

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1023-2019

土壤和沉积物 有机磷类和拟除虫菊酯
类等 47 种农药的测定
气相色谱-质谱法

Soil and sediment —Determination of 47 organophosphorous and
pyrethroid pesticides— Gas chromatography mass spectrometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2019-05-12 发布

2019-09-01 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..... | 7 |
| 9 精密度和准确度..... | 9 |
| 10 质量保证和质量控制..... | 9 |
| 11 废物处理..... | 10 |
| 附录 A（规范性附录） 目标化合物及其方法检出限和测定下限 | 11 |
| 附录 B（资料性附录） 目标化合物及其特征离子 | 13 |
| 附录 C（资料性附录） 方法精密度和准确度 | 15 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国土壤污染防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中有机磷类、拟除虫菊酯类等47种农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中有机磷类、拟除虫菊酯类等47种农药的气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B~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。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心。

本标准验证单位：湖北省环境监测中心站、杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心站、绍兴市环境监测中心站、嘉兴市环境保护监测站和台州市环境监测中心站。

本标准生态环境部2019年5月12日批准。

本标准自2019年9月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定

气相色谱-质谱法

警告：实验中使用的有机溶剂和标准物质为有毒有害物质，标准溶液配制及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

本标准规定了测定土壤和沉积物中有机磷类、拟除虫菊酯类等 47 种农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中有机磷类、拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定。

当取样量为 10.0 g，定容体积为 1.0 ml，采用选择离子扫描定量时，本方法的检出限为 0.2~0.8 mg/kg，测定下限为 0.8~3.2 mg/kg。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。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

土壤和沉积物中的有机磷类和拟除虫菊酯类农药，用正己烷/丙酮混合溶剂提取，提取液经净化、浓缩、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，实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

4.1 盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.18\text{ g/ml}$ ，优级纯。

4.2 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：优级纯。

在马弗炉中 450℃灼烧 4 h，冷却后，于磨口玻璃瓶中密封保存。

- 4.3 正己烷 (C₆H₁₄)：农残级。
- 4.4 丙酮 (C₃H₆O)：农残级。
- 4.5 甲苯 (C₇H₈)：农残级。
- 4.6 乙腈 (C₂H₃N)：农残级。
- 4.7 二氯甲烷 (CH₂Cl₂)：农残级。
- 4.8 盐酸溶液：1+5。
- 4.9 正己烷-丙酮混合液：1+1。
- 4.10 甲苯-乙腈混合液：1+3。
- 4.11 标准溶液：拟除虫菊酯类农药标准溶液 A， $\rho=500$ mg/L；有机磷类及杂环类农药标准溶液 B， $\rho=500$ mg/L。溶剂为甲苯 (4.5)。组分详见附录 B。
可直接购买市售有证标准溶液。按标准溶液证书要求保存。
- 4.12 内标溶液： $\rho=1000$ mg/L，溶剂为正己烷 (4.3)。
选择萘-d₁₀、菲-d₁₀、蒽-d₁₂ 和芘-d₁₂ 作为内标溶液，可直接购买市售有证标准溶液。按标准溶液证书要求保存。在满足方法要求且干扰目标化合物测定的前提下，也可使用四氯间二甲苯 (TCMX) 等其他内标。
- 4.13 质谱调谐溶液：十氟三苯基磷 (DFTPP)， $\rho=5$ mg/L。
可直接购买市售有证标准溶液，也可用标准物质配制，用二氯甲烷 (4.7) 稀释。
- 4.14 硅藻土：0.6 mm~0.9 mm (30 目~20 目)。
在马弗炉中 450℃灼烧 4 h，冷却后，于磨口玻璃瓶中密封保存。
- 4.15 石英砂：150 μm~830 μm (200 目~100 目)。
在马弗炉中 450℃灼烧 4 h，冷却后，于磨口玻璃瓶中密封保存。
- 4.16 石墨化炭黑固相萃取柱：500 mg/6 ml。
- 4.17 氨基键合硅胶固相萃取柱：500 mg/3 ml。
- 4.18 铜粒 (Cu)：纯度为 99.5%。
使用前用盐酸溶液 (4.8) 去除铜粒表面的氧化物，用水冲洗除酸，再用丙酮 (4.4) 清洗，然后用高纯氮气 (4.19) 吹干待用，每次临用前处理，保持铜粒表面光亮。
- 4.19 高纯氮气：纯度≥99.999%。
- 4.20 高纯氦气：纯度≥99.999%。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱-质谱仪：气相色谱具有分流/不分流进样口，可程序升温。质谱具有电子轰击电离 (EI) 源。
- 5.2 色谱柱：石英毛细管柱，30 m×0.32 mm×0.25 μm，固定相为 14% 氰丙基苯基-86% 二甲基聚硅氧烷，或其他等效的色谱柱。
- 5.3 冷冻干燥仪。
- 5.4 提取装置：索氏提取器或加压流体萃取装置。
- 5.5 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹浓缩仪或其他性能相当的浓缩装置。
- 5.6 净化装置

5.6.1 凝胶渗透谱仪：具紫外检测器，净化柱填料为中性多孔聚苯乙烯二乙烯基苯凝胶，或同等规格的填料。

5.6.2 固相萃取设备：手动或自动。

5.7 棕色玻璃瓶：500 ml，广口。

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 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存，按照 HJ 494 的相关规定进行河流、湖泊沉积物样品的采集，按照 GB 17378.3 的相关规定进行海洋沉积物样品的采集。样品应于洁净的棕色玻璃瓶（5.7）中保存。运输过程中应冷藏、避光、密封。如不能及时分析，4℃以下避光、冷藏，保存时间不超过 7 d；-18℃以下避光冷冻保存，有机磷类农药保存时间不超过 7 d，拟除虫菊酯类农药保存时间不超过 30 d。

6.2 样品制备

除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），将样品完全混匀。如样品水分含量较高，应先用冷冻干燥仪（5.3）干燥。同时称取两份约 10 g（精确至 0.01 g）的样品。土壤样品一份用于干物质含量的测定，另一份用于提取。使用索氏提取时，加入适量无水硫酸钠（4.2）将样品干燥拌匀呈流砂状，备用。使用加压流体萃取法提取时，加入适量硅藻土（4.14），装入萃取池中。沉积物样品一份用于测定含水率；另一份用于提取，提取方法参照土壤样品。

6.3 水分的测定

按照 HJ 613 测定土壤样品干物质含量，按照 GB 17378.5 测定沉积物样品含水率。

6.4 试样的制备

6.4.1 提取

6.4.1.1 索氏提取

将样品（6.2）全部转移至索氏提取器（5.4）的提取杯中，用 200 ml 的正己烷-丙酮混合液（4.9）提取 8 h，回流速度控制在 4~6 次/h，待冷却后，将提取液浓缩定容至 5 ml，待净化。

6.4.1.2 加压流体萃取

采用正己烷-丙酮混合液（4.9）提取样品，参考条件：压力 10.34 MPa，萃取温度 120℃，加热时间 5 min，静态萃取时间 5 min，100% 充满萃取池模式，循环萃取 3 次。或按照 HJ 783 进行萃取条件的设置和优化。待提取液冷却后，将提取液浓缩定容至 5 ml，待净化。

样品提取液在 4℃以下冷藏、避光、密封保存，30 d 内完成分析。

注：若用凝胶渗透色谱净化，要按照净化时的溶剂进行溶剂转化；若用固相萃取柱净化，继续浓缩至

1.0 ml。

6.4.2 提取液的净化

6.4.2.1 凝胶渗透色谱净化

按仪器说明书进行仪器性能检查，确定洗脱液起止时间。净化处理前应确保提取液无悬浊物。将提取液溶剂转化为二氯甲烷（4.7）相，将 5 ml 的提取液（6.4.1）装载于凝胶渗透色谱上，按照设定程序用二氯甲烷（4.7）进行淋洗。也可以用其他适合的溶剂进行淋洗，注意将提取液的溶剂转化成与凝胶渗透色谱一致的淋洗液。

收集的淋洗液用浓缩装置（5.5）浓缩到 1 ml 以下，加入 20.0 μ l 内标溶液（4.12），定容至 1.0 ml，待分析。

6.4.2.2 固相萃取柱净化

将提取液（6.4.1）继续浓缩至 1.0 ml 用于固相萃取柱净化。在石墨化炭黑固相萃取柱（4.16）中加入 1 g 无水硫酸钠（4.2），下面串接氨基丙基键合硅胶固相萃取柱（4.17）。使用前用 4 ml 甲苯-乙腈混合液（4.10）预淋洗串联柱。转移样品至净化柱上，用 25 ml 甲苯-乙腈混合液（4.10）淋洗。收集的淋洗液浓缩至 1 ml 以下，加入 20.0 μ l 内标溶液（4.12），定容至 1.0 ml，待分析。

注：当样品中含有硫时，在净化时采用铜粒（4.18）去除。

6.5 空白试样的制备

用石英砂（4.15）代替样品，按照与试样的制备（6.4）相同的步骤进行空白试样的制备。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

程序升温：40℃保持 1 min，以 30℃/min 升温至 130℃，再以 5℃/min 升温至 250℃，再以 10℃/min 升温至 280℃，保持 8 min。进样口温度：270℃；进样方式：分流进样，分流比：10:1；进样量：1.0 μ l。载气：氦气（4.20）；流速：1.4 ml/min。

7.1.2 质谱参考条件

离子源：EI 源；离子源温度：230℃；接口温度：280℃。离子化能量：70 eV；扫描方式：选择离子扫描方式（SIM），全扫描方式（SCAN）用于定性参考。溶剂延迟时间：4.3 min。各目标物定量离子和辅助定性离子的选择参见附录 B。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

样品分析前, 取 1 μl 质谱调谐溶液 (4.13) 直接进样, 对气相色谱-质谱系统进行仪器性能检查, 所得质量离子的丰度应满足表 1 的要求, 否则需要重新校准。

表1 十氟三苯基膦 (DFTPP) 离子丰度评价表

| 质荷比 | 离子丰度标准 | 质荷比 | 离子丰度标准 |
|-----|---------------------|-----|---------------------|
| 51 | 强度为 198 碎片的 30%~60% | 199 | 强度为 198 碎片的 5%~9% |
| 68 | 强度小于 69 碎片的 2% | 275 | 强度为 198 碎片的 10%~30% |
| 70 | 强度小于 69 碎片的 2% | 365 | 强度大于 198 碎片的 1% |
| 127 | 强度为 198 碎片的 40%~60% | 441 | 存在但不超过 443 碎片的强度 |
| 197 | 强度小于 198 碎片的 1% | 442 | 强度大于 198 碎片的 40% |
| 198 | 基峰, 相对强度 100% | 443 | 强度为 442 碎片的 17%~23% |

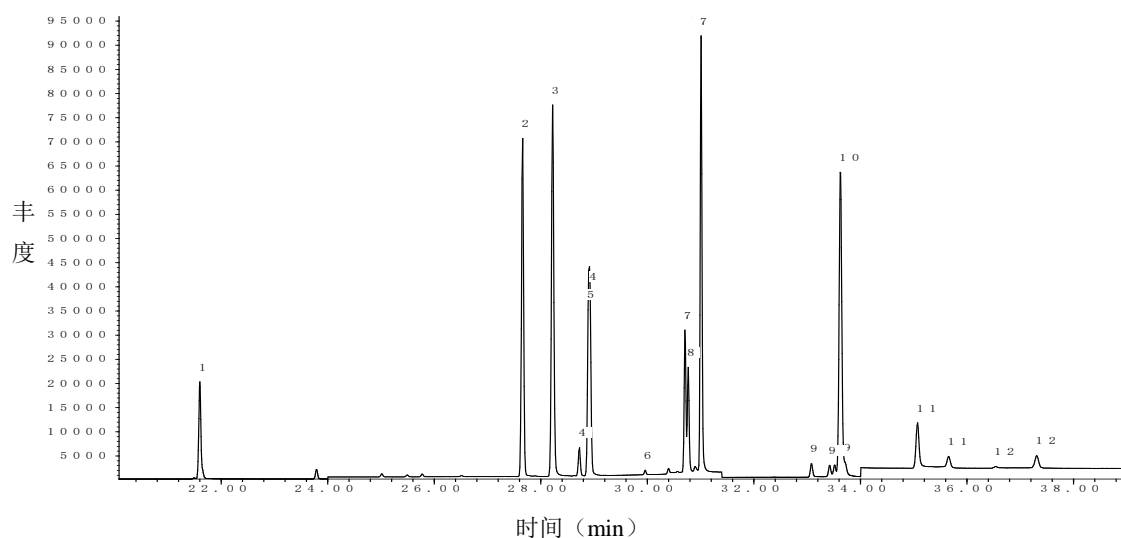
7.2.2 标准系列的配制与测定

取 5 个 2 ml 进样瓶, 分别加入 960 μl 、940 μl 、880 μl 、830 μl 和 780 μl 正己烷 (4.3) 或二氯甲烷 (4.7), 再分别加入 20.0 μl 、40.0 μl 、100 μl 、150 μl 、200 μl 标准溶液 A 组或 B 组 (4.11), 最后分别加入 20.0 μl 内标溶液 (4.12) 混匀。标准系列溶液配制及浓度参见表 2。

表 2 拟除虫菊酯类、有机磷类和杂环类农药标准系列溶液的配制

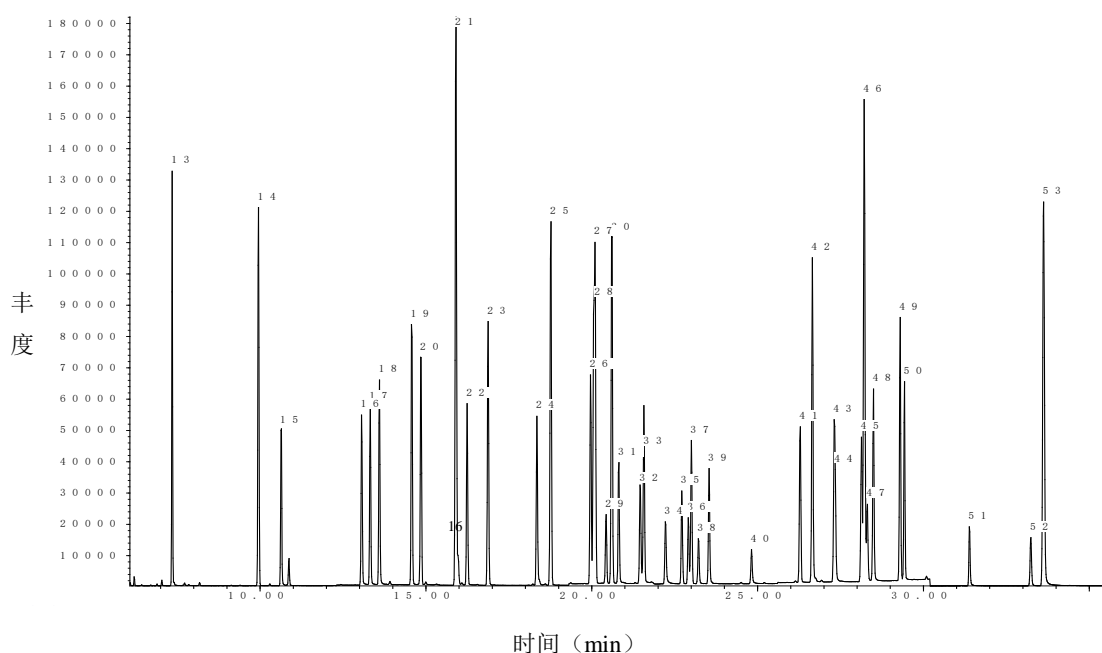
| 标准系列 | CS-1 | CS-2 | CS-3 | CS-4 | CS-5 |
|--------------------------------------|------|------|------|------|------|
| 拟除虫菊酯类农药标准溶液体积 A (μl) | 20.0 | 40.0 | 100 | 150 | 200 |
| 有机磷类和杂环类农药标准溶液体积 B (μl) | 20.0 | 40.0 | 100 | 150 | 200 |
| 内标溶液体积 (μl) | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 |
| 定容体积 (ml) | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| 内标浓度 (mg/L) | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 |
| 标准系列溶液浓度 (mg/L) | 10.0 | 20.0 | 50.0 | 75.0 | 100 |

按照仪器参考条件 (7.1) 进行分析, 得到不同浓度各目标物的质谱总离子流图, 记录各目标物的保留时间和定量离子质谱峰的峰面积。各目标物标准物质总离子流图见图 1 和图 2。



出峰顺序：1-反式丙烯菊酯；2-联苯菊酯；3-蒎-d₁₂（内标3）；4-胺菊酯；5-甲氰菊酯；6-除虫菊酯；7-氯菊酯；8-顺式氯氟氰菊酯；9-氯氰菊酯；10-茛-d₁₂（内标4）；11-氰戊菊酯；12-溴氰菊酯。

图1 10种拟除虫菊酯类农药总离子流图



出峰顺序：13-敌敌畏；14-茛-d₁₀（内标1）；15-速灭磷；16-内吸磷（O+S）；17-虫线磷；18-灭克磷；19-甲拌磷；20-治螟磷；21-菲-d₁₀（内标2）；22-二嗪农；23-乙拌磷；24-乐果；25-皮蝇磷；26-毒死蜱；27-甲基对硫磷；28-毒壤磷；29-安硫磷；30-倍硫磷；31-马拉硫磷；32-粉锈宁；33-对硫磷；34-育畜磷；35-甲拌磷砒；36-灭蚜磷；37-丙硫磷；38-脱叶亚磷；39-杀虫畏；40-地胺磷；41-三硫磷；42-增效醚；43-氟虫腈；44-丰索磷；45-倍硫磷砒；46-蒎-d₁₂（内标3）；47-硫丹硫酸酯；48-溴磷酯；49-溴苯磷；50-苯硫磷；51-吡唑硫磷；52-蝇毒磷；53-茛-d₁₂（内标4）。

图2 37种有机磷类农药及杂环类农药总离子流图

7.2.3 标准曲线的建立

以目标物浓度为横坐标,以其目标物的峰面积和对应内标物峰面积的比值与对应内标物浓度的乘积为纵坐标,建立标准曲线。

7.2.4 平均相对响应因子计算

标准系列第*i*点目标物的相对响应因子(RRF_i),按照公式(1)计算:

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{IS}} \times \frac{C_{IS}}{C_i} \quad (1)$$

式中: RRF_i ——标准系列中第*i*点目标物的相对响应因子;

A_i ——标准系列中第*i*点目标物的峰面积;

A_{IS} ——内标物的峰面积;

C_{IS} ——内标物的浓度,mg/L;

C_i ——标准系列中第*i*点目标物的浓度,mg/L。

目标物的平均相对响应因子 \overline{RRF} ,按照公式(2)计算:

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

式中: \overline{RRF} ——目标物的平均相对响应因子;

RRF_i ——标准系列中第*i*点目标物的相对响应因子;

n——标准系列点数。

注:含有同分异构体的目标物应对其所有同分异构体的面积进行加和作为该目标物的面积进行计算。

7.3 试样测定

按照与标准系列的配制与测定(7.2.2)相同的仪器条件进行试样(6.4)的测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定(7.3)相同的仪器条件进行空白试样(6.5)的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

以样品中目标物的保留时间(RT)、辅助离子和目标离子丰度比与标准样品比较来定性。

样品中目标化合物的相对保留时间与标准系列溶液中该化合物的相对保留时间的差值应在±0.03以内;样品中目标化合物的辅助定性离子与定量离子丰度比与标准溶液中辅助定性离子与定量离子丰度比相对偏差应在±30%以内。

8.2 定量分析

8.2.1 用标准曲线计算

当目标物采用标准曲线进行校准时，试样中目标物浓度 ρ_i 通过标准曲线得到。

8.2.2 用平均相对响应因子计算

试样中目标物的浓度 ρ_i 按照公式 (3) 进行计算：

$$\rho_i = \frac{A_x \times \rho_{IS}}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (3)$$

式中： ρ_i ——试样中目标物的浓度，mg/L；

A_x ——目标物的峰面积；

A_{IS} ——内标物的峰面积；

ρ_{IS} ——内标物的浓度，mg/L；

\overline{RRF} ——目标物的平均相对响应因子。

注：含有同分异构体的目标物应对其所有同分异构体的面积进行加和作为该目标物的面积进行计算。

8.3 结果计算

土壤样品中目标物的质量浓度 w_{1i} 按照公式 (4) 进行计算：

$$w_{1i} = \frac{\rho_{1i} \times V_1}{m_1 \times w_{dm}} \quad (4)$$

式中： w_{1i} ——土壤样品中第 i 种目标物浓度，mg/kg；

ρ_{1i} ——土壤试样中第 i 种目标物浓度，mg/L；

V_1 ——土壤试样定容体积，ml；

m_1 ——土壤样品湿重，g；

w_{dm} ——土壤干物质含量，%。

沉积物样品中目标物的质量浓度 w_{2i} 按照公式 (5) 进行计算：

$$w_{2i} = \frac{\rho_{2i} \times V_2}{m_2 \times (1 - w_{H_2O})} \quad (5)$$

式中： w_{2i} ——沉积物样品中第 i 种目标物浓度，mg/kg；

ρ_{2i} ——沉积物试样中第 i 种目标物浓度，mg/L；

V_2 ——沉积物试样定容体积，ml；

m_2 ——沉积物样品湿重，g；

w_{H_2O} ——沉积物水分含量，%。

8.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对土壤样品中农药浓度为 1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 和 10.0 mg/kg 的统一样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.4%~25%、0.70%~17% 和 1.1%~22%；实验室间相对标准偏差分别为 3.0%~17%、2.3%~13% 和 2.7%~13%；重复性限分别为 0.1 mg/kg~0.4 mg/kg、0.5 mg/kg~1.6 mg/kg 和 1.0 mg/kg~4.4 mg/kg；再现性限分别为 0.1 mg/kg~0.6 mg/kg、0.6 mg/kg~1.9 mg/kg 和 1.3 mg/kg~5.3 mg/kg。

六家实验室分别对沉积物样品中农药浓度为 1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 和 10.0 mg/kg 的统一样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.7%~20%、1.6%~15% 和 1.7%~17%；实验室间相对标准偏差分别为 3.3%~21%、2.2%~13% 和 2.7%~13%；重复性限分别为 0.1 mg/kg~0.3 mg/kg、0.6 mg/kg~2.5 mg/kg 和 0.1 mg/kg~2.2 mg/kg；再现性限分别为 0.1 mg/kg~0.6 mg/kg、0.7 mg/kg~3.4 mg/kg 和 0.2 mg/kg~3.3 mg/kg。

方法精密度数据参见附录 C。

9.2 准确度

六家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 和 10.0 mg/kg 的土壤加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 60.8%~136%、67.6%~123% 和 66.6%~128%；加标回收率最终值分别为 $80.8\% \pm 20.0\% \sim 122\% \pm 17.0\%$ 、 $75.1\% \pm 19.4\% \sim 111\% \pm 17.6\%$ 和 $81.6\% \pm 19.4\% \sim 115\% \pm 21.0\%$ 。六家实验室对加标浓度为 1.00 mg/kg 的受污染土壤加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围为 60.0%~128%，加标回收率最终值为 $68.0\% \pm 19.4\% \sim 113\% \pm 16.0\%$ 。

六家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 和 10.0 mg/kg 的沉积物加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 61.8%~136%、68.4%~124% 和 68.7%~128%；加标回收率最终值分别为 $80.5\% \pm 21.6\% \sim 121\% \pm 19.0\%$ 、 $75.6\% \pm 20.4\% \sim 112\% \pm 20.4\%$ 和 $82.5\% \pm 18.8\% \sim 117\% \pm 19.6\%$ 。六家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg 的受污染沉积物加标样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围为 61.0%~129%，加标回收率最终值为 $72.6\% \pm 38.6\% \sim 112\% \pm 18.8\%$ 。

方法准确度数据参见附录 C。

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（少于 20 个样品/批）至少分析一个实验室空白。测定结果中目标物浓度应不超过方法检出限。

10.2 校准

校准曲线中目标化合物相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 20\%$ 。

每测定 20 个样品或每 24 h 分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与理论浓度值相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则，须重新绘制校准曲线。

10.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个平行样，平行样分析结果相对偏差 $\leq 30\%$ 。

10.4 加标回收

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个基体加标样品，加标回收率应在 55%~140%之间。

11 废物处理

实验中产生的废液和废物应分类收集，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处置。

附录 A
(规范性附录)

目标化合物及其方法检出限和测定下限

当样品取样量为 10.0 g，定容体积为 1.0 ml，进样体积为 1.0 μ l 时，目标化合物的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

| 序号 | 化合物 | 英文名称 | CAS No. | 检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----|-----------|------------------|------------|----------------|-----------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | s-Bioallethrin | 28434-00-6 | 0.2 | 0.8 |
| 2 | 联苯菊酯 | Bifenthrin | 82657-04-3 | 0.2 | 0.8 |
| 3 | 胺菊酯 | Tetramethrin | 7696-12-0 | 0.2 | 0.8 |
| 4 | 甲氰菊酯 | Fenpropathrin | 39515-41-8 | 0.2 | 0.8 |
| 5 | 除虫菊酯 | Pyrethrins | 8003-34-7 | 0.8 | 3.2 |
| 6 | 氯菊酯 | Permethrin | 52645-53-1 | 0.2 | 0.8 |
| 7 | 顺式氯氟氰菊酯 | l-Cyhalothrin | 91465-08-6 | 0.2 | 0.8 |
| 8 | 氯氰菊酯 | Cypermethrin | 52315-07-8 | 0.5 | 2.0 |
| 9 | 氰戊菊酯 | Fenvalerate | 51630-58-1 | 0.4 | 1.6 |
| 10 | 溴氰菊酯 | Deltamethrin | 52918-63-5 | 0.8 | 3.2 |
| 11 | 敌敌畏 | Dichlorvos | 62-73-7 | 0.3 | 1.2 |
| 12 | 速灭磷 | Mevinphos | 7786-34-7 | 0.4 | 1.6 |
| 13 | 内吸磷 (O+S) | Demeton(O+S) | 8065-48-3 | 0.3 | 1.2 |
| 14 | 虫线磷 | Thionazin | 297-97-2 | 0.5 | 2.0 |
| 15 | 灭克磷 | Ethoprop | 13194-48-4 | 0.2 | 0.8 |
| 16 | 甲拌磷 | Phorate | 298-02-2 | 0.4 | 1.6 |
| 17 | 治螟磷 | Sulfotep | 3689-24-5 | 0.2 | 0.8 |
| 18 | 二嗪农 | Diazinon | 333-41-5 | 0.3 | 1.2 |
| 19 | 乙拌磷 | Disulfoton | 298-04-4 | 0.3 | 1.2 |
| 20 | 乐果 | Dimethoate | 60-51-5 | 0.6 | 2.4 |
| 21 | 皮蝇磷 | Ronnel | 299-84-3 | 0.2 | 0.8 |
| 22 | 毒死蜱 | Chlorpyrifos | 2921-88-2 | 0.2 | 0.8 |
| 23 | 甲基对硫磷 | Methyl parathion | 298-00-0 | 0.3 | 1.2 |
| 24 | 毒壤磷 | Trichloronate | 327-98-0 | 0.2 | 0.8 |
| 25 | 安硫磷 | Formothion | 2540-82-1 | 0.6 | 2.4 |
| 26 | 倍硫磷 | Fenthion | 55-38-9 | 0.2 | 0.8 |
| 27 | 马拉硫磷 | Malathion | 121-75-5 | 0.3 | 1.2 |
| 28 | 粉锈宁 | Triadimefon | 43121-43-3 | 0.3 | 1.2 |
| 29 | 对硫磷 | Parathion | 56-38-2 | 0.4 | 1.6 |
| 30 | 育畜磷 | Crufomate | 299-86-5 | 0.6 | 2.4 |
| 31 | 甲拌磷砒 | Phorate sulfone | 2588-04-7 | 0.3 | 1.2 |

续表

| 序号 | 化合物 | 英文名称 | CAS No. | 检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----|-------|--------------------|-------------|----------------|-----------------|
| 32 | 灭蚜磷 | Mecarbam | 2595-54-2 | 0.4 | 1.6 |
| 33 | 丙硫磷 | Tokuthion | 34643-46-4 | 0.2 | 0.8 |
| 34 | 脱叶亚磷 | Merphos | 150-50-5 | 0.4 | 1.6 |
| 35 | 杀虫畏 | Tetrachlorvinphos | 22248-79-9 | 0.3 | 1.2 |
| 36 | 地胺磷 | Mephosfolan | 950-10-7 | 0.4 | 1.6 |
| 37 | 三硫磷 | Carbophenothion | 786-19-6 | 0.3 | 1.2 |
| 38 | 增效醚 | Piperonyl butoxide | 51-03-6 | 0.3 | 1.2 |
| 39 | 氟虫腓 | Fipronil | 120068-37-3 | 0.3 | 1.2 |
| 40 | 丰索磷 | Fensulfothion | 115-90-2 | 0.4 | 1.6 |
| 41 | 倍硫磷砒 | Fenthione sulfone | 3761-42-0 | 0.3 | 1.2 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | Endosulfan sulfate | 1031-07-8 | 0.3 | 1.2 |
| 43 | 溴螨酯 | Bromopropylate | 18181-80-1 | 0.3 | 1.2 |
| 44 | 溴苯磷 | Leptophos | 21609-90-5 | 0.3 | 1.2 |
| 45 | 苯硫磷 | EPN | 2104-64-5 | 0.4 | 1.6 |
| 46 | 吡唑硫磷 | Pyraclufos | 77458-01-6 | 0.3 | 1.2 |
| 47 | 蝇毒磷 | Coumaphos | 56-72-4 | 0.4 | 1.6 |

附录 B
(资料性附录)
目标化合物及其特征离子

表 B.1 按出峰顺序给出了目标化合物的中文名称、出峰时间、定量离子、定性离子。

表 B.1 拟除虫菊酯类、有机磷类和杂环类农药的特征离子

| 序号 | 化合物 | 出峰时间(min) | 定量离子 | 定性离子 |
|------------------|--------------------------|-------------------------|------|-----------------|
| A 组 (拟除虫菊酯类农药) | | | | |
| 1 | 反式丙烯菊酯 | 21.59 | 123 | 136,79 |
| 2 | 联苯菊酯 | 27.65 | 181 | 165,166 |
| 3 | 蒎-d ₁₂ (内标 3) | 28.21 | 240 | 236,229,114,113 |
| 4 | 胺菊酯 | 28.71;28.90 | 164 | 123,107 |
| 5 | 甲氰菊酯 | 28.89 | 97 | 125,55 |
| 6 | 除虫菊酯 | 29.96 | 107 | 121,167,93 |
| 7 | 氯菊酯 | 30.70;31.01 | 183 | 163 |
| 8 | 顺式氯氟氰菊酯 | 30.77 | 181 | 197,208 |
| 9 | 氯氰菊酯 | 33.08;33.42;33.51;33.72 | 165 | 163,181,209 |
| 10 | 茛-d ₁₂ (内标 4) | 33.63 | 264 | 260,265,263 |
| 11 | 氰戊菊酯 | 35.07;35.65 | 125 | 167,152,225 |
| 12 | 溴氰菊酯 | 36.53;37.31 | 253 | 209,255 |
| B 组 (有机磷类及杂环类农药) | | | | |
| 13 | 敌敌畏 | 7.35 | 109 | 185,220 |
| 14 | 萘-d ₁₀ (内标 1) | 9.95 | 164 | 162,160 |
| 15 | 速灭磷 | 10.64 | 127 | 109,193,192 |
| 16 | 内吸磷 (O+S) | 13.06;16.00 | 88 | 89,171 |
| 17 | 虫线磷 | 13.32 | 97 | 96,107,192 |
| 18 | 灭克磷 | 13.60 | 158 | 200,139,126 |
| 19 | 甲拌磷 | 14.57 | 75 | 121,97,260 |
| 20 | 治螟磷 | 14.84 | 322 | 266,238,202 |
| 21 | 菲-d ₁₀ (内标 2) | 15.91 | 188 | 189,160,94 |
| 22 | 二嗪农 | 16.24 | 137 | 152,179,199 |
| 23 | 乙拌磷 | 16.88 | 88 | 89,97,153 |
| 24 | 乐果 | 18.35 | 87 | 93,125,143 |
| 25 | 皮蝇磷 | 18.77 | 285 | 287,125,167 |
| 26 | 毒死蜱 | 19.96 | 197 | 199,314,258 |
| 27 | 甲基对硫磷 | 20.10 | 125 | 109,263 |
| 28 | 毒壤磷 | 20.10 | 297 | 299,269,109 |
| 29 | 安硫磷 | 20.44 | 125 | 126,93,170 |
| 30 | 倍硫磷 | 20.60 | 278 | 169,153,125 |
| 31 | 马拉硫磷 | 20.82 | 173 | 125,127,158 |

续表

| 序号 | 化合物 | 出峰时间(min) | 定量离子 | 定性离子 |
|----|--------------------------|-----------|------|-----------------|
| 32 | 粉锈宁 | 21.45 | 208 | 181,128,210 |
| 33 | 对硫磷 | 21.57 | 291 | 139,155 |
| 34 | 育畜磷 | 22.22 | 256 | 276,291 |
| 35 | 甲拌磷砒 | 22.72 | 199 | 153,125,97 |
| 36 | 灭蚜磷 | 22.91 | 131 | 159,97 |
| 37 | 丙硫磷 | 23.00 | 309 | 267,311,162 |
| 38 | 脱叶亚磷 | 23.21 | 169 | 202,170,226 |
| 39 | 杀虫畏 | 23.54 | 329 | 331,109 |
| 40 | 地胺磷 | 24.82 | 196 | 140,168,227 |
| 41 | 三硫磷 | 26.29 | 157 | 199,342 |
| 42 | 增效醚 | 26.65 | 176 | 177,149 |
| 43 | 氟虫腈 | 27.31 | 367 | 369,213,255 |
| 44 | 丰索磷 | 27.40 | 293 | 292,156,140 |
| 45 | 倍硫磷砒 | 28.13 | 125 | 310,109 |
| 46 | 肟-d ₁₂ (内标 3) | 28.21 | 240 | 236,229,114,113 |
| 47 | 硫丹硫酸酯 | 28.31 | 272 | 422,387,342,157 |
| 48 | 溴螨酯 | 28.49 | 341 | 343,339,183 |
| 49 | 溴苯磷 | 29.30 | 377 | 375,171 |
| 50 | 苯硫磷 | 29.43 | 157 | 169,185,141 |
| 51 | 吡啶硫磷 | 31.39 | 360 | 194,139 |
| 52 | 蝇毒磷 | 33.24 | 362 | 226,210,109 |
| 53 | 茚-d ₁₂ (内标 4) | 33.63 | 264 | 260,265,263 |
| 54 | 内标 (TCMX) (内标, 可选) | 11.70 | 244 | 242, 207 |

附录 C
(资料性附录)
方法精密度和准确度

当样品取样量为 10.0 g，采用加压流体萃取、凝胶渗透色谱净化，定容体积为 1.0 ml 时，测定实际加标样品的精密度和准确度 (n=6)。土壤和沉积物的方法精密度见表 C.1 和 C.2。土壤和沉积物的方法准确度见表 C.3 和 C.4。受污染土壤和沉积物的方法准确度见表 C.5 和 C.6。

表 C.1 土壤方法的精密度汇总表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏差 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|---------|----------------|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | 1.2 | 2.3~6.0 | 6.9 | 0.1 | 0.3 |
| | | 5.4 | 2.9~6.6 | 5.8 | 0.7 | 1.1 |
| | | 10.0 | 2.5~8.6 | 6.3 | 1.7 | 2.4 |
| 2 | 联苯菊酯 | 1.1 | 2.7~7.0 | 6.2 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 2.8~6.9 | 3.0 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.2 | 2.8~7.4 | 4.0 | 1.5 | 1.8 |
| 3 | 胺菊酯 | 1.1 | 2.9~6.0 | 3.6 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.0 | 2.7~7.5 | 3.0 | 0.7 | 0.8 |
| | | 9.7 | 2.8~8.7 | 4.9 | 1.5 | 1.9 |
| 4 | 甲氰菊酯 | 1.1 | 3.1~6.8 | 4.6 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.7~8.4 | 3.3 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.1 | 2.6~6.6 | 4.2 | 1.5 | 1.8 |
| 5 | 除虫菊酯 | 1.2 | 3.3~22 | 6.1 | 0.4 | 0.4 |
| | | 5.4 | 4.2~7.7 | 5.2 | 0.9 | 1.1 |
| | | 10.1 | 4.1~6.7 | 4.8 | 1.6 | 2.0 |
| 6 | 氯菊酯 | 1.1 | 2.8~5.7 | 5.2 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 3.1~6.5 | 3.3 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.4 | 3.0~7.8 | 4.9 | 1.9 | 2.2 |
| 7 | 顺式氯氟氰菊酯 | 1.1 | 3.3~6.2 | 8.0 | 0.1 | 0.3 |
| | | 5.3 | 3.0~6.6 | 4.9 | 0.7 | 1.0 |
| | | 10.0 | 2.7~8.2 | 6.7 | 1.8 | 2.5 |
| 8 | 氯氰菊酯 | 1.2 | 2.8~15 | 6.8 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.5 | 2.6~5.0 | 3.9 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.3 | 3.3~7.1 | 3.4 | 1.6 | 1.7 |
| 9 | 氰戊菊酯 | 1.1 | 2.7~12 | 5.5 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.4 | 1.9~6.6 | 2.5 | 0.7 | 0.7 |
| | | 10.3 | 3.7~7.3 | 4.4 | 1.7 | 2.0 |

续表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏差 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|-----------|----------------|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| 10 | 溴氰菊酯 | 1.0 | 3.2~25 | 11 | 0.4 | 0.5 |
| | | 5.4 | 2.4~7.6 | 7.0 | 1.0 | 1.4 |
| | | 10.3 | 2.8~7.3 | 4.1 | 1.7 | 1.9 |
| 11 | 敌敌畏 | 0.9 | 3.4~9.0 | 16 | 0.2 | 0.4 |
| | | 4.8 | 5.7~8.0 | 7.8 | 0.9 | 1.4 |
| | | 9.0 | 3.0~7.4 | 11 | 1.5 | 3.1 |
| 12 | 速灭磷 | 1.0 | 7.9~9.6 | 17 | 0.2 | 0.5 |
| | | 5.3 | 2.3~5.2 | 5.1 | 0.7 | 1.0 |
| | | 9.9 | 2.7~9.1 | 10 | 1.6 | 3.2 |
| 13 | 内吸磷 (O+S) | 0.8 | 6.6~10 | 13 | 0.2 | 0.4 |
| | | 4.0 | 7.5~13 | 11 | 1.1 | 1.6 |
| | | 8.2 | 1.8~6.0 | 13 | 1.0 | 3.2 |
| 14 | 虫线磷 | 1.0 | 2.3~13 | 8.6 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 2.1~4.5 | 3.8 | 0.5 | 0.7 |
| | | 9.9 | 2.3~5.8 | 6.4 | 1.2 | 2.1 |
| 15 | 灭克磷 | 1.0 | 2.6~8.3 | 6.5 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 1.7~4.9 | 3.2 | 0.6 | 0.7 |
| | | 10.0 | 2.5~7.5 | 7.2 | 1.4 | 2.4 |
| 16 | 甲拌磷 | 0.9 | 3.2~14 | 7.6 | 0.2 | 0.3 |
| | | 4.8 | 3.5~5.8 | 2.8 | 0.6 | 0.7 |
| | | 9.3 | 1.1~7.6 | 6.8 | 1.2 | 2.1 |
| 17 | 治螟磷 | 0.9 | 2.5~5.7 | 4.9 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 1.7~5.8 | 4.1 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.0 | 2.2~15 | 7.0 | 2.1 | 2.8 |
| 18 | 二嗪农 | 1.0 | 2.7~8.3 | 6.3 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.2 | 2.5~6.3 | 3.9 | 0.6 | 0.8 |
| | | 10.0 | 2.2~10 | 6.1 | 1.5 | 2.2 |
| 19 | 乙拌磷 | 0.8 | 4.2~8.3 | 13 | 0.2 | 0.3 |
| | | 3.8 | 8.5~15 | 13 | 1.2 | 1.7 |
| | | 8.2 | 3.2~5.4 | 12 | 1.1 | 2.9 |
| 20 | 乐果 | 1.1 | 4.9~17 | 8.3 | 0.3 | 0.4 |
| | | 5.5 | 4.3~17 | 7.7 | 1.6 | 1.9 |
| | | 11.0 | 4.0~22 | 12 | 4.4 | 5.4 |
| 21 | 皮蝇磷 | 1.0 | 2.8~6.5 | 4.3 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 1.5~8.5 | 3.9 | 0.8 | 1.0 |
| | | 9.9 | 2.3~12 | 5.5 | 1.8 | 2.2 |
| 22 | 毒死蜱 | 1.0 | 2.6~6.5 | 5.5 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.1~5.7 | 3.3 | 0.6 | 0.7 |
| | | 9.9 | 1.7~5.7 | 2.7 | 1.1 | 1.3 |

续表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏差 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|-------|----------------|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| 23 | 甲基对硫磷 | 1.0 | 3.0~11 | 4.4 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.6~5.3 | 2.3 | 0.6 | 0.6 |
| | | 9.8 | 2.9~7.4 | 6.5 | 1.3 | 2.2 |
| 24 | 毒壤磷 | 1.0 | 1.7~6.4 | 3.8 | 0.1 | 0.1 |
| | | 5.2 | 2.3~7.7 | 5.0 | 0.7 | 1.0 |
| | | 9.9 | 2.2~10 | 5.8 | 1.6 | 2.1 |
| 25 | 安硫磷 | 0.8 | 8.2~21 | 17 | 0.4 | 0.5 |
| | | 4.3 | 6.6~8.9 | 8.0 | 0.9 | 1.3 |
| | | 8.6 | 3.7~11 | 9.9 | 2.0 | 3.0 |
| 26 | 倍硫磷 | 1.0 | 3.4~7.3 | 5.2 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.0 | 3.2~9.5 | 8.2 | 1.0 | 1.5 |
| | | 9.8 | 1.4~10 | 9.2 | 1.6 | 2.9 |
| 27 | 马拉硫磷 | 1.0 | 3.1~10 | 7.8 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 2.1~6.8 | 3.7 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.0 | 1.7~5.7 | 8.2 | 1.2 | 2.5 |
| 28 | 粉锈宁 | 1.0 | 3.2~8.7 | 7.4 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 1.6~8.3 | 5.0 | 0.8 | 1.0 |
| | | 9.6 | 1.9~13 | 6.3 | 1.7 | 2.3 |
| 29 | 对硫磷 | 1.0 | 4.1~14 | 9.0 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 2.2~8.6 | 6.8 | 0.8 | 1.2 |
| | | 9.7 | 2.1~13 | 10 | 2.0 | 3.3 |
| 30 | 育畜磷 | 1.1 | 6.1~20 | 12 | 0.4 | 0.5 |
| | | 5.4 | 2.4~11 | 5.3 | 0.9 | 1.2 |
| | | 10.3 | 2.3~8.9 | 8.4 | 1.6 | 2.8 |
| 31 | 甲拌磷砒 | 1.1 | 2.5~12 | 14 | 0.2 | 0.5 |
| | | 5.2 | 2.6~5.6 | 4.9 | 0.6 | 0.9 |
| | | 10.1 | 2.7~5.5 | 8.0 | 1.2 | 2.5 |
| 32 | 灭蚜磷 | 1.0 | 1.4~10 | 10 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.2 | 2.3~6.3 | 6.3 | 0.7 | 1.1 |
| | | 10.2 | 1.6~8.9 | 9.3 | 1.5 | 3.0 |
| 33 | 丙硫磷 | 1.0 | 2.7~8.0 | 5.2 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.0~7.6 | 5.3 | 0.7 | 1.0 |
| | | 9.9 | 2.2~14 | 4.6 | 1.9 | 2.2 |
| 34 | 脱叶亚磷 | 1.0 | 5.7~12 | 12 | 0.3 | 0.4 |
| | | 5.6 | 1.8~6.9 | 8.0 | 0.9 | 1.5 |
| | | 11.5 | 3.4~6.8 | 9.2 | 1.9 | 3.4 |
| 35 | 杀虫畏 | 1.0 | 5.1~13 | 10 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.2 | 1.5~7.3 | 6.1 | 0.8 | 1.2 |
| | | 9.8 | 2.8~9.4 | 4.1 | 1.6 | 1.9 |

续表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏差 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|-------|----------------|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| 36 | 地胺磷 | 1.2 | 4.5~14 | 15 | 0.3 | 0.6 |
| | | 5.4 | 4.5~10 | 6.7 | 1.2 | 1.5 |
| | | 10.3 | 4.3~11 | 5.3 | 2.3 | 2.6 |
| 37 | 三硫磷 | 1.0 | 4.0~10 | 5.5 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.1 | 1.1~6.5 | 3.5 | 0.7 | 0.8 |
| | | 10.0 | 1.6~8.8 | 4.4 | 1.5 | 1.9 |
| 38 | 增效醚 | 1.0 | 3.4~10 | 7.3 | 0.2 | 0.3 |
| | | 4.9 | 1.4~6.7 | 2.7 | 0.7 | 0.7 |
| | | 9.6 | 2.2~10 | 3.7 | 1.7 | 1.9 |
| 39 | 氟虫腈 | 1.1 | 2.1~11 | 11 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.3 | 5.4~9.5 | 6.6 | 1.1 | 1.4 |
| | | 10.2 | 3.2~8.3 | 3.4 | 1.7 | 1.8 |
| 40 | 丰索磷 | 1.1 | 4.1~12 | 12 | 0.3 | 0.5 |
| | | 5.5 | 5.2~9.3 | 9.9 | 1.2 | 1.9 |
| | | 10.5 | 3.0~9.8 | 4.4 | 1.9 | 2.2 |
| 41 | 倍硫磷砒 | 1.0 | 3.5~11 | 7.2 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 4.5~8.2 | 5.0 | 1.0 | 1.2 |
| | | 10.1 | 3.3~9.5 | 5.2 | 2.0 | 2.3 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 1.0 | 2.7~9.1 | 3.0 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.3~7.1 | 9.7 | 0.8 | 1.6 |
| | | 9.8 | 3.3~7.9 | 5.3 | 1.6 | 2.1 |
| 43 | 溴螨酯 | 1.0 | 3.6~7.7 | 7.4 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 2.2~9.3 | 5.2 | 0.9 | 1.1 |
| | | 9.9 | 2.8~9.2 | 3.1 | 1.7 | 1.8 |
| 44 | 溴苯磷 | 0.9 | 2.9~8.9 | 6.1 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.1 | 0.70~7.6 | 5.6 | 0.8 | 1.1 |
| | | 9.7 | 3.4~10 | 3.1 | 1.7 | 1.8 |
| 45 | 苯硫磷 | 0.9 | 4.4~12 | 6.5 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 3.1~7.5 | 4.3 | 0.8 | 1.0 |
| | | 10.1 | 1.5~9.1 | 7.7 | 1.5 | 2.5 |
| 46 | 吡啶硫磷 | 1.0 | 3.7~8.6 | 7.9 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 1.4~8.9 | 6.9 | 0.9 | 1.3 |
| | | 10.1 | 3.4~11 | 9.0 | 2.1 | 3.2 |
| 47 | 蝇毒磷 | 1.0 | 4.2~11 | 11 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.3 | 3.9~9.2 | 8.0 | 1.0 | 1.5 |
| | | 10.0 | 3.4~11 | 8.6 | 2.0 | 3.0 |

表 C.2 沉积物方法的精密度汇总表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|-----------|----------------|--------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | 1.2 | 2.5~6.9 | 7.9 | 0.1 | 0.3 |
| | | 5.4 | 2.8~6.7 | 5.9 | 0.7 | 1.1 |
| | | 10.2 | 3.5~6.9 | 6.2 | 1.5 | 2.2 |
| 2 | 联苯菊酯 | 1.1 | 2.5~7.7 | 6.7 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 2.4~7.5 | 3.8 | 0.8 | 0.9 |
| | | 10.3 | 2.7~7.4 | 2.9 | 1.6 | 1.7 |
| 3 | 胺菊酯 | 1.1 | 3.0~7.3 | 4.1 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.0 | 1.9~10 | 3.3 | 0.8 | 0.9 |
| | | 9.8 | 1.9~6.6 | 4.5 | 1.4 | 1.8 |
| 4 | 甲氰菊酯 | 1.1 | 2.7~6.0 | 5.3 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.7~9.8 | 3.7 | 0.8 | 0.9 |
| | | 10.1 | 1.7~7.0 | 3.3 | 1.6 | 1.7 |
| 5 | 除虫菊酯 | 1.2 | 1.8~16 | 6.3 | 0.3 | 0.3 |
| | | 5.4 | 4.8~10 | 5.0 | 1.0 | 1.2 |
| | | 10.2 | 3.4~7.3 | 4.1 | 1.6 | 1.9 |
| 6 | 氯菊酯 | 1.1 | 2.6~8.3 | 5.6 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 2.5~8.4 | 3.8 | 0.8 | 0.9 |
| | | 10.4 | 2.9~6.9 | 3.7 | 1.7 | 1.9 |
| 7 | 顺式氯氟氰菊酯 | 1.1 | 3.2~8.2 | 8.2 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.3 | 2.4~7.7 | 4.4 | 0.7 | 0.9 |
| | | 10.1 | 2.8~7.4 | 6.1 | 1.7 | 2.3 |
| 8 | 氯氰菊酯 | 1.2 | 2.4~12 | 6.7 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.5 | 3.0~6.6 | 4.0 | 0.7 | 0.9 |
| | | 10.5 | 2.3~7.6 | 3.0 | 1.7 | 1.8 |
| 9 | 氰戊菊酯 | 1.1 | 2.6~9.1 | 5.3 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.4 | 2.3~8.3 | 3.0 | 0.8 | 0.9 |
| | | 10.4 | 2.3~7.7 | 3.5 | 1.7 | 1.8 |
| 10 | 溴氰菊酯 | 1.0 | 2.3~20 | 9.6 | 0.3 | 0.4 |
| | | 5.4 | 3.2~8.9 | 7.5 | 0.9 | 1.4 |
| | | 10.4 | 3.1~7.9 | 3.3 | 1.8 | 1.9 |
| 11 | 敌敌畏 | 0.9 | 2.9~7.1 | 17 | 0.1 | 0.4 |
| | | 4.9 | 3.7~9.1 | 8.0 | 1.0 | 1.4 |
| | | 9.1 | 4.0~10 | 10 | 1.8 | 3.1 |
| 12 | 速灭磷 | 1.0 | 4.7~9.3 | 17 | 0.2 | 0.5 |
| | | 5.4 | 3.1~4.9 | 5.4 | 0.6 | 1.0 |
| | | 10.0 | 3.9~8.2 | 9.8 | 1.6 | 3.1 |
| 13 | 内吸磷 (O+S) | 0.8 | 5.9~11 | 10 | 0.2 | 0.3 |
| | | 4.0 | 5.2~12 | 12 | 1.0 | 1.6 |
| | | 8.3 | 2.7~6.6 | 13 | 1.1 | 3.1 |

续表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|-------|----------------|--------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 14 | 虫线磷 | 1.0 | 2.5~9.7 | 9.8 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 2.8~4.7 | 3.9 | 0.6 | 0.8 |
| | | 9.9 | 4.0~8.1 | 5.8 | 1.5 | 2.1 |
| 15 | 灭克磷 | 1.0 | 3.1~8.8 | 6.4 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 2.4~5.2 | 3.4 | 0.6 | 0.7 |
| | | 10.0 | 3.1~7.5 | 6.6 | 1.4 | 2.3 |
| 16 | 甲拌磷 | 0.9 | 3.6~8.7 | 4.6 | 0.2 | 0.2 |
| | | 4.8 | 3.1~5.5 | 2.8 | 0.6 | 0.7 |
| | | 9.4 | 3.8~8.7 | 6.7 | 1.5 | 2.2 |
| 17 | 治螟磷 | 0.9 | 2.9~8.9 | 4.5 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 3.9~6.8 | 4.2 | 0.8 | 0.9 |
| | | 10.1 | 3.1~15 | 6.7 | 2.2 | 2.7 |
| 18 | 二嗪农 | 1.0 | 2.9~8.5 | 5.9 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 4.2~6.0 | 4.7 | 0.7 | 0.9 |
| | | 10.1 | 3.2~10 | 6.0 | 1.6 | 2.2 |
| 19 | 乙拌磷 | 0.8 | 3.7~9.1 | 14 | 0.1 | 0.3 |
| | | 3.8 | 6.7~14 | 13 | 1.1 | 1.7 |
| | | 8.3 | 3.7~6.6 | 11 | 1.2 | 2.9 |
| 20 | 乐果 | 1.1 | 3.4~14 | 11 | 0.3 | 0.4 |
| | | 10.4 | 4.3~15 | 8.6 | 2.5 | 3.4 |
| | | 1.0 | 3.2~8.8 | 3.9 | 0.1 | 0.2 |
| 21 | 皮蝇磷 | 1.0 | 3.2~8.8 | 3.9 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 3.8~8.9 | 3.7 | 0.9 | 1.0 |
| | | 10.1 | 3.3~12 | 4.9 | 1.8 | 2.2 |
| 22 | 毒死蜱 | 1.0 | 3.0~5.7 | 4.9 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 3.3~4.8 | 4.2 | 0.6 | 0.8 |
| | | 10.0 | 2.9~5.0 | 2.7 | 1.1 | 1.3 |
| 23 | 甲基对硫磷 | 1.0 | 3.3~11 | 3.9 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.1 | 2.6~6.2 | 2.2 | 0.6 | 0.7 |
| | | 9.9 | 4.0~7.9 | 5.8 | 1.5 | 2.1 |
| 24 | 毒壤磷 | 1.0 | 2.6~8.2 | 4.5 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 2.9~7.4 | 5.8 | 0.7 | 1.1 |
| | | 10.0 | 3.4~12 | 5.5 | 1.8 | 2.3 |
| 25 | 安硫磷 | 0.9 | 6.0~19 | 21 | 0.3 | 0.6 |
| | | 4.3 | 4.0~9.3 | 8.1 | 0.9 | 1.2 |
| | | 8.6 | 3.3~9.7 | 10 | 1.8 | 2.9 |
| 26 | 倍硫磷 | 1.0 | 3.8~4.4 | 5.1 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 4.0~11 | 8.7 | 1.0 | 1.5 |
| | | 9.9 | 3.4~9.5 | 9.2 | 1.6 | 2.9 |

续表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|------|----------------|--------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 27 | 马拉硫磷 | 1.0 | 3.8~7.5 | 6.3 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 3.4~5.0 | 4.1 | 0.6 | 0.8 |
| | | 10.1 | 2.9~5.7 | 7.8 | 1.2 | 2.5 |
| 28 | 粉锈宁 | 1.1 | 3.4~10 | 8.3 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 3.7~9.8 | 6.4 | 0.8 | 1.2 |
| | | 9.7 | 3.0~17 | 5.5 | 2.1 | 2.4 |
| 29 | 对硫磷 | 1.0 | 4.3~8.5 | 7.6 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 3.6~11 | 5.8 | 0.9 | 1.2 |
| | | 9.8 | 3.4~11 | 10 | 1.8 | 3.3 |
| 30 | 育畜磷 | 1.1 | 6.1~13 | 11 | 0.3 | 0.4 |
| | | 5.5 | 2.9~5.9 | 7.2 | 0.7 | 1.3 |
| | | 10.4 | 3.4~10 | 8.1 | 1.8 | 2.9 |
| 31 | 甲拌磷砒 | 1.1 | 3.4~8.1 | 14 | 0.2 | 0.5 |
| | | 5.2 | 2.1~4.6 | 4.8 | 0.6 | 0.9 |
| | | 10.2 | 3.7~8.0 | 7.5 | 1.5 | 2.6 |
| 32 | 灭蚜磷 | 1.0 | 2.4~9.7 | 10 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.3 | 3.5~6.3 | 6.4 | 0.8 | 1.2 |
| | | 10.4 | 3.4~11 | 9.0 | 1.9 | 3.1 |
| 33 | 丙硫磷 | 1.0 | 2.9~7.4 | 5.7 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 2.8~6.8 | 6.1 | 0.7 | 1.1 |
| | | 10.0 | 3.1~14 | 3.8 | 2.0 | 2.1 |
| 34 | 脱叶亚磷 | 1.1 | 5.8~9.5 | 12 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.6 | 3.8~6.7 | 7.5 | 0.8 | 1.4 |
| | | 11.7 | 4.4~7.7 | 8.4 | 2.0 | 3.3 |
| 35 | 杀虫畏 | 1.0 | 5.7~11 | 8.5 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 3.9~8.3 | 5.7 | 0.8 | 1.1 |
| | | 10.0 | 3.7~12 | 3.2 | 1.9 | 1.9 |
| 36 | 地胺磷 | 1.1 | 3.7~16 | 13 | 0.3 | 0.5 |
| | | 5.4 | 4.2~8.7 | 6.3 | 1.0 | 1.3 |
| | | 10.3 | 3.2~12 | 5.9 | 2.0 | 2.5 |
| 37 | 三硫磷 | 1.0 | 3.0~12 | 5.5 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.1 | 3.0~6.1 | 4.3 | 0.7 | 0.9 |
| | | 10.2 | 2.8~11 | 3.1 | 1.8 | 1.9 |
| 38 | 增效醚 | 1.0 | 4.0~8.9 | 6.5 | 0.2 | 0.2 |
| | | 5.0 | 2.4~6.0 | 3.1 | 0.6 | 0.7 |
| | | 9.8 | 3.2~13 | 3.6 | 1.9 | 2.0 |
| 39 | 氟虫腈 | 1.1 | 3.3~6.9 | 11 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.2 | 3.8~9.0 | 7.6 | 0.9 | 1.4 |
| | | 10.1 | 2.4~5.5 | 3.3 | 1.2 | 1.5 |

续表

| 序号 | 化合物 | 平均值 (mg/kg) | 实验室内相对 标准偏差 (%) | 实验室间相对 标准偏 (%) | 重现性r (mg/kg) | 再现性R (mg/kg) |
|----|-------|----------------|--------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 40 | 丰索磷 | 1.1 | 4.8~17 | 8.6 | 0.3 | 0.4 |
| | | 5.6 | 1.6~9.6 | 9.0 | 1.1 | 1.7 |
| | | 10.5 | 3.1~9.7 | 3.9 | 1.7 | 1.9 |
| 41 | 倍硫磷砒 | 1.0 | 4.1~8.1 | 8.4 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 2.9~8.3 | 5.2 | 0.9 | 1.1 |
| | | 10.2 | 3.6~10 | 4.3 | 1.9 | 2.1 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 1.0 | 2.7~7.3 | 3.3 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.1 | 4.1~12 | 7.1 | 1.0 | 1.4 |
| | | 10.0 | 2.9~7.1 | 4.9 | 1.4 | 1.9 |
| 43 | 溴螨酯 | 1.1 | 1.7~6.7 | 5.3 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.3 | 2.7~7.5 | 6.9 | 0.8 | 1.3 |
| | | 10.0 | 3.3~8.3 | 3.8 | 1.5 | 1.7 |
| 44 | 溴苯磷 | 0.9 | 3.4~7.1 | 7.6 | 0.1 | 0.2 |
| | | 5.2 | 2.8~7.4 | 6.6 | 0.8 | 1.2 |
| | | 10.0 | 3.6~6.9 | 3.4 | 1.4 | 1.6 |
| 45 | 苯硫磷 | 0.9 | 4.6~12 | 8.2 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.1 | 3.4~5.5 | 4.1 | 0.7 | 0.9 |
| | | 10.2 | 3.9~6.2 | 6.5 | 1.5 | 2.3 |
| 46 | 吡啶硫磷 | 1.0 | 4.5~10 | 5.7 | 0.2 | 0.3 |
| | | 5.2 | 3.1~10 | 6.5 | 0.9 | 1.3 |
| | | 10.3 | 4.1~9.8 | 7.3 | 1.9 | 2.7 |
| 47 | 蝇毒磷 | 1.0 | 3.6~13 | 11 | 0.2 | 0.4 |
| | | 5.3 | 4.2~10 | 8.6 | 1.0 | 1.6 |
| | | 10.3 | 3.4~7.8 | 7.0 | 1.6 | 2.5 |

表 C.3 土壤方法的准确度汇总表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|--------|-----------------|-----------------|---------------|-------------------|-----------------------------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | 1.00 | 110~134 | 122 | 8.5 | 122±17.0 |
| | | 5.00 | 100~115 | 108 | 6.3 | 108±12.6 |
| | | 10.0 | 90.1~107 | 100 | 6.3 | 100±12.6 |
| 2 | 联苯菊酯 | 1.00 | 103~120 | 110 | 6.8 | 110±13.6 |
| | | 5.00 | 100~109 | 105 | 3.1 | 105±6.2 |
| | | 10.0 | 94.8~107 | 102 | 4.1 | 102±8.2 |
| 3 | 胺菊酯 | 1.00 | 105~113 | 108 | 4.0 | 108±8.0 |
| | | 5.00 | 94.4~103 | 99.0 | 3.0 | 99.0±6.0 |
| | | 10.0 | 89.6~104 | 97.1 | 4.8 | 97.1±9.6 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-----------|-----------------|-----------------|---------------|-------------------|-----------------------------------|
| 4 | 甲氰菊酯 | 1.00 | 103~116 | 107 | 5.0 | 107±10.0 |
| | | 5.00 | 98.0~106 | 103 | 3.4 | 103±6.8 |
| | | 10.0 | 94.3~106 | 100 | 4.2 | 100±8.4 |
| 5 | 除虫菊酯 | 1.00 | 113~130 | 121 | 7.7 | 121±15.4 |
| | | 5.00 | 97.8~113 | 108 | 5.6 | 108±11.2 |
| | | 10.0 | 92.7~107 | 101 | 4.9 | 101±9.8 |
| 6 | 氯菊酯 | 1.00 | 103~118 | 109 | 5.7 | 109±11.4 |
| | | 5.00 | 101~110 | 105 | 3.5 | 105±7.0 |
| | | 10.0 | 96.2~112 | 104 | 5.1 | 104±10.2 |
| 7 | 顺式氯氟氰菊酯 | 1.00 | 100~123 | 111 | 8.7 | 111±17.4 |
| | | 5.00 | 96.6~110 | 105 | 5.1 | 105±10.2 |
| | | 10.0 | 91.0~109 | 100 | 6.7 | 100±13.4 |
| 8 | 氰菊酯 | 1.00 | 107~123 | 115 | 7.8 | 115±15.6 |
| | | 5.00 | 103~116 | 110 | 4.2 | 110±8.4 |
| | | 10.0 | 99.2~107 | 103 | 3.5 | 103±7.0 |
| 9 | 氰戊菊酯 | 1.00 | 103~116 | 109 | 5.8 | 109±11.6 |
| | | 5.00 | 103~111 | 108 | 2.8 | 108±5.6 |
| | | 10.0 | 96.7~107 | 103 | 4.5 | 103±9.0 |
| 10 | 溴氰菊酯 | 1.00 | 81.4~111 | 100 | 11.0 | 100±22.0 |
| | | 5.00 | 102~122 | 107 | 7.5 | 107±15.0 |
| | | 10.0 | 96.3~106 | 103 | 4.2 | 103±8.4 |
| 11 | 敌敌畏 | 1.00 | 77.7~116 | 89.8 | 14.5 | 89.8±29.0 |
| | | 5.00 | 88.9~111 | 96.7 | 7.5 | 96.7±15.0 |
| | | 10.0 | 75.5~103 | 89.5 | 9.7 | 89.5±19.4 |
| 12 | 速灭磷 | 1.00 | 83.5~129 | 97.4 | 16.8 | 97.4±33.6 |
| | | 5.00 | 99.0~114 | 107 | 5.5 | 107±11.0 |
| | | 10.0 | 85.6~117 | 98.8 | 10.1 | 98.8±20.2 |
| 13 | 内吸磷 (O+S) | 1.00 | 72.9~98.8 | 84.1 | 9.8 | 84.1±19.6 |
| | | 5.00 | 70.0~95.4 | 79.5 | 8.7 | 79.5±17.4 |
| | | 10.0 | 66.6~98.0 | 82.2 | 10.8 | 82.2±21.6 |
| 14 | 虫线磷 | 1.00 | 94.2~116 | 102 | 8.7 | 102±17.4 |
| | | 5.00 | 96.7~108 | 104 | 3.9 | 104±7.8 |
| | | 10.0 | 88.7~108 | 98.6 | 6.3 | 98.6±12.6 |
| 15 | 灭克磷 | 1.00 | 92.3~106 | 97.9 | 6.4 | 97.9±12.8 |
| | | 5.00 | 98.0~107 | 104 | 3.3 | 104±6.6 |
| | | 10.0 | 88.8~111 | 99.7 | 7.2 | 99.7±14.4 |
| 16 | 甲拌磷 | 1.00 | 83.7~101 | 91.7 | 6.9 | 91.7±13.8 |
| | | 5.00 | 90.8~99.0 | 95.0 | 2.7 | 95.0±5.4 |
| | | 10.0 | 81.4~99.4 | 92.7 | 6.3 | 92.7±12.6 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-------|-----------------|-----------------|---------------|-------------------|-----------------------------------|
| 17 | 治螟磷 | 1.00 | 89.7~102 | 93.7 | 4.6 | 93.7±9.2 |
| | | 5.00 | 98.7~111 | 105 | 4.2 | 105±8.4 |
| | | 10.0 | 89.6~111 | 99.6 | 7.0 | 99.6±14.0 |
| 18 | 二嗪农 | 1.00 | 94.4~109 | 99.9 | 6.3 | 99.9±12.6 |
| | | 5.00 | 96.5~107 | 104 | 4.1 | 104±8.2 |
| | | 10.0 | 90.0~101 | 99.6 | 6.1 | 99.6±12.2 |
| 19 | 乙拌磷 | 1.00 | 71.4~96.7 | 80.8 | 10.0 | 80.8±20.0 |
| | | 5.00 | 67.6~93.6 | 75.1 | 9.7 | 75.1±19.4 |
| | | 10.0 | 70.1~99.3 | 81.6 | 9.7 | 81.6±19.4 |
| 20 | 乐果 | 1.00 | 99.2~127 | 113 | 9.4 | 113±18.8 |
| | | 5.00 | 99.4~123 | 109 | 8.4 | 109±16.8 |
| | | 10.0 | 91.3~128 | 110 | 12.6 | 110±25.2 |
| 21 | 皮蝇磷 | 1.00 | 93.2~104 | 97.4 | 4.0 | 97.4±8.0 |
| | | 5.00 | 101~112 | 105 | 4.1 | 105±8.2 |
| | | 10.0 | 91.9~109 | 99.4 | 5.4 | 99.4±10.8 |
| 22 | 毒死蜱 | 1.00 | 95.0~110 | 99.5 | 5.3 | 99.5±10.6 |
| | | 5.00 | 97.6~105 | 102 | 3.4 | 102±6.8 |
| | | 10.0 | 95.1~102 | 98.7 | 2.7 | 98.7±5.4 |
| 23 | 甲基对硫磷 | 1.00 | 92.5~104 | 95.9 | 4.2 | 95.9±8.4 |
| | | 5.00 | 96.9~104 | 101 | 2.4 | 101±4.8 |
| | | 10.0 | 88.8~109 | 98.3 | 6.4 | 98.3±12.8 |
| 24 | 毒壤磷 | 1.00 | 92.9~104 | 96.4 | 3.8 | 96.4±7.6 |
| | | 5.00 | 98.3~113 | 103 | 5.1 | 103±10.2 |
| | | 10.0 | 92.7~108 | 98.7 | 5.7 | 98.7±11.4 |
| 25 | 安硫磷 | 1.00 | 60.8~99.9 | 81.0 | 14.0 | 81.0±28.0 |
| | | 5.00 | 78.7~95.4 | 86.0 | 6.9 | 86.0±13.8 |
| | | 10.0 | 76.3~97.4 | 85.7 | 8.5 | 85.7±17.0 |
| 26 | 倍硫磷 | 1.00 | 91.3~103 | 96.0 | 5.0 | 96.0±10.0 |
| | | 5.00 | 92.6~116 | 100 | 8.2 | 100±16.4 |
| | | 10.0 | 88.7~115 | 97.8 | 9.0 | 97.8±18.0 |
| 27 | 马拉硫磷 | 1.00 | 94.0~111 | 100 | 7.8 | 100±15.6 |
| | | 5.00 | 98.0~107 | 103 | 3.9 | 103±7.8 |
| | | 10.0 | 91.1~115 | 99.8 | 8.2 | 99.8±16.4 |
| 28 | 粉锈宁 | 1.00 | 97.0~116 | 104 | 7.6 | 104±15.2 |
| | | 5.00 | 98.3~112 | 102 | 5.1 | 102±10.2 |
| | | 10.0 | 88.8~106 | 96.4 | 6.1 | 96.4±12.2 |
| 29 | 对硫磷 | 1.00 | 88.1~113 | 96.5 | 8.6 | 96.5±17.2 |
| | | 5.00 | 95.4~114 | 101 | 6.9 | 101±13.8 |
| | | 10.0 | 87.8~115 | 96.6 | 10.1 | 96.6±20.2 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-------|-----------------|-----------------|---------------|-------------------|-----------------------------------|
| 30 | 育畜磷 | 1.00 | 94.7~130 | 106 | 13.1 | 106±26.2 |
| | | 5.00 | 99.3~116 | 108 | 5.8 | 108±11.6 |
| | | 10.0 | 96.9~120 | 102 | 8.6 | 102±17.2 |
| 31 | 甲拌磷砒 | 1.00 | 95.3~134 | 105 | 14.8 | 105±29.6 |
| | | 5.00 | 97.9~113 | 104 | 5.0 | 104±10.0 |
| | | 10.0 | 93.4~116 | 101 | 8.1 | 101±16.2 |
| 32 | 灭蚜磷 | 1.00 | 93.5~121 | 102 | 10.5 | 102±21.0 |
| | | 5.00 | 96.5~116 | 104 | 6.6 | 104±13.2 |
| | | 10.0 | 94.8~121 | 102 | 9.5 | 102±19.0 |
| 33 | 丙硫磷 | 1.00 | 93.5~107 | 98.0 | 5.0 | 98.0±10.0 |
| | | 5.00 | 97.3~113 | 102 | 5.5 | 102±11.0 |
| | | 10.0 | 93.7~107 | 98.5 | 4.6 | 98.5±9.2 |
| 34 | 脱叶亚磷 | 1.00 | 90.7~124 | 103 | 12.7 | 103±25.4 |
| | | 5.00 | 97.8~123 | 111 | 8.8 | 111±17.6 |
| | | 10.0 | 96.6~125 | 115 | 10.5 | 115±21.0 |
| 35 | 杀虫畏 | 1.00 | 89.8~115 | 98.3 | 10.3 | 98.3±20.6 |
| | | 5.00 | 96.9~115 | 104 | 6.3 | 104±12.6 |
| | | 10.0 | 92.3~105 | 98.1 | 4.0 | 98.1±8.0 |
| 36 | 地胺磷 | 1.00 | 93.5~136 | 115 | 17.5 | 115±35.0 |
| | | 5.00 | 99.5~118 | 108 | 7.3 | 108±14.6 |
| | | 10.0 | 98.2~114 | 103 | 5.5 | 103±11.0 |
| 37 | 三硫磷 | 1.00 | 92.6~109 | 99.8 | 5.7 | 99.8±11.4 |
| | | 5.00 | 96.8~106 | 102 | 3.5 | 102±7.0 |
| | | 10.0 | 95.4~107 | 100 | 4.4 | 100±8.8 |
| 38 | 增效醚 | 1.00 | 95.9~114 | 103 | 7.6 | 103±15.2 |
| | | 5.00 | 93.6~101 | 98.0 | 2.7 | 98.0±5.4 |
| | | 10.0 | 90.5~102 | 95.7 | 3.5 | 95.7±7.0 |
| 39 | 氟虫腈 | 1.00 | 95.7~132 | 111 | 13.1 | 111±26.2 |
| | | 5.00 | 98.8~117 | 105 | 7.0 | 105±14.0 |
| | | 10.0 | 98.0~106 | 102 | 3.5 | 102±7.0 |
| 40 | 丰索磷 | 1.00 | 92.6~126 | 109 | 13.5 | 109±27.0 |
| | | 5.00 | 98.8~121 | 110 | 10.9 | 110±21.8 |
| | | 10.0 | 97.9~112 | 105 | 4.6 | 105±9.2 |
| 41 | 倍硫磷砒 | 1.00 | 82.7~102 | 95.5 | 7.1 | 95.5±14.2 |
| | | 5.00 | 96.1~109 | 102 | 5.1 | 102±10.2 |
| | | 10.0 | 95.4~110 | 101 | 5.3 | 101±10.6 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 1.00 | 94.6~103 | 98.1 | 3.1 | 98.1±6.2 |
| | | 5.00 | 95.1~122 | 103 | 9.9 | 103±19.8 |
| | | 10.0 | 95.1~109 | 98.4 | 5.2 | 98.4±10.4 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|------|-----------------|-----------------|---------------|-------------------|-----------------------------------|
| 43 | 溴螨酯 | 1.00 | 94.5~116 | 104 | 7.6 | 104±15.2 |
| | | 5.00 | 97.3~113 | 104 | 5.4 | 104±10.8 |
| | | 10.0 | 96.4~104 | 99.2 | 3.0 | 99.2±6.0 |
| 44 | 溴苯磷 | 1.00 | 86.1~98.5 | 93.4 | 5.5 | 93.4±11.0 |
| | | 5.00 | 97.0~113 | 102 | 5.7 | 102±11.4 |
| | | 10.0 | 94.5~102 | 97.4 | 3.0 | 97.4±6.0 |
| 45 | 苯硫磷 | 1.00 | 80.2~96.8 | 91.7 | 5.9 | 91.7±11.8 |
| | | 5.00 | 95.1~106 | 102 | 4.3 | 102±8.6 |
| | | 10.0 | 94.5~115 | 101 | 7.7 | 101±15.4 |
| 46 | 吡啶硫磷 | 1.00 | 93.1~111 | 101 | 7.9 | 101±15.8 |
| | | 5.00 | 97.2~118 | 104 | 7.2 | 104±14.4 |
| | | 10.0 | 91.8~117 | 101 | 9.1 | 101±18.2 |
| 47 | 蝇毒磷 | 1.00 | 87.0~117 | 102 | 11.5 | 102±23.0 |
| | | 5.00 | 95.3~118 | 105 | 8.3 | 105±16.6 |
| | | 10.0 | 91.6~115 | 100 | 8.6 | 100±17.2 |

表 C.4 沉积物方法的准确度汇总表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/L) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|--------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|--------------------------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | 1.00 | 106~133 | 121 | 9.6 | 121±19.2 |
| | | 5.00 | 98.9~115 | 108 | 6.4 | 108±12.8 |
| | | 10.0 | 92.2~107 | 102 | 6.3 | 102±12.6 |
| 2 | 联苯菊酯 | 1.00 | 101~119 | 109 | 7.3 | 109±14.6 |
| | | 5.00 | 99.1~111 | 105 | 4.0 | 105±8.0 |
| | | 10.0 | 97.3~106 | 102 | 3.0 | 102±6.0 |
| 3 | 胺菊酯 | 1.00 | 103~113 | 108 | 4.5 | 108±9.0 |
| | | 5.00 | 93.9~103 | 99.6 | 3.3 | 99.6±6.6 |
| | | 10.0 | 92.2~105 | 97.9 | 4.4 | 97.9±8.8 |
| 4 | 甲氧菊酯 | 1.00 | 100~115 | 106 | 5.5 | 106±11.0 |
| | | 5.00 | 97.1~108 | 103 | 3.8 | 103±7.6 |
| | | 10.0 | 96.5~106 | 101 | 3.4 | 101±6.8 |
| 5 | 除虫菊酯 | 1.00 | 111~130 | 120 | 7.6 | 120±15.2 |
| | | 5.00 | 99.6~114 | 109 | 5.5 | 109±11.0 |
| | | 10.0 | 94.3~106 | 102 | 4.2 | 102±8.4 |
| 6 | 氯菊酯 | 1.00 | 103~118 | 108 | 6.2 | 108±12.4 |
| | | 5.00 | 99.8~111 | 105 | 4.0 | 105±8.0 |
| | | 10.0 | 98.9~111 | 104 | 3.9 | 104±7.8 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/L) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-------------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|--------------------------------|
| 7 | 顺式氯氟氰菊 酯 | 1.00 | 100~123 | 110 | 8.9 | 110±17.8 |
| | | 5.00 | 98.9~110 | 105 | 4.7 | 105±9.4 |
| | | 10.0 | 92.1~109 | 101 | 6.1 | 101±12.2 |
| 8 | 氯氰菊酯 | 1.00 | 107~123 | 114 | 7.8 | 114±15.6 |
| | | 5.00 | 103~117 | 110 | 4.4 | 110±8.8 |
| | | 10.0 | 102~108 | 104 | 3.1 | 104±6.2 |
| 9 | 氰戊菊酯 | 1.00 | 102~115 | 108 | 6.0 | 108±12.0 |
| | | 5.00 | 103~113 | 109 | 3.3 | 109±6.6 |
| | | 10.0 | 99.8~107 | 104 | 3.6 | 104±7.2 |
| 10 | 溴氰菊酯 | 1.00 | 80.7~109 | 99.0 | 9.7 | 99.0±19.4 |
| | | 5.00 | 103~124 | 108 | 8.1 | 108±16.2 |
| | | 10.0 | 99.6~107 | 104 | 3.5 | 104±7.0 |
| 11 | 敌敌畏 | 1.00 | 78.6~120 | 90.9 | 15.0 | 90.9±30.0 |
| | | 5.00 | 92.2~113 | 97.9 | 7.8 | 97.9±15.6 |
| | | 10.0 | 77.2~103 | 90.6 | 9.4 | 90.6±18.8 |
| 12 | 速灭磷 | 1.00 | 85.7~134 | 101 | 17.3 | 101±34.6 |
| | | 5.00 | 99.4~115 | 107 | 5.9 | 107±11.8 |
| | | 10.0 | 86.8~117 | 99.5 | 9.7 | 99.5±19.4 |
| 13 | 内吸磷 (O+S) | 1.00 | 73.6~95.4 | 81.4 | 8.4 | 81.4±16.8 |
| | | 5.00 | 70.3~97.5 | 80.1 | 9.3 | 80.1±18.6 |
| | | 10.0 | 68.7~99.9 | 83.4 | 10.6 | 83.4±21.2 |
| 14 | 虫线磷 | 1.00 | 91.5~116 | 101 | 10.2 | 101±20.4 |
| | | 5.00 | 96.9~108 | 104 | 4.1 | 104±8.2 |
| | | 10.0 | 90.2~108 | 99.3 | 5.7 | 99.3±11.4 |
| 15 | 灭克磷 | 1.00 | 92.3~106 | 97.9 | 6.2 | 97.9±12.4 |
| | | 5.00 | 98.4~108 | 104 | 3.5 | 104±7.0 |
| | | 10.0 | 90.6~111 | 100 | 6.7 | 100±13.4 |
| 16 | 甲拌磷 | 1.00 | 87.5~97.5 | 91.1 | 3.9 | 91.1±7.8 |
| | | 5.00 | 91.1~99.2 | 95.7 | 2.7 | 95.7±5.4 |
| | | 10.0 | 83.5~101 | 93.9 | 6.3 | 93.9±12.6 |
| 17 | 治螟磷 | 1.00 | 89.4~101 | 93.5 | 4.2 | 93.5±8.4 |
| | | 5.00 | 97.6~110 | 105 | 4.5 | 105±9.0 |
| | | 10.0 | 92.0~112 | 101 | 6.7 | 101±13.4 |
| 18 | 二嗪农 | 1.00 | 92.0~106 | 99.4 | 5.9 | 99.4±11.8 |
| | | 5.00 | 95.6~109 | 104 | 4.9 | 104±9.8 |
| | | 10.0 | 92.2~110 | 101 | 6.0 | 101±12.0 |
| 19 | 乙拌磷 | 1.00 | 72.2~100 | 80.5 | 10.8 | 80.5±21.6 |
| | | 5.00 | 68.4~95.2 | 75.6 | 10.2 | 75.6±20.4 |
| | | 10.0 | 72.1~100 | 82.5 | 9.4 | 82.5±18.8 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/L) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|--------------------------------|
| 20 | 乐果 | 1.00 | 91.2~126 | 112 | 12.0 | 112±24.0 |
| | | 5.00 | 94.1~118 | 108 | 8.3 | 108±16.6 |
| | | 10.0 | 91.6~112 | 104 | 8.9 | 104±17.8 |
| 21 | 皮蝇磷 | 1.00 | 92.8~103 | 97.7 | 3.9 | 97.7±7.8 |
| | | 5.00 | 100~111 | 105 | 3.9 | 105±7.8 |
| | | 10.0 | 94.7~109 | 101 | 5.0 | 101±10.0 |
| 22 | 毒死蜱 | 1.00 | 94.4~108 | 100 | 4.9 | 100±9.8 |
| | | 5.00 | 96.6~108 | 102 | 4.3 | 102±8.6 |
| | | 10.0 | 96.4~104 | 100 | 2.7 | 100±5.4 |
| 23 | 甲基对硫磷 | 1.00 | 92.8~102 | 96.7 | 3.9 | 96.7±7.8 |
| | | 5.00 | 97.3~104 | 102 | 2.3 | 102±4.6 |
| | | 10.0 | 89.8~107 | 98.9 | 5.7 | 98.9±11.4 |
| 24 | 毒壤磷 | 1.00 | 92.1~103 | 97.1 | 4.2 | 97.1±8.4 |
| | | 5.00 | 97.6~115 | 104 | 6.0 | 104±12.0 |
| | | 10.0 | 94.4~108 | 100 | 5.5 | 100±11.0 |
| 25 | 安硫磷 | 1.00 | 61.8~108 | 86.4 | 18.0 | 86.4±36.0 |
| | | 5.00 | 78.9~94.5 | 85.5 | 7.0 | 85.5±14.0 |
| | | 10.0 | 78.3~99.8 | 86.3 | 8.7 | 86.3±17.4 |
| 26 | 倍硫磷 | 1.00 | 90.4~102 | 96.6 | 4.8 | 96.6±9.6 |
| | | 5.00 | 93.1~118 | 101 | 8.7 | 101±17.4 |
| | | 10.0 | 91.1~116 | 99.1 | 9.1 | 99.1±18.2 |
| 27 | 马拉硫磷 | 1.00 | 95.8~111 | 101 | 6.4 | 101±12.8 |
| | | 5.00 | 97.7~108 | 104 | 4.2 | 104±8.4 |
| | | 10.0 | 93.9~116 | 101 | 7.9 | 101±15.8 |
| 28 | 粉锈宁 | 1.00 | 97.9~122 | 106 | 8.7 | 106±17.4 |
| | | 5.00 | 96.8~116 | 103 | 6.6 | 103±13.2 |
| | | 10.0 | 92.1~107 | 97.1 | 5.4 | 97.1±10.8 |
| 29 | 对硫磷 | 1.00 | 88.0~110 | 97.7 | 7.3 | 97.7±14.6 |
| | | 5.00 | 96.8~113 | 102 | 6.0 | 102±12.0 |
| | | 10.0 | 90.0~117 | 98.0 | 10.3 | 98.0±20.6 |
| 30 | 育畜磷 | 1.00 | 98.4~129 | 110 | 11.9 | 110±23.8 |
| | | 5.00 | 99.5~122 | 110 | 7.8 | 110±15.6 |
| | | 10.0 | 97.1~120 | 104 | 8.4 | 104±16.8 |
| 31 | 甲拌磷砒 | 1.00 | 95.7~136 | 106 | 15.4 | 106±30.8 |
| | | 5.00 | 97.7~112 | 104 | 5.1 | 104±10.2 |
| | | 10.0 | 94.5~116 | 102 | 7.6 | 102±15.2 |
| 32 | 灭蚜磷 | 1.00 | 94.2~123 | 103 | 10.5 | 103±21.0 |
| | | 5.00 | 96.9~116 | 105 | 6.7 | 105±13.4 |
| | | 10.0 | 97.5~122 | 104 | 9.3 | 104±18.6 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/L) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|--------------------------------|
| 33 | 丙硫磷 | 1.00 | 92.0~107 | 97.9 | 5.4 | 97.9±10.8 |
| | | 5.00 | 97.7~115 | 104 | 6.3 | 104±12.6 |
| | | 10.0 | 96.0~105 | 99.5 | 3.8 | 99.5±7.6 |
| 34 | 脱叶亚磷 | 1.00 | 92.7~122 | 105 | 13.0 | 105±26.0 |
| | | 5.00 | 97.8~119 | 111 | 8.3 | 111±16.6 |
| | | 10.0 | 102~128 | 117 | 9.8 | 117±19.6 |
| 35 | 杀虫畏 | 1.00 | 91.1~114 | 101 | 8.4 | 101±16.8 |
| | | 5.00 | 98.4~114 | 104 | 5.9 | 104±11.8 |
| | | 10.0 | 96.4~105 | 100 | 3.2 | 100±6.4 |
| 36 | 地胺磷 | 1.00 | 91.6~131 | 113 | 14.9 | 113±29.8 |
| | | 5.00 | 99.4~117 | 107 | 6.8 | 107±13.6 |
| | | 10.0 | 98.8~115 | 103 | 6.0 | 103±12.0 |
| 37 | 三硫磷 | 1.00 | 93.5~108 | 99.1 | 5.7 | 99.1±11.4 |
| | | 5.00 | 97.1~108 | 102 | 4.5 | 102±9.0 |
| | | 10.0 | 98.3~108 | 102 | 3.1 | 102±6.2 |
| 38 | 增效醚 | 1.00 | 97.0~113 | 103 | 6.5 | 103±13.0 |
| | | 5.00 | 94.0~103 | 98.9 | 3.1 | 98.9±6.2 |
| | | 10.0 | 93.6~102 | 97.7 | 3.5 | 97.7±7.0 |
| 39 | 氟虫腈 | 1.00 | 100~134 | 112 | 12.4 | 112±24.8 |
| | | 5.00 | 99.3~119 | 105 | 7.9 | 105±15.8 |
| | | 10.0 | 97.9~106 | 101 | 3.4 | 101±6.8 |
| 40 | 丰索磷 | 1.00 | 99.3~124 | 110 | 9.5 | 110±19.0 |
| | | 5.00 | 99.1~121 | 112 | 10.2 | 112±20.4 |
| | | 10.0 | 100~111 | 105 | 4.1 | 105±8.2 |
| 41 | 倍硫磷砒 | 1.00 | 83.2~102 | 95.5 | 7.9 | 95.5±15.8 |
| | | 5.00 | 96.7~109 | 102 | 5.4 | 102±10.8 |
| | | 10.0 | 98.2~111 | 102 | 4.4 | 102±8.8 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 1.00 | 94.4~103 | 98.4 | 3.2 | 98.4±6.4 |
| | | 5.00 | 95.4~116 | 102 | 7.3 | 102±14.6 |
| | | 10.0 | 95.5~109 | 99.6 | 4.8 | 99.6±9.6 |
| 43 | 溴螨酯 | 1.00 | 99.0~113 | 105 | 5.6 | 105±11.2 |
| | | 5.00 | 98.0~119 | 106 | 7.3 | 106±14.6 |
| | | 10.0 | 94.3~104 | 99.6 | 3.8 | 99.6±7.6 |
| 44 | 溴苯磷 | 1.00 | 83.7~101 | 94.1 | 7.2 | 94.1±14.4 |
| | | 5.00 | 97.2~116 | 103 | 6.9 | 103±13.8 |
| | | 10.0 | 95.8~106 | 99.8 | 3.3 | 99.8±6.6 |
| 45 | 苯硫磷 | 1.00 | 81.3~102 | 93.5 | 7.6 | 93.5±15.2 |
| | | 5.00 | 98.2~107 | 103 | 4.2 | 103±8.4 |
| | | 10.0 | 96.7~115 | 102 | 6.6 | 102±13.2 |

续表

| 序号 | 化合物 | 加标浓度 (mg/L) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|--------------------------------|
| 46 | 吡唑硫磷 | 1.00 | 94.5~110 | 103 | 6.1 | 103±12.2 |
| | | 5.00 | 97.1~117 | 105 | 6.8 | 105±13.6 |
| | | 10.0 | 98.3~118 | 103 | 7.5 | 103±15.0 |
| 47 | 蝇毒磷 | 1.00 | 85.4~116 | 103 | 11.0 | 103±22.0 |
| | | 5.00 | 96.6~121 | 106 | 9.0 | 106±18.0 |
| | | 10.0 | 96.2~116 | 103 | 7.2 | 103±14.4 |

表 C.5 受污染土壤方法的准确度汇总表

| 序号 | 化合物 | 原样浓度 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收 率范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-----------|-----------------|-----------------|--------------------|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | ND | 1.00 | 101~117 | 111 | 7.1 | 111±14.2 |
| 2 | 联苯菊酯 | ND | 1.00 | 100~107 | 104 | 2.3 | 104±4.6 |
| 3 | 胺菊酯 | ND | 1.00 | 90.4~106 | 100 | 5.4 | 100±10.8 |
| 4 | 甲氰菊酯 | ND | 1.00 | 93.4~107 | 101 | 4.9 | 101±9.8 |
| 5 | 除虫菊酯 | ND | 1.00 | 101~124 | 113 | 8.0 | 113±16.0 |
| 6 | 氯菊酯 | ND | 1.00 | 98.6~107 | 104 | 3.5 | 104±7.0 |
| 7 | 顺式氯氟氰菊酯 | ND | 1.00 | 97.7~121 | 107 | 7.7 | 107±15.4 |
| 8 | 氯氰菊酯 | ND | 1.00 | 99.7~120 | 108 | 6.5 | 108±13.0 |
| 9 | 氰戊菊酯 | ND | 1.00 | 104~126 | 111 | 8.2 | 111±16.4 |
| 10 | 溴氰菊酯 | ND | 1.00 | 87.7~128 | 106 | 12.8 | 106±25.6 |
| 11 | 敌敌畏 | ND | 1.00 | 78.4~106 | 90.2 | 12.3 | 90.2±24.6 |
| 12 | 速灭磷 | ND | 1.00 | 96.0~116 | 103 | 6.9 | 103±13.8 |
| 13 | 内吸磷 (O+S) | ND | 1.00 | 60.5~84.4 | 69.3 | 9.4 | 69.3±18.8 |
| 14 | 虫线磷 | ND | 1.00 | 78.3~108 | 97.8 | 10.6 | 97.8±21.2 |
| 15 | 灭克磷 | ND | 1.00 | 93.0~106 | 99.0 | 5.1 | 99.0±10.2 |
| 16 | 甲拌磷 | ND | 1.00 | 63.3~97.8 | 84.6 | 11.9 | 84.6±23.8 |
| 17 | 治螟磷 | ND | 1.00 | 91.4~104 | 98.3 | 4.5 | 98.3±9.0 |
| 18 | 二嗪农 | ND | 1.00 | 87.8~109 | 98.4 | 7.4 | 98.4±14.8 |
| 19 | 乙拌磷 | ND | 1.00 | 60.0~83.5 | 68.0 | 9.7 | 68.0±19.4 |
| 20 | 乐果 | ND | 1.00 | 91.7~105 | 98.4 | 6.0 | 98.4±12.0 |
| 21 | 皮蝇磷 | ND | 1.00 | 93.4~113 | 102 | 7.3 | 102±14.6 |
| 22 | 毒死蜱 | 0.62 | 1.00 | 93.0~119 | 103 | 9.1 | 103±18.2 |
| 23 | 甲基对硫磷 | ND | 1.00 | 79.3~105 | 94.2 | 8.6 | 94.2±17.2 |
| 24 | 毒壤磷 | ND | 1.00 | 93.1~106 | 99.5 | 4.8 | 99.5±9.6 |
| 25 | 安硫磷 | ND | 1.00 | 79.9~110 | 98.1 | 12.9 | 98.1±25.8 |
| 26 | 倍硫磷 | ND | 1.00 | 86.1~106 | 94.8 | 7.2 | 94.8±14.4 |
| 27 | 马拉硫磷 | ND | 1.00 | 93.1~111 | 102 | 7.0 | 102±14.0 |

续表

| 序号 | 化合物 | 原样浓度 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收 率范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-------|-----------------|-----------------|--------------------|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| 28 | 粉锈宁 | ND | 1.00 | 92.5~108 | 99.6 | 5.5 | 99.6±11.0 |
| 29 | 对硫磷 | ND | 1.00 | 76.7~117 | 96.6 | 14.5 | 96.6±29.0 |
| 30 | 育畜磷 | ND | 1.00 | 97.9~119 | 107 | 7.9 | 107±15.8 |
| 31 | 甲拌磷砒 | ND | 1.00 | 93.8~111 | 102 | 6.9 | 102±13.8 |
| 32 | 灭蚜磷 | ND | 1.00 | 94.4~114 | 103 | 6.6 | 103±13.2 |
| 33 | 丙硫磷 | ND | 1.00 | 91.9~110 | 100 | 7.7 | 100±15.4 |
| 34 | 脱叶亚磷 | ND | 1.00 | 71.4~119 | 93.0 | 20.3 | 93.0±40.6 |
| 35 | 杀虫畏 | ND | 1.00 | 94.2~119 | 106 | 10.4 | 106±20.8 |
| 36 | 地胺磷 | ND | 1.00 | 91.6~115 | 105 | 9.3 | 105±18.6 |
| 37 | 三硫磷 | ND | 1.00 | 80.2~115 | 97.9 | 11.5 | 97.9±23.0 |
| 38 | 增效醚 | ND | 1.00 | 88.3~108 | 96.6 | 6.9 | 96.6±31.8 |
| 39 | 氟虫腈 | ND | 1.00 | 83.5~120 | 101 | 12.6 | 101±25.2 |
| 40 | 丰索磷 | ND | 1.00 | 98.2~121 | 112 | 9.3 | 112±18.6 |
| 41 | 倍硫磷砒 | ND | 1.00 | 82.9~117 | 98.3 | 12.3 | 98.3±24.6 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | ND | 1.00 | 89.5~121 | 101 | 11.9 | 101±23.8 |
| 43 | 溴螨酯 | ND | 1.00 | 94.1~121 | 108 | 10.4 | 108±20.8 |
| 44 | 溴苯磷 | ND | 1.00 | 90.4~108 | 98.1 | 8.1 | 98.1±16.2 |
| 45 | 苯硫磷 | ND | 1.00 | 82.3~116 | 94.4 | 12.6 | 94.4±25.2 |
| 46 | 吡啶硫磷 | ND | 1.00 | 93.5~121 | 106 | 11.4 | 106±22.8 |
| 47 | 蝇毒磷 | ND | 1.00 | 92.4~120 | 103 | 12.1 | 103±24.2 |

表 C.6 受污染沉积物方法的准确度汇总表

| 序号 | 化合物 | 原样浓度 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收 率范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|---------|-----------------|-----------------|--------------------|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| 1 | 反式丙烯菊酯 | ND | 1.00 | 100~116 | 108 | 5.9 | 108±11.8 |
| 2 | 联苯菊酯 | ND | 1.00 | 95.3~103 | 99.9 | 2.7 | 99.9±5.4 |
| 3 | 胺菊酯 | ND | 1.00 | 87.8~103 | 96.8 | 5.5 | 96.8±11.1 |
| 4 | 甲氰菊酯 | ND | 1.00 | 91.2~105 | 97.9 | 5.6 | 97.9±11.2 |
| 5 | 除虫菊酯 | ND | 1.00 | 99.2~122 | 109 | 8.5 | 109±17.0 |
| 6 | 氯菊酯 | ND | 1.00 | 93.3~104 | 99.5 | 4.2 | 99.5±8.4 |
| 7 | 顺式氯氟氰菊酯 | ND | 1.00 | 95.3~118 | 103 | 8.1 | 103±16.2 |
| 8 | 氯氰菊酯 | ND | 1.00 | 96.9~115 | 105 | 7.6 | 105±15.2 |
| 9 | 氰戊菊酯 | ND | 1.00 | 100~120 | 107 | 7.4 | 107±14.8 |
| 10 | 溴氰菊酯 | ND | 1.00 | 85.8~126 | 104 | 13.2 | 104±26.4 |
| 11 | 敌敌畏 | ND | 1.00 | 71.8~105 | 84.4 | 14.4 | 84.4±28.8 |
| 12 | 速灭磷 | ND | 1.00 | 92.3~129 | 102 | 13.3 | 102±26.6 |

续表

| 序号 | 化合物 | 原样浓度 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收 率范围 (%) | \bar{P} (%) | $S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|----|-----------|-----------------|-----------------|--------------------|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| 13 | 内吸磷 (O+S) | ND | 1.00 | 63.4~105 | 73.7 | 16.3 | 73.7±32.6 |
| 14 | 虫线磷 | ND | 1.00 | 72.6~103 | 93.6 | 10.9 | 93.6±21.8 |
| 15 | 灭克磷 | ND | 1.00 | 86.6~103 | 95.5 | 5.7 | 95.5±11.4 |
| 16 | 甲拌磷 | ND | 1.00 | 64.7~104 | 86.2 | 12.9 | 86.2±25.8 |
| 17 | 治螟磷 | ND | 1.00 | 90.1~111 | 98.2 | 7.8 | 98.2±15.6 |
| 18 | 二嗪农 | ND | 1.00 | 85.0~108 | 98.4 | 7.7 | 98.4±15.4 |
| 19 | 乙拌磷 | ND | 1.00 | 61.0~110 | 72.6 | 19.3 | 72.6±38.6 |
| 20 | 乐果 | ND | 1.00 | 94.7~121 | 106 | 10.9 | 106±21.8 |
| 21 | 皮蝇磷 | ND | 1.00 | 92.1~121 | 102 | 10.4 | 102±20.8 |
| 22 | 毒死蜱 | ND | 1.00 | 96.2~108 | 100 | 4.2 | 100±8.4 |
| 23 | 甲基对硫磷 | ND | 1.00 | 79.7~104 | 95.1 | 8.5 | 95.1±17.0 |
| 24 | 毒壤磷 | ND | 1.00 | 90.8~118 | 99.2 | 9.8 | 99.2±19.6 |
| 25 | 安硫磷 | ND | 1.00 | 76.5~115 | 94.1 | 13.8 | 94.1±27.6 |
| 26 | 倍硫磷 | ND | 1.00 | 87.9~121 | 98.8 | 12.0 | 98.8±24.0 |
| 27 | 马拉硫磷 | 0.92 | 1.00 | 98.0~127 | 109 | 11.0 | 109±22.0 |
| 28 | 粉锈宁 | ND | 1.00 | 91.3~104 | 98.4 | 5.2 | 98.4±10.4 |
| 29 | 对硫磷 | ND | 1.00 | 81.3~123 | 101 | 15.8 | 101±31.6 |
| 30 | 育畜磷 | ND | 1.00 | 93.1~115 | 103 | 8.5 | 103±17.0 |
| 31 | 甲拌磷砒 | ND | 1.00 | 82.1~108 | 96.3 | 9.3 | 96.3±18.6 |
| 32 | 灭蚜磷 | ND | 1.00 | 94.9~111 | 102 | 6.0 | 102±12.0 |
| 33 | 丙硫磷 | ND | 1.00 | 92.4~120 | 103 | 10.4 | 103±20.8 |
| 34 | 脱叶亚磷 | ND | 1.00 | 68.6~116 | 89.2 | 19.3 | 89.2±38.6 |
| 35 | 杀虫畏 | ND | 1.00 | 76.7~109 | 96.1 | 12.1 | 96.1±24.2 |
| 36 | 地胺磷 | ND | 1.00 | 89.7~118 | 105 | 9.6 | 105±19.2 |
| 37 | 三硫磷 | ND | 1.00 | 78.6~112 | 96.9 | 11.0 | 96.9±22.0 |
| 38 | 增效醚 | ND | 1.00 | 80.1~104 | 92.6 | 7.7 | 92.6±15.4 |
| 39 | 氟虫腈 | ND | 1.00 | 91.1~120 | 108 | 10.4 | 108±20.8 |
| 40 | 丰索磷 | ND | 1.00 | 100~128 | 112 | 9.4 | 112±18.8 |
| 41 | 倍硫磷砒 | ND | 1.00 | 82.4~117 | 98.1 | 12.6 | 98.1±25.2 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | ND | 1.00 | 91.2~114 | 98.5 | 8.6 | 98.5±17.2 |
| 43 | 溴螨酯 | ND | 1.00 | 93.9~110 | 102 | 5.8 | 102±11.6 |
| 44 | 溴苯磷 | ND | 1.00 | 85.0~105 | 96.6 | 8.3 | 96.6±16.6 |
| 45 | 苯硫磷 | ND | 1.00 | 73.0~114 | 94.5 | 13.8 | 94.5±27.6 |
| 46 | 吡唑硫磷 | ND | 1.00 | 92.2~120 | 105 | 13.7 | 105±27.4 |
| 47 | 蝇毒磷 | ND | 1.00 | 95.4~125 | 108 | 13.6 | 108±27.2 |