

# HJ

## 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 827—2017

### 水质 氨基甲酸酯类农药的测定 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法

Water quality—Determination of carbamates pesticides by Ultra performance liquid chromatography - triple quadrupole mass spectrometry



2017-03-30 发布

2017-05-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

# 中华人民共和国环境保护部 公告

2017年 第12号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法》等七项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 822—2017)；
- 二、《水质 氰化物的测定 流动注射-分光光度法》(HJ 823—2017)；
- 三、《水质 硫化物的测定 流动注射-亚甲基蓝分光光度法》(HJ 824—2017)；
- 四、《水质 挥发酚的测定 流动注射-4-氨基安替比林分光光度法》(HJ 825—2017)；
- 五、《水质 阴离子表面活性剂的测定 流动注射-亚甲基蓝分光光度法》(HJ 826—2017)；
- 六、《水质 氨基甲酸酯类农药的测定 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法》(HJ 827—2017)；
- 七、《水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法》(HJ 828—2017)。

以上标准自 2017 年 5 月 1 日起实施，由中国环境出版社出版，标准内容可在环境保护部网站 ([kjs.mep.gov.cn/hjbhbz/](http://kjs.mep.gov.cn/hjbhbz/)) 查询。

自以上标准实施之日起，由原国家环境保护局 1989 年 12 月 25 日批准、发布的《水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法》(GB 11914—89) 废止。

特此公告。

环境保护部  
2017年3月30日

## 目 次

前 言.....	iv
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.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	5
9 精密度和准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处理.....	8
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） 方法的精密度和准确度 .....	10

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中氨基甲酸酯类农药的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中 15 种氨基甲酸酯类农药的超高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：江苏省环境监测中心。

本标准方法验证单位：浙江省舟山海洋生态环境监测站、大连市环境监测中心、济南市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心。

本标准环境保护部 2017 年 3 月 30 日批准。

本标准自 2017 年 5 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。



# 水质 氨基甲酸酯类农药的测定

## 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法

警告：氨基甲酸酯类农药属于有毒有机物，实验操作时应避免接触皮肤和衣物。溶液配制和样品预处理过程应在通风橱内进行。

### 1 适用范围

本标准规定了测定水中 15 种氨基甲酸酯类农药的超高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中灭多威、灭多威肟、3-羟基克百威、残杀威、恶虫威、甲萘威、混杀威、速灭威、仲丁威、猛杀威、氯灭杀威、克百威、异丙威、灭虫威、抗蚜威 15 种氨基甲酸酯类农药的测定。

当进样体积为 2.0  $\mu\text{l}$  时，直接进样法的检出限为 0.1~2  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.4~8  $\mu\text{g/L}$ ，详见附录 A。

当取样量为 100 ml，浓缩定容体积为 1.0 ml，进样体积为 2.0  $\mu\text{l}$  时，固相萃取法检出限为 0.002~0.031  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.008~0.124  $\mu\text{g/L}$ ，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。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

### 3 方法原理

水中的氨基甲酸酯类农药经直接进样或固相萃取法富集，用超高效液相色谱-三重四极杆质谱法分离检测。根据保留时间和特征离子定性，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的优级纯试剂，实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

4.1 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g/ml}$ 。

4.2 氢氧化钠 (NaOH)。

4.3 甲酸 (HCOOH)。

4.4 甲醇 (CH<sub>3</sub>OH)，农残级。

4.5 硫酸溶液：1+1

量取 50 ml 浓硫酸 (4.1)，缓慢加入到 50 ml 水中。

4.6 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 0.4 \text{ g/ml}$

称取 40 g 氢氧化钠溶于水中，定容至 100 ml。

4.7 甲酸溶液：1+1 000

## HJ 827—2017

移取 1 ml 甲酸 (4.3) 于 1 000 ml 水中。

### 4.8 标准溶液

以下所有标准溶液应恢复至室温并摇匀后使用。

#### 4.8.1 氨基甲酸酯类化合物标准贮备液： $\rho=100\ \mu\text{g/ml}$

可购买市售有证标准溶液，组分包括灭多威、灭多威肟、3-羟基克百威、残杀威、恶虫威、甲萘威、混杀威、速灭威、仲丁威、猛杀威、氯灭杀威、克百威、异丙威、灭虫威、抗蚜威，溶剂为甲醇。贮备液于 4℃ 以下冷藏密封避光保存或参照制造商的产品说明。

#### 4.8.2 氨基甲酸酯类化合物标准使用液：

取适量氨基甲酸酯类化合物贮备液 (4.8.1) 用甲醇 (4.4) 稀释，使得灭多威肟质量浓度为 20  $\mu\text{g/ml}$ ，速灭威、氯灭杀威、仲丁威和猛杀威质量浓度为 2.0  $\mu\text{g/ml}$ ，抗蚜威、克百威、异丙威和灭虫威质量浓度为 1.0  $\mu\text{g/ml}$ ，灭多威、3-羟基克百威、残杀威、恶虫威、甲萘威、混杀威质量浓度为 4.0  $\mu\text{g/ml}$  (参考质量浓度)。使用液于 4℃ 以下冷藏密封避光保存，保质期为两个月。

#### 4.8.3 内标贮备液： $\rho = 100\ \mu\text{g/ml}$

内标物为甲萘威-D<sub>7</sub>、克百威-D<sub>3</sub>、灭虫威-D<sub>3</sub>、灭多威-D<sub>3</sub>，可购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇。4℃ 以下冷藏密封避光保存或参照制造商的产品说明。

#### 4.8.4 内标使用液：

取适量内标贮备液 (4.8.3) 用甲醇 (4.4) 稀释，使得灭虫威-D<sub>3</sub> 质量浓度为 0.5  $\mu\text{g/ml}$  (参考质量浓度)，灭多威-D<sub>3</sub>、甲萘威-D<sub>7</sub> 和克百威-D<sub>3</sub> 的质量浓度为 2.0  $\mu\text{g/ml}$  (参考质量浓度)。内标使用液于 4℃ 以下冷藏密封避光保存。

### 4.9 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

### 4.10 滤膜：材质为 0.22 $\mu\text{m}$ 聚四氟乙烯或其他等效材质。

## 5 仪器和设备

### 5.1 超高效液相色谱/三重四极杆质谱仪：配有电喷雾离子化源 (ESI)。

5.2 色谱柱：填料为 1.7  $\mu\text{m}$  ODS C<sub>18</sub>，柱长 50 mm，内径 2.1 mm 的反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。

5.3 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

5.4 固相萃取柱：填料为二乙烯苯和 *N*-乙烯基吡咯烷酮共聚物或等效萃取柱，规格为 6 ml/500 mg。

5.5 浓缩装置：氮吹浓缩仪或其他类型的等性能相当的设备。

5.6 微量注射器：10  $\mu\text{l}$ 、50  $\mu\text{l}$ 、100  $\mu\text{l}$ 、250  $\mu\text{l}$ 、1.0 ml。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

## 6 样品

### 6.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行水样的采集与保存。

用预先洗涤干净并干燥的磨口棕色玻璃瓶 (250 ml) 采集水样，采样瓶要完全注满不留气泡。用硫酸溶液 (4.5) 或氢氧化钠溶液 (4.6) 调节其为中性，水样 4℃ 以下冷藏避光保存。测定灭多威和灭多威肟时应在 3 d 内完成分析，测定其他组分时应在 7 d 内完成分析。

## 6.2 试样制备

### 6.2.1 直接进样法

水样恢复至室温，经 0.22 μm 滤膜过滤后，准确移取 1.0 ml 样品，加入内标使用液 10.0 μl (4.8.4)，混匀待测。

### 6.2.2 固相萃取法

依次用 10 ml 甲醇 (4.4) 和 10 ml 水活化固相萃取柱 (5.4)，在活化过程中应确保小柱中填料表面不露出液面。量取 100 ml 水样，以小于 5 ml/min 的流速 (1~2 滴/s) 通过固相萃取柱，废水样品体积可根据实际情况适当减少。再用 10 ml 实验用水淋洗小柱，去除小柱上保留较弱的杂质，之后用氮气 (4.9) 吹干小柱。用 10 ml 甲醇 (4.4) 以约 3 ml/min (约 1 滴/s) 的流速洗脱富集后的小柱，收集洗脱液。将上述洗脱液浓缩 (5.5) 至近干 (注意保持液面微波波动)，转换溶剂为水并定容到 1.0 ml，最后加入内标使用液 10.0 μl (4.8.4)，混匀后经滤膜 (4.10) 过滤，置于样品瓶中，待测。

注：含有大量不挥发性盐的水样应采用固相萃取法对样品进行净化。

## 6.3 空白试样制备

以水代替样品，按照试样制备 (6.2.1 或 6.2.2) 相同操作步骤，制备直接进样法空白试样或固相萃取法空白试样。

## 7 分析步骤

### 7.1 仪器参考条件

#### 7.1.1 超高效液相色谱仪参考条件

流动相：流动相 A 甲酸溶液 1+1 000 (4.7)，流动相 B 甲醇 (4.4)，梯度洗脱程序见表 1。

流速：0.3 ml/min

柱温：40℃

进样体积：2.0 μl

表 1 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
2	95	5
5	80	20
6	80	20
8	60	40
10	60	40
11	40	60
13	40	60
14	20	80
15	0	100
17	0	100
18	95	5
20	95	5



## 7.1.2 质谱仪参考条件

正离子模式，离子化电压：5 500 V，离子源加热气体温度：550℃。检测方式为多离子反应监测（MRM），具体条件见表 2。

注：对于不同质谱仪器，参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。

表 2 目标化合物的多离子反应监测条件

化合物	监测离子对 ( $m/z$ )	驻留时间/ms	锥孔电压/V	碰撞电压/V	定量内标
灭多威肟	106.1→58.2*	16	72	17	灭多威-D <sub>3</sub>
	106.1→88.0	10	72	14	
灭多威	163.2→88.1*	18	44	13	
	163.2→105.9	10	44	12	
抗蚜威	239.3→182.1*	18	60	22	克百威-D <sub>3</sub>
	239.3→72.1	10	60	33	
3-羟基克百威	238.3→181.0*	18	75	16	
	238.3→163.1	10	75	21	
速灭威	166.1→109.2*	18	60	17	
	166.1→94.1	10	60	37	
残杀威	210.3→111.2*	18	62	19	
	210.3→168.2	10	62	11	
克百威	222.1→165.3*	18	70	17	
	222.1→123.1	10	70	30	
恶虫威	224.0→167.2*	18	68	14	
	224.0→109.1	10	68	23	
甲萘威	202.2→145.2*	18	60	16	甲萘威-D <sub>7</sub>
	202.2→127.1	10	60	38	
异丙威	194.1→95.2*	18	60	22	
	194.1→137.2	10	60	13	
混杀威	194.1→137.0*	16	76	19	
	194.1→122.2	10	76	33	
氯灭杀威	214.1→157.1*	20	70	15	
	214.1→121.3	18	70	30	
仲丁威	208.2→95.0*	18	66	21	灭虫威-D <sub>3</sub>
	208.2→152.2	10	66	12	
灭虫威	226.3→169.1*	16	74	14	
	226.3→121.1	10	74	27	
猛杀威	208.1→151.2*	16	65	13	
	208.1→109.2	10	65	21	
灭多威-D <sub>3</sub>	165.9→88.1*	10	44	13	—
甲萘威-D <sub>7</sub>	209.1→152.0*	10	60	16	
灭虫威-D <sub>3</sub>	229.3→169.1*	10	74	14	
克百威-D <sub>3</sub>	225.1→165.3*	10	70	17	

注：带\*的为定量离子对。

## 7.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书在规定时间和频次内对液相色谱/串联质谱仪进行仪器质量数和分辨率校正，其中仪器质量数偏移在±0.5Da之内，质谱峰半峰宽在0.6~0.9Da之间，以确保仪器处于最佳测试状态。

注：Da，道尔顿 Dalton 的缩写，原子质量单位，1Da=1.660 1×10<sup>-27</sup> kg。

## 7.2 标准曲线的建立

取一定量氨基甲酸酯类标准使用液（4.8.2），用水配制至少 5 个质量浓度点的标准系列（参考质量浓度见表 3），分别取 1.0 ml 制备好的标准系列，加入内标标准使用液（4.8.4）10.0  $\mu\text{l}$ ，混匀后贮存在棕色样品瓶中，待测。

由低质量浓度到高质量浓度依次对标准系列溶液进样，以标准系列溶液中目标组分的质量浓度与内标物质量浓度的比值为横坐标，以其对应的峰面积（或峰高）与内标物峰面积（或峰高）的比值为纵坐标，建立标准曲线。

表 3 氨基甲酸酯类农药标准曲线参考质量浓度点

目标化合物	校准曲线质量浓度点/ ( $\mu\text{g/L}$ )					
	浓度点 1	浓度点 2	浓度点 3	浓度点 4	浓度点 5	浓度点 6
灭多威肟	25.0	50.0	100	200	500	—
灭多威	5.00	10.0	20.0	40.0	100	—
抗蚜威	1.25	2.50	5.00	10.0	25.0	100
3-羟基克百威	5.00	10.0	20.0	40.0	100	—
速灭威	2.50	5.00	10.0	20.0	50.0	200
残杀威	5.00	10.0	20.0	40.0	100	—
克百威	1.25	2.50	5.00	10.0	25.0	100
恶虫威	5.00	10.0	20.0	40.0	100	—
甲萘威	5.0	10.0	20.0	40.0	100	—
异丙威	1.25	2.50	5.00	10.0	25.0	100
混杀威	5.00	10.0	20.0	40.0	100	—
氯灭杀威	2.50	5.00	10.0	20.0	50.0	200
仲丁威	2.50	5.00	10.0	20.0	50.0	200
灭虫威	1.25	2.50	5.00	10.0	25.0	100
猛杀威	2.50	5.00	10.0	20.0	50.0	200

注：针对抗蚜威、速灭威、克百威、异丙威、氯灭杀威、仲丁威、灭虫威、猛杀威等目标组分，可根据实际样品情况增加线性浓度范围。

## 7.3 试样测定

取待测试样（6.2），按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。当水样质量浓度超出标准曲线线性范围时，应重新取样、适当稀释，按照（6.2）重新制备样品并测定。

## 7.4 空白试验

按与试样测定相同的条件（7.1）进行空白试样（6.3）的测定。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 定性分析

按照表 2 中确定的母离子与子离子进行监测，试样中目标组分的保留时间与标准样品中该组分的保留时间的相对偏差的绝对值应小于 2.5%；且对待测样品中各组分定性离子的相对丰度 $[K_{\text{sam}}$ ，见式（1）]与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度 $[K_{\text{std}}$ ，见式（2）]进行比较，所得偏差在表 4 规定

的最大允许偏差范围内，则可判定为样品中存在对应的待测物。15 种氨基甲酸酯类农药及 4 种内标物总离子流图见图 1。

$$K_{\text{sam}} = \frac{A_2}{A_1} \times 100 \quad (1)$$

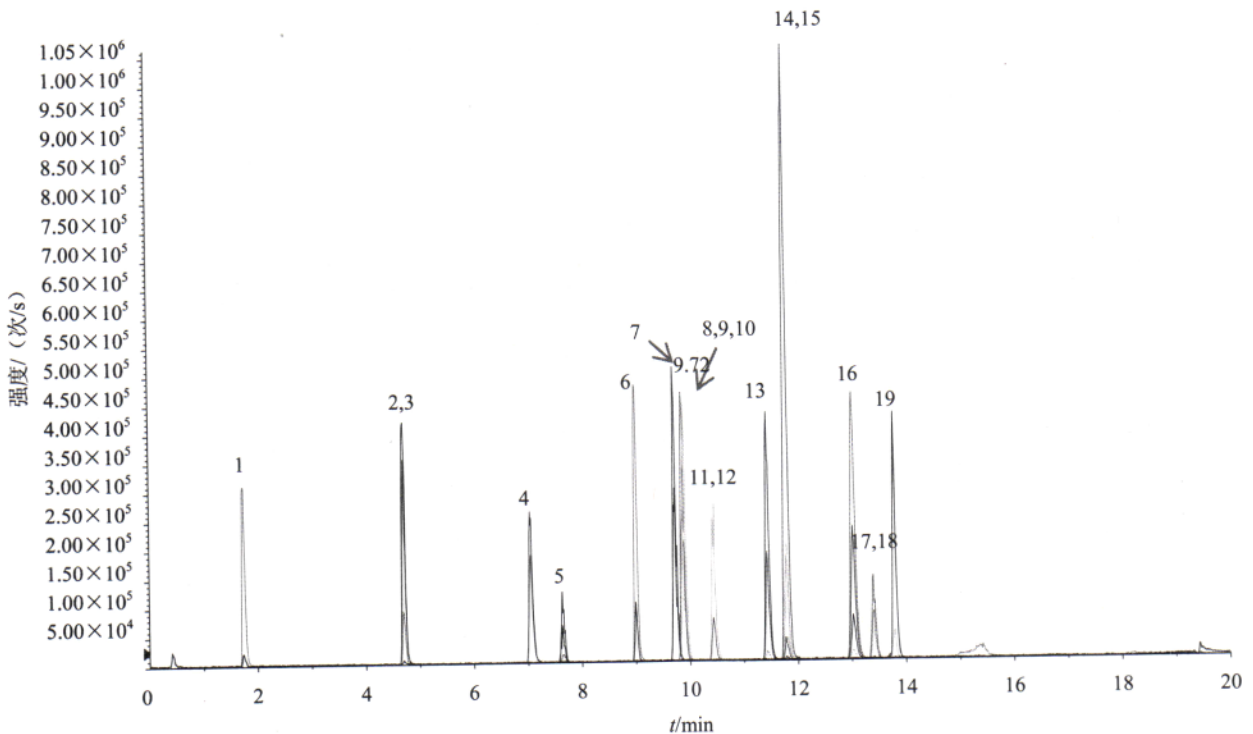
式中： $K_{\text{sam}}$ ——样品中某组分定性离子的相对丰度，%；  
 $A_2$ ——样品中某组分二级质谱定性离子的峰面积（或峰高）；  
 $A_1$ ——样品中某组分二级质谱定量离子的峰面积（或峰高）。

$$K_{\text{std}} = \frac{A_{\text{std}2}}{A_{\text{std}1}} \times 100 \quad (2)$$

式中： $K_{\text{std}}$ ——标准样品中某组分定性离子的相对丰度，%；  
 $A_{\text{std}2}$ ——标准样品中某组分二级质谱定性离子的峰面积（或峰高）；  
 $A_{\text{std}1}$ ——标准样品中某组分二级质谱定量离子的峰面积（或峰高）。

表 4 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

$K_{\text{std}}/\%$	$K_{\text{sam}}$ 最大允许偏差/%
$K_{\text{std}} > 50$	20
$20 < K_{\text{std}} \leq 50$	25
$10 < K_{\text{std}} \leq 20$	30
$K_{\text{std}} \leq 10$	50



1. 灭多威肟；2. 灭多威；3. 灭多威-D<sub>3</sub>；4. 抗蚜威；5. 3-羟基克百威；6. 速灭威；7. 残杀威；8. 克百威；  
 9. 克百威-D<sub>3</sub>；10. 恶虫威；11. 甲萘威；12. 甲萘威-D<sub>7</sub>；13. 异丙威；14. 混杀威；15. 氯灭杀威；16. 仲丁威；  
 17. 灭虫威；18. 灭虫威-D<sub>3</sub>；19. 猛杀威。

图 1 15 种氨基甲酸酯类农药和 4 种内标物总离子流色谱图



## 8.2 定量分析

目标化合物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积，用内标法定量。

## 8.3 结果计算

样品中的目标物的质量浓度按式（3）计算：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times V_1}{V} \times f \quad (3)$$

式中： $\rho$ ——样品中目标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_1$ ——从标准曲线上查得的试样中目标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$V_1$ ——试样的体积，ml；

$V$ ——水样体积，ml；

$f$ ——稀释倍数。

## 8.4 结果表示

### 8.4.1 直接进样法

当测定结果大于等于  $100 \mu\text{g/L}$  时，数据保留三位有效数字；当结果小于  $100 \mu\text{g/L}$ ，灭多威数据保留至整数位，其余目标物数据保留至小数点后一位。

### 8.4.2 固相萃取法

当测定结果大于等于  $1 \mu\text{g/L}$  时，数据保留三位有效数字；当结果小于  $1 \mu\text{g/L}$ ，保留至小数点后 3 位。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

#### 9.1.1 直接进样法

6 家实验室对含氨基甲酸酯类农药质量浓度为  $2.00 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 、 $80.0 \mu\text{g/L}$ （以甲萘威计）的统一空白加标水样进行了 6 次重复测定：

实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~12%、0.4%~9.2%、1.2%~9.6%；实验室间相对标准偏差分别为 3.5%~12%、2.9%~13%、2.8~10%；重复性限分别为  $0.1\sim 2 \mu\text{g/L}$ 、 $0.6\sim 17 \mu\text{g/L}$ 、 $2.1\sim 52 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为  $0.1\sim 3 \mu\text{g/L}$ 、 $0.7\sim 22 \mu\text{g/L}$ 、 $2.4\sim 64 \mu\text{g/L}$ 。

6 家实验室对含氨基甲酸酯类农药质量浓度为  $5.00 \mu\text{g/L}$ 、 $80.0 \mu\text{g/L}$ （以甲萘威计）的实际样品加标样进行了 6 次重复测定：

实验室内相对标准偏差分别为 0.7%~15.8%、0.5%~17.7%；实验室间相对标准偏差分别为 2.2%~13.2%、1.7%~24.7%；重复性限分别为  $0.1\sim 5 \mu\text{g/L}$ 、 $1.9\sim 74 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为  $0.2\sim 6 \mu\text{g/L}$ 、 $3.5\sim 94 \mu\text{g/L}$ 。

#### 9.1.2 固相萃取法

6 家实验室对含氨基甲酸酯类农药质量浓度为  $0.040 \mu\text{g/L}$ 、 $0.200 \mu\text{g/L}$ 、 $0.800 \mu\text{g/L}$ （以甲萘威计）的统一空白加标水样进行了 6 次重复测定：

实验室内相对标准偏差分别为 2.5%~15%、3.3%~13%、1.8%~10%；实验室间相对标准偏差分别为 3.1%~15%、3.9%~15%、3.1~14%；重复性限分别为  $0.002\sim 0.037 \mu\text{g/L}$ 、 $0.009\sim 0.139 \mu\text{g/L}$ 、 $0.025\sim 0.675 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为  $0.002\sim 0.037 \mu\text{g/L}$ 、 $0.016\sim 0.154 \mu\text{g/L}$ 、 $0.032\sim 0.703 \mu\text{g/L}$ 。



## HJ 827—2017

6家实验室对含氨基甲酸酯类农药质量浓度为0.100 μg/L、0.800 μg/L（以甲萘威计）的实际样品加标样进行了6次重复测定：

实验室内相对标准偏差分别为1.4%~24.5%、1.3%~12.6%；实验室间相对标准偏差分别为3.0%~20.4%、2.6%~18.0%；重复性限分别为0.004~0.092 μg/L、0.023~0.630 μg/L；再现性限分别为0.005~0.140 μg/L、0.027~1.00 μg/L。

### 9.2 准确度

#### 9.2.1 直接进样法

6家实验室对含氨基甲酸酯类农药质量浓度5.00 μg/L、80.0 μg/L（以甲萘威计）的统一样品进行了加标分析测定，加标回收率分别为76.5%~111%、78.7%~120%。

#### 9.2.2 固相萃取法

6家实验室对含氨基甲酸酯类农药质量浓度0.100 μg/L、0.800 μg/L（以甲萘威计）的统一样品进行了加标分析测定，加标回收率分别为72.1%~112%、74.5%~121%。

具体的精密度和准确度结果统计见附录B。

## 10 质量保证和质量控制

### 10.1 空白分析

每次分析至少做一个实验室空白，实验室空白中检出每个目标化合物的质量浓度不得超过方法的检出限。

### 10.2 校准

每批样品应绘制标准曲线，相关系数应不小于0.995，否则重新绘制标准曲线。

每20个样品或每批次样品（少于20个样品）应测定一个标准曲线中间质量浓度点标准溶液，其测定结果与该点质量浓度的相对偏差应不大于20%，否则，须重新绘制标准曲线。

### 10.3 平行样测定

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）需做1个平行双样，平行双样测定结果的相对偏差应不大于20%。

### 10.4 样品加标回收率测定

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）需做1个基体加标样，加标样与原样品在完全相同的测试条件下进行分析。直接进样法加标回收率应在70%~115%之间，固相萃取法加标回收率应在60%~120%之间。

## 11 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

附录 A  
(规范性附录)  
方法的检出限和测定下限

表 A.1 给出了本方法中目标化合物的检出限和测定下限，固相萃取法以 100 ml 水样计。

表 A.1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文简称	CAS 号	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	灭多威肟	Methomyl-oxime	13749-94-5	2	8	0.031	0.124
2	灭多威	Methomyl	16752-77-5	0.6	2.4	0.012	0.048
3	抗蚜威	Pirimicarb	23103-98-2	0.2	0.8	0.002	0.008
4	3-羟基克百威	3- Hydroxy carbofuran	16655-82-6	0.4	1.6	0.009	0.036
5	速灭威	Metolcarb	1129-41-5	0.3	1.2	0.004	0.016
6	残杀威	Propoxur	114-26-1	0.4	1.6	0.008	0.032
7	克百威	Carbofuran	1563-66-2	0.1	0.4	0.005	0.020
8	恶虫威	Bendiocarb	22781-23-3	0.6	2.4	0.007	0.028
9	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	0.3	1.2	0.010	0.040
10	异丙威	Isoprocab	2631-40-5	0.2	0.8	0.003	0.012
11	混杀威	2,3,5-Trimethacarb	2655-15-4	0.3	1.2	0.007	0.028
12	氯灭杀威	Carbanolate	671-04-5	0.2	0.8	0.006	0.024
13	仲丁威	Fenobucarb	3766-81-2	0.2	0.8	0.007	0.028
14	灭虫威	Mercaptodimethur	2032-65-7	0.2	0.8	0.004	0.016
15	猛杀威	Promecarb	2631-37-0	0.2	0.8	0.004	0.016

附 录 B  
(资料性附录)  
方法的精密度和准确度

表 B.1 给出了空白水样加标测定时，直接进样法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表 B.1 空白水样加标测定精密度汇总表（直接进样法）

化合物名称	精密度统计结果					
	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
灭多威肟	10.0	9	3.6~8.7	6.7	2	3
	100	95	1.6~9.2	5.82	17	22
	400	361	1.2~8.9	4.3	52	64
灭多威	2.0	1.9	3.2~7.5	6.5	0.4	0.5
	20.0	18.4	1.5~8.1	6.3	2.8	4.2
	80.0	74.9	1.9~5.1	8.6	11	21
抗蚜威	0.5	0.5	3.1~9.5	4.4	0.1	0.1
	5.0	4.7	1.7~7.4	2.9	0.7	0.7
	20.0	19.0	1.5~7.4	2.8	2.1	2.4
3-羟基克百威	2.0	1.8	3.2~3.8	9.2	0.4	0.6
	20.0	19.5	1.9~5.6	12.5	2.5	7.3
	80.0	75.9	1.8~5.7	10.0	8.0	23
速灭威	1.0	0.9	3.6~8.3	6.0	0.2	0.2
	10.0	9.2	1.7~6.7	5.7	1.3	1.9
	40.0	38.6	2.1~8.0	4.3	5.0	6.5
残杀威	2.0	2.0	2.4~7.9	9.6	0.4	0.7
	20.0	19.5	1.3~7.3	5.7	2.8	4.0
	80.0	77.4	1.2~5.1	9.1	7.3	21
克百威	0.5	0.5	2.4~11.6	6.2	0.1	0.2
	5.0	4.7	1.4~4.8	3.9	0.6	0.8
	20.0	18.7	1.2~9.6	7.7	2.8	4.8
恶虫威	2.0	1.9	2.0~9.4	5.2	0.4	0.5
	20.0	19.2	0.4~8.8	9.3	3.0	5.8
	80.0	76.6	1.3~7.1	5.0	8.3	13
甲萘威	2.0	1.9	3.7~7.0	5.8	0.3	0.4
	20.0	19.1	1.7~6.5	10.8	2.5	6.2
	80.0	77.2	1.4~6.5	7.7	9.9	19
异丙威	0.5	0.5	3.8~8.1	6.4	0.1	0.2
	5.0	4.8	1.5~7.3	3.6	0.8	0.9
	20.0	18.9	1.4~7.7	7.9	2.5	4.8
混杀威	2.0	1.9	2.5~7.9	3.5	0.3	0.4
	20.0	19.4	0.7~8.6	6.7	2.7	4.4
	80.0	77.7	1.3~7.3	6.0	11	16

续表

化合物名称	精密度统计结果					
	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
氯灭杀威	1.0	0.9	2.7~10.5	8.3	0.2	0.3
	10.0	9.5	2.2~5.0	8.5	1.1	2.5
	40.0	38.3	1.5~6.2	5.5	4.9	7.4
仲丁威	1.0	1.0	1.5~8.9	8.9	0.2	0.3
	10.0	9.5	1.9~5.8	5.2	1.2	1.8
	40.0	38.3	2.1~7.3	5.2	5.1	7.3
灭虫威	0.5	0.5	5.5~11.0	7.4	0.1	0.2
	5.0	4.7	1.7~6.4	7.4	0.7	1.2
	20.0	18.9	1.4~7.9	8.4	2.6	5.0
猛杀威	1.0	0.9	1.8~9.3	11.9	0.2	0.4
	10.0	9.3	1.7~5.9	5.1	1.1	1.7
	40.0	37.5	2.3~6.5	8.0	5.5	9.8

表 B.2 给出了实际水样加标测定时，直接进样法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表 B.2 实际水样加标测定精密度汇总表（直接进样法）

目标物	基体类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
灭多威肟	地表水	25.0	23	2.5~13.9	4.7	5	6
		400	367	1.0~17.7	6.4	74	94
	地下水	25.0	23	1.2~5.6	5.9	2.3	4.4
		400	368	1.0~9.1	4.4	48	63
	废水	25.0	22	1.3~6.2	4.1	2.3	3.3
		400	383	1.0~6.0	7.8	43	93
灭多威	地表水	5.0	4.6	1.1~9.5	6.1	0.8	1.1
		80.0	75.8	1.7~6.7	1.7	8.6	8.6
	地下水	5.0	4.6	1.0~4.6	2.2	0.4	0.5
		80.0	78.1	0.8~4.8	5.1	7.5	13
	废水	5.0	5.1	1.5~6.1	7.5	0.7	1.3
		80.0	76.3	1.6~4.9	4.4	8.1	12
抗蚜威	地表水	1.3	1.2	0.7~11.8	5.2	0.2	0.3
		20.0	18.1	1.4~6.5	24.7	1.9	13
	地下水	1.3	1.2	1.2~6.1	5.9	0.1	0.2
		20.0	19.7	0.7~14.1	10.6	3.6	6.7
	废水	1.3	1.2	0.7~6.1	6.4	0.1	0.2
		20.0	20.4	2.6~9.6	10.3	3.9	6.9
3-羟基克百威	地表水	5.0	4.9	1.7~11.0	6.9	1.1	1.4
		80.0	75.6	1.4~7.2	7.4	9.2	18
	地下水	5.0	4.8	1.9~4.5	5.0	0.4	0.8
		80.0	75.9	2.1~7.0	5.0	8.6	13
	废水	5.0	4.9	0.9~5.0	8.9	0.5	1.3
		80.0	77.8	1.9~9.9	6.0	11	17



续表

目标物	基体类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
速灭威	地表水	2.5	2.3	3.0~10.9	5.7	0.4	0.5
		40.0	37.9	2.4~7.7	6.4	5.8	8.6
	地下水	2.5	2.3	0.7~4.6	5.9	0.2	0.4
		40.0	38.2	0.7~16.0	3.8	8.4	8.7
	废水	2.5	2.3	1.6~5.0	7.7	0.2	0.5
		40.0	36.0	3.1~9.9	2.6	5.5	5.7
残杀威	地表水	5.0	4.8	1.4~8.9	8.9	0.9	1.4
		80	78.9	2.5~6.8	7.6	11	19
	地下水	5.0	4.7	1.5~6.1	4.2	0.6	0.8
		80.0	77.4	1.0~9.1	2.1	11	11
	废水	5.0	4.7	1.4~4.6	8.8	0.5	1.2
		80.0	76.3	1.4~6.5	4.5	9.2	13
克百威	地表水	1.3	1.2	1.7~7.8	4.8	0.2	0.2
		20.0	19.3	1.3~6.2	5.4	2.1	3.5
	地下水	1.3	1.2	1.4~6.5	4.9	0.1	0.2
		20.0	19.6	0.9~9.1	7.7	2.6	4.8
	废水	1.3	1.2	0.7~7.1	6.3	0.1	0.3
		20.0	19.7	2.2~6.6	9.3	2.9	5.8
恶虫威	地表水	5.0	4.6	0.9~14.4	4.7	1.1	1.2
		80.0	76.5	1.6~4.5	8.8	9.4	21
	地下水	5.0	4.7	1.6~4.0	7.1	0.4	1.0
		80.0	73.5	0.2~8.7	8.5	9.0	19
	废水	5.0	4.7	0.6~5.4	9.3	0.6	1.4
		80.0	74.5	1.0~4.9	8.2	7.2	18
甲萘威	地表水	5.0	4.6	4.6~10.1	3.6	0.9	0.9
		80.0	79.0	2.0~7.1	7.4	10	19
	地下水	5.0	4.9	1.2~7.4	3.9	0.8	0.9
		80.0	77.9	1.0~4.2	3.0	6.6	8.9
	废水	5.0	4.9	0.8~7.3	6.1	0.7	1.1
		80.0	77.0	2.2~5.4	5.2	8.3	14
异丙威	地表水	1.3	1.2	2.7~7.3	10.1	0.2	0.4
		20.0	18.9	1.3~8.8	6.9	3.1	4.6
	地下水	1.3	1.2	1.3~9.6	10.2	0.1	0.4
		20.0	19.5	3.1~11.3	8.5	3.5	5.6
	废水	1.3	1.2	1.7~7.7	10.2	0.2	0.4
		20.0	19.4	1.7~5.8	11.1	2.4	6.4
混杀威	地表水	5.0	4.6	3.2~8.2	7.8	0.8	1.2
		80.0	78.4	1.5~9.1	5.9	10	16
	地下水	5.0	4.7	0.7~7.3	5.6	0.6	0.9
		80.0	78.0	0.5~4.0	6.9	6.9	16
	废水	5.0	4.6	1.2~5.9	6.3	0.6	1.0
		80.0	79.1	2.9~9.9	5.9	13	18

续表

目标物	基体类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
氯灭杀威	地表水	2.5	2.3	2.6~10.4	7.0	0.5	0.6
		40.0	37.6	1.8~9.2	9.1	6.6	11
	地下水	2.5	2.3	1.1~5.3	5.6	0.3	0.4
		40.0	36.5	1.0~7.5	7.5	5.5	9.1
	废水	2.5	2.3	1.5~5.8	7.3	0.2	0.5
		40.0	36.7	2.9~9.5	9.6	6.6	12
仲丁威	地表水	2.5	2.3	3.8~13.3	11.1	0.5	0.9
		40.0	38.9	1.7~8.3	5.1	5.2	7.3
	地下水	2.5	2.3	1.3~5.4	4.7	0.2	0.4
		40.0	38.2	2.7~5.9	5.6	5.0	7.5
	废水	2.5	2.3	1.5~5.7	6.2	0.3	0.5
		40.0	37.1	0.7~8.3	5.6	5.3	7.6
灭虫威	地表水	1.3	1.2	1.6~15.8	13.2	0.3	0.5
		20.0	18.4	1.8~6.7	9.7	2.6	5.5
	地下水	1.3	1.2	1.0~5.7	7.5	0.1	0.3
		20.0	18.1	1.5~13.3	7.7	3.2	4.9
	废水	1.3	1.2	1.1~6.1	9.4	0.1	0.3
		20.0	18.4	3.6~5.8	6.4	2.5	4.0
猛杀威	地表水	2.5	2.3	4.9~10.4	7.2	0.5	0.6
		40.0	38.1	1.2~7.4	4.8	5.9	7.4
	地下水	2.5	2.3	1.5~6.4	5.9	0.3	0.5
		40.0	37.7	1.4~4.8	3.2	3.6	4.7
	废水	2.5	2.3	1.7~6.3	6.5	0.3	0.5
		40.0	37.5	3.0~6.1	3.3	4.3	5.2

表 B.3 给出了空白水样加标测定时固相萃取法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表 B.3 空白水样加标精密度汇总表（固相萃取法）

化合物名称	精密度统计结果					
	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
灭多威肟	0.200	0.152	2.5~13.6	3.6	0.036	0.036
	1.000	0.726	3.9~10.3	4.0	0.137	0.297
	4.000	3.030	4.3~10.3	2.1	0.662	1.279
灭多威	0.040	0.032	6.3~12.4	3.1	0.009	0.009
	0.200	0.158	3.9~8.0	14.5	0.024	0.068
	0.800	0.667	2.3~5.8	12.6	0.088	0.249
抗蚜威	0.010	0.009	4.4~10.2	14.5	0.002	0.004
	0.050	0.044	3.6~11.9	11.0	0.010	0.016
	0.200	0.162	3.7~7.6	4.4	0.027	0.032
3-羟基克百威	0.040	0.035	3.9~14.5	15.4	0.009	0.017
	0.200	0.206	5.0~8.0	10.9	0.038	0.072
	0.800	0.807	3.2~7.1	9.5	0.117	0.240

续表

化合物名称	精密度统计结果					
	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
速灭威	0.020	0.017	3.9~13.0	8.7	0.004	0.005
	0.100	0.079	3.3~6.5	7.4	0.012	0.020
	0.400	0.357	3.9~7.8	14.4	0.059	0.154
残杀威	0.040	0.034	2.5~12.0	6.9	0.008	0.010
	0.200	0.160	3.8~7.2	6.8	0.029	0.041
	0.800	0.668	3.1~6.4	8.8	0.104	0.190
克百威	0.010	0.009	5.0~7.7	12.2	0.002	0.003
	0.050	0.042	4.3~10.5	14.1	0.009	0.019
	0.200	0.167	3.8~7.1	12.0	0.027	0.061
恶虫威	0.040	0.033	4.1~8.3	11.5	0.006	0.012
	0.200	0.165	3.6~9.1	11.6	0.025	0.058
	0.800	0.681	1.8~7.8	13.8	0.102	0.278
甲萘威	0.040	0.036	3.1~14.7	8.0	0.009	0.012
	0.200	0.183	3.5~5.8	9.1	0.026	0.052
	0.800	0.685	2.8~6.3	5.5	0.091	0.134
异丙威	0.010	0.008	5.6~12.0	11.9	0.002	0.003
	0.050	0.048	4.0~13.2	13.2	0.010	0.020
	0.200	0.198	4.2~7.4	11.6	0.034	0.072
混杀威	0.040	0.036	4.0~15.3	13.6	0.009	0.016
	0.200	0.172	4.2~9.3	11.0	0.036	0.062
	0.800	0.681	3.1~8.0	3.1	0.104	0.112
氯灭杀威	0.020	0.016	4.6~12.7	3.9	0.004	0.004
	0.100	0.078	3.5~7.9	3.9	0.014	0.015
	0.400	0.321	5.1~10.4	6.2	0.065	0.082
仲丁威	0.020	0.016	3.7~9.8	9.4	0.003	0.005
	0.100	0.079	4.1~8.1	9.7	0.014	0.025
	0.400	0.341	4.9~8.1	11.4	0.061	0.123
灭虫威	0.010	0.008	3.4~8.5	5.6	0.002	0.002
	0.050	0.043	5.1~8.0	11.1	0.008	0.015
	0.200	0.183	2.5~7.5	12.9	0.024	0.070
猛杀威	0.020	0.017	6.1~11.0	12.7	0.004	0.007
	0.100	0.080	5.3~6.8	8.6	0.013	0.023
	0.400	0.343	4.2~6.9	14.1	0.053	0.144



表 B.4 给出了实际水样加标测定时固相萃取法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表 B.4 实际水样加标精密度汇总表（固相萃取法）

目标物	基体类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
灭多威肟	地表水	0.500	0.393	1.4~9.5	10.6	0.080	0.140
		4.00	3.22	3.6~10.4	5.4	0.630	0.750
	地下水	0.500	0.406	5.1~13.0	9.5	0.092	0.140
		4.00	3.299	2.8~11.4	9.2	0.600	1.00
	废水	0.500	0.385	3.3~13.9	9.0	0.082	0.120
		4.00	3.297	2.8~9.3	5.2	0.610	0.730
灭多威	地表水	0.100	0.089	4.2~9.9	12.0	0.017	0.034
		0.800	0.690	3.2~10.4	7.3	0.120	0.180
	地下水	0.100	0.078	3.7~10.9	18.4	0.016	0.043
		0.800	0.690	2.6~5.7	9.6	0.084	0.200
	废水	0.100	0.077	4.2~13.8	20.4	0.014	0.046
		0.800	0.711	3.6~7.9	18.0	0.097	0.370
抗蚜威	地表水	0.025	0.023	4.4~24.5	13.8	0.008	0.012
		0.200	0.184	2.9~10.0	10.5	0.035	0.063
	地下水	0.025	0.022	4.9~13.1	13.3	0.005	0.009
		0.200	0.176	1.7~12.6	11.4	0.032	0.063
	废水	0.025	0.024	3.1~10.1	17.0	0.005	0.012
		0.200	0.179	4.0~10.0	12.8	0.035	0.071
3-羟基克百威	地表水	0.100	0.088	4.5~12.3	13.8	0.020	0.038
		0.800	0.684	3.5~12.2	12.0	0.120	0.250
	地下水	0.100	0.100	4.2~11.0	12.1	0.020	0.038
		0.800	0.716	3.5~9.7	11.9	0.130	0.260
	废水	0.100	0.086	3.3~8.8	15.0	0.014	0.038
		0.800	0.723	3.8~4.7	9.2	0.085	0.200
速灭威	地表水	0.050	0.045	3.9~8.9	14.2	0.009	0.019
		0.400	0.372	3.9~8.9	9.4	0.064	0.110
	地下水	0.050	0.044	4.7~7.0	12.9	0.007	0.017
		0.400	0.360	1.9~7.7	9.7	0.050	0.110
	废水	0.050	0.042	4.3~9.3	4.9	0.007	0.008
		0.400	0.356	3.8~7.3	10.0	0.060	0.110
残杀威	地表水	0.100	0.084	4.6~7.7	4.0	0.014	0.016
		0.800	0.657	3.1~9.8	2.6	0.130	0.130
	地下水	0.100	0.086	5.0~7.3	4.1	0.014	0.016
		0.800	0.698	2.0~10.8	2.8	0.130	0.130
	废水	0.100	0.081	4.7~8.0	3.1	0.014	0.014
		0.800	0.664	3.5~8.0	6.2	0.110	0.150
克百威	地表水	0.025	0.022	5.3~9.6	11.4	0.004	0.008
		0.200	0.178	2.9~6.7	12.2	0.025	0.065
	地下水	0.025	0.023	4.7~9.7	13.4	0.005	0.010
		0.200	0.197	2.7~12.4	13.9	0.051	0.089
	废水	0.025	0.024	4.1~9.9	20.3	0.005	0.014
		0.200	0.194	3.4~8.6	17.0	0.031	0.096

续表

目标物	基体类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
恶虫威	地表水	0.100	0.090	3.8~10.2	11.5	0.020	0.034
		0.800	0.717	3.3~11.4	7.8	0.130	0.200
	地下水	0.100	0.088	4.3~10.2	7.5	0.016	0.024
		0.800	0.672	2.8~20.5	12.2	0.150	0.270
	废水	0.100	0.087	1.8~10.5	12.4	0.017	0.034
		0.800	0.690	2.7~7.0	3.1	0.098	0.110
甲萘威	地表水	0.100	0.085	3.0~8.4	3.7	0.014	0.015
		0.800	0.680	2.2~9.2	5.1	0.120	0.150
	地下水	0.100	0.094	3.5~10.5	13.0	0.016	0.037
		0.800	0.738	3.2~10.6	8.6	0.140	0.220
	废水	0.100	0.084	3.7~7.9	8.5	0.014	0.024
		0.800	0.717	2.9~7.4	7.7	0.110	0.180
异丙威	地表水	0.025	0.023	4.3~13.4	15.7	0.006	0.012
		0.200	0.175	3.8~8.0	7.9	0.028	0.047
	地下水	0.025	0.024	3.8~9.9	12.2	0.005	0.009
		0.200	0.188	3.1~5.5	14.7	0.024	0.080
	废水	0.025	0.021	6.9~10.7	12.5	0.006	0.009
		0.200	0.184	4.9~8.7	11.1	0.038	0.067
混杀威	地表水	0.100	0.087	3.6~6.8	4.4	0.013	0.016
		0.800	0.702	3.2~8.4	7.8	0.120	0.190
	地下水	0.100	0.086	4.4~8.9	6.6	0.015	0.021
		0.800	0.719	1.3~9.2	5.1	0.120	0.150
	废水	0.100	0.088	3.4~5.8	12.4	0.012	0.032
		0.800	0.666	2.2~8.9	3.9	0.090	0.110
氯灭杀威	地表水	0.050	0.039	4.0~8.1	3.0	0.007	0.007
		0.400	0.334	1.8~12.9	8.4	0.073	0.100
	地下水	0.050	0.042	3.3~8.4	16.1	0.008	0.020
		0.400	0.336	4.0~9.1	4.3	0.064	0.071
	废水	0.050	0.041	2.0~8.6	9.3	0.006	0.012
		0.400	0.347	3.0~8.9	5.3	0.059	0.075
仲丁威	地表水	0.050	0.043	3.6~11.2	11.1	0.009	0.016
		0.400	0.343	4.1~12.0	4.9	0.070	0.080
	地下水	0.050	0.045	3.9~10.4	12.7	0.009	0.018
		0.400	0.364	2.0~7.2	10.8	0.056	0.120
	废水	0.050	0.042	3.2~9.9	4.8	0.008	0.009
		0.400	0.349	4.1~6.2	3.4	0.049	0.056
灭虫威	地表水	0.025	0.021	4.3~8.4	6.3	0.004	0.005
		0.200	0.167	3.9~8.6	5.7	0.028	0.037
	地下水	0.025	0.022	6.0~11.4	11.8	0.005	0.009
		0.200	0.171	3.3~6.4	3.4	0.023	0.027
	废水	0.025	0.021	2.3~8.5	5.8	0.004	0.005
		0.200	0.173	2.6~7.0	5.0	0.025	0.033

续表

目标物	基体类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	总均值/ ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 $r$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ / ( $\mu\text{g/L}$ )
猛杀威	地表水	0.050	0.042	6.2~8.1	7.0	0.009	0.011
		0.400	0.358	4.0~8.5	12.3	0.055	0.130
	地下水	0.050	0.042	3.8~11.6	7.4	0.008	0.011
		0.400	0.346	2.7~5.7	5.5	0.047	0.068
	废水	0.050	0.041	4.3~7.7	3.1	0.007	0.007
		0.400	0.357	2.9~7.1	8.0	0.045	0.090

表 B.5 给出了直接进样法方法的准确度指标。

表 B.5 准确度汇总表 (直接进样法)

化合物名称	样品类型	加标质量浓度/ ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率范围/%	$\overline{p}\% \pm 2S_p$
灭多威脒	地表水	25.0	88.5~101	92.5 $\pm$ 4.5
		400	82.0~98.1	91.8 $\pm$ 5.7
	地下水	25.0	87.4~104	93.8 $\pm$ 5.5
		400	86.5~96.2	92.1 $\pm$ 4.1
	废水	25.0	84.8~93.7	89.1 $\pm$ 3.6
		400	88.7~109	95.7 $\pm$ 7.5
灭多威	地表水	5.0	86.0~103	93.4 $\pm$ 5.0
		80.0	93.2~97.8	94.8 $\pm$ 1.6
	地下水	5.0	90.1~95.9	92.9 $\pm$ 2.1
		80.0	92.8~106	97.6 $\pm$ 5.1
	废水	5.0	90.2~109	101.4 $\pm$ 7.7
		80.0	92.3~104	95.5 $\pm$ 4.4
抗蚜威	地表水	1.3	91.0~102	94.5 $\pm$ 4.9
		20.0	89.6~116	98.6 $\pm$ 9.4
	地下水	1.3	90.4~105	98.7 $\pm$ 5.7
		20.0	93.0~120	98.5 $\pm$ 10.5
	废水	1.3	91.1~107	99.7 $\pm$ 6.4
		20.0	85.3~115	102.9 $\pm$ 11.7
3-羟基克百威	地表水	5.0	87.5~106	97.5 $\pm$ 6.8
		80.0	88.2~107	94.5 $\pm$ 6.9
	地下水	5.0	88.5~102	95.2 $\pm$ 4.8
		80.0	93.5~103	94.9 $\pm$ 4.7
	废水	5.0	91.5~111	98.7 $\pm$ 8.9
		80.0	89.8~105	96.6 $\pm$ 6.8
速灭威	地表水	2.5	82.6~96.1	90.7 $\pm$ 5.2
		40.0	87.4~103	94.7 $\pm$ 6.0
	地下水	2.5	86.7~103	93.5 $\pm$ 5.6
		40.0	89.5~99.0	95.6 $\pm$ 3.6
	废水	2.5	82.4~103	91.5 $\pm$ 7.1
		40.0	89.0~93.4	89.8 $\pm$ 2.5



续表

化合物名称	样品类型	加标质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	回收率范围/%	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
残杀威	地表水	5.0	86.1~110	95.6 $\pm$ 8.6
		80.0	92.7~113	98.6 $\pm$ 7.4
	地下水	5.0	86.9~99.1	93.3 $\pm$ 3.9
		80.0	95.2~101	96.8 $\pm$ 2.1
	废水	5.0	85.3~108	90.2 $\pm$ 6.9
		80.0	92.5~101	95.7 $\pm$ 4.1
克百威	地表水	1.3	91.6~103	97.2 $\pm$ 4.6
		20.0	90.8~106	96.4 $\pm$ 5.2
	地下水	1.3	91.4~103	97.7 $\pm$ 4.9
		20.0	86.5~104	97.8 $\pm$ 7.5
	废水	1.3	91.3~107	98.0 $\pm$ 6.2
		20.0	84.0~108	98.3 $\pm$ 9.3
恶虫威	地表水	5.0	83.7~95.8	91.3 $\pm$ 4.2
		80.0	80.9~105	95.5 $\pm$ 8.4
	地下水	5.0	82.8~101	93.5 $\pm$ 6.5
		80.0	78.7~100	91.9 $\pm$ 7.8
	废水	5.0	82.9~109	94.0 $\pm$ 8.8
		80.0	80.2~102	93.1 $\pm$ 7.7
甲萘威	地表水	5.0	89.1~97.2	92.9 $\pm$ 3.3
		80.0	90.5~112	98.8 $\pm$ 7.4
	地下水	5.0	95.5~106	98.6 $\pm$ 3.8
		80.0	93.9~101	97.4 $\pm$ 3.0
	废水	5.0	90.1~108	98.5 $\pm$ 6.0
		80.0	91.4~105	96.0 $\pm$ 5.1
异丙威	地表水	1.3	76.5~103	95.6 $\pm$ 9.77
		20.0	90.2~107	94.6 $\pm$ 6.5
	地下水	1.3	78.1~104	98.6 $\pm$ 10.1
		20.0	85.4~110	97.5 $\pm$ 8.2
	废水	1.3	77.7~105	96.6 $\pm$ 10.0
		20.0	81.9~109	97.4 $\pm$ 10.2
混杀威	地表水	5.0	80.0~101	92.8 $\pm$ 7.2
		80.0	89.9~105	98.0 $\pm$ 5.7
	地下水	5.0	84.6~101	93.7 $\pm$ 5.2
		80.0	88.3~108	97.5 $\pm$ 6.7
	废水	5.0	84.7~100	92.7 $\pm$ 5.8
		80.0	90.6~105	98.4 $\pm$ 7.0
氯灭杀威	地表水	2.5	82.2~101	92.9 $\pm$ 6.3
		40.0	82.5~105	93.9 $\pm$ 8.5
	地下水	2.5	86.8~100	93.6 $\pm$ 5.2
		40.0	79.3~98.0	91.2 $\pm$ 6.8
	废水	2.5	78.9~96.8	90.6 $\pm$ 6.6
		40.0	82.4~104	91.3 $\pm$ 9.5

续表

化合物名称	样品类型	加标质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	回收率范围/%	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
仲丁威	地表水	2.5	78.2~110	92.4 $\pm$ 10.3
		40.0	91.4~105	97.2 $\pm$ 4.9
	地下水	2.5	85.1~97.2	93.4 $\pm$ 4.4
		40.0	90.5~105	95.6 $\pm$ 5.2
	废水	2.5	86.4~101	91.9 $\pm$ 5.8
		40.0	89.3~103	92.7 $\pm$ 5.2
灭虫威	地表水	1.3	74.2~110	93.5 $\pm$ 12.5
		20.0	84.3~108	92.1 $\pm$ 8.1
	地下水	1.3	80.9~100	92.4 $\pm$ 6.9
		20.0	82.0~100	90.2 $\pm$ 6.9
	废水	1.3	79.4~103	96.3 $\pm$ 9.1
		20.0	84.1~99.4	91.6 $\pm$ 6.5
猛杀威	地表水	2.5	77.3~95.2	90.4 $\pm$ 6.6
		40.0	90.5~102	95.1 $\pm$ 4.6
	地下水	2.5	84.3~99.6	92.8 $\pm$ 5.4
		40.0	90.5~96.3	94.3 $\pm$ 2.9
	废水	2.5	86.2~102	91.0 $\pm$ 5.8
		40.0	90.3~98.8	93.5 $\pm$ 3.4

表 B.6 给出了固相萃取法方法的准确度指标。

表 B.6 准确度汇总表（固相萃取法）

化合物名称	样品类型	加标质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	回收率范围/%	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
灭多威肟	地表水	0.500	74.2~96.0	78.6 $\pm$ 8.4
		4.000	75.5~87.0	80.4 $\pm$ 4.3
	地下水	0.500	72.1~95.7	81.2 $\pm$ 7.9
		4.000	76.2~96.8	82.5 $\pm$ 7.6
	废水	0.500	66.1~86.7	76.6 $\pm$ 6.2
		4.000	78.5~88.1	82.3 $\pm$ 4.1
灭多威	地表水	0.100	75.3~111	88.7 $\pm$ 11.2
		0.800	78.2~97.4	86.1 $\pm$ 6.1
	地下水	0.100	78.2~99.0	86.2 $\pm$ 7.4
		0.800	78.9~102	86.3 $\pm$ 8.3
	废水	0.100	74.4~92.0	84.4 $\pm$ 6.4
		0.800	78.8~121	84.7 $\pm$ 6.2
抗蚜威	地表水	0.025	76.1~107	89.9 $\pm$ 12.0
		0.200	81.0~102	91.8 $\pm$ 9.6
	地下水	0.025	76.6~108	89.6 $\pm$ 11.9
		0.200	81.4~108	88.1 $\pm$ 10.0
	废水	0.025	74.2~112	94.9 $\pm$ 16.0
		0.200	81.2~109	89.4 $\pm$ 11.5

续表

化合物名称	样品类型	加标质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	回收率范围/%	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
3-羟基克百威	地表水	0.100	72.7~107	88.0 $\pm$ 12.2
		0.800	79.8~106	85.5 $\pm$ 10.1
	地下水	0.100	83.5~110	99.7 $\pm$ 12.0
		0.800	77.9~103	89.5 $\pm$ 10.6
	废水	0.100	75.1~110	86.0 $\pm$ 13.1
		0.800	85.9~106	90.5 $\pm$ 8.4
速灭威	地表水	0.050	73.4~102	89.1 $\pm$ 12.6
		0.400	80.1~105	93.1 $\pm$ 8.8
	地下水	0.050	75.3~110	88.6 $\pm$ 11.6
		0.400	82.4~106	90.1 $\pm$ 8.8
	废水	0.050	76.0~87.8	83.4 $\pm$ 4.5
		0.400	79.4~105	89.2 $\pm$ 8.9
残杀威	地表水	0.100	80.5~88.0	83.9 $\pm$ 2.9
		0.800	76.0~85.9	81.6 $\pm$ 3.3
	地下水	0.100	81.5~90.0	85.7 $\pm$ 3.5
		0.800	85.1~91.0	87.2 $\pm$ 2.4
	废水	0.100	76.4~83.1	80.7 $\pm$ 2.6
		0.800	74.5~90.2	82.9 $\pm$ 5.2
克百威	地表水	0.025	79.0~105	85.3 $\pm$ 9.9
		0.200	80.2~109	89.3 $\pm$ 10.9
	地下水	0.025	80.4~110	92.7 $\pm$ 12.4
		0.200	82.0~111	98.0 $\pm$ 13.7
	废水	0.025	75.3~111	97.5 $\pm$ 16.0
		0.200	79.2~114	97.1 $\pm$ 16.4
恶虫威	地表水	0.100	78.9~103	90.2 $\pm$ 10.0
		0.800	84.1~103	89.6 $\pm$ 7.1
	地下水	0.100	75.8~93.6	88.3 $\pm$ 6.6
		0.800	64.0~92.4	84.1 $\pm$ 10.3
	废水	0.100	75.9~107	87.2 $\pm$ 10.7
		0.800	82.9~89.1	86.2 $\pm$ 2.7
甲萘威	地表水	0.100	81.7~90.1	84.7 $\pm$ 3.2
		0.800	80.7~90.2	85.0 $\pm$ 4.3
	地下水	0.100	79.1~116	93.6 $\pm$ 12.2
		0.800	84.1~105	92.1 $\pm$ 7.8
	废水	0.100	77.4~98.0	84.5 $\pm$ 7.2
		0.800	82.3~101	89.7 $\pm$ 6.9
异丙威	地表水	0.025	80.7~119	92.0 $\pm$ 14.2
		0.200	82.2~101	87.5 $\pm$ 6.9
	地下水	0.025	85.4~110	94.6 $\pm$ 11.5
		0.200	77.2~114	93.7 $\pm$ 13.7
	废水	0.025	81.8~106	88.5 $\pm$ 9.6
		0.200	76.4~106	92.0 $\pm$ 10.2

续表

化合物名称	样品类型	加标质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	回收率范围/%	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
混杀威	地表水	0.100	84.0~93.3	87.3 $\pm$ 3.7
		0.800	82.5~101	87.9 $\pm$ 6.8
	地下水	0.100	79.7~96.3	86.2 $\pm$ 5.7
		0.800	86.7~96.8	89.9 $\pm$ 4.6
	废水	0.100	77.3~109	88.2 $\pm$ 10.3
		0.800	78.3~87.4	83.5 $\pm$ 3.4
氯灭杀威	地表水	0.050	74.6~80.5	78.4 $\pm$ 2.3
		0.400	78.5~97.0	83.4 $\pm$ 7.0
	地下水	0.050	77.0~111	84.1 $\pm$ 13.6
		0.400	80.0~89.0	84.1 $\pm$ 3.7
	废水	0.050	75.6~97.6	83.0 $\pm$ 7.8
		0.400	82.5~95.0	86.7 $\pm$ 4.6
仲丁威	地表水	0.050	78.8~102	86.7 $\pm$ 9.4
		0.400	81.1~92.6	85.8 $\pm$ 4.4
	地下水	0.050	77.7~106	90.1 $\pm$ 11.4
		0.400	84.0~105	91.0 $\pm$ 9.9
	废水	0.050	77.9~87.0	83.8 $\pm$ 4.8
		0.400	83.0~91.8	87.4 $\pm$ 3.3
灭虫威	地表水	0.025	78.5~92.9	85.7 $\pm$ 5.4
		0.200	76.1~89.8	83.3 $\pm$ 4.7
	地下水	0.025	78.2~103	89.1 $\pm$ 10.4
		0.200	82.1~90.7	85.7 $\pm$ 3.0
	废水	0.025	81.2~93.3	85.0 $\pm$ 5.0
		0.200	82.6~94.0	86.3 $\pm$ 4.3
猛杀威	地表水	0.050	74.0~91.5	83.7 $\pm$ 5.9
		0.400	77.5~102	89.6 $\pm$ 11.0
	地下水	0.050	75.0~92.7	83.3 $\pm$ 6.1
		0.400	78.6~92.4	86.5 $\pm$ 4.7
	废水	0.050	77.5~84.2	81.9 $\pm$ 2.6
		0.400	82.9~102	89.6 $\pm$ 6.7



中华人民共和国国家环境保护标准  
水质 氨基甲酸酯类农药的测定  
超高效液相色谱-三重四极杆质谱法  
HJ 827—2017

\*

中国环境出版社出版发行  
(100062 北京市东城区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67113412

010-67125803

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

\*

2017年6月第1版 开本 880×1230 1/16

2017年6月第1次印刷 印张 2

字数 60千字

统一书号: 135111·520

定价: 30.00元

\*



135111520