

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1487—2026

水质 11种氨基甲酸酯类农药的测定 柱后衍生-高效液相色谱法

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

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 干扰和消除.....	2
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 结果计算与表示.....	5
10 准确度	6
11 质量保证和质量控制.....	8
12 注意事项.....	8
附录A（规范性附录） 方法检出限和测定下限.....	9
附录B（资料性附录） 方法准确度	10

前 言

为贯彻《中华人民共和国生态环境法典》和《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 11 种氨基甲酸酯类农药的测定方法，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 11 种氨基甲酸酯类农药的柱后衍生-高效液相色谱法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

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

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

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 11 种氨基甲酸酯类农药的测定
柱后衍生-高效液相色谱法

警告：实验中使用的溶剂和标准溶液对人体有害，溶液配制和样品前处理操作应在通风橱内进行；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 11 种氨基甲酸酯类农药的柱后衍生-高效液相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中涕灭威亚砷、涕灭威砷、灭多威、3-羟基克百威、涕灭威、残杀威、克百威（呋喃丹）、甲萘威（西维因）、异丙威（叶蝉散）、仲丁威（扑杀威）和甲硫威（灭虫威）共 11 种氨基甲酸酯类农药的测定。

直接进样法：进样体积 50 μL 时，11 种氨基甲酸酯类农药的方法检出限为 3 μg/L~4 μg/L，测定下限为 12 μg/L~16 μg/L，详见附录 A。直接进样法不适用于海水和高盐水的测定。

固相萃取法：取样体积 200 mL，定容体积 1.0 mL，进样体积 50 μL 时，11 种氨基甲酸酯类农药的方法检出限均为 0.01 μg/L，测定下限均为 0.04 μg/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

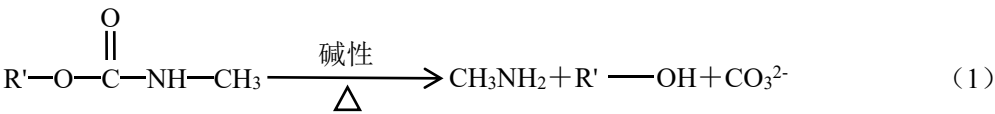
HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

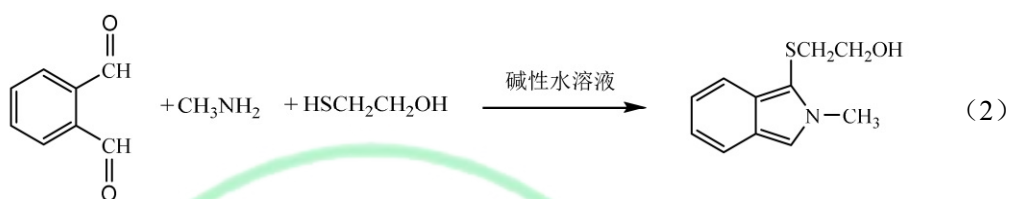
HJ 164 地下水环境监测技术规范

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

样品中氨基甲酸酯类农药经过滤后直接进样或经固相萃取法富集、净化，用液相色谱柱分离，在碱性条件下水解生成甲胺[式（1）]，甲胺与衍生化试剂反应生成具有强荧光的 2-甲基-1-(2-羟乙硫基)异吲哚[式（2）]，用荧光检测器测定，根据保留时间定性，外标法定量。





4 干扰和消除

氨基甲酸酯类农药其他水解产物、具有荧光的物质、与目标化合物具有相近保留时间的物质可能对测定产生干扰,可通过改变色谱柱类型、改变流动相梯度洗脱程序消除干扰,也可通过不同发射波长下的荧光强度比、液相色谱-质谱等方式辅助定性。

高盐水容易结晶、具有一定的腐蚀性,直接进样容易堵塞色谱柱、腐蚀磨损仪器部件,用固相萃取法测定可消除干扰。

5 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。

5.1 甲醇 (CH_3OH): 色谱纯。

5.2 2-巯基乙醇 ($\text{HSC}_2\text{H}_4\text{OH}$): $w \geq 99\%$ 。

5.3 硫酸 (H_2SO_4): $w \in [95.0\%, 98.0\%]$ 。

5.4 氢氧化钠 (NaOH): 优级纯。

5.5 十水合四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$): 优级纯。

5.6 邻苯二甲醛 ($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_2$): $w \geq 98\%$ 。

5.7 硫酸溶液: 1+1。

将硫酸 (5.3) 缓缓倒入等体积水中,混匀。

5.8 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 4.0 \text{ g/L}$ 。

称取 4.0 g 氢氧化钠 (5.4), 用水溶解并稀释至 1 L。

5.9 水解液: 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

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

5.10 四硼酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

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

5.11 衍生化试剂。

称取 0.10 g 邻苯二甲醛 (5.6), 溶于 10 mL 甲醇 (5.1), 加入 1 L 四硼酸钠溶液 (5.10), 再加入 1 mL 2-巯基乙醇 (5.2), 混匀, 转移至棕色玻璃瓶中, 临用现配。也可直接购买市售商品。

5.12 甲醇水溶液: 1+1。

用甲醇 (5.1) 和水按 1:1 的体积比混匀。

5.13 氨基甲酸酯类农药标准贮备液: $\rho = 1\,000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 溶剂为甲醇, 按标准溶液证书要求保存。

5.14 氨基甲酸酯类农药标准使用液: $\rho = 10.0 \text{ mg/L}$ 。

取适量氨基甲酸酯类农药标准贮备液 (5.13), 用甲醇 (5.1) 稀释定容, 4°C 以下冷藏、密封、避光

保存，保存期 60 d。

5.15 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 N-乙烯基吡咯烷酮共聚物，规格为 500 mg/6 mL，或其他等效固相萃取柱或膜。

5.16 滤膜 I：材质为聚四氟乙烯或再生纤维素，孔径 0.45 μm 。

5.17 滤膜 II：材质为聚四氟乙烯或再生纤维素，孔径 0.22 μm 。

5.18 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6 仪器和设备

6.1 采样瓶：1 L，具塞磨口棕色玻璃瓶。

6.2 高效液相色谱仪：配荧光检测器，具有梯度洗脱功能。

6.3 柱后衍生系统：配 2 个输液泵和 2 个反应器，其中 1 个反应器具备加热功能，加热最高温度不低于 100℃。

6.4 色谱柱：填料粒径为 5 μm ，柱长 150 mm，内径 4.6 mm 的 C₁₈ 封端色谱柱或其他可实现等效分离的色谱柱。

6.5 固相萃取装置：手动或自动，流量可调节。

6.6 浓缩装置：氮吹浓缩仪、平行蒸发仪、旋转蒸发仪或其他性能相当的设备。

6.7 进样瓶：2 mL，棕色玻璃瓶。

6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 和 HJ 442.3 的相关规定采集和运输样品。

用采样瓶（6.1）采集样品，加硫酸溶液（5.7）或氢氧化钠溶液（5.8）调节 pH 值至 5~7，样品应充满采样瓶（6.1），4℃ 以下冷藏、避光保存。用于固相萃取法测定的样品，可在现场用滤膜 I（5.16）过滤，也可运回实验室过滤。测定灭多威时，3 d 内完成直接进样分析或固相萃取；测定其他组分时，7 d 内完成直接进样分析或固相萃取。萃取液若不能立即分析，4℃ 以下冷藏、密封、避光保存，30 d 内完成分析。

7.2 试样的制备

7.2.1 直接进样法

样品恢复至室温，混匀，取适量样品经滤膜 II（5.17）过滤，弃去至少 1 mL 初滤液后，置于进样瓶（6.7）中，待测。

7.2.2 固相萃取法

样品恢复至室温，混匀。将固相萃取柱（5.15）固定在固相萃取装置（6.5）上，依次用 10 mL 甲醇（5.1）和 10 mL 实验用水活化固相萃取柱，量取 200 mL 经滤膜 I（5.16）过滤的样品，以 5 mL/min~10 mL/min 的流量通过固相萃取柱（5.15），上样完毕后，用 10 mL 实验用水淋洗固相萃取柱，整个过程中应确保固相萃取柱填料不暴露于空气中。

用真空泵抽气干燥固相萃取柱或用氮气（5.18）将固相萃取柱吹至近干，再用 6 mL 甲醇（5.1）以 3 mL/min~5 mL/min 的流量洗脱（当约 2 mL 洗脱液流过固相萃取柱后关闭活塞，保持 5 min），收集全部洗脱液，待浓缩。

7.2.3 浓缩

在 7.2.2 洗脱液中加入 0.5 mL 实验用水，用浓缩装置（6.6）于 40℃ 以下浓缩至略少于 1 mL，用甲醇（5.1）定容至 1.0 mL，经滤膜 II（5.17）过滤，置于进样瓶（6.7）中，待测。

7.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（7.2）相同的步骤，制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 柱后衍生参考条件

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

8.1.2 液相色谱参考条件

流动相 A：水；流动相 B：甲醇（5.1）；柱温：40℃；进样体积：50 μL；流量：1.2 mL/min；梯度洗脱程序见表 1。

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

表 1 梯度洗脱程序

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

8.2 校准

8.2.1 标准系列的配制

准确移取适量氨基甲酸酯类农药标准使用液（5.14），直接进样法用实验用水定容，固相萃取法用甲醇水溶液（5.12）定容，配制至少 5 个浓度点的标准系列，质量浓度分别为 20 μg/L、50 μg/L、200 μg/L、500 μg/L 和 1 000 μg/L（此为参考浓度），混匀，待测。

8.2.2 标准系列的测定

按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次进样分析，以目标化合物浓度为横坐标，峰面

积或峰高为纵坐标，建立标准曲线。

8.3 试样测定

按照与标准系列的测定（8.2.2）相同的仪器参考条件测定试样（7.2）。若试样浓度超过标准曲线上限，应重新取样，直接进样法样品用实验用水稀释，固相萃取法样品减少取样量或用实验用水稀释，按照（7.2）重新制备试样并测定。

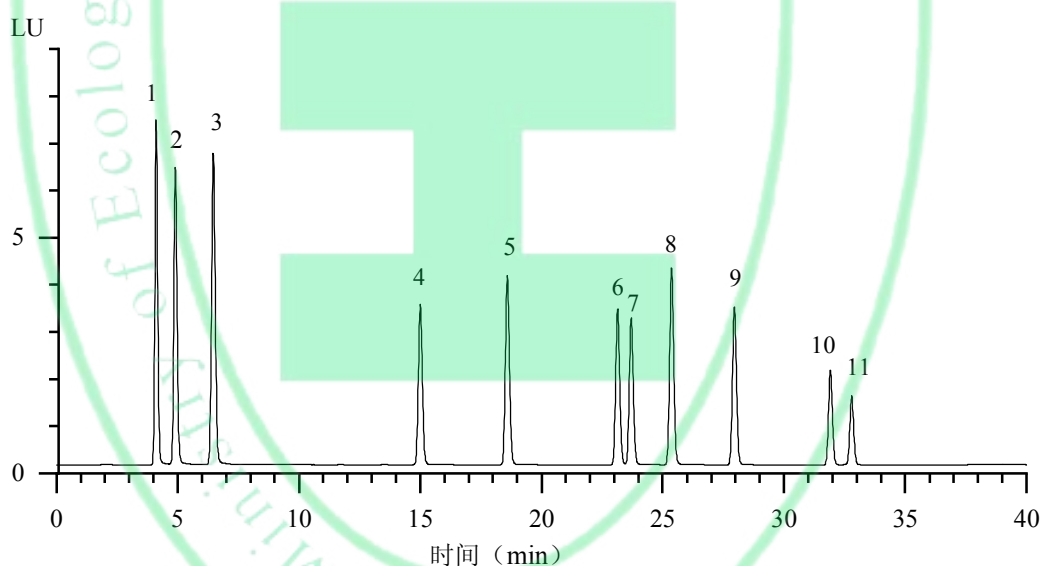
8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的仪器参考条件，测定空白试样（7.3）。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据试样中目标化合物与标准系列溶液中目标化合物的保留时间定性。样品分析前，建立保留时间窗口 $t \pm 3S$ ， t 为校准时各浓度级别的目标化合物保留时间均值， S 为校准时各浓度级别目标化合物保留时间的标准偏差，试样中目标化合物应在保留时间窗口内出峰。必要时可通过不同发射波长下的荧光强度比值、液相色谱-质谱法等方法辅助定性。在本标准推荐的液相色谱参考条件（8.1.2）下，11 种氨基甲酸酯类农药衍生物色谱图见图 1。



- 1——涕灭威亚砷衍生物；2——涕灭威砷衍生物；3——灭多威衍生物；4——3-羟基克百威衍生物；
5——涕灭威衍生物；6——残杀威衍生物；7——克百威（呋喃丹）衍生物；8——甲萘威（西维因）衍生物；
9——异丙威（叶蝉散）衍生物；10——仲丁威（扑杀威）衍生物；11——甲硫威（灭虫威）衍生物。

图 1 11 种氨基甲酸酯类农药衍生物色谱图（ $\rho=200 \mu\text{g/L}$ ）

9.2 结果计算

9.2.1 直接进样法

样品中目标化合物的质量浓度，按照公式（3）计算。

$$\rho_i = \rho_{c,i} \times D \quad (3)$$

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

$\rho_{c,i}$ ——由标准曲线计算得到的试样中目标化合物 i 的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

D ——稀释倍数。

9.2.2 固相萃取法

样品中目标化合物的质量浓度，按照公式（4）计算。

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

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

$\rho_{c,i}$ ——由标准曲线计算得到的试样中目标化合物 i 的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V_c ——试样定容体积， mL ；

V ——取样体积， mL ；

D ——稀释倍数。

9.3 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数的保留与方法检出限一致。

10 准确度

10.1 精密度

10.1.1 直接进样法

6 家实验室分别对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 、900 $\mu\text{g/L}$ 的空白样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 0.2%~26%、0.4%~27%、0.1%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 4.2%~14%、3.1%~11%、3.7%~7.9%；重复性限分别为 3 $\mu\text{g/L}$ ~7 $\mu\text{g/L}$ 、14 $\mu\text{g/L}$ ~36 $\mu\text{g/L}$ 、60 $\mu\text{g/L}$ ~136 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 4 $\mu\text{g/L}$ ~9 $\mu\text{g/L}$ 、25 $\mu\text{g/L}$ ~67 $\mu\text{g/L}$ 、124 $\mu\text{g/L}$ ~225 $\mu\text{g/L}$ 。

6 家实验室分别对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为 50 $\mu\text{g/L}$ 的地表水非统一样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差为 0.8%~19%。

6 家实验室分别对 11 种氨基甲酸酯类农药加标浓度为 30 $\mu\text{g/L}$ 的地下水和生活污水非统一样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.4%~25%、0.8%~22%。

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

10.1.2 固相萃取法

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

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为0.05 µg/L的地表水和地下水非统一样品重复测定6次：实验室内相对标准偏差分别为1.4%~22%、0.9%~22%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为0.20 µg/L的生活污水和海水非统一样品重复测定6次：实验室内相对标准偏差分别为0.8%~21%、0.3%~24%。

6家实验室分别对工业废水非统一样品重复测定6次：仲丁威检出浓度在0.29 µg/L~2.66 µg/L之间，实验室内相对标准偏差为0.6%~23%；其余10种氨基甲酸酯类农药均未检出，加标0.20 µg/L、2.00 µg/L测定，实验室内相对标准偏差分别为1.6%~25%、1.7%~14%。

精密度结果统计参见附录B中的表B.1和表B.2。

10.2 正确度

10.2.1 直接进样法

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为20 µg/L、200 µg/L、900 µg/L的空白样品重复测定6次：加标回收率范围分别为77.4%~119%、72.6%~124%、83.1%~108%；加标回收率最终值分别为97.5%±8.6%~107%±18%、91.9%±20%~102%±23%、93.7%±15%~99.7%±11%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为50 µg/L的地表水非统一样品重复测定6次：加标回收率范围为74.5%~119%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为30 µg/L地下水和生活污水非统一样品重复测定6次：加标回收率范围分别为70.5%~123%、75.9%~125%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为200 µg/L、900 µg/L的工业废水非统一样品重复测定6次：加标回收率范围分别为71.1%~113%、75.3%~116%。

10.2.2 固相萃取法

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为0.04 µg/L、0.50 µg/L、4.50 µg/L的空白样品重复测定6次：加标回收率范围分别为67.0%~108%、74.0%~129%、70.5%~128%；加标回收率最终值分别为78.6%±11%~86.9%±14%、90.4%±19%~104%±36%、84.8%±18%~94.6%±32%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为0.05 µg/L的地表水和地下水非统一样品重复测定6次：加标回收率范围分别为71.7%~125%、69.3%~124%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度为0.20 µg/L的生活污水和海水非统一样品重复测定6次：加标回收率范围分别为70.6%~126%、63.8%~123%。

6家实验室分别对11种氨基甲酸酯类农药加标浓度0.20 µg/L、2.00 µg/L的工业废水非统一样品重复测定6次：加标回收率范围分别为63.8%~127%、74.3%~111%。

正确度结果详见附录B中的表B.3和表B.4。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批次样品应至少测定 1 个空白试样。空白试样和全程序空白的测定结果应低于方法检出限。

11.2 校准

标准曲线的线性相关系数应 ≥ 0.995 。

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

11.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个/批）应至少分析 1 个平行样，平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 35\%$ 以内。

11.4 基体加标和基体加标平行

每 20 个样品或每批次（少于 20 个/批）应至少分析 1 个基体加标样品。每批次样品应至少分析 1 个基体加标平行样。

基体加标回收率应在 50%~140%。基体加标平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 35\%$ 以内。

12 注意事项

12.1 邻苯二甲醛容易被氧化，在分析过程中若出现基线显著升高、基线明显波动、保留时间漂移等现象，由其配制成的衍生化试剂（5.11）须重新配制。

12.2 衍生化试剂具有强碱性，分析结束后，尽快用高比例水相（推荐 5%甲醇-水溶液）充分冲洗高效液相色谱仪，用实验用水充分冲洗柱后衍生系统，冲洗时间建议 30 min 以上。

12.3 使用氮吹浓缩仪浓缩时，气流过大会影响回收效果，浓缩过程注意保持液面微微波动。

附 录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

各目标化合物的方法检出限和测定下限见表A.1。直接进样法以进样体积50 μL 计，固相萃取法以取样体积200 mL，定容体积1.0 mL，进样体积50 μL 计。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	CAS No.	直接进样法		固相萃取法	
			检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	涕灭威亚砷	1646-87-3	4	16	0.01	0.04
2	涕灭威砷	1646-88-4	4	16	0.01	0.04
3	灭多威	16752-77-5	4	16	0.01	0.04
4	3-羟基克百威	16655-82-6	4	16	0.01	0.04
5	涕灭威	116-06-3	3	12	0.01	0.04
6	残杀威	114-26-1	3	12	0.01	0.04
7	克百威（呋喃丹）	1563-66-2	3	12	0.01	0.04
8	甲萘威（西维因）	63-25-2	3	12	0.01	0.04
9	异丙威（叶蝉散）	2631-40-5	4	16	0.01	0.04
10	仲丁威（扑杀威）	3766-81-2	3	12	0.01	0.04
11	甲硫威（灭虫威）	2032-65-7	4	16	0.01	0.04

附 录 B
(资料性附录)
方法准确度

方法的精密度数据见表 B.1～表 B.2，正确度数据见表 B.3～表 B.4。

表 B.1 精密度汇总表（直接进样法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	涕灭威亚砷	空白	20	21	0.3~25	8.2	6	7
			200	204	0.4~6.1	11	25	67
			900	884	0.1~7.2	3.7	95	127
		地表水	50	/	1.8~19	/	/	/
		地下水	30	/	1.5~17	/	/	/
		生活污水	30	/	1.2~17	/	/	/
		工业废水	200	/	0.9~17	/	/	/
		工业废水	900	/	0.7~15	/	/	/
2	涕灭威砷	空白	20	21	0.2~9.5	10	3	7
			200	201	0.4~6.4	11	23	64
			900	897	0.1~6.2	5.7	77	159
		地表水	50	/	1.8~16	/	/	/
		地下水	30	/	1.5~21	/	/	/
		生活污水	30	/	1.2~19	/	/	/
		工业废水	200	/	0.9~8.0	/	/	/
		工业废水	900	/	0.6~24	/	/	/
3	灭多威	空白	20	21	0.2~16	8.4	4	6
			200	195	0.5~6.7	3.1	20	25
			900	893	0.1~4.3	4.4	60	124
		地表水	50	/	1.8~6.2	/	/	/
		地下水	30	/	1.7~12	/	/	/
		生活污水	30	/	0.9~13	/	/	/
		工业废水	200	/	0.5~7.0	/	/	/
		工业废水	900	/	0.6~14	/	/	/
4	3-羟基克百威	空白	20	20	0.3~25	8.4	7	8
			200	184	0.7~15	11	36	65
			900	875	0.1~9.4	5.0	132	172
		地表水	50	/	2.2~17	/	/	/
		地下水	30	/	1.7~25	/	/	/
		生活污水	30	/	1.4~21	/	/	/
		工业废水	200	/	0.8~18	/	/	/
		工业废水	900	/	0.7~19	/	/	/
5	涕灭威	空白	20	21	0.3~12	7.9	3	5
			200	189	0.5~11	5.7	26	39
			900	858	0.1~9.4	5.5	78	150

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
5	涕灭威	地表水	50	/	1.8~7.0	/	/	/
		地下水	30	/	1.5~20	/	/	/
		生活污水	30	/	1.1~20	/	/	/
		工业废水	200	/	1.2~5.8	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~14	/	/	/
6	残杀威	空白	20	21	0.5~12	8.5	4	6
			200	188	0.5~11	6.1	28	41
			900	851	0.1~8.8	6.5	99	180
		地表水	50	/	2.0~10	/	/	/
		地下水	30	/	1.4~15	/	/	/
		生活污水	30	/	1.0~15	/	/	/
		工业废水	200	/	1.0~24	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~21	/	/	/
7	克百威 (呋喃丹)	空白	20	21	0.6~22	10	6	8
			200	184	1.1~9.0	11	27	60
			900	856	0.1~5.6	7.3	63	183
		地表水	50	/	2.4~16	/	/	/
		地下水	30	/	3.0~11	/	/	/
		生活污水	30	/	1.1~11	/	/	/
		工业废水	200	/	1.1~9.2	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~16	/	/	/
8	甲萘威 (西维因)	空白	20	21	1.0~26	11	7	9
			200	187	0.5~16	8.8	36	57
			900	869	0.1~6.9	6.6	108	189
		地表水	50	/	2.2~14	/	/	/
		地下水	30	/	1.8~22	/	/	/
		生活污水	30	/	0.8~22	/	/	/
		工业废水	200	/	0.9~18	/	/	/
		工业废水	900	/	0.8~19	/	/	/
9	异丙威 (叶蝉散)	空白	20	20	0.9~15	9.1	4	6
			200	194	0.7~4.4	4.6	14	28
			900	874	0.1~6.2	4.3	83	129
		地表水	50	/	0.8~6.8	/	/	/
		地下水	30	/	1.5~11	/	/	/
		生活污水	30	/	1.1~11	/	/	/
		海水	200	/	1.2~15	/	/	/
		工业废水	900	/	1.0~7.4	/	/	/
10	仲丁威 (扑杀威)	空白	20	19	0.4~14	4.2	4	4
			200	188	0.5~8.1	8.9	22	51
			900	870	0.1~6.7	4.8	92	143
		地表水	50	/	2.1~11	/	/	/
		地下水	30	/	1.7~11	/	/	/

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
10	仲丁威 (扑杀威)	生活污水	30	/	1.3~11	/	/	/
		工业废水	/	/	4.3~17	/	/	/
		工业废水	900	/	0.9~19	/	/	/
11	甲硫威 (灭虫威)	空白	20	20	0.9~25	14	6	9
			200	186	1.5~27	8.7	33	54
			900	844	0.1~12	7.9	136	225
		地表水	50	/	1.6~7.5	/	/	/
		地下水	30	/	1.7~10	/	/	/
		生活污水	30	/	1.4~10	/	/	/
		工业废水	200	/	1.0~12	/	/	/
		工业废水	900	/	0.6~15	/	/	/
注：直接进样法测定工业废水仲丁威浓度在 $5\text{ }\mu\text{g/L}\sim 31\text{ }\mu\text{g/L}$ 之间，其中 $5\text{ }\mu\text{g/L}$ 低于测定下限；仲丁威精密度实验未加标，测定 6 次本底值。								

表 B.2 精密度汇总表（固相萃取法）

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	涕灭威亚砷	空白	0.04	0.04	6.6~11	13	0.01	0.02
			0.50	0.52	2.1~9.9	17	0.10	0.27
			4.50	4.05	1.2~16	17	0.79	2.04
		地表水	0.05	/	2.0~13	/	/	/
		地下水	0.05	/	1.8~22	/	/	/
		生活污水	0.20	/	4.3~19	/	/	/
		海水	0.20	/	2.2~17	/	/	/
		工业废水	0.20	/	3.6~18	/	/	/
		工业废水	2.00	/	1.9~8.0	/	/	/
2	涕灭威砷	空白	0.04	0.04	4.2~12	15	0.01	0.02
			0.50	0.50	1.9~14	17	0.12	0.26
			4.50	4.12	1.3~17	21	0.79	2.47
		地表水	0.05	/	1.4~10	/	/	/
		地下水	0.05	/	1.4~10	/	/	/
		生活污水	0.20	/	1.8~19	/	/	/
		海水	0.20	/	2.8~23	/	/	/
		工业废水	0.20	/	3.5~21	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.3~14	/	/	/
3	灭多威	空白	0.04	0.04	6.0~10	6.2	0.01	0.01
			0.50	0.48	1.5~17	16	0.10	0.23
			4.50	4.29	0.6~11	17	0.82	2.22
		地表水	0.05	/	3.1~14	/	/	/
		地下水	0.05	/	2.4~19	/	/	/
		生活污水	0.20	/	3.0~12	/	/	/
		海水	0.20	/	2.3~17	/	/	/

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
3	灭多威	工业废水	0.20	/	2.3~17	/	/	/
		工业废水	2.00	/	3.1~7.9	/	/	/
4	3-羟基克百威	空白	0.04	0.04	3.9~9.4	8.0	0.01	0.01
			0.50	0.50	1.4~17	16	0.12	0.25
			4.50	4.19	1.3~7.1	21	0.63	2.50
		地表水	0.05	/	4.5~22	/	/	/
		地下水	0.05	/	4.1~22	/	/	/
		生活污水	0.20	/	2.8~13	/	/	/
		海水	0.20	/	2.3~21	/	/	/
		工业废水	0.20	/	1.6~22	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.6~11	/	/	/
5	涕灭威	空白	0.04	0.04	7.0~12	6.8	0.01	0.01
			0.50	0.47	1.5~16	18	0.10	0.25
			4.50	3.95	1.7~15	16	0.93	1.97
		地表水	0.05	/	4.2~19	/	/	/
		地下水	0.05	/	2.0~14	/	/	/
		生活污水	0.20	/	1.6~14	/	/	/
		海水	0.20	/	2.3~19	/	/	/
		工业废水	0.20	/	1.6~19	/	/	/
		工业废水	2.00	/	1.7~8.6	/	/	/
6	残杀威	空白	0.04	0.04	6.2~12	5.9	0.01	0.01
			0.50	0.48	1.6~25	18	0.15	0.28
			4.50	4.09	1.0~16	18	1.12	2.33
		地表水	0.05	/	3.1~15	/	/	/
		地下水	0.05	/	3.2~11	/	/	/
		生活污水	0.20	/	2.1~12	/	/	/
		海水	0.20	/	2.3~20	/	/	/
		工业废水	0.20	/	2.5~20	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.2~8.1	/	/	/
7	克百威 (呋喃丹)	空白	0.04	0.04	5.4~9.3	6.0	0.01	0.01
			0.50	0.48	1.9~23	18	0.13	0.27
			4.50	4.10	1.4~17	17	1.05	2.17
		地表水	0.05	/	5.4~14	/	/	/
		地下水	0.05	/	3.8~14	/	/	/
		生活污水	0.20	/	3.2~12	/	/	/
		海水	0.20	/	4.7~15	/	/	/
		工业废水	0.20	/	4.8~15	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.8~11	/	/	/
8	甲萘威 (西维因)	空白	0.04	0.04	3.4~9.9	9.0	0.01	0.01
			0.50	0.48	1.4~14	13	0.10	0.20
			4.50	4.21	1.3~23	15	1.25	2.13
		地表水	0.05	/	3.3~14	/	/	/
		地下水	0.05	/	6.0~15	/	/	/

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
7	甲萘威 (西维因)	生活污水	0.20	/	4.0~11	/	/	/
		海水	0.20	/	2.6~25	/	/	/
		工业废水	0.20	/	2.6~25	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.6~11	/	/	/
9	异丙威 (叶蝉散)	空白	0.04	0.04	3.7~9.8	11	0.01	0.02
			0.50	0.48	1.5~15	16	0.12	0.24
			4.50	3.98	1.3~21	9.8	1.50	1.75
		地表水	0.05	/	1.9~16	/	/	/
		地下水	0.05	/	5.0~16	/	/	/
		生活污水	0.20	/	0.6~14	/	/	/
		海水	0.20	/	3.2~15	/	/	/
		工业废水	0.20	/	2.7~15	/	/	/
		工业废水	2.00	/	4.5~12	/	/	/
10	仲丁威 (扑杀威)	空白	0.04	0.04	4.2~11	8.4	0.01	0.01
			0.50	0.46	1.0~20	12	0.11	0.19
			4.50	3.79	1.7~23	8.2	1.51	1.63
		地表水	0.05	/	2.7~20	/	/	/
		地下水	0.05	/	2.3~21	/	/	/
		生活污水	0.20	/	1.8~13	/	/	/
		海水	0.20	/	0.3~20	/	/	/
		工业废水	/	/	4.3~17	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.5~8.2	/	/	/
11	甲硫威 (灭虫威)	空白	0.04	0.04	7.1~10	16	0.01	0.02
			0.50	0.45	1.1~22	10	0.13	0.17
			4.50	3.84	1.9~19	11	1.06	1.52
		地表水	0.05	/	4.5~16	/	/	/
		地下水	0.05	/	0.9~12	/	/	/
		生活污水	0.20	/	3.3~21	/	/	/
		海水	0.20	/	3.0~14	/	/	/
		工业废水	0.20	/	3.4~8.0	/	/	/
		工业废水	2.00	/	2.8~12	/	/	/

注：固相萃取法测定工业废水仲丁威浓度在 0.29 $\mu\text{g/L}$ ~2.66 $\mu\text{g/L}$ 之间，精密度实验未加标，测定 6 次本底值。

表 B.3 正确度汇总表（直接进样法）

序号	目标化合物	直接进样法			
		样品类型	加标浓度（μg/L）	加标回收率范围（%）	加标回收率最终值（%）
1	涕灭威亚砷	空白	20	97.3~118	106±17
			200	91.0~124	102±23
			900	91.4~103	98.2±7.5
		地表水	50	74.5~118	98.3±32
		地下水	30	85.9~121	101±26
		生活污水	30	90.6~124	103±30
		工业废水	200	81.5~113	93.9±23
		工业废水	900	75.3~112	98.8±28

续表

序号	目标化合物	直接进样法			
		样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
2	涕灭威砒	空白	20	95.0~119	107±22
			200	92.6~122	101±22
			900	91.5~108	99.7±11
		地表水	50	85.2~118	99.3±27
		地下水	30	92.8~121	102±22
		生活污水	30	92.4~119	105±24
		工业废水	200	84.8~112	97.7±21
		工业废水	900	79.7~114	98.3±25
3	灭多威	空白	20	93.1~118	102±17
			200	93.7~101	97.3±6.0
			900	91.9~104	99.3±8.8
		地表水	50	97.8~117	106±16
		地下水	30	96.4~120	106±18
		生活污水	30	95.5~119	106±22
		工业废水	200	81.2~111	96.7±22
		工业废水	900	79.7~114	98.3±25
4	3-羟基克百威	空白	20	96.0~118	101±17
			200	72.6~101	91.9±20
			900	91.0~103	97.2±10
		地表水	50	80.6~115	97.3±30
		地下水	30	70.5~122	97.3±34
		生活污水	30	86.1~120	103±25
		工业废水	200	81.7~112	99.9±23
		工业废水	900	80.9~116	101±26
5	涕灭威	空白	20	93.3~114	104±17
			200	86.8~102	94.6±11
			900	87.9~102	95.3±10
		地表水	50	95.4~116	106±17
		地下水	30	87.1~122	104±26
		生活污水	30	87.1~117	105±24
		工业废水	200	81.1~113	90.4±22
		工业废水	900	80.4~111	92.0±23
6	残杀威	空白	20	97.8~119	107±18
			200	85.5~102	93.8±11
			900	86.3~103	94.6±13
		地表水	50	82.3~117	101±29
		地下水	30	87.2~122	103±26
		生活污水	30	88.5~118	104±27
		工业废水	200	88.1~111	99.6±16
		工业废水	900	85.7~115	101±21
7	克百威 (呋喃丹)	空白	20	93.7~118	104±21
			200	75.8~103	92.2±20
			900	83.1~103	95.2±14

续表

序号	目标化合物	直接进样法			
		样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
7	克百威 (呋喃丹)	地表水	50	82.3~117	101±29
		地下水	30	90.9~123	105±25
		生活污水	30	83.1~118	104±28
		工业废水	200	85.5~110	99.4±18
		工业废水	900	81.4~115	98.6±25
8	甲萘威 (西维因)	空白	20	84.6~118	102±23
			200	81.9~102	93.3±17
			900	85.6~103	96.6±13
		地表水	50	77.7~114	100±27
		地下水	30	75.4~123	97.1±32
		生活污水	30	83.7~120	101±28
		工业废水	200	84.7~112	99.5±21
		工业废水	900	82.3~115	99.7±24
9	异丙威 (叶蝉散)	空白	20	88.8~114	99.7±18
			200	90.1~102	96.8±8.8
			900	91.6~101	97.1±8.3
		地表水	50	81.5~114	102±26
		地下水	30	75.9~123	102±31
		生活污水	30	75.9~118	102±31
		工业废水	200	71.1~111	95.7±28
		工业废水	900	76.2~114	96.8±28
10	仲丁威 (扑杀威)	空白	20	93.4~105	97.5±8.6
			200	80.5~103	94.1±17
			900	89.8~102	96.6±9.3
		地表水	50	86.9~116	101±20
		地下水	30	79.3~111	98.2±28
		生活污水	30	79.3~119	98.2±31
		工业废水	200	72.3~104	93.0±22
		工业废水	900	76.9~114	95.7±24
11	甲硫威 (灭虫威)	空白	20	77.4~118	97.9±27
			200	83.9~105	93.2±16
			900	84.6~102	93.7±15
		地表水	50	84.3~119	98.8±23
		地下水	30	83.9~117	99.4±23
		生活污水	30	91.1~125	101±25
		工业废水	200	82.5~104	92.4±17
		工业废水	900	79.9~114	94.0±24

表 B.4 正确度汇总表（固相萃取法）

序号	目标化合物	固相萃取法			
		样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
1	涕灭威亚砷	空白	0.04	75.3~103	83.6±21
			0.50	76.7~129	104±36
			4.50	74.7~119	89.9±30
		地表水	0.05	76.3~116	96.3±40
		地下水	0.05	80.0~116	92.4±25
		生活污水	0.20	80.4~121	99.1±35
		海水	0.20	76.1~123	92.2±34
		工业废水	0.20	77.8~123	94.0±43
		工业废水	2.00	80.3~103	92.8±20
2	涕灭威砷	空白	0.04	67.0~103	84.4±26
			0.50	80.8~125	99.2±34
			4.50	77.1~128	91.7±37
		地表水	0.05	76.7~124	98.6±41
		地下水	0.05	88.7~124	98.8±27
		生活污水	0.20	75.9~125	99.7±38
		海水	0.20	76.1~93.3	84.6±13
		工业废水	0.20	79.5~121	94.4±29
		工业废水	2.00	81.3~99.3	87.1±14
3	灭多威	空白	0.04	75.4~90.0	83.9±11
			0.50	85.2~124	96.4±31
			4.50	81.5~124	94.6±32
		地表水	0.05	78.7~110	90.1±23
		地下水	0.05	73.3~104	92.1±22
		生活污水	0.20	78.7~94.2	88.0±11
		海水	0.20	73.3~112	88.3±28
		工业废水	0.20	64.6~89.2	78.8±18
		工业废水	2.00	82.6~99.2	89.6±12
4	3-羟基克百威	空白	0.04	77.0~95.7	86.9±14
			0.50	81.0~124	100±32
			4.50	73.3~124	93.0±39
		地表水	0.05	73.0~114	96.1±36
		地下水	0.05	69.3~114	85.1±32
		生活污水	0.20	71.9~126	99.2±39
		海水	0.20	80.1~107	88.7±20
		工业废水	0.20	80.1~127	99.2±36
		工业废水	2.00	87.2~103	90.2±12
5	涕灭威	空白	0.04	73.3~88.6	78.6±11
			0.50	74.7~118	94.2±33
			4.50	70.5~111	87.7±28
		地表水	0.05	79.7~97.3	88.8±14
		地下水	0.05	75.0~89.3	83.7±12
		生活污水	0.20	73.6~113	94.2±29
		海水	0.20	63.8~104	81.8±29
		工业废水	0.20	63.8~116	81.1±37
		工业废水	2.00	79.9~111	92.0±27

续表

序号	目标化合物	固相萃取法			
		样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
6	残杀威	空白	0.04	78.7~90.7	85.0±9.8
			0.50	74.0~122	96.5±35
			4.50	75.4~117	90.0±32
		地表水	0.05	71.7~117	93.6±38
		地下水	0.05	75.3~117	90.3±30
		生活污水	0.20	78.6~115	91.8±27
		海水	0.20	78.0~104	87.5±19
		工业废水	0.20	78.0~116	90.7±30
		工业废水	2.00	82.4~100	91.6±12
7	克百威 (呋喃丹)	空白	0.04	75.0~89.1	82.7±10
			0.50	82.0~126	97.0±35
			4.50	76.9~120	90.8±31
		地表水	0.05	76.7~118	97.0±37
		地下水	0.05	72.7~110	93.6±25
		生活污水	0.20	76.8~124	96.2±37
		海水	0.20	68.0~95.0	83.7±23
		工业废水	0.20	68.0~116	85.6±34
		工业废水	2.00	82.6~103	92.4±13
8	甲萘威 (西维因)	空白	0.04	68.7~88.2	79.3±15
			0.50	83.3~115	95.9±25
			4.50	77.5~117	93.8±29
		地表水	0.05	73.0~116	87.8±33
		地下水	0.05	71.0~94.7	79.7±19
		生活污水	0.20	70.6~107	93.5±28
		海水	0.20	73.5~94.9	83.9±16
		工业废水	0.20	73.5~124	89.5±37
		工业废水	2.00	82.8~93.2	87.1±8.8
9	异丙威 (叶蝉散)	空白	0.04	71.3~91.9	82.2±19
			0.50	75.0~111	94.9±30
			4.50	80.2~101	87.9±16
		地表水	0.05	76.7~107	89.0±23
		地下水	0.05	72.7~95.7	82.9±17
		生活污水	0.20	71.3~101	89.8±22
		海水	0.20	74.0~112	90.0±28
		工业废水	0.20	74.0~99.2	87.8±22
		工业废水	2.00	81.1~101	90.3±14
10	仲丁威 (扑杀威)	空白	0.04	72.3~89.5	80.4±14
			0.50	75.7~106	92.3±23
			4.50	77.7~98.7	85.3±17
		地表水	0.05	72.0~108	91.7±29
		地下水	0.05	74.7~96.0	87.8±19
		生活污水	0.20	75.8~94.5	88.2±16
		海水	0.20	80.0~104	92.2±18
		工业废水	2.00	74.3~91.8	81.7±14

续表

序号	目标化合物	固相萃取法			
		样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
11	甲硫威 (灭虫威)	空白	0.04	69.0~108	86.2±28
			0.50	77.0~103	90.4±19
			4.50	70.8~97.7	84.8±18
		地表水	0.05	73.3~125	94.3±36
		地下水	0.05	70.7~119	91.3±35
		生活污水	0.20	73.5~106	86.0±24
		海水	0.20	74.3~97.0	84.3±16
		工业废水	0.20	74.3~118	85.3±34
		工业废水	2.00	81.1~99.4	89.9±16