.3）定容至 100 mL，标准贮备液在 4 °C 以下密封避光冷藏，可至少保存 2 个月。或选用市售有证标准溶液，保存条件参见标准溶液证书的相关说明。

5.16 酰胺类农药和苯胺类化合物标准使用液： $\rho=50\text{ mg/L}$ 。

用正己烷（5.3）稀释标准贮备液（5.14，5.15），在 4 °C 以下密封避光冷藏，可保存 1 个月。

5.17 弗罗里硅土净化小柱：1000 mg/6 mL，或其他同等效果规格的净化小柱。

5.18 固相萃取柱：填料为亲脂性二乙烯苯和亲水性 N-乙烯基吡咯烷酮共聚物，500 mg/6 mL，或其他同等效果规格的固相萃取柱。

5.19 滤膜：孔径 0.45 μm ，尼龙滤膜、亲水聚四氟乙烯滤膜或醋酸纤维滤膜等。

5.20 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

- 5.21 空气：色谱用。
- 5.22 氢气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6 仪器和设备

- 6.1 采样瓶：棕色玻璃瓶，具聚四氟乙烯内衬旋盖或磨口塞。
- 6.2 气相色谱仪：配氮磷检测器（NPD）。
- 6.3 色谱柱 1：石英毛细管柱，30 m（柱长） \times 0.32 mm（内径） \times 0.25 μm （膜厚），固定相为聚乙二醇，或其他等效色谱柱。
- 6.4 色谱柱 2：石英毛细管柱，30 m（柱长） \times 0.32 mm（内径） \times 0.25 μm （膜厚），固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷，或其他等效色谱柱。
- 6.5 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪或其他同等性能的设备。
- 6.6 固相萃取装置。
- 6.7 分液漏斗：250 mL，具玻璃或聚四氟乙烯活塞。
- 6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 和 HJ 442.3 的相关规定采集样品。采集样品时，采样瓶（6.1）要完全注满，不留液上空间。

7.2 样品的保存

用盐酸溶液（5.9）或氢氧化钠溶液（5.10）调节水样的 pH 值至 5~7，于 4℃ 以下密封、避光保存。在 7 d 内完成萃取，萃取液于 4℃ 以下密封、避光保存，14 d 内完成分析。

7.3 试样的制备

7.3.1 液液萃取法

7.3.1.1 萃取

量取 100 mL 混匀的水样至分液漏斗（6.7）中，加入 3~10 g 氯化钠（5.6）和 25 mL 二氯甲烷（5.2）。充分振荡分液漏斗，静置分层，收集有机相。水相按上述方法重复萃取一次，合并有机相。

7.3.1.2 浓缩

加入适量无水硫酸钠（5.7）进行脱水，用浓缩装置（6.5）浓缩有机相（7.3.1.1）至近 1 mL，用正己烷（5.3）溶剂交换 2 次。将溶剂转换为正己烷。如不需净化，用正己烷（5.3）定容至 1.0 mL。

7.3.1.3 净化

用丙酮-正己烷混合溶液（5.11）5 mL 活化净化小柱（5.17），再用 10 mL 正己烷（5.3）平衡净化柱，待柱床充满正己烷后关闭流速控制阀，浸润后，打开控制阀，弃去流出液。待净化柱中柱床即将暴露于空气中之前，将浓缩后的样品萃取液（7.3.1.2）转移至柱内，接收流出液。用 1.0 mL 正己烷（5.3）洗涤装样品的浓缩瓶 3 次，将洗涤液一并转移至柱内，用 8 mL 丙酮-正己烷混合溶液（5.11）进行洗脱，收集全部洗脱液。用浓缩装置（6.5）将洗脱液浓缩至 1.0 mL，待测。

7.3.2 固相萃取法

若水样含悬浮物时，可经滤膜（5.19）过滤，滤液进行固相萃取。

用 10 mL 甲醇（5.5）和 10 mL 水活化固相萃取柱（5.18），始终保持柱头浸润。量取 100 mL 水样于样品瓶中，使样品以约 5 mL/min 的流速通过萃取柱；上样结束后，在柱填料刚好暴露于空气之前，用 10 mL 水分 2 次冲洗样品瓶，洗涤液一并转移至柱上，弃去流出液，真空抽约小柱近干；用 8 mL 甲醇（5.5）洗脱，收集洗脱液；将洗脱液浓缩至 1.0 mL，待测。

7.4 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（7.3）相同步骤进行实验室空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

进样口温度：220 °C；进样方式：不分流进样；进样量：1.0 µL；载气流速：1.5 mL/min；柱温箱温度：初始温度 100 °C，保持 5 min，然后以 10 °C/min 的速度升至 250 °C，保持 10 min。

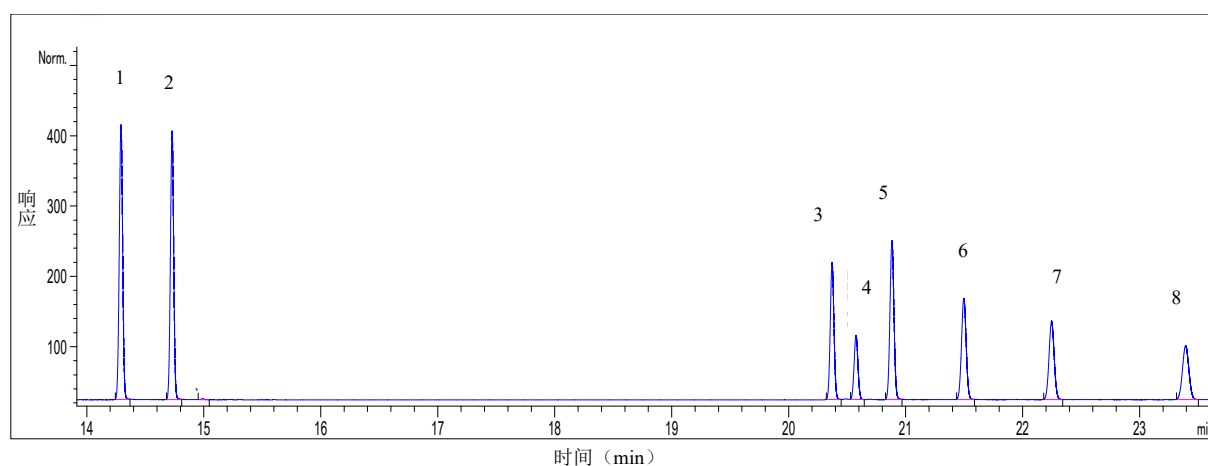
氮磷检测器：温度 300 °C；燃气：空气 60 mL/min；氢气 2 mL/min。

8.2 标准曲线建立

分别取适量的酰胺类农药和苯胺类化合物标准使用液（5.16），用正己烷（5.3）稀释，制备至少 5 个浓度点的标准系列，质量浓度分别为 0.500 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 和 50.0 mg/L（此为参考浓度）。

按仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样分析，以标准系列溶液中目标化合物组分质量浓度为横坐标，以其对应的峰面积或峰高为纵坐标，建立标准曲线。

在本标准推荐的色谱参考条件（8.1）下，6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物标准气相色谱图见图 1。



1——2-甲基-6-乙基苯胺；2——2,6-二乙基苯胺；3——异丙草胺；4——乙草胺；5——甲草胺；6——异丙甲草胺；7——丁草胺；8——丙草胺。

图 1 8 种目标化合物的参考色谱图 ($\rho=20 \text{ mg/L}$)

8.3 试样测定

按照与标准曲线的建立 (8.2) 相同的仪器条件进行试样 (7.3) 的测定。

8.4 空白试验

按照与试样测定 (8.3) 相同的仪器条件进行空白试样 (7.4) 的测定。

9 结果计算及表示

9.1 定性分析

根据标准色谱图各目标化合物的保留时间定性。必要时用双柱法 (参见附录 A) 或者气相色谱-质谱法 (GC-MS) 进行定性确认。

9.2 定量分析

根据目标化合物的峰高或峰面积，外标法定量。

样品中目标化合物的质量浓度 ρ_i 按照公式 (1) 计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_x \times V}{V_s} \quad (1)$$

式中: ρ_i ——样品中目标物的浓度, mg/L ;

ρ_x ——根据标准曲线所得的目标物的浓度, mg/L ;

V ——定容体积, mL ;

V_s ——水样体积, mL 。

9.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限保持一致, 最多保留 3 位有效数字。

10 准确度

10.1 精密度

10.1.1 液液萃取法

6家实验室分别对含8种目标化合物浓度为0.010 mg/L、0.100 mg/L、1.00 mg/L的空白加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：0.4%~9.2%、1.3%~7.5%、0.6%~8.0%；实验室间相对标准偏差分别为：3.0%~6.5%、2.4%~6.0%、3.5%~8.9%；重复性限分别为：0.001 mg/L~0.002 mg/L、0.005 mg/L~0.015 mg/L、0.091 mg/L~0.22 mg/L；再现性限分别为：0.001 mg/L~0.002 mg/L、0.007 mg/L~0.021 mg/L、0.12 mg/L~0.30 mg/L。

6家实验室对0.010 mg/L和1.00 mg/L的地下水、地表水、海水、生活污水和工业废水（总排口）加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~12%、0.6%~11%；实验室间相对标准偏差分别为：2.1%~11%、1.5%~11%；重复性限分别为：0.001 mg/L~0.003 mg/L、0.040 mg/L~0.28 mg/L；再现性限分别为：0.001 mg/L~0.004 mg/L、0.055 mg/L~0.37 mg/L。

6家实验室对0.100 mg/L和0.400 mg/L的工业废水（车间排口，2-甲基-6-乙基苯胺浓度约为0.04 mg/L，乙草胺浓度约为0.14 mg/L）加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：0.6%~9.4%、0.3%~7.9%；实验室间相对标准偏差分别为：3.9%~9.6%、5.6%~10%；重复性限分别为：0.010 mg/L~0.057 mg/L、0.054 mg/L~0.11 mg/L；再现性限分别为：0.013 mg/L~0.078 mg/L、0.072 mg/L~0.15 mg/L。参见附表C.1。

10.1.2 固相萃取法

6家实验室分别对含8种目标化合物浓度为0.010 mg/L、0.100 mg/L、1.00 mg/L的空白加标去离子水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：0.6%~9.4%、3.1%~13%、2.2%~7.3%；实验室间相对标准偏差分别为：1.3%~6.4%、2.4%~4.7%、2.0%~5.5%；重复性限分别为：0.001 mg/L~0.002 mg/L、0.005 mg/L~0.012 mg/L、0.052 mg/L~0.14 mg/L；再现性限分别为：0.001 mg/L~0.002 mg/L、0.007 mg/L~0.016 mg/L、0.071 mg/L~0.19 mg/L。

6家实验室对0.010 mg/L和1.00 mg/L的地下水、地表水、海水、生活污水和工业废水（总排口）加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：0.9%~13%、2.4%~9.4%；实验室间相对标准偏差分别为：1.1%~8.1%、0.9%~7.9%；重复性限分别为：0.001 mg/L~0.002 mg/L、0.024 mg/L~0.18 mg/L；再现性限分别为：0.001 mg/L~0.003 mg/L、0.032 mg/L~0.24 mg/L。

6家实验室对0.100 mg/L和0.400 mg/L的工业废水（车间排口，2-甲基-6-乙基苯胺浓度约为0.04 mg/L，乙草胺浓度约为0.14 mg/L）加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：1.2%~12%、3.2%~10%；实验室间相对标准偏差分别为：0.7%~7.1%、3.3%~9.1%；重复性限分别为：0.002 mg/L~0.017 mg/L、0.030 mg/L~0.084 mg/L；再现性限分别为：0.003 mg/L~0.028 mg/L、0.040 mg/L~0.11 mg/L。参见附表C.3。

10.2 正确度

10.2.1 液液萃取法

6 家实验室对 0.010 mg/L、0.100 mg/L、1.00 mg/L 的去离子水加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率分别为：74.8%~97.1%、77.3%~103%、72.1%~107%，加标回收率最终值分别为 79.4%±8.2%~93.8%±6.0%、79.5%±4.8%~94.6%±11%、81.5%±14%~92.8%±12%。

6 家实验室对 0.010 mg/L 和 1.00 mg/L 的地下水、地表水、海水、生活污水和工业废水（总排口）加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率分别为：71.7%~100%、72.0%~107%，加标回收率最终值分别为：79.3%±11%~94.9%±4.8%、79.4%±4.8%~96.5%±10%。

6 家实验室对 0.100 mg/L 和 0.400 mg/L 的工业废水（车间排口，2-甲基-6-乙基苯胺浓度约为 0.04 mg/L，乙草胺浓度约为 0.14 mg/L）加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率分别为：72.5%~101%、70.4%~99.3%，加标回收率最终值分别为：81.7%±16%~89.3%±7.8%、75.9%±11%~86.6%±20%。参见附表 C.2。

10.2.2 固相萃取法

6 家实验室对 0.010 mg/L、0.100 mg/L、1.00 mg/L 的去离子水加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率分别为：81.6%~97.8%、77.7%~96.6%、77.1%~97.7%，加标回收率最终值分别为：84.0%±5.4%~93.6%±7.0%、78.9%±2.2%~91.7%±7.0%、80.9%±9.4%~92.0%±4.0%。

6 家实验室对 0.010 mg/L 和 1.00 mg/L 的地下水、地表水、海水、生活污水和工业废水（总排口）加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率分别为：77.2%~98.5%、75.4%~96.5%，加标回收率最终值分别为：82.9%±7.8%~94.7%±2.1%、78.8%±6.6%~91.7%±6.6%。

6 家实验室对 0.100 mg/L 和 0.400 mg/L 的工业废水（车间排口，2-甲基-6-乙基苯胺浓度约为 0.04 mg/L，乙草胺浓度约为 0.14 mg/L）加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率分别为：77.8%~94.2%、74.9%~95.2%，加标回收率最终值分别为：85.0%±14%~93.4%±4.6%、79.8%±21%~85.7±18%。参见附表 C.4。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应至少做一个空白试验，测定结果应低于方法检出限。

11.2 校准

分析样品之前，应建立能够覆盖样品浓度范围的至少 5 个浓度点的标准曲线，曲线的相关系数应 ≥ 0.995 。每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定一个标准系列中间浓

度点，其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则，应建立新的标准曲线。

11.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定一个平行样，平行样的相对偏差应在 $\pm 20\%$ 以内。

11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应进行一个基体加标样的分析，基体加标回收率应在 60%~120%之间。

附 录 A

（规范性附录）

方法的检出限和测定下限

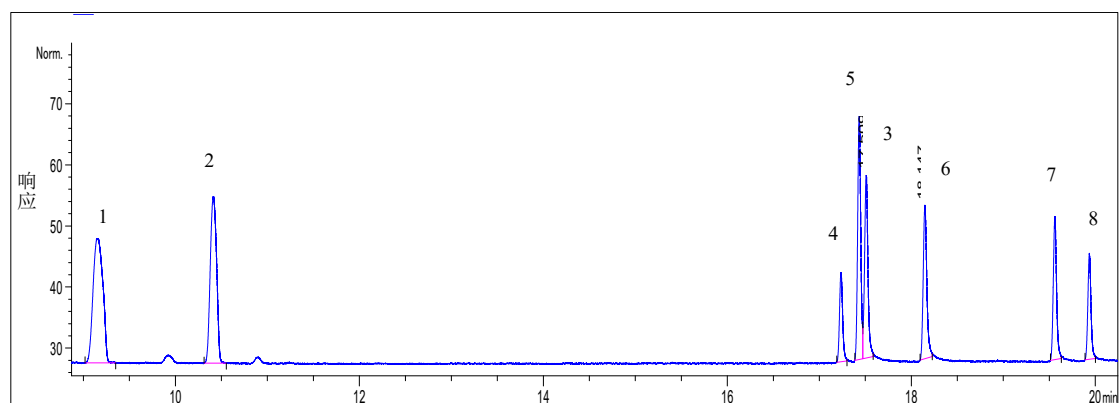
取样体积为 100 mL，定容体积为 1.0 mL，气相色谱分离，外标法定量时，6 种酰胺类农药和 2 种苯胺类化合物的方法检出限、测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	目标化合物名称	CAS No.	液液萃取法		固相萃取法	
			方法检出限 (mg/L)	测定下限 (mg/L)	方法检出限 (mg/L)	测定下限 (mg/L)
1	2-甲基-6-乙基苯胺	24549-06-2	0.002	0.008	0.002	0.008
2	2,6-二乙基苯胺	579-66-8	0.002	0.008	0.002	0.008
3	乙草胺	34256-82-1	0.002	0.008	0.002	0.008
4	甲草胺	15972-60-8	0.002	0.008	0.002	0.008
5	异丙草胺	86763-47-5	0.002	0.008	0.002	0.008
6	异丙甲草胺	51218-45-2	0.002	0.008	0.002	0.008
7	丁草胺	23184-66-9	0.002	0.008	0.002	0.008
8	丙草胺	51218-49-6	0.002	0.008	0.002	0.008

附 录 B
(资料性附录)
双柱定性参考出峰参数

在本标准规定的色谱参考条件(8.1)下,采用双柱法定性确认,色谱柱 1, 6.3 所述参数,标准气相色谱图见图 1; 色谱柱 2, 6.4 所述参数,标准气相色谱图见图 B.1。参考出峰时间见表 B.1。



1——2-甲基-6-乙基苯胺; 2——2,6-二乙基苯胺; 3——异丙草胺; 4——乙草胺; 5——甲草胺; 6——异丙甲草胺; 7——丁草胺; 8——丙草胺。

图 B.1 8 种目标化合物参考色谱图 ($\rho=20$ mg/L, 色谱柱 2)

表 B.1 双柱定性的参考参数

序号	目标化合物 中文名	目标化合物 英文名	出峰时间 (min)	
			色谱柱 1	色谱柱 2
1	2-甲基-6-乙基苯胺	2-Methyl-6-Ethylaniline	14.303	9.153
2	2,6-二乙基苯胺	2,6-Diethylbenzenamine	14.745	10.408
3	异丙草胺	Acetochlor	20.391	17.506
4	乙草胺	Alachlor	20.597	17.234
5	甲草胺	Propisochlor	20.906	17.429
6	异丙甲草胺	Metolachlor	21.524	18.144
7	丁草胺	Butachlor	22.276	19.556
8	丙草胺	Pretilachlor	23.430	19.932

附 录 C
(资料性附录)
方法的精密度和正确度

表 C.1 液液萃取法精密度汇总表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
1	2-甲基-6-乙基苯胺	0.010	空白	0.6~7.3	6.0	0.001	0.002
			地下水	2.1~6.5	6.0	0.001	0.002
			地表水	1.3~8.9	3.1	0.001	0.001
			生活污水	2.3~12	4.1	0.001	0.001
			海水	3.6~6.1	4.0	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	2.4~5.9	5.3	0.001	0.002
		0.100	空白	1.4~6.0	3.3	0.008	0.010
			工业废水（车间排口）	1.5~9.4	9.5	0.032	0.043
		0.400	工业废水（车间排口）	0.6~7.1	5.6	0.054	0.072
		1.00	空白	1.1~7.3	6.6	0.15	0.20
			地下水	2.7~8.0	7.0	0.17	0.23
			地表水	1.0~5.3	7.0	0.16	0.22
			生活污水	1.5~10	9.0	0.21	0.29
			海水	2.0~7.3	11	0.25	0.34
			工业废水（总排口）	2.0~6.5	3.4	0.076	0.10

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
2	2,6-二乙基苯胺	0.010	空白	0.4~6.8	4.1	0.001	0.001
			地下水	0.7~5.1	7.2	0.002	0.002
			地表水	1.6~5.9	2.5	0.001	0.001
			生活污水	1.0~6.9	6.3	0.001	0.002
			海水	3.3~8.1	4.4	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	2.3~5.8	5.5	0.001	0.002
		0.100	空白	1.6~5.6	2.4	0.005	0.007
			工业废水（车间排口）	1.3~5.2	7.6	0.017	0.023
		0.400	工业废水（车间排口）	0.7~6.8	6.2	0.056	0.076
		1.00	空白	1.3~5.7	4.9	0.11	0.15
			地下水	2.2~7.9	6.7	0.16	0.21
			地表水	1.3~8.6	6.0	0.13	0.18
			生活污水	1.3~10	6.8	0.16	0.22
			海水	2.0~7.2	9.5	0.22	0.30
			工业废水（总排口）	3.1~7.5	4.1	0.091	0.12
3	乙草胺	0.010	空白	2.1~9.2	6.5	0.002	0.002
			地下水	3.1~9.7	6.1	0.002	0.002
			地表水	2.9~6.4	4.5	0.001	0.002
			生活污水	2.4~6.3	6.0	0.001	0.002
			海水	3.2~9.8	4.3	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	2.8~8.8	3.6	0.001	0.001

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
3	乙草胺	0.100	空白	2.1~5.1	5.2	0.014	0.019
			工业废水（车间排口）	1.5~6.3	9.1	0.057	0.078
		0.400	工业废水（车间排口）	0.5~7.9	8.1	0.11	0.15
		1.00	空白	1.6~8.0	5.5	0.14	0.20
			地下水	3.0~8.1	7.8	0.20	0.27
			地表水	0.6~4.5	3.7	0.099	0.13
			生活污水	2.9~11	1.5	0.040	0.055
			海水	1.3~5.7	9.1	0.24	0.33
			工业废水（总排口）	2.3~7.9	2.8	0.070	0.094
4	甲草胺	0.010	空白	1.8~6.1	5.9	0.001	0.002
			地下水	2.4~8.7	2.1	0.001	0.001
			地表水	1.9~6.5	3.4	0.001	0.001
			生活污水	1.8~6.5	11	0.003	0.004
			海水	3.1~9.6	5.9	0.001	0.002
			工业废水（总排口）	2.1~4.2	3.0	0.001	0.001
		0.100	空白	1.7~7.5	3.9	0.010	0.013
			工业废水（车间排口）	0.6~7.5	9.6	0.024	0.032
		0.400	工业废水（车间排口）	0.3~7.2	7.6	0.072	0.097
		1.00	空白	1.1~5.0	8.1	0.21	0.28
			地下水	2.4~8.2	6.2	0.15	0.21
			地表水	1.2~6.6	3.8	0.10	0.14

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
4	甲草胺	1.00	生活污水	3.2~11	6.4	0.17	0.23
			海水	1.6~7.0	5.0	0.13	0.17
			工业废水（总排口）	2.3~6.5	3.9	0.097	0.13
5	异丙草胺	0.010	空白	1.8~6.6	4.8	0.001	0.002
			地下水	2.5~8.5	8.1	0.002	0.003
			地表水	1.7~6.1	4.5	0.001	0.001
			生活污水	2.9~7.0	6.8	0.002	0.002
			海水	3.4~7.7	9.1	0.002	0.003
			工业废水（总排口）	2.8~5.9	5.5	0.001	0.002
		0.100	空白	1.9~5.5	2.5	0.006	0.009
			工业废水（车间排口）	1.0~6.3	7.7	0.019	0.025
		0.400	工业废水（车间排口）	0.3~6.5	10	0.097	0.132
		1.00	空白	1.5~5.8	8.9	0.22	0.30
			地下水	1.5~8.3	11	0.26	0.35
			地表水	3.4~6.5	6.2	0.16	0.22
			生活污水	2.8~9.6	11	0.28	0.37
			海水	2.5~5.4	7.7	0.19	0.25
			工业废水（总排口）	2.5~7.5	4.0	0.10	0.14
6	异丙甲草胺	0.010	空白	1.9~6.4	3.0	0.001	0.001
			地下水	1.1~5.2	7.7	0.002	0.003
			地表水	2.6~6.0	3.1	0.001	0.001

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
6	异丙甲草胺	0.010	生活污水	1.7~6.9	6.9	0.002	0.002
			海水	1.6~8.2	7.3	0.002	0.003
			工业废水（总排口）	2.7~4.0	2.1	0.001	0.001
		0.100	空白	2.2~5.7	2.8	0.007	0.010
			工业废水（车间排口）	0.8~8.2	3.9	0.010	0.013
		0.400	工业废水（车间排口）	0.4~6.9	7.4	0.071	0.096
		1.00	空白	1.1~4.8	3.5	0.091	0.12
			地下水	1.8~8.3	5.5	0.14	0.19
			地表水	1.1~5.6	2.4	0.064	0.087
			生活污水	1.2~11	2.4	0.065	0.087
			海水	2.3~5.6	7.6	0.20	0.27
			工业废水（总排口）	3.4~5.8	4.2	0.11	0.14
7	丁草胺	0.010	空白	1.9~8.2	6.3	0.002	0.002
			地下水	2.4~6.3	7.3	0.002	0.002
			地表水	1.6~5.4	4.9	0.001	0.002
			生活污水	1.9~8.8	7.5	0.002	0.002
			海水	1.9~6.9	9.4	0.002	0.003
			工业废水（总排口）	2.6~7.6	3.2	0.001	0.001
		0.100	空白	1.4~6.3	3.7	0.009	0.013
			工业废水（车间排口）	0.6~6.4	7.9	0.019	0.026
		0.400	工业废水（车间排口）	0.3~6.2	9.7	0.094	0.13

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
7	丁草胺	1.00	空白	0.6~4.8	7.3	0.18	0.24
			地下水	1.7~8.1	7.6	0.18	0.25
			地表水	1.2~6.4	5.4	0.14	0.19
			生活污水	1.9~11	4.0	0.11	0.14
			海水	2.1~7.6	5.7	0.15	0.20
			工业废水（总排口）	2.4~5.1	3.8	0.094	0.13
8	丙草胺	0.010	空白	2.0~7.0	5.8	0.001	0.002
			地下水	0.8~6.0	6.2	0.002	0.002
			地表水	1.2~5.9	2.4	0.001	0.001
			生活污水	0.8~7.7	7.3	0.002	0.002
			海水	2.1~7.2	8.3	0.002	0.003
			工业废水（总排口）	2.6~6.5	6.0	0.001	0.002
		0.100	空白	1.3~6.5	6.0	0.015	0.021
			工业废水（车间排口）	1.1~6.1	7.5	0.019	0.025
		0.400	工业废水（车间排口）	2.4~6.9	7.6	0.072	0.098
		1.00	空白	1.7~6.4	6.5	0.17	0.23
			地下水	2.0~8.2	6.5	0.16	0.22
			地表水	1.1~6.5	3.6	0.093	0.13
			生活污水	1.9~11	3.3	0.086	0.12
			海水	2.0~5.3	3.3	0.084	0.11
			工业废水（总排口）	2.6~12	5.4	0.14	0.18

表 C.2 液液萃取法正确度汇总表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
1	2-甲基-6-乙基 苯胺	0.010	空白	74.8~86.6	81.3	5.2	81.3±11
			地下水	76.2~90.6	84.2	5.8	84.2±12
			地表水	80.2~86.7	83.2	3.1	83.2±6.2
			生活污水	77.5~86.5	81.7	4.2	81.7±8.4
			海水	80.4~90.2	86.4	4.0	86.4±8.0
			工业废水（总排口）	71.7~83.9	79.3	5.3	79.3±11
		0.100	空白	77.3~84.4	82.0	3.3	82.0±6.6
			工业废水（车间排口）	74.0~97.0	81.8	10	81.8±21
		0.400	工业废水（车间排口）	73.2~83.5	75.9	5.1	75.9±11
		1.00	空白	73.5~89.6	81.5	6.6	81.5±14
			地下水	77.5~93.6	85.0	6.8	85.0±14
			地表水	74.0~90.0	84.5	7.1	84.5±15
			生活污水	74.6~93.6	84.5	9.0	84.5±18
			海水	72.0~95.0	83.3	11	83.3±22
			工业废水（总排口）	76.1~82.8	79.4	3.4	79.4±6.8
2	2,6-二乙基苯 胺	0.010	空白	75.5~85.0	79.4	4.1	79.4±8.2
			地下水	73.7~89.1	81.3	7.2	81.3±15
			地表水	81.5~86.4	83.6	2.5	83.6±5.1
			生活污水	75.8~86.9	81.0	6.0	81.0±12
			海水	78.8~89.4	83.4	4.4	83.4±9.0
			工业废水（总排口）	74.5~85.5	80.7	5.5	80.7±11
		0.100	空白	77.4~82.1	79.5	2.4	79.5±4.8

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
2	2,6-二乙基苯胺	0.100	工业废水（车间排口）	73.2~89.2	81.7	7.6	81.7±16
		0.400	工业废水（车间排口）	73.7~86.9	80.9	6.2	80.9±13
		1.00	空白	77.3~85.9	81.7	4.9	81.7±10
			地下水	76.7~89.0	82.8	7.1	82.8±15
			地表水	73.3~85.4	81.6	6.0	81.6±12
			生活污水	77.6~92.7	85.7	6.8	85.7±14
			海水	72.4~92.7	82.7	9.5	82.7±20
			工业废水（总排口）	75.8~86.9	80.0	4.1	80.0±8.2
3	乙草胺	0.010	空白	81.1~96.4	90.0	6.3	90.0±13
			地下水	84.3~100	90.6	6.1	90.6±13
			地表水	87.1~100	94.1	4.5	94.1±9.0
			生活污水	78.1~93.3	87.0	6.5	87.0±13
			海水	84.6~94.5	88.8	4.3	88.8±8.6
			工业废水（总排口）	83.4~89.7	84.9	3.6	84.9±7.2
		0.100	空白	88.2~103	94.6	5.2	94.6±11
			工业废水（车间排口）	72.5~87.8	83.1	6.9	83.1±14
		0.400	工业废水（车间排口）	70.4~99.3	83.3	14	83.3±28
		1.00	空白	86.0~98.4	92.8	5.5	92.8±12
			地下水	78.8~99.4	92.6	8.1	92.6±17
			地表水	91.8~100	94.2	3.3	94.2±6.6
			生活污水	92.9~97.0	95.4	1.5	95.4±3.1
			海水	81.6~106	94.6	9.1	94.6±19

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
3	乙草胺	1.00	工业废水（总排口）	83.6~90.5	87.4	2.8	87.4±5.6
4	甲草胺	0.010	空白	80.9~93.1	87.5	5.9	87.5±12
			地下水	88.7~93.3	91.0	2.1	91.0±4.2
			地表水	88.7~96.4	93.1	3.4	93.1±6.4
			生活污水	73.2~94.0	84.9	8.9	84.9±18
			海水	83.6~94.8	88.9	5.4	88.9±11
			工业废水（总排口）	87.3~90.1	86.2	3.0	86.2±6.1
		0.100	空白	83.0~92.3	89.9	3.9	89.9±7.8
			工业废水（车间排口）	74.6~101	88.6	9.6	88.6±20
		0.400	工业废水（车间排口）	75.0~92.1	84.7	7.6	84.7±16
		1.00	空白	86.5~107	92.6	8.1	92.6±17
			地下水	78.5~93.1	88.1	6.2	88.1±13
			地表水	92.2~96.9	94.9	1.9	94.9±3.8
			生活污水	86.9~101	93.2	6.4	93.2±13
			海水	82.4~95.2	91.3	5.0	91.3±10
			工业废水（总排口）	84.5~93.9	87.9	3.9	87.9±7.8
5	异丙草胺	0.010	空白	85.0~97.1	90.4	4.8	90.4±9.9
			地下水	79.7~96.7	87.6	8.1	87.6±17
			地表水	80.3~92.1	87.1	4.5	87.1±9.1
			生活污水	82.2~95.5	88.0	6.4	88.0±13
			海水	76.5~93.4	85.5	7.5	85.5±16
			工业废水（总排口）	80.9~94.7	87.7	5.5	87.7±11

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
5	异丙草胺	0.100	空白	86.6~92.9	90.6	2.5	90.6±5.1
			工业废水（车间排口）	74.2~91.8	86.2	7.7	86.2±16
		0.400	工业废水（车间排口）	75.8~95.2	85.6	10	85.6±21
		1.00	空白	72.1~92.9	87.5	8.9	87.5±18
			地下水	81.9~99.1	89.0	7.2	89.0±15
			地表水	85.5~99.7	92.9	5.4	92.9±11
			生活污水	76.3~93.9	90.8	11	90.8±22
			海水	76.3~93.9	87.3	7.7	87.3±16
			工业废水（总排口）	85.3~94.9	89.2	4.0	89.2±8.1
6	异丙甲草胺	0.010	空白	89.1~97.0	93.8	3.0	93.8±6.0
			地下水	79.2~98.4	93.7	7.7	93.7±16
			地表水	88.1~96.1	92.1	3.1	92.1±6.3
			生活污水	82.3~97.3	89.7	7.5	89.7±15
			海水	79.0~95.3	89.5	7.0	89.5±15
			工业废水（总排口）	86.2~91.4	89.5	2.1	89.5±4.3
		0.100	空白	88.2~94.7	92.0	2.8	92.0±5.6
			工业废水（车间排口）	84.4~91.9	89.3	3.9	89.3±7.8
		0.400	工业废水（车间排口）	79.6~95.1	85.7	7.4	85.7±15
		1.00	空白	72.1~92.9	87.5	8.9	87.5±18
			地下水	81.9~95.7	91.3	5.5	91.3±11
			地表水	90.8~105	96.5	4.9	96.5±10
			生活污水	92.0~97.7	95.3	2.4	95.3±4.9

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
6	异丙甲草胺	1.00	海水	86.2~107	94.5	7.6	94.5±16
			工业废水（总排口）	84.9~94.6	89.5	4.2	89.5±8.4
7	丁草胺	0.010	空白	79.3~95.7	87.9	6.3	87.9±13
			地下水	77.9~94.8	88.4	7.3	88.4±15
			地表水	85.5~97.2	90.3	4.9	90.3±10
			生活污水	78.8~95.9	88.0	7.4	88.0±15
			海水	74.2~96.1	87.9	9.3	87.9±19
			工业废水（总排口）	77.7~89.3	85.0	4.8	85.0±10
		0.100	空白	83.8~92.6	89.4	3.7	89.4±7.4
			工业废水（车间排口）	72.6~91.0	86.3	7.9	86.3±16
		0.400	工业废水（车间排口）	76.9~98.1	86.6	9.7	86.6±20
		1.00	空白	77.1~94.5	87.4	7.3	87.4±15
			地下水	78.1~93.9	86.6	7.5	86.6±15
			地表水	87.2~98.1	93.3	4.4	93.3±8.8
			生活污水	86.8~97.6	92.8	4.0	92.8±8.1
			海水	82.1~97.3	91.9	5.7	91.9±12
			工业废水（总排口）	84.0~92.6	87.8	3.8	87.8±7.4
8	丙草胺	0.010	空白	81.7~95.4	88.7	5.8	88.7±12
			地下水	82.0~95.6	89.0	6.2	89.0±13
			地表水	92.4~98.7	94.9	2.4	94.9±4.8
			生活污水	81.0~92.3	87.0	5.9	87.0±12
			海水	76.1~98.0	88.1	8.3	88.1±17

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
8	丙草胺	0.010	工业废水（总排口）	81.6~95.5	88.7	6.0	88.7±13
		0.100	空白	84.3~100	92.0	6.0	92.0±12
			工业废水（车间排口）	77.1~94.7	89.1	7.5	89.1±16
		0.400	工业废水（车间排口）	75.0~91.3	84.2	7.6	84.2±16
		1.00	空白	84.4~101	91.5	6.5	91.5±14
			地下水	80.9~94.9	90.0	6.2	90.0±13
			地表水	92.4~98.7	93.9	2.2	93.9±4.3
			生活污水	87.5~95.7	90.7	3.3	90.7±6.6
			海水	84.6~92.5	93.5	3.3	93.5±6.6
			工业废水（总排口）	93.8~95.6	89.9	5.4	89.9±11

表 C.3 固相萃取法精密度汇总表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
1	2-甲基-6-乙基苯胺	0.010	空白	4.0~8.6	2.3	0.001	0.001
			地下水	4.6~9.8	4.3	0.001	0.001
			地表水	5.1~9.3	3.7	0.001	0.001
			生活污水	3.5~7.5	4.2	0.001	0.001
			海水	3.1~7.5	4.5	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	3.1~8.7	5.5	0.001	0.001
		0.100	空白	4.5~8.0	3.2	0.007	0.010
			工业废水（车间排口）	4.0~8.4	7.1	0.017	0.023
		0.400	工业废水（车间排口）	4.5~9.0	4.6	0.043	0.059
		1.00	空白	6.0~6.9	4.9	0.11	0.15
			地下水	3.1~7.6	7.1	0.093	0.13
			地表水	4.6~7.8	3.2	0.088	0.12
			生活污水	4.1~8.2	5.0	0.078	0.11
			海水	2.6~6.2	7.3	0.18	0.24
			工业废水（总排口）	4.8~8.7	5.3	0.11	0.14
2	2,6-二乙基苯胺	0.010	空白	4.1~8.3	2.3	0.001	0.001
			地下水	4.4~7.3	4.3	0.001	0.001
			地表水	4.4~9.0	3.7	0.001	0.001
			生活污水	2.8~8.5	4.2	0.001	0.001
			海水	4.3~10	4.5	0.001	0.001

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
2	2,6-二乙基苯胺	0.010	工业废水（总排口）	4.6~6.8	5.5	0.001	0.001
		0.100	空白	4.9~9.2	2.4	0.005	0.007
			工业废水（车间排口）	2.7~5.7	0.7	0.006	0.008
		0.400	工业废水（车间排口）	3.2~6.8	8.4	0.072	0.098
		1.00	空白	2.6~6.9	4.8	0.11	0.14
			地下水	3.1~8.8	4.9	0.16	0.22
			地表水	3.6~7.8	4.1	0.074	0.10
			生活污水	5.2~8.5	4.3	0.12	0.17
			海水	3.5~6.3	7.9	0.17	0.23
			工业废水（总排口）	2.8~9.0	5.0	0.12	0.167
3	乙草胺	0.010	空白	3.2~8.6	3.7	0.001	0.001
			地下水	2.5~9.1	2.2	0.001	0.001
			地表水	4.3~7.6	1.1	0.001	0.001
			生活污水	4.5~8.6	4.6	0.001	0.002
			海水	2.2~9.2	3.5	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	3.3~7.5	3.7	0.001	0.001
		0.100	空白	5.7~8.7	4.7	0.012	0.016
			工业废水（车间排口）	5.3~12	6.8	0.016	0.022
		0.400	工业废水（车间排口）	5.4~8.8	4.0	0.084	0.11
		1.00	空白	3.1~5.6	5.5	0.14	0.19
			地下水	4.0~7.5	4.0	0.98	0.13
			地表水	3.2~7.7	5.5	0.14	0.19

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
3	乙草胺	1.00	生活污水	3.7~6.5	5.8	0.15	0.20
			海水	4.3~6.1	6.0	0.15	0.20
			工业废水（总排口）	3.3~7.0	4.7	0.12	0.16
4	甲草胺	0.010	空白	3.2~7.7	3.5	0.001	0.001
			地下水	4.6~6.9	1.7	0.001	0.001
			地表水	3.3~7.5	2.2	0.001	0.001
			生活污水	3.2~7.0	1.9	0.001	0.001
			海水	5.1~7.9	1.5	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	3.0~7.2	2.8	0.001	0.001
		0.100	空白	3.1~8.9	2.8	0.007	0.009
			工业废水（车间排口）	1.2~6.2	3.3	0.008	0.011
		0.400	工业废水（车间排口）	4.3~6.3	4.0	0.037	0.050
		1.00	空白	2.8~7.3	5.4	0.14	0.19
			地下水	2.9~5.4	3.3	0.080	0.11
			地表水	2.7~8.7	3.0	0.072	0.98
			生活污水	3.5~8.4	3.3	0.080	0.11
			海水	3.2~6.5	4.0	0.099	0.13
			工业废水（总排口）	4.5~9.4	3.5	0.084	0.11
5	异丙草胺	0.010	空白	4.0~7.4	3.5	0.001	0.001
			地下水	4.4~8.0	2.3	0.001	0.001
			地表水	5.7~9.4	1.7	0.001	0.001
			生活污水	3.3~8.0	1.8	0.001	0.001

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
6	异丙甲草胺	0.010	海水	3.9~8.6	3.9	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	5.4~8.1	3.0	0.001	0.001
		0.100	空白	5.5~10	3.6	0.009	0.012
			工业废水（车间排口）	3.6~6.5	3.0	0.007	0.011
		0.400	工业废水（车间排口）	5.7~8.3	3.3	0.030	0.041
		1.00	空白	3.1~6.0	2.0	0.052	0.071
			地下水	3.6~6.8	0.9	0.024	0.032
			地表水	3.3~6.8	1.2	0.031	0.042
			生活污水	2.8~9.6	1.6	0.042	0.056
			海水	3.8~6.4	3.4	0.086	0.12
			工业废水（总排口）	4.3~6.7	1.8	0.046	0.062
6	异丙甲草胺	0.010	空白	2.5~7.7	1.3	0.001	0.001
			地下水	3.3~7.7	1.7	0.001	0.001
			地表水	4.3~9.8	1.1	0.001	0.001
			生活污水	5.1~7.8	2.8	0.001	0.001
			海水	3.6~13	2.6	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	5.2~7.3	2.1	0.001	0.001
		0.100	空白	3.8~7.9	2.6	0.006	0.009
			工业废水（车间排口）	2.5~7.1	2.0	0.005	0.007
		0.400	工业废水（车间排口）	5.6~6.8	9.1	0.080	0.11
		1.00	空白	3.9~5.9	3.1	0.078	0.11
			地下水	3.3~8.0	2.0	0.050	0.067

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
6	异丙甲草胺	1.00	地表水	2.4~5.5	2.1	0.052	0.070
			生活污水	3.9~7.5	3.0	0.075	0.10
			海水	2.9~6.6	3.2	0.084	0.11
			工业废水（总排口）	2.5~6.8	5.4	0.059	0.080
7	丁草胺	0.010	空白	1.7~7.5	1.7	0.001	0.001
			地下水	5.5~8.3	1.2	0.001	0.001
			地表水	3.3~8.6	1.4	0.001	0.001
			生活污水	5.4~8.8	1.4	0.001	0.001
			海水	5.5~13	4.1	0.001	0.001
			工业废水（总排口）	3.4~9.4	2.9	0.001	0.001
		0.100	空白	3.3~13	4.3	0.01	0.014
			工业废水（车间排口）	2.0~4.7	0.9	0.002	0.003
		0.400	工业废水（车间排口）	4.5~10	4.9	0.044	0.060
		1.00	空白	2.9~6.4	7.4	0.11	0.15
			地下水	4.1~7.2	3.6	0.09	0.12
			地表水	3.9~7.3	4.9	0.12	0.17
			生活污水	2.5~7.3	3.9	0.98	0.13
			海水	3.7~7.3	5.1	0.13	0.17
			工业废水（总排口）	5.0~7.6	4.5	0.11	0.15
8	丙草胺	0.010	空白	2.0~5.6	6.4	0.002	0.002
			地下水	0.8~3.8	5.5	0.001	0.002
			地表水	2.5~5.3	8.1	0.002	0.003

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
8	丙草胺	0.010	生活污水	2.4~6.3	5.5	0.001	0.002
			海水	2.9~6.3	6.1	0.002	0.002
			工业废水（总排口）	2.1~7.3	7.2	0.002	0.002
		0.100	空白	4.8~8.4	3.5	0.009	0.012
			工业废水（车间排口）	3.1~6.1	2.7	0.007	0.009
		0.400	工业废水（车间排口）	4.9~9.1	5.1	0.047	0.063
		1.00	空白	2.2~5.8	3.8	0.097	0.13
			地下水	3.0~7.7	3.3	0.085	0.12
			地表水	2.9~5.4	3.5	0.089	0.12
			生活污水	3.5~7.5	2.8	0.071	0.096
			海水	3.1~6.0	3.8	0.098	0.13
			工业废水（总排口）	3.1~6.0	2.4	0.060	0.082

表 C.4 固相萃取法正确度汇总表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{x}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
1	2-甲基-6-乙基苯胺	0.010	空白	83.7~88.0	85.3	1.7	85.3±3.4
			地下水	84.3~90.4	87.3	2.5	87.3±5.1
			地表水	83.5~89.4	86.1	2.7	86.1±5.4
			生活污水	80.3~88.0	83.8	3.3	83.8±6.6
			海水	82.2~89.2	86.1	2.8	86.1±5.6
			工业废水 (总排口)	78.8~89.0	84.6	4.8	84.6±9.6
		0.100	空白	79.6~85.7	81.9	2.7	81.9±5.5
			工业废水 (车间排口)	86.3~94.2	91.8	3.2	91.8±6.4
		0.400	工业废水 (车间排口)	75.1~85.1	81.9	4.4	81.9±8.7
		1.00	空白	77.1~87.8	82.0	4.9	82.0±9.8
			地下水	76.2~86.6	80.3	4.8	80.3±9.6
			地表水	76.3~84.8	79.4	4.0	79.4±7.9
			生活污水	76.9~82.3	79.6	3.5	79.6±7.0
			海水	77.5~93.6	81.6	7.7	81.6±16
			工业废水 (总排口)	75.7~84.4	79.6	4.8	79.6±9.5
2	2,6-二乙基苯胺	0.010	空白	81.6~88.1	84.0	2.7	84.0±5.4
			地下水	80.0~89.2	84.8	3.9	84.8±7.8
			地表水	81.3~87.9	84.6	3.1	84.6±6.2
			生活污水	79.5~86.7	82.9	3.9	82.9±7.8
			海水	78.5~87.1	84.6	4.2	84.6±8.4
			工业废水 (总排口)	77.2~88.2	83.3	4.6	83.3±9.2

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{x}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
2	2,6-二乙基苯胺	0.100	空白	77.7~80.1	78.9	1.1	78.9±2.2
			工业废水 (车间排口)	88.3~94.2	93.4	2.3	93.4±4.6
		0.400	工业废水 (车间排口)	74.9~89.6	79.8	11	79.8±22
		1.00	空白	77.8~88.1	80.9	4.7	80.9±9.4
			地下水	76.6~90.7	82.8	7.6	82.8±16
			地表水	76.1~83.3	78.8	3.3	78.8±6.6
			生活污水	76.0~86.2	81.0	5.4	81.0±11
			海水	75.9~92.6	81.6	7.5	81.6±15
			工业废水 (总排口)	75.4~85.0	80.1	5.5	80.1±11
3	乙草胺	0.010	空白	84.1~93.7	89.6	3.7	89.6±7.5
			地下水	87.7~92.6	90.7	2.2	90.7±4.4
			地表水	88.7~91.2	90.4	1.1	90.4±2.2
			生活污水	82.9~94.5	90.6	4.6	90.6±9.2
			海水	84.0~93.3	89.8	3.5	89.8±7.1
			工业废水 (总排口)	83.3~92.5	89.1	3.7	89.1±7.4
		0.100	空白	83.1~92.8	89.1	4.7	89.1±9.4
			工业废水 (车间排口)	77.8~91.1	85.0	6.8	85.0±14
		0.400	工业废水 (车间排口)	79.2~95.2	85.7	8.8	85.7±18
		1.00	空白	83.0~95.8	89.2	5.5	89.2±11
			地下水	84.7~93.4	88.7	4.1	88.7±8.2
			地表水	84.0~95.8	88.2	5.5	88.2±12
			生活污水	84.0~93.3	88.6	5.8	88.6±12

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{x}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
3	乙草胺	1.00	海水	83.0~95.1	87.8	6.0	87.8±12
			工业废水 (总排口)	84.2~93.7	89.6	4.7	89.6±9.4
4	甲草胺	0.010	空白	87.4~95.2	90.9	3.5	90.9±7.0
			地下水	88.6~92.8	89.9	1.7	89.9±3.3
			地表水	88.5~93.6	90.7	2.2	90.7±4.4
			生活污水	88.0~92.9	91.3	1.9	91.3±3.7
			海水	87.8~91.1	89.7	1.5	89.7±2.9
			工业废水 (总排口)	88.2~95.4	91.1	2.8	91.1±5.7
		0.100	空白	87.7~94.2	89.9	2.8	89.9±5.5
			工业废水 (车间排口)	82.3~90.0	86.6	3.3	86.6±6.5
		0.400	工业废水 (车间排口)	78.1~86.5	81.9	4.0	81.9±8.0
		1.00	空白	83.8~97.7	91.2	5.4	91.2±11
			地下水	84.4~91.1	86.9	3.7	86.9±7.3
			地表水	83.7~91.1	86.9	3.0	86.9±5.9
			生活污水	83.8~91.1	89.7	1.5	89.7±2.9
			海水	84.1~93.3	87.6	4.0	87.6±8.1
			工业废水 (总排口)	83.2~90.0	87.1	3.5	87.1±6.9
5	异丙草胺	0.010	空白	88.5~97.8	93.6	3.5	93.6±7.0
			地下水	87.7~93.0	91.0	2.3	91.0±4.7
			地表水	91.4~95.3	93.4	1.7	93.4±3.4
			生活污水	92.3~97.4	94.6	1.8	94.6±3.7
			海水	87.7~97.6	94.3	3.9	94.3±7.7

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{x}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
5	异丙草胺	0.010	工业废水 (总排口)	88.1~95.2	92.5	3.0	92.5±5.9
		0.100	空白	84.6~92.8	89.6	3.6	89.6±7.1
			工业废水 (车间排口)	82.0~89.5	85.8	3.0	85.8±6.0
		0.400	工业废水 (车间排口)	78.0~84.3	79.8	3.3	79.8±6.7
		1.00	空白	90.2~94.6	92.0	2.0	92.0±4.1
			地下水	89.8~91.9	90.6	0.9	90.6±1.8
			地表水	89.0~92.1	89.9	1.2	89.9±2.5
			生活污水	89.0~92.4	90.5	1.6	90.5±3.3
			海水	88.0~96.5	91.0	3.4	91.0±6.8
			工业废水 (总排口)	88.1~91.8	90.1	1.8	90.1±3.7
6	异丙甲草胺	0.010	空白	92.2~95.6	93.6	1.3	93.6±2.7
			地下水	90.4~94.4	92.6	1.7	92.6±3.3
			地表水	93.8~96.6	94.7	1.1	94.7±2.1
			生活污水	89.2~96.1	94.0	2.8	94.0±5.5
			海水	91.5~98.5	94.3	2.6	94.3±5.2
			工业废水 (总排口)	91.3~96.0	93.5	2.1	93.5±4.2
		0.100	空白	87.3~93.4	90.4	2.6	90.4±5.1
			工业废水 (车间排口)	84.5~89.2	86.6	2.0	86.6±4.0
		0.400	工业废水 (车间排口)	78.3~86.7	81.5	4.3	81.5±8.7
		1.00	空白	87.5~95.8	91.2	3.1	91.2±6.1
			地下水	88.4~93.8	90.6	2.6	90.6±5.1
			地表水	87.5~92.3	90.2	2.1	90.2±4.1

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{p}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
6	异丙甲草胺	1.00	生活污水	86.9~93.5	90.1	3.0	90.1±6.0
			海水	87.5~96.0	91.7	3.3	91.7±6.6
			工业废水 (总排口)	88.1~93.6	90.0	2.3	90.0±4.7
7	丁草胺	0.010	空白	88.3~93.0	90.8	1.7	90.8±3.5
			地下水	89.2~92.1	90.8	1.2	90.8±2.5
			地表水	87.6~90.9	89.0	1.4	89.0±2.8
			生活污水	87.9~91.4	90.4	1.4	90.4±2.8
			海水	85.4~95.9	90.1	4.1	90.1±8.2
			工业废水 (总排口)	83.5~93.5	90.7	2.9	90.7±5.8
		0.100	空白	88.5~95.3	86.7	4.3	86.7±8.6
			工业废水 (车间排口)	84.5~86.4	85.4	0.9	85.4±1.8
		0.400	工业废水 (车间排口)	77.8~87.8	80.8	4.9	80.8±9.7
		1.00	空白	84.5~94.5	90.9	4.4	90.9±8.7
			地下水	83.3~92.0	89.7	3.7	89.7±7.4
			地表水	82.5~92.8	89.2	4.9	89.2±9.7
			生活污水	84.1~92.8	90.2	3.9	90.2±7.7
			海水	83.8~95.8	89.2	5.1	89.2±11
			工业废水 (总排口)	83.5~93.5	89.3	4.5	89.3±8.9
8	丙草胺	0.010	空白	81.7~97.3	92.3	6.4	92.3±13
			地下水	83.4~97.6	93.5	5.5	93.5±11
			地表水	81.0~97.8	91.7	8.1	91.7±17
			生活污水	82.8~96.8	93.0	5.5	93.0±11

续表

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	样品类型	加标回收率范围 (%)	加标回收率平均值 (%)	$S_{\bar{x}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
8	丙草胺	0.010	海水	82.9~98.3	94.5	6.1	94.5±13
			工业废水 (总排口)	82.2~96.9	91.5	7.2	91.5±15
		0.100	空白	88.2~96.6	91.7	3.5	91.7±7.1
			工业废水 (车间排口)	83.5~89.8	87.1	2.7	87.1±5.4
		0.400	工业废水 (车间排口)	77.3 ~ 87.7	81.2	5.1	81.2±11
		1.00	空白	86.9~94.7	91.2	3.8	91.2±7.8
			地下水	87.1~94.7	91.6	3.2	91.6±6.4
			地表水	85.1~94.0	91.0	3.5	91.0±7.0
			生活污水	85.4~92.3	89.9	2.8	89.9±5.6
			海水	86.8~94.8	91.6	3.8	91.6±7.7
			工业废水 (总排口)	86.6~92.1	89.2	2.4	89.2±4.8