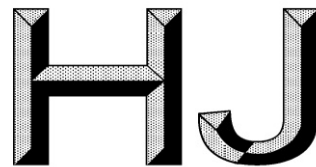


ICS 13.060.50

CCS Z 10



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1488—2026

水质 8种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of 8 amide pesticides
—Gas chromatography-mass spectrometry

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-08-12发布

2027-01-01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 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品	3
7 分析步骤	4
8 结果计算与表示.....	6
9 准确度	7
10 质量保证和质量控制.....	9
附录A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限	10
附录B（资料性附录） 目标化合物、内标及替代物的测定参数	11
附录C（资料性附录） 方法的准确度	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国生态环境法典》《生态环境监测条例》等法律法规的规定，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中酰胺类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 8 种酰胺类农药的气相色谱-质谱法。

本标准为首次发布。

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：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。

本标准验证单位：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、武汉智惠国测检测科技有限公司和杭州谱育检测有限公司。

本标准生态环境部 2026年8月12日批准。

本标准自 2027年1月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 8 种酰胺类农药的测定 气相色谱-质谱法

警告：实验中所使用的有机溶剂及标准物质均为有毒有害物质，溶液配制和样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中 8 种酰胺类农药的气相色谱-质谱法。

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。

采用液液萃取法，取样体积为 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 $\mu\text{g/L}$ ；采用固相萃取法，取样体积为 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 $\mu\text{g/L}$ 。详见附录 A。

2 规范性引用文件

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

GB 17378.3 海洋监测规范第 3 部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

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。

4 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。

4.1 盐酸（HCl）： $\rho=1.18\text{ g/mL}$ ， $w\in[36.0\%, 38.0\%]$ 。

4.2 氢氧化钠（NaOH）：优级纯。

4.3 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）：农残级。

4.4 正己烷（ C_6H_{14} ）：农残级。

4.5 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：农残级。

4.6 乙酸乙酯（ $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ ）：农残级。

4.7 甲醇（ CH_4O ）：色谱纯。

4.8 氯化钠 (NaCl)。

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密封，于干燥器中保存。

4.9 无水硫酸钠 (Na₂SO₄)。

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密封，于干燥器中保存。

4.10 盐酸溶液。

盐酸 (4.1) 和水按 1:1 体积比混合。

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

称取 40 g 氢氧化钠 (4.2) 溶于水，定容至 100 mL。

4.12 丙酮-正己烷混合溶剂。

丙酮 (4.3) 和正己烷 (4.4) 按 1:19 体积比混合。

4.13 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂。

乙酸乙酯 (4.6) 和二氯甲烷 (4.5) 按 1:19 体积比混合。

4.14 酰胺类农药标准贮备液： $\rho=1\ 000 \text{ mg/L}$ 。

购买市售有证标准溶液，目标化合物包括乙草胺、异丙草胺、甲草胺、敌稗、异丙甲草胺、杀草丹、丁草胺和丙草胺，溶剂为甲醇，按照标准溶液证书要求保存。

4.15 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 (4.12) 稀释酰胺类农药标准贮备液 (4.14)，4℃以下密封避光冷藏，可保存 1 个月。

4.16 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 (4.12) 稀释酰胺类农药标准使用液 I (4.15)。临用现配。

4.17 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，按照标准溶液证书要求保存。

4.18 内标物标准溶液： $\rho=100 \text{ mg/L}$ 。

内标物选用异丙甲草胺-*d*₆，市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

4.19 净化柱。

市售佛罗里硅土柱、氨基柱或具有同等净化性能的净化柱，1 000 mg/6 mL 或等效规格。

4.20 固相萃取柱。

市售 C₁₈ 小柱，500 mg/6 mL，或其他具有同等萃取性能的固相萃取柱。

4.21 氮气：纯度≥99.99%。

4.22 氦气：纯度≥99.999%。

5 仪器和设备

5.1 采样瓶：至少 500 mL，具塞棕色玻璃瓶。

5.2 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。

5.3 色谱柱：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，或其他等效毛细管色谱柱。

5.4 固相萃取装置。

5.5 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪或其他同等性能的设备。

5.6 分液漏斗：500 mL，玻璃材质，具聚四氟乙烯旋塞。

5.7 滤膜：孔径 0.45 μm，醋酸纤维或其他等效材质。

5.8 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 和 HJ 442.3 的相关规定进行样品的采集。用采样瓶(5.1)采集样品,用盐酸溶液(4.10)或氢氧化钠溶液(4.11)调节样品的 pH 值至 6~8,于 4℃以下密封、避光保存。若分析敌稗,应在 4 d 内完成萃取,若不分析敌稗,可 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。

6.2 试样的制备

6.2.1 液液萃取法

6.2.1.1 萃取

样品恢复至室温并摇匀,量取 200 mL 至分液漏斗(5.6)中,依次加入 5 g~10 g 氯化钠(4.8)、20.0 μL 替代物标准溶液(4.17)和 15 mL 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂(4.13),振摇 5 min (注意放气),静置分层,收集有机相。再向水相中加入 15 mL 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂(4.13),重复萃取一次,将两次有机相合并,经无水硫酸钠(4.9)脱水,用浓缩装置(5.5)转换溶剂为正己烷(4.4)并浓缩至 1 mL 左右后待净化。

对于清洁样品,可不净化,继续浓缩至约 0.5 mL,加入 20.0 μL 内标物标准溶液(4.18),用正己烷(4.4)定容至 1.0 mL 待测。

6.2.1.2 净化

将净化柱(4.19)固定在固相萃取装置(5.4)上,依次用 10 mL 二氯甲烷(4.5)和 10 mL 正己烷(4.4)活化,保持柱头浸润。将萃取浓缩液(6.2.1.1)转移至净化柱,收集流出液,用 10 mL 二氯甲烷(4.5)洗脱,收集洗脱液,合并后用浓缩装置(5.5)转换溶剂为正己烷(4.4)并浓缩至约 0.5 mL,加入 20.0 μL 内标物标准溶液(4.18),用正己烷(4.4)定容至 1.0 mL 待测。

6.2.2 固相萃取法

6.2.2.1 预处理

样品恢复至室温并摇匀,量取 200 mL 样品,经滤膜(5.7)过滤后,加入 20.0 μL 替代物标准溶液(4.17),混匀。

6.2.2.2 活化

将固相萃取柱(4.20)固定在固相萃取装置(5.4)上,依次用 10 mL 正己烷(4.4)、10 mL 二氯甲烷(4.5)、10 mL 甲醇(4.7)和 10 mL 水活化,在活化过程中,保持液面不低于柱床。也可根据固相萃取柱使用说明进行活化。

6.2.2.3 富集

经预处理后的样品(6.2.2.1)以 5 mL/min~10 mL/min 的流速流过已活化好的固相萃取柱,用 10 mL 水淋洗固相萃取柱,弃去流出液,抽干固相萃取柱或用氮气(4.21)吹干。

6.2.2.4 洗脱和浓缩

用 6 mL 二氯甲烷 (4.5) 以 1 mL/min 的流速洗脱富集后的固相萃取柱, 收集洗脱液, 用浓缩装置 (5.5) 转换溶剂为正己烷 (4.4) 并浓缩至约 0.5 mL, 加入 20.0 μ L 内标物标准溶液 (4.18), 用正己烷 (4.4) 定容至 1.0 mL, 混匀, 待测。

6.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品, 按照与试样的制备 (6.2) 相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱条件

进样口温度: 270 $^{\circ}$ C; 进样方式: 不分流进样; 柱流量: 1.0 mL/min; 程序升温: 80 $^{\circ}$ C (保持 1 min), 以 30 $^{\circ}$ C/min 升至 190 $^{\circ}$ C, 再以 5 $^{\circ}$ C/min 升至 220 $^{\circ}$ C (保持 3 min), 再以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 280 $^{\circ}$ C (保持 2 min); 进样体积: 1.0 μ L。

7.1.2 质谱条件

离子源温度: 230 $^{\circ}$ C; 传输线温度: 280 $^{\circ}$ C; 电子轰击 (EI) 源, 离子化能量 70 eV; 溶剂延迟时间: 6.0 min; 数据采集方式: 选择离子扫描 (SIM)。定量和定性离子参见附录 B。

7.2 校准

7.2.1 标准曲线的建立

分别移取适量酰胺类农药标准使用液 I (4.15) 或酰胺类农药标准使用液 II (4.16) 和替代物标准溶液 (4.17), 用丙酮-正己烷混合溶剂 (4.12) 稀释配制成质量浓度依次为 0.200 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L 的标准系列, 加入 20.0 μ L 内标物标准溶液 (4.18), 使内标物浓度为 2.00 mg/L。也可根据仪器灵敏度或线性范围配制能够覆盖样品浓度范围的至少 5 个浓度点的标准系列。

按照仪器参考条件 (7.1), 从低浓度到高浓度依次进样分析, 得到不同浓度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。

在本标准推荐的仪器参考条件下, 目标化合物的总离子流参考色谱图见图 1。

7.2.2 平均相对响应因子法

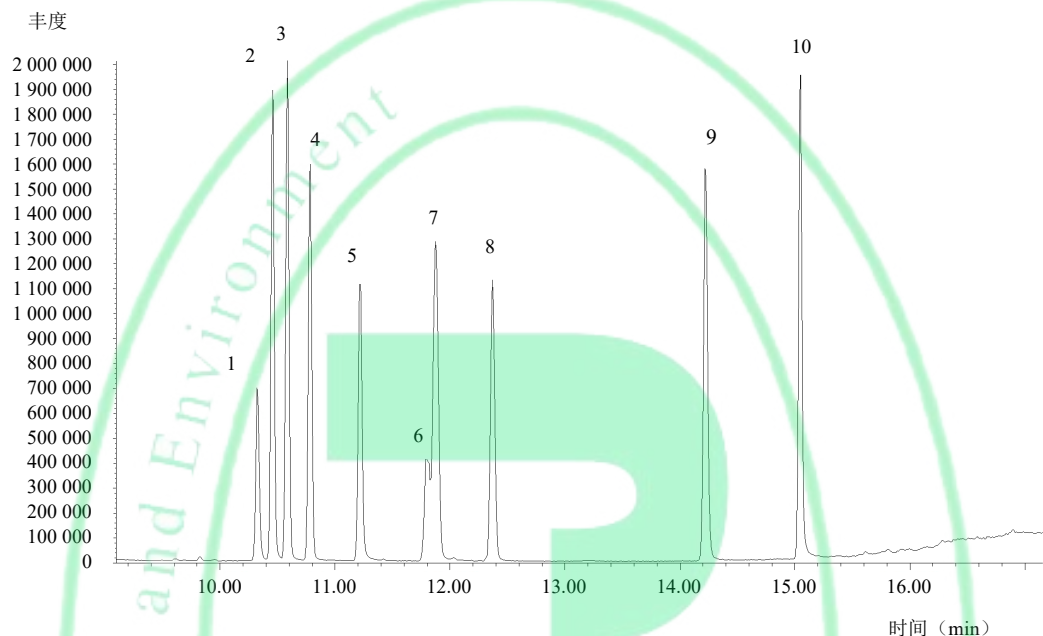
标准曲线第 i 点目标化合物 (或替代物) j 的相对响应因子, 按照公式 (1) 计算。

$$\text{RRF}_{ij} = \frac{A_{ij} \times \rho_{\text{is},i}}{A_{\text{is},i} \times \rho_{ij}} \quad (1)$$

式中: RRF_{ij} ——标准曲线中第 i 点目标化合物 (或替代物) j 的相对响应因子;

A_{ij} ——标准曲线中第 i 点目标化合物 (或替代物) j 定量离子的响应值;

- $\rho_{is,i}$ ——标准曲线中内标物的质量浓度, mg/L;
 $A_{is,i}$ ——标准曲线中第 i 点内标物定量离子的响应值;
 ρ_{ij} ——标准曲线中第 i 点目标化合物 (或替代物) j 的质量浓度, mg/L。



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); 7——异丙甲草胺; 8——杀草丹; 9——丁草胺; 10——丙草胺。

图1 酰胺类农药的总离子流参考色谱图 ($\rho=10.0$ mg/L)

目标化合物 (或替代物) j 的平均相对响应因子, 按照公式 (2) 计算。

$$\overline{RRF_j} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_{ij}}{n} \quad (2)$$

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

RRF_{ij} ——标准曲线中第 i 点目标化合物 (或替代物) j 的相对响应因子;

n ——标准曲线点数。

RRF 的标准偏差, 按照公式 (3) 计算。

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

式中: SD ——RRF 的标准偏差;

RRF_{ij} ——标准曲线中第 i 点目标化合物 (或替代物) j 的相对响应因子;

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

n ——标准曲线点数。

RRF 的相对标准偏差，按照公式（4）计算。

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

式中：RSD ——RRF 的相对标准偏差；

SD ——RRF 的标准偏差；

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

7.2.3 最小二乘法标准曲线

以目标化合物（或替代物）的质量浓度为横坐标，以其对应的响应值与内标物响应值的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，用最小二乘法建立标准曲线。

7.3 试样测定

按照与标准曲线的建立（7.2.1）相同的仪器条件测定试样（6.2）。若试样中酰胺类农药浓度超过曲线最高点，可减少样品取样量后重新制备试样。

7.4 空白试验

按照与试样测定（7.3）相同的条件测定空白试样（6.3）。

8 结果计算与表示

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。样品中目标化合物的定性离子与定量离子的相对丰度与标准质谱图中该目标化合物的相对丰度比较，其偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

8.2 定量分析

8.2.1 平均相对响应因子法

试样中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度 ρ_{1j} ，按照公式（5）计算。

$$\rho_{1j} = \frac{A_{1j} \times \rho_{is}}{A_{is} \times \overline{RRF}_j} \quad (5)$$

式中： ρ_{1j} ——试样中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度，mg/L；

A_{1j} ——试样中目标化合物（或替代物） j 定量离子的响应值；

A_{is} ——试样中内标化合物定量离子的响应值；

ρ_{is} ——试样中内标化合物的质量浓度，mg/L；

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

样品中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度 ρ_j ，按照公式（6）计算。

$$\rho_j = \frac{\rho_{1j} \times V_1 \times 1000}{V} \quad (6)$$

式中： ρ_j ——样品中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 ρ_{1j} ——试样中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度， mg/L ；
 V_1 ——试样的定容体积， mL ；
 V ——样品的取样体积， mL ；
 1000 —— mg 换算成 μg 的单位换算系数。

8.2.2 最小二乘法标准曲线

从曲线上计算试样中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度 ρ_{1j} ，样品中目标化合物（或替代物） j 的质量浓度 ρ_j ，按照公式（6）计算。

8.3 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数的保留与方法检出限一致。

9 准确度

9.1 精密度

9.1.1 液液萃取法

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $2.00 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 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 $0.43\% \sim 7.9\%$ ， $0.22\% \sim 10\%$ ， $0.18\% \sim 8.6\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $4.5\% \sim 18\%$ ， $8.7\% \sim 11\%$ ， $7.9\% \sim 11\%$ ；重复性限分别为 $0.2 \mu\text{g/L} \sim 0.3 \mu\text{g/L}$ ， $3.4 \mu\text{g/L} \sim 4.1 \mu\text{g/L}$ ， $2.3 \mu\text{g/L} \sim 3.3 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.3 \mu\text{g/L} \sim 0.9 \mu\text{g/L}$ ， $5.7 \mu\text{g/L} \sim 7.2 \mu\text{g/L}$ ， $8.3 \mu\text{g/L} \sim 13 \mu\text{g/L}$ 。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $2.00 \mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围为 $0.49\% \sim 10\%$ 。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $2.00 \mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围为 $1.1\% \sim 11\%$ 。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $2.00 \mu\text{g/L}$ 的统一海水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 $0.50\% \sim 7.1\%$ ；实验室间相对标准偏差为 $4.2\% \sim 16\%$ ；重复性限为 $0.2 \mu\text{g/L} \sim 0.3 \mu\text{g/L}$ ；再现性限为 $0.3 \mu\text{g/L} \sim 0.8 \mu\text{g/L}$ 。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $20.0 \mu\text{g/L}$ 的生活污水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 $0.22\% \sim 3.9\%$ 。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $40.0 \mu\text{g/L}$ 的统一工业废水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 $0.14\% \sim 11\%$ ；实验室间相对标准偏差为 $7.1\% \sim 10\%$ ；重复性限为 $2.6 \mu\text{g/L} \sim 9.4 \mu\text{g/L}$ ；再现性限为 $8.5 \mu\text{g/L} \sim 13 \mu\text{g/L}$ 。

方法精密度数据参见附录 C 中表 C.1。

9.1.2 固相萃取法

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 $2.00 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 和 $40.0 \mu\text{g/L}$ 的空白样品进行 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%，0.22%~6.5%；实验室间相对标准偏差分别为 9.8%~14%，3.1%~13%，12%~14%；重复性限分别为 0.1 µg/L~0.2 µg/L，2.7 µg/L~3.6 µg/L，2.4 µg/L~5.3 µg/L；再现性限分别为 0.5 µg/L~0.7 µg/L，3.2 µg/L~7.3 µg/L，12 µg/L~16 µg/L。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围为 0.29%~9.4%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围为 0.31%~5.5%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的统一海水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 0.33%~13%；实验室间相对标准偏差为 6.4%~14%；重复性限为 0.3 µg/L~0.5 µg/L；再现性限为 0.5 µg/L~0.8 µg/L。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 20.0 µg/L 的生活污水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 2.4%~7.0%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 40.0 µg/L 的统一工业废水样品进行 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 0.17%~5.2%；实验室间相对标准偏差为 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。

方法精密数据参见附录 C 中表 C.2。

9.2 正确度

9.2.1 液液萃取法

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白水样进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率分别为 70.2%~119%，84.6%~113%，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%，90.2%±14%~98.9%±17%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 70.1%~106%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 74.8%~127%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的统一海水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 71.0%~113%；加标回收率最终值为 84.8%±14%~91.8%±30%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 20.0 µg/L 的生活污水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 85.2%~119%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 40.0 µg/L 的统一工业废水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 80.2%~112%；加标回收率最终值为 92.1%±13%~100%±16%。

方法正确度数据参见附录 C 中表 C.3。

9.2.2 固相萃取法

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L、20.0 µg/L 和 40.0 µg/L 的空白水样进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率分别为 71.0%~109%，71.8%~106%，73.0%~120%；加标回收率最终值分别为 78.3%±20%~93.8%±26%，76.3%±4.7%~92.3%±23%，87.7%±24%~98.0%±26%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的地表水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 70.8%~116%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 µg/L 的地下水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 74.0%~96.0%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 2.00 $\mu\text{g/L}$ 的统一海水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 70.1%~120%；加标回收率最终值为 $81.8\% \pm 23\% \sim 101\% \pm 27\%$ 。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 20.0 $\mu\text{g/L}$ 的生活污水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 74.1%~114%。

6 家实验室分别对 8 种酰胺类农药加标浓度为 40.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一工业废水样品进行 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围为 74.7%~115%；加标回收率最终值为 $88.1\% \pm 14\% \sim 99.1\% \pm 17\%$ 。

方法正确度数据参见附录 C 中表 C.4。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个实验空白，测定结果中目标化合物的浓度应低于方法检出限。

10.2 校准

目标化合物的相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 30\%$ 。或标准曲线的相关系数应 ≥ 0.995 。

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）需做 1 次中间浓度点校准，校准的相对误差应在 $\pm 15\%$ 之内。

10.3 平行样

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少测定 1 个平行样，平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 之内。

10.4 基体加标

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少测定 1 个基体加标样，样品中目标化合物基体加标回收率应在 70%~130% 之间。

10.5 替代物的回收率

样品中替代物加标回收率应在 70%~130% 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 200 mL，定容体积为 1.0 mL，8 种酰胺类农药的方法检出限、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	液液萃取法		固相萃取法	
		方法检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	方法检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	乙草胺	0.3	1.2	0.3	1.2
2	异丙草胺	0.3	1.2	0.3	1.2
3	甲草胺	0.3	1.2	0.3	1.2
4	敌稗	0.4	1.6	0.3	1.2
5	异丙甲草胺	0.3	1.2	0.3	1.2
6	杀草丹	0.3	1.2	0.3	1.2
7	丁草胺	0.5	2.0	0.4	1.6
8	丙草胺	0.4	1.6	0.4	1.6

附 录 B
(资料性附录)

目标化合物、内标及替代物的测定参数

目标化合物的定量离子和定性离子等测定参数见表 B.1。

表 B.1 目标化合物、内标及替代物的测定参数

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

附 录 C
(资料性附录)
方法的准确度

方法的精密度汇总数据见表 C.1 和表 C.2，方法的正确度汇总数据见表 C.3 和表 C.4。

表 C.1 液液萃取法精密度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	乙草胺	空白	2.00	1.9	0.45~5.1	6.3	0.2	0.4
			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	1.9	1.1~4.2	/	/	/
		地表水	2.00	1.7	0.95~5.1	/	/	/
		海水	2.00	1.8	0.83~7.1	4.2	0.2	0.3
		生活污水	20.0	18.9	0.31~2.5	/	/	/
		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	1.8	0.43~5.5	6.5	0.2	0.4
			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	1.8	2.0~5.6	/	/	/
		地表水	2.00	1.6	0.49~9.9	/	/	/
		海水	2.00	1.8	0.82~5.1	7.6	0.2	0.4
		生活污水	20.0	19.3	0.54~2.5	/	/	/
		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	1.8	0.55~5.4	4.5	0.2	0.3
			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	1.8	2.0~4.9	/	/	/
		地表水	2.00	1.6	1.0~10	/	/	/
		海水	2.00	1.7	0.71~5.1	5.3	0.2	0.3
		生活污水	20.0	19.0	0.22~3.3	/	/	/
		工业废水	40.0	37.3	0.26~5.9	10	4.5	12
4	敌稗	空白	2.00	1.9	1.1~7.9	13	0.3	0.8
			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	1.9	2.3~5.7	/	/	/
		地表水	2.00	1.7	1.5~10	/	/	/
		海水	2.00	1.8	0.50~6.5	6.7	0.3	0.4
		生活污水	20.0	19.5	0.46~3.9	/	/	/
		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	1.8	0.51~4.4	6.0	0.2	0.3
			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

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
5	异丙甲草胺	地下水	2.00	1.8	2.2~3.6	/	/	/
		地表水	2.00	1.7	1.3~9.7	/	/	/
		海水	2.00	1.7	1.0~5.7	8.3	0.2	0.4
		生活污水	20.0	19.0	0.41~3.0	/	/	/
		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	1.8	2.9~5.2	12	0.2	0.6
			20.0	19.1	0.22~8.1	9.5	3.4	6.0
			40.0	37.2	0.18~2.9	11	2.3	11
		地下水	2.00	1.9	1.8~7.3	/	/	/
		地表水	2.00	1.6	2.7~8.9	/	/	/
		海水	2.00	1.7	0.84~5.3	10	0.2	0.5
		生活污水	20.0	19.1	0.22~2.2	/	/	/
		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	1.8	0.63~6.0	15	0.2	0.8
			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	1.9	3.0~11	/	/	/
		地表水	2.00	1.7	0.49~9.3	/	/	/
		海水	2.00	1.8	1.4~4.9	16	0.2	0.8
		生活污水	20.0	20.5	0.60~1.5	/	/	/
		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	1.8	2.3~6.2	18	0.2	0.9
			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	2.0	2.5~8.9	/	/	/
		地表水	2.00	1.7	1.3~8.9	/	/	/
		海水	2.00	1.8	1.1~4.6	13	0.2	0.7
		生活污水	20.0	20.6	0.48~2.6	/	/	/
		工业废水	40.0	39.7	0.60~5.0	7.7	4.2	9.3

表 C.2 固相萃取法精密度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	乙草胺	空白	2.00	1.7	0.45~3.7	13	0.1	0.6
			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	1.9	0.82~4.3	/	/	/
		地表水	2.00	1.7	0.66~4.3	/	/	/
		海水	2.00	1.9	1.0~13	8.3	0.5	0.6
		生活污水	20.0	17.7	2.8~6.4	/	/	/
		工业废水	40.0	35.2	0.45~3.5	8.0	2.8	8.3

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室内相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2	异丙草胺	空白	2.00	1.6	0.54~3.1	9.8	0.1	0.5
			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	1.8	0.76~4.2	/	/	/
		地表水	2.00	1.6	0.37~4.6	/	/	/
		海水	2.00	1.8	0.89~12	6.4	0.4	0.5
		生活污水	20.0	18.1	3.1~6.4	/	/	/
		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	1.6	0.41~3.1	13	0.1	0.6
			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	1.8	0.49~4.0	/	/	/
		地表水	2.00	1.6	0.49~4.9	/	/	/
		海水	2.00	1.8	0.72~12	7.8	0.4	0.6
		生活污水	20.0	17.8	2.4~6.3	/	/	/
		工业废水	40.0	35.7	0.27~3.4	10	2.8	11
4	敌稗	空白	2.00	1.7	0.45~4.1	14	0.1	0.7
			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	1.9	0.57~2.5	/	/	/
		地表水	2.00	1.8	0.64~3.8	/	/	/
		海水	2.00	1.9	1.3~9.5	11	0.4	0.6
		生活污水	20.0	18.7	5.1~7.0	/	/	/
		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	1.7	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	1.8	0.31~3.3	/	/	/
		地表水	2.00	1.6	0.29~5.1	/	/	/
		海水	2.00	1.8	0.33~12	10	0.4	0.6
		生活污水	20.0	17.7	3.4~6.6	/	/	/
		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	1.6	0.62~6.1	13	0.2	0.6
			20.0	15.3	0.34~11	3.1	3.3	3.3
		空白	40.0	35.1	1.2~4.2	14	3.3	14
		地下水	2.00	1.7	1.1~5.5	/	/	/
		地表水	2.00	1.5	0.85~3.3	/	/	/
		海水	2.00	1.6	1.5~8.6	14	0.3	0.7
		生活污水	20.0	17.1	4.5~6.3	/	/	/
		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	1.9	0.50~4.0	14	0.1	0.7
			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

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室内相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
7	丁草胺	地下水	2.00	2.1	1.3~4.1	/	/	/
		地表水	2.00	2.0	3.8~9.4	/	/	/
		海水	2.00	2.0	0.80~11	13	0.4	0.8
		生活污水	20.0	19.6	4.3~6.1	/	/	/
		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	1.8	0.95~3.6	10	0.1	0.5
			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	2.0	1.1~3.2	/	/	/
		地表水	2.00	1.9	1.4~5.9	/	/	/
		海水	2.00	2.1	0.92~9.0	10	0.3	0.6
		生活污水	20.0	19.7	3.2~6.1	/	/	/
		工业废水	40.0	38.4	0.27~4.3	8.9	3.8	10

表 C.3 液液萃取法正确度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 均值 (%)	加标回收率的 标准偏差 (%)	加标回收率 最终值 (%)
1	乙草胺	空白	2.00	88.0~103	95.2	6.0	95.2 $\pm$ 12
			20.0	87.3~111	95.0	8.6	95.0 $\pm$ 17
			40.0	82.1~99.7	90.2	7.1	90.2 $\pm$ 14
		地下水	2.00	87.6~105	93.5	6.4	93.5 $\pm$ 13
		地表水	2.00	71.8~93.0	85.9	7.7	85.9 $\pm$ 15
		海水	2.00	82.2~92.5	89.4	3.8	89.4 $\pm$ 7.5
		生活污水	20.0	87.1~105	94.3	6.6	94.3 $\pm$ 13
		工业废水	40.0	81.5~101	92.1	6.5	92.1 $\pm$ 13
2	异丙草胺	空白	2.00	83.0~97.0	89.9	5.9	89.9 $\pm$ 12
			20.0	88.0~115	97.1	9.7	97.1 $\pm$ 19
			40.0	88.0~107	93.1	8.7	93.1 $\pm$ 17
		地下水	2.00	78.4~102	91.9	9.2	91.9 $\pm$ 18
		地表水	2.00	74.7~96.0	82.7	7.4	82.7 $\pm$ 15
		海水	2.00	80.8~96.7	87.5	6.7	87.5 $\pm$ 13
		生活污水	20.0	87.4~111	96.4	8.2	96.4 $\pm$ 16
		工业废水	40.0	80.5~108	94.0	8.6	94.0 $\pm$ 17
3	甲草胺	空白	2.00	84.2~94.7	91.3	4.1	91.3 $\pm$ 8.3
			20.0	87.0~111	95.6	8.3	95.6 $\pm$ 17
			40.0	80.9~110	92.7	11	92.7 $\pm$ 21
		地下水	2.00	82.1~97.9	90.1	6.1	90.1 $\pm$ 12
		地表水	2.00	71.1~90.4	82.3	7.8	82.3 $\pm$ 16
		海水	2.00	81.1~91.5	85.5	4.5	85.5 $\pm$ 9.0
		生活污水	20.0	85.4~112	95.2	9.3	95.2 $\pm$ 19
		工业废水	40.0	80.2~110	93.3	9.7	93.3 $\pm$ 19

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 均值 (%)	加标回收率的 标准偏差 (%)	加标回收率 最终值 (%)
4	敌稗	空白	2.00	82.8~119	95.2	13	95.2 $\pm$ 26
			20.0	90.3~112	102	11	102 $\pm$ 22
			40.0	90.5~119	98.4	11	98.4 $\pm$ 22
		地下水	2.00	77.7~104	93.2	8.7	93.2 $\pm$ 17
		地表水	2.00	75.7~95.3	84.0	7.8	84.0 $\pm$ 16
		海水	2.00	79.6~94.6	87.8	5.9	87.8 $\pm$ 12
		生活污水	20.0	89.2~115	97.6	9.7	97.6 $\pm$ 19
		工业废水	40.0	89.6~112	100	8.2	100 $\pm$ 16
5	异丙甲草胺	空白	2.00	82.3~97.7	91.9	5.5	91.9 $\pm$ 11
			20.0	87.2~113	96.6	9.3	96.6 $\pm$ 19
			40.0	81.7~109	93.2	9.6	93.2 $\pm$ 19
		地下水	2.00	74.8~97.3	90.3	8.0	90.3 $\pm$ 8.0
		地表水	2.00	71.8~95.7	84.6	9.9	84.6 $\pm$ 20
		海水	2.00	75.0~93.8	84.8	7.1	84.8 $\pm$ 14
		生活污水	20.0	85.4~110	95.2	8.4	95.2 $\pm$ 17
		工业废水	40.0	81.1~110	93.8	9.3	93.8 $\pm$ 19
6	杀草丹	空白	2.00	75.8~107	89.9	11	89.9 $\pm$ 21
			20.0	85.7~111	95.4	9.1	95.4 $\pm$ 18
			40.0	81.6~107	93.1	9.6	93.1 $\pm$ 20
		地下水	2.00	80.8~114	92.7	12	92.7 $\pm$ 23
		地表水	2.00	70.1~92.6	81.1	8.0	81.1 $\pm$ 16
		海水	2.00	74.0~96.4	85.6	9.0	85.6 $\pm$ 18
		生活污水	20.0	86.6~110	95.3	8.4	95.3 $\pm$ 17
		工业废水	40.0	81.1~108	93.8	9.3	93.8 $\pm$ 19
7	丁草胺	空白	2.00	70.6~110	91.2	14	91.2 $\pm$ 27
			20.0	86.3~109	99.0	9.0	99.0 $\pm$ 18
			40.0	92.4~111	98.9	8.3	98.9 $\pm$ 17
		地下水	2.00	85.0~110	97.2	8.7	97.2 $\pm$ 17
		地表水	2.00	71.8~106	86.7	14	86.7 $\pm$ 28
		海水	2.00	71.0~113	91.8	15	91.8 $\pm$ 30
		生活污水	20.0	86.2~119	103	11	103 $\pm$ 22
		工业废水	40.0	93.4~110	99.8	7.4	99.8 $\pm$ 15
8	丙草胺	空白	2.00	70.2~108	90.0	16	90.0 $\pm$ 32
			20.0	84.6~113	101	11	101 $\pm$ 21
			40.0	90.9~111	98.5	8.5	98.5 $\pm$ 17
		地下水	2.00	82.6~127	99.9	18	99.9 $\pm$ 36
		地表水	2.00	71.7~105	85.1	12	85.1 $\pm$ 25
		海水	2.00	71.9~101	88.0	12	88.0 $\pm$ 23
		生活污水	20.0	85.2~116	103	11	103 $\pm$ 22
		工业废水	40.0	92.2~111	99.2	7.6	99.2 $\pm$ 15

表 C.4 固相萃取法正确度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收 率范围 (%)	加标回收 率均值 (%)	加标回收率的 标准偏差 (%)	加标回收率 最终值 (%)
1	乙草胺	空白	2.00	77.8~108	85.3	11	85.3 $\pm$ 23
			20.0	74.7~84.7	82.1	3.8	82.1 $\pm$ 7.6
			40.0	75.6~105	88.4	10	88.4 $\pm$ 21
		地下水	2.00	87.6~99.2	93.0	5.1	93.0 $\pm$ 10
		地表水	2.00	73.0~102	86.4	9.7	86.4 $\pm$ 19
		海水	2.00	83.3~107	93.6	7.8	93.6 $\pm$ 16
		生活污水	20.0	78.0~93.3	88.3	5.8	88.3 $\pm$ 12
		工业废水	40.0	75.6~96.9	88.1	7.0	88.1 $\pm$ 14
2	异丙草胺	空白	2.00	74.9~96.2	81.2	7.9	81.2 $\pm$ 16
			20.0	75.5~89.4	83.2	5.1	83.2 $\pm$ 10
			40.0	75.1~101	88.9	11	88.9 $\pm$ 22
		地下水	2.00	80.2~101	89.6	7.7	89.6 $\pm$ 15
		地表水	2.00	75.8~92.9	82.3	6.3	82.3 $\pm$ 13
		海水	2.00	83.2~97.5	89.8	5.7	89.8 $\pm$ 11
		生活污水	20.0	78.6~99.0	90.3	7.9	90.3 $\pm$ 16
		工业废水	40.0	75.4~98.4	89.5	7.8	89.5 $\pm$ 16
3	甲草胺	空白	2.00	73.5~101	80.0	11	80.0 $\pm$ 21
			20.0	73.9~89.8	82.1	5.6	82.1 $\pm$ 11
			40.0	73.0~102	88.6	12	88.6 $\pm$ 24
		地下水	2.00	84.2~95.4	89.5	4.4	89.5 $\pm$ 8.8
		地表水	2.00	70.8~96.8	82.1	9.1	82.1 $\pm$ 18
		海水	2.00	81.7~102	89.5	7.0	89.5 $\pm$ 14
		生活污水	20.0	77.2~101	89.0	8.2	89.0 $\pm$ 16
		工业废水	40.0	74.7~102	89.1	9.2	89.1 $\pm$ 18
4	敌稗	空白	2.00	75.1~108	85.8	12	85.8 $\pm$ 24
			20.0	78.0~106	88.8	9.7	88.8 $\pm$ 19
			40.0	77.7~120	97.5	14	97.5 $\pm$ 28
		地下水	2.00	89.8~101	94.7	3.9	94.7 $\pm$ 7.8
		地表水	2.00	74.5~104	87.7	13	87.7 $\pm$ 26
		海水	2.00	87.4~112	93.7	9.8	93.7 $\pm$ 20
		生活污水	20.0	81.2~114	93.3	12	93.3 $\pm$ 23
		工业废水	40.0	90.3~115	99.1	8.7	99.1 $\pm$ 17
5	异丙甲草胺	空白	2.00	71.0~103	83.5	12	83.5 $\pm$ 24
			20.0	75.7~92.7	84.3	6.0	84.3 $\pm$ 12
			40.0	77.1~107	90.7	12	90.7 $\pm$ 23
		地下水	2.00	82.1~98.7	87.9	6.0	87.9 $\pm$ 12
		地表水	2.00	71.5~99.5	81.8	11	81.8 $\pm$ 22
		海水	2.00	81.2~105	89.4	9.1	89.4 $\pm$ 18
		生活污水	20.0	76.7~97.7	88.3	7.6	88.3 $\pm$ 15
		工业废水	40.0	75.8~102	90.0	8.6	90.0 $\pm$ 17
6	杀草丹	空白	2.00	71.6~98.3	78.3	9.9	78.3 $\pm$ 20
			20.0	72.9~79.8	76.3	2.4	76.3 $\pm$ 4.7

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收 率范围 (%)	加标回收 率均值 (%)	加标回收率的 标准偏差 (%)	加标回收率 最终值 (%)
6	杀草丹	空白	40.0	74.1~103	87.7	12	87.7 $\pm$ 24
		地下水	2.00	74.0~96.0	85.4	8.1	85.4 $\pm$ 16
		地表水	2.00	71.4~101	78.8	11	78.8 $\pm$ 22
		海水	2.00	70.1~101	81.8	11	81.8 $\pm$ 23
		生活污水	20.0	75.9~93.2	85.5	6.3	85.5 $\pm$ 13
		工业废水	40.0	75.4~98.7	88.9	8.7	88.9 $\pm$ 17
7	丁草胺	空白	2.00	78.7~109	93.8	13	93.8 $\pm$ 26
			20.0	71.8~104	90.4	12	90.4 $\pm$ 23
			40.0	75.7~114	98.0	13	98.0 $\pm$ 26
		地下水	2.00	79.3~129	107	20	107 $\pm$ 40
		地表水	2.00	87.4~116	101	11	101 $\pm$ 23
		海水	2.00	87.8~120	101	13	101 $\pm$ 27
		生活污水	20.0	74.1~113	98.1	13	98.1 $\pm$ 27
		工业废水	40.0	86.7~104	92.6	7.4	92.6 $\pm$ 15
8	丙草胺	空白	2.00	80.8~102	91.6	8.7	91.6 $\pm$ 17
			20.0	71.8~102	92.3	11	92.3 $\pm$ 23
			40.0	78.5~115	97.9	12	97.9 $\pm$ 25
		地下水	2.00	77.7~116	100	14	100 $\pm$ 29
		地表水	2.00	80.5~101	92.8	7.5	92.8 $\pm$ 15
		海水	2.00	82.0~106	94.4	9.6	94.4 $\pm$ 19
		生活污水	20.0	74.6~111	98.7	13	98.7 $\pm$ 26
		工业废水	40.0	88.1~110	95.9	8.5	95.9 $\pm$ 17