

附件 5

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》

(征求意见稿)

编制说明

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》

标准编制组

二〇一九年四月

项目名称：水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法

项目统一编号：2012-41

承担单位：大连市环境监测中心

编制组主要成员：张吉喆、张倩、王晓雯、郑琳、徐辉、李哲民、刘景泰

标准所技术管理负责人：魏玉霞

标准处项目负责人：李江

目 次

1	项目背景.....	1
1.1	任务来源	1
1.2	工作过程	1
2	标准制订的必要性分析.....	3
2.1	有机磷农药的理化性质及环境危害.....	3
2.2	相关环保标准和环保工作的需要.....	5
2.3	有机磷农药分析方法的最新进展.....	8
3	国内外相关分析方法研究.....	9
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	9
3.2	国内相关分析方法研究	11
4	标准制定的基本原则和技术路线.....	13
4.1	标准制定的基本原则	13
4.2	标准制定的技术路线	14
5	方法研究报告.....	16
5.1	方法研究的目标	16
5.2	方法的适用范围	16
5.3	规范性引用文件	19
5.4	方法原理	19
5.5	试剂和材料	19
5.6	仪器和设备	26
5.7	样品	28
5.8	分析步骤.....	44
5.9	结果计算与表示	64
5.10	精密度和准确度	66
5.11	质量保证和质量控制.....	67
6	方法验证.....	69
6.1	方法验证方案	69
6.2	方法验证过程	71
6.3	方法验证结论	71
7	专家意见的落实情况.....	90
7.1	对开题论证会专家意见的落实情况.....	90
7.2	对中期论证会专家意见的落实情况.....	90
7.3	对标准征求意见稿研讨会专家意见的落实情况.....	91
8	与开题报告的差异说明.....	94
9	参考文献.....	95
附一	方法验证报告.....	97

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》 编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

2012年4月国家环境保护部科技标准司发布了《关于开展2012年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环科函[2012]503号）国家环保标准制订计划，下达了《水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》标准制订任务，项目统一编号为2012-41，由大连市环境监测中心承担该标准的制订工作。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

2012年4月，大连市环境监测中心在接到《水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》国家环保标准制订任务后，立即成立标准编制小组，开展标准制订的资料查询、试验、确定标准修订技术路线，编写标准修订草案和开题论证报告。

1.2.2 查询国内外相关标准和资料调研

2012年4月~11月，本标准编制组成员根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》的相关规定，查询和搜集国内外相关标准和文献资料，确立建立新标准的指导思想，对现有各种方法和监测工作需求开展广泛而深入的调查研究，对比、筛选后初步提出工作方案和标准研究技术路线，并形成开题报告和标准草案，制订初步的实验方案。

1.2.3 组织专家进行开题论证，确定标准制订技术路线和制订原则

2013年12月，原环境保护部科技标准司在北京组织召开本标准的开题论证会，标准项目编制组对提交的开题论证报告及标准文本草案，并对标准制订目标及技术方案进行了报告。开题论证专家组通过质询、讨论，认为本标准适用范围、主要内容及编制标准的技术路线较为合理可行，同时提出了具体修改意见。修改意见主要包括：（1）注意与相关质量标准、排放标准等相关环保标准的衔接；（2）进一步明确前处理方法选择的依据；（3）进一步调研国内有机磷农药生产和使用情况，结合本方法的技术可行性，确定目标化合物种类；（4）精密度准确度验证高浓度点选取校准曲线上限浓度0.9倍左右测定，尽量选取有代表性的工业废水进行方法验证；（5）按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》（环科函[2009]10号）的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作。

1.2.4 开展实验研究工作

2014年1月~2017年5月，标准编制组根据开题论证会确定的技术方案和论证意见，开展课题实验研究工作，对方法各项技术参数和条件进行优化实验，确定具体的标准方法技术细节。

1.2.5 组织专家进行中期论证，确定方法验证方案

2017年6月17日，在大连进行了标准的中期论证会，组织专家论证，专家组听取了标准主编单位所作的标准文本和标准编制说明及方法验证方案介绍，经质询、讨论，形成意见包括：（1）在编制说明中补充有机磷农药的理化性质及环境危害；补充有机磷农药最新标准

和最新研究进展；补充样品净化前后色谱图；补充样品保存、浓缩及净化等条件实验；完善方法的技术路线图；补充草甘膦等 7 种有机磷农药萃取回收率低的原因；（2）选取有代表性的地表水、地下水、生活污水和工业废水样品进行实际样品的精密度和准确度方法验证，方法验证过程中考虑样品净化过程。

1.2.6 组织方法验证、编写标准征求意见稿和编制说明

2017 年 6 月至 2017 年 8 月组织 6 家有资质的实验室对该方法的适用性进行了方法验证，确定检出限、测定下限、实验室内和实验室间的精密度等方法特性指标，并编写了方法验证报告。

标准编制组于 2017 年 9 月编制完成并标准征求意见稿、编制说明及方法验证报告，报环境标准研究所。

1.2.7 组织专家进行标准征求意见稿研讨会

2017 年 11 月 24 日，在北京进行了标准征求意见稿的研讨会，组织专家论证，专家组听取了标准主编单位所作的标准文本和标准编制说明及方法验证方案介绍，经质询、讨论，形成意见包括：（1）编制说明补充完善有机磷农药的理化性质；补充新颁布的《地下水质量标准》，增加选择离子定量方式并补充地表水和地下水低浓度实验室间验证数据；补充国内外相关分析方法与本标准的关系；补充萃取条件、萃取液浓缩和商品化净化柱的实验数据；核实内吸磷、速灭磷和磷胺的定量方法；细化方法验证方案和验证所用实际样品的信息；补充内标的质控指标。（2）文本中完善方法原理；适用范围中明确目标物的种类、检出限和测定下限；加入校准曲线配制过程；完善总离子流图；完善试样的制备步骤；补充精密度和准确度结论；规范有效数字的保留。（3）按照 HJ 168 和 HJ 565 对标准文本和编制说明进行修改。

1.2.8 进行实验室内实验并组织方法验证、编写标准征求意见稿和编制说明

2017 年 12 月至 2018 年 9 月，依照专家意见补充实验并继续组织 6 家有资质的实验室对该方法的适用性进行了方法验证，确定检出限、测定下限、实验室内和实验室间的精密度等方法特性指标，并编写了方法验证报告。

标准编制组于 2018 年 12 月编制完成标准征求意见稿、编制说明及方法验证报告，报环境标准研究所。

1.2.9 组织专家进行标准征求意见稿技术审查会

2019 年 3 月 15 日，在北京进行了标准征求意见稿的技术审查会，会上专家组听取了标准主编单位所作的标准文本和标准编制说明及方法验证方案介绍，经质询、讨论，形成意见包括：（1）在编制说明中补充目标化合物满足环境质量和污染物排放标准的情况；完善国内外监测方法内容；补充与现有分析方法的比对结果；核实二氯甲烷萃取效率数据；进一步核实敌百虫的碱解条件；增加总离子流图。（2）标准文本中细化方法原理；补充试剂与材料（标准使用液，敌百虫标准溶液，酸和碱）；完善多个异构体定量方法；规范精密度和准确度的有效数字的保留。（3）按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

2 标准制订的必要性分析

2.1 有机磷农药的理化性质及环境危害

2.1.1 有机磷农药的理化性质

有机磷农药大多呈油状或结晶状，工业品呈淡黄色至棕色，除敌百虫和敌敌畏之外，大多是有蒜臭味。一般不溶于水，易溶于有机溶剂如苯、丙酮、乙醚、三氯甲烷及油类，部分有机磷农药遇热不稳定，遇碱易分解破坏，敌百虫例外，敌百虫为白色结晶，能溶于水，遇碱可转变为毒性较大的敌敌畏。市场上销售的有机磷农药剂型主要有乳化剂、可湿性粉剂、颗粒剂和粉剂四大剂型。近年来混合剂和复配剂已逐渐增多。其中部分有机磷农药的理化性质见表1。

表1 部分有机磷农药的理化性质

名称	熔点℃	沸点℃	密度 g/ml	储存条件℃	水中溶解度
敌敌畏	-60	140	1.415	0~6	能溶于苯、二甲苯等大多数有机溶剂，不溶于石油醚、煤油，在水中溶解度约6g/L~10g/L
速灭磷	14	117	1.25	4	易溶于水，能与醇、酮等多种溶剂混溶，微溶于酯肪烃。常温下贮存稳定。
内吸磷	/	123	1.1183	常温	溶于甲苯、二甲苯、氯仿等有机溶剂，水中溶解度 2g/L
灭线磷	/	91	1.094	4	0.75g/L
治螟磷	<25		1.2175	4	0.67g/L
甲拌磷	-43	127	1.167	0~6	0.05g/L
特丁硫磷	-29	69	1.105	4	不溶于水
二嗪磷	>120	306	1.117	4	0.04g/L
地虫硫磷	/	130	1.16	2~8	0.013g/L
异稻瘟净	/	126	1.107	4	不溶于水
乐果	52	107	1.281	0~6	在常温下溶解度为：甲醇 80%、丙酮 70%、二氯甲烷 70%、氯仿 65%、环己酮 65%、苯 60%、甲苯 40%、二甲苯 6.5%、四氯化碳 2.0%、石油醚 0.1%，在水中溶解度为 2.9%。
氯唑磷	<25	/	1.22	0~6	0.015g/L
甲基毒死蜱	46	/	/	4	0.004g/L
磷胺	123	/	1.2132	2~8	易溶于水、醇、丙酮、乙醚、二氯甲烷，微溶于芳香烃，不溶于石油醚及脂肪烃
甲基对硫磷	36	143	1.36	4	0.0005g/L
毒死蜱	44	200	1.398	4	0.000013 g/L
杀螟硫磷	3.4	145	1.3227	4	0.0003 g/L

马拉硫磷	2.85	156	1.2076	4	0.00145 g/L
对硫磷	6.1	375	1.26	4	0.024 g/L
溴硫磷	56	/	/	4	不溶于水
甲基异柳磷	/	/	/	/	/
水胺硫磷	/	/	/	2~8	能溶于乙醚、丙酮、乙酸乙酯、苯、乙醇等有机溶剂，难溶于石油醚，不溶于水。
稻丰散	18	/	1.226	/	易溶于丙酮、苯等多种有机溶剂，在水中溶解度为 0.011g/L。
丙溴磷		110	1.455	4	能与许多有机溶剂互溶，20℃时在水中溶解度为 0.02 g/L。
苯线磷	49	/	1.14	0~6	二氯甲烷>1.2kg/L，甲苯 1.2kg/L，正己烷 40g/L，水 0.4g/L
三唑磷	5	/	1.247	4	在水中溶解度为 0.04g/L。易溶于丙酮、乙酸乙酯、甲苯中
蝇毒磷	97	/	1.474	4	在水中溶解度为 0.0015g/L
敌百虫	77	100	1.3439	2~8	可溶于苯、乙醇、氯仿、甲醇等多种有机溶剂，微溶于四氯化碳，不溶于石油醚，25℃时，在水中的溶解度为 154g/L。常温下稳定；其水溶液长期放置变酸性，酸性条件下水解脱去甲基，生成无毒的去甲基敌百虫；碱性条件下水解脱去一分子氯化氢，生成毒性更大的敌敌畏。
草甘膦	230	/	1.74	4	难溶于一般有机溶剂；25℃时，在水中的溶解度为 12g/L。通常制成草甘膦胺盐，如异丙胺盐、二甲胺盐等，也可制成钠盐。草甘膦盐能溶于水。
草铵膦	210	519	/	0~6	在常见有机溶剂中溶解度较低，在水中溶解度较大。
甲胺磷	45	/	1.31	0~6	易溶于水、醇，较易溶于氯仿、苯、醚。
乙酰甲胺磷	93	/	1.35	4	易溶于水、甲醇、乙醇、丙酮、二氯乙烷、二氯甲烷，稍溶于苯、甲苯、二甲苯，
氧化乐果	/	135	1.32	0~6	易溶于水、乙醇、丙酮和烃类，微溶于乙醚，不溶于石油醚。
久效磷	55	125	/	0~6	能与水混溶，可溶于乙醇、丙酮，稍溶于二甲苯和煤油，难溶于脂肪烃，

硫环磷	36.5	118	/	2~8	溶于水、丙酮、苯、乙醇、环己烷、甲苯，微溶于乙醚，难溶于己烷。在中性和弱酸条件下，硫环磷水溶液稳定，但碱性（pH>9）或酸性（pH<2）的条件下水解。
甲基硫环磷	/	100-150	1.10	/	溶于水，易溶于丙酮、苯、乙醇等有机溶剂，常温下贮存较稳定，遇碱易分解，光和热也能加速其分解。
辛硫磷	5	102 有分解	1.176	0~6	高温下易分解，光照下分解加速

2.1.2 有机磷农药的环境危害

随着环境科学的发展及人类对生存质量认识的提高，农药的毒性及残留问题越来越被人们关注，广泛使用的有机磷农药在环境及食品中残留限量，包括环境质量标准、食品卫生标准等，成为衡量环境质量及食品安全的重要指标。

有机磷农药是现有农药中品种最多的一类，约有100多种，多数是杀虫剂（如敌百虫、敌敌畏），少数是杀菌剂（如稻瘟净、异稻瘟净、克瘟散）、除莠剂（如地散磷、草特磷）和杀线虫剂（如除线特、线虫磷、治线磷、除线磷）。其中有些农药亲体及其在自然环境中的降解产物，残留在环境中或作物上可造成农药污染。有机磷农药是急性中毒类农药，如对硫磷和内吸磷等都是剧毒品，对人体毒性主要是抑制胆碱酯酶活性，使酶活性中心丝氨酸的羟基被氨基甲酰化，因而失去酶对乙酰胆碱的水解能力。并且，一般有机磷农药及其降解产物都有特殊臭味。部分有机磷农药易溶于水，如敌百虫、磷胺、甲胺磷、乙酰甲胺磷等。有机磷农药一般在自然环境中会迅速降解。在水体中的降解会随水的温度、pH 值的增高，以及微生物数量、光照等的增加而加快。因此有机磷农药大多数品种不像有机氯农药那样稳定，它们在土中的残留时间仅数天或数周。

水体是农药流失的主要去向，同时又是农药扩散的主要载体，水中的农药被生物吸收后，通过生物浓缩作用，其含量大大超过水中的含量，因此水体中农药残留的高低直接影响到土壤、作物等健康与安全。因此建立水样中这类农药的标准分析方法十分重要。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

2.2.1 国内有机磷农药限制使用情况

（1）甲胺磷、对硫磷、甲基对硫磷、久效磷和磷胺5种高毒有机磷农药，我国自2004年1月1日起，撤销复配产品登记证。自2004年6月30日起，禁止在国内销售和使用。自2005年1月1日起，除原药生产企业外，撤销其他企业制剂产品登记证，作用范围缩减为：棉花、水稻、玉米和小麦。自2007年1月1日起，撤销制剂产品登记证，全面禁止在农业上使用，只保留部分生产能力用于出口。我国目前已基本没有磷胺生产，其他4种也大幅度减产或停产。

（2）2011年国家发展和改革委员会发布《产业结构调整指导目录（2011版）》，其中与农药行业有关的政策如下：①将高效、安全、环境友好的农药新品种、新剂型及专用中间体和助剂的开发生产、农药清洁生产工艺及三废治理新技术列为鼓励类；②将新建高毒、高残留以及对环境影响大的农药原药（包括氧乐果、水胺硫磷、甲基异柳磷、甲拌磷、特丁磷、溴甲烷、灭多威、涕灭威、克百威、敌鼠钠、敌鼠酮、杀鼠灵、杀鼠醚、溴敌隆、溴鼠灵、

肉毒素、杀虫双、灭线磷、硫丹、磷化铝、三氯杀螨醇，有机氯类、有机锡类杀虫剂，福美类杀菌剂，复硝酚钠（钾）等）生产装置；新建草甘膦、毒死蜱（水相法工艺除外）、三唑磷、百草枯、百菌清、阿维菌素、吡虫啉、乙草胺（甲叉法工艺除外）生产装置列为限制类。

(3) 2011年6月15日，农业部、工信部、环保部、工商总局、质检总局等五个部门发布了第1586号公告，对高毒农药采取进一步的禁限用管理措施，停止受理苯线磷、地虫硫磷、甲基硫环磷、磷化钙、磷化镁、磷化锌、蝇毒磷、治螟磷、特丁硫磷、甲拌磷、甲基异柳磷、克百威、灭多威、灭线磷、涕灭威、磷化铝、氧乐果、水胺硫磷、溴甲烷、硫丹等22种农药新增田间试验申请、登记申请及生产许可申请；停止批准含有上述农药的新增登记证和农药生产许可证（生产批准文件）。

(4) 在2015年颁布的《无公害农产品禁用农药名录》中规定的在蔬菜、果树、茶叶、中草药材上不得使用 and 限制使用的有机磷农药种类为甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、久效磷、磷胺、甲拌磷、甲基异柳磷、特丁硫磷、甲级硫环磷、治螟磷、内吸磷、灭线磷、硫环磷、蝇毒磷、地虫硫磷、氯唑磷、苯线磷。

2.2.2 国内有机磷农药生产和使用情况

根据农业部统计，国内有机磷农药产量为我国农药总产量的50%左右。甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等有机磷农药产品年产量约占我国有机磷类农药总产量的90%以上。

2.2.3 相关环境质量和污染物排放标准

在我国现行的环境质量和排放标准中，涉及水中有机磷农药的有《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）^[1]、《地下水质量标准》（GB/T 14848-2017）、《渔业水质标准》（GB 11607-89）^[2]、《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2006）^[3]、《污水综合排放标准》（GB 8978-1996）^[4]、《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB 18918-2002）^[5]，同时，正在制订目前已经完成全国征求意见的《农药工业水污染物排放标准》中也对某些组分的排放浓度作了要求。详细内容见表2、表3、表4、表5和表6。

表2 《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2006）

标准名称	组分	标准限值（mg/L）
《生活饮用水卫生标准》 (GB 5749-2006)	马拉硫磷	0.25
	乐果	0.08
	对硫磷	0.003
	甲基对硫磷	0.02

表3 涉及有机磷农药的环境质量标准

标准名称	组分	标准限值（mg/L）
《地表水环境质量标准》 (GB 3838-2002)	对硫磷	0.003
	甲基对硫磷	0.002
	马拉硫磷	0.05
	乐果	0.08
	敌敌畏	0.05

	敌百虫		0.05
	内吸磷		0.03
《海水水质标准》 (GB 3097-1997)	马拉硫磷	(第一类)	0.0005
		(第二、三、四类)	0.001
	甲基对硫磷	(第一类)	0.0005
		(第二、三、四类)	0.001
《渔业水质标准》(GB 11607-89)	马拉硫磷		≤0.005
	乐果		≤0.1
	甲胺磷		≤1
	甲基对硫磷		≤0.0005

表 4 《地下水质量标准》(GB/T 14848-2017)

序号	指标	I 类	II 类	III 类	IV 类	V 类
1	敌敌畏/($\mu\text{g/L}$)	≤0.05	≤0.10	≤1.00	≤2.00	>2.00
2	甲基对硫磷/ ($\mu\text{g/L}$)	≤0.05	≤4.00	≤20.0	≤40.0	>40.0
3	马拉硫磷/($\mu\text{g/L}$)	≤0.05	≤25.0	≤250	≤500	>500
4	乐果/($\mu\text{g/L}$)	≤0.05	≤16.0	≤80.0	≤160	>160
5	毒死蜱/($\mu\text{g/L}$)	≤0.05	≤6.00	≤30.0	≤60.0	>60.0
6	草甘膦/($\mu\text{g/L}$)	≤0.1	≤140	≤700	≤1400	>1400

表 5 涉及有机磷农药的排放标准

标准名称	组分	标准限值 (mg/L)		
		一级标准	二级标准	三级标准
《污水综合排放标准》(GB 8978-1996) (1997 年 12 月 31 日之前建设的单位)	有机磷农药 (以 P 计)	一级标准	二级标准	三级标准
		不得检出	0.5	0.5
《污水综合排放标准》(GB 8978-1996) (1998 年 1 月 1 日后建设的单位)	有机磷农药	不得检出	0.5	0.5
	乐果	不得检出	1.0	2.0
	对硫磷	不得检出	1.0	2.0
	甲基对硫磷	不得检出	1.0	2.0
	马拉硫磷	不得检出	5.0	10
《城镇污水处理厂污染物排放标准》 (GB 18918-2002)	有机磷农药 (以 P 计)	标准限值 (mg/L)		
		0.5		
	马拉硫磷	1.0		
	乐果	0.5		
	对硫磷	0.05		
上海市地方标准《污水综合排放标准》	乐果	不得检出	0.5	2.0
	对硫磷	不得检出	0.05	2.0

(DB 31/199-2018)	甲基对硫磷	不得检出	0.2	2.0
	马拉硫磷	不得检出	1.0	10
	有机磷农药总量	不得检出	0.5	0.5

表 6 《农药工业水污染物排放标准》(征求意见稿)

污染物项目	排放限值 (mg/L)	污染物项目	排放限值 (mg/L)
草甘膦	1.0	辛硫磷	0.5
毒死蜱	0.01	丙溴磷	0.05
乐果	0.05	马拉硫磷	0.1
二嗪磷	0.1	草铵膦	2.0
乙酰甲胺磷	0.1	三唑磷	0.1
异稻瘟净	0.5	稻丰散	0.05
敌敌畏	0.01	敌百虫	0.01
氧乐果	0.05	其他有机磷类农药 (单体)	0.5

经查阅相关资料,《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T13192-1991)可以分析对硫磷,甲基对硫磷,马拉硫磷、乐果、敌敌畏、敌百虫等5种环境质量和排放标准中规定的有机磷农药;《水、土中有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 14552-2003)可以分析甲基对硫磷、二嗪磷、异稻瘟净、稻丰散等几种质量和排放标准中规定的有机磷农药。目前国内还没有关于内吸磷以及新颁布的《地下水质量标准》、《农药工业水污染物排放标准》中规定的毒死蜱、丙溴磷、三唑磷和其他有机磷类农药的分析方法,因此,制订相应的分析方法势在必行,这也是相关环境保护工作的需要。

2.3 有机磷农药分析方法的最新进展

2.3.1 现行有机磷农药分析方法标准的实施情况和存在的问题

我国目前现行的有机磷农药的测定方法基本上采用《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 13192-1991)^[6]、《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》(GB/T 14552-2003)^[7],还没有一种关于水中有机磷农药测定的气相色谱质谱法。与气相色谱法相比,气相色谱-质谱法定性更加准确,可以更加明确水中有机磷农药的污染情况,减少分析误差,更适合水中有机磷农药的测定,是我国进行水中有机磷农药分析的发展方向。

2.3.2 有机磷农药分析仪器、设备、方法等的最新进展

农药残留分析的全过程可分为:样品采集、制备、贮藏、提取、净化、浓缩和测定及对残留农药的验证。近年来,农药残留检测方法日趋完善,并向简单、快速、灵敏、多残留、低成本、易推广的方向发展。

2.3.2.1 提取方法

由于有机磷农药性质各异,有的水溶性强,有的水溶性弱。因此,有机磷农药的提取方法主要有液液萃取、固相萃取、固相圆盘萃取、固相微萃取、超临界流体萃取、基质固相分散、凝胶渗透等技术。

2.3.2.2 测定方法

有机磷农药的测定方法主要采用气相色谱法、气相色谱质谱法、液相色谱法、酶抑制法、免疫分析法和生物传感器技术等方法。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

随着有机磷农药使用量的增大，它对环境的污染及对人类健康的影响，引起了人们的普遍关注。为了监测环境中多种有机磷和其它农药的残留状况，农药多残留测试技术随之兴起。欧美等发达国家，早就开始了这方面的研究。有关有机磷农药的多残留分析，已有过不少报道。Preston^[8]的有机农药气相色谱分析专著；Cabras^[9]等报道了用高效液相色谱，同时分离多种类型的农药；Holland^[10]等发表了用气相色谱对多种农药在水果中多残留测定的文章；Ripley用毛细管色谱对有机磷、有机氯、有机氮等农药分别进行分析。

经资料查询，ISO没有关于水中有机磷农药的测定方法，ISO 14182-1999^[11]是关于动物饲料中有机磷农药测定方法；ISO 16000-31-2014^[12]是关于室内空气中有机磷农药的测定方法；美国材料测试学会（ASTM）D6520-12^[13]采用固相微萃取方法测定水中的挥发性和半挥发性有机物；欧盟标准（CEN EN 12918-1999^[14]水质测定水中的对硫磷、甲基对硫磷和其它一些有机磷化合物的二氯甲烷提取和气相色谱分析）采用液液萃取-气相色谱法测定水中的部分有机磷农药。

美国EPA国外分析水质中有机磷农药的分析方法主要有：

（1）美国EPA 8270E^[15]：主要测定半挥发性有机物。在方法的前处理方法方面，主要参考EPA 3510C，采用中性条件下二氯甲烷的液-液萃取法，采用K-D浓缩、氮吹或者其他相关的方法浓缩后，将样品的萃取物于-10℃置于黑暗的环境下保存。用气相色谱质谱分析，采用内标法定量，可测定大部分半挥发性有机物，其中包括部分有机磷农药。该方法中提出“测定水中（包括 TCLP 沥取液）半挥发性有机物的前处理方法为3510（液液萃取法）、3520（连续液液萃取法）、3535（固相萃取法），其中EPA3535描述的是一个固相萃取程序，主要应用于从 TCLP 浸出液中提取半挥发性物质。”由此可知，EPA 8270E中规定水样的前处理方法主要还是液液萃取法。其具体的目标化合物和检出限见表7。

（2）美国EPA METHOD 8141b^[16]：采用毛细管气相色谱柱代替填充柱，以氮磷检测器和火焰光度检测器的双检测器检测水中46种有机磷农药，水样的前处理方法采用EPA 3510、EPA 3520（即在中性条件下采用二氯甲烷来对水样进行液液萃取）以及EPA3535固相萃取法。8141b中测定有机磷农药的注意事项如下：

①敌百虫在酸性和中性条件下会缓慢重构为敌敌畏和盐酸，分析时应注意这种情况的产生；

②内吸磷为内吸磷-O和内吸磷-S两种异构体组成的混合物。在结果中两种异构体都会出峰且出峰位置不同。8141b推荐使用内吸磷-S作为内吸磷的定量化合物；

③敌敌畏在20℃时水中的溶解度为10 g/L，采用液液萃取法时，敌敌畏的回收率不高；

④方法采用磷酸三苯酯和磷酸三丁酯作为分析的替代物；

⑤样品即使在4℃下保存并加入氯化汞作为保护剂，大部分有机磷农药也在14 d内降解，方法推荐样品在7 d内萃取完毕，萃取液在4℃下可以保存40 d；

⑥部分有机磷农药在酸性条件下会水解，采样时用硫酸或氢氧化钠调节水样pH至5~8并记录硫酸或氢氧化钠的用量；

⑦方法不推荐浓缩后采用正己烷定容，这样会造成部分强极性的有机磷农药损失，方法推荐浓缩后使用二氯甲烷或正己烷丙酮的混合溶液定容；

⑧方法规定在样品萃取和净化过程中系统的pH不能小于4或高于8。

(3) 美国EPA 525.2: 方法中提出萃取液在4℃条件下可保存30天, 同时二嗪磷、苯线磷和特丁磷在水中的保存时间不超过7天。

表7 EPA 8270E中的有机磷农药

英文名称	中文名称	CAS 号	检出限 (mg/L)
Azinphos-methyl	甲基谷硫磷	86-50-0	0.1
Carbophenothion	三硫磷	786-19-6	0.01
Chlorfenvinphos	毒虫畏	470-96-6	0.02
Coumaphos	蝇毒磷	56-72-4	0.04
Crotoxyphos	巴毒磷	7700-17-6	0.02
Demeton-O,S	内吸磷	8065-48-3	0.01
Dichlorvos	敌敌畏	62-73-7	0.01
Dicrotophos	百治磷	141-66-2	0.01
Dimethoate	乐果	60-51-5	0.02
Disulfoton	乙拌磷	298-04-4	0.01
EPN	苯硫磷	2104-64-5	0.01
Ethion	乙硫磷	563-12-2	0.01
Famphur	伐灭磷	52-85-7	0.02
Fensulfothion	丰索磷	115-90-2	0.04
Fenthion	倍硫磷	55-38-9	0.01
Leptophos	对溴磷	21609-90-5	0.01
Malathion	马拉硫磷	121-75-5	0.05
Mevinphos	速灭磷	7786-34-7	0.01
Monocrotophos	久效磷	6923-22-4	0.04
Naled	二溴磷	300-76-5	0.02
Parathion Ethyl	对硫磷	56-38-2	0.01
Phorate	甲拌磷	298-02-2	0.01
Phosmet	亚胺硫磷	732-11-6	0.04
Phosphamidon	磷胺	13171-21-6	0.1
Stirophos	杀虫畏	22248-79-9	0.02
Terbufos	特丁磷	13071-79-9	0.02
Thionazin	硫磷嗪	297-97-2	0.02

(3) 美国EPA 507^[17]: 二氯甲烷萃取, K-D浓缩、氮吹或者其他相关的方法浓缩后, 将样品的萃取物于4℃置于黑暗的环境下保存, 用气相色谱-氮磷检测器 (NPD)、DB-5和DB-1701双柱分析, 三苯基膦作为内标, 1,3-二甲基-2-硝基苯为替代物进行分析, 可测定水中部分有机磷农药。

(4) 美国EPA 614^[18]: 采用二氯甲烷/正己烷 (15/85) 混合溶液进行萃取, K-D浓缩、氮吹或者其他相关的方法浓缩后, 用气相色谱-火焰光度检测器 (FPD)、填充柱双柱分析, 可测定生活污水和工业废水中谷硫磷、内吸磷、二嗪磷、乙拌磷、乙硫磷、马拉硫磷、对硫

磷和甲基对硫磷等有机磷农药，样品于7天内萃取完毕，萃取液40天内分析完毕。

(4) 美国EPA 1657^[19]：采用连续液液萃取法对生活污水和工业废水进行萃取、浓缩后，用气相色谱-火焰光度检测器、DB-1和DB1701双柱分析。

由此可见，国外在进行有机磷农药残留的分析过程中，在分析方面多采用气相色谱法、气相色谱质谱法进行有机磷农药的分析。

通过文献查阅得知，农药多残留的同时测定是农药残留分析的发展趋势，由于农药种类繁多，性质各异，采用色谱法测定抗干扰能力弱，在定性方面存在不确定性，对结果的准确性会造成一定的影响。而气相色谱质谱法定性准确，抗干扰能力强，还可以采用SIM（选择离子扫描）法对特定的农药残留进行测定，即可以检测低残留的农药组分，又可以保证定性的准确性。因此，采用气相色谱质谱法测定水中有机磷农药在目前来说是最好的方法。

3.2 国内相关分析方法研究

目前，国内现行环境方面水中有机磷农药测定的国标方法有两种，均为气相色谱法。

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）：适用于地面水、地下水及工业废水中甲基对硫磷、对硫磷、马拉硫磷、乐果、敌敌畏、敌百虫的测定。采用1L的磨口玻璃瓶采集样品，在采样前用水样将采样瓶冲洗2~3次。水样应在弱酸性状态下保存，因敌敌畏及敌百虫易降解，应尽快分析，其余四种有机磷农药的水样可在4℃冷藏箱中保存3天。采用三氯甲烷萃取水中上述农药，用带有填充柱以及火焰光度检测器的气相色谱仪进行分析测定。敌百虫采用间接法转化为敌敌畏之后再进行测定，其具体目标化合物和测定下限见表8。

《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）：规定了地面水、地下水及土壤中速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、异稻瘟净、甲基对硫磷、杀螟硫磷、溴硫磷、稻丰散等多组分残留量的测定方法。水样取具代表性的地表水或地下水，用磨口玻璃瓶取1000 ml，装水之前，先用水冲洗样品瓶2~3次。水样在4℃冰箱中保存。采用有机溶剂提取，再经液液分配和凝结净化步骤除去干扰物，用气相色谱氮磷检测器(NPD)或火焰光度检测器(FPD)检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量，其目标化合物和最小检测浓度见表9。

此外，我国已经制定较完备的粮食、水果、蔬菜、动物肌肉、烟草、纺织品里杀虫剂的分析方法标准，具体结果见表 10。目标物覆盖了绝大部分的有机磷类杀虫剂，所用的仪器包括气相色谱、气相色谱-质谱、液相色谱和液相色谱-质谱，鉴于标准所涉及的种类之广，分析仪器的选择之多，这些标准都具有很强的适用性和前瞻性，因此环境样品中杀虫剂的分析标准有必要借鉴这些标准。

表 8 GB/T 13192-1991 中的目标化合物

英文名称	中文名称	CAS 号	测定下限 (mg/L)
Dipterex	敌百虫	52-68-6	5.1×10^{-5}
Dichlorvos	敌敌畏	62-73-7	6.0×10^{-5}
Dimethoate	乐果	60-51-5	5.7×10^{-4}
Malathion	马拉硫磷	121-75-5	6.4×10^{-4}
Parathion Ethyl	对硫磷	56-38-2	5.4×10^{-4}
Parathion Methyl	甲基对硫磷	298-00-0	4.2×10^{-4}

表 9 GB/T 14552-2003 中的目标化合物

英文名称	中文名称	CAS 号	最小检测浓度 (mg/L)
Mevinphos	速灭磷	7786-34-7	0.8600×10^{-4}
Phorate	甲拌磷	298-02-2	0.9600×10^{-4}
Diazinon	二嗪磷	333-41-5	0.1415×10^{-3}
Iprobenfos	异稻瘟净	26087-47-8	0.2520×10^{-3}
Parathion Methyl	甲基对硫磷	298-00-0	0.1893×10^{-3}
Fenitrothion	杀螟硫磷	122-14-5	0.2372×10^{-3}
Bromophos	溴硫磷	2104-96-3	0.2860×10^{-3}
Phenthoate	稻丰散	2597-03-7	0.4400×10^{-3}
Isocarbophos	水胺硫磷	24353-61-5	0.5720×10^{-3}

表 10 国内不同介质中杀虫剂的分析标准

标准	介质	目标物
GB 5085.3-2007 (气相、气质)	浸出液	部分有机磷农药、有机氯
GB/T5085.6-2007 (气质)	固废	有机磷农药和有机氯
GB/T5750.9-2006 (气相)	生活饮用水	氨基甲酸酯、有机磷农药、有机氯和菊酯
GB/T13595-2004	烟草及烟草制品	菊酯类、有机磷农药、含氮农药
GB/T14553-2003 (气相)	粮食、水果和蔬菜	有机磷农药
GB/T19426-2006 (气质)	蜂蜜、果汁和果酒	菊酯类、有机磷农药、氨基甲酸酯、有机氯、杂环类
GB/T19648-2006 (气质)	水果和蔬菜	
GB/T19649-2006 (气质)	粮谷	
GB/T19650-2006 (气质)	动物肌肉	
GB/T20769-2008 (液质)	水果和蔬菜	
GB/T20770-2008 (液质)	粮谷	
GB/T20771-2008 (液质)	蜂蜜	
GB/T20772-2008 (液质)	动物肌肉	
GB/T23200-2008 (气质)	桑枝、金银花等	
GB/T23201-2008 (液质)	桑枝、金银花等	
GB/T23202-2008 (液质)	食用菌	
GB/T23204-2008 (气质)	茶叶	
GB/T23205-2008 (液质)	茶叶	
GB/T23206-2008 (液质)	果蔬汁、果酒	
GB/T23207-2008 (气质)	河豚鱼、鳗鱼和对虾	
GB/T23208-2008 (液质)	河豚鱼、鳗鱼和对虾	
GB/T23210-2008 (气质)	牛奶和奶粉	
GB/T23211-2008 (液质)	牛奶和奶粉	

GB/T23214-2008 (液质)	饮用水	
GB/T23216-2008 (气质)	食用菌	
GB/T23376-2009 (气质)	茶叶	有机磷农药、有机氯和菊酯
GB/T23744-2009 (气质)	饲料	氨基甲酸酯、有机磷农药、有机氯和菊酯
GB/T5009.145-2003	植物性食品	有机磷农药和氨基甲酸酯
GB/T5009.161-2003	动物性食品	有机磷农药
GB/T5009.20-2003	食品	有机磷农药
GB/T5009.207-2008	糙米	有机磷农药
GB/T5009.218-2008	水果和蔬菜	氨基甲酸酯、有机磷农药、有机氯和菊酯

3.3 国内外相关分析方法与本标准的关系

本标准综合参考国内外各种分析方法，其中内标物的确定及质控要求、色谱质谱的运行条件、仪器性能检查和校准有效性检查参考了 EPASW-846 中 8270E 中的要求；替代物的选择、部分净化方式以及定容溶剂方面参考了 EPASW-846 中 8141b 中的规定；敌百虫的前处理方法和采用三氯甲烷作为液液萃取的溶剂主要参照了《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 13192-1991)；选择固定相为 50%苯基/50%甲基聚硅氧烷的色谱柱 (DB-17) 作为标准规定的色谱分析柱主要参照《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》(GB/T 14552-2003) 的要求。

4 标准制定的基本原则和技术路线

4.1 标准制定的基本原则

本标准依据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》^[20]、《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》(GB/T 20001.4-2015)^[21]、《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》(GB/T 1.1-2009)^[22]及《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)^[23]的要求，参考国内同行业已使用的较成熟的参考文献。标准制订的基本原则如下：

(1) 方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环保工作的要求

本标准的方法检出限适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中有机磷农药的测定，因此完全可以确保本标准能满足国内相关环保标准和环保工作的要求。

(2) 方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求

6家方法验证实验室对低、中、高三个浓度的不同加标水样进行测试，精密度和准确度良好，数据详见附表。同时也进行了单实验室内和6家实验室间的方法适用性检验实验，对不同城市的地表水、地下水、生活污水和特征废水等进行了不同浓度的加标样品测试。

(3) 方法具有普遍适用性，易于推广使用

本方法所需的分析仪器在全国范围内的地市级环境监测部门、高校、科研院所等非常普遍，且灵敏度高、检出限低，满足标准限值要求，操作简单易掌握，故该标准分析方法在全国范围内具备良好的普适性。

4.2 标准制定的技术路线

本标准的技术路线为：采用棕色磨口具塞玻璃瓶或具有聚四氟乙烯塞的棕色螺口玻璃瓶，将样品采满采样瓶，采用液液萃取的方法，萃取样品中有机磷农药，萃取液经脱水、浓缩、净化、定容后经气相色谱分离，质谱进行检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性，内标法定量。标准技术路线见图1。

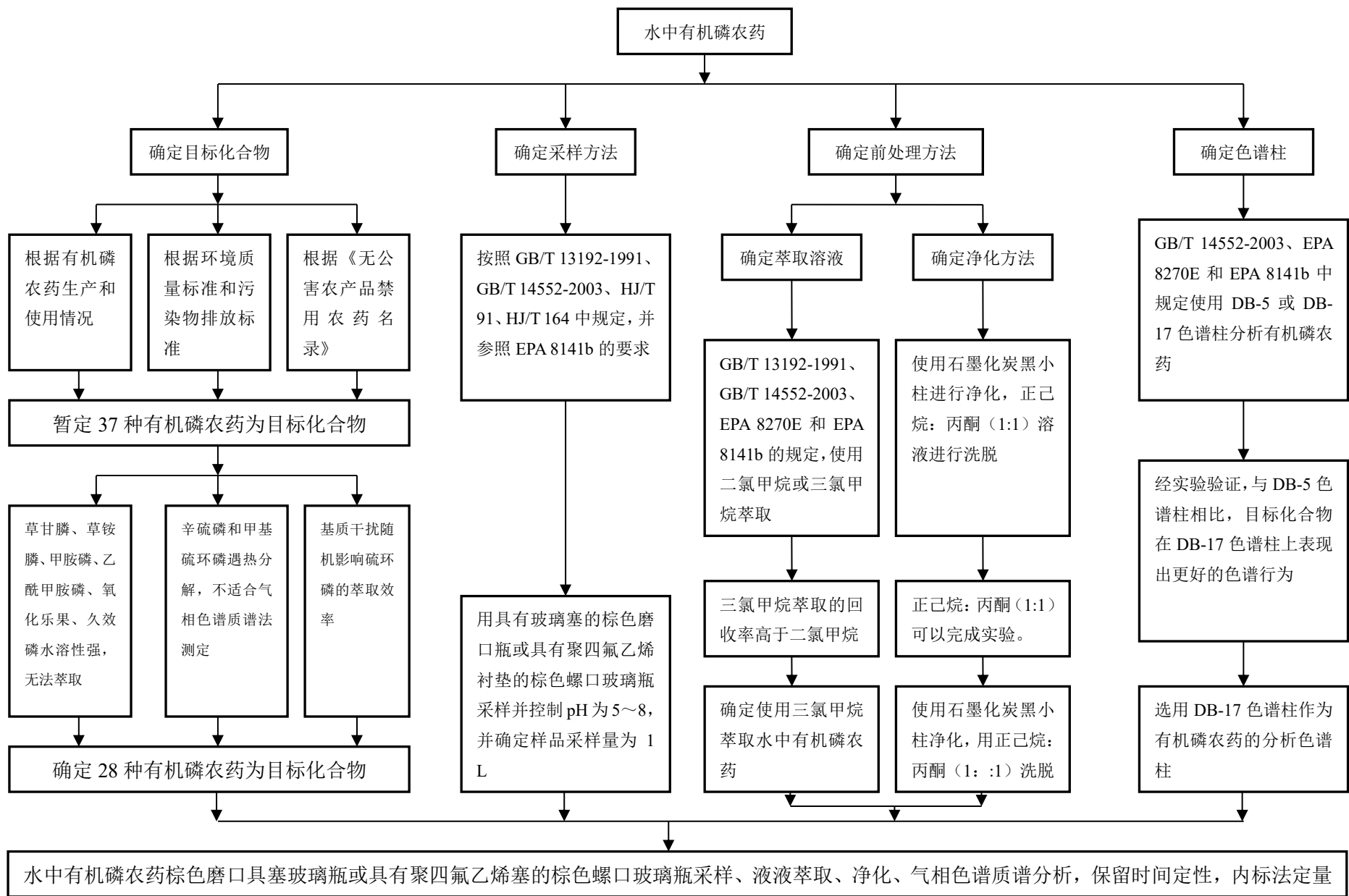


图 1 标准技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

- (1) 研究建立水中有机磷农药测定的气相色谱质谱法。
- (2) 标准内容包含详细的适用范围、操作步骤、质量保证和注意事项，涵盖相关质量标准中规定的有机磷农药，方法检出限、精密度、准确度均能满足相关标准的要求。

5.2 方法的适用范围

5.2.1 确定目标化合物

标准开题论证会对目标化合物提出了两点要求：(1) 进一步调查研究国内有机磷农药生产和使用情况，结合本方法的技术可行性，确定目标化合物种类；(2) 注意与相关质量标准、排放标准等相关环保标准的衔接。

标准编制组按照专家意见开展工作，查询结果如下：

(1) 根据农业部统计，国内有机磷农药产量为我国农药总产量的 50%左右。甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等有机磷农药产品年产量约占我国有机磷类农药总产量的 90%以上。

(2) 在我国现行的环境质量和排放标准中，涉及水中有机磷农药的有《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002)、《渔业水质标准》(GB 11607-89)、《海水水质标准》(GB 3097-1997)、《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)、《污水综合排放标准》(GB 8978-1996)、《城镇污水处理厂污染物排放标准》(GB 18918-2002)，正在制订目前已经完成全国征求意见的《农药工业水污染物排放标准》中也对某些组分的排放浓度作了要求。其中涉及的有机磷农药为对硫磷、甲基对硫磷、马拉硫磷、乐果、敌敌畏，内吸磷，敌百虫、甲胺磷、草甘膦、辛硫磷、毒死蜱、丙溴磷、二嗪磷、草铵膦、乙酰甲胺磷、三唑磷、异稻瘟净、稻丰散、氧乐果等有机磷农药。

(3) 在 2015 年颁布的《无公害农产品禁用农药名录》中规定的在蔬菜、果树、茶叶、中草药材上不得使用和限制使用的有机磷农药种类为甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、久效磷、磷胺、甲拌磷、甲基异柳磷、特丁硫磷、甲基硫环磷、治螟磷、内吸磷、灭线磷、硫环磷、蝇毒磷、地虫硫磷、氯唑磷、苯线磷。

(4) 我国现行的环境标准分析方法中，《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 13192-1991) 适用于地面水、地下水及工业废水中甲基对硫磷、对硫磷、马拉硫磷、乐果、敌敌畏、敌百虫的测定；《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》(GB/T 14552-2003) 规定了地面水、地下水及土壤中速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、异稻瘟净、甲基对硫磷、杀螟硫磷、溴硫磷、稻丰散、水胺硫磷等多组分残留量的测定方法。

根据上述 4 条原则，暂确定标准目标化合物为甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、治螟磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦、对硫磷、甲基对硫磷、内吸磷，二嗪磷、草铵膦、久效磷，磷胺，甲基异柳磷、甲基硫环磷、灭线磷，硫环磷，蝇毒磷，地虫硫磷，氯唑磷，苯线磷、速灭磷、溴硫磷、稻丰散等 37 种有机磷农药。

本标准采用液液萃取/气相色谱-质谱法进行有机磷农药的分析，因此本标准对上述所有化合物进行实际样品加标测定。经验证，有部分化合物不适用本标准，原因如下：

(1) 本标准目标化合物中不包含草甘膦、草铵膦、甲胺磷、乙酰甲胺磷、氧化乐果、久效磷，其原因如下：

1) 草甘膦、草铵膦、甲胺磷、乙酰甲胺磷、氧化乐果、久效磷的部分理化性质见表11。

表11 6种有机磷农药的理化性质

化合物名称	草甘膦	草铵膦	甲胺磷	乙酰甲胺磷	氧化乐果	久效磷
水溶性	1.2 g/100 ml	137 g/100ml	易溶于水	易溶于水	易溶于水	溶于水
有机溶剂溶解性	不溶于一般有机溶剂	溶解度低	较易溶于氯仿、苯、醚	易溶于乙腈、甲醇、乙醇、丙酮等强极性有机溶剂	乙醇、烃类互溶	/

由表 9 可知，以上六种有机磷农药在水中的溶解度都大于在有机溶剂中的溶解度。

2) 针对一般实验室的常用试剂的情况，本实验室对实验室常见的有机溶剂进行了不同配比 (v:v) 的混合来作为上述六种化合物的萃取试剂，采用加氯化钠至水溶液饱和、液液萃取、地表水加标、气相色谱-质谱法测定的方式，通过加标回收率来检验各种不同萃取溶液的效果。相关结果见表12。

由表12可知，有机试剂从地表水中萃取上述6种物质，回收率较低，不能满足本实验要求，因此本标准未将六种化合物列为目标化合物。

表 12 针对六种化合物的不同前处理方式和配比方式的空白加标回收率

化合物名称	前处理方式	加标量 (µg/L)	加标回收率 (%)
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 纯三氯甲烷萃取, 氮吹近干, 三氯甲烷定容	50.0	0.0
草铵膦			0.0
甲胺磷			18.2
乙酰甲胺磷			21.2
氧化乐果			12.2
久效磷			2.9
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 乙酸乙酯: 甲醇 (v:v) =7:3, 氮吹近干, 三氯甲烷定容	50.0	0.0
草铵膦			0.0
甲胺磷			0.0
乙酰甲胺磷			0.0
氧化乐果			0.0
久效磷			8.2
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 乙腈: 三氯甲烷 (v:v) =6:4, 氮吹近干, 三氯甲烷定容	50.0	0.0
草铵膦			0.0
甲胺磷			15.7
乙酰甲胺磷			13.2
氧化乐果			11.2
久效磷			7.8
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 三氯甲烷: 乙酸乙酯 (v:v)	50.0	0.0

草铵膦	=1:1, 氮吹近干, 三氯甲烷定容		0.0
甲胺磷			8.2
乙酰甲胺磷			11.7
氧化乐果			13.5
久效磷			6.2
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 乙酸乙酯: 丙酮 (v:v) =9:1, 氮吹近干, 三氯甲烷定容	50.0	0.0
草铵膦			0.0
甲胺磷			22.1
乙酰甲胺磷			17.2
氧化乐果			12.4
久效磷			11.0
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 乙酸乙酯: 乙腈 (v:v) =1:1, 氮吹近干, 三氯甲烷定容	50.0	0.0
草铵膦			0.0
甲胺磷			0.0
乙酰甲胺磷			5.2
氧化乐果			6.2
久效磷			2.4
草甘膦	加氯化钠, pH 中性, 三氯甲烷: 甲醇 (v:v) =1:1, 氮吹近干, 三氯甲烷定容	50.0	0.0
草铵膦			0.0
甲胺磷			15.8
乙酰甲胺磷			12.2
氧化乐果			9.2
久效磷			13.1

(2) 本标准目标化合物中不包含辛硫磷和甲基硫环磷, 其原因如下:

本标准采用气相色谱-质谱法分析有机磷农药, 进样口温度为220℃, 在该温度下, 辛硫磷在进样口分解为苯甲腈、2-氰基苯甲醛和果虫磷, 其分解产物的峰面积与辛硫磷的浓度不成比例, 无法准确定量辛硫磷的浓度; 甲基硫环磷也在进样口热分解, 无法准确定量甲基硫环磷的浓度。因此, 本标准未将辛硫磷和甲基硫环磷定为目标化合物。

(3) 本标准不包含硫环磷, 其原因如下:

实验室内进行硫环磷地表水加标试验过程中, 所有硫环磷的空白加标回收率均稳定在95%~125%之间。在进行实际样品加标测试过程中, 在其他实验条件完全一致的情况下, 分别取4处不同的地表水(地表水pH均在5~8范围内且未对地表水进行抽滤), 其中两个地表水的硫环磷加标回收率分别为123%和117%, 而另外两处地表水硫环磷的加标回收率为0, 后期再进行地表水加标试验, 偶尔会出现硫环磷回收率为0的情况。对萃取后的样品进行液相色谱/质谱扫描, 发现硫环磷留在样品中未被萃取出来, 该化合物的分析实验结果出现了较大的不确定性, 标准编制组也未查询到解释该问题的相关文献。因此, 从实验结果精密度和稳定性角度考虑, 本标准未将硫环磷定位目标化合物。

综上所述，本标准确定目标化合物为敌敌畏、速灭磷、内吸磷、灭线磷、治螟磷、甲拌磷、特丁硫磷、二嗪磷、地虫硫磷、异稻瘟净、乐果、氯唑磷、甲基毒死蜱、磷胺、甲基对硫磷、毒死蜱、杀螟硫磷、马拉硫磷、对硫磷、溴硫磷、甲基异柳磷、水胺硫磷、稻丰散、丙溴磷、苯线磷、三唑磷、蝇毒磷、敌百虫等 28 种有机磷农药，化合物基本涵盖了目前国内现行相关环境质量和排放标准中规定的有机磷农药，其中未能涵盖的草甘膦可以采用《水质 草甘膦的测定 高效液相色谱法》（已完成征求意见）进行测定；未能涵盖的辛硫磷、甲胺磷、乙酰甲胺磷、氧化乐果可以采用《水质 氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》；未能涵盖的草铵膦目前还没有分析方法可以测定。目标化合物方法的检出限除不能满足《地下水质量标准》（GB/T 14848-2017）中 I 类地下水有机磷农药限值要求外，可以满足其他相关标准的要求。

5.3 规范性引用文件

本标准只对采样器皿的规格、样品的保存时间做了规定，对于样品的采集方法直接引用了《海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输》（GB 17378.3）、《地表水和污水监测技术规范》（HJ/T 91）、《地下水环境监测技术规范》（HJ/T 164）、《近岸海域环境监测规范》（HJ 442）和《水质采样 样品的保存和管理技术规定》（HJ 493）等 5 个标准文件。

5.4 方法原理

综合参考《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）、《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）、美国 EPA 8141b、EPA 8270E 等方法，并结合试验得出方法原理如下：水样中有机磷农药经三氯甲烷萃取、石墨炭黑净化、浓缩、定容后，用气相色谱分离，质谱检测。水样中的敌百虫经碱解转化为敌敌畏后进行测定。根据保留时间、质谱图或碎片离子质荷比及丰度比定性，内标法定量。

5.5 试剂和材料

若购买市售相关标准溶液，需按照生产商的说明进行保存。本节针对自行配制溶液进行保存条件的试验。

5.5.1 有机磷农药标准贮备液

5.5.1.1 有机磷农药标准贮备液的保存温度

市售有机类标准贮备液的保存温度一般为 4℃ 冷藏保存或 -18℃ 以下冷冻保存。本实验室针对浓度为 2000 μg/ml 的有机磷农药标准贮备液进行 4℃ 冷藏和 -18℃ 以下冷冻进行保存对比试验，具体实验结果见表 13 和表 14。

表 13 有机磷农药标准贮备液 4℃ 冷藏保存

保存时间 浓度水平 (%)	1 个月	2 个月	3 个月	4 个月
敌敌畏	92.1	89.7	85.0	80.3
速灭磷	94.8	92.4	87.5	82.6
内吸磷	103	100	95.1	89.8
灭线磷	92.8	90.5	85.7	80.9
治螟磷	94.8	92.4	87.5	82.6
甲拌磷	101	98.3	93.1	87.9
特丁硫磷	96.9	94.5	89.5	84.5

二嗪磷	97.3	94.8	89.8	84.9
地虫硫磷	106	103	97.4	92.0
异稻瘟净	92.7	90.3	85.5	80.8
乐果	102	99.2	94.0	88.8
氯唑磷	96.9	94.5	89.5	84.5
甲基毒死蜱	96.0	93.5	88.6	83.7
磷胺	88.2	85.9	81.4	76.9
甲基对硫磷	88.4	86.1	81.6	77.0
毒死蜱	91.1	88.8	84.1	79.4
杀螟硫磷	96.9	94.5	89.5	84.5
马拉硫磷	91.7	89.3	84.6	79.9
对硫磷	98.7	96.2	91.1	86.0
溴硫磷	90.9	88.6	83.9	79.2
甲基异柳磷	94.0	91.6	86.8	82.0
水胺硫磷	97.3	94.8	89.8	84.9
稻丰散	99.1	96.5	91.5	86.4
丙溴磷	97.3	94.8	89.8	84.9
苯线磷	95.8	93.3	88.4	83.5
硫环磷	92.1	89.7	85.0	80.3
三唑磷	94.8	92.4	87.5	82.6
蝇毒磷	92.1	89.7	85.0	80.3

表 14 有机磷农药标准贮备液<-18℃冷冻保存

保存时间 浓度水平 (%)	1 个月	2 个月	3 个月	4 个月
敌敌畏	96.8	95.6	94.4	93.2
速灭磷	99.7	98.4	97.2	96.0
内吸磷	108	107	106	104
灭线磷	97.6	96.4	95.2	94.0
治螟磷	99.7	98.4	97.2	96.0
甲拌磷	106	105	103	102
特丁硫磷	102	101	99.4	98.2
二嗪磷	102	101	99.8	98.6
地虫硫磷	111	110	108	107
异稻瘟净	97.4	96.2	95.0	93.8
乐果	107	106	104	103
氯唑磷	102	101	99.4	98.2
甲基毒死蜱	101	99.7	98.4	97.2
磷胺	92.7	91.6	90.4	89.3

甲基对硫磷	92.9	91.8	90.6	89.5
毒死蜱	95.8	94.6	93.4	92.3
杀螟硫磷	102	101	99.4	98.2
马拉硫磷	96.4	95.2	94.0	92.9
对硫磷	104	103	101	100
溴硫磷	95.6	94.4	93.2	92.1
甲基异柳磷	98.8	97.6	96.4	95.2
水胺硫磷	102	101	99.8	98.6
稻丰散	104	103	102	100
丙溴磷	102	101	99.8	98.6
苯线磷	101	99.5	98.2	97.0
硫环磷	96.8	95.6	94.4	93.2
三唑磷	99.7	98.4	97.2	96.0
蝇毒磷	96.8	95.6	94.4	93.2

由表 13 和表 14 可知，4℃冷藏保存，4 个月后部分有机磷农药浓度降低超过 20%；而 <-18℃冷冻保存，4 个月后有机磷农药浓度变化小于 10%，可以满足实验要求。

因此，本标准规定有机磷农药标准贮备液的保存温度为<-18℃冷冻保存。

5.5.1.2 有机磷农药标准贮备液保存时间

实验室在<-18℃条件下对浓度为 2000 µg/ml 的有机磷农药标准贮备液进行了保存时间试验，其结果见表 15。

表 15 有机磷农药标准贮备液保存时间

保存时间 浓度水平 (%)	1 个月	3 个月	6 个月	7 个月
敌敌畏	96.8	94.4	83.8	75.1
速灭磷	99.7	97.2	86.3	82.6
内吸磷	108	106	93.7	89.8
灭线磷	97.6	95.2	84.5	75.9
治螟磷	99.7	97.2	86.3	82.6
甲拌磷	106	103	91.8	87.9
特丁硫磷	102	99.4	88.2	84.5
二嗪磷	102	99.8	88.6	79.9
地虫硫磷	111	108	96.1	92.0
异稻瘟净	97.4	95.0	84.3	75.8
乐果	107	104	92.7	88.8
氯唑磷	102	99.4	88.2	84.5
甲基毒死蜱	101	98.4	87.4	83.7
磷胺	92.7	90.4	80.3	76.9
甲基对硫磷	92.9	90.6	80.4	77.0
毒死蜱	95.8	93.4	82.9	79.4

杀螟硫磷	102	99.4	88.2	84.5
马拉硫磷	96.4	94.0	83.5	79.9
对硫磷	104	101	89.8	81.0
溴硫磷	95.6	93.2	82.7	79.2
甲基异柳磷	98.8	96.4	85.6	82.0
水胺硫磷	102	99.8	88.6	84.9
稻丰散	104	102	90.2	86.4
丙溴磷	102	99.8	88.6	84.9
苯线磷	101	98.2	87.2	83.5
硫环磷	96.8	94.4	83.8	80.3
三唑磷	99.7	97.2	86.3	82.6
蝇毒磷	96.8	94.4	83.8	75.3

由表 15 可知，在<-18℃条件下保存时间超过 6 个月时，部分有机磷农药浓度变化超过 20%，不能满足实验要求。

因此，本标准规定有机磷农药标准贮备液的保存时间为 6 个月。

5.5.2 有机磷农药柱处理液

5.5.2.1 使用有机磷农药柱处理液的原因

由于有机磷农药性质活泼，易被毛细管柱中活性点吸附，造成有机磷农药的损失，特别是对低浓度点的有机磷农药影响较大，因此本标准规定在分析低浓度样品前向气相色谱仪内注入一定浓度的有机磷农药标准溶液来饱和毛细管柱中的活性点，减少毛细管柱对有机磷农药的吸附，降低对低浓度点的影响。实验室对浓度为 1.0 µg/ml 的有机磷农药进行分析，对柱处理液的处理效果进行测定，其具体结果见表 16。

表 16 有机磷农药柱处理液处理效果对比

目标物中文名称	使用柱处理液 化合物峰面积	未使用柱处理液 化合物峰面积	使用与未使用峰面 积之比	使用柱处理液后 残留峰面积
敌敌畏	43681	23914	1.8	264
速灭磷	26763	11912	2.2	255
内吸磷	14678	6286	2.3	157
灭线磷	15717	6868	2.3	309
治螟磷	18115	8907	2.0	317
甲拌磷	31973	16013	2.0	639
特丁硫磷	19667	9253	2.1	227
二嗪磷	14063	5695	2.5	170
地虫硫磷	49070	25478	1.9	643
异稻瘟净	30375	8041	3.8	459
乐果	19591	7183	2.7	165
氯唑磷	14063	6982	2.0	186
甲基毒死蜱	32392	17039	1.9	548
磷胺	14195	5111	2.8	164

甲基对硫磷	14923	5253	2.8	139
毒死蜱	15094	7587	2.0	79
杀螟硫磷	14123	16791	0.8	/
马拉硫磷	16906	7669	2.2	179
对硫磷	10012	5391	1.9	/
溴硫磷	31160	18449	1.7	49
甲基异柳磷	27920	12920	2.2	316
水胺硫磷	22984	8526	2.7	246
稻丰散	10436	7288	1.4	/
丙溴磷	8020	4403	1.8	99
苯线磷	10827	2534	4.3	57
三唑磷	9537	3655	2.6	/
蝇毒磷	6118	3253	1.9	/
溴硫磷	31160	18449	1.7	49

由表 16 可知，采用柱处理液后目标化合物的峰面积约为未使用柱处理液的 2 倍以上，使用柱处理液增加了方法的灵敏度，满足实验要求，同时使用柱处理液后残留峰面积低于标准溶液峰面积的 1/20，残留对目标化合物的峰面积不造成太大的影响，因此本标准规定在分析样品前先使用有机磷农药柱处理液处理色谱柱。

5.5.2.2 有机磷农药柱处理液的浓度

实验室对浓度为 1.0 $\mu\text{g/ml}$ 的有机磷农药进行分析，对不同浓度的柱处理液的处理效果进行测定，其具体结果见表 17。

表 17 不同有机磷农药柱处理液处理效果对比

目标物中文名称	20 $\mu\text{g/ml}$ 柱处理液 化合物峰面积	10 $\mu\text{g/ml}$ 柱处理液 化合物峰面积	5 $\mu\text{g/ml}$ 柱处理液 化合物峰面积
敌敌畏	45865	43681	31088
速灭磷	28101	26763	15486
内吸磷	15412	14678	8172
灭线磷	16503	15717	8928
治螟磷	19021	18115	11579
甲拌磷	33572	31973	20817
特丁硫磷	20650	19667	12029
二嗪磷	14766	14063	7404
地虫硫磷	51524	49070	33121
异稻瘟净	31894	30375	10453
乐果	20571	19591	9338
氯唑磷	14766	14063	9077
甲基毒死蜱	34012	32392	22151
磷胺	14905	14195	6644

甲基对硫磷	15669	14923	6829
毒死蜱	15849	15094	9863
杀螟硫磷	14829	14123	21828
马拉硫磷	17751	16906	9970
对硫磷	10513	10012	7008
溴硫磷	32718	31160	23984
甲基异柳磷	29316	27920	16796
水胺硫磷	24133	22984	11084
稻丰散	10958	10436	9474
丙溴磷	8421	8020	5724
苯线磷	11368	10827	3294
三唑磷	10014	9537	4752
蝇毒磷	6424	6118	4229
溴硫磷	32718	31160	23984

由表 17 可知，当柱处理液浓度大于 10 $\mu\text{g/ml}$ 时，浓度为 1.0 $\mu\text{g/ml}$ 的有机磷农药峰面积变化不大；而当柱处理液浓度小于 10 $\mu\text{g/ml}$ 时，浓度为 1.0 $\mu\text{g/ml}$ 的有机磷农药峰面积明显减小，说明柱处理液浓度太低，无法满足实验要求。

因此，本标准规定有机磷农药柱处理液的浓度为 10.0 $\mu\text{g/ml}$ 。

5.5.2.3 有机磷农药柱处理液的保存条件

5.5.2.3.1 有机磷农药柱处理液的保存温度

有机磷农药柱处理液的保存温度参照有机磷农药标准溶液的保存温度，为 $<-18^{\circ}\text{C}$ 冷冻保存。

5.5.2.3.2 有机磷农药柱处理液的保存时间

实验室对有机磷农药柱处理液进行保存时间试验，保存条件为 $<-18^{\circ}\text{C}$ 冷冻保存，具体结果见表 18。

表 18 有机磷农药柱处理液保存时间

保存时间 浓度水平 (%)	10 d	30 d	60 d	70 d
敌敌畏	94.4	89.1	81.4	76.1
速灭磷	97.2	91.7	83.8	78.4
内吸磷	106	99.6	91.0	85.2
灭线磷	95.2	89.8	82.1	76.8
治螟磷	97.2	91.7	83.8	78.4
甲拌磷	103	97.5	89.1	83.4
特丁硫磷	99.4	93.8	85.7	80.2
二嗪磷	99.8	94.2	86.0	80.5
地虫硫磷	108	102	93.3	87.3
异稻瘟净	95.0	89.6	81.9	76.6
乐果	104	98.5	90.0	84.2

氯唑磷	99.4	93.8	85.7	80.2
甲基毒死蜱	98.4	92.8	84.8	79.4
磷胺	90.4	85.3	77.9	72.9
甲基对硫磷	90.6	85.5	78.1	73.1
毒死蜱	93.4	88.1	80.5	75.3
杀螟硫磷	99.4	93.8	85.7	80.2
马拉硫磷	94.0	88.7	81.0	75.8
对硫磷	101	95.5	87.2	81.6
溴硫磷	93.2	87.9	80.3	75.2
甲基异柳磷	96.4	90.9	83.1	77.7
水胺硫磷	99.8	94.2	86.0	80.5
稻丰散	102	95.8	87.6	81.9
丙溴磷	99.8	94.2	86.0	80.5
苯线磷	98.2	92.6	84.7	79.2
硫环磷	94.4	89.1	81.4	76.1
三唑磷	97.2	91.7	83.8	78.4
蝇毒磷	95.5	89.1	81.4	76.1

由表 18 可知, 在<-18℃冷冻保存下, 超过 60 d 后, 部分有机磷农药浓度变化超过 20%, 不能满足实验要求。

因此, 本标准规定柱处理液的保存时间为 60 d。

5.5.3 内标物

5.5.3.1 内标物的选择

美国 EPA 8270E 的分析方法中规定的内标为 1,4-二氯苯-D4、萘-D8、蒎-D10、菲-D10、蒎-D12 和萘-D12, 经实验室内部验证后得知, 在本标准规定的升温程序条件下, 目标化合物在 1,4-二氯苯-D4 和萘-D8 之间没有出峰, 1,4-二氯苯-D4 可以不作为内标物; 萘-D12 在 DB-17 色谱柱上峰型不好, 萘-D12 也可以不作为内标物。因此, 本标准选择萘-D8, 蒎-D10、菲-D10 和蒎-D12 作为内标物。

5.5.3.2 内标物的保存条件

5.5.3.2.1 内标物的保存温度

内标物标准溶液的保存温度参照有机磷农药标准溶液的保存温度, 为<-18℃冷冻保存。

5.5.3.2.2 内标标准贮备液的保存时间

实验室对样品分析中加入内标物的峰面积变化进行了跟踪分析, 具体结果见表 19。

表 19 内标物的峰面积变化情况

保存时间 与初始峰面积比值 (%)	本底值	3 个月	6 个月	12 个月	18 个月
萘-D8	2442112	99.3	94.1	83.6	72.2
蒎-D10	1451068	108	93.9	87.0	62.5
菲-D10	2588167	94.0	87.3	79.3	66.9

蒽-D12	2318254	98.9	93.3	83.6	73.3
-------	---------	------	------	------	------

由表 19 可知，当内标物保存时间达到 18 个月时，内标物峰面积减少超过 20%，不能满足实验要求。

因此，本标准确定内标物标准贮备液的保存时间为 12 个月。

5.5.4 替代物

5.5.4.1 替代物的选择

替代物为在任何样品中都不会出现的物质，一般选择的标准是目标物的同位素化合物。在美国 EPA 8141b 中规定磷酸三丁酯和磷酸三苯酯作为有机磷农药测定方法的替代物，EPA 8270E 中选用 2-氟苯酚、2-氟联苯、硝基苯-d₅、苯酚-d₆、三联苯-d₁₄、2,4,6-三溴苯酚等 6 种物质作为替代物。根据替代物的选择条件，经过资料查询，磷酸三丁酯和磷酸三苯酯属于工业化产品，在实际样品中有可能存在，不适合作为本标准的替代物；而 EPA 8270E 中的替代物理化性质和有机磷农药不太相关，也不合适作为本标准的替代物。经市场调研，（1）氘代甲基对硫磷、氘代马拉硫磷、氘代对硫磷、氘代磷酸三丁酯已商品化，国外有售，但氘代甲基对硫磷、氘代马拉硫磷和氘代对硫磷属于剧毒物质，国家不允许进口；（2）氘代磷酸三丁酯的加标回收率可以达到 90%以上。综上所述，本标准选择氘代磷酸三丁酯作为替代物。

5.5.4.2 替代物标准贮备液的保存条件

5.5.4.2.1 替代物标准贮备液的保存温度

替代物标准贮备液的保存温度参照有机磷农药标准贮备液的保存温度，为<-18℃冷冻保存。

5.5.4.2.2 替代物标准贮备液的保存时间

实验室对浓度为 1000 µg/ml 的替代物标准贮备液进行保存时间试验，保存条件为<-18℃冷冻保存，具体结果见表 20。

表 20 替代物标准贮备液的保存时间

保存时间 浓度水平 (%)	1 个月	3 个月	6 个月	7 个月
氘代磷酸三丁酯	94.4	89.1	81.4	76.1

由表 20 可知，当替代物标准贮备液保存时间超过 6 个月时，浓度降低超过 20%，不能满足实验要求。

因此，本标准规定替代物标准标准贮备液保存时间为 6 个月。

5.5.5 其他试剂和材料

按照 HJ 168-2010 的要求，列举了试验过程中使用的试剂和材料，同时给出了一条引语，即“除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水”。

5.6 仪器和设备

5.6.1 色谱柱的确定

有机磷农药种类繁多，性质各异，极性大小差异较大。《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）中推荐使用 HP-5 和 DB-17 色谱柱进行分析；EPA 8270E 和 EPA 8141b 均推荐使用 DB-5 色谱柱。因此，针对本标准规定的目标化合物，采用上述两种色谱柱进行对比试验，分析浓度为 1.00 µg/ml 的有机磷农药，比较对应目标化合物的峰面积，其结

果见表21，同时对比两个色谱柱上标准曲线的响应因子相对标准偏差，其具体结果见表22。

由表21和表22可知，本标准规定的目标化合物在DB-17色谱上表现出更好的色谱行为和色谱响应，更好地符合实验要求。因此，本标准选用（50%-苯基）-50%甲基聚硅氧烷柱（DB-17）或其等效柱作为色谱分析用毛细管柱。

表21 DB-5和DB-17色谱柱峰面积对比

化合物名称	DB-5	DB-17
敌敌畏	57537	87665
速灭磷	44389	52427
内吸磷	26168	28626
灭线磷	20870	30819
治螟磷	26122	35503
甲拌磷	43091	66030
特丁硫磷	26065	39678
二嗪磷	20596	27269
地虫硫磷	68190	99263
异稻瘟净	39257	62583
乐果	25473	39938
氯唑磷	17900	28295
甲基毒死蜱	46342	65111
磷胺	17114	30046
甲基对硫磷	27148	33259
毒死蜱	20428	29180
杀螟硫磷	16274	31331
马拉硫磷	20436	34396
对硫磷	14188	22398
溴硫磷	42851	62268
甲基异柳磷	34858	56845
水胺硫磷	30080	47518
稻丰散	18342	25186
丙溴磷	10780	16494
苯线磷	11047	22690
硫环磷	8962	10785
三唑磷	12549	20955
蝇毒磷	5927	11443

表22 DB-5和DB-17色谱柱标准曲线响应因子相对标准偏差

目标物中文名称	DB-5 (%)	DB-17 (%)
敌敌畏	9.5	6.5
速灭磷	18.3	11.2

内吸磷	21.2	14.2
灭线磷	14.1	7.3
治螟磷	11.4	7.7
甲拌磷	15.3	8.3
特丁硫磷	18.5	10.8
二嗪磷	10.4	8.6
地虫硫磷	10.6	6.9
异稻瘟净	23.9	14.7
乐果	17.5	8.6
氯唑磷	10.9	4.2
甲基毒死蜱	9.2	3.6
磷胺	27.6	16.1
甲基对硫磷	21.3	18.5
毒死蜱	10.0	3.6
杀螟硫磷	27.9	12.8
马拉硫磷	17.7	7.9
对硫磷	27.2	16.9
溴硫磷	10.0	4.3
甲基异柳磷	14.0	4.7
水胺硫磷	16.1	7.2
稻丰散	24.6	20.0
丙溴磷	18.5	8.5
苯线磷	45.4	17.3
三唑磷	33.6	18.8
蝇毒磷	48.0	19.5

5.7 样品

5.7.1 样品采集和保存

5.7.1.1 样品采集

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）中规定“用磨口玻璃瓶采集样品，在采样前用水样将取样瓶冲洗2~3次”；美国EPA 8141b中规定“有机磷样品在酸性或碱性条件下均会水解，应在采集样品后立刻用硫酸或氢氧化钠调节水样至pH 5~8”。

因此，本标准综合参考以上两种方法中的规定，规定“采集样品后，用硫酸溶液或氢氧化钠溶液在采水器中调节水样pH至5~8，转移至棕色磨口具塞玻璃瓶或具有聚四氟乙烯衬垫瓶盖的棕色螺口玻璃瓶中。”。其余样品采集过程中的规定按照GB17378.3、HJ/T 91、HJ/T 164、HJ 442和HJ 493中相关规定执行。

5.7.1.2 样品保存

5.7.1.2.1 样品保存温度

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）中规定“因敌敌畏及敌百虫易降解，应尽快分析，其余四种有机磷农药的水样可在4℃冷藏箱中保存3天”；美国

EPA 8141b中规定“即使加入氯化汞作为保存剂，并于4℃条件下保存，水中的有机磷农药会在14天内降解；推荐水样应在采集后于4℃下保存，7天内完成萃取。”氯化汞作为剧毒物质，在采样和分析过程中容易对采样人员和分析人员造成危害。此外，一般标准中规定水样的保存温度均为4℃。因此，本标准规定样品的保存温度为4℃。

5.7.1.2.2 样品保存时间

本标准对加标浓度为1.00 μg/L、50.0 μg/L和100 μg/L的地表水和海水样品、加标浓度为10.0 μg/L和500 μg/L的废水样品进行保存试验，保存条件为4℃避光保存，每天进行分析测定，其结果见表23～表31。

表23 加标浓度为1.00 μg/L地表水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	51.6	49.0	42.7	36.6	30.3	21.1
速灭磷	64.1	61.4	54.9	48.4	41.9	32.4
内吸磷	55.0	48.9	38.8	29.5	20.3	16.4
灭线磷	67.7	64.4	59.0	50.9	45.2	34.7
治螟磷	87.5	83.3	74.9	66.4	57.2	44.1
甲拌磷	96.7	91.3	81.9	72.0	62.6	48.2
特丁硫磷	89.5	82.8	76.3	67.1	58.3	45.0
二嗪磷	89.8	82.1	72.4	64.3	55.4	42.7
地虫硫磷	97.4	86.4	82.6	73.3	63.2	48.6
异稻瘟净	83.7	78.7	70.4	62.3	53.8	41.4
乐果	94.0	88.2	79.0	69.7	60.5	46.6
氯唑磷	89.5	83.9	75.2	66.4	57.6	44.3
甲基毒死蜱	88.6	83.9	75.2	66.1	57.6	44.3
磷胺	81.4	77.6	69.1	61.4	52.7	40.7
甲基对硫磷	81.5	77.2	68.9	60.8	52.7	40.5
毒死蜱	84.1	78.1	70.7	62.3	54.2	41.6
杀螟硫磷	89.5	85.0	76.1	67.1	58.1	44.8
马拉硫磷	84.6	79.7	71.8	63.2	54.9	42.3
对硫磷	91.1	86.4	77.0	68.2	59.0	45.4
溴硫磷	83.9	79.4	71.5	62.8	54.5	41.9
甲基异柳磷	79.6	75.6	68.9	59.6	52.7	40.7
水胺硫磷	89.8	85.0	76.0	64.6	58.0	44.6
稻丰散	91.4	85.5	76.5	67.9	58.5	45.0
丙溴磷	89.8	83.7	73.3	65.5	56.0	43.0
苯线磷	88.4	86.4	75.8	68.4	58.0	44.6
三唑磷	77.8	77.2	67.0	60.1	51.1	39.4
蝇毒磷	80.3	69.8	67.5	54.4	51.7	39.8

敌百虫	43.8	41.5	36.1	30.7	25.3	17.2
-----	------	------	------	------	------	------

表24 加标浓度为50.0 $\mu\text{g/L}$ 地表水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	48.4	45.6	38.6	31.8	24.8	14.6
速灭磷	63.2	58.2	51.0	43.8	36.6	26.0
内吸磷	55.6	48.8	37.6	27.2	17.0	13.6
灭线磷	75.2	71.6	65.6	56.6	50.2	38.6
治螟磷	97.2	92.6	83.2	73.8	63.6	49.0
甲拌磷	107	101	91.0	80.0	69.6	53.6
特丁硫磷	99.4	92.0	84.8	74.6	64.8	50.0
二嗪磷	99.8	91.2	80.4	71.4	61.6	47.4
地虫硫磷	108	96.0	91.8	81.4	70.2	54.0
异稻瘟净	93.0	87.4	78.2	69.2	59.8	46.0
乐果	104	98.0	87.8	77.4	67.2	51.8
氯唑磷	99.4	93.2	83.6	73.8	64.0	49.2
甲基毒死蜱	98.4	93.2	83.6	73.4	64.0	49.2
磷胺	90.4	86.2	76.8	68.2	58.6	45.2
甲基对硫磷	90.6	85.8	76.6	67.6	58.6	45.0
毒死蜱	93.4	86.8	78.6	69.2	60.2	46.2
杀螟硫磷	99.4	94.4	84.6	74.6	64.6	49.8
马拉硫磷	94.0	88.6	79.8	70.2	61.0	47.0
对硫磷	101	96.0	85.6	75.8	65.6	50.4
溴硫磷	93.2	88.2	79.4	69.8	60.6	46.6
甲基异柳磷	88.4	84.0	76.6	66.2	58.6	45.2
水胺硫磷	99.8	94.4	84.4	71.8	64.4	49.6
稻丰散	102	95.0	85.0	75.4	65.0	50.0
丙溴磷	99.8	93.0	81.4	72.8	62.2	47.8
苯线磷	98.2	96.0	84.2	76.0	64.4	49.6
三唑磷	86.4	85.8	74.4	66.8	56.8	43.8
蝇毒磷	89.2	77.6	75.0	60.4	57.4	44.2
敌百虫	39.8	37.2	31.2	25.2	19.2	10.2

表25 加标浓度为100 $\mu\text{g/L}$ 地表水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	60.4	59.2	53.5	47.7	40.8	30.1
速灭磷	64.2	62.9	57.1	50.8	43.8	32.6

内吸磷	65.2	53.4	48.9	40.8	34.7	22.5
灭线磷	97.2	94.9	87.4	79.3	69.3	53.9
治螟磷	107	103.9	95.6	86.0	75.9	59.0
甲拌磷	99.4	94.3	89.0	80.2	70.6	55.0
特丁硫磷	99.8	93.5	84.4	76.8	67.1	52.1
二嗪磷	108	98.4	96.4	87.5	76.5	59.4
地虫硫磷	93.0	89.6	82.1	74.4	65.2	50.6
异稻瘟净	104	100.5	92.2	83.2	73.2	57.0
乐果	99.4	95.5	87.8	79.3	69.8	54.1
氯唑磷	98.4	95.5	87.8	78.9	69.8	54.1
甲基毒死蜱	90.4	88.4	80.6	73.3	63.9	49.7
磷胺	90.6	87.9	80.4	72.7	63.9	49.5
甲基对硫磷	93.4	89.0	82.5	74.4	65.6	50.8
毒死蜱	99.4	96.8	88.8	80.2	70.4	54.8
杀螟硫磷	94.0	90.8	83.8	75.5	66.5	51.7
马拉硫磷	101	98.4	89.9	81.5	71.5	55.4
对硫磷	93.2	90.4	83.4	75.0	66.1	51.3
溴硫磷	88.4	86.1	80.4	71.2	63.9	49.7
甲基异柳磷	99.8	96.8	88.6	77.2	70.2	54.6
水胺硫磷	102	97.4	89.3	81.1	70.9	55.0
稻丰散	99.8	95.3	85.5	78.3	67.8	52.6
丙溴磷	98.2	98.4	88.4	81.7	70.2	54.6
苯线磷	86.4	87.9	78.1	71.8	61.9	48.2
三唑磷	89.2	79.5	78.8	64.9	62.6	48.6
蝇毒磷	75.2	73.4	68.9	60.8	54.7	42.5
敌百虫	50.8	49.6	44.8	39.6	33.7	24.2

表26 加标浓度为1.00 μg/L海水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	50.1	47.5	41.4	35.5	29.4	20.5
速灭磷	62.2	59.6	53.3	46.9	40.6	31.4
内吸磷	53.4	47.4	37.6	28.6	19.7	15.9
灭线磷	65.7	62.5	57.2	49.4	43.8	33.7
治螟磷	84.9	80.8	72.7	64.4	55.5	42.8
甲拌磷	93.8	88.6	79.4	69.8	60.7	46.8
特丁硫磷	86.8	80.3	74.0	65.1	56.6	43.7
二嗪磷	87.1	79.6	70.2	62.4	53.7	41.4
地虫硫磷	94.5	83.8	80.1	71.1	61.3	47.1

异稻瘟净	85.4	80.3	71.8	63.5	54.9	42.2
乐果	95.9	90.0	80.6	71.1	61.7	47.5
氯唑磷	91.3	85.6	76.7	67.7	58.8	45.2
甲基毒死蜱	90.4	85.6	76.7	67.4	58.8	45.2
磷胺	83.0	79.2	70.5	62.6	53.8	41.5
甲基对硫磷	83.1	78.7	70.3	62.0	53.8	41.3
毒死蜱	85.8	79.7	72.1	63.5	55.3	42.4
杀螟硫磷	91.3	86.7	77.6	68.4	59.3	45.7
马拉硫磷	86.3	81.3	73.2	64.5	56.0	43.1
对硫磷	92.9	88.1	78.5	69.6	60.2	46.3
溴硫磷	85.6	81.0	72.9	64.1	55.6	42.7
甲基异柳磷	81.2	77.1	70.3	60.8	53.8	41.5
水胺硫磷	91.6	86.7	77.5	65.9	59.2	45.5
稻丰散	90.0	84.2	75.4	66.9	57.6	44.3
丙溴磷	88.5	82.4	72.2	64.5	55.2	42.4
苯线磷	87.1	85.1	74.7	67.4	57.1	43.9
三唑磷	76.6	76.0	66.0	59.2	50.3	38.8
蝇毒磷	79.1	68.8	66.5	53.6	50.9	39.2
敌百虫	43.1	40.9	35.6	30.2	24.9	16.9

表27 加标浓度为50.0 $\mu\text{g/L}$ 海水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	46.9	44.2	37.4	30.8	24.1	14.2
速灭磷	61.3	56.5	49.5	42.5	35.5	25.2
内吸磷	53.9	47.3	36.5	26.4	16.5	13.2
灭线磷	72.9	69.5	63.6	54.9	48.7	37.4
治螟磷	94.3	89.8	80.7	71.6	61.7	47.5
甲拌磷	103.8	98.0	88.3	77.6	67.5	52.0
特丁硫磷	96.4	89.2	82.3	72.4	62.9	48.5
二嗪磷	96.8	88.5	78.0	69.3	59.8	46.0
地虫硫磷	104.8	93.1	89.0	79.0	68.1	52.4
异稻瘟净	94.9	89.1	79.8	70.6	61.0	46.9
乐果	106.1	100.0	89.6	78.9	68.5	52.8
氯唑磷	101.4	95.1	85.3	75.3	65.3	50.2
甲基毒死蜱	100.4	95.1	85.3	74.9	65.3	50.2
磷胺	92.2	87.9	78.3	69.6	59.8	46.1
甲基对硫磷	92.4	87.5	78.1	69.0	59.8	45.9
毒死蜱	95.3	88.5	80.2	70.6	61.4	47.1

杀螟硫磷	101.4	96.3	86.3	76.1	65.9	50.8
马拉硫磷	95.9	90.4	81.4	71.6	62.2	47.9
对硫磷	103.0	97.9	87.3	77.3	66.9	51.4
溴硫磷	95.1	90.0	81.0	71.2	61.8	47.5
甲基异柳磷	90.2	85.7	78.1	67.5	59.8	46.1
水胺硫磷	101.8	96.3	86.1	73.2	65.7	50.6
稻丰散	100.5	93.6	83.7	74.3	64.0	49.3
丙溴磷	98.3	91.6	80.2	71.7	61.3	47.1
苯线磷	96.7	94.6	82.9	74.9	63.4	48.9
三唑磷	85.1	84.5	73.3	65.8	55.9	43.1
蝇毒磷	87.9	76.4	73.9	59.5	56.5	43.5
敌百虫	39.2	36.6	30.7	24.8	18.9	10.0

表28 加标浓度为100 $\mu\text{g/L}$ 海水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	58.6	57.4	51.9	46.3	395.8	29.2
速灭磷	62.3	61.0	55.4	49.3	42.5	31.6
内吸磷	63.2	51.8	47.4	39.6	33.7	21.8
灭线磷	94.3	92.1	84.8	76.9	67.2	52.3
治螟磷	103.8	100.8	92.7	83.4	73.6	57.2
甲拌磷	96.4	91.5	86.3	77.8	68.5	53.4
特丁硫磷	96.8	90.7	81.9	74.5	65.1	50.5
二嗪磷	104.8	95.4	93.5	84.9	74.2	57.6
地虫硫磷	90.2	86.9	79.6	72.2	63.2	49.1
异稻瘟净	106.1	102.5	94.0	84.9	74.7	58.1
乐果	101.4	97.4	89.6	80.9	71.2	55.2
氯唑磷	100.4	97.4	89.6	80.5	71.2	55.2
甲基毒死蜱	92.2	90.2	82.2	74.8	65.2	50.7
磷胺	92.4	89.7	82.0	74.2	65.2	50.5
甲基对硫磷	95.3	90.8	84.2	75.9	66.9	51.8
毒死蜱	101.4	98.7	90.6	81.8	71.8	55.9
杀螟硫磷	95.9	92.6	85.5	77.0	67.8	52.7
马拉硫磷	103.0	100.4	91.7	83.1	72.9	56.5
对硫磷	95.1	92.2	85.1	76.5	67.4	52.3
溴硫磷	90.2	87.8	82.0	72.6	65.2	50.7
甲基异柳磷	101.8	98.7	90.4	78.7	71.6	55.7
水胺硫磷	104.0	99.3	91.1	82.7	72.3	56.1
稻丰散	98.3	93.9	84.2	77.1	66.8	51.8

丙溴磷	96.7	96.9	87.1	80.5	69.1	53.8
苯线磷	85.1	86.6	76.9	70.7	61.0	47.5
三唑磷	87.9	78.3	77.6	63.9	61.7	47.9
蝇毒磷	74.1	72.3	67.9	59.9	53.9	41.9
敌百虫	50.0	48.9	44.1	39.0	33.2	23.8

表29 废水实际样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
三唑磷	97.8	96.4	85.0	78.3	68.1	60.3

表30 加标浓度为10.0 μg/L废水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	51.8	48.9	41.5	34.4	27.0	16.3
速灭磷	64.8	61.6	54.1	46.5	38.9	27.8
内吸磷	59.0	55.2	48.9	39.4	32.7	20.5
灭线磷	102	97.2	87.4	77.5	66.8	51.5
治螟磷	113	107.0	95.6	84.0	73.1	56.3
甲拌磷	104	96.6	89.0	78.3	68.0	52.5
特丁硫磷	105	95.8	84.4	75.0	64.7	49.8
二嗪磷	114	101.0	96.4	85.5	73.7	56.7
地虫硫磷	97.7	91.8	82.1	72.7	62.8	48.3
异稻瘟净	110	103.0	92.2	81.3	70.6	54.4
乐果	104	97.9	87.8	77.5	67.2	51.7
氯唑磷	103	97.9	87.8	77.1	67.2	51.7
甲基毒死蜱	94.9	90.5	80.6	71.6	61.5	47.5
磷胺	95.1	90.1	80.4	71.0	61.5	47.3
甲基对硫磷	98.1	91.1	82.5	72.7	63.2	48.5
毒死蜱	104	99.1	88.8	78.3	67.8	52.3
杀螟硫磷	98.7	93.0	83.8	73.7	64.1	49.4
马拉硫磷	103	101.0	89.9	79.6	68.9	52.9
对硫磷	97.9	92.6	83.4	73.3	63.6	48.9
溴硫磷	92.8	88.2	80.4	69.5	61.5	47.5
甲基异柳磷	105	99.1	88.6	75.4	67.6	52.1
水胺硫磷	107	99.8	89.3	79.2	68.3	52.5
稻丰散	105	97.7	85.5	76.4	65.3	50.2
丙溴磷	103	101.0	88.4	79.8	67.6	52.1
苯线磷	91.8	81.4	73.6	67.2	61.0	53.8

三唑磷	93.7	81.5	78.8	63.4	60.3	46.4
蝇毒磷	96.2	91.1	82.5	72.7	63.2	48.5
敌百虫	42.8	40.1	33.8	27.5	21.2	11.7

表31 加标浓度为500 $\mu\text{g/L}$ 废水水样品保存时间试验

化合物名称	浓度水平 (%)					
	1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d
敌敌畏	54.4	51.6	48.4	43.0	39.2	35.6
速灭磷	57.2	54.2	53.2	45.2	42.0	29.2
内吸磷	61.2	57.6	56.2	48.2	46.2	32.4
灭线磷	97.2	92.6	91.6	81.2	76.4	58.8
治螟磷	107	101	100	88.0	83.6	64.4
甲拌磷	99.4	92.0	93.2	82.0	77.8	60.0
特丁硫磷	99.8	91.2	88.4	78.6	74.0	56.8
二嗪磷	108	96.0	101	89.6	84.2	64.8
地虫硫磷	93.0	87.4	86.0	76.2	71.8	55.2
异稻瘟净	104.4	98.0	96.6	85.2	80.6	62.2
乐果	99.4	93.2	92.0	81.2	76.8	59.0
氯唑磷	98.4	93.2	92.0	80.8	76.8	59.0
甲基毒死蜱	90.4	86.2	84.4	75.0	70.4	54.2
磷胺	90.6	85.8	84.2	74.4	70.4	54.0
甲基对硫磷	93.4	86.8	86.4	76.2	72.2	55.4
毒死蜱	99.4	94.4	93.0	82.0	77.6	59.8
杀螟硫磷	94.0	88.6	87.8	77.2	73.2	56.4
马拉硫磷	101.2	96.0	94.2	83.4	78.8	60.4
对硫磷	93.2	88.2	87.4	76.8	72.8	56.0
溴硫磷	88.4	84.0	84.2	72.8	70.4	54.2
甲基异柳磷	99.8	94.4	92.8	79.0	77.2	59.6
水胺硫磷	101.6	95.0	93.6	83.0	78.0	60.0
稻丰散	99.8	93.0	89.6	80.0	74.6	57.4
丙溴磷	98.2	96.0	92.6	83.6	77.2	59.6
苯线磷	86.4	85.8	81.8	73.4	68.2	52.6
三唑磷	89.2	77.6	82.6	66.4	68.8	53.0
蝇毒磷	88.4	83.4	76.2	72.8	64.4	54.2
敌百虫	39.8	37.2	36.4	29.8	27.0	16.2

由表23~表28可知,对于低浓度(1.00 $\mu\text{g/L}$)地表水和海水加标样品来说,保存期超过3 d,水样中大部分有机磷农药回收率低于70%,无法满足实验要求;对于中浓度(50.0 $\mu\text{g/L}$)、高浓度(100 $\mu\text{g/L}$)的地表水和海水加标样品来说,保存期超过4 d,水样中大部分有机磷农药回收率低于75%,无法满足实验要求。

由表29~表31可知，对于含有有机磷农药的实际样品来说，保存期超过3 d，样品中有机磷农药回收率低于75%，无法满足实验要求；对于低浓度（10.0 μg/L）废水加标样品来说，保存期超过3 d，样品中有机磷农药回收率低于75%，无法满足实验要求；对于高浓度（500 μg/L）废水加标样品来说，保存期超过5 d，样品中有机磷农药回收率低于75%，无法满足实验要求。

因此，本标准确定样品的保存时间为3 d。

综上所述，本标准确定样品保存条件为“样品采集后应于4℃冷藏、避光运输，及时分析。若不能及时分析，应置于4℃冷藏避光保存，保存期为3 d。”

5.7.2 试样的制备

5.7.2.1 氯化钠的加入

水中加入一定量的盐，可以降低有机物在水中的溶解度，提高萃取效率，起到盐析的作用。因此，本标准在萃取前向样品中加入一定量的氯化钠，保证水样中氯化钠的质量浓度为3%左右（接近于海水的含盐量），以此来提高有机磷农药的萃取效率。

5.7.2.2 取样量的确定

由环境质量和污染物排放标准可知，污染物排放标准中规定的最低浓度限值高出环境质量标准中最低浓度限值10倍左右，出于试验过程中的可操作性和标准在实际应用中的考虑，确定地表水和地下水的取样量为1 L，废水的取样量为100 ml。

5.7.2.3 确定前处理方法

5.7.2.3.1 确定萃取溶液

《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）中规定采用三氯甲烷萃取水中的有机磷农药；《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）中规定采用二氯甲烷萃取水中的有机磷农药；EPA 8270E和EPA 8141b中均推荐使用二氯甲烷萃取水中的有机磷农药。因此本标准分别采用二氯甲烷和三氯甲烷萃取浓度为1.0 μg/L水中有机磷农药，其加标回收率具体结果见表32。

表32 二氯甲烷和三氯甲烷萃取加标回收率试验

化合物名称	二氯甲烷萃取加标回收率(%)	三氯甲烷萃取加标回收率(%)
敌敌畏	38.4	41.0
速灭磷	41.7	56.0
内吸磷	40.5	44.0
灭线磷	53.2	64.0
治螟磷	55.1	67.0
甲拌磷	70.4	73.0
特丁硫磷	65.2	87.0
二嗪磷	88.1	108.0
地虫硫磷	54.2	73.0
异稻瘟净	94.1	92.0
乐果	85.3	98.0
氯唑磷	83.1	96.0
甲基毒死蜱	91.4	103.0

磷胺	87.7	106.0
甲基对硫磷	78.2	74.0
毒死蜱	78.2	102.0
杀螟硫磷	63.4	83.0
马拉硫磷	87.1	99.0
对硫磷	76.5	78.0
溴硫磷	72.4	95.0
甲基异柳磷	77.7	99.0
水胺硫磷	84.2	96.0
稻丰散	72.5	73.0
丙溴磷	77.5	96.0
苯线磷	63.8	77.0
三唑磷	72.1	85.0
蝇毒磷	65.9	77.0

由表32可知，对于大部分有机磷农药来说，采用三氯甲烷萃取水中有机磷农药的回收率好于二氯甲烷，因此本标准规定采用三氯甲烷作为萃取溶液。

5.7.2.3.2 确定提取方法

目前实验室常用的有机物的前处理方法主要是液液萃取法和固相萃取法。本实验室对蒸馏水和地表水分别采用液液萃取法和固相萃取法进行了加标回收率试验。

液液萃取法参照EPA 8141b的规定，量取1000 ml水样至分液漏斗中，混匀。向水样中加入30 g氯化钠，振荡至完全溶解后，加入25 ml三氯甲烷溶液，振摇2 min，静置分层。将萃取液转移至相应容器中。重复上述过程2次，合并萃取液。

固相萃取法参照EPA525.2中规定，预先用水相滤膜过滤后的1 L水样加入5 ml甲醇充分混匀，作为待净化液；采用C18膜片或小柱，预先用5 ml乙酸乙酯:二氯甲烷（1:1）、5 ml甲醇和5 ml去离子水活化，保持膜片上3 mm~5 mm的去离子水；缓慢加入待净化液至活化后膜片中，待水样全部通过SPE膜片或小柱后，依次用5 ml乙酸乙酯、5 ml二氯甲烷和3 ml乙酸乙酯:二氯甲烷（1:1）洗脱液洗脱。重复上述过程2次，合并洗脱液。

在采用固相萃取（SPE）处理地表水实际样品时，水样中的悬浮颗粒物对处理过程影响较大，若水样不通过0.45 μm滤膜过滤，则实际样品中的悬浮物将堵塞SPE滤膜或小柱，造成水样无法通过乃至洗脱过程无法进行。

具体回收率试验结果见表28。

由表33可知，第一，采用液液萃取法处理蒸馏水和地表水回收率较为接近，固相萃取法的蒸馏水加标回收率也与液液萃取法相近，说明采用C18小柱或滤膜完全可以满足实验要求，但采用固相萃取进行地表水处理时，部分有机磷农药在蒸馏水和地表水中回收率差异较大，主要原因是处理地表水实际样品的过程中、即水样通过0.45 μm滤膜过滤时造成部分有机磷农药的损失，使实验结果不能满足要求，该缺陷与选择何种材质的SPE滤膜或小柱无关，而是固相萃取法方法本身的问题；第二，EPA 8270E中规定了对于水样只采用液液萃取法来进行处理，该两种方法中都没有提到采用固相萃取法进行水样的前处理；第三，液液萃取法应用简单，成本较低，操作时间短，普遍使用性强，易于推广。

综上所述,针对本标准规定的目标化合物,本方法选择液液萃取法作为样品的提取方法。

表33 蒸馏水、地表水采用液液萃取法和固相萃取法的加标回收率

化合物名称	蒸馏水液液萃取法 加标回收率 (%)	地表水液液萃取法 加标回收率 (%)	蒸馏水固相萃取法 加标回收率 (%)	地表水固相萃取法 加标回收率 (%)
敌敌畏	57.2	46.7	60.3	54.3
速灭磷	72.4	67.8	73.5	68.3
内吸磷	76.0	64.9	41.5	0.7
灭线磷	88.3	90.7	78.7	72.3
治螟磷	91.8	93.1	77.1	58.0
甲拌磷	94.3	91.6	67.0	21.9
特丁硫磷	96.0	96.9	67.3	16.6
二嗪磷	90.3	76.6	81.9	66.2
地虫硫磷	83.6	86.6	72.7	47.5
异稻瘟净	95.0	103.0	93.6	71.9
乐果	89.2	88.7	18.3	20.7
氯唑磷	87.9	97.3	87.9	72.3
甲基毒死蜱	89.3	96.5	83.8	22.2
磷胺	92.4	86.5	87.0	84.6
甲基对硫磷	89.2	96.2	85.0	10.6
毒死蜱	87.5	94.0	78.5	15.5
杀螟硫磷	89.4	97.2	90.3	5.2
对硫磷	89.1	99.2	87.1	9.7
马拉硫磷	92.0	96.7	90.4	32.0
溴硫磷	88.1	94.0	81.4	3.1
甲基异柳磷	92.0	101.1	93.8	66.9
水胺硫磷	93.3	99.4	85.8	71.5
稻丰散	95.9	98.3	91.2	13.5
丙溴磷	92.9	95.5	98.1	18.3
苯线磷	100.0	88.7	97.8	42.2
三唑磷	101.6	105.3	109.2	25.6
蝇毒磷	95.4	100.6	82.7	2.5

5.7.2.3.3 确定萃取条件

本标准中规定的萃取方式为:对于地表水和地表水来说,“加入25 ml三氯甲烷,振摇2 min,静置分层”;对于废水来说,“加入10 ml三氯甲烷,振摇2 min,静置分层”。但未对萃取次数进行规定,因此本标准分别对浓度为1.0 μg/L的地表水中有机磷农药和浓度为10.0 μg/L的废水进行萃取,萃取次数从1次起依次递增,其加标回收率具体结果见表34和表35。

表34 浓度为1.0 μg/L的地表水萃取次数实验

化合物名称	萃取1次 加标回收率 (%)	萃取2次 加标回收率 (%)	萃取3次 加标回收率 (%)	萃取4次 加标回收率 (%)
敌敌畏	28.6	39.7	45.5	44.4
速灭磷	36.2	57.6	60.2	64.4
内吸磷	38.0	55.2	63.7	61.7
灭线磷	44.2	77.1	85.7	86.2
治螟磷	45.9	79.1	89.0	88.4
甲拌磷	56.6	77.9	91.5	89.0
特丁硫磷	57.6	82.4	93.1	92.1
二嗪磷	54.2	65.1	87.6	88.8
地虫硫磷	50.2	73.6	81.1	82.3
异稻瘟净	57.0	87.6	92.2	97.9
乐果	53.5	75.4	86.5	84.3
氯唑磷	52.7	82.7	85.3	92.4
甲基毒死蜱	53.6	82.0	86.6	91.7
磷胺	55.4	73.5	89.6	87.2
甲基对硫磷	53.5	81.8	86.5	91.4
毒死蜱	54.7	79.9	84.9	89.3
杀螟硫磷	55.9	82.6	86.7	92.3
对硫磷	55.7	84.3	86.4	94.2
马拉硫磷	57.5	82.2	89.2	91.9
溴硫磷	55.1	79.9	85.5	89.3
甲基异柳磷	52.9	85.9	89.2	96.0
水胺硫磷	53.6	84.5	90.5	94.4
稻丰散	55.1	83.6	93.0	93.4
丙溴磷	53.4	81.2	90.1	90.7
苯线磷	57.5	75.4	97.0	94.3
三唑磷	58.4	89.5	98.6	100.0
蝇毒磷	54.9	85.5	92.5	95.6

表35 浓度为10.0 μg/L的废水萃取次数实验

化合物名称	萃取1次 加标回收率 (%)	萃取2次 加标回收率 (%)	萃取3次 加标回收率 (%)	萃取4次 加标回收率 (%)
敌敌畏	29.5	41.7	47.8	46.6
速灭磷	37.3	60.5	63.2	67.6
内吸磷	39.1	58.0	66.9	64.8

灭线磷	45.5	81.0	90.0	90.5
治螟磷	47.3	83.1	93.5	92.8
甲拌磷	58.3	81.8	96.1	93.5
特丁硫磷	59.3	88.2	99.6	98.5
二嗪磷	55.8	69.7	93.7	95.0
地虫硫磷	51.7	78.8	86.8	88.1
异稻瘟净	58.7	93.7	98.7	104.8
乐果	55.1	80.7	92.6	90.2
氯唑磷	54.3	88.5	91.3	98.9
甲基毒死蜱	55.2	87.7	92.7	98.1
磷胺	57.1	78.6	95.9	93.3
甲基对硫磷	55.1	90.0	95.2	100.5
毒死蜱	56.3	87.9	93.4	98.2
杀螟硫磷	57.6	90.9	95.4	101.5
对硫磷	57.4	92.7	95.0	103.6
马拉硫磷	59.2	90.4	98.1	101.1
溴硫磷	56.8	87.9	94.1	98.2
甲基异柳磷	54.5	94.5	98.1	105.6
水胺硫磷	55.2	93.0	99.6	103.8
稻丰散	56.8	92.0	102.3	102.7
丙溴磷	55.0	87.7	97.3	98.0
苯线磷	59.2	81.4	104.8	101.8
三唑磷	60.2	96.7	106.5	108.0
蝇毒磷	56.5	92.3	99.9	103.2

由表34和表35可知，萃取1次的回收率不能满足实验要求，萃取2次的回收率可以满足实验要求，且萃取次数达到2次以上之后，回收率增加有限，由于本标准使用的萃取剂是三氯甲烷，大量使用对实验人员身体健康和环境都会造成一定的影响，综合考虑以上因素，故本标准规定萃取次数不能少于2次。

5.7.2.3.4 浓缩温度的确定

由于有机磷农药的性质各异，热稳定性和沸点等因素各不相同，实验室对浓度为1.0 $\mu\text{g/ml}$ 的10 ml有机磷农药萃取液进行不同温度下的浓缩实验，浓缩至1.0 ml，其具体结果见表36。

表36 浓度为1.0 $\mu\text{g/ml}$ 浓缩温度实验

化合物名称	浓缩温度20℃时的 浓度 $\mu\text{g/ml}$	浓缩温度30℃时的 浓度 $\mu\text{g/ml}$	浓缩温度40℃时的 浓度 $\mu\text{g/ml}$	浓缩温度50℃时的 浓度 $\mu\text{g/ml}$
敌敌畏	9.67	9.96	9.38	8.91
速灭磷	9.78	10.1	9.49	9.01

内吸磷	9.49	9.77	9.21	8.75
灭线磷	9.77	10.06	9.48	9.00
治螟磷	9.31	9.59	9.03	8.58
甲拌磷	9.66	9.95	9.37	8.90
特丁硫磷	9.69	9.48	9.26	7.17
二嗪磷	9.66	9.95	9.37	8.90
地虫硫磷	9.66	9.95	9.37	8.90
异稻瘟净	10.3	10.6	9.99	9.49
乐果	9.87	10.2	9.57	9.10
氯唑磷	9.73	10.02	9.44	8.97
甲基毒死蜱	9.65	9.94	9.36	8.89
磷胺	9.65	9.94	9.36	8.89
甲基对硫磷	9.62	9.91	9.33	8.86
毒死蜱	9.40	9.68	9.12	8.66
杀螟硫磷	9.72	10.0	9.43	8.96
对硫磷	9.92	10.2	9.62	9.14
马拉硫磷	9.67	9.96	9.38	8.91
溴硫磷	9.40	9.68	9.12	8.66
甲基异柳磷	10.1	10.4	9.81	9.32
水胺硫磷	9.94	10.2	9.64	9.16
稻丰散	9.83	10.12	9.54	9.06
丙溴磷	9.55	9.84	9.26	8.80
苯线磷	9.87	10.2	9.57	9.10
三唑磷	10.5	10.8	10.21	9.70
蝇毒磷	10.1	10.4	9.76	9.27

由表36可知，浓缩温度在40℃以下时，有机磷农药浓度变化不大，当温度达到50℃时，沸点为69℃的特丁硫磷浓度明显下降，而其他有机磷农药的浓度也有所下降。因此，本标准规定浓缩时温度不能高于40℃。

5.7.2.3.5 净化方法

气相色谱-质谱方法的净化，其主要目的是为了去除试样中的大分子和有色物质，以减少对毛细气相色谱柱的损害。

现有商品化的SPE净化小柱已经普及，使用快速方便。本标准部分参照《固体废物 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》（HJ 963-2018）中的净化方法，采用石墨化炭黑填料小柱进行水中有机磷农药的净化。其中石墨化炭黑填料小柱对去除水中有色物质，其去除有色物质的效果见图2。



图2 石墨化炭黑填料小柱净化效果图（左侧为未净化样品，右侧为净化样品）

配制浓度为 $1.0\ \mu\text{g/ml}$ 的有机磷农药标准溶液，按照标准中规定的净化方式进行净化，其结果见表37。

表37 石墨化炭黑填料小柱净化效果试验

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/ml}$)
敌敌畏	0.92
速灭磷	0.91
内吸磷	0.84
灭线磷	0.95
治螟磷	0.92
甲拌磷	0.91
特丁硫磷	0.86
二嗪磷	0.88
地虫硫磷	1.02
异稻瘟净	0.85
乐果	0.91
氯唑磷	1.03
甲基毒死蜱	0.97
磷胺	0.86
甲基对硫磷	0.84
毒死蜱	0.97
杀螟硫磷	0.83
马拉硫磷	0.97
对硫磷	0.88
溴硫磷	0.97
甲基异柳磷	0.97
水胺硫磷	0.93

稻丰散	0.89
丙溴磷	0.96
苯线磷	0.93
三唑磷	0.85
蝇毒磷	0.94

由图2和表37可知,可以采用石墨化炭黑填料小柱对试样进行净化,其结果满足实验要求。因此,本标准规定试样的净化方式为“用5 ml正己烷:丙酮(1:1)活化石墨化炭黑填料小柱,再将1 ml待测提取液加入到活化后的石墨化炭黑填料小柱中,接着用10 ml正己烷:丙酮(1:1)洗脱,收集全部过柱的洗脱液,浓缩近干后用正己烷:丙酮(1:1)定容至1.0 ml,加入5.0 μl内标标准溶液,待测。”

5.7.2.3.6 敌百虫的前处理方法

标准编制组经查阅文献及资料,敌百虫在中性及碱性条件下易水解为敌敌畏,且pH值越大水解速度越快,同时敌敌畏在碱性溶液中也会发生碱解。^[24-25]因此本标准参照《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 13192-1991)中规定的方法,在碱性环境下将敌百虫转化为敌敌畏后,再将溶液调至微酸性测定敌敌畏,通过计算出的敌敌畏的含量来计算敌百虫的含量。处理方法如下:“收集的水层用氢氧化钠调pH至9~10后,倒入锥形瓶中,盖好瓶盖,置于50℃的水浴锅中进行碱解,不断摇动锥形瓶。15 min后取出锥形瓶,冷却至室温,用硫酸溶液调pH至5~6后,将此溶液转移至分液漏斗中进行萃取和浓缩”。

综上所述,本标准采用液液萃取法进行水中有机磷农药的萃取工作,采用石墨化炭黑填料小柱净化方式进行萃取液的净化,敌百虫参照《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 13192-1991)中规定将其转化为敌敌畏后进行测定。

5.7.2.4 采用正己烷:丙酮(1:1)定容

EPA 8141b中规定“不推荐浓缩后采用正己烷定容,这样会造成部分强极性的有机磷农药损失,方法推荐浓缩后使用二氯甲烷或正己烷丙酮的混合溶液定容”;《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》(GB/T 13192-1991)中规定使用三氯甲烷定容。本标准选用三氯甲烷作为萃取液,但用石墨化炭黑填料小柱净化样品时,需用正己烷:丙酮(1:1)洗脱,因此,本标准参照EPA 8141b中的规定,浓缩后采用正己烷:丙酮(1:1)定容。

5.7.3 试样的保存

5.7.3.1 试样的保存温度

EPA 8141b中规定“萃取液于4℃下保存,40天内分析测定”;EPA 8270E中规定“萃取液在4℃条件下可保存30天,”由于有机物萃取液在低温情况下保存效果更好,且本标准中使用的有机磷农药标准贮备液,柱处理液等溶液均在<-18℃下冷冻保存,因此本标准规定试样的保存温度为<-18℃冷冻保存。

5.7.3.2 试样的保存时间

本标准对进行<-18℃冷冻保存、浓度为1.0 μg/ml的标准溶液进行测定,其结果见表38。

表38 试样保存试验

化合物名称	浓度(μg/L)					
	10 d	15 d	20 d	30 d	40 d	50 d

敌敌畏	0.99	0.96	0.94	0.89	0.82	0.72
速灭磷	0.86	0.83	0.82	0.77	0.71	0.63
内吸磷	0.8	0.78	0.76	0.72	0.66	0.58
灭线磷	0.91	0.88	0.86	0.82	0.76	0.66
治螟磷	0.9	0.87	0.86	0.81	0.75	0.66
甲拌磷	0.99	0.96	0.94	0.89	0.82	0.72
特丁硫磷	0.86	0.83	0.82	0.77	0.71	0.63
二嗪磷	0.88	0.85	0.84	0.79	0.73	0.64
地虫硫磷	1.02	0.99	0.97	0.92	0.85	0.74
异稻瘟净	0.82	0.80	0.78	0.74	0.68	0.60
乐果	0.91	0.88	0.86	0.82	0.76	0.66
氯唑磷	1.01	0.98	0.96	0.91	0.84	0.74
甲基毒死蜱	0.99	0.96	0.94	0.89	0.82	0.72
磷胺	0.81	0.79	0.77	0.73	0.67	0.59
甲基对硫磷	0.79	0.77	0.75	0.71	0.66	0.58
毒死蜱	0.97	0.94	0.92	0.87	0.81	0.71
杀螟硫磷	0.87	0.84	0.83	0.78	0.72	0.64
马拉硫磷	0.97	0.94	0.92	0.87	0.81	0.71
对硫磷	0.81	0.79	0.77	0.73	0.67	0.59
溴硫磷	0.97	0.94	0.92	0.87	0.81	0.71
甲基异柳磷	0.97	0.94	0.92	0.87	0.81	0.71
水胺硫磷	0.93	0.90	0.88	0.84	0.77	0.68
稻丰散	0.78	0.76	0.74	0.70	0.65	0.57
丙溴磷	0.96	0.93	0.91	0.86	0.80	0.70
苯线磷	0.83	0.81	0.79	0.75	0.69	0.61
三唑磷	0.79	0.77	0.75	0.71	0.66	0.58
蝇毒磷	0.75	0.73	0.71	0.68	0.62	0.55

由表38可知，当试样保存时间达到30 d时，部分有机磷农药降解超过25%，不能满足实验的要求，因此本标准试样的保存条件为“试样置于<-18℃下冷冻保存，保存期为30 d”。

5.8 分析步骤

5.8.1 仪器参考条件的设定

有机磷农药属于半挥发性有机物，故本标准中色谱和质谱运行条件的设定参照美国EPA 8270E中规定，该色谱质谱分析条件只是作为参考。若经过验证，其他条件也适用于本标准。

5.8.2 关于分流不分流的问题

EPA 8270E中规定仪器使用前采用DFTPP进行仪器性能检查，DFTPP溶液的浓度为50 mg/L，且方法采用不分流的进样方式。本标准规定的曲线最高点浓度100 mg/L并不超出GC/MS系统的工作范围。此外，实验室针对曲线浓度范围进行了若干试验，其具体结果见表

表39 不分流以及分流比5:1响应因子相对标准偏差

化合物名称&相对响应因子 (%)	不分流	分流比 5:1
敌敌畏	6.5	19.3
速灭磷	11.2	32.7
内吸磷	14.2	27.2
灭线磷	7.3	24.0
治螟磷	7.7	19.3
甲拌磷	8.3	24.1
特丁硫磷	10.8	29.1
二嗪磷	8.6	34.2
地虫硫磷	6.9	12.4
异稻瘟净	14.7	49.8
乐果	8.6	27.6
氯唑磷	4.2	13.8
甲基毒死蜱	3.6	8.8
磷胺	16.1	30.7
甲基对硫磷	18.5	37.8
毒死蜱	3.6	40.4
杀螟硫磷	12.8	38.2
对硫磷	7.9	22.5
马拉硫磷	16.9	45.4
溴硫磷	4.3	9.8
甲基异柳磷	4.7	16.4
水胺硫磷	7.2	23.4
稻丰散	20.0	51.2
丙溴磷	8.5	15.9
苯线磷	17.3	71.9
三唑磷	18.8	39.3
蝇毒磷	19.5	81.2

由表39可知，采用不分流进样，目标化合物曲线线性较好，相对响应因子较低，更能满足实验要求。

因此，本标准进样方式采用不分流进样。

5.8.3 确定扫描方式

在2017年11月召开的标准征求意见稿研讨会上，由于原标准中质谱采用全扫描方式，有机磷农药的检出限无法满足新颁布的《地下水质量标准》（GB 14848-2017）中规定的I类地下水部分有机磷农药（敌敌畏、甲基对硫磷、马拉硫磷、乐果、毒死蜱）的限值要求（ $\leq 0.05 \mu\text{g/L}$ ），因此专家提出“增加选择离子定量方式并补充地表水和地下水低浓度实验室间验证数据”，目的是为了试验质谱采用选择离子定量方式后，有机磷农药的检出限是否能够满足标准的要求。

I类地下水中对敌敌畏、甲基对硫磷、马拉硫磷、乐果、毒死蜱的限值要求是 $\leq 0.05 \mu\text{g/L}$ ，按取样量1 L计算，待分析试样中上述化合物的浓度需小于 $0.05 \mu\text{g/ml}$ 。实验室配制了浓度为 $0.01 \mu\text{g/ml}$ 、 $0.02 \mu\text{g/ml}$ 和 $0.05 \mu\text{g/ml}$ 的有机磷农药标准溶液，采用质谱采用选择离子定量方式进行计算，其结果见表40-1。

表40-1 选择离子定量方式的峰面积

化合物名称	0.01 $\mu\text{g/ml}$	0.02 $\mu\text{g/ml}$	0.05 $\mu\text{g/ml}$
敌敌畏目标离子峰面积	91	359	804
甲基对硫磷离子峰面积	/	61	138
马拉硫磷离子峰面积	/	177	185
乐果离子峰面积	/	/	/
毒死蜱离子峰面积	/	/	/

由表40-1可知，即使采用选择离子定量方式，乐果和毒死蜱两种化合物在低浓度下没有出峰。由于有机磷农药性质比较活泼，易被分析系统中的活性点吸附，本方法在进样前采用提前注入柱处理液的方式“饱和”系统中的活性点来减少分析系统对有机磷农药的吸附，由表16可知，柱处理液的残留峰面积一般都在300以下，此处5种化合物的峰面积没有或者低于300，因此在本标准规定条件下上述5种化合物采用选择离子定量方式在低浓度条件下可能无法检出。

此外，实验室还进行了内部实验，发现目标化合物在全扫描和选择离子这两种定量方式下，其目标离子的峰面积相差不超过3倍；按照选择离子定量方式对《地下水环境标准》(GB/T 14848-2017)中规定的有机磷化合物进行检出限的计算（（1）按照检出限为 $0.05 \mu\text{g/L}$ ，配制有机磷农药浓度为检出限6倍即 $0.3 \mu\text{g/L}$ （敌敌畏浓度为 $0.6 \mu\text{g/L}$ ）的水样进行七次平行测定（2）重新绘制校准曲线，其线性范围为 $0.1 \mu\text{g/ml}$ 、 $0.2 \mu\text{g/ml}$ 、 $1.0 \mu\text{g/ml}$ 、 $2.0 \mu\text{g/ml}$ 、 $10.0 \mu\text{g/ml}$ 和 $20.0 \mu\text{g/ml}$ ，与全扫描定量方式相比，其校准曲线点浓度值降低5倍），其结果见表40-2。

表40-2 选择离子定量方式计算的方法检出限

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)							标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	七次浓度均值与检出限的比值
	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次	第6次	第7次			
敌敌畏	0.36	0.27	0.31	0.26	0.29	0.35	0.32	0.037	0.2	2.6
乐果	0.35	0.27	0.30	0.28	0.35	0.23	0.33	0.043	0.2	2.2
甲基对硫磷	0.26	0.23	0.30	0.27	0.29	0.26	0.34	0.036	0.2	2.4
毒死蜱	0.35	0.32	0.35	0.29	0.37	0.26	0.34	0.039	0.2	2.7
马拉硫磷	0.31	0.27	0.35	0.31	0.35	0.28	0.25	0.040	0.2	2.4

由表40-2可知，以上几种化合物的检出限均为 $0.2 \mu\text{g/L}$ ，无法满足《地下水质量标准》(GB/T 14848-2017)的要求。

综上所述，即使采用选择离子定量方式，也无法满足《地下水环境质量标准》(GB/T 14848-2017)中I类地下水的限值要求，因此本标准无需增加选择离子定量方式，采用全扫描一种定量方式即可。

5.8.4 确定曲线线性范围

由表2~表5可知，有机磷农药的环境质量标准限值大多在0.0005 mg/L~0.1 mg/L之间；现行有效的有机磷农药的污染物排放标准中，有机磷农药的排放标准限值大多在0.05 mg/L~2.0 mg/L之间；在未颁布的《农药工业水污染物排放标准》中，本方法涉及的有机磷农药，其规定排放浓度限值大概在0.01 mg/L~0.5 mg/L之间。

EPA 8270E中规定“至少配制浓度不同的 5 个校准标准溶液，至少有一种校准标准溶液有浓度等于或低于样品的浓度，以符合本项目数据质量目标的要求。另外的标准溶液浓度范围应与实际样品的浓度范围一致，但不要超过GC/MS系统的工作范围。每一标准溶液中都含有使用本方法检测的每种分析物。”

综合以上因素考虑，本方法确定曲线线性范围为0.5 µg/ml、1.0 µg/ml、5.0 µg/ml、10.0 µg/ml、50.0 µg/ml和100 µg/ml，当取样量为1 L时，对应浓度为0.0005 mg/L、0.001 mg/L、0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L，基本可以满足环境质量标准的要求；当取样量为100 ml时，对应浓度分别为0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L，基本可以满足污染物排放标准的要求。综上所述，线性范围基本包含环境质量标准和污染物排放标准的全部浓度。

此外，实验室进行了高浓度样品的残留试验，采用不分流进样分析曲线最高浓度点100 µg/ml后分析空白，其结果见表41。

表41 高浓度样品残留试验

化合物名称	浓度 (µg/ml)	化合物名称	浓度 (µg/ml)
敌敌畏	0.01	甲基对硫磷	0.01
速灭磷	0.02	毒死蜱	0.00
内吸磷	0.02	杀螟硫磷	0.01
灭线磷	0.02	马拉硫磷	0.02
治螟磷	0.01	对硫磷	0.00
甲拌磷	0.01	溴硫磷	0.02
特丁硫磷	0.01	甲基异柳磷	0.02
二嗪磷	0.01	水胺硫磷	0.00
地虫硫磷	0.02	稻丰散	0.00
异稻瘟净	0.02	丙溴磷	0.00
乐果	0.01	苯线磷	0.01
氯唑磷	0.02	三唑磷	0.01
甲基毒死蜱	0.02	蝇毒磷	0.00
磷胺	0.01	/	/

由表41可知，分析100 µg/ml后基本没有残留，可以满足实验要求。因此，本标准确定标准曲线的范围为0.5 µg/ml~100 µg/ml。

5.8.5 确定内吸磷、速灭磷和磷胺的保留时间和定量方式

经查询《农药中文通用名称》(GB4839-2009)得知，在本标准规定的目标化合物中，速灭磷是(E)-速灭磷和(Z)-速灭磷两种异构体的混合物；内吸磷是内吸磷-O和内吸磷-S两种化合物的混合物；磷胺是(E)-磷胺和(Z)-磷胺两种异构体的混合物。经咨询标准溶液订制公司，其也无法确定速灭磷和磷胺的两种异构体的浓度比例。

在本标准规定的条件下，后出峰的内吸磷-O 的保留时间（21.945 min）与特丁硫磷的保留时间（21.994 min）基本重叠，很难找到特定的色谱峰；标准曲线系列低浓度点无法检测出内吸磷-O；EPA 8141b 也推荐使用较早出峰的内吸磷-S 作为内吸磷的定量化合物。综上所述，本标准内吸磷的定性及定量均按照内吸磷-S 来进行。

速灭磷分为（E）-速灭磷和（Z）-速灭磷，两种异构体有各自的保留时间，不单独规定速灭磷的保留时间；由于无法确定速灭磷两种异构体（E）-速灭磷和（Z）-速灭磷的浓度比例，本标准规定将速灭磷的两种异构体作为两个独立的目标化合物，速灭磷的定量离子峰面积为两个异构体峰面积之和，以此峰面积来参与平均相对响应因子计算或线性回归标准曲线的绘制。

磷胺的定量方式参照速灭磷。

5.8.6 确定方法的检出限、测定下限

按照本标准中样品分析的全部步骤，根据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168）的要求，对浓度值（含量）为估计方法检出限 2~5 倍的样品进行 7 次平行测定。计算 7 次平行测定的标准偏差，按公式（1）计算方法检出限：

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (1)$$

式中： MDL ——方法检出限；

n ——样品的平行测定次数；

t ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时 t 分布；

S —— n 次平行测定的标准偏差。

其中，当自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 值可参考表 42 取值：

表 42 t 值表

平行测定次数（ n ）	自由度（ $n-1$ ）	$t_{(n-1,0.99)}$
7	6	3.143

本标准配制有机磷农药浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ （敌敌畏、内吸磷和敌百虫浓度为 2.0 $\mu\text{g/L}$ ）的空白水样，按照地表水、地下水和海水的测定过程进行七次平行测定；配制有机磷农药浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ （敌敌畏、内吸磷和敌百虫浓度为 20.0 $\mu\text{g/L}$ ）的空白水样，按照生活污水和工业废水的测定过程进行七次平行测定，具体测定结果及实验室内检出限见表 43 和表 44。

4 倍检出限即为测定下限。

由表 43 和表 44 可知，目标化合物的实验室内检出限满足 HJ 168 中相关规定，且检出限和测定下限均能满足相关环境质量和污染物排放标准的要求。

表 43 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水、地下水和海水）

名称	测定结果（ $\mu\text{g/L}$ ）							标准偏差 S （ $\mu\text{g/L}$ ）	检出限 （ $\mu\text{g/L}$ ）	七次浓度均值与检出限的比值
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次	第 7 次			
敌敌畏	0.89	0.82	0.94	0.81	0.88	0.85	0.96	0.057	0.2	4.9
（E）-速灭磷	0.57	0.62	0.58	0.73	0.6	0.65	0.63	0.054	0.2	3.1
（Z）-速灭磷	0.52	0.57	0.54	0.67	0.55	0.59	0.58	0.049	0.2	3.8

内吸磷	0.91	0.84	0.98	0.73	0.83	0.84	0.75	0.086	0.3	3.1
灭线磷	0.8	0.93	0.79	0.74	0.82	0.74	0.77	0.065	0.2	4.0
治螟磷	0.87	0.76	0.78	0.73	0.83	0.74	0.67	0.066	0.3	3.7
甲拌磷	0.7	0.64	0.64	0.73	0.63	0.59	0.73	0.054	0.2	3.3
特丁硫磷	0.79	0.73	0.75	0.72	0.77	0.65	0.87	0.068	0.3	3.5
二嗪磷	1.02	0.83	0.96	0.81	0.95	0.89	1.08	0.098	0.4	3.0
地虫硫磷	0.76	0.72	0.77	0.81	0.74	0.66	0.73	0.047	0.2	3.7
异稻瘟净	0.92	0.81	0.94	0.82	0.94	0.71	0.92	0.088	0.3	3.1
乐果	0.89	0.81	0.91	0.85	0.88	0.70	0.98	0.088	0.3	3.1
氯唑磷	0.89	0.82	0.89	0.91	0.88	0.72	0.96	0.077	0.3	3.6
甲基毒死蜱	0.96	0.85	1.07	0.88	0.99	0.87	1.03	0.085	0.3	3.2
(E)-磷胺	0.85	1.04	0.99	1.04	0.95	0.90	0.84	0.084	0.3	3.6
(Z)-磷胺	0.97	0.91	1.11	0.85	1.03	0.86	1.06	0.101	0.4	3.1
甲基对硫磷	0.77	0.68	0.89	0.8	0.86	0.78	0.74	0.071	0.3	3.5
毒死蜱	1.06	0.95	1.05	0.88	1.11	0.84	1.02	0.100	0.4	3.1
杀螟硫磷	0.93	1.03	1.09	0.96	1.05	0.86	0.83	0.098	0.4	3.1
对硫磷	1.02	0.88	0.94	0.93	1.06	0.77	0.99	0.097	0.3	3.1
马拉硫磷	0.92	0.96	1.06	0.94	1.06	0.85	0.84	0.089	0.3	3.2
溴硫磷	0.98	0.93	1.02	0.87	1.08	0.82	0.95	0.088	0.3	3.2
甲基异柳磷	0.88	0.94	1.07	0.86	1.08	0.83	0.99	0.100	0.4	3.0
水胺硫磷	0.96	0.87	1.01	0.83	1.09	0.86	0.96	0.093	0.3	3.1
稻丰散	0.9	0.76	1.02	0.88	0.9	0.79	0.83	0.086	0.3	3.2
丙溴磷	1.04	0.83	1.12	1.07	1.09	0.98	0.96	0.099	0.4	3.3
苯线磷	0.9	0.81	0.93	0.84	0.94	0.86	0.77	0.063	0.2	4.4
三唑磷	0.91	0.84	0.98	0.73	0.87	0.74	0.85	0.089	0.3	3.0
蝇毒磷	0.84	0.89	0.94	0.72	0.9	0.74	0.77	0.086	0.3	3.1
敌百虫	0.79	0.82	0.74	0.81	0.83	0.85	0.96	0.068	0.2	3.9

表 44 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

名称	测定结果 (μg/L)							标准偏差 S (μg/L)	检出限 (μg/L)	七次浓度均 值与检出限 的比值
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次	第 7 次			
敌敌畏	10.25	12.17	11.89	11.02	12.71	10.47	10.04	1.04	4	3.4
(E)-速灭磷	6.90	7.50	7.02	8.83	7.26	7.87	7.62	0.65	3	3.7
(Z)-速灭磷	6.42	6.94	7.01	7.55	7.24	6.99	8.04	0.51	2	4.4
内吸磷	9.32	8.57	10.46	9.18	10.21	10.52	9.35	0.74	3	4.1
灭线磷	8.8	10.23	8.69	8.14	9.02	8.14	8.47	0.72	3	3.9
治螟磷	9.57	8.36	8.58	8.03	9.13	8.14	7.37	0.73	3	3.7

甲拌磷	7.7	7.04	7.04	8.03	6.93	6.49	8.03	0.60	2	3.9
特丁硫磷	8.69	8.03	8.25	7.92	8.47	7.15	9.57	0.75	3	3.5
二嗪磷	11.22	9.13	10.56	8.91	10.45	9.79	11.88	1.08	4	3.0
地虫硫磷	8.36	7.92	8.47	8.91	8.14	7.26	8.03	0.51	2	5.0
异稻瘟净	10.12	8.91	10.34	9.02	10.34	7.81	10.12	0.97	4	3.1
乐果	9.79	8.91	10.01	9.35	9.68	7.7	10.78	0.97	4	3.1
氯唑磷	9.79	9.02	9.79	10.01	9.68	7.92	10.56	0.85	3	3.6
甲基毒死蜱	10.56	9.35	11.77	9.68	10.89	9.57	11.33	0.94	3	3.5
(E)-磷胺	9.85	11.02	10.86	10.04	9.25	11.23	10.82	0.73	3	4.5
(Z)-磷胺	10.67	10.01	12.21	9.35	11.33	9.46	11.66	1.11	4	3.1
甲基对硫磷	8.47	7.48	9.79	8.8	9.46	8.58	8.14	0.78	3	3.5
毒死蜱	11.66	10.45	11.55	9.68	12.21	9.24	11.22	1.10	4	3.1
杀螟硫磷	10.23	11.33	11.99	10.56	11.55	9.46	9.13	1.08	4	3.1
对硫磷	11.22	9.68	10.34	10.23	11.66	8.47	10.89	1.06	4	3.1
马拉硫磷	10.12	10.56	11.66	10.34	11.66	9.35	9.24	0.98	4	3.4
溴硫磷	10.78	10.23	11.22	9.57	11.88	9.02	10.45	0.97	4	3.4
甲基异柳磷	9.68	10.34	11.77	9.46	11.88	9.13	10.89	0.97	4	3.0
水胺硫磷	10.56	9.57	11.11	9.13	11.99	9.46	10.56	1.10	4	3.2
稻丰散	9.9	8.36	11.22	9.68	9.9	8.69	9.13	1.02	4	3.2
丙溴磷	11.44	9.13	12.32	11.77	11.99	10.78	10.56	0.95	3	3.3
苯线磷	9.9	8.91	10.23	9.24	10.34	9.46	8.47	1.09	4	4.4
三唑磷	10.01	9.24	10.78	8.03	9.57	8.14	9.35	0.69	3	3.0
蝇毒磷	9.24	9.79	10.34	7.92	9.9	8.14	8.47	0.98	4	3.1
敌百虫	9.86	8.36	10.22	9.68	9.64	8.69	9.13	0.95	3	4.5

5.8.7 实验室内精密度和准确度

实验室内对地表水（大连碧流河）、地下水（大连东泰地下水）和海水（大连湾海水）分别进行加标测定，每种水样的加标浓度分别为 1.00 μg/L、10.0 μg/L 和 90.0 μg/L，其精密度和准确度结果见表 45~表 53；实验室内对生活污水（污水处理厂排口）、工业废水（葫芦岛凌云集团农药化工有限公司（主要有机磷农药产品为马拉硫磷、三唑磷和毒死蜱）废水排放口样品）和工业废水加标样品进行测定，每种水样的加标浓度分别为 10.0 μg/L、100 μg/L 和 900 μg/L，其精密度和准确度结果见表 54~表 60。

表 45 加标浓度为 1.00 μg/L 地表水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 (μg/L)						标准偏差 S (μg/L)	浓度均值 (μg/L)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	0.49	0.48	0.42	0.31	0.43	0.34	0.0731	0.41	17.1	41.16
速灭磷	0.73	0.65	0.62	0.63	0.57	0.58	0.0576	0.63	9.2	63.00

氘代磷酸三丁酯	0.86	0.93	0.76	0.87	0.97	0.81	0.0766	0.87	8.8	86.67
内吸磷	0.46	0.39	0.49	0.44	0.31	0.41	0.0631	0.42	15.2	41.67
灭线磷	0.74	0.74	0.93	0.77	0.8	0.79	0.0706	0.80	8.9	79.50
治螟磷	0.73	0.74	0.76	0.67	0.87	0.78	0.0662	0.76	8.7	75.83
甲拌磷	0.73	0.59	0.64	0.73	0.7	0.64	0.0571	0.67	8.5	67.17
特丁硫磷	0.72	0.65	0.73	0.87	0.79	0.75	0.0739	0.75	9.8	75.17
二嗪磷	0.81	0.89	0.83	1.08	1.02	0.96	0.1072	0.93	11.5	93.17
地虫硫磷	0.81	0.66	0.72	0.73	0.76	0.77	0.0512	0.74	6.9	74.17
异稻瘟净	0.82	0.71	0.81	0.92	0.92	0.94	0.0894	0.85	10.5	85.33
乐果	0.85	0.70	0.81	0.98	0.89	0.91	0.0958	0.86	11.2	85.67
氯唑磷	0.91	0.72	0.82	0.96	0.89	0.89	0.0841	0.87	9.7	86.50
甲基毒死蜱	0.88	0.87	0.85	1.03	0.96	1.07	0.0916	0.94	9.7	94.33
磷胺	0.85	0.86	0.91	1.06	0.97	1.11	0.1070	0.96	11.1	96.00
甲基对硫磷	0.80	0.78	0.68	0.74	0.77	0.89	0.0695	0.78	9.0	77.67
毒死蜱	0.88	0.84	0.95	1.02	1.06	1.05	0.0920	0.97	9.5	96.67
杀螟硫磷	0.96	0.86	1.03	0.83	0.93	1.09	0.0990	0.95	10.4	95.00
对硫磷	0.93	0.77	0.88	0.99	1.02	0.94	0.0889	0.92	9.6	92.17
马拉硫磷	0.94	0.85	0.96	0.84	0.92	1.06	0.0806	0.93	8.7	92.83
溴硫磷	0.87	0.82	0.93	0.95	0.98	1.02	0.0731	0.93	7.9	92.83
甲基异柳磷	0.86	0.83	0.94	0.99	0.88	1.07	0.0902	0.93	9.7	92.83
水胺硫磷	0.83	0.86	0.87	0.96	0.96	1.01	0.0712	0.92	7.8	91.50
稻丰散	0.88	0.79	0.76	0.83	0.9	1.02	0.0931	0.86	10.8	86.33
丙溴磷	1.07	0.98	0.83	0.96	1.04	1.12	0.1018	1.00	10.2	100.00
苯线磷	0.84	0.86	0.81	0.77	0.9	0.93	0.0585	0.85	6.9	85.17
三唑磷	0.73	0.74	0.84	0.85	0.91	0.98	0.0966	0.84	11.5	84.17
蝇毒磷	0.72	0.74	0.89	0.77	0.84	0.94	0.0878	0.82	10.8	81.67
敌百虫	0.43	0.42	0.37	0.36	0.38	0.38	0.0283	0.39	7.4	39.00

表 46 加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 地表水的的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	5.97	5.11	5.90	4.89	4.71	5.31	0.522	5.52	9.8	55.2
速灭磷	7.25	6.35	7.18	6.41	6.97	6.50	0.405	6.78	6.0	67.8
氘代磷酸三丁酯	10.83	9.12	10.31	9.22	10.11	9.63	0.665	9.87	6.7	98.7
内吸磷	6.66	5.69	6.71	5.56	5.31	5.98	0.584	5.99	9.8	59.9
灭线磷	9.91	8.70	9.79	8.99	9.48	8.89	0.501	9.29	5.4	92.9
治螟磷	11.05	9.55	10.80	9.19	10.38	9.75	0.741	10.12	7.3	101.2

甲拌磷	10.13	8.82	9.99	8.97	9.40	8.87	0.579	9.36	6.2	93.6
特丁硫磷	10.18	8.43	9.47	8.53	9.31	9.03	0.648	9.16	7.1	91.6
二嗪磷	11.00	9.63	10.83	9.78	9.81	9.15	0.724	10.03	7.2	100.3
地虫硫磷	9.47	8.17	9.20	8.31	8.95	8.40	0.530	8.75	6.1	87.5
异稻瘟净	10.63	9.13	10.34	9.05	10.02	9.46	0.653	9.77	6.7	97.7
乐果	10.13	8.70	9.84	8.96	9.53	8.92	0.572	9.35	6.1	93.5
氯唑磷	10.02	8.67	9.84	8.83	9.54	8.96	0.566	9.31	6.1	93.1
甲基毒死蜱	9.20	8.05	9.03	8.13	8.81	8.27	0.493	8.58	5.7	85.8
磷胺	9.22	7.97	9.01	8.88	8.78	8.23	0.483	8.68	5.6	86.8
甲基对硫磷	9.51	8.17	9.25	8.16	8.88	8.37	0.580	8.72	6.6	87.2
毒死蜱	10.13	8.82	9.95	8.65	9.65	9.03	0.622	9.37	6.6	93.7
杀螟硫磷	9.58	8.30	9.39	8.32	9.06	8.53	0.556	8.86	6.3	88.6
对硫磷	10.30	8.95	10.08	9.03	9.81	9.19	0.580	9.56	6.1	95.6
马拉硫磷	9.50	8.24	9.33	8.29	9.03	8.46	0.550	8.81	6.2	88.1
溴硫磷	9.01	7.82	9.02	8.09	8.60	8.07	0.515	8.43	6.1	84.3
甲基异柳磷	10.17	8.47	9.92	8.61	9.66	9.00	0.710	9.30	7.6	93.0
水胺硫磷	10.36	8.91	10.01	9.07	9.72	9.17	0.579	9.54	6.1	95.4
稻丰散	10.18	8.59	9.57	8.59	9.50	8.81	0.644	9.20	7.0	92.0
丙溴磷	10.00	8.98	9.90	8.85	9.82	9.08	0.521	9.44	5.5	94.4
苯线磷	8.80	7.89	8.75	7.75	8.78	8.16	0.480	8.35	5.7	83.5
三唑磷	9.08	7.12	8.83	7.80	7.93	7.50	0.764	8.04	9.5	80.4
蝇毒磷	10.11	8.69	9.81	8.89	9.63	9.08	0.563	9.37	6.0	93.7
敌百虫	4.89	4.13	4.82	4.11	4.65	4.30	0.348	4.48	7.8	44.8

表 47 加标浓度为 90.0 $\mu\text{g/L}$ 地表水的的试验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	66.4	51.2	65.8	61.6	56.5	61.8	3.59	62.2	5.8	69.1
速灭磷	69.1	63.5	68.4	64.9	69.0	63.6	2.68	66.4	4.0	73.8
氘代磷酸三丁酯	102.9	91.4	98.2	93.4	100.1	94.8	4.36	96.8	4.5	107.5
内吸磷	73.0	66.9	73.4	66.2	72.4	68.4	3.27	70.1	4.7	77.8
灭线磷	94.6	87.1	93.6	90.8	93.6	87.1	3.35	91.1	3.7	101.3
治螟磷	106.1	95.9	103.0	92.5	103.0	95.9	5.34	99.4	5.4	110.4
甲拌磷	96.4	88.0	95.4	90.8	92.7	87.1	3.81	91.7	4.2	101.9
特丁硫磷	96.9	84.2	90.2	86.2	92.3	88.5	4.53	89.7	5.0	99.7
二嗪磷	105.1	96.8	103.0	98.9	97.3	89.7	5.40	98.5	5.5	109.4
地虫硫磷	90.2	81.8	87.7	84.1	88.6	82.3	3.54	85.8	4.1	95.3

异稻瘟净	101.0	91.4	98.2	91.7	99.1	93.1	4.21	95.7	4.4	106.4
乐果	96.4	87.1	93.6	90.8	94.6	87.1	3.91	91.6	4.3	101.8
氯唑磷	95.5	87.1	93.6	89.0	94.6	88.0	3.66	91.3	4.0	101.5
甲基毒死蜱	87.7	80.6	86.0	82.3	87.2	81.0	3.20	84.1	3.8	93.5
磷胺	87.9	79.8	85.9	89.9	86.9	80.6	4.08	85.1	4.8	94.6
甲基对硫磷	90.5	81.7	88.1	82.5	87.9	82.0	3.84	85.5	4.5	95.0
毒死蜱	96.4	88.0	94.5	87.3	95.5	88.8	4.14	91.8	4.5	102.0
杀螟硫磷	91.4	83.1	89.5	84.2	89.6	83.6	3.65	86.9	4.2	96.5
对硫磷	98.3	89.7	96.4	91.7	97.3	89.7	3.93	93.8	4.2	104.2
马拉硫磷	90.4	82.4	88.8	83.9	89.4	82.9	3.60	86.3	4.2	95.9
溴硫磷	85.8	78.3	86.0	81.9	85.1	79.0	3.46	82.7	4.2	91.8
甲基异柳磷	96.4	84.6	94.5	87.3	95.5	88.0	5.01	91.1	5.5	101.2
水胺硫磷	98.3	88.8	95.4	91.7	96.4	89.7	3.86	93.4	4.1	103.8
稻丰散	97.3	86.3	90.9	86.4	94.6	86.3	4.80	90.3	5.3	100.3
丙溴磷	95.5	89.7	94.5	89.9	97.3	88.8	3.58	92.6	3.9	102.9
苯线磷	83.8	78.9	83.3	78.4	86.9	80.0	3.35	81.9	4.1	91.0
三唑磷	86.5	71.3	84.1	78.9	78.5	73.3	5.92	78.8	7.5	87.5
蝇毒磷	96.4	87.1	93.6	89.9	95.5	88.8	3.80	91.9	4.1	102.1
敌百虫	58.0	48.4	57.4	53.7	58.0	51.9	3.94	54.6	7.2	60.6

表 48 加标浓度为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 地下水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	0.50	0.37	0.43	0.41	0.32	0.43	0.0610	0.41	14.9	41.0
速灭磷	0.75	0.63	0.63	0.64	0.55	0.56	0.0712	0.63	11.3	62.8
氘代磷酸三丁酯	0.89	0.90	0.78	0.88	0.94	0.79	0.0664	0.86	7.7	86.1
内吸磷	0.47	0.38	0.50	0.44	0.40	0.40	0.0484	0.43	11.2	43.2
灭线磷	0.76	0.72	0.95	0.78	0.78	0.77	0.0800	0.79	10.1	79.1
治螟磷	0.75	0.72	0.78	0.68	0.84	0.76	0.0563	0.75	7.5	75.4
甲拌磷	0.75	0.57	0.65	0.74	0.68	0.62	0.0687	0.67	10.3	66.9
特丁硫磷	0.74	0.63	0.74	0.88	0.77	0.73	0.0796	0.75	10.6	74.8
二嗪磷	0.83	0.86	0.85	1.09	0.99	0.93	0.0999	0.93	10.8	92.6
地虫硫磷	0.83	0.64	0.73	0.74	0.74	0.75	0.0615	0.74	8.3	73.8
异稻瘟净	0.84	0.69	0.83	0.93	0.89	0.91	0.0877	0.85	10.3	84.9
乐果	0.74	0.68	0.83	0.99	0.86	0.82	0.1064	0.82	13.0	82.0
氯唑磷	0.94	0.70	0.84	0.97	0.86	0.86	0.0945	0.86	11.0	86.1
甲基毒死蜱	0.91	0.84	0.87	1.04	0.93	1.04	0.0841	0.94	9.0	93.8

磷胺	0.88	0.83	0.93	1.07	0.94	1.08	0.1000	0.95	10.5	95.4
甲基对硫磷	0.82	0.76	0.69	0.75	0.75	0.86	0.0611	0.77	7.9	77.2
毒死蜱	0.91	0.81	0.97	1.03	1.03	1.02	0.0861	0.96	9.0	96.1
杀螟硫磷	0.99	0.83	1.05	0.84	0.90	1.06	0.1012	0.95	10.7	94.5
对硫磷	0.96	0.75	0.90	1.00	0.99	0.91	0.0929	0.92	10.1	91.7
马拉硫磷	0.97	0.82	0.98	0.85	0.89	1.03	0.0806	0.92	8.7	92.3
溴硫磷	0.90	0.80	0.95	0.96	0.95	0.99	0.0695	0.92	7.5	92.3
甲基异柳磷	0.89	0.81	0.96	1.00	0.85	1.04	0.0900	0.92	9.7	92.4
水胺硫磷	0.85	0.83	0.89	0.97	0.93	0.98	0.0603	0.91	6.6	91.0
稻丰散	0.91	0.77	0.78	0.84	0.87	0.99	0.0842	0.86	9.8	85.8
丙溴磷	1.10	0.95	0.85	0.97	1.01	1.09	0.0945	0.99	9.5	99.4
苯线磷	0.87	0.83	0.83	0.78	0.87	0.90	0.0314	0.85	3.7	85.3
三唑磷	0.75	0.72	0.86	0.86	0.88	0.95	0.0864	0.84	10.3	83.6
蝇毒磷	0.74	0.72	0.91	0.78	0.81	0.91	0.0826	0.81	10.2	81.2
敌百虫	0.44	0.41	0.38	0.36	0.37	0.37	0.0311	0.39	8.0	38.8

表 49 加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 地下水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	6.15	4.96	6.02	4.44	5.54	5.15	0.497	5.49	9.1	54.9
速灭磷	7.47	6.16	7.32	6.47	6.76	6.31	0.542	6.75	8.0	67.5
氘代磷酸三丁酯	11.15	8.85	10.52	9.31	9.81	9.34	0.860	9.83	8.8	98.3
内吸磷	6.86	5.52	6.84	5.62	6.12	5.80	0.598	6.13	9.8	61.3
灭线磷	10.21	8.44	9.99	9.08	9.20	8.62	0.713	9.26	7.7	92.6
治螟磷	11.38	9.26	11.02	9.28	10.07	9.46	0.923	10.08	9.2	100.8
甲拌磷	10.43	8.56	10.19	9.06	9.12	8.60	0.800	9.33	8.6	93.3
特丁硫磷	10.49	8.18	9.66	8.62	9.03	8.76	0.829	9.12	9.1	91.2
二嗪磷	11.33	9.34	11.05	9.88	9.52	8.88	0.981	10.00	9.8	100.0
地虫硫磷	9.75	7.92	9.38	8.39	8.68	8.15	0.718	8.71	8.2	87.1
异稻瘟净	10.95	8.86	10.55	9.14	9.72	9.18	0.845	9.73	8.7	97.3
乐果	10.43	8.44	10.04	9.05	9.24	8.65	0.782	9.31	8.4	93.1
氯唑磷	10.32	8.41	10.04	8.92	9.25	8.69	0.760	9.27	8.2	92.7
甲基毒死蜱	9.48	7.81	9.21	8.21	8.55	8.02	0.669	8.55	7.8	85.5
磷胺	9.50	7.73	9.19	8.97	8.52	7.98	0.695	8.65	8.0	86.5
甲基对硫磷	9.80	7.92	9.44	8.24	8.61	8.12	0.761	8.69	8.8	86.9
毒死蜱	10.43	8.56	10.15	8.74	9.36	8.76	0.796	9.33	8.5	93.3
杀螟硫磷	9.87	8.05	9.58	8.40	8.79	8.27	0.740	8.83	8.4	88.3

对硫磷	10.61	8.68	10.28	9.12	9.52	8.91	0.774	9.52	8.1	95.2
马拉硫磷	9.79	7.99	9.52	8.37	8.76	8.21	0.730	8.77	8.3	87.7
溴硫磷	9.28	7.59	9.20	8.17	8.34	7.83	0.702	8.40	8.4	84.0
甲基异柳磷	10.48	8.22	10.12	8.70	9.37	8.73	0.885	9.27	9.5	92.7
水胺硫磷	10.67	8.64	10.21	9.16	9.43	8.89	0.787	9.50	8.3	95.0
稻丰散	10.49	8.33	9.76	8.68	9.22	8.55	0.827	9.17	9.0	91.7
丙溴磷	10.30	8.71	10.10	8.94	9.53	8.81	0.686	9.40	7.3	94.0
苯线磷	8.06	7.65	8.93	7.83	8.52	7.92	0.481	8.15	5.9	83.2
三唑磷	8.35	6.91	9.01	7.88	7.69	7.28	0.752	7.85	9.6	80.2
蝇毒磷	10.41	8.43	10.01	8.98	9.34	8.81	0.753	9.33	8.1	93.3
敌百虫	5.04	4.01	4.92	4.15	4.51	4.17	0.431	4.47	9.6	44.7

表 50 加标浓度为 90.0 $\mu\text{g/L}$ 地下水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	68.4	59.4	67.1	62.2	64.5	54.9	5.04	62.8	8.0	69.8
速灭磷	71.2	61.6	69.8	65.5	66.9	61.7	4.00	66.1	6.0	73.5
氘代磷酸三丁酯	106.0	88.7	100.2	94.3	97.1	92.0	6.17	96.4	6.4	107.1
内吸磷	75.2	64.9	74.9	66.9	70.2	66.3	4.46	69.7	6.4	77.5
灭线磷	97.4	84.5	95.5	91.7	90.8	84.5	5.41	90.7	6.0	100.8
治螟磷	109.3	93.0	105.1	93.4	99.9	93.0	7.01	99.0	7.1	109.9
甲拌磷	99.3	85.4	97.3	91.7	89.9	84.5	6.06	91.3	6.6	101.5
特丁硫磷	99.8	81.7	92.0	87.1	89.5	85.8	6.21	89.3	7.0	99.2
二嗪磷	108.3	93.9	105.1	99.9	94.4	87.0	7.86	98.1	8.0	109.0
地虫硫磷	92.9	79.3	89.5	84.9	85.9	79.8	5.31	85.4	6.2	94.9
异稻瘟净	104.0	88.7	100.2	92.6	96.1	90.3	5.95	95.3	6.2	105.9
乐果	99.3	84.5	95.5	91.7	91.8	84.5	5.91	91.2	6.5	101.3
氯唑磷	98.4	84.5	95.5	89.9	91.8	85.4	5.48	90.9	6.0	101.0
甲基毒死蜱	90.3	78.2	87.7	83.1	84.6	78.6	4.86	83.8	5.8	93.1
磷胺	90.5	77.4	87.6	90.8	84.3	78.2	5.93	84.8	7.0	94.2
甲基对硫磷	93.2	79.2	89.9	83.3	85.3	79.5	5.60	85.1	6.6	94.5
毒死蜱	99.3	85.4	96.4	88.2	92.6	86.1	5.71	91.3	6.3	101.5
杀螟硫磷	94.1	80.6	91.3	85.0	86.9	81.1	5.43	86.5	6.3	96.1
对硫磷	101.2	87.0	98.3	92.6	94.4	87.0	5.82	93.4	6.2	103.8
马拉硫磷	93.1	79.9	90.6	84.7	86.7	80.4	5.32	85.9	6.2	95.5
溴硫磷	88.4	76.0	87.7	82.7	82.5	76.6	5.27	82.3	6.4	91.5
甲基异柳磷	99.3	82.1	96.4	88.2	92.6	85.4	6.62	90.7	7.3	100.7

水胺硫磷	101.2	86.1	97.3	92.6	93.5	87.0	5.83	93.0	6.3	103.3
稻丰散	100.2	83.7	92.7	87.3	91.8	83.7	6.35	89.9	7.1	99.9
丙溴磷	98.4	87.0	96.4	90.8	94.4	86.1	5.02	92.2	5.4	102.4
苯线磷	86.3	76.5	85.0	79.2	84.3	80.6	3.82	82.0	4.6	91.1
三唑磷	89.1	74.2	85.8	79.7	76.1	71.1	6.96	78.3	8.8	88.1
蝇毒磷	99.3	84.5	95.5	90.8	92.6	86.1	5.59	91.5	6.1	101.6
敌百虫	59.7	51.8	58.5	54.2	56.3	52.3	3.27	55.5	5.9	61.6

表 51 加标浓度为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 海水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	0.49	0.46	0.42	0.40	0.41	0.32	0.0582	0.42	14.0	41.7
速灭磷	0.73	0.61	0.61	0.62	0.53	0.54	0.0696	0.61	11.4	60.8
氘代磷酸三丁酯	0.86	0.87	0.76	0.85	0.91	0.77	0.0622	0.84	7.4	83.7
内吸磷	0.46	0.37	0.49	0.43	0.39	0.39	0.0453	0.42	10.8	41.9
灭线磷	0.74	0.70	0.92	0.76	0.76	0.75	0.0775	0.77	10.1	77.0
治螟磷	0.73	0.70	0.76	0.66	0.81	0.74	0.0527	0.73	7.2	73.2
甲拌磷	0.73	0.55	0.63	0.72	0.66	0.60	0.0676	0.65	10.4	64.8
特丁硫磷	0.72	0.61	0.72	0.85	0.75	0.71	0.0779	0.73	10.7	72.6
二嗪磷	0.81	0.83	0.82	1.06	0.96	0.90	0.0973	0.90	10.8	89.7
地虫硫磷	0.85	0.65	0.74	0.75	0.75	0.77	0.0617	0.75	8.2	75.3
异稻瘟净	0.86	0.70	0.85	0.95	0.91	0.93	0.0886	0.87	10.2	86.5
乐果	0.90	0.69	0.85	1.01	0.88	0.90	0.1027	0.87	11.8	87.0
氯唑磷	0.96	0.71	0.86	0.99	0.88	0.88	0.0962	0.88	10.9	87.9
甲基毒死蜱	0.93	0.86	0.89	1.06	0.95	1.06	0.0864	0.96	9.0	95.7
磷胺	0.90	0.85	0.95	1.09	0.96	1.10	0.1030	0.97	10.6	97.4
甲基对硫磷	0.84	0.78	0.70	0.77	0.77	0.88	0.0610	0.79	7.8	78.7
毒死蜱	0.93	0.83	0.99	1.05	1.05	1.04	0.0895	0.98	9.1	98.1
杀螟硫磷	1.01	0.85	1.07	0.86	0.92	1.08	0.1046	0.96	10.8	96.4
对硫磷	0.98	0.77	0.92	1.02	1.01	0.93	0.0938	0.94	10.0	93.7
马拉硫磷	0.99	0.84	1.00	0.87	0.91	1.05	0.0840	0.94	8.9	94.2
溴硫磷	0.92	0.82	0.97	0.98	0.97	1.01	0.0691	0.94	7.3	94.4
甲基异柳磷	0.91	0.83	0.98	1.02	0.87	1.06	0.0914	0.94	9.7	94.4
水胺硫磷	0.84	0.82	0.88	0.96	0.92	0.97	0.0612	0.89	6.8	89.5
稻丰散	0.90	0.76	0.77	0.83	0.86	0.98	0.0817	0.85	9.6	84.7
丙溴磷	1.08	0.94	0.84	0.96	0.99	1.07	0.0923	0.98	9.4	98.0
苯线磷	0.86	0.82	0.82	0.77	0.86	0.89	0.0416	0.83	5.0	83.4

三唑磷	0.74	0.71	0.85	0.85	0.87	0.94	0.0847	0.82	10.3	82.4
蝇毒磷	0.73	0.71	0.90	0.77	0.80	0.90	0.0811	0.80	10.1	79.9
敌百虫	0.42	0.40	0.37	0.35	0.36	0.36	0.0295	0.37	7.9	37.5

表 52 加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 海水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	5.97	4.81	5.84	4.99	4.37	5.00	0.620	5.16	12.0	51.6
速灭磷	7.25	5.98	7.10	6.28	6.56	6.12	0.525	6.55	8.0	65.5
氘代磷酸三丁酯	10.82	8.58	10.20	9.03	9.52	9.06	0.833	9.54	8.7	95.4
内吸磷	6.65	5.35	6.63	5.45	5.94	5.63	0.579	5.94	9.7	59.4
灭线磷	9.90	8.19	9.69	8.81	8.92	8.36	0.693	8.98	7.7	89.8
治螟磷	11.04	8.98	10.69	9.00	9.77	9.18	0.896	9.78	9.2	97.8
甲拌磷	10.12	8.30	9.88	8.79	8.85	8.34	0.775	9.05	8.6	90.5
特丁硫磷	10.18	7.93	9.37	8.36	8.76	8.50	0.805	8.85	9.1	88.5
二嗪磷	10.99	9.06	10.72	9.58	9.23	8.61	0.951	9.70	9.8	97.0
地虫硫磷	9.95	8.08	9.57	8.56	8.85	8.31	0.732	8.89	8.2	88.9
异稻瘟净	11.17	9.04	10.76	9.32	9.91	9.36	0.862	9.93	8.7	99.3
乐果	10.64	8.61	10.24	9.23	9.42	8.82	0.797	9.49	8.4	94.9
氯唑磷	10.53	8.58	10.24	9.10	9.44	8.86	0.776	9.46	8.2	94.6
甲基毒死蜱	9.67	7.97	9.39	8.37	8.72	8.18	0.683	8.72	7.8	87.2
磷胺	9.69	7.88	9.37	9.15	8.69	8.14	0.711	8.82	8.1	88.2
甲基对硫磷	10.00	8.08	9.63	8.40	8.78	8.28	0.780	8.86	8.8	88.6
毒死蜱	10.64	8.73	10.35	8.91	9.55	8.94	0.810	9.52	8.5	95.2
杀螟硫磷	10.07	8.21	9.77	8.57	8.97	8.44	0.757	9.00	8.4	90.0
对硫磷	10.82	8.85	10.49	9.30	9.71	9.09	0.791	9.71	8.1	97.1
马拉硫磷	9.99	8.15	9.71	8.54	8.94	8.37	0.747	8.95	8.4	89.5
溴硫磷	9.47	7.74	9.38	8.33	8.51	7.99	0.714	8.57	8.3	85.7
甲基异柳磷	10.69	8.38	10.32	8.87	9.56	8.90	0.903	9.46	9.5	94.6
水胺硫磷	10.51	8.51	10.06	9.02	9.29	8.76	0.776	9.36	8.3	93.6
稻丰散	10.33	8.21	9.61	8.55	9.08	8.42	0.815	9.03	9.0	90.3
丙溴磷	10.15	8.58	9.95	8.81	9.39	8.68	0.676	9.26	7.3	92.6
苯线磷	8.92	7.54	8.80	7.71	8.39	7.80	0.592	8.19	7.2	81.9
三唑磷	9.21	6.81	8.87	7.76	7.57	7.17	0.951	7.90	12.0	79.0
蝇毒磷	10.25	8.30	9.86	8.85	9.20	8.68	0.741	9.19	8.1	91.9
敌百虫	4.86	3.87	4.75	4.00	4.35	4.02	0.417	4.31	9.7	43.1

表 53 加标浓度为 90.0 $\mu\text{g/L}$ 海水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 (µg/L)						标准偏差 S (µg/L)	浓度均值 (µg/L)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	66.3	57.6	65.1	60.3	52.6	58.1	5.10	60.0	8.5	66.7
速灭磷	69.1	59.8	67.7	63.5	64.9	59.8	3.89	64.1	6.1	71.2
氰代磷酸三丁酯	102.8	86.0	97.2	91.5	94.2	89.2	5.98	93.5	6.4	103.9
内吸磷	72.9	63.0	72.7	64.9	68.1	64.3	4.34	67.6	6.4	75.1
灭线磷	94.5	82.0	92.6	88.9	88.1	82.0	5.24	88.0	6.0	97.8
治螟磷	106.0	90.2	101.9	90.6	96.9	90.2	6.82	96.0	7.1	106.7
甲拌磷	96.3	82.8	94.4	88.9	87.2	82.0	5.87	88.6	6.6	98.4
特丁硫磷	96.8	79.2	89.2	84.5	86.8	83.2	6.02	86.6	6.9	96.2
二嗪磷	105.1	91.1	101.9	96.9	91.6	84.4	7.65	95.2	8.0	105.8
地虫硫磷	94.8	80.9	91.3	86.6	87.6	81.4	5.44	87.1	6.2	96.8
异稻瘟净	106.1	90.5	102.2	94.5	98.0	92.1	6.05	97.2	6.2	108.0
乐果	101.3	86.2	97.4	93.5	93.6	86.2	6.03	93.0	6.5	103.3
氯唑磷	100.4	86.2	97.4	91.7	93.6	87.1	5.59	92.7	6.0	103.0
甲基毒死蜱	92.1	79.8	89.5	84.8	86.3	80.2	4.93	85.4	5.8	94.9
磷胺	92.3	78.9	89.4	92.6	86.0	79.8	6.03	86.5	7.0	96.1
甲基对硫磷	95.1	80.8	91.7	85.0	87.0	81.1	5.74	86.8	6.6	96.4
毒死蜱	101.3	87.1	98.3	90.0	94.5	87.8	5.83	93.2	6.3	103.6
杀螟硫磷	96.0	82.2	93.1	86.7	88.6	82.7	5.53	88.2	6.3	98.0
对硫磷	103.2	88.7	100.3	94.5	96.3	88.7	5.92	95.3	6.2	105.9
马拉硫磷	95.0	81.5	92.4	86.4	88.4	82.0	5.44	87.6	6.2	97.3
溴硫磷	90.2	77.5	89.5	84.4	84.2	78.1	5.37	84.0	6.4	93.3
甲基异柳磷	101.3	83.7	98.3	90.0	94.5	87.1	6.74	92.5	7.3	102.8
水胺硫磷	99.7	84.8	95.8	91.2	92.1	85.7	5.74	91.6	6.3	101.8
稻丰散	98.7	82.4	91.3	86.0	90.4	82.4	6.25	88.6	7.1	98.4
丙溴磷	96.9	85.7	95.0	89.4	93.0	84.8	4.97	90.8	5.5	100.9
苯线磷	85.0	75.4	83.7	78.0	83.0	76.4	4.15	80.3	5.2	89.2
三唑磷	87.8	68.2	84.5	78.5	75.0	70.0	7.81	77.3	10.1	85.9
蝇毒磷	97.8	83.2	94.1	89.4	91.2	84.8	5.51	90.1	6.1	100.1
敌百虫	57.6	50.0	56.5	52.3	54.3	50.5	3.14	53.5	5.9	59.4

表 54 加标浓度为 10.0 µg/L 生活污水的实验室内精密度和准确度

名称	测定结果 (µg/L)						标准偏差 S (µg/L)	浓度均值 (µg/L)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				

敌敌畏	7.29	5.39	5.88	6.43	5.81	6.00	0.66	6.1	10.7	61.3
速灭磷	7.59	5.64	6.12	6.82	6.04	6.18	0.70	6.4	10.9	64.0
氘代磷酸三丁酯	11.29	8.05	8.81	9.79	8.75	9.09	1.13	9.3	12.1	93.0
内吸磷	7.99	5.88	6.53	7.01	6.29	6.63	0.73	6.7	10.8	67.2
灭线磷	10.29	7.73	8.32	9.60	8.20	8.48	0.97	8.8	11.0	87.7
治螟磷	11.49	8.46	9.22	9.79	8.99	9.27	1.05	9.5	11.0	95.4
甲拌磷	10.59	7.81	8.49	9.50	8.11	8.39	1.04	8.8	11.8	88.1
特丁硫磷	10.59	7.41	8.08	9.02	8.03	8.57	1.11	8.6	12.9	86.2
二嗪磷	11.49	8.54	9.22	10.36	8.43	8.65	1.23	9.4	13.0	94.5
地虫硫磷	9.89	7.25	7.83	8.83	7.71	7.94	0.96	8.2	11.6	82.4
异稻瘟净	11.09	8.05	8.81	9.60	8.67	9.00	1.05	9.2	11.4	92.0
乐果	10.59	7.73	8.40	9.50	8.20	8.48	1.04	8.8	11.9	88.2
氯唑磷	10.50	7.65	8.40	9.40	8.27	8.48	1.01	8.8	11.5	87.8
甲基毒死蜱	9.59	7.08	7.67	8.64	7.63	7.86	0.89	8.1	11.1	80.8
磷胺	9.59	7.00	7.67	9.40	7.56	7.77	1.07	8.2	13.1	81.7
甲基对硫磷	9.89	7.25	7.92	8.64	7.63	7.94	0.94	8.2	11.4	82.1
毒死蜱	10.59	7.81	8.49	9.21	8.35	8.57	0.97	8.8	11.0	88.4
杀螟硫磷	9.99	7.32	8.00	8.83	7.80	8.12	0.94	8.3	11.3	83.4
对硫磷	10.79	7.89	8.57	9.60	8.43	8.74	1.04	9.0	11.5	90.0
马拉硫磷	9.89	7.25	7.92	8.83	7.80	8.03	0.94	8.3	11.3	82.8
溴硫磷	9.39	6.93	7.67	8.64	7.40	7.68	0.90	8.0	11.3	79.5
甲基异柳磷	10.59	7.49	8.49	9.12	8.35	8.57	1.04	8.8	11.8	87.7
水胺硫磷	10.79	7.89	8.49	9.60	8.35	8.65	1.06	9.0	11.8	89.6
稻丰散	10.59	7.57	8.16	9.12	8.20	8.29	1.07	8.7	12.4	86.5
丙溴磷	10.50	7.97	8.40	9.40	8.51	8.57	0.91	8.9	10.3	88.9
苯线磷	9.19	6.93	7.43	8.25	7.56	7.77	0.78	7.9	10.0	78.5
三唑磷	9.81	8.43	9.63	8.99	8.84	7.89	0.72	8.9	8.1	89.3
蝇毒磷	10.59	7.65	8.32	9.50	8.27	8.57	1.06	8.8	12.0	88.2
敌百虫	6.40	4.67	5.14	5.67	5.09	5.21	0.60	5.4	11.2	53.6

表 55 加标浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 生活污水的的试验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	70.3	60.3	62.4	63.2	56.0	60.2	4.77	62.1	7.7	62.1
速灭磷	73.1	62.8	65.1	66.7	58.2	62.0	5.07	64.6	7.8	64.6
氘代磷酸三丁酯	109.3	89.9	93.2	95.6	84.3	92.1	8.38	94.1	8.9	94.1
内吸磷	67.8	57.9	61.5	59.3	53.4	58.7	4.73	59.8	7.9	59.8

灭线磷	99.9	85.9	88.6	93.2	79.1	85.0	7.22	88.6	8.1	88.6
治螟磷	111.5	94.3	97.9	95.3	86.6	93.1	8.29	96.5	8.6	96.5
甲拌磷	102.2	87.0	90.5	93.0	78.5	84.8	8.05	89.3	9.0	89.3
特丁硫磷	102.7	83.1	85.7	88.7	77.7	86.3	8.39	87.4	9.6	87.4
二嗪磷	110.9	95.2	98.0	101.6	82.0	87.4	10.30	95.8	10.7	95.8
地虫硫磷	95.5	80.7	83.3	86.4	74.6	80.2	7.07	83.4	8.5	83.4
异稻瘟净	107.2	90.0	93.6	94.0	83.5	90.4	7.86	93.1	8.4	93.1
乐果	102.2	85.9	89.1	93.0	79.5	85.3	7.78	89.2	8.7	89.2
氯唑磷	101.0	85.6	89.1	91.6	79.5	85.6	7.28	88.7	8.2	88.7
甲基毒死蜱	92.8	79.4	81.7	84.3	73.5	79.0	6.47	81.8	7.9	81.8
磷胺	93.0	78.7	81.5	92.3	73.3	78.6	8.01	82.9	9.7	82.9
甲基对硫磷	95.9	80.6	83.7	84.6	74.1	79.8	7.27	83.1	8.7	83.1
毒死蜱	102.2	87.0	90.1	89.9	80.5	86.3	7.18	89.3	8.0	89.3
杀螟硫磷	96.6	81.9	85.1	86.5	75.5	81.6	7.04	84.5	8.3	84.5
对硫磷	103.9	88.4	91.2	93.7	82.0	87.7	7.40	91.1	8.1	91.1
马拉硫磷	95.8	81.3	84.5	86.2	75.3	80.9	6.88	84.0	8.2	84.0
溴硫磷	90.8	77.2	81.6	84.1	71.8	77.0	6.64	80.4	8.3	80.4
甲基异柳磷	102.5	83.6	89.8	89.3	80.6	85.8	7.63	88.6	8.6	88.6
水胺硫磷	104.4	87.9	90.7	94.2	81.1	87.6	7.88	91.0	8.7	91.0
稻丰散	102.7	84.8	86.6	89.1	79.2	84.1	8.01	87.7	9.1	87.7
丙溴磷	100.9	88.7	89.8	92.0	82.0	86.7	6.34	90.0	7.0	90.0
苯线磷	88.7	77.7	79.3	80.5	73.3	77.9	5.08	79.6	6.4	79.6
三唑磷	106.0	90.9	99.9	99.4	85.8	89.8	7.62	95.3	8.0	95.3
蝇毒磷	88.8	85.7	88.8	92.3	80.3	86.7	4.03	87.1	4.6	87.1
敌百虫	66.6	57.2	59.4	59.9	53.2	57.1	4.47	58.9	7.6	58.9

表 56 加标浓度为 900 $\mu\text{g/L}$ 生活污水的的试验室内精密度和准确度

名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	627	596	626	605	597	602	14.3	609	2.4	67.6
速灭磷	653	620	652	637	620	620	16.1	634	2.5	70.4
氘代磷酸三丁酯	974	889	936	915	898	920	30.4	922	3.3	102.5
内吸磷	690	652	701	651	650	666	22.0	668	3.3	74.3
灭线磷	892	849	889	893	842	849	24.8	869	2.8	96.6
治螟磷	995	931	981	913	923	930	33.8	946	3.6	105.1
甲拌磷	912	859	907	891	836	848	31.9	875	3.6	97.3
特丁硫磷	916	822	860	848	828	863	33.6	856	3.9	95.1

二嗪磷	990	940	983	972	872	873	53.8	938	5.7	104.3
地虫硫磷	852	797	835	826	795	801	23.4	818	2.9	90.9
异稻瘟净	957	890	939	900	890	903	28.0	913	3.1	101.5
乐果	912	849	894	891	848	852	27.9	874	3.2	97.1
氯唑磷	901	846	894	877	848	856	23.9	870	2.7	96.7
甲基毒死蜱	828	785	820	809	784	790	19.2	803	2.4	89.2
磷胺	830	777	818	883	781	785	40.8	812	5.0	90.3
甲基对硫磷	856	796	840	811	790	799	26.8	815	3.3	90.6
毒死蜱	912	859	904	861	857	863	24.7	876	2.8	97.3
杀螟硫磷	862	809	853	827	805	815	23.8	828	2.9	92.1
对硫磷	927	872	916	898	872	877	23.8	894	2.7	99.3
马拉硫磷	855	803	848	825	802	808	23.1	824	2.8	91.5
溴硫磷	811	762	819	805	764	769	25.8	788	3.3	87.6
甲基异柳磷	915	826	901	855	858	858	32.6	869	3.7	96.6
水胺硫磷	932	869	909	902	864	875	26.7	892	3.0	99.1
稻丰散	916	838	869	853	845	840	29.4	860	3.4	95.6
丙溴磷	900	876	900	881	873	867	14.0	883	1.6	98.1
苯线磷	791	769	795	771	781	779	10.4	781	1.3	86.8
三唑磷	956	826	939	914	839	845	56.5	887	6.4	98.5
蝇毒磷	909	848	891	884	856	867	23.3	876	2.7	97.3
敌百虫	548	520	547	528	521	525	12.7	531	2.4	59.0

表 57 工业废水实际样品的实验室内精密度的数据表

名称	测定结果 (μg/L)						标准偏差 S (μg/L)	浓度均值 (μg/L)	相对标准偏差 (%)
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次			
三唑磷	35.4	36.2	34.8	36.6	38.4	33.6	1.6	36	4.6

表 58 加标浓度为 10.0 μg/L 工业废水的实验室内精密度和准确度的数据表

名称	工业废水原浓度 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						标准偏差 S (μg/L)	浓度均值 (μg/L)	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)
		第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	0.00	7.08	5.56	5.76	6.37	5.99	6.19	0.537	6.16	8.7	61.6
速灭磷	0.00	7.37	5.81	6.00	6.75	6.23	6.37	0.565	6.42	8.8	64.2
氘代磷酸三丁酯	0.00	10.96	8.30	8.64	9.69	9.02	9.37	0.941	9.33	10.1	93.3
内吸磷	0.00	7.76	6.06	6.40	6.94	6.48	6.83	0.589	6.74	8.7	67.4
灭线磷	0.00	9.99	7.97	8.16	9.50	8.45	8.74	0.792	8.80	9.0	88.0

治螟磷	0.00	11.16	8.72	9.04	9.69	9.27	9.56	0.852	9.57	8.9	95.7
甲拌磷	0.00	10.28	8.05	8.32	9.41	8.36	8.65	0.843	8.84	9.5	88.4
特丁硫磷	0.00	10.28	7.64	7.92	8.93	8.28	8.83	0.945	8.65	10.9	86.5
二嗪磷	0.00	11.16	8.80	9.04	10.26	8.69	8.92	1.001	9.48	10.6	94.8
地虫硫磷	0.00	9.60	7.47	7.68	8.74	7.95	8.19	0.786	8.27	9.5	82.7
异稻瘟净	0.00	10.77	8.30	8.64	9.50	8.94	9.28	0.864	9.24	9.4	92.4
乐果	0.00	10.28	7.97	8.24	9.41	8.45	8.74	0.858	8.85	9.7	88.5
氯唑磷	0.00	10.19	7.89	8.24	9.31	8.53	8.74	0.825	8.81	9.4	88.1
甲基毒死蜱	0.00	9.31	7.30	7.52	8.55	7.87	8.10	0.734	8.11	9.0	81.1
磷胺	0.00	9.31	7.22	7.52	9.31	7.79	8.01	0.905	8.19	11.0	81.9
甲基对硫磷	0.00	9.60	7.47	7.76	8.55	7.87	8.19	0.764	8.24	9.3	82.4
毒死蜱	0.00	10.28	8.05	8.32	9.12	8.61	8.83	0.787	8.87	8.9	88.7
杀螟硫磷	0.00	9.70	7.55	7.84	8.74	8.04	8.37	0.770	8.37	9.2	83.7
对硫磷	0.00	10.48	8.13	8.40	9.50	8.69	9.01	0.852	9.04	9.4	90.4
马拉硫磷	0.00	9.60	7.47	7.76	8.74	8.04	8.28	0.767	8.32	9.2	83.2
溴硫磷	0.00	9.12	7.14	7.52	8.55	7.63	7.92	0.731	7.98	9.2	79.8
甲基异柳磷	0.00	10.28	7.72	8.32	9.03	8.61	8.83	0.858	8.80	9.8	88.0
水胺硫磷	0.00	10.48	8.13	8.32	9.50	8.61	8.92	0.872	8.99	9.7	89.9
稻丰散	0.00	10.28	7.80	8.00	9.03	8.45	8.55	0.893	8.68	10.3	86.8
丙溴磷	0.00	10.19	8.22	8.24	9.31	8.77	8.83	0.740	8.93	8.3	89.3
苯线磷	0.00	8.92	7.14	7.28	8.17	7.79	8.01	0.649	7.89	8.2	78.9
三唑磷	36.0	44.92	44.89	44.24	45.5	47.51	41.73	1.88	44.8	4.2	89.7
蝇毒磷	0.00	10.28	7.89	8.16	9.41	8.53	8.83	0.880	8.85	9.9	88.5
敌百虫	0.00	6.21	4.81	5.04	5.61	5.25	5.37	0.488	5.38	9.1	53.8

表 59 加标浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 工业废水的的实验室内精密度和准确度

名称	工业废水 原浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
		第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	0.00	68.3	62.2	61.2	62.6	57.7	62.1	3.413	62.3	5.5	67.8
速灭磷	0.00	71.0	64.7	63.8	66.0	60.0	63.9	3.608	64.9	5.6	70.6
氘代磷酸三 丁酯	0.00	106.1	92.7	91.4	94.7	86.9	94.9	6.383	94.5	6.8	102.7
内吸磷	0.00	65.8	59.7	60.3	58.7	55.1	60.5	3.449	60.0	5.7	65.2
灭线磷	0.00	97.0	88.6	86.9	92.3	81.5	87.6	5.229	89.0	5.9	96.7
治螟磷	0.00	108.3	97.2	96.0	94.4	89.3	96.0	6.243	96.9	6.4	105.3
甲拌磷	0.00	99.2	89.7	88.7	92.1	80.9	87.4	5.997	89.7	6.7	97.4
特丁硫磷	0.00	99.7	85.7	84.0	87.8	80.1	89.0	6.655	87.7	7.6	95.3

二嗪磷	0.00	107.7	98.1	96.1	100.6	84.5	90.1	8.136	96.2	8.5	104.5
地虫硫磷	0.00	92.7	83.2	81.7	85.5	76.9	82.7	5.217	83.8	6.2	91.1
异稻瘟净	0.00	104.1	92.8	91.8	93.1	86.1	93.2	5.822	93.5	6.2	101.6
乐果	0.00	99.2	88.6	87.4	92.1	82.0	87.9	5.743	89.5	6.4	97.3
氯唑磷	0.00	98.1	88.2	87.4	90.7	82.0	88.2	5.260	89.1	5.9	96.8
甲基毒死蜱	0.00	90.1	81.9	80.1	83.5	75.8	81.4	4.680	82.1	5.7	89.3
磷胺	0.00	90.3	81.1	79.9	91.4	75.6	81.0	6.241	83.2	7.5	90.5
甲基对硫磷	0.00	93.1	83.1	82.1	83.8	76.4	82.3	5.420	83.5	6.5	90.7
毒死蜱	0.00	99.2	89.7	88.3	89.0	83.0	89.0	5.251	89.7	5.9	97.5
杀螟硫磷	0.00	93.8	84.4	83.4	85.6	77.8	84.1	5.170	84.8	6.1	92.2
对硫磷	0.00	100.9	91.1	89.4	92.8	84.5	90.4	5.400	91.5	5.9	99.5
马拉硫磷	0.00	93.0	83.8	82.8	85.3	77.6	83.4	4.990	84.3	5.9	91.6
溴硫磷	0.00	88.2	79.6	80.0	83.3	74.0	79.4	4.731	80.7	5.9	87.8
甲基异柳磷	0.00	99.5	86.2	88.0	88.4	83.1	88.5	5.543	88.9	6.2	96.7
水胺硫磷	0.00	101.4	90.6	88.9	93.3	83.6	90.3	5.864	91.3	6.4	99.3
稻丰散	0.00	99.7	87.4	84.9	88.2	81.7	86.7	6.147	88.1	7.0	95.7
丙溴磷	0.00	98.0	91.4	88.0	91.1	84.5	89.4	4.497	90.4	5.0	98.2
苯线磷	0.00	86.1	80.1	77.7	79.7	75.6	80.3	3.516	79.9	4.4	86.9
三唑磷	36.0	138	130	133	135	127	126	4.73	132	3.6	95.7
蝇毒磷	0.00	86.2	88.4	87.1	91.4	82.8	89.4	2.967	87.6	3.4	97.5
敌百虫	0.00	64.7	59.0	58.2	59.3	54.8	58.9	3.194	59.1	5.4	59.1

表 60 加标浓度为 900 $\mu\text{g/L}$ 工业废水的实验室内精密度和准确度

名称	工业废水原浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						标准偏差 S ($\mu\text{g/L}$)	浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)
		第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次				
敌敌畏	0.00	609	614	614	599	615	621	7.3	612	1.2	68.0
速灭磷	0.00	634	639	639	631	639	639	3.4	637	0.5	70.8
氘代磷酸三丁酯	0.00	946	917	918	906	926	948	16.8	927	1.8	103.0
内吸磷	0.00	670	672	687	645	670	687	15.5	672	2.3	74.7
灭线磷	0.00	866	875	872	884	868	875	6.6	873	0.8	97.0
治螟磷	0.00	966	960	962	904	952	959	23.2	951	2.4	105.7
甲拌磷	0.00	885	886	889	882	862	874	10.1	880	1.1	97.8
特丁硫磷	0.00	889	847	843	840	854	890	22.8	860	2.6	95.6
二嗪磷	0.00	961	969	964	962	899	900	33.2	943	3.5	104.8
地虫硫磷	0.00	827	822	819	818	820	826	3.8	822	0.5	91.3
异稻瘟净	0.00	929	918	921	891	918	931	14.2	918	1.6	102.0

乐果	0.00	885	875	876	882	874	878	4.3	878	0.5	97.6
氯唑磷	0.00	875	872	876	868	874	882	4.5	875	0.5	97.2
甲基毒死蜱	0.00	804	809	804	801	808	814	4.7	807	0.6	89.7
磷胺	0.00	806	801	802	874	805	809	28.6	816	3.5	90.7
甲基对硫磷	0.00	831	821	824	803	814	824	9.6	819	1.2	91.0
毒死蜱	0.00	885	886	886	852	884	890	14.0	881	1.6	97.9
杀螟硫磷	0.00	837	834	836	819	830	840	7.4	833	0.9	92.6
对硫磷	0.00	900	899	898	889	899	904	5.1	898	0.6	99.8
马拉硫磷	0.00	830	828	831	817	827	833	5.7	828	0.7	92.0
溴硫磷	0.00	787	786	803	797	788	793	6.6	793	0.8	88.1
甲基异柳磷	0.00	888	852	883	847	885	885	18.7	873	2.1	97.0
水胺硫磷	0.00	905	896	891	893	891	902	5.7	896	0.6	99.6
稻丰散	0.00	889	864	852	845	871	866	15.2	865	1.8	96.1
丙溴磷	0.00	874	903	882	872	900	894	13.4	888	1.5	98.7
苯线磷	0.00	768	793	779	763	805	803	17.7	785	2.3	87.2
三唑磷	36.0	963	888	956	942	903	905	31.4	926	3.4	98.9
蝇毒磷	0.00	883	874	874	875	882	894	8.0	880	0.9	97.8
敌百虫	0.00	532	536	536	523	537	541	6.4	534	1.2	59.3

5.9 结果计算与表示

5.9.1 目标物的定性分析

以全扫描方式采集数据，以样品中目标化合物相对保留时间（RRT）、辅助离子和目标离子丰度比（ Q ）与标准溶液中的变化范围来定性。样品中目标化合物的相对保留时间与标准曲线该化合物的平均相对保留时间的差值应在 ± 0.06 内。样品中目标化合物的辅助离子和目标离子丰度比（ $Q_{\text{样品}}$ ）与标准曲线目标化合物的辅助离子和目标离子丰度比（ $Q_{\text{标准}}$ ）的相对偏差应控制在 $\pm 30\%$ 内。

目标化合物的相对保留时间（RRT）按公式（2）计算。

$$RRT = \frac{RT_C}{\overline{RT}_{IS}} \quad (2)$$

式中： RRT ——目标化合物的相对保留时间；

RT_C ——目标化合物的保留时间，min；

\overline{RT}_{IS} ——该化合物对应内标物的保留时间，min。

平均相对保留时间（ \overline{RRT} ）：标准曲线中该目标化合物所有浓度点相对保留时间的平均值。

辅助离子和目标离子丰度比（ Q ）按公式（3）计算。

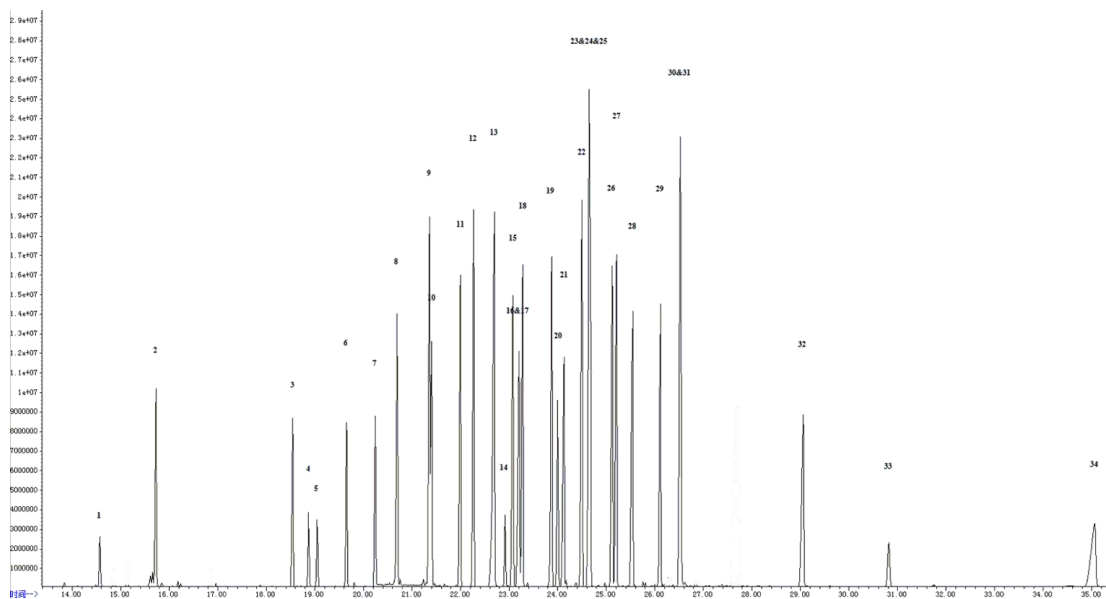
$$Q = \frac{A_a}{A_t} \times 100 \quad (3)$$

式中： Q ——辅助离子和目标离子丰度比，%；

A_a ——辅助离子峰面积；

A_i ——目标离子峰面积。

有机磷农药的总离子流图，见图3。



图中化合物按保留时间排列依次为：1-萘-D8；2-敌敌畏；3-(E)-速灭磷；4-(Z)-速灭磷；5-萘-D10；6-氘代磷酸三丁酯；7-内吸磷；8-灭线磷；9-治螟磷；10-甲拌磷；11-特丁硫磷；12-二嗪磷；13-地虫硫磷；14-萘-D10；15-异稻瘟净；16-(E)磷胺；17-乐果；18-氯唑磷；19-甲基毒死蜱；20-(Z)磷胺；21-甲基对硫磷；22-毒死蜱；23-杀螟硫磷；24-马拉硫磷；25-对硫磷；26-溴硫磷；27-甲基异柳磷；28-水胺硫磷；29-稻丰散；30-丙溴磷；31-苯线磷；32-三唑磷；33-蒽-D12；34-蝇毒磷。

图3 有机磷农药总离子流图

5.9.2 目标物的定量分析

5.9.2.1 平均相对响应因子法

当目标物(或替代物)采用平均相对响应因子进行校准时，试样中目标物的质量浓度 ρ 按照公式(4)进行计算。

$$\rho = \frac{A_{ex} \times \rho_{IS} \times 1.00}{A_{IS} \times RRF \times V} \quad (4)$$

式中： ρ ——样品中目标物(或替代物)的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A_{ex} ——目标物(或替代物)定量离子的峰面积；

ρ_{IS} ——内标物的浓度， $10.0 \mu\text{g/ml}$ ；

A_{IS} ——与目标物(或替代物)相对应内标定量离子的峰面积；

RRF ——目标物(或替代物)的平均相对响应因子。

1.00——试样体积，ml；

V ——样品的体积，L。

5.9.2.2 用线性或非线性标准曲线计算

当目标物采用线性或非线性标准曲线法进行校准时，从曲线上查出试样中目标物浓度 ρ_{ex} ，样品中目标物的质量浓度 ρ 按照公式(5)进行计算。

$$\rho = \frac{\rho_{ex} \times 1.00}{V} \quad (5)$$

式中： ρ ——样品中目标物（或替代物）的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_{ex} ——试样中目标物（或替代物）的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

1.00 ——试样体积，ml；

V ——样品的体积，L。

注1：当样品中目标物的目标离子有干扰时，可使用辅助特征离子定量，具体参见附录B。

5.9.2.3 敌百虫结果的计算

(1) 样品中敌百虫的质量浓度 $\rho_{\text{敌百虫}}$ 按照公式(6)进行计算：

$$\rho_{\text{敌百虫}} = \frac{\rho_{\text{敌敌畏}} \times 1.00}{V \times 0.86} \quad (6)$$

式中： $\rho_{\text{敌百虫}}$ ——样品中敌百虫的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{\text{敌敌畏}}$ ——试样(6.3.2)中敌敌畏的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

1.00 ——试样体积，ml；

V ——样品的体积，L；

0.86 ——敌敌畏与敌百虫的分子量之比。

5.9.3 结果表示

测定结果小数点后位数与检出限一致，最多保留三位有效数字。

5.10 精密度和准确度

5.10.1 精密度

6家实验室分别对加标浓度为1.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 90.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为6.2%~19%、4.9%~17%和3.2%~14%；实验室间相对标准偏差分别为0.6%~4.3%、1.3%~4.2%和0.5%~3.7%；重复性限分别为0.1 $\mu\text{g/L}$ ~0.4 $\mu\text{g/L}$ 、1.6 $\mu\text{g/L}$ ~3.5 $\mu\text{g/L}$ 和 11 $\mu\text{g/L}$ ~27 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为0.2 $\mu\text{g/L}$ ~0.4 $\mu\text{g/L}$ 、1.8 $\mu\text{g/L}$ ~3.8 $\mu\text{g/L}$ 和 14 $\mu\text{g/L}$ ~32 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 90.0 $\mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为6.1%~19%、4.9%~17%和3.2%~14%；实验室间相对标准偏差分别为0.7%~4.2%、1.4%~4.5%和0.5%~4.1%；重复性限分别为0.1 $\mu\text{g/L}$ ~0.4 $\mu\text{g/L}$ 、1.6 $\mu\text{g/L}$ ~3.6 $\mu\text{g/L}$ 和 11 $\mu\text{g/L}$ ~28 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为0.2 $\mu\text{g/L}$ ~0.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.8 $\mu\text{g/L}$ ~4.2 $\mu\text{g/L}$ 和 15 $\mu\text{g/L}$ ~36 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 900 $\mu\text{g/L}$ 的生活污水进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为5.2%~14%、4.4%~10%和0.5%~8.6%；实验室间相对标准偏差分别为0.5%~2.2%、0.2%~1.5%和0.4%~2.6%；重复性限分别为2 $\mu\text{g/L}$ ~3 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ ~24 $\mu\text{g/L}$ 和 40 $\mu\text{g/L}$ ~120 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为2 $\mu\text{g/L}$ ~3 $\mu\text{g/L}$ 、14 $\mu\text{g/L}$ ~38 $\mu\text{g/L}$ 和 140 $\mu\text{g/L}$ ~256 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 900 $\mu\text{g/L}$ 的工业废水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.3%~14%、4.0%~10%和0.5%~9.0%；实验室间相对标准偏差分别为0.5%~2.2%、0.2%~1.6%和0.4%~2.5%；重复性限分别为2 $\mu\text{g/L}$ ~

3 µg/L、10 µg/L~28 µg/L 和 51 µg/L~141 µg/L；再现性限分别为 2 µg/L~3 µg/L、14 µg/L~33 µg/L 和 146 µg/L~225 µg/L。

实验室内对加标浓度分别为 1.00 µg/L、10.0 µg/L 和 90.0 µg/L 的海水样品进行了 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为 5.0%~12%、7.2%~12%和 5.2%~10%。

5.10.2 准确度

6 家实验室分别对有机磷农药加标浓度为 1.00 µg/L、10.0 µg/L 和 90.0 µg/L 的地表水产品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 36.1%~99.2%、52.5%~100%、57.2%~110%，加标回收率最终值分别为 (37.4±2.0)%~(95.5±5.0)%、(54.3±2.9)%~(96.7±5.2)%、(59.1±3.2)%~(106±5.6)%。

6 家实验室分别对加标浓度为 1.00 µg/L、10.0 µg/L 和 90.0 µg/L 的地下水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 35.1%~97.2%、50.9%~98.3%、55.5%~107%，加标回收率最终值分别为 (36.4±2.0)%~(93.5±5.1)%、(52.7±2.8)%~(94.7±5.1)%、(57.5±3.0)%~(103±5.6)%。

6 家实验室分别对加标浓度为 10.0 µg/L、100 µg/L 和 900 µg/L 的生活污水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 43.6%~98.6%、59.1%~108%、59.3%~109%，加标回收率最终值分别为 (49.5±10.7)%~(97.0±2.3)%、(60.0±1.3)%~(107±2.5)%、(60.2±1.3)%~(107±2.5)%。

6 家实验室分别对加标浓度为 10.0 µg/L、100 µg/L 和 900 µg/L 的工业废水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 45.3%~93.9%、60.0%~107%、61.1%~104%，加标回收率最终值分别为 (51.2±10.7)%~(92.4±2.2)%、(60.9±1.3)%~(104±6.5)%、(62.0±1.4)%~(102±2.3)%。

实验室内对加标浓度为 1.00 µg/L、10.0 µg/L 和 90.0 µg/L 的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围为 37.5%~98.1%、43.1%~99.3%、59.4%~107%。

5.11 质量保证和质量控制

5.11.1 空白试验

- (1) 每批样品至少做一个空白试验，其测定结果应低于方法检出限。
- (2) 每批样品至少做一个全程序空白样品，其测定结果应低于方法检出限。

5.11.2 校准有效性检查

参考 EPASW-846 中 8270E 的要求，所有定量的目标物相对响应因子 (RRF) 的 RSD 应 ≤20%；标准曲线的相关系数 $r \geq 0.99$ ，否则应重新绘制标准曲线；每批 (≤20 个) 样品应测定一个曲线中间校核点，其测定结果与标准曲线相应点浓度的相对误差应 ≤±20%。

5.11.3 精密度控制

6 家实验室实验室内相对标准偏差范围为 0.5%~18.8%，参照《化学分析方法验证确认和内部质量控制要求》(GB/T 32465-2015) 的要求，因此规定：每批样品应至少测定 5% 的平行双样，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样。平行双样测定结果的相对偏差应 ≤20%。

5.11.4 准确度控制

(1) 6 家实验室敌百虫、敌敌畏、速灭磷和内吸磷的加标回收率范围在 35.1%~76.9% 之间，其他目标物的回收率在 61.1%~109% 之间，因此本标准规定：每批样品应测定 5% 的

基体加标样品，样品数量少于10个时，应至少测定一个基体加标样品，敌百虫、敌敌畏、速灭磷和内吸磷加标回收率应大于30%，其他目标物加标回收率应在60%~120%之间。

(2) 由表 69 可知，6 家实验室替代物的回收率范围在 69.7%~120%之间，因此本标准规定：替代物的回收率应在 60%~120%之间。

5.11.5 其他

(1) 每批样品分析之前或 24 h 之内，需注入有机磷农药柱处理液（4.7）对色谱柱进行饱和吸附处理。

(2) 在分析完高浓度样品后，应分析一个或多个空白试验样品检查交叉污染。

(3) 参考 EPASW-846 中 8270E 的要求，样品中内标的保留时间与当天连续校准或者最近绘制的校准曲线中内标保留时间偏差应不超过 30 s，定量离子峰面积变化应在 50%~150%之间。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 参与验证的实验室和人员情况

表 61 参加验证人员情况表

单位	姓名	性别	年龄	职称	所学专业	工作年限
鞍山市环境监测中心站	钟岩	女	34	工程师	分析化学	8 年
沈阳市环境监测中心站	祝琳琳	女	36	工程师	化学	8 年
淄博市环境监测站	刁振凤	女	29	工程师	环境科学	5 年
辽阳市环境监测站	曾淼	女	35	工程师	有色金属冶金	4 年
抚顺市环境监测中心站	李晓丹	女	33	工程师	计算机	10 年
天津市环境监测中心	张肇元	男	33	工程师	环境化学	7 年

表 62 使用仪器情况表

单位	仪器名称	仪器出厂编号	性能状况
鞍山市环境监测中心站	气相色谱-质谱仪	7210010641/130 229	良好
沈阳市环境监测中心站	气相色谱-质谱仪	714100374/ISQ 140737	良好
淄博市环境监测站	气相色谱-质谱仪	US1546M401/ CN15433013	正常
	垂直振荡器	1090444	正常
辽阳市环境监测站	气相色谱-质谱仪	US1546M401/ CN15433013	良好
	垂直振荡器	1090444	良好
抚顺市环境监测中心站	气相色谱-质谱仪	US1546M416/C N15433037	良好
天津市环境监测中心	气相色谱-质谱仪	US1546M416/C N15433037	良好

6.1.2 方法验证方案

方法验证方案及工作方法的编写按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)中规定进行,具体验证方案如下:

6.1.2.1 分析条件的设定

6.1.2.1.1 除敌百虫外有机磷农药的分析条件

(1) 地表水和地下水的测定

量取 1 L 水样至分液漏斗中,加入 10.0 μl 替代物标准溶液,混匀。向水样中加入 30 g 氯化钠,振荡至完全溶解后,加入 25 ml 三氯甲烷,振摇 2 min,静置分层。将萃取液转移至相应容器中。重复上述过程 2 次,合并萃取液,同时保留水层待测。萃取液经无水硫酸钠

脱水后收集于浓缩瓶中，浓缩至 1.0 ml 后，预先用 5 ml 正己烷：丙酮（1:1）活化石墨化炭黑填料小柱，再将 1 ml 待测提取液加入到活化后的石墨化炭黑填料小柱中，接着用 10 ml 正己烷：丙酮（1:1）洗脱，收集全部过柱的洗脱液，浓缩近干后用正己烷：丙酮（1:1）定容至 1.0 ml，提取液中加入 5.0 μl 内标标准溶液（4.8），待测。

注 1：清洁的地表水、地下水和海水可不净化。

（2）废水的测定

量取 100 ml 水样至分液漏斗中，加入 10.0 μl 替代物标准溶液，混匀。向水样中加入 3 g 氯化钠，振荡至完全溶解后，加入 10 ml 三氯甲烷，振摇 2 min，静置分层。将萃取液转移至相应容器中。重复上述过程 2 次，合并萃取液，同时保留水层待测。萃取液经无水硫酸钠脱水后收集于浓缩瓶中，浓缩至 1.0 ml 后，预先用 5 ml 正己烷：丙酮（1:1）活化石墨化炭黑填料小柱，再将 1 ml 待测提取液加入到活化后的石墨化炭黑填料小柱中，接着用 10 ml 正己烷：丙酮（1:1）洗脱，收集全部过柱的洗脱液，浓缩近干后用正己烷：丙酮（1:1）定容至 1.0 ml，提取液中加入 5.0 μl 内标标准溶液（4.8），待测。

注 2：对于成分比较复杂的生活污水和工业废水，或提取液颜色较深时，可以对提取液进行净化。否则无需净化。

6.1.2.1.2 敌百虫的分析条件

取 6.1.2.1.1 中收集的水层用氢氧化钠调 pH 至 9~10 后，倒入锥形瓶中，盖好瓶盖，置于 50℃ 的水浴锅中进行碱解，不断摇动锥形瓶。15 min 后取出锥形瓶，冷却至室温，用硫酸溶液调 pH 至 5~6 后，将此溶液转移至分液漏斗中，按照 6.1.2.1.1 中步骤进行测定。

6.1.2.2 标准系列配制

配制有机磷农药和替代物的混合标准溶液系列，标准系列浓度为：0.5 μg/ml、1.0 μg/ml、5.0 μg/ml、10.0 μg/ml、50.0 μg/ml 和 100 μg/ml。向标准溶液系列中分别加入一定量的内标标准溶液，使标准系列点的内标浓度均为 10.0 μg/ml。用微量注射器分别移取有机磷农药柱处理液和标准系列溶液 1.0 μl 注射到气相色谱仪中。按照仪器参考条件，从低浓度到高浓度依次测定，记录标准系列目标物及相对应内标的保留时间、定量离子（第一或第二特征离子）的响应值。

6.1.2.3 检出限

6.1.2.3.1 地表水、地下水和海水检出限

各实验室对 1 L 实验用水进行空白加标，得到浓度为 1.0 μg/L 的样品（敌敌畏、内吸磷和敌百虫浓度为 2.0 μg/L），按照样品分析的全部步骤平行测定 7 次以上后计算平均值、标准偏差、相对标准偏差、检出限等各项参数。检出限按式（7）计算。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (7)$$

式中：MDL——方法检出限；

n ——样品的平行测定次数；

t ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 分布（单侧）；

S —— n 次平行测定的标准偏差。

6.1.2.3.2 废水检出限

各实验室对 100 ml 实验用水进行空白加标，得到浓度为 10.0 μg/L 的样品（敌敌畏、内吸磷和敌百虫浓度为 20.0 μg/L），按照样品分析的全部步骤平行测定 7 次以上后计算平均

值、标准偏差、相对标准偏差、检出限等各项参数。检出限按式（8）计算。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (8)$$

式中： MDL ——方法检出限；

n ——样品的平行测定次数；

t ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 分布（单侧）；

S —— n 次平行测定的标准偏差。

注：速灭磷有两种异构体，分别是（E）-速灭磷和 Z-（速灭磷），两种异构体的检出限分别计算，速灭磷检出限按照两种异构体中较大的来确定；磷胺检出限的确定参照速灭磷。

6.1.2.4 精密度

6 家实验室分别对地表水和地下水进行加标测定，加标浓度分别为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 90.0 $\mu\text{g/L}$ ；6 家实验室对有机磷农药生产厂家废水排放口排水进行测定；6 家实验室分别对污水处理厂排水和有机磷农药生产厂家废水排放口排水进行加标测定，加标浓度分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 900 $\mu\text{g/L}$ ，计算实验室内相对标准偏差、重复性限 r 和再现性限 R 。

6.1.2.5 准确度

6 家实验室分别对地表水和地下水进行加标测定，加标浓度分别为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 90.0 $\mu\text{g/L}$ ；6 家实验室分别对污水处理厂排水和有机磷农药生产厂家废水排放口排水进行加标测定，加标浓度分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 900 $\mu\text{g/L}$ ，计算平均值和加标回收率。

6.2 方法验证过程

通过筛选确定方法验证单位。按照方法验证方案准备实验用品，与验证单位确定验证时间。在方法验证前，参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。

《方法验证报告》见附录 A。

6.3 方法验证结论

6 家实验室验证结果表明，对于地表水和地下水来说，采样量为 1 L；对于生活污水和工业废水来说，采样量为 100 ml，有机磷农药的检出限和测定下限见表 63。

6 家实验室分别对地表水、地下水、污水处理厂排水和有机磷农药生产厂家废水排放口进行测定，地表水和地下水有机磷农药加标浓度 1.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 90.0 $\mu\text{g/L}$ 、污水处理厂排水和废水样品的有机磷农药加标浓度 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 900 $\mu\text{g/L}$ ，计算实验室内相对标准偏差、重复性限 r 和再现性限 R ，实验结果见表 64~表 66。

6 家实验室分别对地表水、地下水、污水处理厂排水和有机磷农药生产厂家废水排放口样品进行加标，地表水和地下水加标浓度 1.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 90.0 $\mu\text{g/L}$ ，污水处理厂排水和废水加标浓度 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 900 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率见表 67 和表 68。

表 63 有机磷农药的检出限和测定下限

序号	目标物 中文名称	地表水和地下水		生活污水和工业废水	
		检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	敌敌畏	0.4	1.6	5	20
2	速灭磷	0.4	1.6	5	20
3	内吸磷	0.3	1.2	4	16
4	灭线磷	0.3	1.2	4	16
5	治螟磷	0.4	1.6	4	16
6	甲拌磷	0.4	1.6	4	16
7	特丁硫磷	0.3	1.2	4	16
8	二嗪磷	0.4	1.6	4	16
9	地虫硫磷	0.4	1.6	5	20
10	异稻瘟净	0.4	1.6	5	20
11	乐果	0.4	1.6	5	20
12	氯唑磷	0.5	2.0	5	20
13	甲基毒死蜱	0.4	1.6	4	16
14	磷胺	0.4	1.6	4	16
15	甲基对硫磷	0.4	1.6	5	20
16	毒死蜱	0.4	1.6	5	20
17	杀螟硫磷	0.5	2.0	5	20
18	马拉硫磷	0.5	2.0	6	24
19	对硫磷	0.5	2.0	5	20
20	溴硫磷	0.4	1.6	5	20
21	甲基异柳磷	0.4	1.6	4	16
22	水胺硫磷	0.4	1.6	4	16
23	稻丰散	0.4	1.6	5	20
24	丙溴磷	0.6	2.4	7	28
25	苯线磷	0.4	1.6	5	20
26	三唑磷	0.3	1.2	4	16
27	蝇毒磷	0.3	1.2	4	16
28	敌百虫	0.4	1.6	5	20

表 64 精密度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	浓度 (μg/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 (μg/L)		再现性限 (μg/L)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
1	敌敌畏	1.00	12~16	12~17	1.8	1.8	0.2	0.2	0.2	0.2
		10.0	7.1~14	7.1~14	2.6	2.6	1.7	1.8	2.0	2.1
		90.0	6.5~14	6.3~10	1.5	1.5	13	13	17	17
2	速灭磷	1.00	9.0~19	9.4~19	4.3	4.0	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.9~11	8.2~11	1.5	1.4	1.7	1.8	2.0	2.0
		90.0	6.3~7.8	7.1~8.4	0.5	0.5	13	13	17	17
3	内吸磷	1.00	8.3~19	9.0~20	4.3	4.2	0.2	0.2	0.2	0.2
		10.0	6.6~13	6.6~14	3.2	3.4	1.9	2.0	2.2	2.2
		90.0	5.3~12	5.5~12	2.3	2.2	14	15	18	19
4	灭线磷	1.00	8.9~16	9.1~18	3.3	3.6	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	5.2~12	5.2~14	3.3	3.6	2.7	2.8	3.1	3.5
		90.0	3.2~9.7	3.2~11	2.8	3.2	20	21	26	30
5	治螟磷	1.00	8.7~15	8.8~16	3.0	3.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.3~15	7.3~16	3.3	3.6	3.5	3.6	3.8	4.2
		90.0	5.3~11	5.3~13	2.8	3.2	27	28	32	36
6	甲拌磷	1.00	7.2~17	6.9~17	4.0	4.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.1~13	6.1~15	3.3	3.7	3.0	3.0	3.3	3.7
		90.0	3.9~10	3.9~12	2.9	3.2	22	23	28	32

7	特丁硫磷	1.00	9.0~12	9.1~12	1.3	1.2	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	6.9~14	6.9~15	3.2	3.5	3.1	3.1	3.4	3.7
		90.0	4.7~10	4.7~12	2.5	2.8	22	22	27	31
8	二嗪磷	1.00	8.6~12	8.2~12	1.4	1.2	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.2~14	7.2~16	3.0	3.3	3.1	3.2	3.5	3.7
		90.0	5.1~12	5.4~13	2.7	3.1	24	24	30	33
9	地虫硫磷	1.00	6.2~15	6.2~16	4.1	4.2	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.9~13	5.9~15	3.3	3.6	2.7	2.8	3.1	3.4
		90.0	3.7~10	3.7~12	2.8	3.1	20	21	26	29
10	异稻瘟净	1.00	10~13	10~13	1.1	1.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.7~14	6.7~15	2.9	3.3	2.9	3.0	3.3	3.6
		90.0	4.1~10	4.1~12	2.4	2.8	21	22	27	30
11	乐果	1.00	11~14	11~14	1.3	1.3	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.9~13	5.9~15	2.9	3.3	2.6	2.7	3.0	3.4
		90.0	3.8~10	3.8~12	2.5	2.9	20	21	27	32
12	氯唑磷	1.00	9.0~15	9.0~15	2.5	2.4	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	5.9~13	5.9~15	3.2	3.6	2.9	2.9	3.3	3.6
		90.0	3.6~10	3.6~11	2.8	3.1	21	22	27	31
13	甲基毒死蜱	1.00	7.2~11	7.2~12	1.5	1.5	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.6~11	5.6~11	2.1	2.2	2.2	2.2	2.8	3.3
		90.0	3.4~8.0	3.4~8.6	2.0	2.2	16	17	24	28
14	磷胺	1.00	9.1~11	7.1~11	0.7	1.4	0.3	0.3	0.3	0.3

		10.0	4.9~8.9	4.9~10	1.7	2.3	2.0	2.2	3.1	3.8
		90.0	3.8~7.3	3.8~8.0	1.3	1.6	15	16	25	31
15	甲基对硫磷	1.00	8.5~12	9.1~13	1.7	1.7	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	6.6~11	6.6~13	2.1	2.6	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	4.2~7.4	4.2~9.0	1.4	2.1	17	19	28	34
16	毒死蜱	1.00	8.5~12	8.8~12	1.6	1.3	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	6.6~10	6.6~12	1.6	2.2	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	4.3~7.3	4.3~8.7	1.4	1.9	17	19	25	29
17	杀螟硫磷	1.00	10~18	10~19	3.5	3.6	0.4	0.4	0.4	0.5
		10.0	6.2~15	6.2~17	4.2	4.5	2.9	3.2	3.3	3.8
		90.0	3.9~12	3.9~14	3.7	4.1	22	24	28	33
18	马拉硫磷	1.00	8.7~16	8.4~17	3.3	3.3	0.3	0.3	0.4	0.4
		10.0	5.9~9.7	5.9~11	1.8	2.4	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	3.8~7.0	3.8~8.5	1.4	2.0	16	18	24	29
19	对硫磷	1.00	8.7~16	8.8~16	3.2	2.9	0.3	0.4	0.4	0.4
		10.0	6.1~9.8	6.1~12	1.5	2.2	2.1	2.3	2.8	3.3
		90.0	3.8~7.7	3.8~8.7	1.7	2.1	16	18	26	32
20	溴硫磷	1.00	7.4~12	7.5~13	2.3	2.1	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.0~9.6	6.0~11	1.5	2.2	1.8	2.0	3.1	3.8
		90.0	3.7~7.1	3.7~8.3	1.4	1.8	12	15	27	34
21	甲基异柳磷	1.00	8.4~10.3	8.8~11	0.7	0.7	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.4~11.2	6.4~13	1.9	2.5	2.3	2.4	2.8	3.2

		90.0	5.1~8.1	4.6~9.3	1.2	1.8	17	18	25	30
22	水胺硫磷	1.00	6.5~9.1	6.1~9.7	0.9	1.2	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	5.9~9.7	5.9~11	1.4	2.2	2.1	2.3	2.6	3.0
		90.0	3.7~6.8	3.7~8.3	1.1	1.8	15	17	23	27
23	稻丰散	1.00	10~14	11~15	1.7	1.4	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	6.8~11	6.8~12	1.4	2.2	2.2	2.5	2.9	3.4
		90.0	4.9~7.7	4.9~9.4	1.1	1.7	17	18	25	30
24	丙溴磷	1.00	9.9~15	10~16	2.5	2.4	0.4	0.4	0.4	0.4
		10.0	5.4~9.0	5.4~11	1.7	2.3	2.1	2.4	2.7	3.2
		90.0	3.5~6.6	3.5~8.1	1.2	1.8	14	16	22	27
25	苯线磷	1.00	6.9~14	7.1~15	3.3	3.2	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.6~9.1	5.6~11	1.6	2.3	2.0	2.2	2.9	3.5
		90.0	3.7~6.5	3.7~8.0	1.2	1.8	14	16	26	32
26	三唑磷	1.00	11~12	10~13	0.6	0.8	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	9.3~13	9.3~14	1.3	2.0	2.5	2.7	2.8	3.2
		90.0	7.1~10	7.1~11	1.2	1.8	21	23	27	32
27	蝇毒磷	1.00	11~15	11~15	1.8	1.4	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.8~11	5.8~12	2.1	2.7	2.4	2.5	2.9	3.2
		90.0	3.7~8.2	3.7~9.4	2.0	2.3	19	19	26	29
28	敌百虫	1.00	7.6~18	9.0~19	4.2	3.8	0.1	0.1	0.2	0.2
		10.0	7.3~17	7.4~17	3.5	3.4	1.6	1.6	1.8	1.8
		90.0	4.6~14	4.6~14	3.3	3.3	11	11	14	15

表 65 精密度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）	实验室内相对标准偏差（%）		实验室间相对标准偏差（%）		重复性限（ $\mu\text{g/L}$ ）		再现性限（ $\mu\text{g/L}$ ）	
			生活污水	工业废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水
1	敌敌畏	10.0	11~14	10~14	1.0	1.3	2	2	2	2
		100	6.2~8.7	6.4~9.1	0.8	0.9	12	13	19	20
		900	1.6~4.6	2.5~5.5	1.4	1.4	45	61	218	225
2	速灭磷	10.0	9.7~14	9.2~14	1.7	1.8	2	2	2	2
		100	5.8~9.8	5.7~10	1.4	1.6	12	12	16	16
		900	1.6~8.6	2.5~9.0	2.6	2.5	101	115	172	181
3	内吸磷	10.0	9.8~14	9.6~14	2.1	2.2	2	2	2	2
		100	5.5~7.4	4.8~7.8	0.7	1.3	10	10	16	17
		900	1.9~6.4	2.5~5.2	1.7	1.1	68	65	176	175
4	灭线磷	10.0	9.0~11	9.0~11	0.8	0.8	2	2	3	3
		100	5.9~7.3	5.9~7.3	0.5	0.6	17	18	23	25
		900	0.7~2.8	0.7~3.3	0.7	0.9	45	59	158	172
5	治螟磷	10.0	8.5~12	10~14	1.4	1.5	3	3	3	3
		100	6.3~8.5	6.4~9.1	0.9	1.0	20	22	26	29
		900	1.5~4.9	2.5~5.5	1.2	1.3	70	100	176	199
6	甲拌磷	10.0	9.4~12	9.2~14	1.1	1.1	3	3	3	3
		100	6.3~8.4	5.7~10	0.8	0.7	19	21	24	27
		900	1.1~3.9	2.5~9.0	1.0	1.2	55	79	159	179

7	特丁硫磷	10.0	10~13	8.4~12	1.5	1.2	3	3	3	3
		100	6.5~8.6	6.3~8.5	0.8	0.4	19	22	24	27
		900	2.3~3.9	2.0~4.9	0.6	0.6	65	78	160	176
8	二嗪磷	10.0	11~13	9.4~12	1.1	1.0	3	3	3	3
		100	6.5~10	6.7~8.4	1.5	0.8	24	28	28	33
		900	1.8~6.0	1.1~4.3	1.7	1.2	100	141	186	218
9	地虫硫磷	10.0	9.3~12	11~13	1.1	1.0	3	2	3	3
		100	6.2~7.7	7.5~8.6	0.5	0.6	18	18	31	24
		900	0.5~3.2	2.4~3.9	0.9	1.2	46	56	242	162
10	异稻瘟净	10.0	9~12	11~13	1.4	1.3	3	3	3	3
		100	6.2~8.0	8.5~10	0.7	0.8	19	20	25	27
		900	1.3~3.9	3.5~6.6	0.9	1.2	57	75	166	184
11	乐果	10.0	9.3~12	9.3~12	1.2	1.0	3	3	3	3
		100	5.4~8.0	6.2~7.7	1.0	0.7	17	20	26	26
		900	0.5~3.3	0.5~3.4	0.9	1.1	46	63	186	174
12	氯唑磷	10.0	9.0~12	9.0~12	1.2	1.1	2	3	3	3
		100	4.6~7.5	6.2~8.0	1.1	0.7	15	19	22	25
		900	0.5~3.2	1.3~3.9	1.0	1.2	40	58	161	171
13	甲基毒死蜱	10.0	7.7~11	9.6~12	1.5	1.0	2	2	3	3
		100	5.7~7.2	6.4~8.0	0.5	0.6	17	17	38	23
		900	0.6~4.9	0.5~3.4	1.8	1.1	77	51	256	158
14	磷胺	10.0	11~12	9.1~12	0.5	0.5	3	3	3	3

		100	7.5~8.1	5.9~7.5	0.2	0.2	20	20	24	25
		900	3.5~4.5	0.5~3.3	0.4	0.4	87	91	167	173
15	甲基对硫磷	10.0	8.9~12	8.8~11	1.3	1.3	2	2	3	3
		100	6.5~8.3	5.7~7.2	0.8	0.8	18	19	24	24
		900	1.2~4.1	0.6~3.2	1.3	1.3	65	68	159	165
16	毒死蜱	10.0	8.5~12	11~12	1.4	1.3	3	3	3	3
		100	5.8~7.8	7.5~8.1	0.9	0.9	18	19	24	25
		900	1.4~4.1	3.5~4.5	1.2	1.2	70	73	170	177
17	杀螟硫磷	10.0	8.9~12	8.9~12	1.2	1.2	2	2	3	3
		100	6.1~7.8	6.5~8.3	0.7	0.7	18	18	23	24
		900	0.9~3.7	1.2~4.1	1.2	1.2	59	61	159	165
18	马拉硫磷	10.0	9.2~12	8.5~12	1.1	1.1	3	3	3	3
		100	5.9~7.6	5.8~7.8	0.7	0.7	18	19	25	26
		900	0.6~3.4	1.4~4.1	1.2	1.2	59	61	170	177
19	对硫磷	10.0	9.0~12	8.9~12	1.1	1.1	2	2	3	3
		100	5.9~7.7	6.1~7.8	0.8	0.8	17	18	23	24
		900	0.7~3.6	0.9~3.7	1.2	1.2	57	59	157	163
20	溴硫磷	10.0	9.0~11	9.2~12	0.9	1.0	2	2	2	3
		100	5.9~7.6	5.9~7.6	0.7	0.7	16	17	22	23
		900	0.8~3.5	0.6~3.4	1.1	1.1	56	58	151	157
21	甲基异柳磷	10.0	9.3~13	8.9~12	1.4	1.4	3	3	3	3
		100	6.0~8.3	5.9~7.7	0.9	0.9	19	20	25	26

		900	0.9~4.3	0.7~3.6	1.2	1.2	73	76	170	177
22	水胺硫磷	10.0	9.6~12	9.0~11	1.1	1.0	3	3	3	3
		100	6.4~7.9	5.9~7.6	0.6	0.6	19	20	25	26
		900	0.7~3.4	0.8~3.5	1.1	1.1	61	63	170	177
23	稻丰散	10.0	10~13	9.3~13	1.3	1.3	3	3	3	3
		100	6.9~8.7	6.0~8.3	0.7	0.7	20	21	25	26
		900	1.6~4.2	0.9~4.3	1.1	1.1	73	76	169	175
24	丙溴磷	10.0	8.1~11	9.6~12	1.1	1.1	2	2	3	3
		100	5.0~6.7	6.4~7.9	0.7	0.7	16	17	23	24
		900	0.7~3.6	0.7~3.4	1.1	1.1	62	64	169	176
25	苯线磷	10.0	7.9~10	10~13	1.0	1.1	2	2	2	2
		100	4.4~6.1	6.9~8.7	0.7	0.7	13	13	20	20
		900	1.2~3.3	1.6~4.2	0.7	0.7	55	57	149	155
26	三唑磷	10.0	5.2~11	4.3~5.7	2.2	0.5	2	2	2	3
		100	5.4~7.9	4.0~5.9	1.1	0.8	19	20	26	27
		900	3.3~6.0	3.2~5.8	1.1	1.1	120	124	193	201
27	蝇毒磷	10.0	9.8~12	7.9~11	1.0	1.0	3	3	3	3
		100	6.0~7.4	4.4~6.1	0.6	0.6	18	19	24	25
		900	0.9~2.9	1.2~3.3	0.8	0.8	51	53	164	171
28	敌百虫	10.0	12~14	5.2~11	0.6	0.7	2	2	2	2
		100	6.8~8.3	5.4~7.9	0.6	0.6	10	11	14	14
		900	1.6~4.8	3.3~6.0	1.4	1.1	48	55	140	146

表 66 精密度汇总表（工业废水实际样品）

序号	化合物名称	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (μg/L)	再现性限 (μg/L)
1	三唑磷	4.5~7.5	1.1	6	9

表 67 准确度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	敌敌畏	1.00	41.7~44.5	1.1	43.0±2.2	40.7~43.5	1.1	42.1±2.2
		10.0	60.1~64.6	1.7	62.2±3.4	59.0~63.3	1.6	61.0±3.2
		90.0	65.5~70.3	1.8	67.8±3.6	64.2~68.9	1.8	66.4±3.5
2	速灭磷	1.00	51.1~60.8	4.0	56.7±8.0	49.8~59.8	4.1	55.7±8.3
		10.0	62.6~67.2	1.7	64.7±3.5	61.3~65.8	1.7	63.4±3.4
		90.0	68.1~73.1	1.9	70.5±3.7	66.8~71.7	1.8	69.1±3.7
3	内吸磷	1.00	40.5~43.3	1.0	41.8±2.1	39.5~42.3	1.1	40.9±2.2
		10.0	66.0~70.9	1.8	68.3±3.7	64.7~69.5	1.8	66.9±3.6
		90.0	71.8~77.1	2.0	74.3±4.0	70.4~75.6	2.0	72.8±3.9
4	灭线磷	1.00	73.7~79.0	2.0	76.2±4.0	72.2~77.5	2.0	74.7±4.0
		10.0	85.9~92.1	2.3	88.8±4.7	84.2~90.3	2.3	87.0±4.6
		90.0	93.5~100	2.6	96.7±5.1	91.7~98.4	2.5	94.8±5.0

5	治螟磷	1.00	69.9~75.2	2.0	72.3±4.0	68.8~73.8	1.9	71.1±3.8
		10.0	93.5~100	2.6	96.7±5.2	91.6~98.3	2.5	94.7±5.1
		90.0	102~110	2.8	105.5±5.6	99.9~107	2.8	103±5.6
6	甲拌磷	1.00	61.9~66.6	1.7	64.0±3.5	61.1~65.5	1.6	63.1±3.2
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8	84.8~91.0	2.3	87.7±4.7
		90.0	94.2~101	2.6	97.4±5.1	92.3~99.0	2.5	95.4±5.0
7	特丁硫磷	1.00	69.6~74.5	1.8	71.9±3.7	68.3~73.2	1.8	70.6±3.6
		10.0	84.6~90.8	2.3	87.5±4.7	82.9~89.0	2.3	85.7±4.6
		90.0	92.0~98.8	2.5	95.2±5.1	90.2~96.8	2.5	93.3±5.0
8	二嗪磷	1.00	85.8~92.3	2.3	88.8±4.7	83.8~90.3	2.4	86.9±4.8
		10.0	92.9~99.6	2.5	96.0±5.1	91.0~97.6	2.5	94.1±5.0
		90.0	101~109	2.7	105±5.5	99.2~106	2.7	102±5.4
9	地虫硫磷	1.00	68.7~73.7	1.9	71.1±3.7	67.5~72.5	1.8	69.9±3.7
		10.0	80.8~86.7	2.2	83.6±4.4	79.2~85.0	2.2	81.9±4.4
		90.0	88.0~94.5	2.4	91.0±4.9	86.3~92.6	2.4	89.2±4.7
10	异稻瘟净	1.00	78.7~84.5	2.1	81.4±4.3	76.9~82.7	2.2	79.6±4.3
		10.0	90.2~96.9	2.5	93.3±5.0	88.4~95.0	2.5	91.5±4.9
		90.0	98.2~105	2.7	102±5.4	96.3~103	2.6	99.5±5.3
11	乐果	1.0	79.1~84.7	2.1	81.7±4.2	77.3~82.9	2.1	79.9±4.2
		10.0	86.4~92.7	2.4	89.3±4.8	84.6~90.8	2.3	87.5±4.6
		90.0	94.0~101	2.6	97.2±5.1	92.1~98.9	2.5	95.3±5.1
12	氯唑磷	1.00	80.0~85.6	2.1	82.6±4.2	78.2~83.7	2.1	80.8±4.2

		10.0	86.0~92.3	2.4	88.9±4.7	84.3~90.5	2.3	87.2±4.7
		90.0	93.7~100	2.6	96.9±5.1	91.8~98.5	2.5	94.9±5.0
13	甲基毒死蜱	1.00	86.7~93.2	2.4	89.7±4.8	85.0~91.2	2.3	87.9±4.6
		10.0	79.3~85.1	2.2	82.0±4.4	77.7~83.4	2.1	80.3±4.3
		90.0	86.3~92.6	2.4	89.3±4.7	84.6~90.8	2.3	87.5±4.7
14	磷胺	1.00	88.5~94.9	2.4	91.5±4.7	86.6~92.9	2.3	89.5±4.7
		10.0	80.2~86.1	2.2	83.0±4.4	78.7~84.3	2.1	81.3±4.2
		90.0	87.5~93.8	2.3	90.4±4.7	85.7~91.9	2.3	88.6±4.6
15	甲基对硫磷	1.00	71.8~77.1	2.0	74.3±3.9	70.4~75.6	1.9	72.8±3.9
		10.0	80.6~86.5	2.2	83.3±4.5	79.0~84.8	2.2	81.7±4.4
		90.0	87.7~94.1	2.4	90.7±4.8	85.9~92.2	2.4	88.9±4.7
16	毒死蜱	1.00	89.0~95.6	2.5	92.0±4.9	87.2~93.5	2.4	90.1±4.8
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8	84.8~91.0	2.3	87.7±4.7
		90.0	94.1~101	2.6	97.3±5.2	92.2~99.0	2.5	95.4±5.1
17	杀螟硫磷	1.00	87.6~94.2	2.5	90.6±5.0	85.6~92.1	2.4	88.7±4.9
		10.0	81.9~87.9	2.3	84.7±4.5	80.2~86.1	2.2	82.9±4.4
		90.0	89.2~95.7	2.4	92.2±4.9	87.4~93.8	2.4	90.4±4.8
18	马拉硫磷	1.00	85.0~91.2	2.3	87.8±4.6	83.4~89.3	2.2	86.1±4.4
		10.0	88.3~94.8	2.4	91.3±4.9	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8
		90.0	96.3~103	2.6	99.6±5.2	94.4~101.3	2.6	97.6±5.2
19	对硫磷	1.00	85.3~91.8	2.5	88.2±4.9	83.6~89.7	2.3	86.4±4.6
		10.0	81.4~87.3	2.2	84.1±4.5	79.8~85.6	2.2	82.5±4.4

		90.0	88.5~95.0	2.4	91.6±4.9	86.8~93.1	2.4	89.7±4.8
20	溴硫磷	1.00	85.6~91.9	2.3	88.5±4.7	83.7~89.8	2.3	86.5±4.6
		10.0	77.9~83.6	2.2	80.6±4.3	76.4~82.0	2.1	79.0±4.2
		90.0	84.9~91.1	2.3	87.8±4.6	83.2~89.2	2.2	86.0±4.5
21	甲基异柳磷	1.00	85.8~91.9	2.3	88.6±4.6	83.8~89.9	2.3	86.6±4.6
		10.0	85.9~92.2	2.4	88.9±4.8	84.2~90.4	2.3	87.1±4.7
		90.0	93.4~100	2.6	96.6±5.2	91.5~98.3	2.6	94.7±5.1
22	水胺硫磷	1.00	84.3~90.5	2.3	87.1±4.6	82.4~88.4	2.2	85.3±4.5
		10.0	88.1~94.6	2.4	91.1±4.9	86.4~92.7	2.4	89.3±4.7
		90.0	95.8~103	2.6	99.1±5.2	93.9~100.8	2.6	97.1±5.1
23	稻丰散	1.00	79.7~85.6	2.2	82.3±4.4	77.9~83.7	2.2	80.6±4.4
		10.0	85.0~91.3	2.4	87.9±4.7	83.3~89.4	2.3	86.2±4.6
		90.0	92.6~99.4	2.5	95.8±5.1	90.8~97.5	2.5	93.9±5.0
24	丙溴磷	1.00	92.4~99.2	2.5	95.5±5.0	90.4~97.2	2.5	93.5±5.1
		10.0	87.1~93.5	2.4	90.1±4.8	85.4~91.7	2.4	88.3±4.7
		90.0	95.0~102	2.6	98.2±5.2	93.1~99.9	2.5	96.3±5.1
25	苯线磷	1.00	78.4~84.2	2.2	81.1±4.4	76.6~82.4	2.2	79.4±4.4
		10.0	77.1~82.8	2.1	79.8±4.2	75.6~81.2	2.1	78.2±4.2
		90.0	83.9~90.1	2.3	86.8±4.7	82.3~88.3	2.3	85.1±4.5
26	三唑磷	1.00	77.1~83.1	2.2	79.9±4.5	75.0~80.8	2.1	77.7±4.3
		10.0	74.4~79.8	2.0	76.9±4.1	72.2~77.4	2.0	74.6±3.9
		90.0	81.0~86.8	2.2	83.7±4.4	78.5~84.2	2.1	81.2±4.3

27	蝇毒磷	1.00	75.1~80.8	2.1	77.8±4.3	73.0~78.4	2.0	75.5±4.0
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8	83.9~90.1	2.3	86.8±4.7
		90.0	94.3~101	2.6	97.5±5.2	91.4~98.1	2.5	94.6±5.0
28	敌百虫	1.00	36.1~38.9	1.0	37.4±2.0	35.1~37.8	1.0	36.4±2.0
		10.0	52.5~56.3	1.4	54.3±2.9	50.9~54.6	1.4	42.1±2.2
		90.0	57.2~61.4	1.6	59.1±3.2	55.5~59.5	1.5	61.0±3.2

表 68 准确度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	加标浓度 (µg/L)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	敌敌畏	10.0	51.3~62.8	5.4	57.4±10.8	46.5~58.4	4.6	55.8±9.2
		100	67.7~69.8	0.8	68.7±1.6	62.3~64.2	0.7	63.2±1.4
		900	68.0~70.0	0.7	69.0±1.5	62.5~64.4	0.7	63.5±1.4
2	速灭磷	10.0	55.6~65.4	4.6	61.8±9.2	50.4~60.2	4.6	56.6±9.3
		100	70.5~72.6	0.8	71.6±1.5	64.9~66.8	0.7	65.9±1.4
		900	70.8~72.9	0.8	71.8±1.5	65.1~67.1	0.7	66.1±1.5
3	内吸磷	10.0	57.3~68.7	5.3	63.4±10.7	51.9~63.2	5.3	57.9±10.7
		100	65.2~67.2	0.7	66.2±1.5	60.0~61.8	0.7	60.9±1.3
		900	74.6~76.9	0.8	75.7±1.7	68.7~70.7	0.7	69.7±1.5

4	灭线磷	10.0	87.9~90.7	1.0	89.3±2.1	80.9~83.4	0.9	82.2±1.8
		100	96.8~99.6	1.0	98.2±2.1	89.0~91.7	1.0	90.3±2.0
		900	97.1~100	1.1	98.5±2.1	89.4~92.0	1.0	90.6±1.9
5	治螟磷	10.0	95.5~98.6	1.1	97.0±2.3	87.8~90.7	1.1	89.3±2.1
		100	105~108	1.3	107±2.5	96.7~99.8	1.1	98.2±2.3
		900	106~109	1.3	107±2.5	97.0~100	1.1	98.5±2.3
6	甲拌磷	10.0	88.4~91.1	1.0	89.7±2.0	81.3~83.8	0.9	82.5±1.9
		100	97.5~100	1.1	98.9±2.1	89.7~92.3	1.0	91.0±1.9
		900	97.8~101	1.2	99.3±2.3	90.0~92.6	1.0	91.3±1.9
7	特丁硫磷	10.0	86.3~89.1	1.0	87.7±2.0	79.2~81.9	1.0	80.6±2.0
		100	95.1~98.2	1.1	96.6±2.3	87.5~90.3	1.0	88.9±2.1
		900	95.5~98.4	1.1	97.0±2.2	87.8~90.6	1.0	89.2±2.1
8	二嗪磷	10.0	94.7~97.6	1.1	96.1±2.2	87.2~89.8	1.0	88.5±1.9
		100	105~108	1.1	106±2.2	96.3~99.1	1.0	97.7±2.1
		900	105~107	0.9	106±1.8	96.5~99.2	1.0	97.9±2.0
9	地虫硫磷	10.0	82.4~85.2	1.0	83.8±2.1	76.0~78.4	0.9	77.2±1.8
		100	91.0~93.8	1.0	92.4±2.1	83.7~86.3	1.0	85.0±1.9
		900	91.3~94.1	1.0	92.7±2.1	84.0~86.5	0.9	85.3±1.8
10	异稻瘟净	10.0	92.1~95.2	1.1	93.6±2.3	84.8~87.6	1.0	86.2±2.1
		100	102~105	1.2	103±2.4	93.4~96.3	1.1	94.8±2.2
		900	102~105	1.2	104±2.3	93.8~96.7	1.1	95.2±2.1
11	乐果	10.0	88.4~91.1	1.0	89.7±2.0	81.3~83.8	0.9	82.5±1.9

		100	97.2~100	1.1	98.7±2.2	89.5~92.2	1.0	90.8±2.0
		900	98.4~101	1.2	99.1±2.4	89.8~92.5	1.0	91.1±2.0
12	氯唑磷	10.0	88.0~90.8	1.0	89.4±2.1	81.0~83.6	0.9	82.3±1.9
		100	96.8~99.8	1.1	98.3±2.2	89.1~91.8	1.0	90.4±2.0
		900	97.2~100	1.0	98.6±2.1	89.4~92.1	1.0	90.7±2.0
13	甲基毒死蜱	10.0	80.8~83.5	1.0	82.2±2.0	74.4~76.9	0.9	75.6±1.8
		100	89.2~92.0	1.0	90.6±2.1	82.1~84.6	0.9	83.3±1.8
		900	89.6~92.3	1.0	90.9±2.0	82.5~84.9	0.9	83.7±1.8
14	磷胺	10.0	82.1~84.4	0.8	83.2±1.7	75.4~77.6	0.8	76.5±1.6
		100	90.7~93.2	0.9	91.9±1.8	83.4~85.7	0.9	84.5±1.7
		900	90.9~93.4	0.9	92.1±1.8	83.6~85.9	0.8	84.8±1.7
15	甲基对硫磷	10.0	82.3~84.9	1.0	83.6±1.9	75.6~78.1	0.9	76.9±1.8
		100	90.6~93.4	1.0	92.0±2.1	83.4~86.0	1.0	84.7±1.9
		900	91.0~93.8	1.0	92.4±2.1	83.7~86.3	1.0	85.0±1.9
16	毒死蜱	10.0	88.6~91.3	1.0	89.9±2.0	81.3~84.0	1.0	82.7±2.0
		100	97.4~100	1.1	98.9±2.2	89.6~92.4	1.0	91.0±2.1
		900	97.8~101	1.1	99.2±2.2	89.9~92.7	1.0	91.3±2.1
17	杀螟硫磷	10.0	83.6~86.2	1.0	84.9±1.9	76.9~79.4	0.9	78.1±1.8
		100	92.1~95.0	1.1	93.6±2.1	84.8~87.4	1.0	86.1±1.9
		900	92.5~95.8	1.2	94.0±2.4	85.1~87.7	1.0	86.4±1.9
18	马拉硫磷	10.0	90.2~93.1	1.1	91.6±2.1	82.9~85.6	1.0	84.2±2.0
		100	99.4~103	1.2	101±2.3	91.5~94.3	1.0	92.9±2.1

		900	99.8~103	1.0	101±2.1	91.8~94.6	1.0	93.2±2.1
19	对硫磷	10.0	82.9~85.6	1.0	84.3±2.0	76.3~78.8	0.9	77.6±1.8
		100	91.6~94.4	1.0	93.0±2.1	84.3~86.8	0.9	85.5±1.9
		900	92.0~95.2	1.1	93.4±2.3	84.6~87.1	0.9	85.9±1.8
20	溴硫磷	10.0	79.7~82.2	0.9	80.9±1.9	73.3~75.6	0.8	74.5±1.7
		100	87.8~90.4	1.0	89.1±1.9	80.8~83.2	0.9	82.0±1.8
		900	88.1~90.7	1.0	89.4±1.9	81.1~83.4	0.8	82.2±1.7
21	甲基异柳磷	10.0	88.0~90.6	0.9	89.2±1.9	80.7~83.4	1.0	82.0±2.0
		100	96.6~99.6	1.1	98.1±2.2	88.8~91.6	1.0	90.2±2.1
		900	97.0~99.9	1.1	98.4±2.2	89.2~92.0	1.0	90.6±2.1
22	水胺硫磷	10.0	89.8~92.6	1.0	91.2±2.1	82.6~85.2	1.0	83.9±1.9
		100	99.2~102	1.1	101±2.3	91.3~94.1	1.0	92.7±2.1
		900	99.6~103	1.1	101±2.2	91.6~94.4	1.0	93.0±2.1
23	稻丰散	10.0	86.5~89.5	1.1	88.0±2.2	79.6~82.3	1.0	80.9±2.0
		100	95.5~98.6	1.2	97.1±2.3	87.9~90.7	1.0	89.3±2.1
		900	95.9~98.9	1.1	97.4±2.2	88.2~91.0	1.0	89.6±2.0
24	丙溴磷	10.0	89.1~91.9	1.0	90.5±2.1	81.9~84.6	1.0	83.2±2.0
		100	98.1~101	1.1	99.6±2.3	90.3~93.1	1.0	91.7±2.1
		900	98.6~102	1.1	100±2.2	90.7~93.4	1.0	92.0±2.0
25	苯线磷	10.0	78.8~81.2	0.9	80.0±1.8	72.3~74.7	0.9	73.5±1.7
		100	86.8~89.5	1.0	88.1±2.0	79.8~82.3	0.9	81.1±1.8
		900	87.2~89.9	1.0	88.5±2.0	80.2~82.7	0.9	81.4±1.9

26	三唑磷	10.0	89.5~92.3	1.0	90.9±2.1	67.1~92.3	8.3	81.0±16.6
		100	104~107	1.1	106±2.2	98.8~107	3.2	104±6.5
		900	99.1~102	1.0	100±2.1	100~103	1.0	101±2.0
27	蝇毒磷	10.0	88.3~91.2	1.0	89.7±2.1	90.9~93.9	1.1	92.4±2.2
		100	95.4~98.0	1.0	96.7±1.9	98.3~101	1.0	99.6±2.0
		900	97.8~101	1.1	99.2±2.2	101~104	1.1	102±2.3
28	敌百虫	10.0	43.6~54.8	5.4	49.5±10.7	45.3~56.5	5.4	51.2±10.7
		100	59.1~60.9	0.7	60.0±1.3	60.9~62.8	0.7	61.8±1.4
		900	59.3~61.1	0.7	60.2±1.3	61.1~63.0	0.7	62.0±1.4

表 69 替代物回收率汇总表

样品种类	替代物浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	替代物回收率范围 (%)
地表水	10.0	69.7~116
地下水		71.7~120
生活污水		70.2~106
工业废水		69.7~111
替代物回收率范围		69.7~120

7 专家意见的落实情况

7.1 对开题论证会专家意见的落实情况

2013年12月,在北京组织专家论证,论证委员会通过了该标准的开题论证。提出了具体修改意见和建议:

(1) 注意与相关质量标准、排放标准等相关环保标准的衔接;进一步调研研究国内有机磷农药生产和使用情况,结合本方法的技术可行性,确定目标化合物种类;

(2) 进一步明确前处理方法选择的依据;

(3) 精密度准确度验证高浓度点选取校准曲线上限浓度0.9倍左右测定,尽量选取有代表性的工业废水进行方法验证;

(4) 按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函[2009]10号)的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作。

针对上述专家意见,实验室进行了文献查阅及相关试验验证,对专家意见的落实情况如下:

(1) 注意与相关质量标准、排放标准等相关环保标准的衔接;进一步调研研究国内有机磷农药生产和使用情况,结合本方法的技术可行性,确定目标化合物种类。

见编制说明5.2.1章节

(2) 进一步明确前处理方法选择的依据。

见编制说明5.6.2.3章节

(3) 精密度准确度验证高浓度点选取校准曲线上限浓度0.9倍左右测定,尽量选取有代表性的工业废水进行方法验证。

本标准曲线最高点浓度为 $100 \mu\text{g/ml}$,依照专家意见,在本标准方法验证方案中确定准确度和精密度的高浓度点验证浓度为 $90.0 \mu\text{g/ml}$ (折成实际样品浓度 0.09 mg/L 和 0.9 mg/L),为曲线上限浓度0.9倍,满足相关要求。

同时选取葫芦岛凌云集团农药化工有限公司(主要有机磷产品为马拉硫磷、三唑磷和毒死蜱)的废水进行方法验证。

7.2 对中期论证会专家意见的落实情况

2017年6月,在大连组织专家进行中期论证,提出了具体修改意见和建议:

(1) 在编制说明中补充有机磷农药的理化性质及环境危害;补充有机磷农药最新标准和最新研究进展;补充样品保存、浓缩及净化等条件实验;完善方法的技术路线图;补充草

甘磷等7种有机磷农药萃取回收率低的原因。

(2) 选取有代表性的地表水、地下水、生活污水和工业废水样品进行实际样品的精密度和准确度方法验证，方法验证过程中考虑样品净化过程。

针对上述专家意见，实验室进行了文献查阅及相关试验验证，对专家意见的回复如下：

(1) 在编制说明中补充有机磷农药的理化性质及环境危害；补充有机磷农药最新标准和最新研究进展。

本标准在第2章“标准制定必要性分析”和第3章“国内外相关分析方法研究”中已详细阐述了上述问题。

(2) 补充样品保存、浓缩及净化等实验条件。

已补充不同低、中、高浓度的地表水样品和废水样品的保存时间实验数据，具体见5.6.1.2.2章节；已补充样品净化方式，具体见5.7.2.3.5。

(3) 完善方法技术路线图。

已修改方法技术路线图，具体见图1。

(4) 补充草甘磷等7种有机磷农药萃取回收率低的原因。

已分析草甘磷等7种有机磷农药的理化性质、溶解度等指标，具体见5.2.1(a)章节。

(5) 选取有代表性的地表水、地下水、生活污水和工业废水样品进行实际样品的精密度和准确度方法验证，方法验证过程中考虑样品净化过程。

方法验证进行了地表水、地下水、城市污水厂排水和农药生产企业废水进行方法验证；方法验证方案中明确要求废水样品进行净化处理。

7.3 对标准征求意见稿研讨会专家意见的落实情况

2017年11月，在北京组织专家进行标准征求意见稿研讨，提出了具体修改意见和建议：

(1) 编制说明补充完善有机磷农药的理化性质；补充新颁布的《地下水质量标准》，增加选择离子定量方式并补充地表水和地下水低浓度实验室间验证数据；补充国内外相关分析方法与本标准的关系；补充萃取条件、萃取液浓缩和商品化净化柱的实验数据；核实内吸磷、速灭磷和磷胺的定量方法；细化方法验证方案和验证所用实际样品的信息；补充内标的质控指标。

(2) 文本中完善方法原理；适用范围中明确目标物的种类、检出限和测定下限；加入校准曲线配制过程；完善总离子流图；完善试样的制备步骤；补充精密度和准确度结论；规范有效数字的保留。

(3) 按照HJ 168和HJ 565对标准文本和编制说明进行修改。

针对上述专家意见，实验室进行了文献查阅及相关试验验证，对专家意见的回复如下：

(1) 在编制说明中已经补充完善有机磷农药的理化性质，具体见章节2.1.1；

(2) 在编制说明中已补充最新的《地下水质量标准》(GB 14848-2017)，见章节2.2.3；

(3) 经实验室内部验证，选择离子定量方式并不能满足最新的《地下水质量标准》(GB 14848-2017)中I类地下水对有机磷农药的限值要求，因此本标准依旧采用全扫描定量方式；由于未采用选择离子定量方式，因此也未补充地表水和地下水低浓度实验室间验证数据；

(4) 已补充国内外相关分析方法与本标准的关系，具体详见章节3.3；

(5) 实验室内部进行萃取次数，浓缩温度及商品化净化柱的实验数据，具体见章节5.7.2.3.3~5.7.2.3.5；

- (6) 实验室内部核实了内吸磷、速灭磷和磷胺的定量方法，具体详见章节5.2.1 (d)；
- (7) 细化了方法验证方案，在验证报告中补充了所用实际样品的信息；
- (8) 参考EPASW-846中8270E的要求，样品中内标的保留时间与当天连续校准或者最近绘制的校准曲线中内标保留时间偏差应不超过 30 s，定量离子峰面积变化应在50%~150%之间；
- (9) 标准文本已按照专家意见要求进行了修改；
- (10) 按照HJ 168和HJ 565对标准文本和编制说明进行了修改。

7.4 对标准征求意见稿技术审查会专家意见的落实情况

2019年3月15日，在北京组织专家进行标准征求意见稿审议，提出了具体修改意见和建议：

(1) 在编制说明中补充目标化合物满足环境质量和污染物排放标准的情况；完善国内外监测方法内容；补充与现有分析方法的比对结果；核实二氯甲烷萃取效率数据；进一步核实敌百虫的碱解条件；增加总离子流图。

(2) 标准文本中细化方法原理；补充试剂与材料（标准使用液，敌百虫标准溶液，酸和碱）；完善多个异构体定量方法；规范精密度和准确度的有效数字的保留。

(3) 按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

针对上述专家意见，实验室进行了文献查阅及相关试验验证，对专家意见的回复如下：

(1) 在编制说明中已经补充了化合物满足环境质量和污染物排放标准的情况，具体详见章节5.2.1；

(2) 已完善国外监测方法内容，补充EPA 507、EPA 614和EPA 1657；

(3) 国内现行水中有机磷农药的分析方法为《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）和《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）。《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB/T 13192-1991）采用的是填充柱进行分析，由于现阶段很难找到带有填充柱的气相色谱，因此进行该方法比定时用毛细柱代替填充柱进行分析测定。综上，本标准设计如下比对实验：

(a) 由于GB/T 13192-1991的方法适用范围为地面水、地下水和工业废水，因此本标准与GB/T 13192-1991共同分析加标地表水（大连碧流河、加标浓度为2.0 μg/L）和加标废水（工业废水（葫芦岛凌云集团农药化工有限公司（主要有有机磷农药产品为马拉硫磷、三唑磷和毒死蜱）废水排放口样品）、加标浓度为20.0 μg/L），平行测定6次，GB/T 13192-1991采用DB-17色谱柱，FPD检测器进行分析测定；

(b) GB/T 14552-2003的方法适用范围是地面水和地下水，因此本标准与GB/T 14552-2003共同分析加标地表水（大连碧流河、加标浓度为2.0 μg/L），平行测定6次，采用DB1701色谱柱，NPD检测器进行分析测定。

两组分析比对结果见表70、表71和表72。

表70 本标准与GB/T 13192-1991的加标地表水比对结果

方法名称	化合物名称	测定结果 (μg/L)						相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
		第 1	第 2	第 3	第 4	第 5	第 6		

		次	次	次	次	次	次		
本标准	甲基对硫磷	1.54	1.64	1.82	1.42	1.70	1.66	8.4	81.5
	对硫磷	1.62	1.78	1.98	1.52	1.86	1.76	9.4	87.7
	马拉硫磷	1.52	1.82	1.84	1.68	1.80	1.86	7.5	87.7
	乐果	1.64	1.74	1.90	1.52	1.72	1.94	9.0	87.2
	敌敌畏	0.94	1.02	1.12	1.04	0.94	0.90	8.2	49.7
	敌百虫	0.80	0.72	0.78	0.85	0.60	0.64	13	36.6
《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》 (GB/T 13192-1991)	甲基对硫磷	1.72	1.61	1.55	1.43	1.68	1.70	6.8	80.8
	对硫磷	1.63	1.44	1.51	1.37	1.59	1.66	7.4	76.7
	马拉硫磷	1.84	1.64	1.62	1.53	1.71	1.80	6.9	84.5
	乐果	1.55	1.35	1.60	1.51	1.73	1.76	7.7	80.0
	敌敌畏	0.91	0.99	1.07	0.90	1.14	0.83	12	48.7
	敌百虫	0.84	0.79	0.91	0.82	0.84	0.73	7.3	41.1

表71 本标准与GB/T 13192-1991的加标工业废水比对结果

方法名称	化合物名称	测定结果 (µg/L)						相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
		第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次		
本标准	甲基对硫磷	17.3	18.7	19.1	18.4	16.6	18.2	5.2	90.3
	对硫磷	16.6	17.4	17.9	16.8	16.4	17.3	3.3	85.3
	马拉硫磷	18.2	17.1	18.5	17.3	17.0	18.1	3.6	88.5
	乐果	17.3	18.5	17.7	16.4	16.9	17.5	4.1	86.9
	敌敌畏	12.1	11.7	13.2	10.9	11.4	12.6	7.0	59.9
	敌百虫	10.8	9.4	10.6	9.1	11.1	10.3	7.8	51.1
《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》 (GB/T 13192-1991)	甲基对硫磷	16.7	18.2	19.1	17.4	18.1	17.9	4.5	89.5
	对硫磷	17.3	19.2	18.5	18.1	17.4	17.0	4.7	89.6
	马拉硫磷	18.2	19.1	17.9	17.5	18.2	17.6	3.2	90.4
	乐果	17.2	18.4	17.1	16.5	16.8	17.2	3.8	86.0
	敌敌畏	10.1	11.0	9.4	11.6	12.0	10.7	8.9	54.0
	敌百虫	9.8	10.3	8.9	10.2	10.8	10.1	6.4	50.1

表72 本标准与GB/T 14552-2003的加标地表水比对结果

方法名称	化合物名称	测定结果 (µg/L)						相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)
		第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次		
本标准	速灭磷	1.62	1.59	1.73	1.52	1.80	1.76	7.5	87.7
	甲拌磷	1.72	1.68	1.83	1.54	1.76	1.56	6.6	83.5
	二嗪磷	1.65	1.81	1.96	1.68	1.77	1.66	6.8	84.1
	异稻瘟净	1.74	1.62	1.75	1.82	1.69	1.77	6.8	87.8

	甲基对硫磷	1.67	1.60	1.81	1.94	2.01	2.00	9.5	91.8
	杀螟硫磷	1.82	1.63	1.96	1.58	1.77	2.07	10	90.3
	溴硫磷	1.77	1.46	1.67	1.88	1.94	1.79	9.6	87.6
	水胺硫磷	1.58	1.63	1.65	1.82	1.82	1.92	7.8	86.9
	稻丰散	1.67	1.50	1.44	1.58	1.71	1.94	11	82.0
《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》(GB/T 14552-2003)	速灭磷	1.77	1.64	1.80	1.91	1.70	1.64	6.0	87.2
	甲拌磷	1.81	1.67	1.74	1.83	1.91	1.71	5.0	88.9
	二嗪磷	1.72	1.63	1.79	1.94	1.67	1.80	6.3	87.9
	异稻瘟净	1.65	1.77	1.67	1.84	1.66	1.73	4.4	86.0
	甲基对硫磷	1.63	1.54	1.62	1.81	1.73	1.77	6.0	84.1
	杀螟硫磷	1.71	1.81	1.62	1.92	1.67	1.71	6.2	87.0
	溴硫磷	1.82	1.55	1.63	1.88	1.67	1.67	7.2	85.3
	水胺硫磷	1.77	1.63	1.69	2.01	1.81	2.01	8.8	91.0
	稻丰散	1.71	1.62	1.81	1.97	1.82	2.09	9.4	91.8

由表70、表71和表72可知，本标准与现行的两个方法在精密度（相对标准偏差）以及准确度（加标回收率）方面没有显著性差异。

(4) 已核实二氯甲烷的萃取效率，具体详见表32；

(5) 经查阅相关文献，已核实敌百虫的碱解条件，具体详见章节5.7.2.3.6；

(6) 已增加总离子流图。

(7) 标准文本中已修改了方法原理，细化了前处理部分，由“水样中有机磷农药经萃取、净化、浓缩、定容后，用气相色谱分离，质谱检测。根据保留时间、质谱图或碎片离子质荷比及丰度比定性，内标法定量。（注：敌百虫极性较强，易溶于水，需将敌百虫转化为敌敌畏后再进行测定）”修改为“水样中有机磷农药经三氯甲烷萃取、石墨炭黑净化、浓缩、定容后，用气相色谱分离，质谱检测。水样中的敌百虫经碱解转化为敌敌畏后进行测定。根据保留时间、质谱图或碎片离子质荷比及丰度比定性，内标法定量”；

(8) 在标准文本中试剂和材料部分已补充有机磷标准使用液、硫酸及氢氧化钠等相关指标；

(9) 在文本中以增加异构体定量方法条款，在标准文本中7.2.2.2章节中增加“注2：速灭磷定量离子的峰面积为（E）-速灭磷和（Z）-速灭磷的峰面积之和；磷胺定量离子的峰面积为（E）-磷胺和（Z）-磷胺的峰面积之和”；

(10) 已修改标准文本中精密度和准确度的有效数字位数；

(11) 按照HJ 168和HJ 565对标准文本和编制说明进行了修改。

8 与开题报告的差异说明

(1) 与最新污染物排放标准及其他相关环境质量标准进行了衔接，新增了目标化合物的种类。开题报告中有机磷农药目标化合物为“对硫磷、甲基对硫磷、内吸磷、辛硫磷、毒死蜱、丙溴磷、乐果、马拉硫磷、三唑磷、二嗪磷、异稻瘟净、稻丰散、敌敌畏、敌百虫等14种有机磷农药”，去除了辛硫磷，增加了甲拌磷、特丁硫磷、水胺硫磷、治螟磷、杀螟硫磷、甲基毒死蜱、磷胺、甲基异柳磷、灭线磷、蝇毒磷、地虫硫磷、氯唑磷、苯线磷、速灭

磷、溴硫磷等15种有机磷农药，确定有机磷农药目标化合物为“甲拌磷、特丁硫磷、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、治螟磷、杀螟硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、对硫磷、甲基对硫磷、内吸磷，二嗪磷、磷胺、甲基异柳磷、灭线磷、蝇毒磷、地虫硫磷、氯唑磷、苯线磷、速灭磷、溴硫磷、稻丰散”等28种有机磷农药。

(2) 开题报告中标准的适用范围确定为“地表水、地下水和废水”，经中期专家论证后，增加了生活污水，确定标准的适用范围为“地表水、地下水、生活污水和工业废水”。

9 参考文献

- [1] 国家环境保护总局.GB 3838-2002.地表水环境质量标准[S].北京：中国环境科学出版社，2002.
- [2] 国家环境保护总局.GB 11607-1989.渔业水质标准[S].北京：中国环境科学出版社，1989.
- [3] 中华人民共和国卫生部.GB 5749-2006.生活饮用水卫生标准[S].北京：中国标准出版社，2006.
- [4] 国家环境保护总局.GB 8978-1996.污水综合排放标准[S].北京：中国环境科学出版社，1996.
- [5] 国家环境保护总局.GB 18918-2002.城镇污水处理厂污染物排放标准[S].北京：中国环境科学出版社，2002.
- [6] 国家环境保护总局.GB/T 13192-1991.水质 有机磷农药的测定 气相色谱法[S].北京：中国环境科学出版社，1991.
- [7] 国家环境保护总局.GB/T 14552-2003.水、土中有机磷农药测定的气相色谱法[S].北京：中国环境科学出版社，2003.
- [8] Preston.Schrader G.,Angew.Chem.,73,331(2002).
- [9] Cabras P.et al.,J.Chromatogr.,176,473-477(2009).
- [10] Holland P.T.et al.,J.Assoc off.Anal.chem.,66,1003-1008.
- [11] ISO 14182-1999 Animal feeding stuffs-Determination of residues of organophosphorus pesticides-Gas chromatographic method [S].
- [12] ISO 16000-31-2014 Indoor Air - Part 31: Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds - Phosphoric acid ester [S].
- [13] D6520-12 Standard practice for the solid phase micro extraction (SPME) of water and its headspace for the analysis of volatile and semi-volatile organic compounds [S].
- [14] CEN EN 13918-1999 Water quality – Determination of parathion, parathion-methyl and some other organophosphorus compounds in water by dichloromethane extraction and gas chromatographic method [S].
- [15] EPA METHOD 8270E Semi-volatile organic compounds by gas chromatography mass spectrometry (GC/MS) [S].
- [16] EPA METHOD 8141B Organophosphorus compounds by gas chromatography [S].
- [17] EPA METHOD 507 Determination of nitrogen- and phosphorus-containing pesticides in water by gas chromatography with a nitrogen-phosphorus detector [S].
- [18] EPA METHOD 614 The determination of organophosphorus pesticides in municipal and industrial wastewater [S].

- [19] EPA METHOD 1657 The determination of organo-phosphorus pesticides in municipal and industrial wastewater [S].
- [20] 环境保护部 国环规科技[2017]1号 国家环境保护标准制修订工作管理办法.北京：2017.
- [21] 中国国家标准化管理委员会.GB/T 20001.4-2015.标准编写规则 第4部分：试验方法标准[S].北京：中国标准出版社，2015.
- [22] 中国国家标准化管理委员会.GB/T 1.1-2009.标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写[S]. 北京：中国标准出版社，2009
- [23] 环境保护部.HJ 168-2010.环境监测分析方法标准制订技术导则[S].北京：中国环境科学出版社，2010.
- [24] 牛喜业.水中敌百虫分析方法的研究[J].环境科学丛刊，1983，4（7）:49-52.
- [25] 陈焯，许秀艳，王超，刀谔，滕恩江，吕怡兵.地表水中敌百虫测定技术难点探讨[J].中国环境监测，2015,31（2）：108-113.

方法验证报告

方法名称： 《水质 有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》

项目主编单位： 大连市环境监测中心

验证单位： 鞍山市环境监测中心站、沈阳市环境监测中心站、

淄博市环境监测站、辽阳市环境监测站、

抚顺市环境监测中心站、天津市环境监测中心

项目负责人及职称： 张吉喆 工程师

通讯地址： 大连市沙河口区连山街58号 电话： 13591302542

报告编写人及职称： 张吉喆 工程师

报告日期： 2017 年 月 日

A.1 原始测试数据

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ168-2012)规定,组织6家以上有资质的实验室进行验证。根据影响方法精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求,编制方法验证报告。参加验证的实验室有:1、鞍山市环境监测中心站2、沈阳市环境监测中心站3、淄博市环境监测站4、辽阳市环境监测站5、抚顺市环境监测中心站6、天津市环境监测中心。

A.1.1 实验室基本情况

表 A.1-1 参加验证的人员情况登记表

单位	姓名	性别	年龄	职称	所学专业	工作年限
鞍山市环境监测中心站	钟岩	女	34	工程师	分析化学	8年
沈阳市环境监测中心站	祝琳琳	女	36	工程师	化学	8年
淄博市环境监测站	刁振凤	女	29	工程师	环境科学	5年
辽阳市环境监测站	曾淼	女	35	工程师	有色金属冶金	4年
抚顺市环境监测中心站	李晓丹	女	33	工程师	计算机	10年
天津市环境监测中心	张肇元	男	33	工程师	环境化学	7年

表 A.1-2 使用仪器情况登记表

单位	仪器名称	仪器出厂编号	性能状况
鞍山市环境监测中心站	气相色谱-质谱仪	7210010641/130229	良好
沈阳市环境监测中心站	气相色谱-质谱仪	714100374/ISQ140737	良好
淄博市环境监测站	气相色谱-质谱仪	US1546M401/CN15433013	正常
	垂直振荡器	1090444	正常
辽阳市环境监测站	气相色谱-质谱仪	US1546M401/CN15433013	良好
	垂直振荡器	1090444	良好
抚顺市环境监测中心站	气相色谱-质谱仪	US1546M416/CN15433037	良好
天津市环境监测中心	气相色谱-质谱仪	US1546M416/CN15433037	良好

表 A.1-3-1 验证水样情况登记表

单位	地表水	地下水	生活污水	工业废水
鞍山市环境监测中心站	太子河	/	西部第一污水处理厂	验证单位统一提供
沈阳市环境监测中心站	浑河	/	北部污水处理厂	验证单位统一提供
淄博市环境监测站	孝妇河	/	张店区污水处理厂	验证单位统一提供
辽阳市环境监测站	森窝水库	/	中心区污水处理厂	验证单位统一提供
抚顺市环境监测中心站	大伙房水库	/	三宝屯污水处理厂	验证单位统一提供
天津市环境监测中心	海河	/	北仓污水处理厂	验证单位统一提供

表 A.1-3-2 使用试剂及溶剂登记表

单位名称	名称	规格/生产厂家	纯化处理方法
鞍山市环境监测中心站	三氯甲烷	美国 Mallinckrodt Baker 公司, 4L	无
	丙酮	美国 Mallinckrodt Baker 公司, 4L	无
	无水硫酸钠	天津市科密欧化学试剂有限公司, 500g	无
	硅镁型吸附剂	国药集团化学试剂有限公司, 500g	无
	氯化钠	国药集团化学试剂有限公司, 500g	无
沈阳市环境监测中心站	三氯甲烷		无
	丙酮	DikmaPure 色谱纯	无
	无水硫酸钠	天津大茂化学试剂厂 分析纯	450℃烘烤 4 h
	硅镁型吸附剂		
	氯化钠	国药集团化学试剂有限公司 优级纯	450℃烘烤 4 h
淄博市环境监测站	三氯甲烷	Fisher Scientific	无
	丙酮	Fisher Scientific	无
	无水硫酸钠	天津光复、优级纯	450℃烘烤 4 h
	硅镁型吸附剂	国药集团、60 目~100 目	130℃下加热 24 h
	氯化钠	天津光复、分析纯	450℃烘烤 4 h
辽阳市环境监测站	三氯甲烷	Fisher Scientific	无
	丙酮	Fisher Scientific	无
	无水硫酸钠	天津光复、优级纯	450℃烘烤 4 h
	硅镁型吸附剂	国药集团、60 目~100 目	130℃下加热 24 h
	氯化钠	天津光复、分析纯	450℃烘烤 4 h
抚顺市环境监测中心站	三氯甲烷	Merck 色谱级 4L	无
	丙酮	Fisher Chemical 色谱级 4L	无
	无水硫酸钠	国药 500g GR	450℃烘烤 4 h
	硅镁型吸附剂	国药 250g GR	130℃下加热 24 h
	氯化钠	国药 500g GR	450℃烘烤 4 h
天津市环境监测中心	三氯甲烷	Merck 色谱级 4L	无
	丙酮	Fisher Chemical 色谱级 4L	无
	无水硫酸钠	国药 500g GR	450℃烘烤 4 h
	硅镁型吸附剂	国药 250g GR	130℃下加热 24 h
	氯化钠	国药 500g GR	450℃烘烤 4 h

A.1.2 方法检出限、测定下限测试数据

表 A.1-4 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水和地下水）

验证单位：鞍山市环境监测中心站 测试日期：2017.7.10~2018.7.18

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值(µg/L)	标准偏差 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.97	0.85	0.99	0.86	0.91	0.75	0.94	0.90	0.0828	0.3	1.2
2	速灭磷	0.60	0.65	0.61	0.77	0.63	0.68	0.66	0.66	0.0571	0.2	0.8
3	内吸磷	0.93	0.77	0.89	0.76	0.81	0.78	0.91	0.84	0.0721	0.3	1.2
4	灭线磷	0.84	0.98	0.83	0.78	0.86	0.78	0.81	0.84	0.0686	0.3	1.2
5	治螟磷	0.91	0.80	0.82	0.77	0.87	0.78	0.70	0.81	0.0687	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.74	0.67	0.67	0.77	0.66	0.62	0.77	0.70	0.0594	0.2	0.8
7	特丁硫磷	0.83	0.77	0.79	0.76	0.81	0.68	0.91	0.79	0.0704	0.3	1.2
8	二嗪磷	1.07	0.87	1.01	0.85	1.00	0.93	1.13	0.98	0.1028	0.4	1.6
9	地虫硫磷	0.80	0.76	0.81	0.85	0.78	0.69	0.77	0.78	0.0497	0.2	0.8
10	异稻瘟净	0.97	0.85	0.99	0.86	0.99	0.75	0.97	0.91	0.0928	0.3	1.2
11	乐果	0.93	0.85	0.96	0.89	0.92	0.74	1.03	0.90	0.0912	0.3	1.2
12	氯唑磷	0.93	0.86	0.93	0.96	0.92	0.76	1.01	0.91	0.0800	0.3	1.2
13	甲基毒死蜱	1.01	0.89	1.12	0.92	1.04	0.91	1.08	1.00	0.0903	0.3	1.2
14	磷胺	1.02	0.96	1.17	0.89	1.08	0.90	1.11	1.02	0.1073	0.4	1.6
15	甲基对硫磷	0.81	0.71	0.93	0.84	0.90	0.82	0.78	0.83	0.0734	0.3	1.2
16	毒死蜱	1.11	1.00	1.10	0.92	1.17	0.88	1.07	1.04	0.1063	0.4	1.6
17	杀螟硫磷	0.98	1.08	1.14	1.01	1.10	0.90	0.87	1.01	0.1021	0.4	1.6
18	对硫磷	1.07	0.92	0.99	0.98	1.11	0.81	1.04	0.99	0.1006	0.4	1.6

19	马拉硫磷	0.97	1.01	1.11	0.99	1.11	0.89	0.88	0.99	0.0927	0.3	1.2
20	溴硫磷	1.03	0.98	1.07	0.91	1.13	0.86	1.00	1.00	0.0920	0.3	1.2
21	甲基异柳磷	0.92	0.99	1.12	0.90	1.13	0.87	1.04	1.00	0.1050	0.4	1.6
22	水胺硫磷	1.01	0.91	1.06	0.87	1.14	0.90	1.01	0.99	0.0974	0.4	1.6
23	稻丰散	0.95	0.80	1.07	0.92	0.95	0.83	0.87	0.91	0.0903	0.3	1.2
24	丙溴磷	1.09	0.87	1.18	1.12	1.14	1.03	1.01	1.06	0.1039	0.4	1.6
25	苯线磷	0.95	0.85	0.98	0.88	0.99	0.90	0.81	0.91	0.0677	0.3	1.2
26	三唑磷	0.96	0.88	1.03	0.77	0.91	0.78	0.89	0.89	0.0926	0.3	1.2
27	蝇毒磷	0.88	0.93	0.99	0.76	0.95	0.78	0.81	0.87	0.0897	0.3	1.2
28	敌百虫	0.81	0.74	0.77	0.80	0.66	0.82	0.77	0.77	0.0547	0.2	0.8

表 A.1-5 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

验证单位：鞍山市环境监测中心站 测试日期：2017.7.10~2018.7.18

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差(µg/L)	检 出 限 (µg/L)	测 定 下 限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	10.25	12.17	11.89	11.02	12.71	10.47	10.04	11.2	1.04	4	16
2	速灭磷	6.90	7.50	7.02	8.83	7.26	7.87	7.62	7.57	0.65	3	12
3	内吸磷	9.32	8.57	10.46	9.18	10.21	10.52	9.35	9.66	0.74	3	12
4	灭线磷	9.68	11.25	9.56	8.95	9.92	8.95	9.32	9.66	0.79	3	12
5	治螟磷	10.53	9.20	9.44	8.83	10.04	8.95	8.11	9.30	0.80	3	12
6	甲拌磷	8.47	7.74	7.74	8.83	7.62	7.14	8.83	8.06	0.66	3	12
7	特丁硫磷	9.56	8.83	9.08	8.71	9.32	7.87	10.53	9.13	0.82	3	12
8	二嗪磷	12.34	10.04	11.62	9.80	11.50	10.77	13.07	11.30	1.19	4	16
9	地虫硫磷	9.20	8.71	9.32	9.80	8.95	7.99	8.83	8.97	0.57	2	8
10	异稻瘟净	11.13	9.80	11.37	9.92	11.37	8.59	11.13	10.48	1.06	4	16

11	乐果	10.77	9.80	11.01	10.29	10.65	8.47	11.86	10.41	1.06	4	16
12	氯唑磷	10.77	9.92	10.77	11.01	10.65	8.71	11.62	10.49	0.93	3	12
13	甲基毒死蜱	11.62	10.29	12.95	10.65	11.98	10.53	12.46	11.50	1.03	4	16
14	磷胺	11.74	11.01	13.43	10.29	12.46	10.41	12.83	11.74	1.22	4	16
15	甲基对硫磷	9.32	8.23	10.77	9.68	10.41	9.44	8.95	9.54	0.86	3	12
16	毒死蜱	12.83	11.50	12.71	10.65	13.43	10.16	12.34	11.94	1.21	4	16
17	杀螟硫磷	11.25	12.46	13.19	11.62	12.71	10.41	10.04	11.67	1.19	4	16
18	对硫磷	12.34	10.65	11.37	11.25	12.83	9.32	11.98	11.39	1.17	4	16
19	马拉硫磷	11.13	11.62	12.83	11.37	12.83	10.29	10.16	11.46	1.07	4	16
20	溴硫磷	11.86	11.25	12.34	10.53	13.07	9.92	11.50	11.50	1.06	4	16
21	甲基异柳磷	10.65	11.37	12.95	10.41	13.07	10.04	11.98	11.50	1.21	4	16
22	水胺硫磷	11.62	10.53	12.22	10.04	13.19	10.41	11.62	11.37	1.12	4	16
23	稻丰散	10.89	9.20	12.34	10.65	10.89	9.56	10.04	10.51	1.04	4	16
24	丙溴磷	12.58	10.04	13.55	12.95	13.19	11.86	11.62	12.26	1.20	4	16
25	苯线磷	10.89	9.80	11.25	10.16	11.37	10.41	9.32	10.46	0.76	3	12
26	三唑磷	11.01	10.16	11.86	8.83	10.53	8.95	10.29	10.23	1.08	4	16
27	蝇毒磷	10.16	10.77	11.37	8.71	10.89	8.95	9.32	10.03	1.04	4	16
28	敌百虫	9.86	8.36	10.22	9.68	9.64	8.69	9.13	9.37	0.67	3	12

表 A.1-6 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水和地下水）

验证单位：沈阳市环境监测中心站 测试日期：2017.7.14~2018.7.24

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值(µg/L)	标准偏差 (µg/L)	检出限(µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.92	0.75	0.86	0.89	0.83	0.67	0.80	0.82	0.087	0.3	1.2
2	速灭磷	0.58	0.56	0.53	0.80	0.58	0.60	0.56	0.60	0.088	0.3	1.2

3	内吸磷	0.88	0.68	0.76	0.78	0.74	0.69	0.78	0.76	0.068	0.3	1.2
4	灭线磷	0.80	0.86	0.72	0.81	0.79	0.69	0.70	0.77	0.063	0.2	0.8
5	治螟磷	0.86	0.71	0.71	0.80	0.80	0.69	0.60	0.74	0.089	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.71	0.58	0.58	0.80	0.61	0.55	0.66	0.64	0.086	0.3	1.2
7	特丁硫磷	0.79	0.68	0.68	0.78	0.74	0.60	0.78	0.72	0.073	0.3	1.2
8	二嗪磷	1.02	0.76	0.87	0.88	0.92	0.82	0.97	0.89	0.087	0.3	1.2
9	地虫硫磷	0.76	0.67	0.70	0.88	0.73	0.61	0.66	0.71	0.088	0.3	1.2
10	异稻瘟净	0.92	0.75	0.86	0.89	0.91	0.67	0.83	0.83	0.094	0.3	1.2
11	乐果	0.88	0.75	0.83	0.91	0.84	0.66	0.88	0.82	0.090	0.3	1.2
12	氯唑磷	0.88	0.76	0.80	0.99	0.84	0.67	0.86	0.83	0.098	0.4	1.6
13	甲基毒死蜱	0.96	0.77	0.98	0.94	0.96	0.80	0.93	0.91	0.084	0.3	1.2
14	磷胺	0.97	0.84	1.01	0.91	1.00	0.79	0.96	0.93	0.085	0.3	1.2
15	甲基对硫磷	0.77	0.62	0.80	0.87	0.82	0.73	0.67	0.76	0.088	0.3	1.2
16	毒死蜱	1.06	0.87	0.96	0.94	1.08	0.77	0.92	0.94	0.106	0.4	1.6
17	杀螟硫磷	0.93	0.95	0.98	1.04	1.02	0.79	0.75	0.92	0.111	0.4	1.6
18	对硫磷	1.02	0.80	0.86	1.01	1.03	0.72	0.89	0.90	0.120	0.4	1.6
19	马拉硫磷	0.92	0.88	0.97	1.02	1.03	0.78	0.75	0.91	0.109	0.4	1.6
20	溴硫磷	0.98	0.86	0.93	0.93	1.04	0.77	0.86	0.91	0.089	0.3	1.2
21	甲基异柳磷	0.87	0.86	0.98	0.92	1.04	0.77	0.89	0.91	0.086	0.3	1.2
22	水胺硫磷	0.96	0.79	0.92	0.90	1.05	0.79	0.86	0.90	0.093	0.3	1.2
23	稻丰散	0.90	0.71	0.93	0.94	0.87	0.74	0.75	0.84	0.099	0.4	1.6
24	丙溴磷	1.04	0.76	1.02	1.16	1.05	0.91	0.86	0.97	0.133	0.5	2
25	苯线磷	0.90	0.75	0.85	0.90	0.91	0.79	0.70	0.83	0.084	0.3	1.2
26	三唑磷	0.91	0.76	0.89	0.80	0.83	0.69	0.76	0.81	0.077	0.3	1.2
27	蝇毒磷	0.83	0.81	0.86	0.78	0.87	0.69	0.70	0.79	0.072	0.3	1.2

28	敌百虫	0.77	0.65	0.67	0.83	0.61	0.73	0.66	0.70	0.078	0.3	1.2
----	-----	------	------	------	------	------	------	------	------	-------	-----	-----

表 A.1-7 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

验证单位：沈阳市环境监测中心站 测试日期：2017.7.14~2018.7.24

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差(µg/L)	检 出 限 (µg/L)	测 定 下 限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	9.74	10.65	10.29	11.33	11.72	9.26	8.60	10.23	1.113	4	16
2	速灭磷	6.56	6.56	6.08	9.07	6.69	6.96	6.54	6.92	0.983	4	16
3	内吸磷	8.86	7.50	9.05	9.43	9.41	9.31	8.02	8.80	0.753	3	12
4	灭线磷	9.19	9.85	8.28	9.20	9.14	7.91	7.99	8.80	0.736	3	12
5	治螟磷	10.01	8.06	8.17	9.07	9.26	7.91	6.96	8.49	1.017	4	16
6	甲拌磷	8.05	6.78	6.70	9.07	7.03	6.31	7.57	7.36	0.953	3	12
7	特丁硫磷	9.08	7.74	7.87	8.95	8.59	6.96	9.03	8.32	0.811	3	12
8	二嗪磷	11.73	8.79	10.06	10.07	10.60	9.53	11.21	10.28	0.995	4	16
9	地虫硫磷	8.74	7.62	8.07	10.07	8.25	7.07	7.57	8.20	0.985	4	16
10	异稻瘟净	10.57	8.58	9.84	10.20	10.49	7.60	9.53	9.55	1.093	4	16
11	乐果	10.23	8.58	9.53	10.58	9.82	7.50	10.16	9.49	1.088	4	16
12	氯唑磷	10.23	8.68	9.32	11.32	9.82	7.70	9.96	9.58	1.159	4	16
13	甲基毒死蜱	11.04	9.01	11.21	10.94	11.04	9.32	10.68	10.46	0.907	3	12
14	磷胺	11.15	9.64	11.62	10.58	11.49	9.21	11.00	10.67	0.925	3	12
15	甲基对硫磷	8.86	7.20	9.32	9.94	9.59	8.35	7.67	8.71	1.015	4	16
16	毒死蜱	12.19	10.07	11.00	10.94	12.38	8.99	10.58	10.88	1.177	4	16
17	杀螟硫磷	10.69	10.90	11.42	11.95	11.72	9.21	8.60	10.64	1.275	5	20
18	对硫磷	11.73	9.32	9.84	11.56	11.83	8.25	10.27	10.40	1.373	5	20
19	马拉硫磷	10.57	10.18	11.10	11.69	11.83	9.10	8.70	10.46	1.213	4	16

20	溴硫磷	11.27	9.85	10.68	10.82	12.05	8.77	9.86	10.47	1.078	4	16
21	甲基异柳磷	10.11	9.95	11.21	10.70	12.05	8.88	10.27	10.45	1.004	4	16
22	水胺硫磷	11.04	9.22	10.58	10.32	12.16	9.21	9.96	10.36	1.045	4	16
23	稻丰散	10.34	8.06	10.68	10.94	10.04	8.46	8.60	9.59	1.182	4	16
24	丙溴磷	11.96	8.79	11.73	13.30	12.16	10.50	9.96	11.20	1.530	5	20
25	苯线磷	10.34	8.58	9.73	10.44	10.49	9.21	7.99	9.54	0.985	4	16
26	三唑磷	10.47	8.89	10.27	9.07	9.71	7.91	8.82	9.31	0.898	3	12
27	蝇毒磷	9.65	9.43	9.84	8.95	10.04	7.91	7.99	9.12	0.867	3	12
28	敌百虫	9.37	7.32	8.84	9.94	8.89	7.69	7.82	8.55	0.966	4	16

表 A.1-8 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水和地下水）

验证单位：淄博市环境监测站 测试日期：2017.8.1~2018.8.8

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值(µg/L)	标准偏差 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.90	0.71	0.79	0.94	0.81	0.64	0.74	0.79	0.108	0.4	1.6
2	速灭磷	0.57	0.53	0.49	0.85	0.57	0.57	0.52	0.58	0.120	0.4	1.6
3	内吸磷	0.86	0.64	0.70	0.83	0.73	0.66	0.73	0.73	0.083	0.3	1.2
4	灭线磷	0.78	0.81	0.66	0.86	0.77	0.66	0.65	0.74	0.085	0.3	1.2
5	治螟磷	0.84	0.67	0.65	0.85	0.78	0.66	0.56	0.72	0.110	0.4	1.6
6	甲拌磷	0.70	0.55	0.53	0.85	0.60	0.52	0.61	0.62	0.116	0.4	1.6
7	特丁硫磷	0.77	0.64	0.63	0.83	0.73	0.57	0.73	0.70	0.090	0.3	1.2
8	二嗪磷	1.00	0.71	0.80	0.93	0.90	0.78	0.90	0.86	0.100	0.4	1.6
9	地虫硫磷	0.74	0.63	0.64	0.93	0.72	0.58	0.61	0.69	0.120	0.4	1.6
10	异稻瘟净	0.90	0.71	0.79	0.94	0.89	0.64	0.77	0.81	0.112	0.4	1.6
11	乐果	0.86	0.71	0.76	0.96	0.82	0.63	0.82	0.79	0.110	0.4	1.6

12	氯唑磷	0.86	0.71	0.74	1.05	0.82	0.64	0.80	0.80	0.132	0.5	2
13	甲基毒死蜱	0.94	0.72	0.90	1.00	0.94	0.76	0.86	0.88	0.100	0.4	1.6
14	磷胺	0.95	0.79	0.93	0.96	0.98	0.75	0.89	0.89	0.090	0.3	1.2
15	甲基对硫磷	0.75	0.58	0.74	0.92	0.80	0.69	0.62	0.73	0.114	0.4	1.6
16	毒死蜱	1.04	0.82	0.88	1.00	1.06	0.73	0.86	0.91	0.123	0.4	1.6
17	杀螟硫磷	0.91	0.89	0.90	1.10	1.00	0.75	0.70	0.89	0.138	0.5	2
18	对硫磷	1.00	0.75	0.79	1.07	1.01	0.68	0.83	0.88	0.149	0.5	2
19	马拉硫磷	0.90	0.83	0.89	1.08	1.01	0.74	0.70	0.88	0.137	0.5	2
20	溴硫磷	0.96	0.81	0.86	0.99	1.02	0.73	0.80	0.88	0.109	0.4	1.6
21	甲基异柳磷	0.85	0.81	0.90	0.98	1.02	0.73	0.83	0.87	0.099	0.4	1.6
22	水胺硫磷	0.94	0.74	0.85	0.95	1.03	0.75	0.80	0.87	0.110	0.4	1.6
23	稻丰散	0.88	0.67	0.86	1.00	0.85	0.70	0.70	0.81	0.121	0.4	1.6
24	丙溴磷	1.02	0.71	0.94	1.23	1.03	0.86	0.80	0.94	0.170	0.6	2.4
25	苯线磷	0.88	0.71	0.78	0.95	0.89	0.75	0.65	0.80	0.110	0.4	1.6
26	三唑磷	0.89	0.71	0.82	0.85	0.81	0.66	0.71	0.78	0.086	0.3	1.2
27	蝇毒磷	0.81	0.76	0.79	0.83	0.85	0.66	0.65	0.76	0.081	0.3	1.2
28	敌百虫	0.75	0.61	0.62	0.88	0.60	0.69	0.61	0.68	0.105	0.4	1.6

表 A.1-9 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

验证单位：淄博市环境监测站 测试日期：2017.8.1~2018.8.8

序号	化合物	测定结果 (μg/L)							平均值 (μg/L)	标准偏差(μg/L)	检 出 限 (μg/L)	测 定 下 限 (μg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	9.55	10.01	9.47	12.01	11.49	8.80	8.00	9.90	1.422	5	20
2	速灭磷	6.43	6.17	5.59	9.61	6.56	6.61	6.08	6.72	1.322	5	20
3	内吸磷	8.68	7.05	8.33	10.00	9.22	8.84	7.46	8.51	1.011	4	16

4	灭线磷	9.01	9.26	7.62	9.75	8.96	7.51	7.43	8.51	0.958	4	16
5	治螟磷	9.81	7.58	7.52	9.61	9.07	7.51	6.47	8.23	1.269	4	16
6	甲拌磷	7.89	6.37	6.16	9.61	6.89	5.99	7.04	7.14	1.265	4	16
7	特丁硫磷	8.90	7.28	7.24	9.49	8.42	6.61	8.40	8.05	1.030	4	16
8	二嗪磷	11.50	8.26	9.26	10.67	10.39	9.05	10.43	9.94	1.115	4	16
9	地虫硫磷	8.57	7.16	7.42	10.67	8.09	6.72	7.04	7.95	1.358	5	20
10	异稻瘟净	10.36	8.07	9.05	10.81	10.28	7.22	8.86	9.24	1.319	5	20
11	乐果	10.03	8.07	8.77	11.21	9.62	7.13	9.45	9.18	1.339	5	20
12	氯唑磷	10.03	8.16	8.57	12.00	9.62	7.32	9.26	9.28	1.510	5	20
13	甲基毒死蜱	10.82	8.47	10.31	11.60	10.82	8.85	9.93	10.11	1.122	4	16
14	磷胺	10.93	9.06	10.69	11.21	11.26	8.75	10.23	10.30	1.020	4	16
15	甲基对硫磷	8.68	6.77	8.57	10.54	9.40	7.93	7.13	8.43	1.301	5	20
16	毒死蜱	11.95	9.47	10.12	11.60	12.13	8.54	9.84	10.52	1.381	5	20
17	杀螟硫磷	10.48	10.25	10.51	12.67	11.49	8.75	8.00	10.30	1.570	5	20
18	对硫磷	11.50	8.76	9.05	12.25	11.59	7.84	9.55	10.08	1.689	6	24
19	马拉硫磷	10.36	9.57	10.21	12.39	11.59	8.65	8.09	10.12	1.527	5	20
20	溴硫磷	11.04	9.26	9.83	11.47	11.81	8.33	9.17	10.13	1.320	5	20
21	甲基异柳磷	9.91	9.35	10.31	11.34	11.81	8.44	9.55	10.10	1.167	4	16
22	水胺硫磷	10.82	8.67	9.73	10.94	11.92	8.75	9.26	10.01	1.237	4	16
23	稻丰散	10.13	7.58	9.83	11.60	9.84	8.04	8.00	9.29	1.460	5	20
24	丙溴磷	11.72	8.26	10.79	14.10	11.92	9.98	9.26	10.86	1.933	7	28
25	苯线磷	10.13	8.07	8.95	11.07	10.28	8.75	7.43	9.24	1.303	5	20
26	三唑磷	10.26	8.36	9.45	9.61	9.52	7.51	8.20	8.99	0.974	4	16
27	蝇毒磷	9.46	8.86	9.05	9.49	9.84	7.51	7.43	8.81	0.964	4	16
28	敌百虫	9.18	6.88	8.13	10.54	8.71	7.31	7.27	8.29	1.293	5	20

表 A.1-10 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水和地下水）

验证单位：辽阳市环境监测站 测试日期：2017.8.1~2018.8.10

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值(µg/L)	标准偏差 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.94	0.80	0.93	0.84	0.85	0.70	0.86	0.85	0.0824	0.3	1.2
2	速灭磷	0.59	0.60	0.58	0.75	0.59	0.63	0.60	0.62	0.0590	0.2	0.8
3	内吸磷	0.90	0.72	0.83	0.74	0.76	0.73	0.84	0.79	0.0686	0.3	1.2
4	灭线磷	0.82	0.91	0.78	0.76	0.81	0.73	0.75	0.79	0.0615	0.2	0.8
5	治螟磷	0.88	0.75	0.77	0.75	0.82	0.73	0.64	0.76	0.0744	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.72	0.62	0.63	0.75	0.62	0.58	0.71	0.66	0.0632	0.3	1.2
7	特丁硫磷	0.81	0.72	0.74	0.74	0.76	0.63	0.84	0.75	0.0662	0.3	1.2
8	二嗪磷	1.04	0.81	0.95	0.83	0.94	0.86	1.04	0.92	0.0931	0.3	1.2
9	地虫硫磷	0.78	0.71	0.76	0.83	0.74	0.64	0.71	0.74	0.0601	0.2	0.8
10	异稻瘟净	0.94	0.80	0.93	0.84	0.93	0.70	0.89	0.86	0.0896	0.3	1.2
11	乐果	0.90	0.80	0.90	0.86	0.86	0.69	0.95	0.85	0.0860	0.3	1.2
12	氯唑磷	0.90	0.81	0.87	0.93	0.86	0.71	0.93	0.86	0.0792	0.3	1.2
13	甲基毒死蜱	0.98	0.82	1.06	0.89	0.98	0.84	1.00	0.94	0.0874	0.3	1.2
14	磷胺	0.99	0.89	1.10	0.86	1.02	0.83	1.03	0.96	0.0988	0.4	1.6
15	甲基对硫磷	0.79	0.66	0.87	0.82	0.84	0.77	0.72	0.78	0.0733	0.3	1.2
16	毒死蜱	1.08	0.93	1.04	0.89	1.10	0.81	0.99	0.98	0.1044	0.4	1.6
17	杀螟硫磷	0.95	1.01	1.07	0.98	1.04	0.83	0.81	0.96	0.1000	0.4	1.6
18	对硫磷	1.04	0.85	0.93	0.95	1.05	0.76	0.96	0.93	0.1027	0.4	1.6
19	马拉硫磷	0.94	0.94	1.05	0.96	1.05	0.82	0.81	0.94	0.0959	0.4	1.6
20	溴硫磷	1.00	0.91	1.01	0.88	1.06	0.81	0.92	0.94	0.0871	0.3	1.2

21	甲基异柳磷	0.89	0.92	1.06	0.87	1.06	0.81	0.96	0.94	0.0932	0.3	1.2
22	水胺硫磷	0.98	0.84	1.00	0.85	1.07	0.83	0.93	0.93	0.0910	0.3	1.2
23	稻丰散	0.92	0.75	1.01	0.89	0.89	0.78	0.81	0.86	0.0916	0.3	1.2
24	丙溴磷	1.06	0.81	1.11	1.09	1.07	0.96	0.93	1.00	0.1069	0.4	1.6
25	苯线磷	0.92	0.80	0.92	0.85	0.93	0.83	0.75	0.86	0.0702	0.3	1.2
26	三唑磷	0.93	0.81	0.97	0.75	0.85	0.73	0.82	0.84	0.0889	0.3	1.2
27	蝇毒磷	0.85	0.86	0.93	0.74	0.89	0.73	0.75	0.82	0.0823	0.3	1.2
28	敌百虫	0.79	0.69	0.73	0.78	0.62	0.77	0.71	0.72	0.0599	0.2	0.8

表 A.1-11 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

验证单位：辽阳市环境监测站 测试日期：2017.8.1~2018.8.10

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差(µg/L)	检 出 限 (µg/L)	测 定 下 限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	9.94	11.33	11.18	10.69	11.96	9.75	9.25	10.58	0.974	4	16
2	速灭磷	6.69	6.98	6.61	8.56	6.83	7.33	7.03	7.15	0.670	3	12
3	内吸磷	9.04	7.98	9.84	8.90	9.60	9.80	8.62	9.11	0.684	3	12
4	灭线磷	9.38	10.48	9.00	8.68	9.33	8.33	8.59	9.11	0.715	3	12
5	治螟磷	10.21	8.57	8.88	8.56	9.45	8.33	7.48	8.78	0.865	3	12
6	甲拌磷	8.21	7.21	7.28	8.56	7.17	6.64	8.14	7.60	0.701	3	12
7	特丁硫磷	9.27	8.23	8.55	8.44	8.77	7.33	9.71	8.61	0.761	3	12
8	二嗪磷	11.97	9.35	10.94	9.50	10.82	10.03	12.05	10.67	1.095	4	16
9	地虫硫磷	8.92	8.11	8.77	9.50	8.42	7.44	8.14	8.47	0.666	3	12
10	异稻瘟净	10.79	9.13	10.70	9.62	10.70	8.00	10.25	9.88	1.039	4	16
11	乐果	10.44	9.13	10.36	9.98	10.02	7.89	10.93	9.82	1.017	4	16
12	氯唑磷	10.44	9.23	10.13	10.68	10.02	8.11	10.71	9.90	0.938	3	12

13	甲基毒死蜱	11.27	9.58	12.18	10.32	11.27	9.81	11.48	10.85	0.957	4	16
14	磷胺	11.38	10.25	12.63	9.98	11.72	9.69	11.83	11.07	1.103	4	16
15	甲基对硫磷	9.04	7.66	10.13	9.38	9.79	8.79	8.25	9.01	0.862	3	12
16	毒死蜱	12.44	10.71	11.96	10.32	12.63	9.46	11.38	11.27	1.170	4	16
17	杀螟硫磷	10.91	11.60	12.41	11.27	11.96	9.69	9.25	11.01	1.162	4	16
18	对硫磷	11.97	9.91	10.70	10.91	12.07	8.68	11.04	10.76	1.178	4	16
19	马拉硫磷	10.79	10.83	12.07	11.03	12.07	9.58	9.36	10.82	1.068	4	16
20	溴硫磷	11.50	10.48	11.61	10.21	12.30	9.23	10.60	10.85	1.027	4	16
21	甲基异柳磷	10.32	10.59	12.18	10.09	12.30	9.35	11.04	10.84	1.086	4	16
22	水胺硫磷	11.27	9.81	11.50	9.74	12.41	9.69	10.71	10.73	1.050	4	16
23	稻丰散	10.55	8.57	11.61	10.32	10.24	8.90	9.25	9.92	1.068	4	16
24	丙溴磷	12.20	9.35	12.75	12.55	12.41	11.05	10.71	11.57	1.251	4	16
25	苯线磷	10.55	9.13	10.58	9.85	10.70	9.69	8.59	9.87	0.805	3	12
26	三唑磷	10.68	9.46	11.16	8.56	9.91	8.33	9.48	9.66	1.031	4	16
27	蝇毒磷	9.85	10.03	10.70	8.44	10.24	8.33	8.59	9.46	0.973	4	16
28	敌百虫	9.56	7.79	9.61	9.38	9.07	8.09	8.41	8.84	0.744	3	12

表 A.1-12 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水和地下水）

验证单位：抚顺市环境监测中心站 测试日期：2017.8.8~2018.8.18

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值(µg/L)	标准偏差 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.93	0.82	0.95	0.83	0.87	0.72	0.90	0.86	0.0795	0.3	1.2
2	速灭磷	0.58	0.62	0.59	0.74	0.60	0.65	0.63	0.63	0.0548	0.2	0.8
3	内吸磷	0.89	0.74	0.85	0.73	0.78	0.75	0.87	0.80	0.0692	0.3	1.2
4	灭线磷	0.81	0.94	0.80	0.75	0.83	0.75	0.78	0.81	0.0658	0.3	1.2

5	治螟磷	0.87	0.77	0.79	0.74	0.84	0.75	0.67	0.77	0.0660	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.71	0.64	0.64	0.74	0.63	0.60	0.74	0.67	0.0571	0.2	0.8
7	特丁硫磷	0.80	0.74	0.76	0.73	0.78	0.65	0.87	0.76	0.0676	0.3	1.2
8	二嗪磷	1.03	0.84	0.97	0.82	0.96	0.89	1.08	0.94	0.0987	0.4	1.6
9	地虫硫磷	0.77	0.73	0.78	0.82	0.75	0.66	0.74	0.75	0.0477	0.2	0.8
10	异稻瘟净	0.93	0.82	0.95	0.83	0.95	0.72	0.93	0.87	0.0891	0.3	1.2
11	乐果	0.89	0.82	0.92	0.85	0.88	0.71	0.99	0.87	0.0876	0.3	1.2
12	氯唑磷	0.89	0.83	0.89	0.92	0.88	0.73	0.97	0.87	0.0768	0.3	1.2
13	甲基毒死蜱	0.97	0.85	1.08	0.88	1.00	0.87	1.04	0.96	0.0867	0.3	1.2
14	磷胺	0.98	0.92	1.12	0.85	1.04	0.86	1.07	0.98	0.1030	0.4	1.6
15	甲基对硫磷	0.78	0.68	0.89	0.81	0.86	0.79	0.75	0.79	0.0705	0.3	1.2
16	毒死蜱	1.07	0.96	1.06	0.88	1.12	0.84	1.03	0.99	0.1020	0.4	1.6
17	杀螟硫磷	0.94	1.04	1.09	0.97	1.06	0.86	0.84	0.97	0.0980	0.4	1.6
18	对硫磷	1.03	0.88	0.95	0.94	1.07	0.78	1.00	0.95	0.0965	0.4	1.6
19	马拉硫磷	0.93	0.97	1.07	0.95	1.07	0.85	0.84	0.95	0.0890	0.3	1.2
20	溴硫磷	0.99	0.94	1.03	0.87	1.08	0.83	0.96	0.96	0.0883	0.3	1.2
21	甲基异柳磷	0.88	0.95	1.08	0.86	1.08	0.84	1.00	0.96	0.1008	0.4	1.6
22	水胺硫磷	0.97	0.87	1.02	0.84	1.09	0.86	0.97	0.95	0.0935	0.3	1.2
23	稻丰散	0.91	0.77	1.03	0.88	0.91	0.80	0.84	0.88	0.0867	0.3	1.2
24	丙溴磷	1.05	0.84	1.13	1.08	1.09	0.99	0.97	1.02	0.0997	0.4	1.6
25	苯线磷	0.91	0.82	0.94	0.84	0.95	0.86	0.78	0.87	0.0650	0.3	1.2
26	三唑磷	0.92	0.84	0.99	0.74	0.87	0.75	0.85	0.85	0.0889	0.3	1.2
27	蝇毒磷	0.84	0.89	0.95	0.73	0.91	0.75	0.78	0.84	0.0861	0.3	1.2
28	敌百虫	0.78	0.71	0.74	0.77	0.63	0.79	0.74	0.74	0.0525	0.2	0.8

表 A.1-13 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

验证单位：抚顺市环境监测中心站 测试日期：2017.8.8~2018.8.18

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差(µg/L)	检 出 限 (µg/L)	测 定 下 限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	9.84	11.68	11.41	10.58	12.20	10.05	9.64	10.77	1.00	4	16
2	速灭磷	6.62	7.20	6.74	8.48	6.97	7.56	7.32	7.27	0.62	2	8
3	内吸磷	8.95	8.23	10.04	8.81	9.80	10.10	8.98	9.27	0.71	3	12
4	灭线磷	9.29	10.80	9.18	8.59	9.52	8.59	8.95	9.27	0.76	3	12
5	治螟磷	10.11	8.83	9.06	8.48	9.64	8.59	7.79	8.93	0.77	3	12
6	甲拌磷	8.13	7.43	7.43	8.48	7.32	6.85	8.48	7.73	0.63	2	8
7	特丁硫磷	9.18	8.48	8.72	8.36	8.95	7.56	10.11	8.76	0.79	3	12
8	二嗪磷	11.85	9.64	11.16	9.41	11.04	10.34	12.55	10.85	1.14	4	16
9	地虫硫磷	8.83	8.36	8.95	9.41	8.59	7.67	8.48	8.61	0.54	2	8
10	异稻瘟净	10.68	9.41	10.92	9.52	10.92	8.25	10.68	10.05	1.02	4	16
11	乐果	10.34	9.41	10.57	9.88	10.22	8.13	11.39	9.99	1.02	4	16
12	氯唑磷	10.34	9.52	10.34	10.57	10.22	8.36	11.16	10.07	0.90	3	12
13	甲基毒死蜱	11.16	9.88	12.43	10.22	11.50	10.11	11.96	11.04	0.99	4	16
14	磷胺	11.27	10.57	12.89	9.88	11.96	9.99	12.32	11.27	1.17	4	16
15	甲基对硫磷	8.95	7.90	10.34	9.29	9.99	9.06	8.59	9.16	0.82	3	12
16	毒死蜱	12.32	11.04	12.20	10.22	12.89	9.75	11.85	11.47	1.16	4	16
17	杀螟硫磷	10.80	11.96	12.66	11.16	12.20	9.99	9.64	11.20	1.14	4	16
18	对硫磷	11.85	10.22	10.92	10.80	12.32	8.95	11.50	10.94	1.12	4	16
19	马拉硫磷	10.68	11.16	12.32	10.92	12.32	9.88	9.75	11.00	1.03	4	16
20	溴硫磷	11.39	10.80	11.85	10.11	12.55	9.52	11.04	11.04	1.02	4	16
21	甲基异柳磷	10.22	10.92	12.43	9.99	12.55	9.64	11.50	11.04	1.17	4	16
22	水胺硫磷	11.16	10.11	11.73	9.64	12.66	9.99	11.16	10.92	1.08	4	16

23	稻丰散	10.45	8.83	11.85	10.22	10.45	9.18	9.64	10.09	1.00	4	16
24	丙溴磷	12.08	9.64	13.01	12.43	12.66	11.39	11.16	11.77	1.15	4	16
25	苯线磷	10.45	9.41	10.80	9.75	10.92	9.99	8.95	10.04	0.73	3	12
26	三唑磷	10.57	9.75	11.39	8.48	10.11	8.59	9.88	9.82	1.03	4	16
27	蝇毒磷	9.75	10.34	10.92	8.36	10.45	8.59	8.95	9.62	1.00	4	16
28	敌百虫	9.47	8.03	9.81	9.29	9.25	8.34	8.76	8.99	0.64	3	12

表 A.1-14 方法检出限、测定下限测试数据表（地表水和地下水）

验证单位：天津市环境监测中心站 测试日期：2017.7.10~2018.7.18

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.95	0.80	0.91	0.91	0.89	0.71	0.87	0.86	0.0817	0.3	1.2
2	速灭磷	0.59	0.61	0.56	0.82	0.62	0.65	0.61	0.64	0.0836	0.3	1.2
3	内吸磷	0.91	0.72	0.82	0.81	0.79	0.74	0.85	0.81	0.0633	0.3	1.2
4	灭线磷	0.82	0.92	0.76	0.83	0.84	0.74	0.75	0.81	0.0633	0.3	1.2
5	治螟磷	0.89	0.75	0.75	0.82	0.85	0.74	0.65	0.78	0.0803	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.73	0.63	0.62	0.82	0.65	0.59	0.72	0.68	0.0794	0.3	1.2
7	特丁硫磷	0.81	0.72	0.73	0.81	0.79	0.65	0.85	0.77	0.0692	0.3	1.2
8	二嗪磷	1.05	0.82	0.93	0.90	0.98	0.88	1.05	0.94	0.0869	0.3	1.2
9	地虫硫磷	0.78	0.71	0.75	0.90	0.76	0.66	0.72	0.75	0.0768	0.3	1.2
10	异稻瘟净	0.95	0.80	0.91	0.91	0.97	0.71	0.90	0.88	0.0914	0.3	1.2
11	乐果	0.91	0.80	0.88	0.94	0.90	0.70	0.96	0.87	0.0903	0.3	1.2
12	氯唑磷	0.91	0.81	0.86	1.02	0.90	0.72	0.94	0.88	0.0954	0.4	1.6
13	甲基毒死蜱	0.99	0.84	1.03	0.98	1.02	0.86	1.00	0.96	0.0774	0.3	1.2
14	磷胺	1.00	0.90	1.08	0.94	1.06	0.86	1.03	0.98	0.0832	0.3	1.2

15	甲基对硫磷	0.79	0.67	0.86	0.89	0.88	0.78	0.73	0.80	0.0833	0.3	1.2
16	毒死蜱	1.09	0.94	1.01	0.98	1.15	0.84	1.00	1.00	0.1004	0.4	1.6
17	杀螟硫磷	0.96	1.02	1.05	1.07	1.08	0.86	0.81	0.98	0.1072	0.4	1.6
18	对硫磷	1.05	0.86	0.91	1.04	1.09	0.77	0.97	0.96	0.1141	0.4	1.6
19	马拉硫磷	0.95	0.95	1.02	1.05	1.09	0.85	0.82	0.96	0.1012	0.4	1.6
20	溴硫磷	1.01	0.92	0.98	0.96	1.11	0.82	0.93	0.96	0.0891	0.3	1.2
21	甲基异柳磷	0.90	0.93	1.03	0.95	1.11	0.83	0.97	0.96	0.0902	0.3	1.2
22	水胺硫磷	0.99	0.86	0.98	0.92	1.12	0.86	0.94	0.95	0.0904	0.3	1.2
23	稻丰散	0.93	0.75	0.98	0.98	0.93	0.79	0.81	0.88	0.0957	0.4	1.6
24	丙溴磷	1.07	0.82	1.09	1.19	1.12	0.98	0.94	1.03	0.1243	0.4	1.6
25	苯线磷	0.93	0.80	0.90	0.93	0.97	0.86	0.75	0.88	0.0787	0.3	1.2
26	三唑磷	0.94	0.83	0.95	0.82	0.89	0.74	0.83	0.86	0.0745	0.3	1.2
27	蝇毒磷	0.86	0.87	0.91	0.81	0.93	0.74	0.75	0.84	0.0747	0.3	1.2
28	敌百虫	0.79	0.70	0.71	0.85	0.65	0.78	0.72	0.74	0.0687	0.3	1.2

表 A.1-15 方法检出限、测定下限测试数据表（生活污水和工业废水）

验证单位：天津市环境监测中心站 测试日期：2017.7.10~2018.7.18

序号	化合物	测定结果 (µg/L)							平均值 (µg/L)	标准偏差(µg/L)	检 出 限 (µg/L)	测 定 下 限 (µg/L)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	10.05	11.44	10.94	11.68	12.46	9.95	9.34	10.83	1.109	4	16
2	速灭磷	6.76	7.05	6.46	9.36	7.11	7.48	7.09	7.33	0.949	3	12
3	内吸磷	9.13	8.06	9.62	9.73	10.01	9.99	8.70	9.32	0.731	3	12
4	灭线磷	9.49	10.58	8.80	9.49	9.72	8.50	8.67	9.32	0.726	3	12
5	治螟磷	10.32	8.65	8.68	9.36	9.84	8.50	7.54	8.99	0.928	3	12
6	甲拌磷	8.30	7.28	7.12	9.36	7.47	6.78	8.21	7.79	0.888	3	12

7	特丁硫磷	9.37	8.30	8.35	9.23	9.13	7.48	9.79	8.81	0.797	3	12
8	二嗪磷	12.09	9.44	10.69	10.39	11.27	10.23	12.16	10.90	1.002	4	16
9	地虫硫磷	9.02	8.19	8.57	10.39	8.77	7.59	8.21	8.68	0.885	3	12
10	异稻瘟净	10.91	9.21	10.46	10.52	11.14	8.16	10.35	10.11	1.053	4	16
11	乐果	10.55	9.21	10.13	10.91	10.44	8.05	11.03	10.05	1.066	4	16
12	氯唑磷	10.55	9.32	9.91	11.67	10.44	8.27	10.81	10.14	1.099	4	16
13	甲基毒死蜱	11.39	9.67	11.91	11.29	11.74	10.00	11.59	11.08	0.882	3	12
14	磷胺	11.51	10.35	12.36	10.91	12.21	9.89	11.93	11.31	0.952	3	12
15	甲基对硫磷	9.13	7.74	9.91	10.26	10.20	8.97	8.32	9.22	0.966	4	16
16	毒死蜱	12.57	10.81	11.69	11.29	13.16	9.65	11.48	11.52	1.146	4	16
17	杀螟硫磷	11.03	11.71	12.13	12.32	12.46	9.89	9.34	11.27	1.235	4	16
18	对硫磷	12.09	10.01	10.46	11.93	12.57	8.85	11.14	11.01	1.318	5	20
19	马拉硫磷	10.91	10.92	11.80	12.05	12.57	9.78	9.45	11.07	1.163	4	16
20	溴硫磷	11.62	10.58	11.35	11.16	12.81	9.42	10.70	11.09	1.042	4	16
21	甲基异柳磷	10.44	10.69	11.91	11.03	12.81	9.54	11.14	11.08	1.052	4	16
22	水胺硫磷	11.39	9.90	11.24	10.64	12.93	9.89	10.81	10.97	1.043	4	16
23	稻丰散	10.67	8.65	11.35	11.29	10.67	9.08	9.34	10.15	1.107	4	16
24	丙溴磷	12.33	9.44	12.47	13.73	12.93	11.27	10.81	11.85	1.446	5	20
25	苯线磷	10.67	9.21	10.35	10.77	11.14	9.89	8.67	10.10	0.895	3	12
26	三唑磷	10.79	9.55	10.91	9.36	10.32	8.50	9.57	9.86	0.862	3	12
27	蝇毒磷	9.96	10.12	10.46	9.23	10.67	8.50	8.67	9.66	0.864	3	12
28	敌百虫	9.66	7.86	9.40	10.26	9.45	8.26	8.49	9.05	0.865	3	12

A. 1.3 方法精密度测试数据

表 A. 1-16 精密度测试数据（地表水）

验证单位：鞍山市环境监测中心站 测试日期：2017.7.10~2018.7.18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.51	0.51	0.44	0.63	0.44	0.46	0.50	0.07	13.8
		10.0	6.30	5.50	6.29	5.32	5.97	5.67	5.84	0.41	7.1
		90.0	59.56	55.16	49.20	53.98	59.09	55.26	55.38	3.78	6.8
2	速灭磷	1.00	0.77	0.70	0.66	0.66	0.60	0.62	0.67	0.06	9.0
		10.0	6.60	5.76	6.59	5.66	6.24	6.90	6.29	0.50	7.9
		90.0	62.39	68.03	62.26	57.42	61.68	67.48	63.21	3.97	6.3
3	内吸磷	1.00	0.48	0.42	0.52	0.45	0.42	0.43	0.45	0.04	8.3
		10.0	6.01	6.13	6.12	5.82	6.60	5.35	6.00	0.41	6.9
		90.0	66.49	61.27	67.57	58.77	65.22	62.26	63.60	3.38	5.3
4	灭线磷	1.00	0.76	0.76	0.96	0.79	0.82	0.81	0.82	0.073	8.9
		10.0	10.21	8.96	10.08	9.26	9.76	9.16	9.57	0.519	5.4
		90.0	97.44	89.71	96.41	93.52	96.41	89.71	93.87	3.473	3.7
5	治螟磷	1.00	0.75	0.76	0.78	0.69	0.90	0.80	0.78	0.068	8.7
		10.0	11.38	9.84	11.12	9.47	10.69	10.04	10.42	0.760	7.3
		90.0	109.28	98.78	106.09	95.28	106.09	98.78	102.38	5.507	5.4
6	甲拌磷	1.00	0.75	0.61	0.66	0.75	0.72	0.66	0.69	0.059	8.5
		10.0	10.43	9.08	10.29	9.24	9.68	9.14	9.64	0.596	6.2
		90.0	99.29	90.64	98.26	93.52	95.48	89.71	94.49	3.920	4.1
7	特丁硫磷	1.00	0.74	0.67	0.75	0.90	0.81	0.77	0.77	0.076	9.8
		10.0	10.49	8.68	9.75	8.79	9.59	9.30	9.43	0.668	7.1
		90.0	99.81	86.73	92.91	88.79	95.07	91.16	92.41	4.670	5.1
8	二嗪磷	1.00	0.83	0.92	0.85	1.11	1.05	0.99	0.96	0.110	11.5
		10.0	11.33	9.92	11.15	10.07	10.10	9.42	10.33	0.746	7.2
		90.0	108.25	99.70	106.09	101.87	100.22	92.39	101.42	5.561	5.5
9	地虫硫磷	1.00	0.83	0.68	0.74	0.75	0.78	0.79	0.76	0.053	6.9
		10.0	9.75	8.42	9.48	8.56	9.22	8.65	9.01	0.548	6.1
		90.0	92.91	84.25	90.33	86.62	91.26	84.77	88.36	3.625	4.1
10	异稻瘟净	1.00	0.84	0.73	0.83	0.95	0.95	0.97	0.88	0.092	10.5
		10.0	10.95	9.40	10.65	9.32	10.32	9.74	10.06	0.676	6.7
		90.0	104.03	94.14	101.15	94.45	102.07	95.89	98.62	4.300	4.4
11	乐果	1.00	0.88	0.72	0.83	1.01	0.92	0.94	0.88	0.099	11.2
		10.0	10.43	8.96	10.14	9.23	9.82	9.19	9.63	0.590	6.1
		90.0	99.29	89.71	96.41	93.52	97.44	89.71	94.35	4.047	4.3
12	氯唑磷	1.00	0.94	0.74	0.84	0.99	0.92	0.92	0.89	0.087	9.7
		10.0	10.32	8.93	10.14	9.09	9.83	9.23	9.59	0.583	6.1
		90.0	98.37	89.71	96.41	91.67	97.44	90.64	94.04	3.788	4.0
13	甲基毒死蜱	1.00	0.91	0.90	0.88	1.06	0.99	1.10	0.97	0.094	9.7
		10.0	9.48	8.29	9.30	8.37	9.07	8.52	8.84	0.509	5.8
		90.0	90.33	83.02	88.58	84.77	89.82	83.43	86.66	3.298	3.8

14	磷胺	1.00	0.88	0.89	0.94	1.09	1.00	1.14	0.99	0.110	11.1
		10.0	9.50	8.21	9.28	9.15	9.04	8.48	8.94	0.495	5.5
		90.0	90.54	82.19	88.48	92.60	89.51	83.02	87.72	4.198	4.8
15	甲基对硫磷	1.00	0.82	0.80	0.70	0.76	0.79	0.92	0.80	0.072	8.9
		10.0	9.80	8.42	9.53	8.40	9.15	8.62	8.99	0.595	6.6
		90.0	93.22	84.15	90.74	84.98	90.54	84.46	88.01	3.941	4.5
16	毒死蜱	1.00	0.91	0.87	0.98	1.05	1.09	1.08	1.00	0.095	9.5
		10.0	10.43	9.08	10.25	8.91	9.94	9.30	9.65	0.640	6.6
		90.0	99.29	90.64	97.34	89.92	98.37	91.46	94.50	4.267	4.5
17	杀螟硫磷	1.00	0.99	0.89	1.06	0.85	0.96	1.12	0.98	0.102	10.4
		10.0	9.87	8.55	9.67	8.57	9.33	8.79	9.13	0.574	6.3
		90.0	94.14	85.59	92.19	86.73	92.29	86.11	89.51	3.768	4.2
18	马拉硫磷	1.00	0.97	0.88	0.99	0.87	0.95	1.09	0.96	0.083	8.7
		10.0	10.61	9.22	10.38	9.30	10.10	9.47	9.85	0.595	6.0
		90.0	101.25	92.39	99.29	94.45	100.22	92.39	96.67	4.049	4.2
19	对硫磷	1.00	0.96	0.79	0.91	1.02	1.05	0.97	0.95	0.092	9.6
		10.0	9.79	8.49	9.61	8.54	9.30	8.71	9.07	0.567	6.2
		90.0	93.11	84.87	91.46	86.42	92.08	85.39	88.89	3.719	4.2
20	溴硫磷	1.00	0.90	0.84	0.96	0.98	1.01	1.05	0.96	0.075	7.9
		10.0	9.28	8.05	9.29	8.33	8.86	8.31	8.69	0.531	6.1
		90.0	88.37	80.65	88.58	84.36	87.65	81.37	85.16	3.566	4.2
21	甲基异柳磷	1.00	0.89	0.85	0.97	1.02	0.91	1.10	0.96	0.093	9.7
		10.0	10.48	8.72	10.22	8.87	9.95	9.27	9.58	0.732	7.6
		90.0	99.29	87.14	97.34	89.92	98.37	90.64	93.78	5.156	5.5
22	水胺硫磷	1.00	0.85	0.89	0.90	0.99	0.99	1.04	0.94	0.073	7.8
		10.0	10.67	9.18	10.31	9.34	10.01	9.45	9.83	0.597	6.1
		90.0	101.25	91.46	98.26	94.45	99.29	92.39	96.18	3.982	4.1
23	稻丰散	1.00	0.91	0.81	0.78	0.85	0.93	1.05	0.89	0.096	10.8
		10.0	10.49	8.85	9.86	8.85	9.79	9.07	9.48	0.665	7.0
		90.0	100.22	88.89	93.63	88.99	97.44	88.89	93.01	4.941	5.3
24	丙溴磷	1.00	1.10	1.01	0.85	0.99	1.07	1.15	1.03	0.105	10.2
		10.0	10.30	9.25	10.20	9.12	10.11	9.35	9.72	0.537	5.5
		90.0	98.37	92.39	97.34	92.60	100.22	91.46	95.40	3.692	3.9
25	苯线磷	1.00	0.87	0.89	0.83	0.79	0.93	0.96	0.88	0.060	6.9
		10.0	9.06	8.13	9.01	7.98	9.04	8.40	8.61	0.495	5.8
		90.0	86.31	81.27	85.80	80.75	89.51	82.40	84.34	3.429	4.1
26	三唑磷	1.00	0.75	0.76	0.87	0.88	0.94	1.01	0.87	0.100	11.5
		10.0	9.35	7.33	9.09	8.03	8.17	7.73	8.28	0.786	9.5
		90.0	89.10	73.44	86.62	81.27	80.86	75.50	81.13	6.076	7.5
27	蝇毒磷	1.00	0.74	0.76	0.92	0.79	0.87	0.97	0.84	0.090	10.7
		10.0	10.41	8.95	10.10	9.16	9.92	9.35	9.65	0.580	6.0
		90.0	99.29	89.71	96.41	92.60	98.37	91.46	94.64	3.929	4.2
28	敌百虫	1.00	0.45	0.45	0.39	0.37	0.39	0.40	0.41	0.03	7.6
		10.0	5.38	4.67	5.36	4.51	5.08	4.81	4.97	0.36	7.3
		90.0	50.73	46.80	50.59	45.76	50.24	46.89	48.50	2.25	4.6

表 A. 1-17 精密度测试数据 (地下水)

验证单位: 鞍山市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 10~2018. 7. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.52	0.53	0.45	0.64	0.44	0.47	0.51	0.07	14.0
		10.0	6.43	5.72	6.48	5.37	6.03	5.84	5.98	0.43	7.1
		90.0	60.75	57.37	50.68	54.52	59.68	56.92	56.65	3.66	6.5
2	速灭磷	1.00	0.79	0.73	0.68	0.67	0.61	0.64	0.68	0.06	9.4
		10.0	6.73	5.99	6.79	5.72	6.30	7.11	6.44	0.53	8.2
		90.0	63.64	70.75	64.13	57.99	62.30	69.50	64.72	4.73	7.3
3	内吸磷	1.00	0.49	0.44	0.54	0.45	0.42	0.44	0.46	0.04	9.0
		10.0	6.13	6.38	6.30	5.88	6.67	5.51	6.14	0.41	6.6
		90.0	67.82	63.72	69.60	59.36	65.87	64.13	65.08	3.58	5.5
4	灭线磷	1.00	0.72	0.72	0.91	0.75	0.78	0.77	0.78	0.071	9.1
		10.0	9.70	8.51	9.58	8.80	9.27	8.70	9.09	0.492	5.4
		90.0	92.57	85.22	91.59	88.84	91.59	85.22	89.17	3.301	3.7
5	治螟磷	1.00	0.71	0.72	0.74	0.66	0.86	0.76	0.74	0.066	8.9
		10.0	10.81	9.35	10.56	9.00	10.16	9.54	9.90	0.719	7.3
		90.0	103.82	93.84	100.79	90.52	100.79	93.84	97.26	5.229	5.4
6	甲拌磷	1.00	0.71	0.58	0.63	0.71	0.68	0.63	0.66	0.054	8.3
		10.0	9.91	8.63	9.78	8.78	9.20	8.68	9.16	0.566	6.2
		90.0	94.33	86.11	93.35	88.84	90.71	85.22	89.76	3.724	4.1
7	特丁硫磷	1.00	0.70	0.64	0.71	0.86	0.77	0.73	0.73	0.073	10.0
		10.0	9.97	8.25	9.26	8.35	9.11	8.84	8.96	0.636	7.1
		90.0	94.82	82.39	88.26	84.35	90.32	86.60	87.79	4.436	5.1
8	二嗪磷	1.00	0.79	0.87	0.81	1.05	1.00	0.94	0.91	0.106	11.6
		10.0	10.76	9.42	10.59	9.57	9.60	8.95	9.82	0.710	7.2
		90.0	102.84	94.72	100.79	96.78	95.21	87.77	96.35	5.283	5.5
9	地虫硫磷	1.00	0.79	0.65	0.70	0.71	0.74	0.75	0.72	0.049	6.7
		10.0	9.26	8.00	9.01	8.13	8.76	8.22	8.56	0.519	6.1
		90.0	88.26	80.04	85.81	82.29	86.70	80.53	83.94	3.446	4.1
10	异稻瘟净	1.00	0.80	0.69	0.79	0.90	0.90	0.92	0.83	0.090	10.7
		10.0	10.40	8.93	10.12	8.85	9.80	9.25	9.56	0.643	6.7
		90.0	98.83	89.43	96.09	89.73	96.97	91.10	93.69	4.086	4.4
11	乐果	1.00	0.84	0.68	0.79	0.96	0.87	0.89	0.84	0.095	11.3
		10.0	9.91	8.51	9.63	8.77	9.33	8.73	9.15	0.560	6.1
		90.0	94.33	85.22	91.59	88.84	92.57	85.22	89.63	3.846	4.3
12	氯唑磷	1.00	0.89	0.70	0.80	0.94	0.87	0.87	0.85	0.084	9.9
		10.0	9.80	8.48	9.63	8.64	9.34	8.77	9.11	0.555	6.1
		90.0	93.45	85.22	91.59	87.09	92.57	86.11	89.34	3.601	4.0
13	甲基毒死蜱	1.00	0.86	0.86	0.84	1.01	0.94	1.05	0.92	0.087	9.4
		10.0	9.01	7.88	8.84	7.95	8.62	8.09	8.40	0.484	5.8
		90.0	85.81	78.87	84.15	80.53	85.33	79.26	82.33	3.133	3.8
14	磷胺	1.00	0.84	0.85	0.89	1.04	0.95	1.08	0.94	0.102	10.8
		10.0	9.03	7.80	8.82	8.69	8.59	8.06	8.50	0.471	5.5
		90.0	86.01	78.08	84.06	87.97	85.03	78.87	83.34	3.990	4.8
15	甲基对硫磷	1.00	0.78	0.76	0.67	0.72	0.75	0.87	0.76	0.069	9.1
		10.0	9.31	8.00	9.05	7.98	8.69	8.19	8.54	0.567	6.6

		90.0	88.56	79.94	86.20	80.73	86.01	80.24	83.61	3.745	4.5
16	毒死蜱	1.00	0.86	0.83	0.93	1.00	1.04	1.03	0.95	0.087	9.2
		10.0	9.91	8.63	9.74	8.46	9.44	8.84	9.17	0.608	6.6
		90.0	94.33	86.11	92.47	85.42	93.45	86.89	89.78	4.055	4.5
17	杀螟硫磷	1.00	0.94	0.85	1.01	0.81	0.91	1.06	0.93	0.096	10.4
		10.0	9.38	8.12	9.19	8.14	8.86	8.35	8.67	0.545	6.3
		90.0	89.43	81.31	87.58	82.39	87.68	81.80	85.03	3.580	4.2
18	马拉硫磷	1.00	0.92	0.84	0.94	0.83	0.90	1.04	0.91	0.077	8.4
		10.0	10.08	8.76	9.86	8.84	9.60	9.00	9.35	0.564	6.0
		90.0	96.19	87.77	94.33	89.73	95.21	87.77	91.83	3.847	4.2
19	对硫磷	1.00	0.91	0.75	0.86	0.97	1.00	0.92	0.90	0.088	9.7
		10.0	9.30	8.07	9.13	8.11	8.84	8.27	8.62	0.539	6.3
		90.0	88.45	80.63	86.89	82.10	87.48	81.12	84.44	3.532	4.2
20	溴硫磷	1.00	0.86	0.80	0.91	0.93	0.96	1.00	0.91	0.072	8.0
		10.0	8.82	7.65	8.83	7.91	8.42	7.89	8.25	0.506	6.1
		90.0	83.95	76.62	84.15	80.14	83.27	77.30	80.91	3.387	4.2
21	甲基异柳磷	1.00	0.85	0.81	0.92	0.97	0.86	1.05	0.91	0.088	9.7
		10.0	9.96	8.28	9.71	8.43	9.45	8.81	9.11	0.698	7.7
		90.0	94.33	82.78	92.47	85.42	93.45	86.11	89.09	4.899	5.5
22	水胺硫磷	1.00	0.81	0.85	0.86	0.94	0.94	0.99	0.90	0.070	7.8
		10.0	10.14	8.72	9.79	8.87	9.51	8.98	9.34	0.566	6.1
		90.0	96.19	86.89	93.35	89.73	94.33	87.77	91.37	3.784	4.1
23	稻丰散	1.00	0.86	0.77	0.74	0.81	0.88	1.00	0.84	0.093	11.0
		10.0	9.97	8.41	9.37	8.41	9.30	8.62	9.01	0.633	7.0
		90.0	95.21	84.45	88.95	84.54	92.57	84.45	88.36	4.695	5.3
24	丙溴磷	1.00	1.05	0.96	0.81	0.94	1.02	1.09	0.98	0.100	10.2
		10.0	9.79	8.79	9.69	8.66	9.60	8.88	9.24	0.509	5.5
		90.0	93.45	87.77	92.47	87.97	95.21	86.89	90.63	3.510	3.9
25	苯线磷	1.00	0.83	0.85	0.79	0.75	0.88	0.91	0.83	0.060	7.1
		10.0	8.61	7.72	8.56	7.58	8.59	7.98	8.17	0.469	5.7
		90.0	81.99	77.21	81.51	76.71	85.03	78.28	80.12	3.258	4.1
26	三唑磷	1.00	0.71	0.72	0.83	0.84	0.89	0.96	0.82	0.096	11.6
		10.0	8.88	6.96	8.64	7.63	7.76	7.34	7.87	0.746	9.5
		90.0	84.65	69.77	82.29	77.21	76.82	71.73	77.08	5.772	7.5
27	蝇毒磷	1.00	0.70	0.72	0.87	0.75	0.83	0.92	0.80	0.088	11.0
		10.0	9.89	8.50	9.60	8.70	9.42	8.88	9.17	0.550	6.0
		90.0	94.33	85.22	91.59	87.97	93.45	86.89	89.91	3.734	4.2
28	敌百虫	1.00	0.46	0.47	0.40	0.37	0.39	0.41	0.42	0.04	9.0
		10.0	5.49	4.86	5.52	4.56	5.13	4.95	5.08	0.38	7.4
		90.0	51.74	48.67	52.11	46.22	50.74	48.30	49.63	2.29	4.6

表 A. 1-18 精密度测试数据（生活污水）

验证单位：鞍山市环境监测中心站

测试日期：2017. 7. 10~2018. 7. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.84	4.45	4.60	5.10	4.74	6.06	5.13	0.67	13.1
		100	51.51	46.00	54.80	45.07	50.09	55.76	50.54	4.41	8.7
		900	488.12	502.63	518.32	473.74	489.09	537.61	501.59	23.20	4.6
		10.0	6.12	4.70	4.84	5.46	4.97	5.20	5.22	0.52	9.9

2	速灭磷	100	64.62	59.06	57.55	58.72	52.45	57.72	58.35	3.89	6.7
		900	512.35	527.33	539.81	504.44	493.17	554.88	522.00	23.06	4.4
3	内吸磷	10.0	5.48	4.95	4.20	5.65	4.20	5.65	5.02	0.69	13.6
		100	59.08	53.73	53.77	51.16	47.41	54.08	53.20	3.84	7.2
		900	547.23	559.94	569.23	517.88	541.87	565.84	550.33	19.10	3.5
4	灭线磷	10.0	9.49	7.57	7.75	9.03	8.03	8.30	8.36	0.752	9.0
		100	100.17	91.45	89.78	95.30	84.13	90.43	91.88	5.424	5.9
		900	822.70	831.25	828.40	839.80	824.60	831.25	829.67	6.058	0.7
5	治螟磷	10.0	10.60	8.28	8.59	9.21	8.81	9.08	9.09	0.810	8.9
		100	111.78	100.37	99.07	97.47	92.24	99.16	100.01	6.436	6.4
		900	917.70	912.00	913.90	858.80	904.40	911.05	902.98	22.074	2.4
6	甲拌磷	10.0	9.77	7.65	7.90	8.94	7.94	8.22	8.40	0.802	9.5
		100	102.38	92.59	91.54	95.12	83.51	90.25	92.56	6.187	6.7
		900	840.75	841.70	844.55	837.90	818.90	830.30	835.68	9.551	1.1
7	特丁硫磷	10.0	9.77	7.26	7.52	8.48	7.87	8.39	8.21	0.897	10.9
		100	102.93	88.44	86.77	90.61	82.73	91.89	90.56	6.857	7.6
		900	844.55	804.65	800.85	798.00	811.30	845.50	817.48	21.802	2.7
8	二嗪磷	10.0	10.60	8.36	8.59	9.75	8.26	8.47	9.00	0.952	10.6
		100	111.23	101.25	99.24	103.79	87.17	93.02	99.28	8.398	8.5
		900	912.95	920.55	915.80	913.90	854.05	855.00	895.38	31.752	3.5
9	地虫硫磷	10.0	9.12	7.10	7.30	8.30	7.55	7.78	7.86	0.746	9.5
		100	95.74	85.88	84.35	88.26	79.46	85.41	86.52	5.372	6.2
		900	785.65	780.90	778.05	777.10	779.00	784.70	780.90	3.555	0.5
10	异稻瘟净	10.0	10.23	7.89	8.21	9.03	8.49	8.82	8.78	0.822	9.4
		100	107.45	95.86	94.80	96.12	88.88	96.22	96.55	6.022	6.2
		900	882.55	872.10	874.95	846.45	872.10	884.45	872.10	13.622	1.6
11	乐果	10.0	9.77	7.57	7.83	8.94	8.03	8.30	8.41	0.815	9.7
		100	102.38	91.45	90.20	95.12	84.60	90.69	92.41	5.943	6.4
		900	840.75	831.25	832.20	837.90	830.30	834.10	834.42	4.104	0.5
12	氯唑磷	10.0	9.68	7.50	7.83	8.84	8.10	8.30	8.38	0.784	9.4
		100	101.27	91.09	90.20	93.68	84.67	91.11	92.00	5.427	5.9
		900	831.25	828.40	832.20	824.60	830.30	837.90	830.78	4.405	0.5
13	甲基毒死蜱	10.0	8.84	6.94	7.14	8.12	7.48	7.70	7.70	0.698	9.1
		100	92.98	84.55	82.76	86.28	78.29	84.03	84.81	4.821	5.7
		900	763.80	768.55	763.80	760.95	767.60	773.30	766.33	4.402	0.6
14	磷胺	10.0	8.84	6.86	7.14	8.84	7.40	7.61	7.78	0.859	11.0
		100	93.25	83.75	82.59	94.32	78.05	83.60	85.93	6.439	7.5
		900	765.70	760.95	761.90	830.30	764.75	768.55	775.36	27.054	3.5
15	甲基对硫磷	10.0	9.12	7.10	7.37	8.12	7.48	7.78	7.83	0.725	9.3
		100	96.11	85.79	84.77	86.55	78.83	85.06	86.19	5.589	6.5
		900	789.45	779.95	782.80	762.85	773.30	782.80	778.53	9.284	1.2
16	毒死蜱	10.0	9.77	7.65	7.90	8.66	8.18	8.39	8.42	0.747	8.9
		100	102.38	92.59	91.21	91.87	85.69	91.89	92.61	5.411	5.8
		900	840.75	841.70	841.70	809.40	839.80	845.50	836.48	13.405	1.6
17	杀螟硫磷	10.0	9.22	7.17	7.45	8.30	7.64	7.95	7.95	0.732	9.2
		100	96.94	87.12	86.11	88.36	80.39	86.79	87.62	5.346	6.1
		900	795.15	792.30	794.20	778.05	788.50	798.00	791.03	7.101	0.9
18	马拉硫磷	10.0	9.96	7.72	7.98	9.03	8.26	8.56	8.58	0.811	9.5
		100	104.22	94.00	92.38	95.85	87.17	93.37	94.50	5.588	5.9

		900	855.00	854.05	853.10	844.55	854.05	858.80	853.26	4.709	0.6
19	对硫磷	10.0	9.12	7.10	7.37	8.30	7.64	7.87	7.90	0.727	9.2
		100	96.02	86.58	85.52	88.08	80.16	86.02	87.06	5.149	5.9
		900	788.50	786.60	789.45	776.15	785.65	791.35	786.28	5.363	0.7
20	溴硫磷	10.0	8.66	6.78	7.14	8.12	7.25	7.52	7.58	0.694	9.2
		100	91.13	82.17	82.68	86.01	76.34	81.96	83.38	4.911	5.9
		900	747.65	746.70	762.85	757.15	748.60	753.35	752.72	6.349	0.8
21	甲基异柳磷	10.0	9.77	7.33	7.90	8.58	8.18	8.39	8.36	0.815	9.7
		100	102.66	89.05	90.95	91.25	85.77	91.38	91.84	5.710	6.2
		900	843.60	809.40	838.85	804.65	840.75	840.75	829.67	17.668	2.1
22	水胺硫磷	10.0	9.96	7.72	7.90	9.03	8.18	8.47	8.54	0.830	9.7
		100	104.68	93.57	91.79	96.30	86.39	93.20	94.32	6.039	6.4
		900	859.75	851.20	846.45	848.35	846.45	856.90	851.52	5.626	0.7
23	稻丰散	10.0	9.77	7.41	7.60	8.58	8.03	8.12	8.25	0.849	10.3
		100	102.93	90.20	87.69	91.07	84.37	89.48	90.96	6.328	7.0
		900	844.55	820.80	809.40	802.75	827.45	822.70	821.28	14.603	1.8
24	丙溴磷	10.0	9.68	7.81	7.83	8.84	8.33	8.39	8.48	0.704	8.3
		100	101.18	94.35	90.79	94.04	87.25	92.33	93.32	4.641	5.0
		900	830.30	857.85	837.90	828.40	855.00	849.30	843.13	12.685	1.5
25	苯线磷	10.0	8.47	6.78	6.92	7.76	7.40	7.61	7.49	0.615	8.2
		100	88.93	82.78	80.26	82.22	78.05	82.91	82.52	3.646	4.4
		900	729.60	753.35	740.05	724.85	764.75	762.85	745.91	16.977	2.3
26	三唑磷	10.0	9.04	8.26	8.97	8.46	8.65	7.72	8.52	0.490	5.8
		100	106.32	96.79	101.10	101.68	91.38	95.54	98.80	5.290	5.4
		900	881.60	809.40	874.95	859.75	821.75	827.45	845.82	30.219	3.6
27	蝇毒磷	10.0	9.77	7.50	7.75	8.94	8.10	8.39	8.41	0.835	9.9
		100	102.19	91.27	89.96	94.40	85.54	92.33	92.61	5.549	6.0
		900	838.85	830.30	830.30	831.25	837.90	849.30	836.32	7.424	0.9
28	敌百虫	10.0	5.00	3.71	4.93	5.38	5.04	5.25	4.89	0.60	12.3
		100	52.50	47.85	56.92	46.78	52.56	47.32	50.65	4.01	7.9
		900	515.51	467.17	536.84	501.82	515.25	529.37	510.99	24.69	4.8

表 A. 1-19 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 鞍山市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 10~2018. 7. 18

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	三唑磷	35.2	34.1	37.8	33.1	35.2	37.7	35.5	1.90	5.3

表 A. 1-20 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 鞍山市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 10~2018. 7. 18

序号	化合物名称	浓度值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.96	4.63	4.74	5.15	4.79	6.24	5.25	0.69	13.1
		100	52.54	47.84	56.44	45.52	50.59	57.43	51.73	4.70	9.1
		900	497.88	522.74	533.87	478.48	493.98	553.74	513.45	28.18	5.5
2	速灭磷	10.0	6.24	4.89	4.99	5.51	5.02	5.36	5.33	0.51	9.5
		100	65.91	61.42	59.28	59.31	52.97	59.45	59.72	4.18	7.0

		900	522.60	548.42	556.00	509.48	498.10	571.53	534.36	28.70	5.4
3	内吸磷	10.0	5.59	5.15	4.33	5.71	4.24	5.82	5.14	0.70	13.6
		100	60.26	55.88	55.38	51.67	47.88	55.70	54.46	4.22	7.8
		900	558.17	582.34	586.31	523.06	547.29	582.82	563.33	25.20	4.5
4	灭线磷	10.0	9.87	7.87	8.06	9.39	8.35	8.63	8.70	0.783	9.0
		100	104.18	95.11	93.37	99.11	87.50	94.05	95.55	5.643	5.9
		900	855.61	864.50	861.54	873.39	857.58	864.50	862.85	6.301	0.7
5	治螟磷	10.0	11.02	8.61	8.93	9.58	9.16	9.44	9.46	0.842	8.9
		100	116.25	104.38	103.03	101.37	95.93	103.13	104.02	6.693	6.4
		900	954.41	948.48	950.46	893.15	940.58	947.49	939.09	22.957	2.4
6	甲拌磷	10.0	10.16	7.96	8.22	9.30	8.26	8.55	8.74	0.835	9.6
		100	106.48	96.29	95.20	98.92	86.85	93.86	96.27	6.432	6.7
		900	874.38	875.37	878.33	871.42	851.66	863.51	869.11	9.933	1.1
7	特丁硫磷	10.0	10.16	7.55	7.82	8.82	8.18	8.73	8.54	0.934	10.9
		100	107.05	91.98	90.24	94.23	86.04	95.57	94.18	7.129	7.6
		900	878.33	836.84	832.88	829.92	843.75	879.32	850.17	22.675	2.7
8	二嗪磷	10.0	11.02	8.69	8.93	10.14	8.59	8.81	9.37	0.990	10.6
		100	115.68	105.30	103.21	107.94	90.66	96.74	103.25	8.737	8.5
		900	949.47	957.37	952.43	950.46	888.21	889.20	931.19	33.022	3.5
9	地虫硫磷	10.0	9.48	7.38	7.59	8.63	7.85	8.09	8.17	0.775	9.5
		100	99.57	89.32	87.72	91.79	82.64	88.83	89.98	5.586	6.2
		900	817.08	812.14	809.17	808.18	810.16	816.09	812.14	3.697	0.5
10	异稻瘟净	10.0	10.64	8.21	8.54	9.39	8.83	9.17	9.13	0.854	9.3
		100	111.75	99.69	98.59	99.96	92.44	100.07	100.42	6.265	6.2
		900	917.85	906.98	909.95	880.31	906.98	919.83	906.98	14.167	1.6
11	乐果	10.0	10.16	7.87	8.14	9.30	8.35	8.63	8.74	0.849	9.7
		100	106.48	95.11	93.81	98.92	87.98	94.32	96.10	6.179	6.4
		900	874.38	864.50	865.49	871.42	863.51	867.46	867.79	4.269	0.5
12	氯唑磷	10.0	10.07	7.80	8.14	9.19	8.42	8.63	8.71	0.814	9.3
		100	105.32	94.73	93.81	97.43	88.06	94.75	95.68	5.646	5.9
		900	864.50	861.54	865.49	857.58	863.51	871.42	864.01	4.581	0.5
13	甲基毒死蜱	10.0	9.19	7.22	7.43	8.44	7.78	8.01	8.01	0.723	9.0
		100	96.70	87.93	86.07	89.73	81.42	87.39	88.21	5.016	5.7
		900	794.35	799.29	794.35	791.39	798.30	804.23	796.99	4.578	0.6
14	磷胺	10.0	9.19	7.13	7.43	9.19	7.70	7.91	8.09	0.892	11.0
		100	96.98	87.10	85.89	98.09	81.17	86.94	89.36	6.698	7.5
		900	796.33	791.39	792.38	863.51	795.34	799.29	806.37	28.136	3.5
15	甲基对硫磷	10.0	9.48	7.38	7.66	8.44	7.78	8.09	8.14	0.753	9.2
		100	99.95	89.22	88.16	90.01	81.98	88.46	89.63	5.812	6.5
		900	821.03	811.15	814.11	793.36	804.23	814.11	809.67	9.655	1.2
16	毒死蜱	10.0	10.16	7.96	8.22	9.01	8.51	8.73	8.76	0.779	8.9
		100	106.48	96.29	94.86	95.54	89.12	95.57	96.31	5.627	5.8
		900	874.38	875.37	875.37	841.78	873.39	879.32	869.93	13.941	1.6
17	杀螟硫磷	10.0	9.59	7.46	7.75	8.63	7.95	8.27	8.27	0.763	9.2
		100	100.82	90.60	89.55	91.89	83.61	90.26	91.12	5.560	6.1
		900	826.96	823.99	825.97	809.17	820.04	829.92	822.67	7.385	0.9
18	马拉硫磷	10.0	10.36	8.03	8.30	9.39	8.59	8.90	8.93	0.846	9.5
		100	108.39	97.76	96.08	99.68	90.66	97.10	98.28	5.810	5.9
		900	889.20	888.21	887.22	878.33	888.21	893.15	887.39	4.897	0.6

19	对硫磷	10.0	9.48	7.38	7.66	8.63	7.95	8.18	8.22	0.755	9.2
		100	99.86	90.04	88.94	91.60	83.37	89.46	90.55	5.356	5.9
		900	820.04	818.06	821.03	807.20	817.08	823.00	817.73	5.577	0.7
20	溴硫磷	10.0	9.01	7.05	7.43	8.44	7.54	7.82	7.88	0.721	9.1
		100	94.78	85.46	85.99	89.45	79.39	85.24	86.72	5.106	5.9
		900	777.56	776.57	793.36	787.44	778.54	783.48	782.83	6.603	0.8
21	甲基异柳磷	10.0	10.16	7.62	8.22	8.92	8.51	8.73	8.69	0.850	9.8
		100	106.77	92.61	94.59	94.90	89.20	95.04	95.52	5.939	6.2
		900	877.34	841.78	872.40	836.84	874.38	874.38	862.85	18.374	2.1
22	水胺硫磷	10.0	10.36	8.03	8.22	9.39	8.51	8.81	8.89	0.867	9.8
		100	108.87	97.31	95.46	100.15	89.85	96.93	98.09	6.281	6.4
		900	894.14	885.25	880.31	882.28	880.31	891.18	885.58	5.851	0.7
23	稻丰散	10.0	10.16	7.71	7.90	8.92	8.35	8.44	8.58	0.884	10.3
		100	107.05	93.81	91.20	94.71	87.74	93.06	94.59	6.581	7.0
		900	878.33	853.63	841.78	834.86	860.55	855.61	854.13	15.188	1.8
24	丙溴磷	10.0	10.07	8.12	8.14	9.19	8.66	8.73	8.82	0.731	8.3
		100	105.23	98.12	94.42	97.80	90.74	96.02	97.06	4.824	5.0
		900	863.51	892.16	871.42	861.54	889.20	883.27	876.85	13.193	1.5
25	苯线磷	10.0	8.81	7.05	7.20	8.07	7.70	7.91	7.79	0.639	8.2
		100	92.49	86.09	83.47	85.51	81.17	86.23	85.83	3.792	4.4
		900	758.78	783.48	769.65	753.84	795.34	793.36	775.74	17.656	2.3
26	三唑磷	10.0	45.4	44.59	45.33	44.8	45	44.03	45.19	2.42	5.4
		100	146.57	136.66	141.14	141.75	131.04	135.36	138.75	5.50	4.0
		900	952.86	877.78	945.95	930.14	890.62	896.55	915.65	31.43	3.4
27	蝇毒磷	10.0	10.16	7.80	8.06	9.30	8.42	8.73	8.74	0.869	9.9
		100	106.28	94.92	93.56	98.18	88.96	96.02	96.32	5.769	6.0
		900	872.40	863.51	863.51	864.50	871.42	883.27	869.77	7.721	0.9
28	敌百虫	10.0	5.10	3.86	5.08	5.43	5.09	5.41	4.99	0.58	11.6
		100	53.55	49.76	58.63	47.25	53.09	48.74	51.84	4.14	8.0
		900	525.82	485.86	552.95	506.84	520.40	545.25	522.85	24.69	4.7

表 A. 1-21 精密度测试数据（地表水）

验证单位：沈阳市环境监测中心站 测试日期：2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.58	0.50	0.48	0.40	0.45	0.45	0.48	0.06	12.4
		10.0	6.94	5.73	6.91	5.17	6.16	5.87	6.13	0.69	11.3
		90.0	63.42	58.24	66.08	55.72	62.40	55.84	60.28	4.31	7.1
2	速灭磷	1.00	0.77	0.56	0.63	0.55	0.54	0.49	0.59	0.10	16.5
		10.0	7.26	6.00	7.23	5.49	6.43	6.09	6.42	0.71	11.0
		90.0	66.42	60.85	69.14	59.27	65.11	57.79	63.10	4.46	7.1
3	内吸磷	1.00	0.55	0.40	0.59	0.43	0.43	0.42	0.47	0.08	16.6
		10.0	6.67	6.40	6.76	4.63	6.82	6.61	6.31	0.84	13.3
		90.0	70.77	64.71	74.98	60.65	68.83	62.97	67.15	5.35	8.0
4	灭线磷	1.00	0.93	0.74	1.08	0.74	0.89	0.74	0.85	0.14	16.3
		10.0	11.81	9.48	11.12	8.80	10.36	8.80	10.06	1.25	12.4
		90.0	109.54	95.90	107.41	93.49	104.33	84.41	99.18	9.62	9.7
5	治螟磷	1.00	0.92	0.74	0.88	0.66	0.98	0.73	0.82	0.13	15.4
		10.0	13.17	10.40	12.27	9.00	11.34	9.64	10.97	1.59	14.5

		90.0	122.85	105.59	118.18	95.25	114.80	92.94	108.27	12.37	11.4
6	甲拌磷	1.00	0.92	0.60	0.74	0.71	0.78	0.60	0.72	0.12	16.5
		10.0	12.07	9.61	11.35	8.78	10.27	8.78	10.14	1.36	13.4
		90.0	111.62	96.90	109.47	93.49	103.32	84.41	99.87	10.30	10.3
7	特丁硫磷	1.00	0.90	0.66	0.84	0.85	0.87	0.70	0.80	0.10	12.3
		10.0	12.13	9.18	10.75	8.35	10.18	8.93	9.92	1.39	14.0
		90.0	112.21	92.72	103.52	88.77	102.88	85.76	97.64	10.18	10.4
8	二嗪磷	1.00	1.00	0.91	0.96	1.04	1.13	0.91	0.99	0.09	8.6
		10.0	13.11	10.49	12.30	9.57	10.72	9.05	10.87	1.56	14.4
		90.0	121.69	106.59	118.18	101.84	108.46	86.92	107.28	12.43	11.6
9	地虫硫磷	1.00	1.00	0.67	0.83	0.71	0.84	0.72	0.79	0.12	15.4
		10.0	11.29	8.91	10.45	8.13	9.78	8.32	9.48	1.25	13.2
		90.0	104.44	90.07	100.63	86.59	98.76	79.76	93.38	9.45	10.1
10	异稻瘟净	1.00	1.01	0.72	0.93	0.89	1.03	0.89	0.91	0.11	12.3
		10.0	12.68	9.95	11.75	8.86	10.94	9.36	10.59	1.47	13.9
		90.0	116.95	100.64	112.69	94.41	110.45	90.22	104.23	10.75	10.3
11	乐果	1.00	1.07	0.71	0.93	0.95	1.00	0.86	0.92	0.13	13.7
		10.0	12.07	9.48	11.19	8.77	10.42	8.83	10.13	1.34	13.2
		90.0	111.62	95.90	107.41	93.49	105.44	84.41	99.71	10.21	10.2
12	氯唑磷	1.00	1.13	0.73	0.95	0.93	1.00	0.84	0.93	0.14	14.8
		10.0	11.95	9.44	11.19	8.64	10.43	8.87	10.09	1.32	13.1
		90.0	110.58	95.90	107.41	91.65	105.44	85.28	99.38	9.97	10.0
13	甲基毒死蜱	1.00	1.10	0.88	0.99	1.00	1.07	0.81	0.98	0.11	11.4
		10.0	10.97	8.77	10.26	8.94	9.62	9.18	9.62	0.85	8.8
		90.0	101.55	88.75	98.67	84.75	97.20	88.40	93.22	6.78	7.3
14	磷胺	1.00	1.10	0.88	1.09	0.91	0.90	1.04	0.99	0.10	10.4
		10.0	11.33	10.80	10.55	9.50	9.78	9.06	10.17	0.86	8.5
		90.0	104.82	88.74	101.53	90.73	98.81	97.13	96.96	6.21	6.4
15	甲基对硫磷	1.00	1.02	0.80	0.81	0.71	0.87	0.83	0.84	0.10	12.3
		10.0	10.65	9.00	10.84	8.80	9.90	8.21	9.57	1.06	11.1
		90.0	107.93	100.96	104.11	93.06	99.94	88.58	99.10	7.14	7.2
16	毒死蜱	1.00	1.13	0.86	1.13	0.97	1.19	0.99	1.05	0.13	12.2
		10.0	11.40	9.71	10.62	9.28	10.76	8.84	10.10	0.98	9.7
		90.0	104.67	97.87	101.39	88.10	108.58	95.09	99.28	7.27	7.3
17	杀螟硫磷	1.00	1.25	0.88	1.22	0.78	1.06	1.02	1.03	0.18	17.6
		10.0	11.76	9.13	10.99	7.98	10.09	8.35	9.72	1.50	15.4
		90.0	108.99	92.42	105.79	84.98	101.87	80.21	95.71	11.68	12.2
18	马拉硫磷	1.00	1.21	0.87	1.14	0.80	1.05	0.99	1.01	0.16	15.4
		10.0	10.59	9.86	11.79	9.64	10.93	9.01	10.30	1.00	9.7
		90.0	106.94	99.75	103.63	92.52	110.63	95.95	101.57	6.81	6.7
19	对硫磷	1.00	1.19	0.79	1.06	0.94	1.15	0.88	1.00	0.16	15.9
		10.0	10.64	9.08	10.93	8.93	10.06	9.28	9.82	0.85	8.6
		90.0	107.81	91.63	104.95	94.46	101.63	89.44	98.32	7.53	7.7
20	溴硫磷	1.00	1.12	0.84	1.11	0.90	1.11	0.96	1.01	0.12	12.3
		10.0	11.05	9.61	10.56	9.72	9.59	9.88	10.07	0.60	6.0
		90.0	102.32	97.17	101.63	92.44	96.75	95.60	97.65	3.74	3.8
21	甲基异柳磷	1.00	1.11	0.85	1.12	0.94	1.01	1.00	1.01	0.10	10.3
		10.0	10.42	9.32	10.59	9.25	10.77	9.80	10.03	0.66	6.6
		90.0	104.67	94.08	101.39	97.90	108.58	94.33	100.16	5.81	5.8

22	水胺硫磷	1.00	1.07	0.88	1.05	0.91	1.09	0.95	0.99	0.09	9.1
		10.0	10.65	9.81	10.68	9.68	10.83	8.99	10.11	0.73	7.2
		90.0	106.94	98.75	102.45	92.52	99.40	95.95	99.34	5.02	5.1
23	稻丰散	1.00	1.13	0.81	0.91	0.78	1.03	0.96	0.94	0.13	14.2
		10.0	10.43	9.45	11.22	9.23	10.60	9.61	10.09	0.78	7.7
		90.0	105.74	95.97	107.45	96.98	97.35	92.70	99.37	5.86	5.9
24	丙溴磷	1.00	1.37	1.00	0.99	0.91	1.17	1.05	1.08	0.17	15.3
		10.0	11.26	9.89	10.57	9.48	10.94	8.89	10.17	0.91	8.9
		90.0	103.60	99.75	101.39	90.73	100.43	95.09	98.50	4.73	4.8
25	苯线磷	1.00	1.09	0.88	0.96	0.73	1.03	0.87	0.93	0.13	14.1
		10.0	10.80	9.71	10.24	8.42	9.78	8.98	9.65	0.86	8.9
		90.0	99.94	97.84	98.45	88.92	98.81	86.65	95.10	5.75	6.0
26	三唑磷	1.00	0.95	0.75	1.01	0.81	1.04	0.92	0.91	0.11	12.4
		10.0	10.12	8.85	8.26	8.46	8.84	7.36	8.65	0.91	10.5
		90.0	103.16	89.40	89.08	79.62	89.26	80.23	88.46	8.53	9.6
27	蝇毒磷	1.00	0.93	0.75	1.07	0.73	0.97	0.88	0.89	0.13	15.0
		10.0	10.35	9.55	11.47	9.51	10.74	8.89	10.09	0.95	9.4
		90.0	104.67	96.86	110.63	90.73	108.58	95.09	101.09	8.02	7.9
28	敌百虫	1.00	0.41	0.32	0.33	0.25	0.30	0.30	0.32	0.05	16.1
		10.0	5.92	4.87	5.89	4.37	5.24	4.99	5.21	0.61	11.6
		90.0	54.05	49.39	56.25	47.25	53.10	47.32	51.22	3.77	7.4

表 A. 1-22 精密度测试数据 (地下水)

验证单位: 沈阳市环境监测中心站 测试日期: 2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.59	0.52	0.49	0.40	0.45	0.46	0.49	0.06	13.1
		10.0	7.08	5.96	7.12	5.22	6.22	6.05	6.27	0.72	11.5
		90.0	64.69	60.57	68.06	56.28	63.02	57.52	61.69	4.46	7.2
2	速灭磷	1.00	0.79	0.58	0.65	0.56	0.55	0.50	0.60	0.10	16.7
		10.0	7.41	6.24	7.45	5.54	6.49	6.27	6.57	0.74	11.2
		90.0	67.75	63.28	71.21	59.86	65.76	59.52	64.57	4.58	7.1
3	内吸磷	1.00	0.56	0.42	0.61	0.43	0.43	0.43	0.48	0.08	17.0
		10.0	6.80	6.66	6.96	4.68	6.89	6.81	6.47	0.88	13.7
		90.0	72.19	67.30	77.23	61.26	69.52	64.86	68.72	5.62	8.2
4	灭线磷	1.00	0.95	0.77	1.11	0.73	0.90	0.73	0.86	0.15	17.6
		10.0	12.05	9.86	11.45	8.62	10.46	8.71	10.19	1.40	13.8
		90.0	111.73	99.74	110.63	91.62	105.37	83.57	100.44	11.12	11.1
5	治螟磷	1.00	0.94	0.77	0.91	0.65	0.99	0.72	0.83	0.14	16.3
		10.0	13.43	10.82	12.64	8.82	11.45	9.54	11.12	1.77	15.9
		90.0	125.31	109.81	121.73	93.35	115.95	92.01	109.69	14.20	12.9
6	甲拌磷	1.00	0.94	0.62	0.76	0.70	0.79	0.59	0.73	0.13	17.1
		10.0	12.31	9.99	11.69	8.60	10.37	8.69	10.28	1.52	14.8
		90.0	113.85	100.78	112.75	91.62	104.35	83.57	101.15	11.89	11.8
7	特丁硫磷	1.00	0.92	0.69	0.87	0.83	0.88	0.69	0.81	0.10	12.2
		10.0	12.37	9.55	11.07	8.18	10.28	8.84	10.05	1.53	15.2
		90.0	114.45	96.43	106.63	86.99	103.91	84.90	98.89	11.58	11.7
8	二嗪磷	1.00	1.02	0.95	0.99	1.02	1.14	0.90	1.00	0.08	8.2
		10.0	13.37	10.91	12.67	9.38	10.83	8.96	11.02	1.75	15.8
		90.0	124.12	110.85	121.73	99.80	109.54	86.05	108.68	14.18	13.0

9	地虫硫磷	1.00	1.02	0.70	0.85	0.70	0.85	0.71	0.80	0.13	16.0
		10.0	11.52	9.27	10.76	7.97	9.88	8.24	9.60	1.40	14.5
		90.0	106.53	93.67	103.65	84.86	99.75	78.96	94.57	10.87	11.5
10	异稻瘟净	1.00	1.03	0.75	0.96	0.87	1.04	0.88	0.92	0.11	12.0
		10.0	12.93	10.35	12.10	8.68	11.05	9.27	10.73	1.63	15.2
		90.0	119.29	104.67	116.07	92.52	111.55	89.32	105.57	12.41	11.8
11	乐果	1.00	1.09	0.74	0.96	0.93	1.01	0.85	0.93	0.12	13.3
		10.0	12.31	9.86	11.53	8.59	10.52	8.74	10.26	1.49	14.5
		90.0	113.85	99.74	110.63	91.62	106.49	83.57	100.98	11.68	11.6
12	氯唑磷	1.00	1.15	0.76	0.98	0.91	1.01	0.83	0.94	0.14	14.8
		10.0	12.19	9.82	11.53	8.47	10.53	8.78	10.22	1.48	14.5
		90.0	112.79	99.74	110.63	89.82	106.49	84.43	100.65	11.51	11.4
13	甲基毒死蜱	1.00	1.12	0.92	1.02	0.98	1.08	0.80	0.99	0.12	11.8
		10.0	11.19	9.12	10.57	8.76	9.72	9.09	9.74	0.95	9.8
		90.0	103.58	92.30	101.63	83.06	98.17	87.52	94.38	8.14	8.6
14	磷胺	1.00	1.12	0.92	1.12	0.89	0.91	1.03	1.00	0.11	10.8
		10.0	11.56	11.23	10.87	9.31	9.88	8.97	10.30	1.07	10.4
		90.0	106.92	92.29	104.58	88.92	99.80	96.16	98.11	6.99	7.1
15	甲基对硫磷	1.00	1.04	0.83	0.83	0.70	0.88	0.82	0.85	0.11	13.1
		10.0	10.86	9.36	11.17	8.62	10.00	8.13	9.69	1.21	12.5
		90.0	110.09	105.00	107.23	91.20	100.94	87.69	100.36	9.03	9.0
16	毒死蜱	1.00	1.15	0.89	1.16	0.95	1.20	0.98	1.06	0.13	12.3
		10.0	11.63	10.10	10.94	9.09	10.87	8.75	10.23	1.13	11.0
		90.0	106.76	101.78	104.43	86.34	109.67	94.14	100.52	8.73	8.7
17	杀螟硫磷	1.00	1.28	0.92	1.26	0.76	1.07	1.01	1.05	0.20	18.8
		10.0	12.00	9.50	11.32	7.82	10.19	8.27	9.85	1.65	16.8
		90.0	111.17	96.12	108.96	83.28	102.89	79.41	96.97	13.24	13.7
18	马拉硫磷	1.00	1.23	0.90	1.17	0.78	1.06	0.98	1.02	0.17	16.5
		10.0	10.80	10.25	12.14	9.45	11.04	8.92	10.43	1.16	11.1
		90.0	109.08	103.74	106.74	90.67	111.74	94.99	102.83	8.29	8.1
19	对硫磷	1.00	1.21	0.82	1.09	0.92	1.16	0.87	1.01	0.16	16.1
		10.0	10.85	9.44	11.26	8.75	10.16	9.19	9.94	0.98	9.9
		90.0	109.97	95.30	108.10	92.57	102.65	88.55	99.52	8.71	8.7
20	溴硫磷	1.00	1.14	0.87	1.14	0.88	1.12	0.95	1.02	0.13	12.9
		10.0	11.27	9.99	10.88	9.53	9.69	9.78	10.19	0.71	7.0
		90.0	104.37	101.06	104.68	90.59	97.72	94.64	98.84	5.59	5.7
21	甲基异柳磷	1.00	1.13	0.88	1.15	0.92	1.02	0.99	1.02	0.11	10.7
		10.0	10.63	9.69	10.91	9.07	10.88	9.70	10.15	0.76	7.5
		90.0	106.76	97.84	104.43	95.94	109.67	93.39	101.34	6.53	6.4
22	水胺硫磷	1.00	1.09	0.92	1.08	0.89	1.10	0.94	1.00	0.10	9.7
		10.0	10.86	10.20	11.00	9.49	10.94	8.90	10.23	0.87	8.5
		90.0	109.08	102.70	105.52	90.67	100.39	94.99	100.56	6.79	6.8
23	稻丰散	1.00	1.15	0.84	0.94	0.76	1.04	0.95	0.95	0.14	14.6
		10.0	10.64	9.83	11.56	9.05	10.71	9.51	10.21	0.92	9.0
		90.0	107.85	99.81	110.67	95.04	98.32	91.77	100.58	7.33	7.3
24	丙溴磷	1.00	1.40	1.04	1.02	0.89	1.18	1.04	1.10	0.17	15.9
		10.0	11.49	10.29	10.89	9.29	11.05	8.80	10.30	1.06	10.3
		90.0	105.67	103.74	104.43	88.92	101.43	94.14	99.72	6.70	6.7
		1.00	1.11	0.92	0.99	0.72	1.04	0.86	0.94	0.14	15.0

25	苯线磷	10.0	11.02	10.10	10.55	8.25	9.88	8.89	9.78	1.03	10.6
		90.0	101.94	101.75	101.40	87.14	99.80	85.78	96.30	7.67	8.0
26	三唑磷	1.00	0.97	0.78	1.04	0.79	1.05	0.91	0.92	0.12	12.7
		10.0	10.32	9.20	8.51	8.29	8.93	7.29	8.76	1.01	11.6
		90.0	105.22	92.98	91.75	78.03	90.15	79.43	89.59	9.98	11.1
27	蝇毒磷	1.00	0.84	0.73	0.98	0.71	0.89	0.84	0.83	0.10	12.2
		10.0	11.33	9.27	10.60	8.26	9.90	8.52	9.65	1.19	12.4
		90.0	105.02	93.81	102.03	87.95	100.13	81.75	95.11	8.97	9.4
28	敌百虫	1.00	0.42	0.33	0.34	0.25	0.30	0.31	0.33	0.05	16.8
		10.0	6.04	5.06	6.07	4.41	5.29	5.14	5.34	0.63	11.8
		90.0	55.13	51.37	57.94	47.72	53.63	48.74	52.42	3.90	7.4

表 A. 1-23 精密度测试数据（生活污水）

验证单位：沈阳市环境监测中心站

测试日期：2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.27	4.63	4.87	6.34	4.90	6.17	5.36	0.72	13.5
		100	64.42	59.56	58.55	60.37	52.93	65.98	60.30	4.63	7.7
		900	614.02	643.01	619.00	627.86	595.93	619.55	619.89	15.54	2.5
2	速灭磷	10.0	6.61	4.89	6.17	5.63	5.13	6.35	5.80	0.69	12.0
		100	67.45	62.38	51.37	64.26	65.72	57.22	61.40	6.04	9.8
		900	535.19	565.20	644.21	661.39	571.80	637.52	602.55	51.57	8.6
3	内吸磷	10.0	5.97	5.16	5.52	5.82	4.87	4.67	5.34	0.52	9.8
		100	61.68	56.73	57.46	55.99	60.43	64.30	59.43	3.25	5.5
		900	571.47	591.27	587.54	594.95	546.20	578.25	578.28	17.93	3.1
4	灭线磷	10.0	10.17	7.53	8.06	8.61	8.11	8.26	8.46	0.91	10.8
		100	103.87	92.34	94.06	96.52	86.98	88.38	93.69	6.11	6.5
		900	851.94	839.81	842.57	849.95	819.96	829.59	838.97	12.26	1.5
5	治螟磷	10.0	10.99	8.10	8.64	9.37	8.77	8.89	9.13	1.00	11.0
		100	111.67	99.63	100.92	104.71	94.31	95.08	101.05	6.47	6.4
		900	916.05	905.27	905.05	922.59	888.12	892.80	904.98	13.16	1.5
6	甲拌磷	10.0	10.05	7.45	7.97	8.61	8.11	8.18	8.39	0.89	10.6
		100	102.88	91.77	93.43	96.22	86.73	87.60	93.10	5.97	6.4
		900	844.80	833.77	837.53	847.88	817.00	822.67	833.94	12.16	1.5
7	特丁硫磷	10.0	9.55	7.11	7.73	8.42	7.70	7.81	8.05	0.84	10.5
		100	97.65	87.10	90.32	93.95	82.59	83.47	89.18	5.94	6.7
		900	801.04	791.48	809.30	827.12	778.46	783.17	798.43	18.05	2.3
8	二嗪磷	10.0	10.78	7.69	8.55	8.90	8.69	8.73	8.89	1.02	11.5
		100	110.00	94.39	99.35	99.68	92.80	93.06	98.22	6.52	6.6
		900	903.84	857.94	889.93	879.02	874.30	874.03	879.84	15.64	1.8
9	地虫硫磷	10.0	10.99	8.10	8.55	9.37	8.69	8.80	9.08	1.02	11.2
		100	112.16	99.17	100.27	105.20	93.48	94.91	100.87	6.92	6.9
		900	921.14	902.25	898.00	926.74	880.23	890.83	903.20	17.80	2.0
10	异稻瘟净	10.0	10.78	7.78	8.22	8.90	8.51	8.44	8.77	1.05	12.0
		100	110.28	95.61	95.80	99.49	91.27	91.13	97.26	7.11	7.3
		900	904.86	870.02	858.70	876.94	860.46	855.27	871.04	18.40	2.1
11	乐果	10.0	10.68	8.20	8.46	9.17	8.84	8.73	9.01	0.88	9.8
		100	108.40	100.01	99.18	102.73	94.39	94.02	99.79	5.40	5.4
		900	889.59	909.29	888.93	904.97	889.11	882.91	894.13	10.45	1.2

12	氯唑磷	10.0	9.34	7.11	7.49	8.06	7.86	7.91	7.96	0.76	9.5
		100	95.28	87.74	87.68	89.82	84.45	84.44	88.24	4.04	4.6
		900	781.70	798.52	785.12	791.84	795.26	793.04	790.91	6.33	0.8
13	甲基毒死蜱	10.0	9.97	8.66	9.71	8.79	9.18	8.03	9.06	0.71	7.9
		100	113.91	102.60	110.44	111.08	98.87	97.30	105.70	7.01	6.6
		900	944.55	857.94	928.24	939.20	854.53	860.21	897.45	44.05	4.9
14	磷胺	10.0	9.56	7.12	7.65	8.57	7.62	7.46	8.00	0.91	11.3
		100	97.99	87.92	89.35	96.10	82.00	80.22	88.93	7.19	8.1
		900	804.60	798.82	800.54	845.98	772.32	752.88	795.86	31.69	4.0
15	甲基对硫磷	10.0	9.87	7.38	7.90	7.87	7.71	7.62	8.06	0.91	11.2
		100	100.99	90.05	91.71	88.19	82.82	81.63	89.23	7.00	7.8
		900	829.55	818.77	822.49	777.26	780.96	766.84	799.31	27.23	3.4
16	毒死蜱	10.0	10.57	7.95	8.46	8.38	8.42	8.22	8.67	0.95	11.0
		100	107.59	97.20	98.69	93.61	90.03	88.18	95.88	7.00	7.3
		900	883.47	883.60	884.38	824.69	848.11	828.26	858.75	28.60	3.3
17	杀螟硫磷	10.0	9.97	7.45	7.98	8.04	7.88	7.78	8.18	0.90	11.0
		100	101.87	91.46	93.16	90.02	84.47	83.28	90.71	6.72	7.4
		900	835.54	831.73	834.46	792.75	796.31	781.73	812.09	24.42	3.0
18	马拉硫磷	10.0	10.78	8.02	8.55	8.75	8.50	8.38	8.83	0.98	11.1
		100	109.51	98.68	99.95	97.67	91.60	89.61	97.83	7.05	7.2
		900	898.44	896.56	896.35	860.51	862.51	841.29	875.94	24.36	2.8
19	对硫磷	10.0	9.87	7.38	7.90	8.04	7.88	7.71	8.13	0.88	10.8
		100	100.90	90.90	92.53	89.74	84.22	82.55	90.14	6.55	7.3
		900	828.56	825.76	829.47	790.81	793.43	775.21	807.21	23.57	2.9
20	溴硫磷	10.0	9.36	7.05	7.65	7.87	7.46	7.36	7.79	0.82	10.5
		100	95.76	86.27	89.46	87.63	80.21	78.65	86.33	6.27	7.3
		900	785.63	783.87	801.53	771.45	756.01	737.98	772.74	22.84	3.0
21	甲基异柳磷	10.0	10.57	7.61	8.46	8.31	8.42	8.22	8.60	1.02	11.8
		100	107.87	93.49	98.40	92.98	90.11	87.69	95.09	7.22	7.6
		900	886.46	849.69	881.39	819.85	849.07	823.61	851.68	27.94	3.3
22	水胺硫磷	10.0	10.78	8.02	8.46	8.75	8.42	8.29	8.79	1.00	11.4
		100	110.00	98.23	99.30	98.11	90.77	89.43	97.64	7.36	7.5
		900	903.43	893.58	889.37	864.38	854.83	839.42	874.17	25.07	2.9
23	稻丰散	10.0	10.57	7.71	8.14	8.31	8.27	7.96	8.49	1.04	12.3
		100	108.16	94.69	94.88	92.79	88.65	85.86	94.17	7.72	8.2
		900	887.46	861.65	850.43	817.92	835.64	805.93	843.17	29.79	3.5
24	丙溴磷	10.0	10.46	8.12	8.38	8.57	8.57	8.22	8.72	0.87	10.0
		100	106.31	99.04	98.22	95.82	91.68	88.61	96.61	6.19	6.4
		900	872.49	900.55	880.39	844.04	863.46	831.97	865.48	24.85	2.9
25	苯线磷	10.0	9.16	7.05	7.41	7.52	7.62	7.46	7.70	0.74	9.6
		100	93.45	86.89	86.83	83.77	82.00	79.56	85.42	4.84	5.7
		900	766.66	790.85	777.57	738.55	772.32	747.29	765.54	19.46	2.5
26	三唑磷	10.0	9.78	8.58	9.62	8.20	8.92	7.57	8.78	0.84	9.6
		100	111.73	101.61	109.37	103.60	96.01	91.69	102.34	7.66	7.5
		900	926.38	849.69	919.31	875.99	829.89	810.57	868.64	47.30	5.4
27	蝇毒磷	10.0	10.57	7.80	8.30	8.65	8.34	8.22	8.65	0.98	11.4
		100	107.37	95.80	97.33	96.18	89.88	88.61	95.86	6.68	7.0
		900	881.47	871.62	872.40	846.94	846.20	831.97	858.43	19.40	2.3
		10.0	5.40	3.86	4.13	4.50	4.16	4.28	4.39	0.54	12.3

28	敌百虫	100	54.83	50.50	49.87	51.21	44.92	46.83	49.70	3.47	7.0
		900	536.39	561.33	540.37	548.19	520.35	539.74	541.06	13.52	2.5

表 A. 1-24 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 沈阳市环境监测中心站 测试日期: 2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	三唑磷	37.0	35.8	40.9	33.7	37.1	36.2	36.8	2.37	6.4

表 A. 1-25 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 沈阳市环境监测中心站 测试日期: 2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	浓度值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.32	4.82	4.92	6.59	4.95	6.29	5.48	0.77	14.0
		100	65.06	61.94	59.14	62.78	53.46	67.30	61.61	4.87	7.9
		900	620.16	668.73	625.19	652.97	601.89	631.94	633.48	23.95	3.8
2	速灭磷	10.0	6.68	5.09	6.23	5.86	5.18	6.48	5.92	0.67	11.3
		100	68.12	64.88	51.88	66.83	66.38	58.36	62.74	6.33	10.1
		900	540.54	587.81	650.65	687.85	577.52	650.27	615.77	55.69	9.0
3	内吸磷	10.0	6.03	5.37	5.58	6.05	4.92	4.76	5.45	0.54	10.0
		100	62.30	59.00	58.03	58.23	61.03	65.59	60.70	2.92	4.8
		900	577.18	614.92	593.42	618.75	551.66	589.82	590.96	24.85	4.2
4	灭线磷	10.0	10.68	8.17	8.64	9.09	8.60	8.46	8.94	0.90	10.1
		100	109.47	99.85	101.01	100.98	91.94	90.25	98.92	7.00	7.1
		900	899.07	907.54	905.22	889.89	866.06	846.88	885.78	24.28	2.7
5	治螟磷	10.0	11.92	8.94	9.57	9.28	9.43	9.25	9.73	1.09	11.2
		100	122.16	109.57	111.46	103.28	100.80	98.96	107.71	8.61	8.0
		900	1002.9	995.70	998.65	910.02	949.88	928.17	964.22	40.29	4.2
6	甲拌磷	10.0	10.99	8.27	8.81	9.01	8.50	8.37	8.99	1.02	11.3
		100	111.89	101.08	103.00	100.79	91.25	90.08	99.68	8.08	8.1
		900	918.81	918.94	922.86	887.88	860.09	845.91	892.41	33.33	3.7
7	特丁硫磷	10.0	10.99	7.84	8.37	8.55	8.42	8.56	8.79	1.11	12.6
		100	112.48	96.55	97.64	96.00	90.41	91.72	97.47	7.89	8.1
		900	922.96	878.49	875.11	845.59	852.10	861.39	872.61	27.76	3.2
8	二嗪磷	10.0	11.92	9.03	9.57	9.82	8.86	8.63	9.64	1.20	12.5
		100	121.55	110.54	111.67	109.98	95.25	92.83	106.97	10.90	10.2
		900	997.71	1005.0	1000.7	968.41	897.00	871.07	956.65	58.29	6.1
9	地虫硫磷	10.0	10.25	7.66	8.13	8.35	8.09	7.93	8.40	0.93	11.1
		100	104.63	93.77	94.91	93.53	86.83	85.24	93.15	6.90	7.4
		900	858.59	852.57	850.20	823.44	818.18	799.45	833.74	23.53	2.8
10	异稻瘟净	10.0	11.50	8.53	9.15	9.09	9.10	8.99	9.39	1.06	11.3
		100	117.43	104.66	106.67	101.85	97.12	96.03	103.96	7.79	7.5
		900	964.48	952.13	956.09	896.94	915.96	901.07	931.11	29.93	3.2
11	乐果	10.0	10.99	8.17	8.72	9.01	8.60	8.46	8.99	1.02	11.3
		100	111.89	99.85	101.49	100.79	92.45	90.51	99.50	7.61	7.7
		900	918.81	907.54	909.36	887.88	872.05	849.77	890.90	26.28	2.9
12	氯唑磷	10.0	10.89	8.11	8.72	8.90	8.68	8.46	8.96	0.98	11.0
		100	110.68	99.46	101.49	99.27	92.53	90.92	99.06	7.07	7.1
		900	908.42	904.43	909.36	873.79	872.05	853.65	886.95	23.55	2.7
		10.0	9.94	7.50	7.96	8.17	8.02	7.84	8.24	0.86	10.5

13	甲基毒死蜱	100	101.61	92.31	93.12	91.43	85.55	83.85	91.31	6.31	6.9
		900	834.70	839.07	834.62	806.33	806.20	787.84	818.13	20.90	2.6
14	磷胺	10.0	9.94	7.42	7.96	8.90	7.94	7.75	8.32	0.94	11.2
		100	101.91	91.44	92.93	99.94	85.29	83.43	92.49	7.48	8.1
		900	836.80	830.78	832.55	879.83	803.21	782.98	827.69	32.96	4.0
15	甲基对硫磷	10.0	10.25	7.66	8.21	8.17	8.02	7.93	8.37	0.94	11.2
		100	105.03	93.66	95.38	91.71	86.13	84.88	92.80	7.28	7.8
		900	862.74	851.53	855.39	808.34	812.19	797.51	831.28	28.33	3.4
16	毒死蜱	10.0	10.99	8.27	8.81	8.73	8.78	8.56	9.02	0.98	10.9
		100	111.89	101.08	102.63	97.35	93.64	91.72	99.72	7.28	7.3
		900	918.81	918.94	919.75	857.68	882.04	861.39	893.10	29.74	3.3
17	杀螟硫磷	10.0	10.37	7.76	8.30	8.35	8.19	8.10	8.51	0.94	11.0
		100	105.95	95.11	96.88	93.63	87.85	86.62	94.34	6.99	7.4
		900	868.97	865.01	867.85	824.45	828.16	812.99	844.57	25.40	3.0
18	马拉硫磷	10.0	11.21	8.34	8.90	9.09	8.86	8.72	9.19	1.02	11.1
		100	113.90	102.62	103.95	101.57	95.25	93.19	101.75	7.33	7.2
		900	934.37	932.42	932.20	894.92	897.00	874.94	910.98	25.34	2.8
19	对硫磷	10.0	10.25	7.66	8.21	8.35	8.19	8.02	8.45	0.91	10.8
		100	104.94	94.53	96.23	93.33	87.60	85.84	93.74	6.82	7.3
		900	861.70	858.78	862.66	822.44	825.17	806.22	839.50	24.52	2.9
20	溴硫磷	10.0	9.75	7.33	7.96	8.17	7.78	7.66	8.11	0.85	10.5
		100	99.60	89.71	93.03	91.14	83.42	81.79	89.78	6.53	7.3
		900	817.06	815.22	833.58	802.31	786.24	767.50	803.65	23.75	3.0
21	甲基异柳磷	10.0	10.99	7.91	8.81	8.63	8.78	8.56	8.95	1.05	11.8
		100	112.20	97.22	102.33	96.69	93.73	91.21	98.90	7.51	7.6
		900	921.92	883.68	916.63	852.64	883.04	856.55	885.74	29.06	3.3
22	水胺硫磷	10.0	11.21	8.34	8.81	9.09	8.78	8.63	9.14	1.04	11.4
		100	114.40	102.15	103.28	102.04	94.41	93.01	101.55	7.65	7.5
		900	939.56	929.32	924.94	898.94	889.03	873.01	909.13	26.06	2.9
23	稻丰散	10.0	10.99	8.01	8.46	8.63	8.60	8.26	8.82	1.09	12.3
		100	112.48	98.48	98.68	96.50	92.18	89.30	97.94	8.03	8.2
		900	922.96	896.13	884.47	850.63	869.06	838.16	876.90	30.99	3.5
24	丙溴磷	10.0	10.89	8.44	8.72	8.90	8.93	8.56	9.07	0.91	10.0
		100	110.57	103.00	102.16	99.65	95.33	92.15	100.48	6.45	6.4
		900	907.38	936.57	915.60	877.82	898.00	865.26	900.11	25.84	2.9
25	苯线磷	10.0	9.53	7.33	7.72	7.82	7.94	7.75	8.02	0.77	9.6
		100	97.19	90.38	90.30	87.13	85.29	82.74	88.84	5.04	5.7
		900	797.33	822.47	808.68	768.08	803.21	777.18	796.16	20.24	2.5
26	三唑磷	10.0	46.17	44.92	46	44.53	45.27	43.86	44.29	2.25	5.1
		100	152.19	141.67	149.76	143.75	135.86	131.35	142.43	7.97	5.6
		900	999.44	919.68	992.09	947.03	899.08	879	939.39	49.20	5.2
27	蝇毒磷	10.0	10.99	8.11	8.64	9.01	8.68	8.56	9.00	1.02	11.3
		100	111.69	99.64	101.22	100.04	93.48	92.15	99.70	6.96	7.0
		900	916.73	906.50	907.29	880.84	880.05	865.26	892.78	20.17	2.3
28	敌百虫	10.0	5.45	4.01	4.17	4.68	4.20	4.37	4.48	0.53	11.8
		100	55.38	52.52	50.37	53.26	45.37	47.77	50.78	3.71	7.3
		900	541.75	583.78	545.77	570.12	525.55	550.53	552.92	20.87	3.8

表 A. 1-26 精密度测试数据 (地表水)

验证单位: 淄博市环境监测站 测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 8

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.63	0.52	0.50	0.39	0.47	0.44	0.49	0.08	16.4
		10.0	6.61	5.13	5.23	5.07	4.44	5.60	5.35	0.72	13.5
		90.0	69.79	62.49	59.50	54.60	65.52	53.24	60.86	6.37	10.5
2	速灭磷	1.00	0.96	0.72	0.76	0.64	0.66	0.58	0.72	0.13	18.7
		10.0	6.95	6.45	5.56	6.39	5.76	6.83	6.32	0.56	8.8
		90.0	62.83	54.83	62.67	68.19	58.26	65.39	62.03	4.82	7.8
3	内吸磷	1.00	0.60	0.43	0.61	0.42	0.45	0.41	0.49	0.09	18.8
		10.0	6.44	5.79	5.18	4.52	6.14	5.27	5.56	0.70	12.6
		90.0	67.53	58.87	68.74	49.34	62.12	60.02	61.10	7.00	11.5
4	灭线磷	1.00	0.95	0.77	1.11	0.75	0.90	0.76	0.87	0.14	16.4
		10.0	12.05	9.86	11.45	8.89	10.46	9.06	10.30	1.27	12.4
		90.0	111.73	99.74	110.63	94.42	105.37	86.94	101.47	9.68	9.5
5	治螟磷	1.00	0.94	0.77	0.91	0.67	0.99	0.75	0.84	0.13	15.0
		10.0	13.43	10.82	12.64	9.09	11.45	9.93	11.23	1.63	14.5
		90.0	125.31	109.81	121.73	96.20	115.95	95.73	110.79	12.63	11.4
6	甲拌磷	1.00	0.94	0.62	0.76	0.72	0.79	0.62	0.74	0.12	16.1
		10.0	12.31	9.99	11.69	8.87	10.37	9.04	10.38	1.39	13.4
		90.0	113.85	100.78	112.75	94.42	104.35	86.94	102.18	10.46	10.2
7	特丁硫磷	1.00	0.92	0.69	0.87	0.86	0.88	0.72	0.82	0.09	11.4
		10.0	12.37	9.55	11.07	8.43	10.28	9.20	10.15	1.42	13.9
		90.0	114.45	96.43	106.63	89.66	103.91	88.33	99.90	10.24	10.2
8	二嗪磷	1.00	1.02	0.84	0.99	1.15	1.14	0.94	1.01	0.12	11.8
		10.0	10.31	10.91	11.64	9.67	9.82	9.32	10.28	0.87	8.4
		90.0	113.92	110.85	111.43	102.86	109.54	99.83	108.07	5.49	5.1
9	地虫硫磷	1.00	1.02	0.70	0.85	0.72	0.85	0.74	0.81	0.12	14.9
		10.0	11.52	9.27	10.76	8.21	9.88	8.57	9.70	1.28	13.2
		90.0	106.53	93.67	103.65	87.46	99.75	82.15	95.53	9.51	10.0
10	异稻瘟净	1.00	1.03	0.75	0.96	0.90	1.04	0.92	0.93	0.11	11.4
		10.0	10.89	10.35	12.10	9.96	11.05	9.64	10.67	0.88	8.3
		90.0	109.09	104.67	105.77	95.35	111.55	92.93	103.23	7.49	7.3
11	乐果	1.00	1.09	0.74	0.96	0.96	1.01	0.89	0.94	0.12	12.8
		10.0	10.27	9.86	11.53	9.87	10.52	9.09	10.19	0.81	8.0
		90.0	113.85	99.74	110.63	94.42	106.49	97.24	103.73	7.78	7.5
12	氯唑磷	1.00	1.15	0.76	0.98	0.94	1.01	0.87	0.95	0.13	14.0
		10.0	12.19	9.82	11.53	8.73	10.53	9.14	10.32	1.36	13.1
		90.0	112.79	99.74	110.63	92.57	106.49	87.84	101.68	10.05	9.9
13	甲基毒死蜱	1.00	1.12	0.92	1.02	1.01	1.08	0.83	1.00	0.11	10.7
		10.0	11.19	9.12	10.57	9.03	9.72	9.46	9.85	0.86	8.7
		90.0	103.58	92.30	101.63	85.60	98.17	91.05	95.39	6.90	7.2
14	磷胺	1.00	1.12	0.92	1.12	0.92	0.91	1.07	1.01	0.11	10.5
		10.0	11.56	11.23	10.87	9.60	9.88	9.33	10.41	0.93	8.9
		90.0	106.92	92.29	104.58	91.64	99.80	100.04	99.21	6.24	6.3
15	甲基对硫磷	1.00	1.04	0.83	0.83	0.72	0.88	0.85	0.86	0.10	12.2
		10.0	10.86	9.36	11.17	8.89	10.00	8.46	9.79	1.08	11.1
		90.0	110.09	105.00	107.23	93.99	100.94	91.24	101.41	7.49	7.4
16	毒死蜱	1.00	1.15	0.89	1.16	0.98	1.20	1.02	1.07	0.12	11.4
		10.0	11.63	10.10	10.94	9.37	10.87	9.11	10.34	0.98	9.5

		90.0	106.76	101.78	104.43	88.98	109.67	97.94	101.59	7.38	7.3
17	杀螟硫磷	1.00	1.28	0.92	1.26	0.79	1.07	1.05	1.06	0.19	17.9
		10.0	12.00	9.50	11.32	8.06	10.19	8.60	9.94	1.53	15.4
		90.0	111.17	96.12	108.96	85.83	102.89	82.62	97.93	11.88	12.1
18	马拉硫磷	1.00	1.23	0.90	1.17	0.81	1.06	1.02	1.03	0.16	15.5
		10.0	10.80	10.25	12.14	9.74	11.04	9.28	10.54	1.02	9.7
		90.0	109.08	103.74	106.74	93.45	111.74	98.83	103.93	6.80	6.5
19	对硫磷	1.00	1.21	0.82	1.09	0.95	1.16	0.91	1.02	0.15	15.1
		10.0	10.85	9.44	11.26	9.02	10.16	9.56	10.05	0.87	8.7
		90.0	109.97	95.30	108.10	95.40	102.65	92.12	100.59	7.42	7.4
20	溴硫磷	1.00	1.14	0.87	1.14	0.91	1.12	0.99	1.03	0.12	11.9
		10.0	11.27	9.99	10.88	9.82	9.69	10.18	10.30	0.63	6.1
		90.0	104.37	101.06	104.68	93.36	97.72	98.47	99.94	4.33	4.3
21	甲基异柳磷	1.00	1.13	0.88	1.15	0.95	1.02	1.03	1.03	0.10	10.1
		10.0	10.63	9.69	10.91	9.34	10.88	10.09	10.26	0.65	6.4
		90.0	106.76	97.84	104.43	98.88	109.67	97.16	102.46	5.23	5.1
22	水胺硫磷	1.00	1.09	0.92	1.08	0.92	1.10	0.98	1.01	0.09	8.6
		10.0	10.86	10.20	11.00	9.78	10.94	9.26	10.34	0.72	6.9
		90.0	109.08	102.70	105.52	93.45	100.39	98.83	101.66	5.44	5.4
23	稻丰散	1.00	1.15	0.84	0.94	0.79	1.04	0.99	0.96	0.13	13.9
		10.0	10.64	9.83	11.56	9.32	10.71	9.90	10.32	0.80	7.7
		90.0	107.85	99.81	110.67	97.95	98.32	95.48	101.68	6.10	6.0
24	丙溴磷	1.00	1.40	1.04	1.02	0.92	1.18	1.08	1.11	0.17	15.0
		10.0	11.49	10.29	10.89	9.57	11.05	9.16	10.41	0.90	8.7
		90.0	105.67	103.74	104.43	91.64	101.43	97.94	100.81	5.26	5.2
25	苯线磷	1.00	1.11	0.92	0.99	0.74	1.04	0.90	0.95	0.13	13.8
		10.0	11.02	10.10	10.55	8.50	9.88	9.25	9.88	0.90	9.1
		90.0	101.94	101.75	101.40	89.81	99.80	89.25	97.33	6.09	6.3
26	三唑磷	1.00	0.97	0.78	1.04	0.82	1.05	0.95	0.93	0.11	12.1
		10.0	10.32	9.20	8.51	8.54	8.93	7.58	8.85	0.91	10.3
		90.0	105.22	92.98	91.75	80.42	90.15	82.64	90.53	8.81	9.7
27	蝇毒磷	1.00	0.95	0.78	1.10	0.74	0.98	0.91	0.91	0.13	14.8
		10.0	10.56	9.93	11.81	9.61	10.85	9.16	10.32	0.96	9.3
		90.0	106.76	100.73	113.95	91.64	109.67	97.94	103.45	8.21	7.9
28	敌百虫	1.00	0.57	0.46	0.46	0.33	0.43	0.39	0.44	0.08	18.1
		10.0	5.73	4.28	5.43	4.18	4.65	3.67	4.66	0.79	16.9
		90.0	51.56	43.43	51.38	35.07	47.07	44.57	45.51	6.13	13.5

表 A. 1-27 精密度测试数据（地下水）

验证单位：淄博市环境监测站 测试日期：2017. 8. 1~2018. 8. 8

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.64	0.54	0.52	0.39	0.47	0.45	0.50	0.09	16.9
		10.0	6.74	5.34	5.39	5.12	4.48	5.77	5.47	0.75	13.7
		90.0	71.19	64.99	61.29	55.15	66.18	54.84	62.27	6.47	10.4
2	速灭磷	1.00	0.98	0.75	0.78	0.65	0.67	0.60	0.74	0.14	18.6
		10.0	7.09	6.71	5.73	6.45	5.82	7.03	6.47	0.59	9.1
		90.0	64.09	57.02	64.55	68.87	58.84	67.35	63.45	4.66	7.4
3	内吸磷	1.00	0.61	0.45	0.63	0.42	0.45	0.42	0.50	0.10	19.2
		10.0	6.57	6.02	5.34	4.57	6.20	5.43	5.69	0.72	12.7

		90.0	68.88	61.22	70.80	49.83	62.74	61.82	62.55	7.38	11.8
4	灭线磷	1.00	0.97	0.80	1.14	0.76	0.91	0.78	0.89	0.15	16.4
		10.0	12.29	10.25	11.79	8.98	10.56	9.33	10.54	1.31	12.5
		90.0	113.96	103.73	113.95	95.36	106.42	89.55	103.83	9.87	9.5
5	治螟磷	1.00	0.96	0.80	0.94	0.68	1.00	0.77	0.86	0.13	14.8
		10.0	13.70	11.25	13.02	9.18	11.56	10.23	11.49	1.69	14.7
		90.0	127.82	114.20	125.38	97.16	117.11	98.60	113.38	13.03	11.5
6	甲拌磷	1.00	0.96	0.64	0.78	0.73	0.80	0.64	0.76	0.12	15.7
		10.0	12.56	10.39	12.04	8.96	10.47	9.31	10.62	1.44	13.5
		90.0	116.13	104.81	116.13	95.36	105.39	89.55	104.56	10.76	10.3
7	特丁硫磷	1.00	0.94	0.72	0.90	0.87	0.89	0.74	0.84	0.09	10.7
		10.0	12.62	9.93	11.40	8.51	10.38	9.48	10.39	1.45	14.0
		90.0	116.74	100.29	109.83	90.56	104.95	90.98	102.22	10.41	10.2
8	二嗪磷	1.00	1.04	0.87	1.02	1.16	1.15	0.97	1.04	0.11	10.6
		10.0	10.52	11.35	11.99	9.77	9.92	9.60	10.52	0.96	9.1
		90.0	116.20	115.28	114.77	103.89	110.64	102.82	110.60	5.94	5.4
9	地虫硫磷	1.00	1.04	0.73	0.88	0.73	0.86	0.76	0.83	0.12	14.5
		10.0	11.75	9.64	11.08	8.29	9.98	8.83	9.93	1.31	13.2
		90.0	108.66	97.42	106.76	88.33	100.75	84.61	97.76	9.70	9.9
10	异稻瘟净	1.00	1.05	0.78	0.99	0.91	1.05	0.95	0.95	0.10	10.7
		10.0	11.11	10.76	12.46	10.06	11.16	9.93	10.91	0.92	8.4
		90.0	111.27	108.86	108.94	96.30	112.67	95.72	105.63	7.59	7.2
11	乐果	1.00	1.11	0.77	0.99	0.97	1.02	0.92	0.96	0.11	11.9
		10.0	10.48	10.25	11.88	9.97	10.63	9.36	10.43	0.84	8.0
		90.0	116.13	103.73	113.95	95.36	107.55	100.16	106.15	8.01	7.5
12	氯唑磷	1.00	1.17	0.79	1.01	0.95	1.02	0.90	0.97	0.13	13.3
		10.0	12.43	10.21	11.88	8.82	10.64	9.41	10.56	1.39	13.2
		90.0	115.05	103.73	113.95	93.50	107.55	90.48	104.04	10.27	9.9
13	甲基毒死蜱	1.00	1.14	0.96	1.05	1.02	1.09	0.85	1.02	0.10	10.0
		10.0	11.41	9.48	10.89	9.12	9.82	9.74	10.08	0.88	8.7
		90.0	105.65	95.99	104.68	86.46	99.15	93.78	97.62	7.19	7.4
14	磷胺	1.00	1.14	0.96	1.15	0.93	0.92	1.10	1.03	0.11	10.7
		10.0	11.79	11.68	11.20	9.70	9.98	9.61	10.66	1.01	9.5
		90.0	109.06	95.98	107.72	92.56	100.80	103.04	101.53	6.47	6.4
15	甲基对硫磷	1.00	1.06	0.86	0.85	0.73	0.89	0.88	0.88	0.11	12.2
		10.0	11.08	9.73	11.51	8.98	10.10	8.71	10.02	1.11	11.1
		90.0	112.29	109.20	110.45	94.93	101.95	93.98	103.80	8.05	7.8
16	毒死蜱	1.00	1.17	0.93	1.19	0.99	1.21	1.05	1.09	0.12	11.0
		10.0	11.86	10.50	11.27	9.46	10.98	9.38	10.58	1.00	9.4
		90.0	108.90	105.85	107.56	89.87	110.77	100.88	103.97	7.68	7.4
17	杀螟硫磷	1.00	1.31	0.96	1.30	0.80	1.08	1.08	1.09	0.20	18.1
		10.0	12.24	9.88	11.66	8.14	10.29	8.86	10.18	1.58	15.5
		90.0	113.39	99.96	112.23	86.69	103.92	85.10	100.22	12.19	12.2
18	马拉硫磷	1.00	1.25	0.94	1.21	0.82	1.07	1.05	1.06	0.16	15.4
		10.0	11.02	10.66	12.50	9.84	11.15	9.56	10.79	1.05	9.8
		90.0	111.26	107.89	109.94	94.38	112.86	101.79	106.36	7.01	6.6
19	对硫磷	1.00	1.23	0.85	1.12	0.96	1.17	0.94	1.05	0.15	14.4
		10.0	11.07	9.82	11.60	9.11	10.26	9.85	10.28	0.91	8.8
		90.0	112.17	99.11	111.34	96.35	103.68	94.88	102.92	7.47	7.3

20	溴硫磷	1.00	1.16	0.90	1.17	0.92	1.13	1.02	1.05	0.12	11.6
		10.0	11.50	10.39	11.21	9.92	9.79	10.49	10.55	0.68	6.5
		90.0	106.46	105.10	107.82	94.29	98.70	101.42	102.30	5.17	5.1
21	甲基异柳磷	1.00	1.15	0.92	1.18	0.96	1.03	1.06	1.05	0.11	10.0
		10.0	10.84	10.08	11.24	9.43	10.99	10.39	10.50	0.67	6.4
		90.0	108.90	101.75	107.56	99.87	110.77	100.07	104.82	4.82	4.6
22	水胺硫磷	1.00	1.11	0.96	1.11	0.93	1.11	1.01	1.04	0.08	8.1
		10.0	11.08	10.61	11.33	9.88	11.05	9.54	10.58	0.72	6.8
		90.0	111.26	106.81	108.69	94.38	101.39	101.79	104.05	6.11	5.9
23	稻丰散	1.00	1.17	0.87	0.97	0.80	1.05	1.02	0.98	0.13	13.6
		10.0	10.85	10.22	11.91	9.41	10.82	10.20	10.57	0.84	7.9
		90.0	110.01	103.80	113.99	98.93	99.30	98.34	104.06	6.57	6.3
24	丙溴磷	1.00	1.43	1.08	1.05	0.93	1.19	1.11	1.13	0.17	14.9
		10.0	11.72	10.70	11.22	9.67	11.16	9.43	10.65	0.91	8.6
		90.0	107.78	107.89	107.56	92.56	102.44	100.88	103.19	6.02	5.8
25	苯线磷	1.00	1.13	0.96	1.02	0.75	1.05	0.93	0.97	0.13	13.6
		10.0	11.24	10.50	10.87	8.59	9.98	9.53	10.12	0.97	9.6
		90.0	103.98	105.82	104.44	90.71	100.80	91.93	99.61	6.64	6.7
26	三唑磷	1.00	0.99	0.81	1.07	0.83	1.06	0.98	0.96	0.11	11.7
		10.0	10.53	9.57	8.77	8.63	9.02	7.81	9.05	0.92	10.2
		90.0	107.32	96.70	94.50	81.22	91.05	85.12	92.65	9.22	10.0
27	蝇毒磷	1.00	0.97	0.81	1.13	0.75	0.99	0.94	0.93	0.14	14.7
		10.0	10.77	10.33	12.16	9.71	10.96	9.43	10.56	0.98	9.3
		90.0	108.90	104.76	117.37	92.56	110.77	100.88	105.87	8.59	8.1
28	敌百虫	1.00	0.58	0.48	0.47	0.33	0.43	0.40	0.45	0.08	18.5
		10.0	5.84	4.45	5.59	4.22	4.70	3.78	4.76	0.80	16.8
		90.0	52.59	45.17	52.92	35.42	47.54	45.91	46.59	6.39	13.7

表 A. 1-28 精密度测试数据（生活污水）

验证单位：淄博市环境监测站 测试日期：2017.8.1~2018.8.8

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.50	4.09	4.32	4.69	4.34	4.50	4.57	0.50	10.8
		100	55.84	50.30	50.61	52.08	46.74	48.42	50.67	3.14	6.2
		900	458.36	457.65	453.65	458.58	440.03	454.70	453.83	7.06	1.6
2	速灭磷	10.0	6.64	4.98	5.34	5.59	5.34	5.45	5.56	0.57	10.2
		100	67.18	61.74	62.18	62.15	56.86	58.68	61.47	3.54	5.8
		900	552.32	561.33	556.43	548.20	535.81	550.33	550.73	8.68	1.6
3	内吸磷	10.0	5.50	4.18	4.40	4.55	4.39	4.50	4.58	0.47	10.1
		100	55.95	51.03	51.31	50.68	46.82	48.20	50.66	3.14	6.2
		900	459.40	463.93	459.87	446.53	441.02	452.66	453.90	8.81	1.9
4	灭线磷	10.0	10.37	7.83	8.30	8.70	8.19	8.51	8.65	0.89	10.3
		100	105.95	96.03	96.88	97.49	87.85	91.03	95.87	6.21	6.5
		900	868.98	873.40	867.85	858.45	828.16	854.48	858.55	16.47	1.9
5	治螟磷	10.0	11.21	8.42	8.90	9.46	8.86	9.16	9.34	0.98	10.5
		100	113.90	103.62	103.95	105.76	95.25	97.93	103.40	6.52	6.3
		900	934.37	941.48	932.20	931.82	897.00	919.58	926.08	15.90	1.7
6	甲拌磷	10.0	10.25	7.75	8.21	8.70	8.19	8.43	8.59	0.87	10.2
		100	104.94	95.44	96.23	97.18	87.60	90.23	95.27	6.04	6.3
		900	861.70	867.12	862.66	856.36	825.17	847.35	853.39	15.40	1.8

7	特丁硫磷	10.0	9.74	7.39	7.96	8.50	7.78	8.04	8.24	0.82	10.0
		100	99.60	90.58	93.03	94.89	83.42	85.97	91.25	5.93	6.5
		900	817.06	823.14	833.58	835.39	786.24	806.67	817.01	18.46	2.3
8	二嗪磷	10.0	11.00	8.00	8.81	8.99	8.78	8.99	9.09	1.00	11.0
		100	112.20	98.17	102.33	100.68	93.73	95.85	100.49	6.53	6.5
		900	921.92	892.26	916.63	887.81	883.04	900.25	900.32	15.83	1.8
9	地虫硫磷	10.0	11.21	8.42	8.81	9.46	8.78	9.06	9.29	1.00	10.8
		100	114.40	103.14	103.28	106.25	94.41	97.76	103.21	6.95	6.7
		900	939.56	938.34	924.94	936.01	889.03	917.55	924.24	19.27	2.1
10	异稻瘟净	10.0	11.00	8.09	8.47	8.99	8.60	8.69	8.97	1.03	11.5
		100	112.49	99.43	98.67	100.48	92.18	93.86	99.52	7.15	7.2
		900	922.96	904.82	884.46	885.71	869.06	880.93	891.32	19.31	2.2
11	乐果	10.0	10.89	8.53	8.71	9.26	8.93	8.99	9.22	0.86	9.3
		100	110.57	104.01	102.16	103.76	95.33	96.84	102.11	5.51	5.4
		900	907.38	945.66	915.60	914.02	898.00	909.40	915.01	16.25	1.8
12	氯唑磷	10.0	9.53	7.39	7.71	8.14	7.94	8.15	8.14	0.73	9.0
		100	97.19	91.25	90.31	90.72	85.29	86.97	90.29	4.11	4.6
		900	797.33	830.46	808.67	799.76	803.21	816.83	809.38	12.46	1.5
13	甲基毒死蜱	10.0	10.17	9.01	10.00	8.88	9.27	8.27	9.27	0.72	7.7
		100	116.19	106.70	113.75	112.19	99.86	100.22	108.15	7.02	6.5
		900	963.44	892.26	956.09	948.59	863.08	886.02	918.24	42.79	4.7
14	磷胺	10.0	9.75	7.40	7.88	8.66	7.70	7.68	8.18	0.88	10.8
		100	99.95	91.44	92.03	97.06	82.82	82.63	90.99	7.14	7.9
		900	820.69	830.77	824.56	854.44	780.04	775.47	814.33	30.69	3.8
15	甲基对硫磷	10.0	10.07	7.68	8.14	7.95	7.79	7.85	8.24	0.91	11.0
		100	103.01	93.65	94.46	89.07	83.65	84.08	91.32	7.33	8.0
		900	846.14	851.52	847.16	785.03	788.77	789.85	818.08	33.17	4.1
16	毒死蜱	10.0	10.78	8.27	8.71	8.46	8.50	8.47	8.87	0.95	10.7
		100	109.74	101.09	101.65	94.55	90.93	90.83	98.13	7.40	7.5
		900	901.14	918.94	910.91	832.94	856.59	853.11	878.94	35.77	4.1
17	杀螟硫磷	10.0	10.17	7.75	8.22	8.12	7.96	8.01	8.37	0.90	10.7
		100	103.91	95.12	95.95	90.92	85.31	85.78	92.83	7.04	7.6
		900	852.25	865.00	859.49	800.68	804.27	805.18	831.15	30.72	3.7
18	马拉硫磷	10.0	11.00	8.34	8.81	8.84	8.59	8.63	9.03	0.98	10.8
		100	111.70	102.63	102.95	98.65	92.52	92.30	100.12	7.34	7.3
		900	916.41	932.42	923.24	869.12	871.14	866.53	896.48	30.64	3.4
19	对硫磷	10.0	10.07	7.68	8.14	8.12	7.96	7.94	8.32	0.87	10.5
		100	102.92	94.54	95.31	90.64	85.06	85.03	92.25	6.85	7.4
		900	845.13	858.79	854.35	798.72	801.36	798.47	826.14	29.51	3.6
20	溴硫磷	10.0	9.55	7.33	7.88	7.95	7.53	7.58	7.97	0.81	10.1
		100	97.68	89.72	92.14	88.51	81.01	81.01	88.34	6.50	7.4
		900	801.34	815.22	825.58	779.16	763.57	760.12	790.83	27.33	3.5
21	甲基异柳磷	10.0	10.78	7.91	8.71	8.39	8.50	8.47	8.80	1.01	11.5
		100	110.03	97.23	101.35	93.91	91.01	90.32	97.31	7.46	7.7
		900	904.19	883.68	907.83	828.05	857.56	848.32	871.60	32.11	3.7
22	水胺硫磷	10.0	11.00	8.34	8.71	8.84	8.50	8.54	8.99	1.00	11.1
		100	112.20	102.16	102.28	99.09	91.68	92.11	99.92	7.63	7.6
		900	921.50	929.32	916.05	873.02	863.38	864.60	894.65	30.76	3.4
		10.0	10.78	8.02	8.38	8.39	8.35	8.20	8.69	1.04	11.9

23	稻丰散	100	110.32	98.48	97.73	93.72	89.54	88.44	96.37	7.97	8.3
		900	905.21	896.12	875.94	826.10	844.00	830.11	862.91	34.21	4.0
24	丙溴磷	10.0	10.67	8.44	8.63	8.66	8.66	8.47	8.92	0.86	9.7
		100	108.44	103.00	101.17	96.78	92.60	91.27	98.87	6.56	6.6
		900	889.94	936.57	906.80	852.48	872.09	856.93	885.80	32.15	3.6
25	苯线磷	10.0	9.34	7.33	7.63	7.60	7.70	7.68	7.88	0.73	9.2
		100	95.32	90.37	89.43	84.61	82.82	81.95	87.42	5.18	5.9
		900	781.99	822.48	800.90	745.94	780.04	769.71	783.51	26.22	3.3
26	三唑磷	10.0	9.98	8.92	9.91	8.28	9.01	7.80	8.98	0.87	9.6
		100	113.96	105.67	112.65	104.64	96.97	94.44	104.72	7.94	7.6
		900	944.91	883.68	946.89	884.75	838.19	834.89	888.88	49.06	5.5
27	蝇毒磷	10.0	10.78	8.11	8.55	8.74	8.42	8.47	8.84	0.97	11.0
		100	109.52	99.63	100.25	97.14	90.78	91.27	98.10	6.91	7.0
		900	899.10	906.48	898.57	855.41	854.66	856.93	878.53	25.21	2.9
28	敌百虫	10.0	5.57	4.09	4.32	4.39	4.23	4.23	4.47	0.55	12.2
		100	56.44	53.20	52.09	49.87	45.68	46.20	50.58	4.17	8.3
		900	446.12	474.17	455.58	427.75	424.55	426.94	442.52	19.84	4.5

表 A. 1-29 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 淄博市环境监测站

测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 8

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准 偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	三唑磷	37.7	37.2	42.1	34.0	37.5	37.3	37.6	2.59	6.9

表 A. 1-30 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 淄博市环境监测站

测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 8

序号	化合物名称	浓度值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.56	4.25	4.36	4.88	4.38	4.59	4.67	0.49	10.4
		100	56.40	52.31	51.12	54.16	47.21	49.39	51.76	3.30	6.4
		900	462.94	475.96	458.19	476.92	444.43	463.79	463.71	12.06	2.6
2	速灭磷	10.0	6.71	5.18	5.39	5.81	5.39	5.56	5.67	0.55	9.7
		100	67.85	64.21	62.80	64.64	57.43	59.85	62.80	3.70	5.9
		900	557.84	583.78	561.99	570.13	541.17	561.34	562.71	14.07	2.5
3	内吸磷	10.0	5.56	4.35	4.44	4.73	4.43	4.59	4.68	0.45	9.6
		100	56.51	53.07	51.82	52.71	47.29	49.16	51.76	3.22	6.2
		900	463.99	482.49	464.47	464.39	445.43	461.71	463.75	11.76	2.5
4	灭线磷	10.0	10.89	8.50	8.90	9.18	8.69	8.71	9.15	0.89	9.7
		100	111.66	103.84	104.04	101.99	92.86	92.96	101.23	7.25	7.2
		900	917.05	943.84	932.38	898.79	874.72	872.29	906.51	29.72	3.3
5	治螟磷	10.0	12.16	9.30	9.86	9.37	9.52	9.53	9.96	1.10	11.0
		100	124.60	113.95	114.80	104.31	101.81	101.93	110.23	9.12	8.3
		900	1022.9	1035.5	1028.6	919.12	959.38	956.02	986.93	48.39	4.9
6	甲拌磷	10.0	11.21	8.60	9.07	9.10	8.59	8.62	9.20	1.01	11.0
		100	114.13	105.12	106.09	101.80	92.16	92.78	102.01	8.43	8.3
		900	937.19	955.70	950.55	896.76	868.69	871.29	913.36	39.46	4.3
7	特丁硫磷	10.0	11.21	8.15	8.62	8.64	8.50	8.82	8.99	1.11	12.3
		100	114.73	100.41	100.57	96.96	91.31	94.47	99.74	8.15	8.2

		900	941.42	913.63	901.36	854.05	860.62	887.23	893.05	32.98	3.7
8	二嗪磷	10.0	12.16	9.39	9.86	9.92	8.95	8.89	9.86	1.21	12.2
		100	123.98	114.96	115.02	111.08	96.20	95.61	109.48	11.33	10.4
		900	1017.6	1045.2	1030.7	978.09	905.97	897.20	979.15	64.16	6.6
9	地虫硫磷	10.0	10.46	7.97	8.37	8.43	8.17	8.17	8.59	0.93	10.8
		100	106.72	97.52	97.76	94.47	87.70	87.80	95.33	7.16	7.5
		900	875.76	886.67	875.71	831.67	826.36	823.43	853.27	29.00	3.4
10	异稻瘟净	10.0	11.73	8.87	9.42	9.18	9.19	9.26	9.61	1.05	11.0
		100	119.78	108.85	109.87	102.87	98.09	98.91	106.39	8.18	7.7
		900	983.77	990.22	984.77	905.91	925.12	928.10	952.98	37.30	3.9
11	乐果	10.0	11.21	8.50	8.98	9.10	8.69	8.71	9.20	1.01	11.0
		100	114.13	103.84	104.53	101.80	93.37	93.23	101.82	7.85	7.7
		900	937.19	943.84	936.64	896.76	880.77	875.26	911.74	31.02	3.4
12	氯唑磷	10.0	11.11	8.43	8.98	8.99	8.77	8.71	9.17	0.97	10.6
		100	112.89	103.44	104.53	100.26	93.46	93.65	101.37	7.36	7.3
		900	926.59	940.61	936.64	882.53	880.77	879.26	907.73	29.82	3.3
13	甲基毒死蜱	10.0	10.14	7.80	8.20	8.25	8.10	8.08	8.43	0.85	10.1
		100	103.64	96.00	95.91	92.34	86.41	86.37	93.45	6.60	7.1
		900	851.39	872.63	859.66	814.39	814.26	811.48	837.30	27.09	3.2
14	磷胺	10.0	10.14	7.72	8.20	8.99	8.02	7.98	8.51	0.91	10.7
		100	103.95	95.10	95.72	100.94	86.14	85.93	94.63	7.43	7.8
		900	853.54	864.01	857.53	888.63	811.24	806.47	846.90	31.93	3.8
15	甲基对硫磷	10.0	10.46	7.97	8.46	8.25	8.10	8.17	8.57	0.94	11.0
		100	107.13	97.41	98.24	92.63	86.99	87.43	94.97	7.62	8.0
		900	879.99	885.59	881.05	816.42	820.31	821.44	850.80	34.50	4.1
16	毒死蜱	10.0	11.21	8.60	9.07	8.82	8.87	8.82	9.23	0.98	10.6
		100	114.13	105.12	105.71	98.32	94.58	94.47	102.06	7.69	7.5
		900	937.19	955.70	947.34	866.26	890.86	887.23	914.10	37.20	4.1
17	杀螟硫磷	10.0	10.58	8.07	8.55	8.43	8.27	8.34	8.71	0.93	10.7
		100	108.07	98.91	99.79	94.57	88.73	89.22	96.55	7.32	7.6
		900	886.35	899.61	893.89	832.69	836.44	837.38	864.39	31.96	3.7
18	马拉硫磷	10.0	11.43	8.67	9.17	9.18	8.95	8.98	9.40	1.01	10.8
		100	116.18	106.72	107.07	102.59	96.20	95.99	104.12	7.64	7.3
		900	953.06	969.72	960.17	903.87	905.97	901.19	932.33	31.87	3.4
19	对硫磷	10.0	10.46	7.97	8.46	8.43	8.27	8.26	8.64	0.91	10.5
		100	107.04	98.31	99.12	94.26	88.48	88.42	95.94	7.13	7.4
		900	878.93	893.13	888.54	830.66	833.42	830.41	859.18	30.69	3.6
20	溴硫磷	10.0	9.95	7.62	8.20	8.25	7.86	7.89	8.29	0.84	10.1
		100	101.59	93.30	95.82	92.05	84.25	84.24	91.88	6.76	7.4
		900	833.40	847.83	858.59	810.33	794.10	790.53	822.46	28.42	3.5
21	甲基异柳磷	10.0	11.21	8.23	9.07	8.72	8.87	8.82	9.15	1.05	11.4
		100	114.44	101.11	105.40	97.66	94.67	93.95	101.20	7.76	7.7
		900	940.36	919.03	944.13	861.17	891.87	882.25	906.47	33.40	3.7
22	水胺硫磷	10.0	11.43	8.67	9.07	9.18	8.87	8.89	9.35	1.03	11.1
		100	116.69	106.24	106.38	103.06	95.35	95.80	103.92	7.93	7.6
		900	958.35	966.49	952.69	907.93	897.92	899.20	930.43	31.98	3.4
23	稻丰散	10.0	11.21	8.33	8.71	8.72	8.69	8.51	9.03	1.08	12.0
		100	114.73	102.42	101.64	97.47	93.10	91.98	100.22	8.29	8.3
		900	941.42	931.98	911.00	859.14	877.75	863.30	897.43	35.58	4.0

24	丙溴磷	10.0	11.11	8.78	8.98	8.99	9.02	8.82	9.28	0.90	9.7
		100	112.78	107.12	105.22	100.65	96.28	94.91	102.83	6.83	6.6
		900	925.53	974.03	943.07	886.60	906.98	891.22	921.24	33.43	3.6
25	苯线磷	10.0	9.72	7.62	7.95	7.90	8.02	7.98	8.20	0.76	9.3
		100	99.13	94.00	93.01	88.00	86.14	85.22	90.92	5.39	5.9
		900	813.28	855.37	832.94	775.76	811.24	800.50	814.85	27.27	3.3
26	三唑磷	10.0	47.37	43.28	48.3	42.62	43.36	44.1	44.84	2.39	5.3
		100	154.51	145.9	153.17	144.83	136.86	134.21	144.91	8.25	5.7
		900	1018.7	955.03	1020.7	956.14	907.71	904.29	960.44	51.02	5.3
27	蝇毒磷	10.0	11.21	8.43	8.90	9.10	8.77	8.82	9.20	1.01	10.9
		100	113.92	103.63	104.26	101.04	94.41	94.91	102.03	7.19	7.0
		900	935.06	942.76	934.51	889.65	888.85	891.22	913.68	26.21	2.9
28	敌百虫	10.0	5.63	4.25	4.36	4.57	4.27	4.31	4.57	0.53	11.6
		100	57.00	55.33	52.61	51.86	46.14	47.12	51.68	4.34	8.4
		900	450.58	493.14	460.14	444.86	428.80	435.48	452.16	22.90	5.1

表 A. 1-31 精密度测试数据 (地表水)

验证单位: 辽阳市环境监测站 测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.57	0.48	0.47	0.40	0.45	0.44	0.47	0.06	11.9
		10.0	6.80	5.51	6.71	5.12	6.10	5.70	5.99	0.67	11.2
		90.0	62.18	56.00	64.16	55.17	61.78	54.21	58.92	4.27	7.2
2	速灭磷	1.00	0.75	0.54	0.61	0.54	0.53	0.48	0.57	0.10	16.9
		10.0	7.12	5.77	7.02	5.44	6.37	5.91	6.27	0.69	11.0
		90.0	65.12	58.51	67.13	58.68	64.47	56.11	61.67	4.46	7.2
3	内吸磷	1.00	0.54	0.38	0.57	0.43	0.43	0.41	0.46	0.07	15.9
		10.0	6.54	6.15	6.56	4.58	6.75	6.42	6.16	0.80	13.0
		90.0	69.38	62.22	72.80	60.05	68.15	61.14	65.63	5.19	7.9
4	灭线磷	1.00	0.90	0.73	1.05	0.76	0.87	0.75	0.84	0.12	14.4
		10.0	11.47	9.39	10.80	8.98	10.16	8.89	9.95	1.04	10.5
		90.0	106.35	94.95	104.28	95.40	102.28	85.26	98.09	7.82	8.0
5	治螟磷	1.00	0.89	0.73	0.85	0.67	0.96	0.74	0.81	0.11	13.6
		10.0	12.79	10.30	11.91	9.18	11.12	9.74	10.84	1.36	12.6
		90.0	119.27	104.54	114.74	97.19	112.55	93.88	107.03	10.16	9.5
6	甲拌磷	1.00	0.89	0.59	0.72	0.72	0.76	0.61	0.72	0.11	14.9
		10.0	11.72	9.51	11.02	8.96	10.07	8.87	10.03	1.15	11.5
		90.0	108.37	95.94	106.28	95.40	101.29	85.26	98.76	8.45	8.6
7	特丁硫磷	1.00	0.87	0.65	0.82	0.87	0.85	0.71	0.80	0.09	11.7
		10.0	11.78	9.09	10.44	8.52	9.98	9.02	9.81	1.19	12.2
		90.0	108.94	91.80	100.50	90.58	100.86	86.63	96.55	8.30	8.6
8	二嗪磷	1.00	0.97	0.90	0.93	1.06	1.11	0.92	0.98	0.09	8.8
		10.0	12.73	10.39	11.94	9.77	10.51	9.14	10.75	1.35	12.6
		90.0	118.15	105.53	114.74	103.92	106.33	87.80	106.08	10.58	10.0
9	地虫硫磷	1.00	0.97	0.66	0.81	0.72	0.82	0.73	0.79	0.11	14.1
		10.0	10.96	8.82	10.15	8.30	9.59	8.40	9.37	1.05	11.3
		90.0	101.40	89.18	97.70	88.36	96.82	80.57	92.34	7.69	8.3
10	异稻瘟净	1.00	0.98	0.71	0.90	0.91	1.01	0.90	0.90	0.10	11.5
		10.0	12.31	9.85	11.41	9.04	10.73	9.45	10.47	1.25	11.9

		90.0	113.54	99.64	109.41	96.34	108.28	91.13	103.06	8.68	8.4
11	乐果	1.00	1.04	0.70	0.90	0.97	0.98	0.87	0.91	0.12	12.9
		10.0	11.72	9.39	10.86	8.95	10.22	8.92	10.01	1.13	11.3
		90.0	108.37	94.95	104.28	95.40	103.37	85.26	98.61	8.39	8.5
12	氯唑磷	1.00	1.10	0.72	0.92	0.95	0.98	0.85	0.92	0.13	13.8
		10.0	11.60	9.35	10.86	8.82	10.23	8.96	9.97	1.12	11.2
		90.0	107.36	94.95	104.28	93.52	103.37	86.14	98.27	8.07	8.2
13	甲基毒死蜱	1.00	1.07	0.87	0.96	1.02	1.05	1.02	1.00	0.07	7.2
		10.0	10.65	8.68	9.96	8.12	9.43	8.27	9.19	1.00	10.9
		90.0	98.59	87.87	95.80	86.48	95.29	79.29	90.55	7.28	8.0
14	磷胺	1.00	0.91	0.90	0.97	1.07	1.02	1.13	1.00	0.09	9.1
		10.0	9.79	8.29	9.56	8.97	9.22	8.40	9.04	0.61	6.7
		90.0	93.26	83.01	91.13	90.75	91.30	82.19	88.61	4.74	5.3
15	甲基对硫磷	1.00	0.84	0.81	0.72	0.74	0.81	0.91	0.81	0.07	8.5
		10.0	10.09	8.50	9.82	8.23	9.33	8.53	9.09	0.77	8.5
		90.0	96.02	84.99	93.46	83.28	92.35	83.62	88.95	5.62	6.3
16	毒死蜱	1.00	0.94	0.88	1.01	1.03	1.11	1.07	1.01	0.09	8.5
		10.0	10.74	9.17	10.56	8.73	10.14	9.21	9.76	0.83	8.5
		90.0	102.27	91.55	100.26	88.12	100.34	90.55	95.51	6.11	6.4
17	杀螟硫磷	1.00	1.02	0.90	1.09	0.83	0.98	1.11	0.99	0.11	10.9
		10.0	10.17	8.64	9.96	8.40	9.52	8.70	9.23	0.75	8.1
		90.0	96.96	86.45	94.96	85.00	94.14	85.25	90.46	5.46	6.0
18	马拉硫磷	1.00	1.00	0.89	1.02	0.85	0.97	1.08	0.97	0.08	8.7
		10.0	10.93	9.31	10.69	9.11	10.30	9.38	9.95	0.78	7.9
		90.0	104.29	93.31	102.27	92.56	102.22	91.47	97.69	5.82	6.0
19	对硫磷	1.00	0.99	0.80	0.94	1.00	1.07	0.96	0.96	0.09	9.5
		10.0	10.08	8.57	9.90	8.37	9.49	8.62	9.17	0.74	8.1
		90.0	95.90	85.72	94.20	84.69	93.92	84.54	89.83	5.37	6.0
20	溴硫磷	1.00	0.93	0.85	0.99	0.96	1.03	1.04	0.97	0.07	7.4
		10.0	9.56	8.13	9.57	8.16	9.04	8.23	8.78	0.69	7.9
		90.0	91.02	81.46	91.24	82.67	89.40	80.56	86.06	5.01	5.8
21	甲基异柳磷	1.00	0.92	0.86	1.00	1.00	0.93	1.09	0.97	0.08	8.4
		10.0	10.79	8.81	10.53	8.69	10.15	9.18	9.69	0.91	9.4
		90.0	102.27	88.01	100.26	88.12	100.34	89.73	94.79	6.82	7.2
22	水胺硫磷	1.00	0.88	0.90	0.93	0.97	1.01	1.03	0.95	0.06	6.5
		10.0	10.99	9.27	10.62	9.15	10.21	9.36	9.93	0.78	7.9
		90.0	104.29	92.37	101.21	92.56	101.28	91.47	97.20	5.67	5.8
23	稻丰散	1.00	0.94	0.82	0.80	0.83	0.95	1.04	0.90	0.09	10.4
		10.0	10.80	8.94	10.16	8.67	9.99	8.98	9.59	0.85	8.8
		90.0	103.23	89.78	96.44	87.21	99.39	88.00	94.01	6.63	7.1
24	丙溴磷	1.00	1.13	1.02	0.88	0.97	1.09	1.14	1.04	0.10	9.9
		10.0	10.61	9.34	10.51	8.94	10.31	9.26	9.83	0.73	7.4
		90.0	101.32	93.31	100.26	90.75	102.22	90.55	96.40	5.46	5.7
25	苯线磷	1.00	0.90	0.90	0.85	0.77	0.95	0.95	0.89	0.07	7.4
		10.0	9.33	8.21	9.28	7.82	9.22	8.32	8.70	0.66	7.6
		90.0	88.90	82.08	88.37	79.14	91.30	81.58	85.23	4.91	5.8
26	三唑磷	1.00	0.77	0.77	0.90	0.86	0.96	1.00	0.88	0.10	10.9
		10.0	9.63	7.40	9.36	7.87	8.33	7.65	8.38	0.92	11.0
		90.0	91.77	74.17	89.22	79.64	82.48	74.75	82.01	7.31	8.9

27	蝇毒磷	1.00	0.87	0.73	1.01	0.76	0.93	0.90	0.87	0.10	12.0
		10.0	11.70	9.37	10.82	8.88	10.32	9.07	10.03	1.11	11.1
		90.0	108.37	94.95	104.28	94.47	104.36	86.92	98.89	8.09	8.2
28	敌百虫	1.00	0.40	0.31	0.32	0.25	0.30	0.29	0.31	0.05	15.4
		10.0	5.80	4.68	5.72	4.33	5.19	4.84	5.09	0.59	11.5
		90.0	52.99	47.49	54.61	46.78	52.57	45.94	50.06	3.74	7.5

表 A. 1-32 精密度测试数据（地下水）

验证单位：辽阳市环境监测站 测试日期：2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.58	0.50	0.48	0.40	0.45	0.45	0.48	0.06	12.4
		10.0	6.94	5.73	6.91	5.17	6.16	5.87	6.13	0.69	11.3
		90.0	63.42	58.24	66.08	55.72	62.40	55.84	60.28	4.31	7.1
2	速灭磷	1.00	0.77	0.56	0.63	0.55	0.54	0.49	0.59	0.10	16.5
		10.0	7.26	6.00	7.23	5.49	6.43	6.09	6.42	0.71	11.0
		90.0	66.42	60.85	69.14	59.27	65.11	57.79	63.10	4.46	7.1
3	内吸磷	1.00	0.55	0.40	0.59	0.43	0.43	0.42	0.47	0.08	16.6
		10.0	6.67	6.40	6.76	4.63	6.82	6.61	6.31	0.84	13.3
		90.0	70.77	64.71	74.98	60.65	68.83	62.97	67.15	5.35	8.0
4	灭线磷	1.00	0.85	0.70	1.00	0.72	0.82	0.71	0.80	0.11	14.4
		10.0	10.90	8.91	10.26	8.53	9.64	8.44	9.45	1.00	10.5
		90.0	101.03	90.20	99.06	90.63	97.17	80.99	93.18	7.43	8.0
5	治螟磷	1.00	0.83	0.70	0.81	0.64	0.92	0.70	0.77	0.10	13.6
		10.0	12.14	9.80	11.32	8.73	10.57	9.26	10.30	1.29	12.5
		90.0	113.31	99.32	109.01	92.34	106.92	89.19	101.68	9.65	9.5
6	甲拌磷	1.00	0.83	0.56	0.69	0.68	0.72	0.58	0.68	0.10	14.6
		10.0	11.14	9.04	10.47	8.51	9.57	8.42	9.53	1.09	11.5
		90.0	102.96	91.14	100.96	90.63	96.23	80.99	93.82	8.03	8.6
7	特丁硫磷	1.00	0.82	0.63	0.78	0.83	0.81	0.68	0.76	0.08	11.1
		10.0	11.20	8.64	9.92	8.10	9.48	8.57	9.32	1.13	12.2
		90.0	103.49	87.20	95.46	86.04	95.82	82.31	91.72	7.88	8.6
8	二嗪磷	1.00	0.93	0.84	0.88	1.01	1.06	0.87	0.93	0.09	9.2
		10.0	12.09	9.87	11.35	9.28	9.99	8.68	10.21	1.28	12.5
		90.0	112.24	100.26	109.01	98.73	101.01	83.42	100.78	10.05	10.0
9	地虫硫磷	1.00	0.93	0.64	0.77	0.68	0.78	0.70	0.75	0.10	13.9
		10.0	10.40	8.38	9.65	7.88	9.12	7.98	8.90	1.00	11.3
		90.0	96.33	84.72	92.81	83.94	91.98	76.54	87.72	7.30	8.3
10	异稻瘟净	1.00	0.94	0.67	0.86	0.87	0.96	0.85	0.86	0.10	11.9
		10.0	11.68	9.35	10.84	8.59	10.20	8.98	9.94	1.18	11.9
		90.0	107.87	94.65	103.93	91.54	102.88	86.59	97.91	8.24	8.4
11	乐果	1.00	0.98	0.66	0.86	0.92	0.93	0.83	0.86	0.11	13.2
		10.0	11.14	8.91	10.32	8.50	9.70	8.47	9.51	1.08	11.3
		90.0	102.96	90.20	99.06	90.63	98.21	80.99	93.67	7.97	8.5
12	氯唑磷	1.00	1.05	0.68	0.87	0.90	0.93	0.81	0.87	0.12	14.0
		10.0	11.01	8.89	10.32	8.37	9.71	8.50	9.47	1.06	11.2
		90.0	101.99	90.20	99.06	88.84	98.21	81.84	93.36	7.66	8.2
13	甲基毒死蜱	1.00	1.02	0.83	0.92	0.97	1.00	0.98	0.95	0.07	7.2
		10.0	10.12	8.25	9.47	7.71	8.97	7.85	8.73	0.96	11.0
		90.0	93.66	83.47	91.02	82.15	90.53	75.33	86.03	6.92	8.0

14	磷胺	1.00	0.98	0.83	0.97	1.00	1.01	1.01	0.97	0.07	7.1
		10.0	10.14	8.18	9.44	8.42	8.94	7.82	8.82	0.86	9.8
		90.0	93.87	82.64	90.92	89.74	90.21	74.96	87.06	6.99	8.0
15	甲基对硫磷	1.00	0.92	0.73	0.73	0.69	0.79	0.81	0.78	0.08	10.6
		10.0	10.46	8.38	9.69	7.74	9.04	7.95	8.88	1.06	11.9
		90.0	96.65	84.61	93.24	82.36	91.25	76.26	87.39	7.64	8.7
16	毒死蜱	1.00	1.02	0.81	1.02	0.96	1.10	0.96	0.98	0.10	10.0
		10.0	11.14	9.04	10.43	8.20	9.82	8.57	9.53	1.13	11.9
		90.0	102.96	91.14	100.02	87.13	99.14	82.58	93.83	8.11	8.6
17	杀螟硫磷	1.00	1.10	0.83	1.10	0.78	0.97	0.99	0.96	0.14	14.0
		10.0	10.54	8.51	9.85	7.89	9.22	8.10	9.02	1.04	11.6
		90.0	97.61	86.05	94.72	84.04	93.02	77.74	88.86	7.52	8.5
18	马拉硫磷	1.00	1.08	0.82	1.03	0.80	0.96	0.97	0.94	0.11	11.9
		10.0	11.32	9.18	10.57	8.57	9.99	8.73	9.73	1.09	11.2
		90.0	104.98	92.89	102.02	91.54	101.01	83.42	95.98	8.12	8.5
19	对硫磷	1.00	1.07	0.73	0.94	0.93	1.06	0.85	0.93	0.13	13.7
		10.0	10.45	8.46	9.78	7.87	9.20	8.02	8.96	1.03	11.5
		90.0	96.54	85.34	93.98	83.75	92.80	77.10	88.25	7.42	8.4
20	溴硫磷	1.00	1.02	0.78	1.00	0.89	1.02	0.93	0.94	0.09	10.1
		10.0	9.91	8.01	9.45	7.67	8.76	7.65	8.57	0.96	11.2
		90.0	91.62	81.10	91.02	81.75	88.34	73.47	84.55	7.06	8.3
21	甲基异柳磷	1.00	1.01	0.79	1.01	0.93	0.92	0.98	0.94	0.08	8.8
		10.0	11.19	8.67	10.40	8.17	9.83	8.54	9.47	1.19	12.6
		90.0	102.96	87.61	100.02	87.13	99.14	81.84	93.12	8.65	9.3
22	水胺硫磷	1.00	0.95	0.83	0.94	0.90	1.00	0.92	0.92	0.06	6.1
		10.0	11.40	9.14	10.48	8.61	9.90	8.71	9.71	1.10	11.3
		90.0	104.98	91.96	100.96	91.54	100.07	83.42	95.49	7.93	8.3
23	稻丰散	1.00	1.02	0.75	0.81	0.78	0.94	0.93	0.87	0.11	12.3
		10.0	11.20	8.81	10.04	8.15	9.67	8.37	9.37	1.16	12.4
		90.0	103.91	89.38	96.21	86.24	98.21	80.26	92.37	8.66	9.4
24	丙溴磷	1.00	1.24	0.93	0.88	0.90	1.08	1.01	1.01	0.14	13.6
		10.0	11.00	9.21	10.38	8.39	9.99	8.61	9.60	1.03	10.7
		90.0	101.99	92.89	100.02	89.74	101.01	82.58	94.70	7.70	8.1
25	苯线磷	1.00	0.97	0.83	0.86	0.72	0.94	0.85	0.86	0.09	10.4
		10.0	9.67	8.09	9.17	7.35	8.94	7.74	8.49	0.90	10.6
		90.0	89.48	81.72	88.16	78.25	90.21	74.40	83.70	6.57	7.8
26	三唑磷	1.00	0.83	0.70	0.90	0.81	0.95	0.89	0.85	0.09	10.3
		10.0	9.97	7.29	9.26	7.39	8.08	7.12	8.18	1.18	14.4
		90.0	92.38	73.84	89.00	78.76	81.49	68.17	80.61	9.10	11.3
27	蝇毒磷	1.00	0.82	0.70	0.95	0.72	0.88	0.85	0.82	0.09	11.5
		10.0	11.11	8.91	10.29	8.43	9.80	8.61	9.52	1.05	11.1
		90.0	102.96	90.20	99.06	89.74	99.14	82.58	93.94	7.68	8.2
28	敌百虫	1.00	0.41	0.32	0.33	0.25	0.30	0.30	0.32	0.05	16.1
		10.0	5.92	4.87	5.89	4.37	5.24	4.99	5.21	0.61	11.6
		90.0	54.05	49.39	56.25	47.25	53.10	47.32	51.22	3.77	7.4

表 A. 1-33 精密度测试数据（生活污水）

验证单位：辽阳市环境监测站 测试日期：2017.8.1~2018.8.10

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			

1	敌敌畏	10.0	5.22	4.45	4.82	6.10	4.85	6.05	5.25	0.69	13.1
		100	63.78	57.27	57.97	58.05	52.41	64.69	59.03	4.55	7.7
		900	607.94	618.28	612.87	603.71	590.03	607.40	606.70	9.60	1.6
2	速灭磷	10.0	6.54	4.70	6.11	5.41	5.08	6.23	5.68	0.73	12.8
		100	66.78	59.98	60.86	61.79	65.07	56.10	61.76	3.80	6.2
		900	529.89	643.46	637.83	635.95	566.14	625.02	606.38	47.02	7.8
3	内吸磷	10.0	5.91	4.96	5.47	5.60	4.82	4.58	5.22	0.51	9.8
		100	61.07	54.55	56.89	53.84	59.83	63.04	58.20	3.70	6.4
		900	565.81	568.53	581.72	650.07	540.79	566.91	578.97	37.28	6.4
4	灭线磷	10.0	10.16	7.56	8.22	8.41	8.19	7.97	8.42	0.90	10.7
		100	104.21	92.31	96.17	93.36	87.52	85.07	93.11	6.77	7.3
		900	855.93	839.07	861.78	822.75	824.51	798.34	833.73	23.52	2.8
5	治螟磷	10.0	11.35	8.27	9.12	8.57	8.99	8.72	9.17	1.11	12.1
		100	116.30	101.31	106.12	95.49	95.96	93.29	101.41	8.66	8.5
		900	954.77	920.57	950.73	841.37	904.31	874.97	907.79	44.08	4.9
6	甲拌磷	10.0	10.47	7.64	8.38	8.32	8.10	7.90	8.47	1.02	12.0
		100	106.52	93.46	98.06	93.19	86.88	84.91	93.84	7.84	8.4
		900	874.72	849.62	878.59	820.89	818.82	797.42	840.01	32.91	3.9
7	特丁硫磷	10.0	10.47	7.25	7.98	7.90	8.03	8.06	8.28	1.11	13.4
		100	107.09	89.27	92.95	88.77	86.06	86.45	91.76	7.90	8.6
		900	878.67	812.22	833.13	781.80	811.22	812.02	821.51	32.44	3.9
8	二嗪磷	10.0	11.35	8.35	9.12	9.08	8.42	8.13	9.08	1.18	13.1
		100	115.72	102.21	106.31	101.69	90.69	87.51	100.69	10.34	10.3
		900	949.83	929.20	952.71	895.35	853.97	821.14	900.37	53.80	6.0
9	地虫硫磷	10.0	9.77	7.10	7.75	7.73	7.71	7.47	7.92	0.94	11.9
		100	99.60	86.68	90.35	86.47	82.66	80.35	87.69	6.79	7.7
		900	817.39	788.24	809.40	761.32	778.92	753.63	784.82	25.44	3.2
10	异稻瘟净	10.0	10.95	7.88	8.71	8.41	8.66	8.47	8.85	1.07	12.1
		100	111.79	96.76	101.55	94.17	92.47	90.52	97.88	7.82	8.0
		900	918.20	880.30	910.21	829.26	872.01	849.42	876.57	34.28	3.9
11	乐果	10.0	10.47	7.56	8.30	8.32	8.19	7.97	8.47	1.02	12.0
		100	106.52	92.31	96.62	93.19	88.01	85.32	93.66	7.45	8.0
		900	874.72	839.07	865.74	820.89	830.22	801.07	838.62	27.69	3.3
12	氯唑磷	10.0	10.36	7.50	8.30	8.24	8.26	7.97	8.44	0.99	11.7
		100	105.37	91.95	96.62	91.78	88.08	85.72	93.25	7.01	7.5
		900	864.84	836.18	865.74	807.86	830.22	804.72	834.93	26.50	3.2
13	甲基毒死蜱	10.0	9.47	6.93	7.57	7.57	7.63	7.40	7.76	0.87	11.3
		100	96.74	85.35	88.65	84.53	81.45	79.06	85.96	6.23	7.2
		900	794.66	775.78	794.58	745.50	767.52	742.67	770.12	22.80	3.0
14	磷胺	10.0	9.47	6.85	7.57	8.24	7.54	7.31	7.83	0.92	11.7
		100	97.02	84.54	88.47	92.40	81.19	78.65	87.05	6.94	8.0
		900	796.63	768.10	792.61	813.44	764.67	738.12	778.93	27.12	3.5
15	甲基对硫磷	10.0	9.77	7.10	7.82	7.57	7.63	7.47	7.89	0.95	12.1
		100	99.99	86.59	90.80	84.80	82.00	80.03	87.37	7.23	8.3
		900	821.34	787.28	814.35	747.37	773.23	751.80	782.56	31.01	4.0
16	毒死蜱	10.0	10.47	7.64	8.38	8.06	8.34	8.06	8.49	1.00	11.8
		100	106.52	93.46	97.71	90.01	89.14	86.45	93.88	7.31	7.8
		900	874.72	849.62	875.62	792.97	839.71	812.02	840.78	33.34	4.0
		10.0	9.87	7.16	7.90	7.73	7.80	7.63	8.02	0.95	11.8

17	杀螟硫磷	100	100.86	87.94	92.24	86.56	83.63	81.65	88.81	6.94	7.8
		900	827.27	799.74	826.20	762.26	788.43	766.40	795.05	28.18	3.5
18	马拉硫磷	10.0	10.67	7.71	8.47	8.41	8.42	8.22	8.65	1.03	11.9
		100	108.43	94.88	98.96	93.91	90.69	87.85	95.79	7.26	7.6
		900	889.54	862.08	887.48	827.41	853.97	824.79	857.54	28.05	3.3
19	对硫磷	10.0	9.77	7.10	7.82	7.73	7.80	7.56	7.96	0.93	11.6
		100	99.90	87.40	91.61	86.29	83.39	80.93	88.25	6.76	7.7
		900	820.36	794.00	821.26	760.39	785.57	760.01	790.26	27.24	3.4
20	溴硫磷	10.0	9.27	6.78	7.57	7.57	7.39	7.22	7.63	0.85	11.2
		100	94.81	82.95	88.57	84.26	79.42	77.11	84.52	6.42	7.6
		900	777.85	753.72	793.59	741.78	748.52	723.51	756.50	25.33	3.3
21	甲基异柳磷	10.0	10.47	7.32	8.38	7.99	8.34	8.06	8.43	1.07	12.7
		100	106.80	89.89	97.43	89.40	89.22	85.97	93.12	7.70	8.3
		900	877.68	817.01	872.66	788.32	840.66	807.46	833.96	36.13	4.3
22	水胺硫磷	10.0	10.67	7.71	8.38	8.41	8.34	8.13	8.61	1.04	12.1
		100	108.91	94.45	98.32	94.34	89.87	87.68	95.60	7.52	7.9
		900	894.49	859.21	880.56	831.13	846.37	822.96	855.79	27.92	3.3
23	稻丰散	10.0	10.47	7.41	8.06	7.99	8.19	7.80	8.32	1.09	13.1
		100	107.09	91.05	93.94	89.22	87.77	84.18	92.21	7.99	8.7
		900	878.67	828.51	842.01	786.46	827.37	790.13	825.52	34.32	4.2
24	丙溴磷	10.0	10.36	7.81	8.30	8.24	8.49	8.06	8.54	0.92	10.8
		100	105.26	95.23	97.25	92.13	90.77	86.87	94.59	6.35	6.7
		900	863.85	865.91	871.67	811.58	854.91	815.66	847.26	26.64	3.1
25	苯线磷	10.0	9.07	6.78	7.34	7.23	7.54	7.31	7.55	0.79	10.4
		100	92.52	83.55	85.97	80.55	81.19	78.00	83.63	5.13	6.1
		900	759.07	760.43	769.87	710.14	764.67	732.64	749.47	23.20	3.1
26	三唑磷	10.0	9.68	8.25	9.52	7.88	8.83	7.42	8.59	0.91	10.5
		100	110.62	97.70	108.29	99.62	95.06	89.89	100.20	7.92	7.9
		900	917.21	817.01	910.21	842.30	821.67	794.68	850.51	51.29	6.0
27	蝇毒磷	10.0	10.47	7.50	8.22	8.32	8.26	8.06	8.47	1.02	12.1
		100	106.31	92.12	96.37	92.48	88.99	86.87	93.86	6.91	7.4
		900	872.74	838.10	863.76	814.37	837.82	815.66	840.41	24.05	2.9
28	敌百虫	10.0	5.35	3.71	4.09	4.33	4.12	4.20	4.30	0.55	12.9
		100	54.29	48.56	49.38	49.24	44.48	45.91	48.64	3.39	7.0
		900	531.08	539.74	535.02	527.11	515.20	529.16	529.55	8.34	1.6

表 A. 1-34 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 辽阳市环境监测站 测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	三唑磷	36.6	34.4	40.5	32.4	36.7	35.5	36.0	2.71	7.5

表 A. 1-35 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 辽阳市环境监测站 测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	浓度值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	相对标准偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.27	4.63	4.87	6.34	4.90	6.17	5.36	0.72	13.5
		100	64.42	59.56	58.55	60.37	52.93	65.98	60.30	4.63	7.7
		900	614.02	643.01	619.00	627.86	595.93	619.55	619.89	15.54	2.5
		10.0	6.61	4.89	6.17	5.63	5.13	6.35	5.80	0.69	12.0

2	速灭磷	100	67.45	62.38	61.47	64.26	65.72	57.22	63.08	3.60	5.7
		900	535.19	669.20	644.21	661.39	571.80	637.52	619.88	53.93	8.7
3	内吸磷	10.0	5.97	5.16	5.52	5.82	4.87	4.67	5.34	0.52	9.8
		100	61.68	56.73	57.46	55.99	60.43	64.30	59.43	3.25	5.5
		900	571.47	591.27	587.54	572.07	546.20	578.25	574.47	16.01	2.8
4	灭线磷	10.0	10.57	7.86	8.55	8.74	8.51	8.29	8.75	0.94	10.7
		100	108.39	96.01	100.01	97.10	91.03	88.48	96.84	7.04	7.3
		900	890.17	872.63	896.26	855.66	857.49	830.27	867.08	24.47	2.8
5	治螟磷	10.0	11.80	8.60	9.48	8.92	9.34	9.07	9.53	1.15	12.1
		100	120.95	105.36	110.36	99.31	99.80	97.02	105.47	9.00	8.5
		900	992.97	957.40	988.76	875.02	940.48	909.97	944.10	45.85	4.9
6	甲拌磷	10.0	10.88	7.95	8.72	8.66	8.42	8.21	8.81	1.06	12.0
		100	110.78	97.19	101.98	96.91	90.35	88.31	97.59	8.15	8.4
		900	909.71	883.60	913.72	853.73	851.57	829.32	873.61	34.22	3.9
7	特丁硫磷	10.0	10.88	7.54	8.29	8.22	8.34	8.39	8.61	1.16	13.4
		100	111.37	92.84	96.67	92.31	89.51	89.92	95.44	8.22	8.6
		900	913.82	844.70	866.45	813.07	843.66	844.50	854.37	33.74	3.9
8	二嗪磷	10.0	11.80	8.68	9.48	9.44	8.77	8.46	9.44	1.23	13.0
		100	120.35	106.29	110.56	105.75	94.31	91.01	104.71	10.75	10.3
		900	987.83	966.37	990.81	931.16	888.12	853.99	936.38	55.95	6.0
9	地虫硫磷	10.0	10.15	7.37	8.05	8.03	8.01	7.77	8.23	0.97	11.8
		100	103.59	90.16	93.97	89.93	85.97	83.57	91.20	7.06	7.7
		900	850.09	819.78	841.78	791.77	810.08	783.77	816.21	26.46	3.2
10	异稻瘟净	10.0	11.39	8.20	9.06	8.74	9.01	8.81	9.20	1.12	12.1
		100	116.27	100.63	105.61	97.93	96.16	94.15	101.79	8.13	8.0
		900	954.93	915.51	946.62	862.44	906.89	883.40	911.63	35.65	3.9
11	乐果	10.0	10.88	7.86	8.63	8.66	8.51	8.29	8.81	1.06	12.0
		100	110.78	96.01	100.49	96.91	91.53	88.74	97.41	7.75	8.0
		900	909.71	872.63	900.36	853.73	863.42	833.11	872.16	28.80	3.3
12	氯唑磷	10.0	10.78	7.80	8.63	8.56	8.59	8.29	8.77	1.03	11.8
		100	109.58	95.63	100.49	95.45	91.61	89.14	96.98	7.29	7.5
		900	899.43	869.64	900.36	840.18	863.42	836.91	868.32	27.56	3.2
13	甲基毒死蜱	10.0	9.84	7.21	7.88	7.86	7.94	7.69	8.07	0.91	11.3
		100	100.60	88.76	92.20	87.91	84.70	82.21	89.40	6.48	7.2
		900	826.44	806.80	826.36	775.32	798.22	772.39	800.92	23.71	3.0
14	磷胺	10.0	9.84	7.13	7.88	8.56	7.86	7.60	8.14	0.95	11.7
		100	100.90	87.92	92.01	96.10	84.45	81.79	90.53	7.22	8.0
		900	828.51	798.83	824.31	845.99	795.26	767.63	810.09	28.21	3.5
15	甲基对硫磷	10.0	10.15	7.37	8.13	7.86	7.94	7.77	8.20	0.99	12.0
		100	103.99	90.06	94.44	88.18	85.28	83.22	90.86	7.52	8.3
		900	854.20	818.78	846.92	777.25	804.15	781.87	813.86	32.25	4.0
16	毒死蜱	10.0	10.88	7.95	8.72	8.39	8.69	8.39	8.84	1.04	11.8
		100	110.78	97.19	101.61	93.61	92.71	89.92	97.64	7.60	7.8
		900	909.71	883.60	910.64	824.69	873.31	844.50	874.41	34.67	4.0
17	杀螟硫磷	10.0	10.27	7.46	8.22	8.03	8.11	7.94	8.34	0.98	11.8
		100	104.90	91.45	95.92	90.03	86.98	84.92	92.37	7.22	7.8
		900	860.37	831.74	859.26	792.74	819.96	797.05	826.85	29.31	3.5
18	马拉硫磷	10.0	11.10	8.02	8.81	8.74	8.77	8.55	9.00	1.07	11.9
		100	112.77	98.67	102.92	97.66	94.31	91.36	99.62	7.55	7.6

		900	925.12	896.56	922.97	860.50	888.12	857.78	891.84	29.17	3.3
19	对硫磷	10.0	10.15	7.37	8.13	8.03	8.11	7.86	8.28	0.96	11.6
		100	103.90	90.89	95.28	89.74	86.73	84.16	91.78	7.04	7.7
		900	853.17	825.75	854.12	790.81	817.00	790.41	821.88	28.33	3.4
20	溴硫磷	10.0	9.65	7.05	7.88	7.86	7.70	7.51	7.94	0.89	11.2
		100	98.61	86.26	92.11	87.63	82.59	80.19	87.90	6.68	7.6
		900	808.97	783.87	825.33	771.45	778.46	752.45	786.76	26.34	3.3
21	甲基异柳磷	10.0	10.88	7.61	8.72	8.30	8.69	8.39	8.77	1.11	12.7
		100	111.09	93.48	101.32	92.97	92.80	89.42	96.85	8.01	8.3
		900	912.79	849.69	907.55	819.85	874.30	839.75	867.32	37.57	4.3
22	水胺硫磷	10.0	11.10	8.02	8.72	8.74	8.69	8.46	8.95	1.08	12.1
		100	113.27	98.22	102.26	98.12	93.48	91.19	99.42	7.82	7.9
		900	930.26	893.58	915.78	864.37	880.23	855.89	890.02	29.03	3.3
23	稻丰散	10.0	10.88	7.70	8.38	8.30	8.51	8.10	8.65	1.13	13.1
		100	111.37	94.69	97.70	92.79	91.27	87.55	95.90	8.31	8.7
		900	913.82	861.66	875.71	817.91	860.46	821.73	858.55	35.69	4.2
24	丙溴磷	10.0	10.78	8.12	8.63	8.56	8.84	8.39	8.89	0.96	10.8
		100	109.48	99.04	101.15	95.82	94.39	90.34	98.37	6.61	6.7
		900	898.40	900.55	906.53	844.06	889.11	848.29	881.16	27.70	3.1
25	苯线磷	10.0	9.44	7.05	7.64	7.52	7.86	7.60	7.85	0.82	10.5
		100	96.23	86.90	89.41	83.78	84.45	81.12	86.98	5.34	6.1
		900	789.44	790.84	800.67	738.54	795.26	761.94	779.45	24.13	3.1
26	三唑磷	10.0	46.07	44.58	45.9	44.2	45.18	43.71	44.94	2.35	5.2
		100	151.04	137.61	148.63	139.61	134.87	129.48	140.21	8.23	5.9
		900	989.9	885.69	982.62	911.99	890.53	862.47	920.53	53.34	5.8
27	蝇毒磷	10.0	10.88	7.80	8.55	8.66	8.59	8.39	8.81	1.06	12.1
		100	110.58	95.81	100.22	96.19	92.55	90.34	97.61	7.19	7.4
		900	907.65	871.63	898.31	846.96	871.34	848.29	874.03	25.01	2.9
28	敌百虫	10.0	5.40	3.86	4.13	4.50	4.16	4.28	4.39	0.54	12.3
		100	54.83	50.50	49.87	51.21	44.92	46.83	49.70	3.47	7.0
		900	536.39	561.33	540.37	548.19	520.35	539.74	541.06	13.52	2.5

表 A. 1-36 精密度测试数据 (地表水)

验证单位: 抚顺市环境监测中心站

测试日期: 2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.56	0.46	0.46	0.40	0.45	0.43	0.46	0.05	11.5
		10.0	6.67	5.30	6.51	5.07	6.04	5.53	5.85	0.66	11.2
		90.0	60.96	53.85	62.29	54.62	61.17	52.63	57.59	4.33	7.5
2	速灭磷	1.00	0.74	0.52	0.59	0.53	0.52	0.47	0.56	0.10	17.3
		10.0	6.98	5.55	6.82	5.39	6.31	5.74	6.13	0.67	10.9
		90.0	63.84	56.26	65.17	58.10	63.83	54.48	60.28	4.56	7.6
3	内吸磷	1.00	0.53	0.37	0.55	0.43	0.43	0.40	0.45	0.07	15.3
		10.0	6.41	5.91	6.37	4.53	6.68	6.23	6.02	0.77	12.8
		90.0	68.02	59.83	70.68	59.46	67.48	59.36	64.14	5.14	8.0
4	灭线磷	1.00	0.84	0.68	1.01	0.75	0.84	0.76	0.81	0.11	13.8
		10.0	10.72	8.69	10.38	8.89	9.86	8.98	9.59	0.85	8.9
		90.0	99.39	87.92	100.27	94.46	99.30	86.12	94.58	6.22	6.6

5	治螟磷	1.00	0.83	0.68	0.82	0.66	0.93	0.75	0.78	0.10	12.9
		10.0	11.95	9.54	11.45	9.09	10.80	9.84	10.45	1.13	10.8
		90.0	111.47	96.80	110.33	96.23	109.27	94.83	103.16	7.94	7.7
6	甲拌磷	1.00	0.83	0.55	0.69	0.71	0.74	0.62	0.69	0.10	13.9
		10.0	10.95	8.81	10.60	8.87	9.78	8.96	9.66	0.94	9.7
		90.0	101.28	88.83	102.19	94.46	98.34	86.12	95.20	6.62	7.0
7	特丁硫磷	1.00	0.81	0.60	0.79	0.86	0.83	0.72	0.77	0.09	12.1
		10.0	11.01	8.42	10.04	8.44	9.69	9.11	9.45	1.01	10.6
		90.0	101.81	85.00	96.63	89.68	97.92	87.51	93.09	6.63	7.1
8	二嗪磷	1.00	0.91	0.83	0.89	1.05	1.08	0.93	0.95	0.10	10.3
		10.0	11.90	9.62	11.48	9.67	10.20	9.23	10.35	1.09	10.5
		90.0	110.42	97.71	110.33	102.89	103.23	88.69	102.21	8.22	8.0
9	地虫硫磷	1.00	0.91	0.61	0.78	0.71	0.80	0.74	0.76	0.10	13.2
		10.0	10.24	8.17	9.76	8.22	9.31	8.48	9.03	0.87	9.6
		90.0	94.77	82.57	93.94	87.49	94.00	81.38	89.02	6.07	6.8
10	异稻瘟净	1.00	0.92	0.66	0.87	0.90	0.98	0.91	0.87	0.11	12.8
		10.0	11.50	9.12	10.97	8.95	10.42	9.55	10.08	1.04	10.3
		90.0	106.11	92.26	105.20	95.39	105.13	92.05	99.36	6.82	6.9
11	乐果	1.00	0.97	0.65	0.87	0.96	0.95	0.88	0.88	0.12	13.7
		10.0	10.95	8.69	10.44	8.86	9.92	9.01	9.65	0.93	9.7
		90.0	101.28	87.92	100.27	94.46	100.36	86.12	95.07	6.71	7.1
12	氯唑磷	1.00	1.03	0.67	0.88	0.94	0.95	0.86	0.89	0.12	14.0
		10.0	10.84	8.66	10.44	8.73	9.93	9.05	9.61	0.93	9.7
		90.0	100.34	87.92	100.27	92.59	100.36	87.01	94.75	6.39	6.7
13	甲基毒死蜱	1.00	1.00	0.81	0.92	1.01	1.02	1.03	0.97	0.09	8.8
		10.0	9.95	8.04	9.58	8.04	9.16	8.35	8.85	0.83	9.3
		90.0	92.14	81.36	92.12	85.62	92.51	80.09	87.31	5.73	6.6
14	磷胺	1.00	0.97	0.80	0.99	1.04	1.03	1.07	0.98	0.10	9.8
		10.0	9.98	7.96	9.56	8.78	9.13	8.31	8.95	0.76	8.5
		90.0	92.35	80.55	92.02	93.53	92.20	79.70	88.39	6.43	7.3
15	甲基对硫磷	1.00	0.90	0.72	0.74	0.72	0.81	0.86	0.79	0.08	10.0
		10.0	10.29	8.17	9.82	8.06	9.24	8.45	9.00	0.92	10.3
		90.0	95.08	82.47	94.37	85.83	93.26	81.08	88.68	6.31	7.1
16	毒死蜱	1.00	1.00	0.78	1.03	1.00	1.12	1.02	0.99	0.11	11.3
		10.0	10.95	8.81	10.56	8.55	10.04	9.11	9.67	0.99	10.2
		90.0	101.28	88.83	101.23	90.82	101.32	87.80	95.21	6.71	7.1
17	杀螟硫磷	1.00	1.09	0.80	1.11	0.81	0.99	1.05	0.98	0.14	14.3
		10.0	10.36	8.29	9.96	8.23	9.42	8.61	9.15	0.90	9.9
		90.0	96.02	83.88	95.88	87.60	95.06	82.67	90.18	6.22	6.9
18	马拉硫磷	1.00	1.07	0.79	1.04	0.83	0.98	1.02	0.95	0.12	12.2
		10.0	11.14	8.94	10.69	8.93	10.20	9.28	9.86	0.95	9.6
		90.0	103.28	90.54	103.26	95.39	103.23	88.69	97.40	6.78	7.0
19	对硫磷	1.00	1.06	0.71	0.96	0.97	1.08	0.91	0.95	0.13	14.0
		10.0	10.28	8.24	9.90	8.20	9.39	8.54	9.09	0.89	9.8
		90.0	94.97	83.17	95.12	87.28	94.84	81.97	89.56	6.19	6.9
20	溴硫磷	1.00	0.99	0.76	1.01	0.93	1.04	0.99	0.95	0.10	10.8
		10.0	9.74	7.81	9.57	8.00	8.95	8.14	8.70	0.84	9.6
		90.0	90.14	79.04	92.12	85.20	90.28	78.12	85.82	6.07	7.1
		1.00	0.98	0.77	1.02	0.97	0.94	1.03	0.95	0.10	10.2

21	甲基异柳磷	10.0	11.00	8.46	10.53	8.52	10.05	9.08	9.61	1.07	11.2
		90.0	101.28	85.40	101.23	90.82	101.32	87.01	94.51	7.62	8.1
22	水胺硫磷	1.00	0.94	0.80	0.95	0.94	1.02	0.98	0.94	0.07	7.9
		10.0	11.20	8.90	10.62	8.97	10.11	9.26	9.84	0.95	9.7
23	稻丰散	90.0	103.28	89.63	102.19	95.39	102.27	88.69	96.91	6.63	6.8
		1.00	1.00	0.73	0.82	0.81	0.96	0.99	0.88	0.11	12.8
24	丙溴磷	10.0	11.01	8.58	10.16	8.50	9.89	8.89	9.50	1.01	10.6
		90.0	102.22	87.11	97.38	89.88	100.36	85.33	93.71	7.19	7.7
25	苯线磷	1.00	1.21	0.91	0.89	0.94	1.10	1.08	1.02	0.13	12.5
		10.0	10.82	8.97	10.51	8.76	10.21	9.16	9.74	0.88	9.0
26	三唑磷	90.0	100.34	90.54	101.23	93.53	103.23	87.80	96.11	6.35	6.6
		1.00	0.96	0.80	0.87	0.75	0.96	0.90	0.87	0.08	9.6
27	蝇毒磷	10.0	9.51	7.89	9.28	7.66	9.13	8.23	8.62	0.79	9.1
		90.0	88.04	79.64	89.23	81.56	92.20	79.10	84.96	5.55	6.5
28	敌百虫	1.00	0.83	0.68	0.91	0.84	0.97	0.95	0.86	0.11	12.2
		10.0	9.82	7.11	9.36	7.71	8.25	7.58	8.30	1.07	12.9
29	敌敌畏	90.0	90.88	71.97	90.08	82.08	83.29	72.48	81.80	8.21	10.0
		1.00	0.81	0.68	0.97	0.75	0.90	0.91	0.84	0.11	12.8
30	速灭磷	10.0	10.93	8.68	10.40	8.79	10.02	9.16	9.67	0.92	9.5
		90.0	101.28	87.92	100.27	93.53	101.32	87.80	95.35	6.49	6.8
31	内吸磷	1.00	0.39	0.30	0.31	0.25	0.30	0.28	0.31	0.05	14.9
		10.0	5.69	4.50	5.55	4.29	5.14	4.70	4.98	0.57	11.5
32	灭线磷	90.0	51.95	45.66	53.02	46.32	52.05	44.60	48.93	3.79	7.7

表 A. 1-37 精密度测试数据 (地表水)

验证单位: 抚顺市环境监测中心站 测试日期: 2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.56	0.46	0.46	0.40	0.45	0.43	0.46	0.05	11.5
		10.0	6.67	5.30	6.51	5.07	6.04	5.53	5.85	0.66	11.2
		90.0	60.96	53.85	62.29	54.62	61.17	52.63	57.59	4.33	7.5
2	速灭磷	1.00	0.74	0.52	0.59	0.53	0.52	0.47	0.56	0.10	17.3
		10.0	6.98	5.55	6.82	5.39	6.31	5.74	6.13	0.67	10.9
		90.0	63.84	56.26	65.17	58.10	63.83	54.48	60.28	4.56	7.6
3	内吸磷	1.00	0.53	0.37	0.55	0.43	0.43	0.40	0.45	0.07	15.3
		10.0	6.41	5.91	6.37	4.53	6.68	6.23	6.02	0.77	12.8
		90.0	68.02	59.83	70.68	59.46	67.48	59.36	64.14	5.14	8.0
4	灭线磷	1.00	0.84	0.68	1.01	0.75	0.84	0.76	0.81	0.11	13.8
		10.0	10.72	8.69	10.38	8.89	9.86	8.98	9.59	0.85	8.9
		90.0	99.39	87.92	100.27	94.46	99.30	86.12	94.58	6.22	6.6
5	治螟磷	1.00	0.83	0.68	0.82	0.66	0.93	0.75	0.78	0.10	12.9
		10.0	11.95	9.54	11.45	9.09	10.80	9.84	10.45	1.13	10.8
		90.0	111.47	96.80	110.33	96.23	109.27	94.83	103.16	7.94	7.7
6	甲拌磷	1.00	0.83	0.55	0.69	0.71	0.74	0.62	0.69	0.10	13.9
		10.0	10.95	8.81	10.60	8.87	9.78	8.96	9.66	0.94	9.7
		90.0	101.28	88.83	102.19	94.46	98.34	86.12	95.20	6.62	7.0
7	特丁硫磷	1.00	0.81	0.60	0.79	0.86	0.83	0.72	0.77	0.09	12.1
		10.0	11.01	8.42	10.04	8.44	9.69	9.11	9.45	1.01	10.6
		90.0	101.81	85.00	96.63	89.68	97.92	87.51	93.09	6.63	7.1

8	二嗪磷	1.00	0.91	0.83	0.89	1.05	1.08	0.93	0.95	0.10	10.3
		10.0	11.90	9.62	11.48	9.67	10.20	9.23	10.35	1.09	10.5
		90.0	110.42	97.71	110.33	102.89	103.23	88.69	102.21	8.22	8.0
9	地虫硫磷	1.00	0.91	0.61	0.78	0.71	0.80	0.74	0.76	0.10	13.2
		10.0	10.24	8.17	9.76	8.22	9.31	8.48	9.03	0.87	9.6
		90.0	94.77	82.57	93.94	87.49	94.00	81.38	89.02	6.07	6.8
10	异稻瘟净	1.00	0.92	0.66	0.87	0.90	0.98	0.91	0.87	0.11	12.8
		10.0	11.50	9.12	10.97	8.95	10.42	9.55	10.08	1.04	10.3
		90.0	106.11	92.26	105.20	95.39	105.13	92.05	99.36	6.82	6.9
11	乐果	1.00	0.97	0.65	0.87	0.96	0.95	0.88	0.88	0.12	13.7
		10.0	10.95	8.69	10.44	8.86	9.92	9.01	9.65	0.93	9.7
		90.0	101.28	87.92	100.27	94.46	100.36	86.12	95.07	6.71	7.1
12	氯唑磷	1.00	1.03	0.67	0.88	0.94	0.95	0.86	0.89	0.12	14.0
		10.0	10.84	8.66	10.44	8.73	9.93	9.05	9.61	0.93	9.7
		90.0	100.34	87.92	100.27	92.59	100.36	87.01	94.75	6.39	6.7
13	甲基毒死蜱	1.00	1.00	0.81	0.92	1.01	1.02	1.03	0.97	0.09	8.8
		10.0	9.95	8.04	9.58	8.04	9.16	8.35	8.85	0.83	9.3
		90.0	92.14	81.36	92.12	85.62	92.51	80.09	87.31	5.73	6.6
14	磷胺	1.00	0.97	0.80	0.99	1.04	1.03	1.07	0.98	0.10	9.8
		10.0	9.98	7.96	9.56	8.78	9.13	8.31	8.95	0.76	8.5
		90.0	92.35	80.55	92.02	93.53	92.20	79.70	88.39	6.43	7.3
15	甲基对硫磷	1.00	0.90	0.72	0.74	0.72	0.81	0.86	0.79	0.08	10.0
		10.0	10.29	8.17	9.82	8.06	9.24	8.45	9.00	0.92	10.3
		90.0	95.08	82.47	94.37	85.83	93.26	81.08	88.68	6.31	7.1
16	毒死蜱	1.00	1.00	0.78	1.03	1.00	1.12	1.02	0.99	0.11	11.3
		10.0	10.95	8.81	10.56	8.55	10.04	9.11	9.67	0.99	10.2
		90.0	101.28	88.83	101.23	90.82	101.32	87.80	95.21	6.71	7.1
17	杀螟硫磷	1.00	1.09	0.80	1.11	0.81	0.99	1.05	0.98	0.14	14.3
		10.0	10.36	8.29	9.96	8.23	9.42	8.61	9.15	0.90	9.9
		90.0	96.02	83.88	95.88	87.60	95.06	82.67	90.18	6.22	6.9
18	马拉硫磷	1.00	1.07	0.79	1.04	0.83	0.98	1.02	0.95	0.12	12.2
		10.0	11.14	8.94	10.69	8.93	10.20	9.28	9.86	0.95	9.6
		90.0	103.28	90.54	103.26	95.39	103.23	88.69	97.40	6.78	7.0
19	对硫磷	1.00	1.06	0.71	0.96	0.97	1.08	0.91	0.95	0.13	14.0
		10.0	10.28	8.24	9.90	8.20	9.39	8.54	9.09	0.89	9.8
		90.0	94.97	83.17	95.12	87.28	94.84	81.97	89.56	6.19	6.9
20	溴硫磷	1.00	0.99	0.76	1.01	0.93	1.04	0.99	0.95	0.10	10.8
		10.0	9.74	7.81	9.57	8.00	8.95	8.14	8.70	0.84	9.6
		90.0	90.14	79.04	92.12	85.20	90.28	78.12	85.82	6.07	7.1
21	甲基异柳磷	1.00	0.98	0.77	1.02	0.97	0.94	1.03	0.95	0.10	10.2
		10.0	11.00	8.46	10.53	8.52	10.05	9.08	9.61	1.07	11.2
		90.0	101.28	85.40	101.23	90.82	101.32	87.01	94.51	7.62	8.1
22	水胺硫磷	1.00	0.94	0.80	0.95	0.94	1.02	0.98	0.94	0.07	7.9
		10.0	11.20	8.90	10.62	8.97	10.11	9.26	9.84	0.95	9.7
		90.0	103.28	89.63	102.19	95.39	102.27	88.69	96.91	6.63	6.8
23	稻丰散	1.00	1.00	0.73	0.82	0.81	0.96	0.99	0.88	0.11	12.8
		10.0	11.01	8.58	10.16	8.50	9.89	8.89	9.50	1.01	10.6
		90.0	102.22	87.11	97.38	89.88	100.36	85.33	93.71	7.19	7.7
		1.00	1.21	0.91	0.89	0.94	1.10	1.08	1.02	0.13	12.5

24	丙溴磷	10.0	10.82	8.97	10.51	8.76	10.21	9.16	9.74	0.88	9.0
		90.0	100.34	90.54	101.23	93.53	103.23	87.80	96.11	6.35	6.6
25	苯线磷	1.00	0.96	0.80	0.87	0.75	0.96	0.90	0.87	0.08	9.6
		10.0	9.51	7.89	9.28	7.66	9.13	8.23	8.62	0.79	9.1
		90.0	88.04	79.64	89.23	81.56	92.20	79.10	84.96	5.55	6.5
26	三唑磷	1.00	0.83	0.68	0.91	0.84	0.97	0.95	0.86	0.11	12.2
		10.0	9.82	7.11	9.36	7.71	8.25	7.58	8.30	1.07	12.9
		90.0	90.88	71.97	90.08	82.08	83.29	72.48	81.80	8.21	10.0
27	蝇毒磷	1.00	0.81	0.68	0.97	0.75	0.90	0.91	0.84	0.11	12.8
		10.0	10.93	8.68	10.40	8.79	10.02	9.16	9.67	0.92	9.5
		90.0	101.28	87.92	100.27	93.53	101.32	87.80	95.35	6.49	6.8
28	敌百虫	1.00	0.39	0.30	0.31	0.25	0.30	0.28	0.31	0.05	14.9
		10.0	5.69	4.50	5.55	4.29	5.14	4.70	4.98	0.57	11.5
		90.0	51.95	45.66	53.02	46.32	52.05	44.60	48.93	3.79	7.7

表 A. 1-38 精密度测试数据 (地下水)

验证单位: 抚顺市环境监测中心站

测试日期: 2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.57	0.48	0.47	0.40	0.45	0.44	0.47	0.06	11.9
		10.0	6.80	5.51	6.71	5.12	6.10	5.70	5.99	0.67	11.2
		90.0	62.18	56.00	64.16	55.17	61.78	54.21	58.92	4.27	7.2
2	速灭磷	1.00	0.75	0.54	0.61	0.54	0.53	0.48	0.57	0.10	16.9
		10.0	7.12	5.77	7.02	5.44	6.37	5.91	6.27	0.69	11.0
		90.0	65.12	58.51	67.13	58.68	64.47	56.11	61.67	4.46	7.2
3	内吸磷	1.00	0.54	0.38	0.57	0.43	0.43	0.41	0.46	0.07	15.9
		10.0	6.54	6.15	6.56	4.58	6.75	6.42	6.16	0.80	13.0
		90.0	69.38	62.22	72.80	60.05	68.15	61.14	65.63	5.19	7.9
4	灭线磷	1.00	0.79	0.65	0.96	0.71	0.80	0.72	0.77	0.11	13.7
		10.0	10.19	8.25	9.87	8.45	9.36	8.53	9.11	0.81	8.9
		90.0	94.42	83.52	95.25	89.73	94.34	81.81	89.84	5.92	6.6
5	治螟磷	1.00	0.78	0.65	0.78	0.63	0.89	0.71	0.74	0.10	13.0
		10.0	11.35	9.07	10.88	8.64	10.26	9.35	9.92	1.07	10.8
		90.0	105.90	91.96	104.82	91.43	103.81	90.09	98.00	7.55	7.7
6	甲拌磷	1.00	0.78	0.52	0.66	0.67	0.70	0.59	0.66	0.09	13.6
		10.0	10.41	8.37	10.07	8.43	9.29	8.51	9.18	0.89	9.7
		90.0	96.22	84.39	97.08	89.73	93.43	81.81	90.44	6.29	7.0
7	特丁硫磷	1.00	0.77	0.58	0.75	0.82	0.79	0.69	0.73	0.09	12.1
		10.0	10.47	8.00	9.54	8.02	9.20	8.66	8.98	0.96	10.6
		90.0	96.72	80.74	91.79	85.19	93.03	83.14	88.43	6.30	7.1
8	二嗪磷	1.00	0.87	0.78	0.85	1.00	1.03	0.88	0.90	0.09	10.4
		10.0	11.30	9.14	10.91	9.19	9.70	8.77	9.83	1.03	10.5
		90.0	104.90	92.83	104.82	97.75	98.07	84.26	97.10	7.81	8.0
9	地虫硫磷	1.00	0.87	0.59	0.74	0.67	0.76	0.71	0.72	0.09	13.1
		10.0	9.72	7.76	9.28	7.80	8.85	8.06	8.58	0.83	9.6
		90.0	90.03	78.44	89.24	83.11	89.30	77.31	84.57	5.77	6.8
10	异稻瘟净	1.00	0.88	0.62	0.83	0.86	0.93	0.86	0.83	0.11	12.9
		10.0	10.92	8.66	10.42	8.50	9.90	9.07	9.58	0.99	10.3

		90.0	100.81	87.64	99.93	90.63	99.88	87.46	94.39	6.48	6.9
11	乐果	1.00	0.92	0.61	0.83	0.91	0.90	0.84	0.84	0.12	13.9
		10.0	10.41	8.25	9.92	8.42	9.42	8.56	9.16	0.89	9.7
		90.0	96.22	83.52	95.25	89.73	95.35	81.81	90.31	6.38	7.1
12	氯唑磷	1.00	0.98	0.63	0.84	0.89	0.90	0.82	0.84	0.12	14.0
		10.0	10.29	8.23	9.92	8.29	9.43	8.59	9.13	0.88	9.6
		90.0	95.32	83.52	95.25	87.96	95.35	82.67	90.01	6.07	6.7
13	甲基毒死蜱	1.00	0.95	0.77	0.88	0.96	0.97	0.99	0.92	0.08	8.7
		10.0	9.46	7.64	9.11	7.63	8.71	7.93	8.41	0.79	9.4
		90.0	87.53	77.29	87.52	81.34	87.89	76.09	82.94	5.44	6.6
14	磷胺	1.00	0.92	0.77	0.93	0.99	0.98	1.02	0.93	0.09	9.6
		10.0	9.48	7.57	9.08	8.34	8.68	7.90	8.51	0.72	8.5
		90.0	87.73	76.52	87.42	88.85	87.58	75.72	83.97	6.11	7.3
15	甲基对硫磷	1.00	0.86	0.68	0.70	0.68	0.77	0.82	0.75	0.07	9.9
		10.0	9.78	7.76	9.32	7.66	8.78	8.03	8.55	0.88	10.2
		90.0	90.33	78.34	89.65	81.54	88.59	77.03	84.25	5.99	7.1
16	毒死蜱	1.00	0.95	0.75	0.98	0.95	1.07	0.97	0.94	0.11	11.3
		10.0	10.41	8.37	10.03	8.12	9.53	8.66	9.19	0.94	10.2
		90.0	96.22	84.39	96.17	86.27	96.25	83.41	90.45	6.38	7.1
17	杀螟硫磷	1.00	1.03	0.77	1.06	0.77	0.94	1.00	0.93	0.13	14.1
		10.0	9.85	7.88	9.47	7.81	8.95	8.18	8.69	0.86	9.9
		90.0	91.22	79.68	91.08	83.21	90.31	78.53	85.67	5.91	6.9
18	马拉硫磷	1.00	1.01	0.76	0.99	0.79	0.93	0.98	0.91	0.11	12.0
		10.0	10.58	8.50	10.16	8.49	9.70	8.82	9.37	0.90	9.6
		90.0	98.11	86.01	98.10	90.63	98.07	84.26	92.53	6.44	7.0
19	对硫磷	1.00	1.00	0.68	0.90	0.92	1.03	0.86	0.90	0.13	14.0
		10.0	9.77	7.83	9.40	7.79	8.93	8.10	8.64	0.85	9.8
		90.0	90.22	79.02	90.37	82.92	90.10	77.88	85.08	5.88	6.9
20	溴硫磷	1.00	0.95	0.72	0.96	0.88	0.99	0.94	0.91	0.10	10.7
		10.0	9.26	7.42	9.09	7.59	8.50	7.73	8.27	0.80	9.7
		90.0	85.63	75.09	87.52	80.94	85.77	74.21	81.53	5.76	7.1
21	甲基异柳磷	1.00	0.94	0.73	0.97	0.92	0.89	0.99	0.90	0.09	10.3
		10.0	10.46	8.03	10.00	8.09	9.54	8.63	9.13	1.02	11.2
		90.0	96.22	81.12	96.17	86.27	96.25	82.67	89.78	7.24	8.1
22	水胺硫磷	1.00	0.89	0.77	0.90	0.89	0.97	0.93	0.89	0.07	7.7
		10.0	10.65	8.46	10.08	8.52	9.61	8.80	9.35	0.90	9.7
		90.0	98.11	85.15	97.08	90.63	97.16	84.26	92.07	6.30	6.8
23	稻丰散	1.00	0.95	0.69	0.78	0.77	0.91	0.94	0.84	0.11	12.6
		10.0	10.47	8.16	9.65	8.07	9.39	8.45	9.03	0.96	10.6
		90.0	97.11	82.76	92.51	85.39	95.35	81.07	89.03	6.83	7.7
24	丙溴磷	1.00	1.16	0.86	0.85	0.89	1.05	1.02	0.97	0.12	12.6
		10.0	10.28	8.53	9.98	8.31	9.70	8.70	9.25	0.84	9.0
		90.0	95.32	86.01	96.17	88.85	98.07	83.41	91.31	6.03	6.6
25	苯线磷	1.00	0.91	0.77	0.83	0.71	0.91	0.86	0.83	0.08	9.5
		10.0	9.04	7.49	8.82	7.28	8.68	7.82	8.19	0.75	9.2
		90.0	83.63	75.67	84.77	77.48	87.58	75.15	80.71	5.27	6.5
26	三唑磷	1.00	0.78	0.65	0.87	0.80	0.92	0.90	0.82	0.10	12.2
		10.0	9.32	6.75	8.90	7.32	7.84	7.19	7.89	1.02	12.9
		90.0	86.34	68.37	85.58	77.98	79.12	68.86	77.71	7.80	10.0

27	蝇毒磷	1.00	0.77	0.65	0.91	0.71	0.85	0.86	0.79	0.10	12.8
		10.0	10.38	8.25	9.89	8.35	9.51	8.70	9.18	0.88	9.6
		90.0	96.22	83.52	95.25	88.85	96.25	83.41	90.58	6.17	6.8
28	敌百虫	1.00	0.40	0.31	0.32	0.25	0.30	0.29	0.31	0.05	15.4
		10.0	5.80	4.68	5.72	4.33	5.19	4.84	5.09	0.59	11.5
		90.0	52.99	47.49	54.61	46.78	52.57	45.94	50.06	3.74	7.5

表 A. 1-39 精密度测试数据 (生活污水)

验证单位: 抚顺市环境监测中心站 测试日期: 2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.17	4.28	4.77	5.87	4.80	5.93	5.14	0.66	12.8
		100	63.15	55.07	57.40	55.82	51.89	63.42	57.79	4.62	8.0
		900	601.92	594.50	606.80	580.49	584.19	595.49	593.90	10.08	1.7
2	速灭磷	10.0	6.48	4.52	6.05	5.20	5.03	6.11	5.56	0.76	13.6
		100	66.12	57.67	60.26	59.41	64.43	55.00	60.48	4.16	6.9
		900	524.64	618.71	631.51	611.49	560.53	612.76	593.27	41.48	7.0
3	内吸磷	10.0	5.85	4.77	5.42	5.38	4.77	4.49	5.11	0.52	10.1
		100	60.47	52.45	56.33	51.77	59.24	61.80	57.01	4.21	7.4
		900	560.21	546.66	575.96	625.07	535.44	555.79	566.52	31.73	5.6
4	灭线磷	10.0	9.96	7.34	7.98	8.67	8.11	8.13	8.37	0.89	10.6
		100	102.17	89.62	93.37	96.25	86.65	86.81	92.48	6.05	6.5
		900	839.15	814.63	836.68	848.20	816.35	814.63	828.27	14.84	1.8
5	治螟磷	10.0	11.13	8.03	8.85	8.84	8.90	8.90	9.11	1.05	11.5
		100	114.02	98.36	103.03	98.44	95.01	95.19	100.68	7.16	7.1
		900	936.05	893.76	923.04	867.39	895.36	892.83	901.40	24.47	2.7
6	甲拌磷	10.0	10.26	7.42	8.14	8.58	8.02	8.06	8.41	0.98	11.6
		100	104.43	90.74	95.20	96.07	86.02	86.64	93.18	6.91	7.4
		900	857.57	824.87	853.00	846.28	810.71	813.69	834.35	20.51	2.5
7	特丁硫磷	10.0	10.26	7.04	7.75	8.14	7.95	8.22	8.23	1.08	13.1
		100	104.99	86.67	90.24	91.52	85.21	88.21	91.14	7.16	7.9
		900	861.44	788.56	808.86	805.98	803.19	828.59	816.10	25.66	3.1
8	二嗪磷	10.0	11.13	8.11	8.85	9.36	8.34	8.30	9.02	1.13	12.6
		100	113.45	99.23	103.21	104.83	89.79	89.30	99.97	9.32	9.3
		900	931.21	902.14	924.96	923.04	845.51	837.90	894.13	41.84	4.7
9	地虫硫磷	10.0	9.58	6.89	7.52	7.97	7.63	7.62	7.87	0.91	11.6
		100	97.65	84.16	87.72	89.14	81.84	81.99	87.09	5.97	6.9
		900	801.36	765.28	785.83	784.87	771.21	769.01	779.59	13.62	1.7
10	异稻瘟净	10.0	10.74	7.65	8.46	8.67	8.57	8.64	8.79	1.03	11.7
		100	109.60	93.94	98.59	97.08	91.55	92.37	97.19	6.66	6.8
		900	900.20	854.66	883.70	854.91	863.38	866.76	870.60	17.97	2.1
11	乐果	10.0	10.26	7.34	8.06	8.58	8.11	8.13	8.42	0.99	11.7
		100	104.43	89.62	93.81	96.07	87.14	87.06	93.02	6.66	7.2
		900	857.57	814.63	840.52	846.28	822.00	817.42	833.07	17.54	2.1
12	氯唑磷	10.0	10.16	7.28	8.06	8.49	8.18	8.13	8.38	0.96	11.5
		100	103.30	89.27	93.81	94.62	87.21	87.47	92.61	6.11	6.6
		900	847.88	811.83	840.52	832.85	822.00	821.14	829.37	13.48	1.6
13	甲基毒死蜱	10.0	9.28	6.73	7.35	7.80	7.55	7.55	7.71	0.85	11.0
		100	94.84	82.86	86.07	87.14	80.64	80.67	85.37	5.37	6.3
		900	779.08	753.18	771.44	768.56	759.92	757.83	765.00	9.69	1.3

14	磷胺	10.0	9.28	6.65	7.35	8.49	7.47	7.46	7.78	0.94	12.1
		100	95.12	82.08	85.89	95.26	80.39	80.26	86.50	7.03	8.1
		900	781.01	745.73	769.52	838.60	757.10	753.18	774.19	33.94	4.4
15	甲基对硫磷	10.0	9.58	6.89	7.59	7.80	7.55	7.62	7.84	0.91	11.6
		100	98.03	84.07	88.16	87.42	81.19	81.66	86.76	6.22	7.2
		900	805.24	764.35	790.63	770.48	765.57	767.14	777.23	16.81	2.2
16	毒死蜱	10.0	10.26	7.42	8.14	8.31	8.26	8.22	8.44	0.95	11.3
		100	104.43	90.74	94.86	92.79	88.26	88.21	93.21	6.07	6.5
		900	857.57	824.87	850.12	817.49	831.40	828.59	835.01	15.50	1.9
17	杀螟硫磷	10.0	9.68	6.95	7.67	7.97	7.72	7.79	7.96	0.91	11.4
		100	98.88	85.38	89.55	89.24	82.80	83.32	88.20	5.96	6.8
		900	811.05	776.45	802.14	785.83	780.62	782.04	789.69	13.73	1.7
18	马拉硫磷	10.0	10.46	7.49	8.22	8.67	8.34	8.39	8.59	0.99	11.6
		100	106.30	92.12	96.08	96.81	89.79	89.64	95.12	6.27	6.6
		900	872.10	836.97	861.63	853.00	845.51	841.62	851.80	13.22	1.6
19	对硫磷	10.0	9.58	6.89	7.59	7.97	7.72	7.71	7.91	0.89	11.3
		100	97.94	84.85	88.94	88.96	82.56	82.58	87.64	5.81	6.6
		900	804.27	770.87	797.34	783.91	777.79	775.52	784.95	13.16	1.7
20	溴硫磷	10.0	9.09	6.58	7.35	7.80	7.32	7.37	7.59	0.84	11.0
		100	92.95	80.53	85.99	86.87	78.63	78.68	83.94	5.68	6.8
		900	762.60	731.77	770.48	764.72	741.11	738.28	751.49	16.31	2.2
21	甲基异柳磷	10.0	10.26	7.11	8.14	8.24	8.26	8.22	8.37	1.03	12.3
		100	104.71	87.27	94.59	92.16	88.34	87.72	92.47	6.65	7.2
		900	860.47	793.21	847.24	812.70	832.34	823.94	828.32	24.10	2.9
22	水胺硫磷	10.0	10.46	7.49	8.14	8.67	8.26	8.30	8.55	1.01	11.8
		100	106.77	91.70	95.46	97.26	88.98	89.47	94.94	6.66	7.0
		900	876.95	834.18	854.91	856.83	837.99	839.76	850.10	16.10	1.9
23	稻丰散	10.0	10.26	7.19	7.83	8.24	8.11	7.96	8.26	1.04	12.6
		100	104.99	88.40	91.20	91.98	86.90	85.90	91.56	6.99	7.6
		900	861.44	804.38	817.49	810.78	819.18	806.25	819.92	21.18	2.6
24	丙溴磷	10.0	10.16	7.58	8.06	8.49	8.41	8.22	8.49	0.88	10.4
		100	103.20	92.46	94.42	94.98	89.87	88.64	93.93	5.18	5.5
		900	846.91	840.69	846.28	836.68	846.45	832.31	841.55	6.08	0.7
25	苯线磷	10.0	8.89	6.58	7.13	7.45	7.47	7.46	7.50	0.77	10.2
		100	90.71	81.12	83.47	83.04	80.39	79.59	83.06	4.04	4.9
		900	744.19	738.28	747.45	732.10	757.10	747.59	744.45	8.60	1.2
26	三唑磷	10.0	9.49	8.01	9.24	8.12	8.74	7.57	8.53	0.75	8.8
		100	108.45	94.85	105.14	102.70	94.12	91.72	99.50	6.83	6.9
		900	899.23	793.21	883.70	868.35	813.53	810.90	844.82	44.31	5.2
27	蝇毒磷	10.0	10.26	7.28	7.98	8.58	8.18	8.22	8.42	1.00	11.9
		100	104.23	89.44	93.56	95.34	88.11	88.64	93.22	6.12	6.6
		900	855.63	813.69	838.60	839.56	829.52	832.31	834.89	13.79	1.7
28	敌百虫	10.0	5.30	3.57	4.05	4.16	4.08	4.12	4.21	0.58	13.7
		100	53.75	46.69	48.89	47.35	44.04	45.01	47.62	3.46	7.3
		900	525.82	518.98	529.72	506.84	510.10	518.78	518.37	8.79	1.7

表 A. 1-40 精密度测试数据（工业废水）

验证单位：抚顺市环境监测中心站

测试日期：2017. 8. 8~2018. 8. 18

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

测定结果（ $\mu\text{g/L}$ ）

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	1	2	3	4	5	6	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差
1	敌敌畏	10.0	5.27	4.45	4.91	5.93	4.85	6.11	5.25	0.65	12.4
		100	64.41	57.27	59.12	56.38	52.41	65.32	59.15	4.95	8.4
		900	613.96	618.28	625.00	586.29	590.03	613.35	607.82	15.83	2.6
2	速灭磷	10.0	6.61	4.70	6.23	5.25	5.08	6.29	5.69	0.78	13.7
		100	67.44	59.98	62.07	60.00	65.07	56.65	61.87	3.89	6.3
		900	535.13	643.46	650.46	617.60	566.14	631.14	607.32	46.36	7.6
3	内吸磷	10.0	5.97	4.96	5.58	5.43	4.82	4.62	5.23	0.51	9.8
		100	61.68	54.55	58.02	52.29	59.83	63.65	58.34	4.31	7.4
		900	571.41	568.53	593.24	631.32	540.79	572.46	579.63	30.36	5.2
4	灭线磷	10.0	10.36	7.63	8.30	9.01	8.43	8.46	8.70	0.93	10.6
		100	106.26	93.21	97.10	100.10	90.13	90.29	96.18	6.29	6.5
		900	872.72	847.21	870.16	882.12	849.00	847.21	861.40	15.43	1.8
5	治螟磷	10.0	11.57	8.35	9.20	9.20	9.25	9.25	9.47	1.09	11.5
		100	118.58	102.29	107.15	102.38	98.81	99.00	104.70	7.44	7.1
		900	973.50	929.51	959.96	902.08	931.17	928.54	937.46	25.45	2.7
6	甲拌磷	10.0	10.67	7.72	8.47	8.93	8.34	8.38	8.75	1.02	11.6
		100	108.61	94.36	99.01	99.91	89.46	90.11	96.91	7.19	7.4
		900	891.87	857.86	887.11	880.13	843.14	846.24	867.73	21.33	2.5
7	特丁硫磷	10.0	10.67	7.32	8.05	8.47	8.26	8.56	8.56	1.12	13.1
		100	109.19	90.14	93.85	95.17	88.62	91.75	94.79	7.45	7.9
		900	895.90	820.10	841.21	838.22	835.31	861.73	848.75	26.68	3.1
8	二嗪磷	10.0	11.57	8.43	9.20	9.73	8.68	8.63	9.37	1.18	12.5
		100	117.99	103.19	107.34	109.02	93.38	92.87	103.97	9.69	9.3
		900	968.46	938.22	961.95	959.96	879.33	871.42	929.89	43.51	4.7
9	地虫硫磷	10.0	9.95	7.16	7.82	8.28	7.93	7.93	8.18	0.94	11.5
		100	101.56	87.53	91.23	92.71	85.12	85.28	90.57	6.21	6.9
		900	833.42	795.90	817.26	816.26	802.06	799.77	810.78	14.17	1.7
10	异稻瘟净	10.0	11.17	7.96	8.80	9.01	8.92	8.99	9.14	1.07	11.7
		100	113.99	97.70	102.53	100.96	95.21	96.07	101.08	6.92	6.8
		900	936.21	888.84	919.05	889.11	897.91	901.43	905.43	18.69	2.1
11	乐果	10.0	10.67	7.63	8.38	8.93	8.43	8.46	8.75	1.03	11.7
		100	108.61	93.21	97.56	99.91	90.62	90.55	96.74	6.93	7.2
		900	891.87	847.21	874.14	880.13	854.87	850.11	866.39	18.24	2.1
12	氯唑磷	10.0	10.57	7.57	8.38	8.82	8.50	8.46	8.72	1.00	11.5
		100	107.43	92.84	97.56	98.40	90.70	90.96	96.32	6.35	6.6
		900	881.79	844.31	874.14	866.16	854.87	853.99	862.54	14.02	1.6
13	甲基毒死蜱	10.0	9.65	7.00	7.65	8.10	7.86	7.85	8.02	0.88	11.0
		100	98.63	86.17	89.51	90.63	83.86	83.89	88.78	5.58	6.3
		900	810.24	783.30	802.29	799.30	790.32	788.15	795.60	10.07	1.3
14	磷胺	10.0	9.65	6.92	7.65	8.82	7.78	7.75	8.09	0.97	12.0
		100	98.92	85.36	89.33	99.07	83.61	83.46	89.96	7.31	8.1
		900	812.26	775.56	800.30	872.15	787.39	783.30	805.16	35.30	4.4
15	甲基对硫磷	10.0	9.95	7.16	7.89	8.10	7.86	7.93	8.15	0.94	11.6
		100	101.95	87.44	91.69	90.91	84.44	84.92	90.22	6.47	7.2
		900	837.45	794.93	822.25	801.29	796.19	797.83	808.32	17.49	2.2
16	毒死蜱	10.0	10.67	7.72	8.47	8.65	8.60	8.56	8.78	0.99	11.3
		100	108.61	94.36	98.65	96.50	91.79	91.75	96.94	6.32	6.5
		900	891.87	857.86	884.12	850.20	864.66	861.73	868.41	16.12	1.9

17	杀螟硫磷	10.0	10.07	7.24	7.98	8.28	8.03	8.10	8.28	0.95	11.4
		100	102.84	88.79	93.13	92.81	86.12	86.65	91.72	6.20	6.8
		900	843.50	807.51	834.23	817.26	811.84	813.32	821.28	14.28	1.7
18	马拉硫磷	10.0	10.88	7.79	8.55	9.01	8.68	8.72	8.94	1.03	11.6
		100	110.56	95.80	99.92	100.68	93.38	93.22	98.93	6.52	6.6
		900	906.98	870.45	896.09	887.11	879.33	875.29	885.88	13.74	1.6
19	对硫磷	10.0	9.95	7.16	7.89	8.28	8.03	8.02	8.22	0.93	11.3
		100	101.86	88.24	92.50	92.52	85.87	85.88	91.14	6.04	6.6
		900	836.44	801.70	829.24	815.27	808.91	806.54	816.35	13.69	1.7
20	溴硫磷	10.0	9.46	6.84	7.65	8.10	7.62	7.66	7.89	0.87	11.1
		100	96.68	83.75	89.43	90.34	81.77	81.83	87.30	5.91	6.8
		900	793.11	761.04	801.29	795.31	770.75	767.81	781.55	16.96	2.2
21	甲基异柳磷	10.0	10.67	7.39	8.47	8.56	8.60	8.56	8.71	1.07	12.3
		100	108.91	90.76	98.37	95.85	91.88	91.24	96.17	6.92	7.2
		900	894.89	824.94	881.12	845.21	865.64	856.89	861.45	25.06	2.9
22	水胺硫磷	10.0	10.88	7.79	8.47	9.01	8.60	8.63	8.90	1.05	11.8
		100	111.05	95.36	99.28	101.15	92.55	93.05	98.74	6.92	7.0
		900	912.02	867.55	889.11	891.10	871.51	873.36	884.11	16.74	1.9
23	稻丰散	10.0	10.67	7.48	8.14	8.56	8.43	8.27	8.59	1.08	12.6
		100	109.19	91.93	94.85	95.66	90.37	89.34	95.22	7.27	7.6
		900	895.90	836.56	850.20	843.21	851.94	838.50	852.72	22.02	2.6
24	丙溴磷	10.0	10.57	7.88	8.38	8.82	8.75	8.56	8.83	0.92	10.4
		100	107.33	96.16	98.20	98.78	93.46	92.18	97.68	5.39	5.5
		900	880.78	874.32	880.13	870.16	880.31	865.60	875.22	6.32	0.7
25	苯线磷	10.0	9.25	6.84	7.42	7.75	7.78	7.75	7.80	0.80	10.2
		100	94.34	84.37	86.81	86.37	83.61	82.78	86.38	4.20	4.9
		900	773.96	767.81	777.35	761.38	787.39	777.49	774.23	8.94	1.2
26	三唑磷	10.0	45.87	44.33	45.61	44.45	45.09	43.87	44.70	2.56	5.7
		100	148.78	134.65	145.35	142.81	133.89	131.39	139.48	7.10	5.1
		900	971.2	860.94	955.05	939.08	882.07	879.34	914.61	46.09	5.0
27	蝇毒磷	10.0	10.67	7.57	8.30	8.93	8.50	8.56	8.75	1.04	11.9
		100	108.41	93.02	97.30	99.16	91.63	92.18	96.95	6.37	6.6
		900	889.85	846.24	872.15	873.15	862.71	865.60	868.28	14.34	1.7
28	敌百虫	10.0	5.41	3.71	4.17	4.20	4.12	4.24	4.31	0.57	13.2
		100	54.83	48.56	50.36	47.82	44.48	46.36	48.73	3.59	7.4
		900	536.34	539.74	545.61	511.91	515.20	534.34	530.52	13.73	2.6

表 A. 1-41 精密度测试数据（工业废水）

验证单位：抚顺市环境监测中心站

测试日期：2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.27	4.45	4.91	5.93	4.85	6.11	5.25	0.65	12.4
		100	64.41	57.27	59.12	56.38	52.41	65.32	59.15	4.95	8.4
		900	613.96	618.28	625.00	586.29	590.03	613.35	607.82	15.83	2.6
2	速灭磷	10.0	6.61	4.70	6.23	5.25	5.08	6.29	5.69	0.78	13.7
		100	67.44	59.98	62.07	60.00	65.07	56.65	61.87	3.89	6.3
		900	535.13	643.46	650.46	617.60	566.14	631.14	607.32	46.36	7.6
		10.0	5.97	4.96	5.58	5.43	4.82	4.62	5.23	0.51	9.8

3	内吸磷	100	61.68	54.55	58.02	52.29	59.83	63.65	58.34	4.31	7.4
		900	571.41	568.53	593.24	631.32	540.79	572.46	579.63	30.36	5.2
4	灭线磷	10.0	10.36	7.63	8.30	9.01	8.43	8.46	8.70	0.93	10.6
		100	106.26	93.21	97.10	100.10	90.13	90.29	96.18	6.29	6.5
		900	872.72	847.21	870.16	882.12	849.00	847.21	861.40	15.43	1.8
5	治螟磷	10.0	11.57	8.35	9.20	9.20	9.25	9.25	9.47	1.09	11.5
		100	118.58	102.29	107.15	102.38	98.81	99.00	104.70	7.44	7.1
		900	973.50	929.51	959.96	902.08	931.17	928.54	937.46	25.45	2.7
6	甲拌磷	10.0	10.67	7.72	8.47	8.93	8.34	8.38	8.75	1.02	11.6
		100	108.61	94.36	99.01	99.91	89.46	90.11	96.91	7.19	7.4
		900	891.87	857.86	887.11	880.13	843.14	846.24	867.73	21.33	2.5
7	特丁硫磷	10.0	10.67	7.32	8.05	8.47	8.26	8.56	8.56	1.12	13.1
		100	109.19	90.14	93.85	95.17	88.62	91.75	94.79	7.45	7.9
		900	895.90	820.10	841.21	838.22	835.31	861.73	848.75	26.68	3.1
8	二嗪磷	10.0	11.57	8.43	9.20	9.73	8.68	8.63	9.37	1.18	12.5
		100	117.99	103.19	107.34	109.02	93.38	92.87	103.97	9.69	9.3
		900	968.46	938.22	961.95	959.96	879.33	871.42	929.89	43.51	4.7
9	地虫硫磷	10.0	9.95	7.16	7.82	8.28	7.93	7.93	8.18	0.94	11.5
		100	101.56	87.53	91.23	92.71	85.12	85.28	90.57	6.21	6.9
		900	833.42	795.90	817.26	816.26	802.06	799.77	810.78	14.17	1.7
10	异稻瘟净	10.0	11.17	7.96	8.80	9.01	8.92	8.99	9.14	1.07	11.7
		100	113.99	97.70	102.53	100.96	95.21	96.07	101.08	6.92	6.8
		900	936.21	888.84	919.05	889.11	897.91	901.43	905.43	18.69	2.1
11	乐果	10.0	10.67	7.63	8.38	8.93	8.43	8.46	8.75	1.03	11.7
		100	108.61	93.21	97.56	99.91	90.62	90.55	96.74	6.93	7.2
		900	891.87	847.21	874.14	880.13	854.87	850.11	866.39	18.24	2.1
12	氯唑磷	10.0	10.57	7.57	8.38	8.82	8.50	8.46	8.72	1.00	11.5
		100	107.43	92.84	97.56	98.40	90.70	90.96	96.32	6.35	6.6
		900	881.79	844.31	874.14	866.16	854.87	853.99	862.54	14.02	1.6
13	甲基毒死蜱	10.0	9.65	7.00	7.65	8.10	7.86	7.85	8.02	0.88	11.0
		100	98.63	86.17	89.51	90.63	83.86	83.89	88.78	5.58	6.3
		900	810.24	783.30	802.29	799.30	790.32	788.15	795.60	10.07	1.3
14	磷胺	10.0	9.65	6.92	7.65	8.82	7.78	7.75	8.09	0.97	12.0
		100	98.92	85.36	89.33	99.07	83.61	83.46	89.96	7.31	8.1
		900	812.26	775.56	800.30	872.15	787.39	783.30	805.16	35.30	4.4
15	甲基对硫磷	10.0	9.95	7.16	7.89	8.10	7.86	7.93	8.15	0.94	11.6
		100	101.95	87.44	91.69	90.91	84.44	84.92	90.22	6.47	7.2
		900	837.45	794.93	822.25	801.29	796.19	797.83	808.32	17.49	2.2
16	毒死蜱	10.0	10.67	7.72	8.47	8.65	8.60	8.56	8.78	0.99	11.3
		100	108.61	94.36	98.65	96.50	91.79	91.75	96.94	6.32	6.5
		900	891.87	857.86	884.12	850.20	864.66	861.73	868.41	16.12	1.9
17	杀螟硫磷	10.0	10.07	7.24	7.98	8.28	8.03	8.10	8.28	0.95	11.4
		100	102.84	88.79	93.13	92.81	86.12	86.65	91.72	6.20	6.8
		900	843.50	807.51	834.23	817.26	811.84	813.32	821.28	14.28	1.7
18	马拉硫磷	10.0	10.88	7.79	8.55	9.01	8.68	8.72	8.94	1.03	11.6
		100	110.56	95.80	99.92	100.68	93.38	93.22	98.93	6.52	6.6
		900	906.98	870.45	896.09	887.11	879.33	875.29	885.88	13.74	1.6
19	对硫磷	10.0	9.95	7.16	7.89	8.28	8.03	8.02	8.22	0.93	11.3
		100	101.86	88.24	92.50	92.52	85.87	85.88	91.14	6.04	6.6

		900	836.44	801.70	829.24	815.27	808.91	806.54	816.35	13.69	1.7
20	溴硫磷	10.0	9.46	6.84	7.65	8.10	7.62	7.66	7.89	0.87	11.1
		100	96.68	83.75	89.43	90.34	81.77	81.83	87.30	5.91	6.8
		900	793.11	761.04	801.29	795.31	770.75	767.81	781.55	16.96	2.2
21	甲基异柳磷	10.0	10.67	7.39	8.47	8.56	8.60	8.56	8.71	1.07	12.3
		100	108.91	90.76	98.37	95.85	91.88	91.24	96.17	6.92	7.2
		900	894.89	824.94	881.12	845.21	865.64	856.89	861.45	25.06	2.9
22	水胺硫磷	10.0	10.88	7.79	8.47	9.01	8.60	8.63	8.90	1.05	11.8
		100	111.05	95.36	99.28	101.15	92.55	93.05	98.74	6.92	7.0
		900	912.02	867.55	889.11	891.10	871.51	873.36	884.11	16.74	1.9
23	稻丰散	10.0	10.67	7.48	8.14	8.56	8.43	8.27	8.59	1.08	12.6
		100	109.19	91.93	94.85	95.66	90.37	89.34	95.22	7.27	7.6
		900	895.90	836.56	850.20	843.21	851.94	838.50	852.72	22.02	2.6
24	丙溴磷	10.0	10.57	7.88	8.38	8.82	8.75	8.56	8.83	0.92	10.4
		100	107.33	96.16	98.20	98.78	93.46	92.18	97.68	5.39	5.5
		900	880.78	874.32	880.13	870.16	880.31	865.60	875.22	6.32	0.7
25	苯线磷	10.0	9.25	6.84	7.42	7.75	7.78	7.75	7.80	0.80	10.2
		100	94.34	84.37	86.81	86.37	83.61	82.78	86.38	4.20	4.9
		900	773.96	767.81	777.35	761.38	787.39	777.49	774.23	8.94	1.2
26	三唑磷	10.0	45.87	44.33	45.61	44.45	45.09	43.87	44.70	2.56	5.7
		100	148.78	134.65	145.35	142.81	133.89	131.39	139.48	7.10	5.1
		900	971.2	860.94	955.05	939.08	882.07	879.34	914.61	46.09	5.0
27	蝇毒磷	10.0	10.67	7.57	8.30	8.93	8.50	8.56	8.75	1.04	11.9
		100	108.41	93.02	97.30	99.16	91.63	92.18	96.95	6.37	6.6
		900	889.85	846.24	872.15	873.15	862.71	865.60	868.28	14.34	1.7
28	敌百虫	10.0	5.41	3.71	4.17	4.20	4.12	4.24	4.31	0.57	13.2
		100	54.83	48.56	50.36	47.82	44.48	46.36	48.73	3.59	7.4
		900	536.34	539.74	545.61	511.91	515.20	534.34	530.52	13.73	2.6

表 A. 1-42 精密度测试数据 (地表水)

验证单位: 天津市环境监测中心站 测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.52	0.53	0.45	0.64	0.44	0.47	0.51	0.07	14.0
		10.0	6.43	5.72	6.48	5.37	6.03	5.84	5.98	0.43	7.1
		90.0	60.75	57.37	50.68	54.52	59.68	56.92	56.65	3.66	6.5
2	速灭磷	1.00	0.79	0.73	0.68	0.67	0.61	0.64	0.68	0.06	9.4
		10.0	6.73	5.99	6.79	5.72	6.30	7.11	6.44	0.53	8.2
		90.0	63.64	70.75	64.13	57.99	62.30	69.50	64.72	4.73	7.3
3	内吸磷	1.00	0.49	0.44	0.54	0.45	0.42	0.44	0.46	0.04	9.0
		10.0	6.13	6.38	6.30	5.88	6.67	5.51	6.14	0.41	6.6
		90.0	67.82	63.72	69.60	59.36	65.87	64.13	65.08	3.58	5.5
4	灭线磷	1.00	0.78	0.79	0.99	0.80	0.83	0.83	0.84	0.08	9.4
		10.0	10.41	9.32	10.38	9.35	9.86	9.43	9.79	0.51	5.2
		90.0	99.39	93.30	99.30	94.46	97.37	92.40	96.04	3.06	3.2
5	治螟磷	1.00	0.77	0.79	0.80	0.70	0.91	0.82	0.80	0.07	8.8
		10.0	11.61	10.23	11.45	9.56	10.80	10.34	10.67	0.78	7.3
		90.0	111.47	102.73	109.27	96.23	107.15	101.74	104.77	5.60	5.3
		1.00	0.77	0.63	0.68	0.76	0.73	0.68	0.71	0.05	7.2

6	甲拌磷	10.0	10.64	9.44	10.60	9.33	9.78	9.41	9.87	0.60	6.1
		90.0	101.28	94.27	101.21	94.46	96.43	92.40	96.67	3.76	3.9
7	特丁硫磷	1.00	0.75	0.70	0.77	0.91	0.82	0.79	0.79	0.07	9.0
		10.0	10.70	9.03	10.04	8.88	9.69	9.58	9.65	0.67	6.9
8	二嗪磷	90.0	101.81	90.20	95.70	89.68	96.02	93.89	94.55	4.45	4.7
		1.00	0.85	0.96	0.88	1.12	1.06	1.02	0.98	0.11	10.9
9	地虫硫磷	10.0	11.56	10.32	11.48	10.17	10.20	9.70	10.57	0.76	7.2
		90.0	110.42	103.69	109.27	102.89	101.22	95.16	103.77	5.58	5.4
10	异稻瘟净	1.00	0.85	0.71	0.76	0.76	0.79	0.81	0.78	0.05	6.2
		10.0	9.95	8.76	9.76	8.65	9.31	8.91	9.22	0.54	5.9
11	乐果	90.0	94.77	87.62	93.04	87.49	92.17	87.31	90.40	3.31	3.7
		1.00	0.86	0.76	0.85	0.96	0.96	1.00	0.90	0.09	10.0
12	氯唑磷	10.0	11.17	9.78	10.97	9.41	10.42	10.03	10.30	0.69	6.7
		90.0	106.11	97.91	104.18	95.39	103.09	98.77	100.91	4.16	4.1
13	甲基毒死蜱	1.00	0.90	0.75	0.85	1.02	0.93	0.97	0.90	0.09	10.5
		10.0	10.64	9.32	10.44	9.32	9.92	9.47	9.85	0.58	5.9
14	磷胺	90.0	101.28	93.30	99.30	94.46	98.41	92.40	96.52	3.62	3.8
		1.00	0.96	0.77	0.87	1.00	0.93	0.95	0.91	0.08	9.0
15	甲基对硫磷	10.0	10.53	9.29	10.44	9.18	9.93	9.51	9.81	0.58	5.9
		90.0	100.34	93.30	99.30	92.59	98.41	93.36	96.22	3.50	3.6
16	毒死蜱	1.00	0.93	0.94	0.91	1.07	1.00	1.13	1.00	0.09	9.0
		10.0	9.67	8.62	9.58	8.45	9.16	8.78	9.04	0.51	5.6
17	杀螟硫磷	90.0	92.14	86.34	91.24	85.62	90.72	85.93	88.66	3.00	3.4
		1.00	0.90	0.93	0.97	1.10	1.01	1.17	1.01	0.11	10.5
18	马拉硫磷	10.0	9.69	8.54	9.56	9.24	9.13	8.73	9.15	0.45	4.9
		90.0	92.35	85.48	91.13	93.53	90.41	85.51	89.73	3.45	3.8
19	对硫磷	1.00	0.84	0.83	0.72	0.77	0.80	0.95	0.82	0.08	9.4
		10.0	10.00	8.76	9.82	8.48	9.24	8.88	9.20	0.60	6.6
20	溴硫磷	90.0	95.08	87.52	93.46	85.83	91.45	86.99	90.06	3.81	4.2
		1.00	0.93	0.90	1.01	1.06	1.10	1.11	1.02	0.09	8.6
21	甲基异柳磷	10.0	10.64	9.44	10.56	9.00	10.04	9.58	9.88	0.65	6.6
		90.0	101.28	94.27	100.26	90.82	99.35	94.20	96.70	4.18	4.3
22	水胺硫磷	1.00	1.01	0.93	1.09	0.86	0.97	1.15	1.00	0.11	10.8
		10.0	10.07	8.89	9.96	8.66	9.42	9.05	9.34	0.58	6.2
23	马拉硫磷	90.0	96.02	89.01	94.96	87.60	93.21	88.69	91.58	3.59	3.9
		1.00	0.99	0.92	1.02	0.88	0.96	1.12	0.98	0.09	8.8
24	对硫磷	10.0	10.82	9.59	10.69	9.39	10.20	9.75	10.08	0.59	5.9
		90.0	103.28	96.09	102.27	95.39	101.22	95.16	98.90	3.74	3.8
25	溴硫磷	1.00	0.98	0.82	0.94	1.03	1.06	1.00	0.97	0.08	8.7
		10.0	9.99	8.83	9.90	8.63	9.39	8.97	9.28	0.57	6.1
26	对硫磷	90.0	94.97	88.26	94.20	87.28	93.00	87.95	90.95	3.48	3.8
		1.00	0.92	0.87	0.99	0.99	1.02	1.08	0.98	0.07	7.5
27	溴硫磷	10.0	9.47	8.37	9.57	8.41	8.95	8.56	8.89	0.53	6.0
		90.0	90.14	83.88	91.24	85.20	88.53	83.81	87.13	3.26	3.7
28	甲基异柳磷	1.00	0.91	0.88	1.00	1.03	0.92	1.13	0.98	0.09	9.6
		10.0	10.69	9.07	10.53	8.96	10.05	9.55	9.81	0.73	7.5
29	水胺硫磷	90.0	101.28	90.63	100.26	90.82	99.35	93.36	95.95	4.90	5.1
		1.00	0.87	0.93	0.93	1.00	1.00	1.07	0.97	0.07	7.5
30	水胺硫磷	10.0	10.88	9.55	10.62	9.43	10.11	9.73	10.05	0.59	5.9

		90.0	103.28	95.12	101.21	95.39	100.28	95.16	98.41	3.62	3.7
23	稻丰散	1.00	0.93	0.84	0.80	0.86	0.94	1.08	0.91	0.10	10.9
		10.0	10.70	9.20	10.16	8.94	9.89	9.34	9.70	0.66	6.8
		90.0	102.22	92.45	96.44	89.88	98.41	91.56	95.16	4.70	4.9
24	丙溴磷	1.00	1.12	1.05	0.88	1.00	1.08	1.18	1.05	0.11	10.2
		10.0	10.51	9.62	10.51	9.21	10.21	9.63	9.95	0.54	5.4
		90.0	100.34	96.09	100.26	93.53	101.22	94.20	97.61	3.41	3.5
25	苯线磷	1.00	0.89	0.93	0.85	0.80	0.94	0.99	0.90	0.07	7.5
		10.0	9.24	8.46	9.28	8.06	9.13	8.65	8.80	0.49	5.6
		90.0	88.04	84.52	88.37	81.56	90.41	84.87	86.29	3.22	3.7
26	三唑磷	1.00	0.77	0.79	0.90	0.89	0.95	1.04	0.89	0.10	11.4
		10.0	9.54	7.62	9.36	8.11	8.25	7.96	8.47	0.79	9.3
		90.0	90.88	76.38	89.22	82.08	81.67	77.77	83.00	5.91	7.1
27	蝇毒磷	1.00	0.75	0.79	0.95	0.80	0.88	1.00	0.86	0.10	11.3
		10.0	10.62	9.31	10.40	9.25	10.02	9.63	9.87	0.57	5.8
		90.0	101.28	93.30	99.30	93.53	99.35	94.20	96.83	3.54	3.7
28	敌百虫	1.00	0.46	0.47	0.40	0.37	0.39	0.41	0.42	0.04	9.0
		10.0	5.49	4.86	5.52	4.56	5.13	4.95	5.08	0.38	7.4
		90.0	51.74	48.67	52.11	46.22	50.74	48.30	49.63	2.29	4.6

表 A. 1-43 精密度测试数据（地下水）

验证单位：天津市环境监测中心站

测试日期：2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	1.00	0.53	0.55	0.46	0.65	0.44	0.48	0.52	0.07	14.2
		10.0	6.56	5.95	6.67	5.42	6.09	6.02	6.12	0.45	7.4
		90.0	61.97	59.66	52.20	55.07	60.28	58.63	57.97	3.64	6.3
2	速灭磷	1.00	0.81	0.76	0.70	0.68	0.62	0.66	0.70	0.07	9.8
		10.0	6.86	6.23	6.99	5.78	6.36	7.32	6.59	0.57	8.6
		90.0	64.91	73.58	66.05	58.57	62.92	71.59	66.27	5.55	8.4
3	内吸磷	1.00	0.50	0.46	0.56	0.45	0.42	0.45	0.47	0.05	9.9
		10.0	6.25	6.64	6.49	5.94	6.74	5.68	6.29	0.41	6.6
		90.0	69.18	66.27	71.69	59.95	66.53	66.05	66.61	3.93	5.9
4	灭线磷	1.00	0.73	0.75	0.94	0.76	0.79	0.79	0.79	0.07	9.3
		10.0	9.89	8.85	9.87	8.89	9.36	8.96	9.30	0.48	5.2
		90.0	94.42	88.63	94.34	89.73	92.51	87.78	91.23	2.91	3.2
5	治螟磷	1.00	0.72	0.75	0.76	0.67	0.87	0.78	0.76	0.07	8.8
		10.0	11.03	9.72	10.88	9.09	10.26	9.83	10.13	0.74	7.3
		90.0	105.90	97.59	103.81	91.43	101.80	96.66	99.53	5.32	5.3
6	甲拌磷	1.00	0.72	0.60	0.65	0.72	0.69	0.65	0.67	0.05	6.9
		10.0	10.11	8.98	10.07	8.87	9.29	8.94	9.38	0.57	6.1
		90.0	96.22	89.55	96.15	89.73	91.62	87.78	91.84	3.58	3.9
7	特丁硫磷	1.00	0.71	0.67	0.73	0.87	0.78	0.75	0.75	0.07	9.1
		10.0	10.17	8.58	9.54	8.43	9.20	9.11	9.17	0.64	6.9
		90.0	96.72	85.69	90.91	85.19	91.22	89.20	89.82	4.23	4.7
8	二嗪磷	1.00	0.81	0.90	0.83	1.06	1.01	0.97	0.93	0.10	10.8
		10.0	10.98	9.80	10.91	9.67	9.70	9.22	10.04	0.72	7.2
		90.0	104.90	98.51	103.81	97.75	96.16	90.40	98.59	5.30	5.4

9	地虫硫磷	1.00	0.81	0.68	0.72	0.72	0.75	0.77	0.74	0.05	6.2
		10.0	9.45	8.32	9.28	8.21	8.85	8.47	8.76	0.52	5.9
		90.0	90.03	83.24	88.38	83.11	87.57	82.95	85.88	3.15	3.7
10	异稻瘟净	1.00	0.82	0.72	0.81	0.91	0.91	0.95	0.85	0.09	10.0
		10.0	10.61	9.29	10.42	8.94	9.90	9.53	9.78	0.65	6.7
		90.0	100.81	93.01	98.97	90.63	97.94	93.83	95.86	3.95	4.1
11	乐果	1.00	0.86	0.71	0.81	0.97	0.88	0.92	0.86	0.09	10.6
		10.0	10.11	8.85	9.92	8.86	9.42	8.99	9.36	0.55	5.9
		90.0	96.22	88.63	94.34	89.73	93.50	87.78	91.70	3.44	3.8
12	氯唑磷	1.00	0.91	0.73	0.82	0.95	0.88	0.90	0.86	0.08	9.0
		10.0	10.00	8.82	9.92	8.73	9.43	9.03	9.32	0.55	5.9
		90.0	95.32	88.63	94.34	87.96	93.50	88.69	91.41	3.32	3.6
13	甲基毒死蜱	1.00	0.88	0.89	0.87	1.02	0.95	1.08	0.95	0.09	9.2
		10.0	9.19	8.20	9.11	8.03	8.71	8.33	8.59	0.48	5.6
		90.0	87.53	82.02	86.67	81.34	86.18	81.64	84.23	2.85	3.4
14	磷胺	1.00	0.86	0.88	0.92	1.05	0.96	1.11	0.96	0.10	10.3
		10.0	9.21	8.11	9.08	8.78	8.68	8.30	8.69	0.43	4.9
		90.0	87.73	81.20	86.58	88.85	85.88	81.24	85.25	3.28	3.8
15	甲基对硫磷	1.00	0.80	0.79	0.69	0.73	0.76	0.90	0.78	0.07	9.1
		10.0	9.50	8.32	9.32	8.06	8.78	8.44	8.74	0.57	6.6
		90.0	90.33	83.14	88.79	81.54	86.87	82.65	85.55	3.62	4.2
16	毒死蜱	1.00	0.88	0.86	0.96	1.01	1.05	1.06	0.97	0.09	8.8
		10.0	10.11	8.98	10.03	8.54	9.53	9.11	9.38	0.62	6.6
		90.0	96.22	89.55	95.24	86.27	94.38	89.50	91.86	3.97	4.3
17	杀螟硫磷	1.00	0.96	0.88	1.04	0.82	0.92	1.09	0.95	0.10	10.6
		10.0	9.57	8.44	9.47	8.22	8.95	8.60	8.87	0.55	6.2
		90.0	91.22	84.56	90.21	83.21	88.56	84.25	87.00	3.42	3.9
18	马拉硫磷	1.00	0.94	0.87	0.97	0.84	0.91	1.07	0.93	0.08	8.8
		10.0	10.28	9.11	10.16	8.93	9.70	9.27	9.57	0.56	5.9
		90.0	98.11	91.28	97.16	90.63	96.16	90.40	93.96	3.56	3.8
19	对硫磷	1.00	0.93	0.78	0.89	0.98	1.01	0.95	0.92	0.08	8.8
		10.0	9.49	8.39	9.40	8.19	8.93	8.52	8.82	0.54	6.1
		90.0	90.22	83.86	89.50	82.92	88.35	83.55	86.40	3.31	3.8
20	溴硫磷	1.00	0.88	0.83	0.94	0.94	0.97	1.03	0.93	0.07	7.5
		10.0	9.00	7.96	9.09	7.99	8.50	8.13	8.44	0.51	6.0
		90.0	85.63	79.68	86.67	80.94	84.10	79.62	82.78	3.10	3.7
21	甲基异柳磷	1.00	0.87	0.84	0.95	0.98	0.87	1.08	0.93	0.09	9.7
		10.0	10.16	8.61	10.00	8.51	9.54	9.07	9.32	0.70	7.5
		90.0	96.22	86.09	95.24	86.27	94.38	88.69	91.15	4.65	5.1
22	水胺硫磷	1.00	0.83	0.88	0.89	0.95	0.95	1.02	0.92	0.07	7.4
		10.0	10.34	9.07	10.08	8.96	9.61	9.25	9.55	0.56	5.9
		90.0	98.11	90.37	96.15	90.63	95.27	90.40	93.49	3.44	3.7
23	稻丰散	1.00	0.88	0.80	0.76	0.82	0.89	1.03	0.86	0.09	11.0
		10.0	10.17	8.75	9.65	8.49	9.39	8.88	9.22	0.63	6.8
		90.0	97.11	87.83	91.62	85.39	93.50	86.98	90.40	4.46	4.9
24	丙溴磷	1.00	1.07	1.00	0.83	0.95	1.03	1.12	1.00	0.10	10.1
		10.0	9.99	9.14	9.98	8.75	9.70	9.15	9.45	0.51	5.4
		90.0	95.32	91.28	95.24	88.85	96.16	89.50	92.73	3.24	3.5
		1.00	0.85	0.88	0.81	0.76	0.89	0.94	0.85	0.06	7.4

25	苯线磷	10.0	8.78	8.03	8.82	7.66	8.68	8.22	8.36	0.47	5.6
		90.0	83.63	80.30	83.96	77.48	85.88	80.63	81.98	3.06	3.7
26	三唑磷	1.00	0.72	0.75	0.85	0.85	0.90	0.99	0.84	0.10	11.6
		10.0	9.06	7.24	8.90	7.71	7.84	7.56	8.05	0.75	9.3
		90.0	86.34	72.56	84.76	77.98	77.59	73.88	78.85	5.61	7.1
27	蝇毒磷	1.00	0.71	0.75	0.90	0.76	0.84	0.95	0.82	0.09	11.3
		10.0	10.09	8.84	9.89	8.79	9.51	9.15	9.38	0.54	5.8
		90.0	96.22	88.63	94.34	88.85	94.38	89.50	91.99	3.36	3.7
28	敌百虫	1.00	0.47	0.49	0.41	0.37	0.39	0.42	0.43	0.04	10.4
		10.0	5.60	5.05	5.69	4.61	5.18	5.10	5.20	0.40	7.6
		90.0	52.77	50.62	53.67	46.68	51.25	49.75	50.79	2.47	4.9

表 A. 1-44 精密度测试数据（生活污水）

验证单位：天津市环境监测中心站

测试日期：2017.7.10~2018.8.18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	5.90	4.63	4.65	5.30	4.79	6.18	5.24	0.67	12.8
		100	52.03	47.84	55.35	46.87	50.59	56.88	51.59	3.99	7.7
		900	493.00	522.74	523.50	492.69	493.98	548.36	512.38	22.92	4.5
2	速灭磷	10.0	6.18	4.89	4.89	5.68	5.02	5.30	5.33	0.52	9.7
		100	65.27	61.42	58.13	61.07	52.97	58.87	59.62	4.10	6.9
		900	517.47	548.42	545.21	524.62	498.10	565.98	533.30	24.51	4.6
3	内吸磷	10.0	5.53	5.15	4.24	5.88	4.24	5.76	5.13	0.73	14.3
		100	59.67	55.88	54.31	53.21	47.88	55.16	54.35	3.86	7.1
		900	552.70	582.34	574.92	538.60	547.29	577.16	562.17	18.23	3.2
4	灭线磷	10.0	9.58	7.87	7.83	9.39	8.11	8.47	8.54	0.77	9.0
		100	101.17	95.11	90.68	99.11	84.97	92.24	93.88	5.91	6.3
		900	830.93	864.50	836.68	873.39	832.85	847.88	847.70	17.70	2.1
5	治螟磷	10.0	10.71	8.61	8.68	9.58	8.90	9.26	9.29	0.78	8.5
		100	112.90	104.38	100.06	101.37	93.16	101.14	102.17	6.44	6.3
		900	926.88	948.48	923.04	893.15	913.44	929.27	922.38	18.35	2.0
6	甲拌磷	10.0	9.87	7.96	7.98	9.30	8.02	8.38	8.58	0.81	9.4
		100	103.40	96.29	92.46	98.92	84.35	92.06	94.58	6.56	6.9
		900	849.16	875.37	853.00	871.42	827.09	846.91	853.82	17.66	2.1
7	特丁硫磷	10.0	9.87	7.55	7.60	8.82	7.95	8.56	8.39	0.89	10.6
		100	103.96	91.98	87.64	94.23	83.56	93.73	92.52	6.92	7.5
		900	853.00	836.84	808.86	829.92	819.41	862.41	835.07	20.15	2.4
8	二嗪磷	10.0	10.71	8.69	8.68	10.14	8.34	8.64	9.20	0.97	10.6
		100	112.34	105.30	100.23	107.94	88.04	94.88	101.46	8.94	8.8
		900	922.08	957.37	924.96	950.46	862.59	872.10	914.93	39.47	4.3
9	地虫硫磷	10.0	9.21	7.38	7.37	8.63	7.63	7.94	8.03	0.75	9.3
		100	96.70	89.32	85.19	91.79	80.25	87.12	88.39	5.65	6.4
		900	793.51	812.14	785.83	808.18	786.79	800.39	797.81	10.98	1.4
10	异稻瘟净	10.0	10.33	8.21	8.29	9.39	8.57	9.00	8.97	0.80	9.0
		100	108.52	99.69	95.75	99.96	89.77	98.14	98.64	6.13	6.2
		900	891.38	906.98	883.70	880.31	880.82	902.14	890.89	11.41	1.3
11	乐果	10.0	9.87	7.87	7.91	9.30	8.11	8.47	8.59	0.82	9.5
		100	103.40	95.11	91.10	98.92	85.45	92.50	94.41	6.27	6.6
		900	849.16	864.50	840.52	871.42	838.60	850.78	852.50	13.06	1.5

12	氯唑磷	10.0	9.78	7.80	7.91	9.19	8.18	8.47	8.55	0.78	9.1
		100	102.28	94.73	91.10	97.43	85.52	92.93	94.00	5.70	6.1
		900	839.56	861.54	840.52	857.58	838.60	854.66	848.74	10.31	1.2
13	甲基毒死蜱	10.0	8.93	7.22	7.21	8.44	7.55	7.85	7.87	0.69	8.8
		100	93.91	87.93	83.59	89.73	79.07	85.71	86.66	5.13	5.9
		900	771.44	799.29	771.44	791.39	775.28	788.77	782.93	11.80	1.5
14	磷胺	10.0	8.93	7.13	7.21	9.19	7.47	7.76	7.95	0.89	11.2
		100	94.18	87.10	83.42	98.09	78.83	85.27	87.82	7.12	8.1
		900	773.36	791.39	769.52	863.51	772.40	783.92	792.35	35.82	4.5
15	甲基对硫磷	10.0	9.21	7.38	7.44	8.44	7.55	7.94	8.00	0.71	8.9
		100	97.07	89.22	85.62	90.01	79.62	86.76	88.05	5.75	6.5
		900	797.34	811.15	790.63	793.36	781.03	798.46	795.33	9.94	1.3
16	毒死蜱	10.0	9.87	7.96	7.98	9.01	8.26	8.56	8.60	0.73	8.5
		100	103.40	96.29	92.12	95.54	86.55	93.73	94.61	5.53	5.8
		900	849.16	875.37	850.12	841.78	848.20	862.41	854.50	12.23	1.4
17	杀螟硫磷	10.0	9.31	7.46	7.52	8.63	7.72	8.11	8.13	0.73	8.9
		100	97.91	90.60	86.97	91.89	81.19	88.53	89.52	5.55	6.2
		900	803.10	823.99	802.14	809.17	796.39	813.96	808.13	9.86	1.2
18	马拉硫磷	10.0	10.06	8.03	8.06	9.39	8.34	8.73	8.77	0.81	9.2
		100	105.26	97.76	93.30	99.68	88.04	95.24	96.55	5.86	6.1
		900	863.55	888.21	861.63	878.33	862.59	875.98	871.72	10.82	1.2
19	对硫磷	10.0	9.21	7.38	7.44	8.63	7.72	8.03	8.07	0.72	9.0
		100	96.98	90.04	86.38	91.60	80.96	87.74	88.95	5.38	6.0
		900	796.39	818.06	797.34	807.20	793.51	807.18	803.28	9.25	1.2
20	溴硫磷	10.0	8.75	7.05	7.21	8.44	7.32	7.67	7.74	0.70	9.0
		100	92.04	85.46	83.51	89.45	77.10	83.60	85.19	5.21	6.1
		900	755.13	776.57	770.48	787.44	756.09	768.42	769.02	12.32	1.6
21	甲基异柳磷	10.0	9.87	7.62	7.98	8.92	8.26	8.56	8.54	0.79	9.3
		100	103.69	92.61	91.86	94.90	86.63	93.21	93.82	5.58	6.0
		900	852.04	841.78	847.24	836.84	849.16	857.57	847.43	7.36	0.9
22	水胺硫磷	10.0	10.06	8.03	7.98	9.39	8.26	8.64	8.73	0.84	9.6
		100	105.73	97.31	92.71	100.15	87.25	95.06	96.37	6.34	6.6
		900	868.35	885.25	854.91	882.28	854.91	874.04	869.96	13.10	1.5
23	稻丰散	10.0	9.87	7.71	7.68	8.92	8.11	8.28	8.43	0.84	10.0
		100	103.96	93.81	88.57	94.71	85.21	91.27	92.92	6.43	6.9
		900	853.00	853.63	817.49	834.86	835.72	839.15	838.98	13.42	1.6
24	丙溴磷	10.0	9.78	8.12	7.91	9.19	8.41	8.56	8.66	0.70	8.1
		100	102.19	98.12	91.70	97.80	88.12	94.18	95.35	5.05	5.3
		900	838.60	892.16	846.28	861.54	863.55	866.29	861.40	18.56	2.2
25	苯线磷	10.0	8.55	7.05	6.99	8.07	7.47	7.76	7.65	0.61	7.9
		100	89.82	86.09	81.06	85.51	78.83	84.57	84.31	3.89	4.6
		900	736.90	783.48	747.45	753.84	772.40	778.11	762.03	18.64	2.4
26	三唑磷	10.0	9.13	8.59	9.06	8.80	8.74	7.87	8.70	0.45	5.2
		100	107.38	100.66	102.11	105.75	92.29	97.45	100.94	5.53	5.5
		900	890.42	841.78	883.70	894.14	829.97	844.00	864.00	28.45	3.3
27	蝇毒磷	10.0	9.87	7.80	7.83	9.30	8.18	8.56	8.59	0.84	9.8
		100	103.21	94.92	90.86	98.18	86.40	94.18	94.62	5.81	6.1
		900	847.24	863.51	838.60	864.50	846.28	866.29	854.40	11.77	1.4
		10.0	5.05	3.86	4.98	5.60	5.09	5.36	4.99	0.60	12.0

28	敌百虫	100	53.03	49.76	57.49	48.65	53.09	48.27	51.71	3.52	6.8
		900	520.67	485.86	542.21	521.89	520.40	539.96	521.83	20.21	3.9

表 A. 1-45 精密度测试数据 (工业废水)

验证单位: 天津市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	10.0	6.02	4.82	4.79	5.36	4.84	6.36	5.36	0.68	12.8
		100	53.07	49.75	57.00	47.34	51.10	58.58	52.81	4.32	8.2
		900	502.86	543.65	539.21	497.62	498.92	564.81	524.51	28.47	5.4
2	速灭磷	10.0	6.30	5.09	5.04	5.73	5.07	5.47	5.45	0.50	9.2
		100	66.57	63.88	59.87	61.68	53.50	60.64	61.02	4.41	7.2
		900	527.83	570.36	561.56	529.86	503.08	582.96	545.94	30.44	5.6
3	内吸磷	10.0	5.65	5.36	4.37	5.94	4.28	5.94	5.26	0.75	14.3
		100	60.86	58.12	55.93	53.74	48.36	56.81	55.64	4.28	7.7
		900	563.75	605.63	592.17	543.98	552.76	594.48	575.46	25.28	4.4
4	灭线磷	10.0	9.97	8.18	8.14	9.77	8.43	8.80	8.88	0.80	9.0
		100	105.22	98.91	94.30	103.07	88.38	95.93	97.64	6.14	6.3
		900	864.17	899.08	870.16	908.33	866.16	881.79	881.61	18.40	2.1
5	治螟磷	10.0	11.13	8.95	9.02	9.96	9.25	9.63	9.66	0.82	8.4
		100	117.41	108.56	104.06	105.42	96.89	105.19	106.26	6.70	6.3
		900	963.95	986.42	959.96	928.88	949.99	966.44	959.27	19.08	2.0
6	甲拌磷	10.0	10.26	8.28	8.30	9.67	8.34	8.72	8.93	0.84	9.4
		100	107.54	100.14	96.15	102.88	87.72	95.74	98.36	6.83	6.9
		900	883.12	910.38	887.11	906.28	860.18	880.78	887.98	18.36	2.1
7	特丁硫磷	10.0	10.26	7.85	7.90	9.17	8.26	8.90	8.73	0.92	10.6
		100	108.12	95.66	91.14	98.00	86.90	97.48	96.22	7.20	7.5
		900	887.11	870.31	841.21	863.12	852.19	896.91	868.47	20.96	2.4
8	二嗪磷	10.0	11.13	9.04	9.02	10.55	8.68	8.99	9.57	1.01	10.6
		100	116.84	109.51	104.24	112.26	91.57	98.67	105.51	9.30	8.8
		900	958.96	995.66	961.95	988.48	897.09	906.98	951.52	41.05	4.3
9	地虫硫磷	10.0	9.57	7.68	7.67	8.98	7.93	8.25	8.35	0.77	9.3
		100	100.57	92.89	88.60	95.46	83.47	90.61	91.93	5.87	6.4
		900	825.25	844.63	817.26	840.51	818.26	832.41	829.72	11.42	1.4
10	异稻瘟净	10.0	10.75	8.54	8.63	9.77	8.92	9.35	9.32	0.84	9.0
		100	112.87	103.68	99.58	103.96	93.36	102.07	102.59	6.37	6.2
		900	927.03	943.26	919.05	915.52	916.05	938.23	926.52	11.86	1.3
11	乐果	10.0	10.26	8.18	8.22	9.67	8.43	8.80	8.93	0.85	9.6
		100	107.54	98.91	94.75	102.88	88.86	96.21	98.19	6.52	6.6
		900	883.12	899.08	874.14	906.28	872.15	884.81	886.60	13.58	1.5
12	氯唑磷	10.0	10.17	8.11	8.22	9.56	8.50	8.80	8.89	0.81	9.1
		100	106.37	98.52	94.75	101.33	88.94	96.65	97.76	5.93	6.1
		900	873.15	896.00	874.14	891.88	872.15	888.85	882.69	10.72	1.2
13	甲基毒死蜱	10.0	9.28	7.51	7.50	8.78	7.86	8.17	8.18	0.72	8.8
		100	97.67	91.45	86.93	93.32	82.23	89.14	90.12	5.33	5.9
		900	802.29	831.26	802.29	823.05	806.28	820.31	814.25	12.27	1.5
14	磷胺	10.0	9.28	7.42	7.50	9.56	7.78	8.07	8.27	0.93	11.2
		100	97.95	90.58	86.75	102.01	81.98	88.68	91.33	7.40	8.1

		900	804.29	823.05	800.30	898.05	803.29	815.28	824.04	37.25	4.5
15	甲基对硫磷	10.0	9.57	7.68	7.74	8.78	7.86	8.25	8.31	0.74	8.9
		100	100.95	92.79	89.04	93.61	82.80	90.23	91.57	5.98	6.5
		900	829.24	843.60	822.25	825.09	812.27	830.39	827.14	10.34	1.3
16	毒死蜱	10.0	10.26	8.28	8.30	9.37	8.60	8.90	8.95	0.76	8.5
		100	107.54	100.14	95.81	99.36	90.01	97.48	98.39	5.75	5.8
		900	883.12	910.38	884.12	875.45	882.12	896.91	888.69	12.72	1.4
17	杀螟硫磷	10.0	9.69	7.76	7.83	8.98	8.03	8.44	8.45	0.75	8.9
		100	101.83	94.22	90.45	95.57	84.45	92.07	93.10	5.77	6.2
		900	835.23	856.95	834.23	841.54	828.24	846.52	840.45	10.25	1.2
18	马拉硫磷	10.0	10.46	8.35	8.38	9.77	8.68	9.08	9.12	0.84	9.2
		100	109.47	101.67	97.04	103.67	91.57	99.04	100.41	6.10	6.1
		900	898.09	923.74	896.09	913.46	897.09	911.01	906.58	11.26	1.2
19	对硫磷	10.0	9.57	7.68	7.74	8.98	8.03	8.34	8.39	0.75	8.9
		100	100.86	93.64	89.83	95.26	84.20	91.25	92.51	5.59	6.0
		900	828.24	850.78	829.24	839.49	825.25	839.46	835.41	9.61	1.2
20	溴硫磷	10.0	9.10	7.33	7.50	8.78	7.62	7.98	8.05	0.73	9.0
		100	95.73	88.88	86.85	93.03	80.18	86.94	88.60	5.42	6.1
		900	785.34	807.63	801.29	818.94	786.33	799.15	799.78	12.81	1.6
21	甲基异柳磷	10.0	10.26	7.92	8.30	9.28	8.60	8.90	8.88	0.82	9.3
		100	107.84	96.31	95.54	98.70	90.09	96.94	97.57	5.81	6.0
		900	886.11	875.45	881.12	870.31	883.12	891.87	881.33	7.66	0.9
22	水胺硫磷	10.0	10.46	8.35	8.30	9.77	8.60	8.99	9.08	0.87	9.6
		100	109.96	101.20	96.41	104.16	90.75	98.87	100.22	6.59	6.6
		900	903.08	920.66	889.11	917.57	889.11	909.00	904.76	13.62	1.5
23	稻丰散	10.0	10.26	8.02	7.98	9.28	8.43	8.61	8.76	0.87	10.0
		100	108.12	97.56	92.11	98.50	88.62	94.92	96.64	6.69	6.9
		900	887.11	887.78	850.20	868.25	869.16	872.72	872.54	13.95	1.6
24	丙溴磷	10.0	10.17	8.44	8.22	9.56	8.75	8.90	9.01	0.73	8.1
		100	106.28	102.04	95.36	101.71	91.65	97.94	99.17	5.25	5.3
		900	872.15	927.85	880.13	896.00	898.09	900.94	895.86	19.31	2.2
25	苯线磷	10.0	8.90	7.33	7.27	8.39	7.78	8.07	7.96	0.63	7.9
		100	93.41	89.53	84.30	88.93	81.98	87.95	87.69	4.05	4.6
		900	766.37	814.82	777.35	783.99	803.29	809.23	792.51	19.39	2.4
26	三唑磷	10.0	46.49	44.93	43.42	47.15	46.09	42.19	45.05	1.92	4.3
		100	147.68	140.69	142.19	145.98	131.99	137.35	140.98	5.75	4.1
		900	962.03	911.45	955.05	965.91	899.17	913.76	934.56	29.59	3.2
27	蝇毒磷	10.0	10.26	8.11	8.14	9.67	8.50	8.90	8.93	0.87	9.8
		100	107.34	98.72	94.50	102.11	89.85	97.94	98.41	6.04	6.1
		900	881.12	898.05	872.15	899.08	880.13	900.94	888.58	12.24	1.4
28	敌百虫	10.0	5.15	4.01	5.13	5.65	5.14	5.52	5.10	0.58	11.3
		100	54.09	51.75	59.22	49.14	53.62	49.71	52.92	3.67	6.9
		900	531.08	505.29	558.48	527.11	525.60	556.16	533.95	20.20	3.8

表 A. 1-46 精密度测试数据（工业废水）

验证单位：天津市环境监测中心站

测试日期：2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准 偏差 (%)
			1	2	3	4	5	6			
		10.0	6.02	4.82	4.79	5.36	4.84	6.36	5.36	0.68	12.8

1	敌敌畏	100	53.07	49.75	57.00	47.34	51.10	58.58	52.81	4.32	8.2
		900	502.86	543.65	539.21	497.62	498.92	564.81	524.51	28.47	5.4
2	速灭磷	10.0	6.30	5.09	5.04	5.73	5.07	5.47	5.45	0.50	9.2
		100	66.57	63.88	59.87	61.68	53.50	60.64	61.02	4.41	7.2
		900	527.83	570.36	561.56	529.86	503.08	582.96	545.94	30.44	5.6
3	内吸磷	10.0	5.65	5.36	4.37	5.94	4.28	5.94	5.26	0.75	14.3
		100	60.86	58.12	55.93	53.74	48.36	56.81	55.64	4.28	7.7
		900	563.75	605.63	592.17	543.98	552.76	594.48	575.46	25.28	4.4
4	灭线磷	10.0	9.97	8.18	8.14	9.77	8.43	8.80	8.88	0.80	9.0
		100	105.22	98.91	94.30	103.07	88.38	95.93	97.64	6.14	6.3
		900	864.17	899.08	870.16	908.33	866.16	881.79	881.61	18.40	2.1
5	治螟磷	10.0	11.13	8.95	9.02	9.96	9.25	9.63	9.66	0.82	8.4
		100	117.41	108.56	104.06	105.42	96.89	105.19	106.26	6.70	6.3
		900	963.95	986.42	959.96	928.88	949.99	966.44	959.27	19.08	2.0
6	甲拌磷	10.0	10.26	8.28	8.30	9.67	8.34	8.72	8.93	0.84	9.4
		100	107.54	100.14	96.15	102.88	87.72	95.74	98.36	6.83	6.9
		900	883.12	910.38	887.11	906.28	860.18	880.78	887.98	18.36	2.1
7	特丁硫磷	10.0	10.26	7.85	7.90	9.17	8.26	8.90	8.73	0.92	10.6
		100	108.12	95.66	91.14	98.00	86.90	97.48	96.22	7.20	7.5
		900	887.11	870.31	841.21	863.12	852.19	896.91	868.47	20.96	2.4
8	二嗪磷	10.0	11.13	9.04	9.02	10.55	8.68	8.99	9.57	1.01	10.6
		100	116.84	109.51	104.24	112.26	91.57	98.67	105.51	9.30	8.8
		900	958.96	995.66	961.95	988.48	897.09	906.98	951.52	41.05	4.3
9	地虫硫磷	10.0	9.57	7.68	7.67	8.98	7.93	8.25	8.35	0.77	9.3
		100	100.57	92.89	88.60	95.46	83.47	90.61	91.93	5.87	6.4
		900	825.25	844.63	817.26	840.51	818.26	832.41	829.72	11.42	1.4
10	异稻瘟净	10.0	10.75	8.54	8.63	9.77	8.92	9.35	9.32	0.84	9.0
		100	112.87	103.68	99.58	103.96	93.36	102.07	102.59	6.37	6.2
		900	927.03	943.26	919.05	915.52	916.05	938.23	926.52	11.86	1.3
11	乐果	10.0	10.26	8.18	8.22	9.67	8.43	8.80	8.93	0.85	9.6
		100	107.54	98.91	94.75	102.88	88.86	96.21	98.19	6.52	6.6
		900	883.12	899.08	874.14	906.28	872.15	884.81	886.60	13.58	1.5
12	氯唑磷	10.0	10.17	8.11	8.22	9.56	8.50	8.80	8.89	0.81	9.1
		100	106.37	98.52	94.75	101.33	88.94	96.65	97.76	5.93	6.1
		900	873.15	896.00	874.14	891.88	872.15	888.85	882.69	10.72	1.2
13	甲基毒死蜱	10.0	9.28	7.51	7.50	8.78	7.86	8.17	8.18	0.72	8.8
		100	97.67	91.45	86.93	93.32	82.23	89.14	90.12	5.33	5.9
		900	802.29	831.26	802.29	823.05	806.28	820.31	814.25	12.27	1.5
14	磷胺	10.0	9.28	7.42	7.50	9.56	7.78	8.07	8.27	0.93	11.2
		100	97.95	90.58	86.75	102.01	81.98	88.68	91.33	7.40	8.1
		900	804.29	823.05	800.30	898.05	803.29	815.28	824.04	37.25	4.5
15	甲基对硫磷	10.0	9.57	7.68	7.74	8.78	7.86	8.25	8.31	0.74	8.9
		100	100.95	92.79	89.04	93.61	82.80	90.23	91.57	5.98	6.5
		900	829.24	843.60	822.25	825.09	812.27	830.39	827.14	10.34	1.3
16	毒死蜱	10.0	10.26	8.28	8.30	9.37	8.60	8.90	8.95	0.76	8.5
		100	107.54	100.14	95.81	99.36	90.01	97.48	98.39	5.75	5.8
		900	883.12	910.38	884.12	875.45	882.12	896.91	888.69	12.72	1.4
17	杀螟硫磷	10.0	9.69	7.76	7.83	8.98	8.03	8.44	8.45	0.75	8.9
		100	101.83	94.22	90.45	95.57	84.45	92.07	93.10	5.77	6.2

		900	835.23	856.95	834.23	841.54	828.24	846.52	840.45	10.25	1.2
18	马拉硫磷	10.0	10.46	8.35	8.38	9.77	8.68	9.08	9.12	0.84	9.2
		100	109.47	101.67	97.04	103.67	91.57	99.04	100.41	6.10	6.1
		900	898.09	923.74	896.09	913.46	897.09	911.01	906.58	11.26	1.2
19	对硫磷	10.0	9.57	7.68	7.74	8.98	8.03	8.34	8.39	0.75	8.9
		100	100.86	93.64	89.83	95.26	84.20	91.25	92.51	5.59	6.0
		900	828.24	850.78	829.24	839.49	825.25	839.46	835.41	9.61	1.2
20	溴硫磷	10.0	9.10	7.33	7.50	8.78	7.62	7.98	8.05	0.73	9.0
		100	95.73	88.88	86.85	93.03	80.18	86.94	88.60	5.42	6.1
		900	785.34	807.63	801.29	818.94	786.33	799.15	799.78	12.81	1.6
21	甲基异柳磷	10.0	10.26	7.92	8.30	9.28	8.60	8.90	8.88	0.82	9.3
		100	107.84	96.31	95.54	98.70	90.09	96.94	97.57	5.81	6.0
		900	886.11	875.45	881.12	870.31	883.12	891.87	881.33	7.66	0.9
22	水胺硫磷	10.0	10.46	8.35	8.30	9.77	8.60	8.99	9.08	0.87	9.6
		100	109.96	101.20	96.41	104.16	90.75	98.87	100.22	6.59	6.6
		900	903.08	920.66	889.11	917.57	889.11	909.00	904.76	13.62	1.5
23	稻丰散	10.0	10.26	8.02	7.98	9.28	8.43	8.61	8.76	0.87	10.0
		100	108.12	97.56	92.11	98.50	88.62	94.92	96.64	6.69	6.9
		900	887.11	887.78	850.20	868.25	869.16	872.72	872.54	13.95	1.6
24	丙溴磷	10.0	10.17	8.44	8.22	9.56	8.75	8.90	9.01	0.73	8.1
		100	106.28	102.04	95.36	101.71	91.65	97.94	99.17	5.25	5.3
		900	872.15	927.85	880.13	896.00	898.09	900.94	895.86	19.31	2.2
25	苯线磷	10.0	8.90	7.33	7.27	8.39	7.78	8.07	7.96	0.63	7.9
		100	93.41	89.53	84.30	88.93	81.98	87.95	87.69	4.05	4.6
		900	766.37	814.82	777.35	783.99	803.29	809.23	792.51	19.39	2.4
26	三唑磷	10.0	46.49	44.93	43.42	47.15	46.09	42.19	45.05	1.92	4.3
		100	147.68	140.69	142.19	145.98	131.99	137.35	140.98	5.75	4.1
		900	962.03	911.45	955.05	965.91	899.17	913.76	934.56	29.59	3.2
27	蝇毒磷	10.0	10.26	8.11	8.14	9.67	8.50	8.90	8.93	0.87	9.8
		100	107.34	98.72	94.50	102.11	89.85	97.94	98.41	6.04	6.1
		900	881.12	898.05	872.15	899.08	880.13	900.94	888.58	12.24	1.4
28	敌百虫	10.0	5.15	4.01	5.13	5.65	5.14	5.52	5.10	0.58	11.3
		100	54.09	51.75	59.22	49.14	53.62	49.71	52.92	3.67	6.9
		900	531.08	505.29	558.48	527.11	525.60	556.16	533.95	20.20	3.8

A. 1. 4 方法准确度测试数据

表 A. 1-47 地表水加标测试数据

验证单位: 鞍山市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回 收率 P
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	43.2
		加标样	0.48	0.47	0.41	0.40	0.42	0.43	0.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	63.2
		加标样	6.76	5.93	6.69	5.91	6.51	6.12	6.32		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	68.9
		加标样	64.41	59.36	63.83	59.75	64.51	59.95	61.97		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	51.1
		加标样	0.61	0.53	0.50	0.51	0.45	0.46	0.51		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	65.7
		加标样	7.03	6.16	6.96	6.22	6.76	6.31	6.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	71.6
		加标样	67.03	61.60	66.35	62.95	66.93	61.69	64.42		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	42.0
		加标样	0.45	0.38	0.48	0.43	0.40	0.40	0.42		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	69.4
		加标样	7.43	6.49	7.48	6.36	7.09	6.77	6.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	75.5
		加标样	70.81	64.89	71.20	64.21	70.23	66.35	67.95		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.1
		加标样	0.72	0.72	0.90	0.75	0.78	0.77	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.1
		加标样	9.61	8.44	9.50	8.72	9.20	8.62	9.01		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.2
		加标样	91.76	84.49	90.79	88.08	90.79	84.49	88.40		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.6
		加标样	0.71	0.72	0.74	0.65	0.84	0.76	0.74		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	98.2
		加标样	10.72	9.26	10.48	8.91	10.07	9.46	9.82		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	107.1
		加标样	102.92	93.02	99.91	89.73	99.91	93.02	96.42		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	65.2
		加标样	0.71	0.57	0.62	0.71	0.68	0.62	0.65		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.8
		加标样	9.83	8.56	9.69	8.70	9.12	8.60	9.08		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.9
		加标样	93.51	85.36	92.54	88.08	89.92	84.49	88.98		

7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.9	
		加标样	0.70	0.63	0.71	0.84	0.77	0.73			0.73
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.8
		加标样	9.87	8.18	9.19	8.27	9.03	8.76	8.88		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.7
		加标样	93.99	81.67	87.49	83.61	89.53	85.85	87.03		
8	二嗪 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.4	
		加标样	0.79	0.86	0.81	1.05	0.99	0.93			0.90
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.3
		加标样	10.67	9.34	10.51	9.49	9.52	8.88	9.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	106.1
		加标样	101.95	93.90	99.91	95.93	94.38	87.01	95.51		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.9	
		加标样	0.79	0.64	0.70	0.71	0.74	0.75			0.72
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.9
		加标样	9.19	7.92	8.92	8.06	8.68	8.15	8.49		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.5
		加标样	87.49	79.35	85.07	81.58	85.94	79.83	83.21		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.8	
		加标样	0.80	0.69	0.79	0.89	0.89	0.91			0.83
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.8
		加标样	10.31	8.86	10.03	8.78	9.72	9.18	9.48		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	103.2
		加标样	97.97	88.66	95.25	88.95	96.13	90.31	92.88		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.1	
		加标样	0.82	0.68	0.79	0.95	0.86	0.88			0.83
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样	9.83	8.44	9.54	8.69	9.24	8.65	9.07		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.7
		加标样	93.51	84.49	90.79	88.0	91.76	84.49	88.85		
12	氯唑 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.9	
		加标样	0.88	0.70	0.80	0.93	0.86	0.86			0.84
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样	9.72	8.41	9.54	8.57	9.25	8.69	9.03		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.4
		加标样	92.64	84.49	90.79	86.3	91.76	85.36	88.56		
13	甲基 毒死 蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.5	
		加标样	0.85	0.84	0.82	1.00	0.93	1.04			0.92
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.2
		加标样	8.92	7.81	8.76	7.89	8.55	8.02	8.32		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.7
		加标样	85.07	78.18	83.42	79.8	84.58	78.57	81.61		

14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	93.1	
		加标样	0.82	0.83	0.88	1.03	0.94	1.08			0.93
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.2
		加标样	8.94	7.73	8.74	8.61	8.52	7.98	8.42		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.8
		加标样	85.26	77.41	83.32	87.2	84.29	78.18	82.61		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.3	
		加标样	0.78	0.76	0.66	0.72	0.75	0.86			0.75
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.6
		加标样	9.22	7.92	8.97	7.92	8.61	8.12	8.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.1
		加标样	87.79	79.25	85.46	80.0	85.26	79.54	82.89		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	93.8	
		加标样	0.85	0.81	0.92	0.99	1.03	1.02			0.94
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.9
		加标样	9.83	8.56	9.65	8.39	9.36	8.76	9.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.9
		加标样	93.51	85.36	91.67	84.6	92.64	86.14	89.00		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.2	
		加标样	0.93	0.83	1.00	0.81	0.90	1.06			0.92
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.0
		加标样	9.29	8.05	9.11	8.07	8.79	8.27	8.60		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.7
		加标样	88.66	80.61	86.82	81.6	86.91	81.09	84.29		
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.4	
		加标样	0.90	0.75	0.85	0.96	0.99	0.91			0.89
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.7
		加标样	9.99	8.68	9.78	8.76	9.52	8.91	9.27		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.1
		加标样	95.35	87.01	93.51	88.9	94.38	87.01	91.03		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.0	
		加标样	0.91	0.82	0.93	0.81	0.89	1.03			0.90
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.4
		加标样	9.22	7.99	9.05	8.04	8.76	8.21	8.54		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.0
		加标样	87.69	79.93	86.14	81.3	86.72	80.41	83.71		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.0	
		加标样	0.84	0.80	0.90	0.92	0.95	0.99			0.90
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.8
		加标样	8.74	7.59	8.75	7.85	8.34	7.83	8.18		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.1
		加标样	83.23	75.95	83.42	79.4	82.55	76.63	80.20		

21	甲基 异柳 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.0	
		加标样	0.83	0.81	0.91	0.96	0.85	1.04			0.90
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样	9.86	8.22	9.62	8.35	9.37	8.73	9.03		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.1
		加标样	93.51	82.06	91.67	84.68	92.64	85.36	88.32		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.8	
		加标样	0.81	0.83	0.84	0.93	0.93	0.98			0.89
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.5
		加标样	10.05	8.64	9.71	8.80	9.43	8.89	9.25		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.6
		加标样	95.35	86.14	92.54	88.95	93.51	87.01	90.58		
23	稻丰 散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.7	
		加标样	0.85	0.77	0.74	0.81	0.87	0.99			0.84
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.3
		加标样	9.87	8.33	9.28	8.33	9.22	8.55	8.93		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.3
		加标样	94.38	83.71	88.17	83.81	91.76	83.71	87.59		
24	丙溴 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	97.0	
		加标样	1.04	0.95	0.81	0.93	1.01	1.09			0.97
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.6
		加标样	9.70	8.71	9.60	8.58	9.53	8.81	9.16		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.8
		加标样	92.64	87.01	91.67	87.20	94.38	86.14	89.84		
25	苯线 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.6	
		加标样	0.81	0.83	0.79	0.75	0.87	0.90			0.83
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.0
		加标样	8.54	7.65	8.49	7.52	8.52	7.92	8.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.3
		加标样	81.29	76.53	80.80	76.05	84.29	77.60	79.43		
26	三唑 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.6	
		加标样	0.71	0.72	0.81	0.82	0.88	0.95			0.82
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.0
		加标样	8.81	6.91	8.57	7.57	7.69	7.28	7.80		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.9
		加标样	83.91	69.16	81.58	76.53	76.15	71.10	76.40		
27	蝇毒 磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.2	
		加标样	0.70	0.72	0.86	0.75	0.81	0.91			0.79
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.9
		加标样	9.81	8.43	9.52	8.62	9.34	8.81	9.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.0

		加标样	93.51	84.49	90.79	87.20	92.64	86.14	89.13		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	37.8
		加标样	0.42	0.41	0.36	0.35	0.37	0.37	0.38		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	55.1
		加标样	5.91	5.17	5.84	5.15	5.67	5.34	5.51		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	60.1
		加标样	56.26	51.80	55.68	52.09	56.26	52.28	54.06		

表 A. 1-48 地下水加标测试数据

验证单位: 鞍山市环境监测中心站 测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 μ (μg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	42.6
		加标样品 1	0.47	0.46	0.40	0.39	0.41	0.42	0.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	61.9
		加标样品	6.62	5.81	6.56	5.79	6.38	6.00	6.19		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	67.5
		加标样品 3	63.12	58.17	62.55	58.56	63.22	58.75	60.73		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	49.8
		加标样品 1	0.60	0.52	0.49	0.50	0.44	0.45	0.50		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.4
		加标样品	6.89	6.04	6.82	6.10	6.62	6.18	6.44		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	70.2
		加标样品 3	65.69	60.37	65.02	61.69	65.59	60.46	63.14		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	41.5
		加标样品 1	0.44	0.37	0.47	0.42	0.39	0.39	0.41		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	68.0
		加标样品	7.28	6.36	7.33	6.23	6.95	6.63	6.80		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	74.0
		加标样品 3	69.39	63.59	69.78	62.93	68.83	65.02	66.59		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.8
		加标样品 1	0.71	0.71	0.88	0.74	0.76	0.75	0.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.3
		加标样品	9.42	8.27	9.31	8.55	9.02	8.45	8.83		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.3
		加标样品 3	89.92	82.80	88.97	86.32	88.97	82.80	86.63		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.2
		加标样品 1	0.70	0.71	0.73	0.64	0.82	0.74	0.72		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	96.2
		加标样品	10.51	9.07	10.27	8.73	9.87	9.27	9.62		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	105.0
		加标样品 3	100.86	91.16	97.91	87.94	97.91	91.16	94.49		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	63.9
		加标样品 1	0.70	0.56	0.61	0.70	0.67	0.61	0.70		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.0
		加标样品	9.63	8.39	9.50	8.53	8.94	8.43	9.63		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.9
		加标样品 3	91.64	83.65	90.69	86.32	88.12	82.80	91.64		
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.5
		加标样品 1	0.69	0.62	0.70	0.82	0.75	0.72	0.69		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.1
		加标样品	9.67	8.02	9.01	8.10	8.85	8.58	9.67		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.8
		加标样品 3	92.11	80.04	85.74	81.94	87.74	84.13	92.11		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.7
		加标样品 1	0.77	0.84	0.79	1.03	0.97	0.91	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.4
		加标样品	10.46	9.15	10.30	9.30	9.33	8.70	10.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	104.0
		加标样品 3	99.91	92.02	97.91	94.01	92.49	85.27	99.91		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.7
		加标样品 1	0.77	0.63	0.69	0.70	0.73	0.74	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.2
		加标样品	9.01	7.76	8.74	7.90	8.51	7.99	9.01		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.6
		加标样品 3	85.74	77.76	83.37	79.95	84.22	78.23	85.74		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.2
		加标样品 1	0.78	0.68	0.77	0.87	0.87	0.89	0.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品	10.10	8.68	9.83	8.60	9.53	9.00	10.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.1
		加标样品 3	96.01	86.89	93.35	87.17	94.21	88.50	96.01		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.3
		加标样品 1	0.80	0.67	0.77	0.93	0.84	0.86	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.8
		加标样品	9.63	8.27	9.35	8.52	9.06	8.48	8.88		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.8
		加标样品 3	91.64	82.80	88.97	86.32	89.92	82.80	87.08		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.2
		加标样品 1	0.86	0.69	0.78	0.91	0.84	0.84	0.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.5
		加标样品	9.53	8.24	9.35	8.40	9.07	8.52	8.85		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.4
		加标样品 3	90.79	82.80	88.97	84.60	89.92	83.65	86.79		
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.5
		加标样品 1	0.83	0.82	0.80	0.98	0.91	1.02	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.6
		加标样品	8.74	7.65	8.58	7.73	8.38	7.86	8.16		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.9
		加标样品 3	83.37	76.62	81.75	78.23	82.89	77.00	79.98		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.1
		加标样品 1	0.80	0.81	0.86	1.01	0.92	1.06	0.91		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.5
		加标样品	8.76	7.58	8.57	8.44	8.35	7.82	8.25		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.0
		加标样品 3	83.55	75.86	81.65	85.46	82.60	76.62	80.96		
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	74.0
		加标样品 1	0.76	0.74	0.65	0.71	0.74	0.84	0.74		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9
		加标样品	9.04	7.76	8.79	7.76	8.44	7.96	8.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.3
		加标样品 3	86.03	77.67	83.75	78.43	83.55	77.95	81.23		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.8
		加标样品 1	0.83	0.79	0.90	0.97	1.01	1.00	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.1
		加标样品	9.63	8.39	9.46	8.22	9.17	8.58	8.91		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.9
		加标样品 3	91.64	83.65	89.84	82.99	90.79	84.42	87.22		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.3
		加标样品 1	0.91	0.81	0.98	0.79	0.88	1.04	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.2
		加标样品	9.10	7.89	8.93	7.91	8.61	8.10	8.42		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.8
		加标样品 3	86.89	79.00	85.08	80.04	85.17	79.47	82.61		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.5
		加标样品 1	0.88	0.74	0.83	0.94	0.97	0.89	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.9
		加标样品	9.79	8.51	9.58	8.58	9.33	8.73	9.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.1
		加标样品 3	93.44	85.27	91.64	87.17	92.49	85.27	89.21		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.0
		加标样品 1	0.89	0.80	0.91	0.79	0.87	1.01	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.7
		加标样品	9.04	7.83	8.87	7.88	8.58	8.05	8.37		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.2
		加标样品 3	85.94	78.33	84.42	79.75	84.99	78.80	82.04		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.2
		加标样品 1	0.82	0.78	0.88	0.90	0.93	0.97	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.2
		加标样品	8.57	7.44	8.58	7.69	8.17	7.67	8.02		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.3
		加标样品 3	81.57	74.43	81.75	77.85	80.90	75.10	78.60		
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.2
		加标样品 1	0.81	0.79	0.89	0.94	0.83	1.02	0.88		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4
		加标样品	9.66	8.06	9.43	8.18	9.18	8.56	8.84		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.2
		加标样品 3	91.64	80.42	89.84	82.99	90.79	83.65	86.55		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.9
		加标样品 1	0.79	0.81	0.82	0.91	0.91	0.96	0.87		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样品	9.85	8.47	9.52	8.62	9.24	8.71	9.07		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.6
		加标样品 3	93.44	84.42	90.69	87.17	91.64	85.27	88.77		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.2
		加标样品 1	0.83	0.75	0.73	0.79	0.85	0.97	0.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.5
		加标样品	9.67	8.16	9.09	8.16	9.04	8.38	8.75		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.4
		加标样品 3	92.49	82.04	86.41	82.13	89.92	82.04	85.84		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	95.2
		加标样品 1	1.02	0.93	0.79	0.91	0.99	1.07	0.95		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.7
		加标样品	9.51	8.54	9.41	8.41	9.34	8.63	8.97		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.8
		加标样品 3	90.79	85.27	89.84	85.46	92.49	84.42	88.04		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.9
		加标样品 1	0.79	0.81	0.77	0.74	0.85	0.88	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.4
		加标样品	8.37	7.50	8.32	7.37	8.35	7.76	7.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.5
		加标样品 3	79.66	75.00	79.18	74.53	82.60	76.05	77.84		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.1
		加标样品 1	0.69	0.70	0.79	0.80	0.85	0.92	0.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.7
		加标样品	8.55	6.70	8.31	7.34	7.46	7.06	7.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	82.3
		加标样品 3	81.39	67.09	79.13	74.23	73.87	68.97	74.11		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.8
		加标样品 1	0.68	0.70	0.83	0.73	0.79	0.88	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.2
		加标样品	9.52	8.18	9.23	8.36	9.06	8.55	8.82		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.1
		加标样品 3	90.70	81.96	88.07	84.58	89.86	83.56	86.45		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	36.9
		加标样品 1	0.41	0.40	0.35	0.34	0.36	0.36	0.37		

	样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.5
		加标样品	5.73	5.01	5.66	5.00	5.50	5.18		
	样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	58.3
		加标样品 3	54.57	50.25	54.01	50.53	54.57	50.71		

表 A. 1-49 生活污水加标测试数据

验证单位: 鞍山市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.4
		加标样品 1	6.29	4.73	4.93	5.56	5.17	5.38	5.34		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	69.8
		加标样品	76.43	69.63	68.50	70.04	64.58	69.53	69.78		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	70.0
		加标样品 3	627.27	632.42	632.42	616.97	633.45	639.63	630.36		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	56.1
		加标样品 1	6.59	4.98	5.18	5.95	5.42	5.56	5.61		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	72.6
		加标样品	79.52	72.41	71.38	73.85	67.16	71.59	72.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	72.9
		加标样品 3	653.02	658.17	658.17	649.93	658.17	658.17	655.94		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	59.5
		加标样品 1	6.99	5.24	5.59	6.15	5.67	6.03	5.95		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	67.2
		加标样品	73.65	66.85	67.47	65.71	61.70	67.77	67.19		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	76.9
		加标样品 3	690.10	692.16	707.61	664.35	690.10	707.61	691.99		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样品 1	10.29	8.21	8.40	9.79	8.70	9.00	9.07		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.6
		加标样品	108.56	99.19	97.34	103.31	91.26	98.06	99.62		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100
		加标样品 3	891.98	901.25	898.16	910.52	894.04	901.25	899.53		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	98.6
		加标样品 1	11.49	8.98	9.31	9.98	9.55	9.85	9.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	108.5
		加标样品	121.23	108.87	107.43	105.68	100.01	107.53	108.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	109
		加标样品 3	994.98	988.80	990.86	931.12	980.56	987.77	979.02		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.1
		加标样品 1	10.59	8.29	8.57	9.69	8.61	8.91	9.11		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.4

		加标样品	111.03	100.43	99.29	103.10	90.54	97.85	100.37			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101	
		加标样品 3	911.55	912.58	915.67	908.46	887.86	900.22	906.06			
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.1	
		加标样品 1	10.59	7.87	8.16	9.20	8.53	9.09	8.91			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.2
		加标样品	111.65	95.89	94.04	98.26	89.71	99.60	98.19			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.4
		加标样品 3	915.67	872.41	868.29	865.20	879.62	916.70	886.32			
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.6	
		加标样品 1	11.49	9.06	9.31	10.57	8.95	9.19	9.76			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	107.7
		加标样品	120.61	109.80	107.64	112.58	94.55	100.84	107.67			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	107
		加标样品 3	989.83	998.07	992.92	990.86	925.97	927.00	970.78			
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.2	
		加标样品 1	9.89	7.69	7.91	9.00	8.19	8.44	8.52			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.8
		加标样品	103.82	93.11	91.46	95.69	86.11	92.60	93.80			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.1
		加标样品 3	851.81	846.66	843.57	842.54	844.60	850.78	846.66			
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.2	
		加标样品 1	11.09	8.55	8.90	9.79	9.21	9.56	9.52			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	104.7
		加标样品	116.49	103.93	102.79	104.24	96.41	104.34	104.70			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	105
		加标样品 3	956.87	945.54	948.63	917.73	945.54	958.93	945.54			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.1	
		加标样品 1	10.59	8.21	8.49	9.69	8.70	9.00	9.11			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.2
		加标样品	111.03	99.19	97.85	103.10	91.77	98.37	100.22			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101
		加标样品 3	911.55	901.25	902.28	908.46	900.22	904.34	904.68			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.8	
		加标样品 1	10.50	8.13	8.49	9.59	8.79	9.00	9.08			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.8
		加标样品	109.80	98.78	97.85	101.56	91.77	98.78	99.76			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100
		加标样品 3	901.25	898.16	902.28	894.04	900.22	908.46	900.74			
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.5	
		加标样品 1	9.59	7.52	7.75	8.81	8.11	8.34	8.35			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.0

		加标样品	100.84	91.67	89.71	93.52	84.87	91.16	91.96		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.3
		加标样品 3	828.12	833.27	828.12	825.03	832.24	838.42	830.87		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.4
		加标样品 1	9.59	7.44	7.75	9.59	8.02	8.25	8.44		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.2
		加标样品	101.15	90.85	89.51	102.28	84.67	90.64	93.18		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.4
		加标样品 3	830.18	825.03	826.06	900.22	829.15	833.27	840.65		
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.9
		加标样品 1	9.89	7.69	7.99	8.81	8.11	8.44	8.49		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.4
		加标样品	104.24	93.01	91.88	93.83	85.49	92.19	93.44		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.8
		加标样品 3	855.93	845.63	848.72	827.09	838.42	848.72	844.09		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.3
		加标样品 1	10.59	8.29	8.57	9.39	8.87	9.09	9.13		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.4
		加标样品	111.03	100.43	98.88	99.60	92.91	99.60	100.41		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.7
		加标样品 3	911.55	912.58	912.58	877.56	910.52	916.70	906.92		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.2
		加标样品 1	9.99	7.78	8.08	9.00	8.28	8.62	8.62		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.0
		加标样品	105.06	94.45	93.32	95.79	87.14	94.14	94.98		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	95.8
		加标样品 3	862.11	859.02	861.08	843.57	854.90	865.20	857.65		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.1
		加标样品 1	10.79	8.37	8.65	9.79	8.95	9.28	9.31		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	102.5
		加标样品	112.99	101.97	100.12	103.93	94.55	101.25	102.47		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	102.5
		加标样品 3	927.00	925.97	924.94	915.67	925.97	931.12	925.11		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.6
		加标样品 1	9.89	7.69	7.99	9.00	8.28	8.53	8.56		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	94.4
		加标样品	104.13	93.83	92.70	95.48	86.93	93.32	94.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	95.2
		加标样品 3	854.90	852.84	855.93	841.51	851.81	857.99	852.50		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.2
		加标样品 1	9.39	7.35	7.75	8.81	7.86	8.16	8.22		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.4

		加标样品	98.78	89.10	89.61	93.22	82.81	88.89	90.40			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.7	
		加标样品 3	810.61	809.58	827.09	820.91	811.64	816.79	816.10			
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.6	
		加标样品 1	10.59	7.95	8.57	9.30	8.87	9.09	9.06			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.6
		加标样品	111.34	96.51	98.57	98.98	93.01	99.09	99.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.9
		加标样品 3	914.64	877.56	909.49	872.41	911.55	911.55	899.53			
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.6	
		加标样品 1	10.79	8.37	8.57	9.79	8.87	9.19	9.26			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	102.3
		加标样品	113.51	101.46	99.50	104.44	93.63	101.04	102.26			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	102.6
		加标样品 3	932.15	922.88	917.73	919.79	917.73	929.06	923.22			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.5	
		加标样品 1	10.59	8.03	8.24	9.30	8.70	8.81	8.95			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.6
		加标样品	111.65	97.85	95.07	98.78	91.46	97.03	98.64			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.9
		加标样品 3	915.67	889.92	877.56	870.35	897.13	891.98	890.44			
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.9	
		加标样品 1	10.50	8.47	8.49	9.59	9.03	9.09	9.19			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.2
		加标样品	109.70	102.28	98.47	101.97	94.55	100.12	101.18			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.6
		加标样品 3	900.22	930.09	908.46	898.16	927.00	920.82	914.13			
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.2	
		加标样品 1	9.19	7.35	7.50	8.42	8.02	8.25	8.12			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.5
		加标样品	96.41	89.71	87.04	89.20	84.67	89.92	89.49			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.9
		加标样品 3	791.04	816.79	802.37	785.89	829.15	827.09	808.72			
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.3	
		加标样品 1	9.81	8.95	9.72	9.17	9.38	8.37	9.23			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	107.1
		加标样品	115.26	104.96	109.59	110.21	99.09	103.62	107.12			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.9
		加标样品 3	955.84	877.56	948.63	932.15	890.95	897.13	917.04			
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.2	
		加标样品 1	10.59	8.13	8.40	9.69	8.79	9.09	9.12			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.0

		加标样品	96.51	98.98	97.54	102.38	92.70	100.12	98.04			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.7	
		加标样品 3	909.49	900.22	900.22	901.25	908.46	920.82	906.74			
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	45.4	
		加标样品 1	5.40	3.95	4.19	4.78	4.41	4.53	4.54			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.9
		加标样品	66.64	60.77	59.95	61.08	56.44	60.67	60.92			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	61.1
		加标样品 3	547.96	552.08	552.08	538.69	553.11	557.23	550.19			

表 A. 1-50 工业废水加标测试数据

验证单位：鞍山市环境监测中心站

测试日期：2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	58.4
		加标样品 1	6.71	5.27	5.46	6.04	5.68	5.87	5.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	64.2
		加标样品	70.32	64.06	63.02	64.44	59.41	63.97	64.20		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	64.4
		加标样品 3	577.09	581.83	581.83	567.61	582.77	588.46	579.93		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	50.8
		加标样品 1	5.98	4.50	4.69	5.39	4.91	5.04	5.08		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	66.8
		加标样品	73.16	66.62	65.67	67.94	61.79	65.86	66.84		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	67.1
		加标样品 3	600.78	605.52	605.52	597.94	605.52	605.52	603.46		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.9
		加标样品 1	6.35	4.74	5.06	5.58	5.14	5.47	5.39		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	61.8
		加标样品	67.76	61.50	62.07	60.45	56.76	62.35	61.82		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	70.7
		加标样品 3	634.89	636.79	651.00	611.20	634.89	651.00	636.63		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.4
		加标样品 1	9.47	7.55	7.73	9.01	8.00	8.28	8.34		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.7
		加标样品	99.88	91.25	89.55	95.05	83.96	90.22	91.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.0
		加标样品 3	820.62	829.15	826.31	837.68	822.52	829.15	827.57		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样品 1	10.57	8.26	8.57	9.18	8.79	9.06	9.07		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.8
		加标样品	111.53	100.16	98.84	97.23	92.01	98.93	99.78		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.1
		加标样品 3	915.38	909.70	911.59	856.63	902.12	908.75	900.69		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.8
		加标样品 1	9.74	7.63	7.88	8.91	7.92	8.20	8.38		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.3
		加标样品	102.15	92.40	91.35	94.85	83.30	90.02	92.34		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.6
		加标样品 3	838.63	839.57	842.42	835.78	816.83	828.20	833.57		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.9
		加标样品 1	9.74	7.24	7.51	8.46	7.85	8.36	8.19		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.3
		加标样品	102.72	88.22	86.52	90.40	82.53	91.63	90.34		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.6
		加标样品 3	842.42	802.62	798.83	795.98	809.25	843.36	815.41		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.8
		加标样品 1	10.57	8.34	8.57	9.72	8.23	8.45	8.98		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.1
		加标样品	110.96	101.02	99.03	103.57	86.99	92.77	99.06		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.2
		加标样品 3	910.64	918.22	913.49	911.59	851.89	852.84	893.11		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.4
		加标样品 1	9.10	7.07	7.28	8.28	7.53	7.76	7.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.3
		加标样品	95.51	85.66	84.14	88.03	79.22	85.19	86.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.5
		加标样品 3	783.67	778.93	776.08	775.14	777.03	782.72	778.93		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.6
		加标样品 1	10.20	7.87	8.19	9.01	8.47	8.80	8.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.3
		加标样品	107.17	95.62	94.57	95.90	88.70	95.99	96.32		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	96.7
		加标样品 3	880.32	869.90	872.74	844.31	869.90	882.22	869.90		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.8
		加标样品 1	9.74	7.55	7.81	8.91	8.00	8.28	8.38		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.2
		加标样品	102.15	91.25	90.02	94.85	84.43	90.50	92.20		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.5
		加标样品 3	838.63	829.15	830.10	835.78	828.20	831.99	832.31		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.6
		加标样品 1	9.66	7.48	7.81	8.82	8.09	8.28	8.36		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.8
		加标样品	101.02	90.88	90.02	93.44	84.43	90.88	91.78		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.1
		加标样品 3	829.15	826.31	830.10	822.52	828.20	835.78	828.68		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.9
		加标样品 1	8.82	6.92	7.13	8.11	7.46	7.67	7.69		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.6
		加标样品	92.77	84.34	82.53	86.04	78.08	83.87	84.60		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.9
		加标样品 3	761.87	766.61	761.87	759.03	765.66	771.35	764.40		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.6
		加标样品 1	8.82	6.84	7.13	8.82	7.38	7.59	7.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.7
		加标样品	93.06	83.58	82.35	94.10	77.90	83.39	85.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.9
		加标样品 3	763.77	759.03	759.98	828.20	762.82	766.61	773.40		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.1
		加标样品 1	9.10	7.07	7.35	8.11	7.46	7.76	7.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.0
		加标样品	95.90	85.57	84.53	86.32	78.65	84.81	85.96		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.3
		加标样品 3	787.46	777.98	780.82	760.92	771.35	780.82	776.56		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.0
		加标样品 1	9.74	7.63	7.88	8.64	8.16	8.36	8.40		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.4
		加标样品	102.15	92.40	90.97	91.63	85.48	91.63	92.38		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.7
		加标样品 3	838.63	839.57	839.57	807.36	837.68	843.36	834.36		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.4
		加标样品 1	9.19	7.16	7.43	8.28	7.62	7.93	7.94		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	87.4
		加标样品	96.66	86.89	85.85	88.13	80.17	86.61	87.38		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	87.7
		加标样品 3	793.14	790.30	792.19	776.08	786.51	795.98	789.03		
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.6
		加标样品 1	9.93	7.70	7.96	9.01	8.23	8.54	8.56		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	94.3
		加标样品	103.95	93.81	92.11	95.62	86.99	93.15	94.27		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.6
		加标样品 3	852.84	851.89	850.94	842.42	851.89	856.63	851.10		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.8
		加标样品 1	9.10	7.07	7.35	8.28	7.62	7.85	7.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.8
		加标样品	95.80	86.32	85.28	87.84	79.98	85.85	86.85		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	87.1
		加标样品 3	786.51	784.61	787.46	774.19	783.67	789.35	784.30		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.6
		加标样品 1	8.64	6.76	7.13	8.11	7.23	7.51	7.56		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.2
		加标样品	90.88	81.97	82.44	85.76	76.19	81.78	83.17		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	83.4
		加标样品 3	745.76	744.81	760.92	755.24	746.71	751.45	750.82		
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.4
		加标样品 1	9.74	7.31	7.88	8.56	8.16	8.36	8.34		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.6
		加标样品	102.43	88.79	90.68	91.06	85.57	91.16	91.62		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.0
		加标样品 3	841.47	807.36	836.73	802.62	838.63	838.63	827.57		
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.2
		加标样品 1	9.93	7.70	7.88	9.01	8.16	8.45	8.52		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	94.1
		加标样品	104.43	93.34	91.54	96.08	86.14	92.96	94.08		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.4
		加标样品 3	857.58	849.05	844.31	846.21	844.31	854.74	849.37		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.3
		加标样品 1	9.74	7.39	7.58	8.56	8.00	8.11	8.23		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.7
		加标样品	102.72	90.02	87.46	90.88	84.14	89.27	90.75		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.0
		加标样品 3	842.42	818.73	807.36	800.72	825.36	820.62	819.20		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.6
		加标样品 1	9.66	7.79	7.81	8.82	8.31	8.36	8.46		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.1
		加标样品	100.92	94.10	90.59	93.81	86.99	92.11	93.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.4
		加标样品 3	828.20	855.68	835.78	826.31	852.84	847.15	841.00		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	74.7
		加标样品 1	8.45	6.76	6.90	7.75	7.38	7.59	7.47		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	82.3
		加标样品	88.70	82.53	80.08	82.06	77.90	82.73	82.33		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.7
		加标样品 3	727.76	751.45	738.18	723.02	762.82	760.92	744.02		
26	三唑磷	样品 1	35.2	34.1	37.8	33.1	35.2	37.7	35.52	10.0	92.3
		加标样品 1	45.01	43.05	47.52	42.27	44.58	46.07	44.75		
		样品 2	35.2	34.1	37.8	33.1	35.2	37.7	35.52	100	107.1
		加标样品	150.46	139.06	147.39	143.31	134.29	141.32	142.64		

		样品 3	35.2	34.1	37.8	33.1	35.2	37.7	35.52	900	101.9
		加标样品 3	991.04	911.66	986.43	965.25	926.15	934.83	952.56		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.9
		加标样品 1	10.91	8.37	8.65	9.98	9.05	9.36	9.39		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.0
		加标样品	99.41	101.95	100.47	105.45	95.48	103.12	100.98		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	103.8
		加标样品 3	936.77	927.23	927.23	928.29	935.71	948.44	933.95		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	47.1
		加标样品 1	5.59	4.10	4.35	4.95	4.57	4.70	4.71		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	62.8
		加标样品	68.64	62.59	61.75	62.91	58.13	62.49	62.75		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	63.0
		加标样品 3	564.40	568.64	568.64	554.85	569.70	573.95	566.70		

表 A. 1-51 地表水加标测试数据

验证单位: 沈阳市环境监测中心站

测试日期: 2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	43.0
		加标样品 1	0.50	0.47	0.43	0.42	0.36	0.39	0.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	61.5
		加标样品	7.08	5.86	6.80	6.09	5.58	5.51	6.15		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	67.0
		加标样品 3	67.46	58.71	64.90	61.49	55.26	54.07	60.31		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	59.2
		加标样品 1	0.74	0.62	0.60	0.62	0.47	0.51	0.59		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.0
		加标样品	7.36	6.10	7.07	6.41	5.79	5.69	6.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	69.7
		加标样品 3	70.20	60.92	67.45	64.78	57.34	55.64	62.72		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	41.6
		加标样品 1	0.47	0.38	0.49	0.45	0.34	0.36	0.42		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	67.5
		加标样品	7.78	6.43	7.60	6.54	6.07	6.10	6.75		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	73.5
		加标样品 3	74.16	64.18	72.39	66.08	60.16	59.84	66.14		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.3
		加标样品 1	0.75	0.71	0.92	0.78	0.68	0.70	0.75		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.9
		加标样品	10.07	8.35	9.66	8.98	7.89	7.78	8.79		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.7

		加标样品 3	96.11	83.57	92.30	90.63	77.77	76.20	86.10		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.3
		加标样品 1	0.74	0.71	0.76	0.67	0.72	0.69	0.71		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.6
		加标样品	11.22	9.16	10.65	9.17	8.63	8.53	9.56		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	104.3
		加标样品 3	107.79	92.01	101.59	92.33	85.59	83.90	93.87		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	63.1
		加标样品 1	0.74	0.56	0.62	0.73	0.58	0.56	0.63		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.6
		加标样品	10.30	8.47	9.85	8.96	7.81	7.76	8.86		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.4
		加标样品 3	97.93	84.43	94.09	90.63	77.04	76.20	86.72		
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.0
		加标样品 1	0.74	0.62	0.73	0.86	0.67	0.66	0.71		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5
		加标样品	10.34	8.09	9.35	8.51	7.74	7.90	8.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.1
		加标样品 3	98.44	80.78	88.95	86.03	76.69	77.44	84.72		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.6
		加标样品 1	0.83	0.84	0.82	1.08	0.84	0.84	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.1
		加标样品	11.18	9.24	10.69	9.76	8.15	8.01	9.51		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	103.6
		加标样品 3	106.77	92.88	101.59	98.72	80.85	78.48	93.21		
9	地虫硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.4
		加标样品 1	0.83	0.63	0.72	0.73	0.64	0.68	0.70		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7
		加标样品	9.63	7.83	9.07	8.29	7.44	7.35	8.27		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.0
		加标样品 3	91.64	78.49	86.50	83.94	73.62	72.00	81.03		
10	异稻瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.4
		加标样品 1	0.84	0.68	0.80	0.92	0.76	0.82	0.80		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.3
		加标样品	10.79	8.76	10.20	9.04	8.33	8.28	9.23		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.5
		加标样品 3	102.61	87.69	96.84	91.52	82.36	81.45	90.41		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.7
		加标样品 1	0.86	0.67	0.80	0.98	0.74	0.80	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4
		加标样品	10.30	8.35	9.70	8.95	7.91	7.81	8.84		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.2

		加标样品 3	97.93	83.57	92.30	90.63	78.62	76.20	86.54			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.6	
		加标样品 1	0.92	0.69	0.81	0.96	0.74	0.78	0.82			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.9
		加标样品	10.17	8.32	9.70	8.81	7.92	7.84	8.79			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.8
		加标样品 3	97.03	83.57	92.30	88.83	78.62	76.98	86.22			
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.5	
		加标样品 1	0.89	0.82	0.83	1.03	0.79	0.94	0.89			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.1
		加标样品	9.33	7.73	8.90	8.12	7.32	7.23	8.11			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.3
		加标样品 3	89.10	77.32	84.81	82.14	72.46	70.86	79.45			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.4	
		加标样品 1	0.86	0.82	0.89	1.06	0.80	0.98	0.90			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.1
		加标样品	9.36	7.65	8.89	8.85	7.29	7.20	8.21			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.5
		加标样品 3	89.30	76.57	84.71	89.73	72.22	70.51	80.51			
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.4	
		加标样品 1	0.82	0.75	0.67	0.74	0.65	0.78	0.73			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.4
		加标样品	9.66	7.83	9.12	8.15	7.38	7.32	8.24			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.7
		加标样品 3	91.95	78.38	86.88	82.34	73.04	71.74	80.72			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.7	
		加标样品 1	0.89	0.80	0.93	1.02	0.88	0.92	0.91			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.5
		加标样品	10.30	8.47	9.81	8.64	8.02	7.90	8.85			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.3
		加标样品 3	97.93	84.43	93.20	87.14	79.37	77.69	86.63			
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.5	
		加标样品 1	0.97	0.82	1.02	0.83	0.77	0.96	0.89			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.7
		加标样品	9.73	7.96	9.26	8.30	7.53	7.46	8.37			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.2
		加标样品 3	92.86	79.73	88.26	84.04	74.46	73.14	82.08			
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.7	
		加标样品 1	0.95	0.74	0.86	0.99	0.84	0.82	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样品	10.46	8.59	9.94	9.02	8.15	8.03	9.03			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.5

		加标样品 3	99.87	86.07	95.08	91.52	80.85	78.48	88.64			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.9	
		加标样品 1	0.95	0.81	0.94	0.83	0.76	0.93	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.2
		加标样品	9.66	7.90	9.20	8.27	7.51	7.40	8.32			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.6
		加标样品 3	91.85	79.05	87.58	83.74	74.29	72.53	81.51			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.4	
		加标样品 1	0.88	0.79	0.92	0.95	0.81	0.89	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.7
		加标样品	9.16	7.51	8.90	8.08	7.14	7.06	7.97			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.8
		加标样品 3	87.17	75.12	84.81	81.74	70.72	69.11	78.11			
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.6	
		加标样品 1	0.87	0.80	0.93	0.99	0.73	0.94	0.88			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.9
		加标样品	10.33	8.13	9.78	8.59	8.03	7.87	8.79			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.5
		加标样品 3	97.93	81.16	93.20	87.14	79.37	76.98	85.97			
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.0	
		加标样品 1	0.85	0.82	0.85	0.96	0.79	0.88	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.2
		加标样品	10.53	8.55	9.88	9.06	8.08	8.02	9.02			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.0
		加标样品 3	99.87	85.20	94.09	91.52	80.11	78.48	88.21			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.2	
		加标样品 1	0.89	0.76	0.76	0.83	0.74	0.89	0.81			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.0
		加标样品	10.34	8.24	9.43	8.57	7.90	7.71	8.70			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.8
		加标样品 3	98.85	82.80	89.65	86.24	78.62	75.50	85.28			
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	94.4	
		加标样品 1	1.09	0.94	0.82	0.96	0.86	0.99	0.94			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.1
		加标样品	10.16	8.62	9.76	8.82	8.16	7.95	8.91			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.1
		加标样品 3	97.03	86.07	93.20	89.73	80.85	77.69	87.43			
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.2	
		加标样品 1	0.85	0.82	0.80	0.78	0.74	0.82	0.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.9
		加标样品	8.95	7.57	8.63	7.74	7.29	7.14	7.89			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	85.8

		加标样品 3	85.14	75.69	82.15	78.25	72.22	69.99	77.24		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.6
		加标样品 1	0.74	0.71	0.82	0.84	0.75	0.86	0.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.2
		加标样品	9.23	6.83	8.72	7.78	6.59	6.57	7.62		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	82.8
		加标样品 3	87.89	68.41	82.95	78.74	65.24	64.14	74.56		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.8
		加标样品 1	0.74	0.71	0.87	0.78	0.70	0.82	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.5
		加标样品	10.28	8.34	9.68	8.86	8.01	7.95	8.85		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.4
		加标样品 3	97.93	83.57	92.30	89.73	79.37	77.69	86.77		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	37.0
		加标样品 1	0.44	0.41	0.36	0.36	0.31	0.33	0.37		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.7
		加标样品	6.18	5.11	5.94	5.30	4.85	4.82	5.37		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	58.5
		加标样品 3	58.93	51.24	56.61	53.59	48.20	47.16	52.62		

表 A. 1-52 地下水加标测试数据

验证单位：沈阳市环境监测中心站
测试日期：2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	42.0	
		加标样品 1	0.49	0.46	0.42	0.41	0.35	0.38			0.42
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	60.3	
		加标样品	6.93	5.75	6.68	5.96	5.46	5.41			6.03
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	65.7	
		加标样品 3	66.11	57.54	63.60	60.25	54.15	52.98			59.11
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	58.4	
		加标样品 1	0.74	0.61	0.59	0.61	0.46	0.49			0.58
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	62.8	
		加标样品	7.22	5.97	6.94	6.27	5.67	5.58			6.28
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	68.3	
		加标样品 3	68.81	59.71	66.10	63.48	56.19	54.53			61.47
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	40.6	
		加标样品 1	0.46	0.37	0.48	0.44	0.33	0.35			0.41
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	66.2	
		加标样品	7.63	6.29	7.46	6.42	5.95	5.98			6.62
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	72.0	
		加标样品 3	72.68	62.89	70.94	64.76	58.97	58.64			64.81

4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.8	
		加标样品 1	0.74	0.70	0.89	0.77	0.66	0.68	0.74			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.1
		加标样品	9.87	8.18	9.46	8.79	7.73	7.63	8.61			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.8
加标样品 3	94.17	81.91	90.46	88.82	76.22	74.68	84.38					
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.2	
		加标样品 1	0.74	0.70	0.75	0.66	0.70	0.67	0.70			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.7
		加标样品	11.00	8.97	10.44	8.99	8.46	8.36	9.37			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	102.2
加标样品 3	105.64	90.18	99.55	90.49	83.89	82.21	91.99					
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	62.4	
		加标样品 1	0.74	0.55	0.61	0.72	0.57	0.56	0.62			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.8
		加标样品	10.09	8.30	9.66	8.77	7.65	7.61	8.68			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.4
加标样品 3	95.98	82.74	92.21	88.82	75.49	74.68	84.99					
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.7	
		加标样品 1	0.72	0.61	0.72	0.84	0.65	0.65	0.70			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8
		加标样品	10.13	7.93	9.16	8.33	7.59	7.74	8.48			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.3
加标样品 3	96.47	79.17	87.17	84.31	75.17	75.87	83.03					
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.8	
		加标样品 1	0.81	0.82	0.80	1.06	0.83	0.82	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.2
		加标样品	10.96	9.05	10.47	9.57	8.00	7.85	9.32			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.5
加标样品 3	104.64	91.02	99.55	96.74	79.24	76.91	91.35					
9	地虫硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.2	
		加标样品 1	0.81	0.62	0.71	0.72	0.63	0.67	0.69			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.0
		加标样品	9.44	7.67	8.89	8.13	7.29	7.20	8.10			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.2
加标样品 3	89.80	76.92	84.76	82.27	72.15	70.56	79.41					
10	异稻瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.5	
		加标样品 1	0.82	0.67	0.78	0.89	0.74	0.81	0.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.5
		加标样品	10.58	8.59	9.99	8.84	8.16	8.12	9.05			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.5
加标样品 3	100.56	85.94	94.91	89.70	80.71	79.83	88.61					

11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.9	
		加标样品 1	0.84	0.66	0.78	0.96	0.72	0.78	0.79			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.6
		加标样品	10.09	8.18	9.51	8.76	7.76	7.66	8.66			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.2
		加标样品 3	95.98	81.91	90.46	88.82	77.04	74.68	84.81			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.7	
		加标样品 1	0.90	0.68	0.79	0.94	0.72	0.76	0.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.2
		加标样品	9.98	8.15	9.51	8.65	7.77	7.68	8.62			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.9
		加标样品 3	95.09	81.91	90.46	87.05	77.04	75.45	84.50			
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.8	
		加标样品 1	0.87	0.81	0.81	1.01	0.78	0.92	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.5
		加标样品	9.16	7.57	8.73	7.96	7.17	7.09	7.95			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.5
		加标样品 3	87.32	75.79	83.12	80.50	71.01	69.45	77.86			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.5	
		加标样品 1	0.84	0.80	0.87	1.04	0.79	0.96	0.89			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.5
		加标样品	9.18	7.50	8.72	8.69	7.15	7.05	8.05			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.7
		加标样品 3	87.51	75.03	83.01	87.93	70.77	69.10	78.89			
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.9	
		加标样品 1	0.80	0.73	0.66	0.73	0.64	0.76	0.72			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.8
		加标样品	9.47	7.67	8.93	7.99	7.23	7.18	8.08			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.9
		加标样品 3	90.11	76.83	85.16	80.70	71.58	70.31	79.11			
16	毒死蜱	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	1.00	88.8	
		加标样品 1	0.8	0.7	0.9	1.0	0.8	0.9	0.89			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00	10.0	86.8
		加标样品	10.	8.3	9.6	8.4	7.8	7.7	8.68			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00	90.0	94.3
		加标样品 3	95.	82.	91.	85.	77.	76.	84.90			
17	杀螟硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	1.00	87.6	
		加标样品 1	0.9	0.8	1.0	0.8	0.7	0.9	0.88			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00	10.0	82.1
		加标样品	9.5	7.8	9.0	8.1	7.3	7.3	8.21			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.00	90.0	89.4
		加标样品 3	91.	78.	86.	82.	72.	71.	80.44			

18	马拉硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	1.00	85.1
		加标样品 1	0.9	0.7	0.8	0.9	0.8	0.8	0.85		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	88.5
		加标样品	10.	8.4	9.7	8.8	8.0	7.8	8.85		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	90.0	96.5
		加标样品 3	97.	84.	93.	89.	79.	76.	86.87		
19	对硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	1.00	85.4
		加标样品 1	0.9	0.7	0.9	0.8	0.7	0.9	0.85		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	81.6
		加标样品	9.4	7.7	9.0	8.1	7.3	7.2	8.16		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	90.0	88.8
		加标样品 3	90.	77.	85.	82.	72.	71.	79.88		
20	溴硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	1.00	85.3
		加标样品 1	0.8	0.7	0.8	0.9	0.7	0.8	0.85		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	78.2
		加标样品	8.9	7.3	8.7	7.9	7.0	6.9	7.82		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	90.0	85.1
		加标样品 3	85.	73.	83.	80.	69.	67.	76.55		
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.5
		加标样品 1	0.85	0.78	0.90	0.97	0.71	0.92	0.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.1
		加标样品	10.12	7.97	9.58	8.42	7.87	7.72	8.61		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.6
		加标样品 3	95.98	79.55	91.34	85.39	77.77	75.45	84.25		
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.3
		加标样品 1	0.83	0.80	0.83	0.94	0.78	0.87	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.3
		加标样品	10.32	8.38	9.68	8.86	7.91	7.85	8.83		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.1
		加标样品 3	97.87	83.50	92.21	89.70	78.52	76.91	86.45		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.5
		加标样品 1	0.87	0.74	0.75	0.82	0.73	0.87	0.80		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.3
		加标样品	10.13	8.08	9.24	8.40	7.75	7.55	8.53		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.9
		加标样品 3	96.87	81.14	87.86	84.52	77.04	73.99	83.57		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.3
		加标样品 1	1.07	0.92	0.80	0.94	0.84	0.97	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.4
		加标样品	9.95	8.45	9.57	8.66	8.01	7.79	8.74		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.2
		加标样品 3	95.09	84.34	91.34	87.93	79.24	76.14	85.68		

25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.4	
		加标样品 1	0.83	0.80	0.78	0.77	0.73	0.80	0.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.3
		加标样品	8.77	7.43	8.46	7.58	7.15	7.00	7.73			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.1
		加标样品 3	83.43	74.18	80.51	76.68	70.77	68.60	75.69			
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.6	
		加标样品 1	0.72	0.69	0.80	0.83	0.73	0.83	0.77			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	73.9
		加标样品	8.96	6.63	8.44	7.55	6.39	6.37	7.39			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	80.4
		加标样品 3	85.25	66.36	80.45	76.38	63.29	62.21	72.32			
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	74.6	
		加标样品 1	0.71	0.69	0.84	0.75	0.68	0.80	0.75			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.8
		加标样品	9.96	8.09	9.39	8.60	7.76	7.71	8.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.5
		加标样品 3	95.00	81.07	89.54	87.03	76.99	75.37	84.17			
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	36.0	
		加标样品 1	0.43	0.40	0.35	0.35	0.30	0.32	0.36			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	52.0
		加标样品	6.00	4.95	5.75	5.14	4.71	4.67	5.20			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	56.7
		加标样品 3	57.15	49.70	54.91	51.99	46.76	45.73	51.04			

表 A. 1-53 生活污水加标测试数据

验证单位：沈阳市环境监测中心站
测试日期：2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	样品	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 μ (μg/L)	加标回收率 P (%)	
			1	2	3	4	5	6				
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	61.7	
		加标样品 1	6.43	5.29	6.55	7.21	5.47	6.08	6.43			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	68.1
		加标样品	66.91	64.88	75.61	77.25	57.70	66.15	66.91			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	68.4
		加标样品 3	549.22	589.18	697.74	680.73	566.30	608.19	549.22			
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.5	
		加标样品 1	6.62	5.59	6.86	7.62	5.76	6.27	6.62			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	70.9
		加标样品	69.60	67.42	78.73	81.47	60.00	68.11	69.60			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	71.2
		加标样品 3	571.78	613.19	726.13	717.09	588.38	625.83	571.78			
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	67.7	

		加标样品 1	7.01	5.78	7.28	7.93	5.95	6.66	7.01	100	65.6	
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00			0.00
		加标样品	64.51	62.23	74.46	72.51	55.20	64.39	64.51			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	75.0	
		加标样品 3	604.22	644.84	780.62	732.95	616.90	672.77	604.22			
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4	
		加标样品 1	9.02	7.64	9.26	10.82	7.78	8.53	9.02			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.3	
		加标样品	95.04	92.41	107.43	114.02	81.60	93.20	95.04			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.6	
		加标样品 3	780.96	839.57	990.91	1004.56	799.20	856.91	780.96			
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	96.1	
		加标样品 1	10.08	8.33	10.30	11.02	8.54	9.41	10.08			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	105.7	
		加标样品	106.18	101.43	118.56	116.60	89.38	102.21	106.18			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	106.1	
		加标样品 3	871.10	921.20	1093.14	1027.32	876.58	939.13	871.10			
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.9	
		加标样品 1	9.31	7.74	9.46	10.71	7.68	8.43	8.89			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.0	
		加标样品	97.25	93.59	109.51	113.71	80.93	93.00	98.00			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.3	
		加标样品 3	798.05	850.15	1010.15	1002.29	793.73	855.93	885.05			
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.9	
		加标样品 1	9.31	7.35	9.05	10.20	7.58	8.62	8.69			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.7	
		加标样品	97.73	89.28	103.79	108.46	80.16	94.67	95.68			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	96.0	
		加标样品 3	801.70	812.71	957.94	954.60	786.34	871.61	864.15			
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.2	
		加标样品 1	10.08	8.43	10.30	11.64	7.97	8.72	9.52			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	105.2	
		加标样品	105.60	102.31	118.77	124.22	84.48	95.84	105.20			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	105.5	
		加标样品 3	866.59	929.82	1095.43	1093.24	827.81	881.41	949.05			
9	地虫硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9	
		加标样品 1	8.64	7.15	8.74	9.89	7.30	8.04	8.29			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.5	
		加标样品	90.91	86.73	100.88	105.58	76.99	88.00	91.52			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.8	
		加标样品 3	745.82	788.70	930.70	929.58	755.04	808.89	826.46			
10	异稻	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.7	

	瘟净	加标样品 1	9.70	7.94	9.78	10.82	8.26	9.11	9.27	100	102.1	
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00			0.00
		加标样品	101.95	96.82	113.36	115.05	86.21	99.18	102.10			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	102.5
		加标样品 3	837.79	880.82	1046.55	1012.59	845.28	911.79	922.47			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.9	
		加标样品 1	9.31	7.64	9.36	10.71	7.78	8.53	8.89			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.8
		加标样品	97.25	92.41	107.95	113.71	82.08	93.49	97.82			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.1
		加标样品 3	798.05	839.57	995.38	1002.29	804.77	859.85	883.32			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.5	
		加标样品 1	9.22	7.55	9.36	10.61	7.87	8.53	8.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.3
		加标样品	96.10	92.02	107.95	112.06	82.08	93.88	97.35			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.7
		加标样品 3	789.02	836.72	995.38	986.43	804.77	863.77	879.35			
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.3	
		加标样品 1	8.35	6.96	8.53	9.68	7.30	7.94	8.13			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.7
		加标样品	88.32	85.36	99.01	103.21	75.84	86.63	89.73			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.1
		加标样品 3	724.99	776.26	913.64	910.31	744.00	797.13	811.06			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.5	
		加标样品 1	8.35	6.96	8.53	10.61	7.20	7.84	8.25			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.1
		加标样品	88.51	84.67	98.80	112.89	75.65	86.14	91.11			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.4
		加标样品 3	726.82	768.61	911.35	993.23	741.22	792.23	822.24			
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7	
		加标样品 1	8.64	7.15	8.84	9.68	7.30	8.04	8.27			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.1
		加标样品	91.30	86.63	101.40	103.52	76.42	87.61	91.15			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.5
		加标样品 3	749.38	787.82	936.31	912.58	749.47	806.93	823.75			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.2	
		加标样品 1	9.31	7.74	9.46	10.40	7.97	8.62	8.92			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.9
		加标样品	97.25	93.59	109.10	109.90	83.04	94.67	97.92			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.3
		加标样品 3	798.05	850.15	1006.82	968.20	813.98	871.61	884.80			
17	杀螟	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.1	

	硫磷	加标样品 1	8.74	7.25	8.94	9.89	7.39	8.23	8.41	100	92.7
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	91.97	88.00	102.96	105.68	77.86	89.47	92.66	900	93.0
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品 3	754.75	800.27	949.94	930.71	764.26	822.61	837.09		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样品 1	9.41	7.84	9.57	10.82	7.97	8.82	9.07		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.9
		加标样品	98.88	94.96	110.45	114.64	84.48	96.24	99.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.3
		加标样品 3	811.58	862.60	1020.45	1010.33	827.81	885.33	903.02		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.4
		加标样品 1	8.64	7.15	8.84	9.89	7.39	8.13	8.34		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.1
		加标样品	91.20	87.42	102.23	105.37	77.66	88.69	92.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.5
		加标样品 3	748.51	794.49	944.32	928.44	761.47	815.75	832.16		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.1
		加标样品 1	8.26	6.86	8.53	9.68	7.01	7.74	8.01		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.3
		加标样品	86.50	83.01	98.90	102.90	74.02	84.48	88.30		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.6
		加标样品 3	709.73	754.21	912.50	905.78	725.57	776.55	797.39		
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.5
		加标样品 1	9.31	7.45	9.46	10.30	7.97	8.62	8.85		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.1
		加标样品	97.44	89.87	108.78	109.18	83.14	94.18	97.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.5
		加标样品 3	800.83	817.52	1003.39	962.54	814.85	866.71	877.64		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.4
		加标样品 1	9.41	7.84	9.46	10.82	7.97	8.72	9.04		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.8
		加标样品	99.36	94.57	109.72	115.26	83.71	96.04	99.78		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.1
		加标样品 3	816.10	859.75	1012.44	1014.86	820.42	883.37	901.16		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.0
		加标样品 1	9.31	7.45	9.05	10.30	7.78	8.33	8.70		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.1
		加标样品	97.73	91.14	104.83	108.97	81.79	92.22	96.11		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	96.5
		加标样品 3	801.70	829.08	968.14	960.27	801.98	848.09	868.21		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.7

		加标样品 1	9.22	7.94	9.36	10.61	8.06	8.62	8.97	100	98.7
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	96.10	95.26	108.68	112.48	84.48	95.16	98.69	900	99.1
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品 3	788.16	866.42	1002.25	990.96	828.67	875.53	892.00		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.3
		加标样品 1	8.06	6.86	8.32	9.27	7.20	7.84	7.93		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	87.3
		加标样品	84.38	83.59	95.99	98.47	75.65	85.46	87.26		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	87.7
		加标样品 3	692.54	760.87	885.25	867.05	741.22	786.35	788.88		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.0
		加标样品 1	8.54	8.33	10.71	10.09	8.35	7.94	9.00		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	104.7
		加标样品	100.90	97.80	120.95	121.64	88.61	98.49	104.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.6
		加标样品 3	836.83	817.52	1046.55	1028.46	796.51	852.99	896.48		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.9
		加标样品 1	9.31	7.55	9.26	10.71	7.87	8.62	8.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.9
		加标样品	84.48	92.22	107.64	112.99	82.85	95.16	95.89		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.3
		加标样品 3	796.32	838.59	993.10	994.36	812.16	875.53	885.01		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	54.0
		加标样品 1	5.57	4.61	5.72	6.39	4.80	5.29	5.40		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	59.5
		加标样品	58.37	56.64	66.14	67.36	50.50	57.72	59.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	59.7
		加标样品 3	479.71	514.30	609.02	594.31	494.50	529.79	536.94		

表 A. 1-54 工业废水加标测试数据

验证单位：沈阳市环境监测中心站

测试日期：2017. 7. 14~2018. 7. 24

序号	化合物名称	样品	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 μ (μg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	56.9
		加标样品 1	5.88	4.91	6.02	6.66	5.08	5.58	5.69		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	62.6
		加标样品	61.56	59.68	69.52	71.10	53.11	60.82	62.63		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	62.9
		加标样品 3	505.26	542.03	641.90	626.26	520.97	559.51	565.99		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	59.3
		加标样品 1	6.11	5.13	6.27	7.06	5.28	5.74	5.93		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	65.2
		加标样品	64.05	62.06	72.45	74.96	55.24	62.62	65.23		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	65.5
		加标样品 3	525.99	564.09	668.03	659.74	541.31	575.72	589.15		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	62.3
		加标样品 1	6.43	5.35	6.69	7.26	5.49	6.15	6.23		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.3
		加标样品	59.33	57.30	68.47	66.70	50.75	59.29	60.31		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	69.0
		加标样品 3	555.86	593.23	718.20	674.36	567.56	618.97	621.36		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.4
		加标样品 1	8.29	7.03	8.53	9.94	7.15	7.88	8.14		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.5
		加标样品	87.45	85.01	98.79	104.87	75.05	85.78	89.49		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.8
		加标样品 3	718.47	772.43	911.61	924.25	735.29	788.35	808.40		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4
		加标样品 1	9.25	7.69	9.45	10.14	7.86	8.61	8.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.3
		加标样品	97.64	93.32	109.04	107.27	82.25	94.06	97.26		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.6
		加标样品 3	801.44	847.46	1005.69	945.16	806.46	864.04	878.37		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.7
		加标样品 1	8.52	7.11	8.69	9.84	7.08	7.80	8.17		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.2
		加标样品	89.43	86.08	100.79	104.65	74.47	85.59	90.17		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.5
		加标样品 3	734.24	782.13	929.39	922.15	730.21	787.45	814.26		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.8
		加标样品 1	8.52	6.74	8.29	9.33	7.02	7.95	7.98		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.0
		加标样品	89.93	82.18	95.45	99.75	73.78	87.12	88.04		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.3
		加标样品 3	737.56	747.71	881.30	878.23	723.43	801.87	795.01		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.7
		加标样品 1	9.25	7.77	9.45	10.72	7.35	8.04	8.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.8
		加标样品	97.14	94.11	109.25	114.27	77.76	88.20	96.79		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.0
		加标样品 3	797.29	855.40	1007.79	1005.78	761.55	810.87	873.11		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.4
		加标样品 1	7.97	6.59	8.04	9.14	6.73	7.38	7.64		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.2
		加标样品	83.62	79.80	92.82	97.13	70.82	81.00	84.20		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.5
		加标样品 3	686.12	725.64	856.19	855.24	694.63	744.20	760.34		
10	异稻瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.3
		加标样品 1	8.93	7.33	9.03	9.94	7.57	8.37	8.53		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.9
		加标样品	93.83	89.08	104.33	105.81	79.30	91.27	93.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.3
		加标样品 3	770.74	810.38	962.83	931.55	777.65	838.81	848.66		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.7
		加标样品 1	8.52	7.03	8.62	9.84	7.15	7.88	8.17		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.0
		加标样品	89.43	85.01	99.31	104.65	75.48	86.05	89.99		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.3
		加标样品 3	734.24	772.43	915.79	922.15	740.37	791.06	812.67		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.5
		加标样品 1	8.46	6.97	8.62	9.73	7.24	7.88	8.15		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.6
		加标样品	88.44	84.66	99.31	103.10	75.48	86.41	89.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.9
		加标样品 3	725.93	769.78	915.79	907.51	740.37	794.65	809.01		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	74.9
		加标样品 1	7.72	6.45	7.86	8.94	6.67	7.29	7.49		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	82.6
		加标样品	81.22	78.57	91.05	94.92	69.80	79.74	82.55		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.9
		加标样品 3	667.04	714.17	840.52	837.46	684.46	733.40	746.17		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.8
		加标样品 1	7.72	6.37	7.86	9.73	6.60	7.21	7.58		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.8
		加标样品	81.48	77.86	90.85	103.82	69.64	79.29	83.82		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.1
		加标样品 3	668.70	707.10	838.44	913.79	681.93	728.88	756.47		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.1
		加标样品 1	7.97	6.59	8.11	8.94	6.67	7.38	7.61		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.9
		加标样品	83.97	79.71	93.26	95.23	70.31	80.63	83.85		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.2
		加标样品 3	689.44	724.76	861.43	839.55	689.55	742.40	757.86		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.8
		加标样品 1	8.52	7.11	8.69	9.54	7.30	7.95	8.18		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.1
		加标样品	89.43	86.08	100.36	101.10	76.42	87.12	90.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.4
		加标样品 3	734.24	782.13	926.23	890.79	748.85	801.87	814.02		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.3
		加标样品 1	8.04	6.67	8.20	9.14	6.81	7.54	7.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.3
		加标样品	84.63	80.94	94.71	97.24	71.66	82.35	85.26		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.6
		加标样品 3	694.41	736.23	873.96	856.27	703.09	756.81	770.13		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.4
		加标样品 1	8.69	7.17	8.78	9.94	7.35	8.11	8.34		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.0
		加标样品	91.01	87.40	101.62	105.49	77.76	88.57	91.97		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.3
		加标样品 3	746.68	793.60	938.79	929.47	761.55	814.48	830.76		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.8
		加标样品 1	7.97	6.59	8.11	9.14	6.81	7.46	7.68		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.7
		加标样品	83.88	80.42	94.09	96.91	71.50	81.62	84.74		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.1
		加标样品 3	688.60	730.93	868.75	854.19	700.56	750.51	765.59		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	73.8
		加标样品 1	7.56	6.30	7.86	8.94	6.46	7.13	7.38		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	81.2
		加标样品	79.57	76.36	90.95	94.63	68.10	77.75	81.23		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	81.5
		加标样品 3	652.92	693.86	839.48	833.28	667.53	714.48	733.59		
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.2
		加标样品 1	8.52	6.81	8.69	9.45	7.30	7.95	8.12		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.3
		加标样品	89.68	82.72	100.04	100.47	76.49	86.68	89.35		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.7
		加标样品 3	736.72	752.13	923.10	885.55	749.69	797.37	807.43		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.0
		加标样品 1	8.69	7.17	8.69	9.94	7.30	8.04	8.30		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.8
		加标样品	91.43	86.96	100.98	106.01	77.01	88.39	91.80		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.1
		加标样品 3	750.83	790.97	931.48	933.65	754.77	812.68	829.06		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.1
		加标样品 1	8.52	6.89	8.36	9.45	7.15	7.71	8.01		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.4
		加标样品	89.93	83.86	96.49	100.28	75.23	84.88	88.44		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.8
		加标样品 3	737.56	762.72	890.71	883.46	737.84	780.24	798.75		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.4
		加标样品 1	8.46	7.26	8.62	9.73	7.43	7.95	8.24		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.8
		加标样品	88.36	87.66	99.94	103.50	77.76	87.58	90.80		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.2
		加标样品 3	725.11	797.14	922.06	911.69	762.39	805.47	820.65		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	72.8
		加标样品 1	7.40	6.30	7.61	8.55	6.60	7.21	7.28		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	80.3
		加标样品	77.66	76.88	88.35	90.54	69.64	78.65	80.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	80.6
		加标样品 3	637.17	700.04	814.38	797.74	681.93	723.48	725.79		
26	三唑磷	样品 1	37	35.8	40.9	33.7	37.1	36.2	36.8	10.0	80.5
		加标样品 1	43.09	41.96	50.44	45.32	43.47	44.69	44.8		
		样品 2	37	35.8	40.9	33.7	37.1	36.2	36.8	100	100.3
		加标样品	136.18	133.4	142.27	138.62	135.17	137.1	137.1		
		样品 3	37	35.8	40.9	33.7	37.1	36.2	36.8	900	100.0
		加标样品 3	903.84	866.61	1046.45	1034.02	862.46	906.99	936.7		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.5
		加标样品 1	9.55	7.80	9.54	11.01	8.09	8.90	9.15		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.8
		加标样品	87.03	94.97	110.84	116.35	85.36	98.05	98.77		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.3
		加标样品 3	820.16	863.79	1022.94	1024.21	836.48	901.78	911.56		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	55.7
		加标样品 1	5.77	4.75	5.91	6.57	4.97	5.42	5.57		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	61.2
		加标样品	60.10	58.31	68.13	69.41	51.96	59.42	61.22		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	61.5
		加标样品 3	494.14	529.74	627.34	612.18	509.29	545.71	553.07		

表 A. 1-55 地表水加标测试数据

验证单位：淄博市环境监测站
测试日期：2017.8.1~2018.8.8

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	43.9
		加标样品 1	0.53	0.48	0.45	0.43	0.35	0.39	0.44		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0

		加标样品	7.43	6.04	7.07	6.21	5.47	5.57	6.30		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	68.6
		加标样品 3	70.83	60.47	67.50	62.72	54.15	54.61	61.71		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	60.8
		加标样品 1	0.78	0.64	0.62	0.63	0.46	0.52	0.61		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	65.5
		加标样品	7.73	6.28	7.35	6.54	5.67	5.75	6.55		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	71.3
		加标样品 3	73.71	62.75	70.15	66.08	56.19	56.20	64.18		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	42.5
		加标样品 1	0.49	0.39	0.51	0.46	0.33	0.36	0.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	69.1
		加标样品	8.17	6.62	7.90	6.67	5.95	6.16	6.91		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	75.2
		加标样品 3	77.87	66.11	75.29	67.40	58.96	60.44	67.68		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.4
		加标样品 1	0.79	0.73	0.96	0.80	0.67	0.71	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.0
		加标样品	10.57	8.60	10.05	9.16	7.73	7.86	9.00		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.9
		加标样品 3	100.92	86.08	95.99	92.44	76.21	76.96	88.10		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.1
		加标样品 1	0.78	0.73	0.79	0.68	0.71	0.70	0.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.9
		加标样品	11.78	9.43	11.08	9.35	8.46	8.62	9.79		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	106.7
		加标样品 3	113.18	94.77	105.65	94.18	83.88	84.74	96.07		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	64.6
		加标样品 1	0.78	0.58	0.64	0.74	0.57	0.57	0.65		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样品	10.82	8.72	10.24	9.14	7.65	7.84	9.07		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.6
		加标样品 3	102.83	86.96	97.85	92.44	75.50	76.96	88.76		
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.9
		加标样品 1	0.78	0.64	0.76	0.88	0.66	0.67	0.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.6
		加标样品	10.86	8.33	9.72	8.68	7.59	7.98	8.86		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.3
		加标样品 3	103.36	83.20	92.51	87.75	75.16	78.21	86.70		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.4
		加标样品 1	0.87	0.87	0.85	1.10	0.82	0.85	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.3

		加标样品	11.74	9.52	11.12	9.96	7.99	8.09	9.73			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	106.0	
		加标样品 3	112.11	95.67	105.65	100.69	79.23	79.26	95.44			
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.1	
		加标样品 1	0.87	0.65	0.75	0.74	0.63	0.69	0.72			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.6
		加标样品	10.11	8.06	9.43	8.46	7.29	7.42	8.46			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.1
		加标样品 3	96.22	80.84	89.96	85.62	72.15	72.72	82.92			
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.1	
		加标样品 1	0.88	0.70	0.83	0.94	0.74	0.83	0.82			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.5
		加标样品	11.33	9.02	10.61	9.22	8.16	8.36	9.45			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	102.8
		加标样品 3	107.74	90.32	100.71	93.35	80.71	82.26	92.52			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.6	
		加标样品 1	0.90	0.69	0.83	1.00	0.73	0.81	0.83			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.5
		加标样品	10.82	8.60	10.09	9.13	7.75	7.89	9.05			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.4
		加标样品 3	102.83	86.08	95.99	92.44	77.05	76.96	88.56			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.5	
		加标样品 1	0.97	0.71	0.84	0.98	0.73	0.79	0.84			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.0
		加标样品	10.68	8.57	10.09	8.99	7.76	7.92	9.00			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.0
		加标样品 3	101.88	86.08	95.99	90.61	77.05	77.75	88.23			
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.3	
		加标样品 1	0.93	0.84	0.86	1.05	0.77	0.95	0.90			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.0
		加标样品	9.80	7.96	9.26	8.28	7.17	7.30	8.30			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.3
		加标样品 3	93.56	79.64	88.20	83.78	71.01	71.57	81.29			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.1	
		加标样品 1	0.90	0.84	0.93	1.08	0.78	0.99	0.92			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.0
		加标样品	9.83	7.88	9.25	9.03	7.14	7.27	8.40			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.5
		加标样品 3	93.77	78.87	88.10	91.52	70.78	71.22	82.37			
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.2	
		加标样品 1	0.86	0.77	0.70	0.75	0.64	0.79	0.75			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.4

		加标样品	10.14	8.06	9.48	8.31	7.23	7.39	8.44		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.8
		加标样品 3	96.55	80.73	90.36	83.99	71.58	72.46	82.61		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.6
		加标样品 1	0.93	0.82	0.97	1.04	0.86	0.93	0.93		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.7
		加标样品	10.82	8.72	10.20	8.81	7.86	7.98	9.07		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.5
		加标样品 3	102.83	86.96	96.93	88.88	77.78	78.47	88.64		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.6
		加标样品 1	1.02	0.84	1.06	0.85	0.75	0.97	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.7
		加标样品	10.22	8.20	9.63	8.47	7.38	7.53	8.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.3
		加标样品 3	97.50	82.12	91.79	85.72	72.97	73.87	84.00		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.6
		加标样品 1	1.00	0.76	0.89	1.01	0.82	0.83	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.4
		加标样品	10.98	8.85	10.34	9.20	7.99	8.11	9.24		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.8
		加标样品 3	104.86	88.65	98.88	93.35	79.23	79.26	90.71		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.0
		加标样品 1	1.00	0.83	0.98	0.85	0.74	0.94	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.2
		加标样品	10.14	8.14	9.57	8.44	7.36	7.47	8.52		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.7
		加标样品 3	96.44	81.42	91.08	85.41	72.80	73.26	83.40		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.3
		加标样品 1	0.92	0.81	0.96	0.97	0.79	0.90	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.6
		加标样品	9.62	7.74	9.26	8.24	7.00	7.13	8.16		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.8
		加标样品 3	91.53	77.37	88.20	83.37	69.31	69.80	79.93		
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.7
		加标样品 1	0.91	0.82	0.97	1.01	0.72	0.95	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.0
		加标样品	10.85	8.37	10.17	8.76	7.87	7.95	9.00		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.7
		加标样品 3	102.83	83.59	96.93	88.88	77.78	77.75	87.96		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.7
		加标样品 1	0.89	0.84	0.88	0.98	0.77	0.89	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.3

		加标样品	11.06	8.81	10.28	9.24	7.92	8.10	9.23			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.3	
		加标样品 3	104.86	87.76	97.85	93.35	78.51	79.26	90.27			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.0	
		加标样品 1	0.93	0.78	0.79	0.85	0.73	0.90	0.83			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.0
		加标样品	10.86	8.49	9.81	8.74	7.74	7.79	8.90			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.0
		加标样品 3	103.79	85.28	93.24	87.96	77.05	76.26	87.26			
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	96.5	
		加标样品 1	1.14	0.97	0.85	0.98	0.84	1.00	0.96			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.2
		加标样品	10.67	8.88	10.15	9.00	8.00	8.03	9.12			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.4
		加标样品 3	101.88	88.65	96.93	91.52	79.23	78.47	89.45			
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.0	
		加标样品 1	0.89	0.84	0.83	0.80	0.73	0.83	0.82			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.7
		加标样品	9.40	7.80	8.98	7.89	7.14	7.21	8.07			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.8
		加标样品 3	89.40	77.96	85.44	79.82	70.78	70.69	79.01			
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.4	
		加标样品 1	0.78	0.73	0.85	0.86	0.74	0.87	0.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.0
		加标样品	9.69	7.03	9.07	7.94	6.46	6.64	7.80			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.8
		加标样品 3	92.28	70.46	86.27	80.31	63.94	64.78	76.34			
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.7	
		加标样品 1	0.78	0.73	0.90	0.80	0.69	0.83	0.79			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.6
		加标样品	10.79	8.59	10.07	9.04	7.85	8.03	9.06			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.6
		加标样品 3	102.83	86.08	95.99	91.52	77.78	78.47	88.78			
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	37.7	
		加标样品 1	0.46	0.42	0.37	0.37	0.30	0.33	0.38			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	54.9
		加标样品	6.49	5.26	6.18	5.41	4.75	4.87	5.49			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	59.8
		加标样品 3	61.88	52.78	58.87	54.66	47.24	47.63	53.84			

表 A. 1-56 地下水加标测试数据

验证单位：淄博市环境监测站
测试日期：2017. 8. 1~2018. 8. 8

序号	化合物名称	样品	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 μ (μg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	42.8
		加标样品 1	0.51	0.47	0.44	0.42	0.34	0.38	0.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	61.7
		加标样品	7.28	5.92	6.95	6.08	5.35	5.46	6.17		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	67.2
		加标样品 3	69.42	59.27	66.14	61.46	53.07	53.51	60.48		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	59.8
		加标样品 1	0.78	0.63	0.61	0.62	0.45	0.49	0.60		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.2
		加标样品	7.58	6.15	7.22	6.40	5.56	5.64	6.42		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	69.9
		加标样品 3	72.25	61.50	68.74	64.75	55.07	55.08	62.90		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	41.5
		加标样品 1	0.48	0.38	0.50	0.45	0.32	0.35	0.41		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	67.8
		加标样品	8.01	6.48	7.76	6.55	5.83	6.04	6.78		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	73.7
		加标样品 3	76.31	64.78	73.78	66.06	57.79	59.23	66.32		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.7
		加标样品 1	0.78	0.72	0.93	0.79	0.65	0.69	0.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.1
		加标样品	10.36	8.43	9.84	8.97	7.58	7.71	8.81		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.9
		加标样品 3	98.88	84.37	94.08	90.60	74.70	75.43	86.34		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.9
		加标样品 1	0.78	0.72	0.78	0.67	0.69	0.68	0.72		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.9
		加标样品	11.55	9.24	10.86	9.17	8.29	8.44	9.59		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	104.6
		加标样品 3	110.92	92.89	103.53	92.30	82.21	83.03	94.15		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	63.9
		加标样品 1	0.78	0.57	0.63	0.73	0.56	0.57	0.64		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.9
		加标样品	10.59	8.55	10.05	8.95	7.50	7.69	8.89		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.6
		加标样品 3	100.78	85.22	95.90	90.60	73.98	75.43	86.98		
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.4
		加标样品 1	0.76	0.63	0.75	0.86	0.64	0.66	0.71		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.8
		加标样品	10.64	8.17	9.53	8.50	7.44	7.82	8.68		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.4
		加标样品 3	101.29	81.55	90.66	86.00	73.67	76.63	84.96		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.5
		加标样品 1	0.85	0.84	0.83	1.08	0.81	0.83	0.87		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.4
		加标样品	11.51	9.32	10.89	9.76	7.84	7.93	9.54		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	103.9
		加标样品 3	109.87	93.75	103.53	98.67	77.66	77.68	93.53		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.9
		加标样品 1	0.85	0.64	0.74	0.73	0.62	0.68	0.71		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9
		加标样品	9.91	7.90	9.25	8.29	7.14	7.27	8.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.3
		加标样品 3	94.29	79.23	88.15	83.92	70.71	71.27	81.26		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.2
		加标样品 1	0.86	0.69	0.81	0.91	0.73	0.82	0.80		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.6
		加标样品	11.11	8.85	10.39	9.02	8.00	8.20	9.26		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.7
		加标样品 3	105.59	88.52	98.71	91.49	79.10	80.63	90.67		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.8
		加标样品 1	0.88	0.68	0.81	0.98	0.71	0.79	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.6
		加标样品	10.59	8.43	9.89	8.94	7.60	7.74	8.86		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.4
		加标样品 3	100.78	84.37	94.08	90.60	75.50	75.43	86.79		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.7
		加标样品 1	0.95	0.70	0.82	0.96	0.71	0.77	0.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.3
		加标样品	10.48	8.39	9.89	8.82	7.61	7.76	8.83		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.1
		加标样品 3	99.84	84.37	94.08	88.79	75.50	76.20	86.46		
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.6
		加标样品 1	0.91	0.83	0.84	1.03	0.76	0.93	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.3
		加标样品	9.62	7.80	9.08	8.12	7.03	7.16	8.13		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.5
		加标样品 3	91.69	78.06	86.44	82.11	69.59	70.14	79.67		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.3
		加标样品 1	0.88	0.82	0.90	1.06	0.77	0.97	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.4
		加标样品	9.64	7.73	9.07	8.86	7.01	7.12	8.24		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.7	
		加标样品 3	91.89	77.28	86.33	89.69	69.35	69.79	80.72			
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.6	
		加标样品 1	0.84	0.75	0.69	0.74	0.63	0.77	0.74			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7
		加标样品	9.94	7.90	9.29	8.15	7.09	7.25	8.27			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.0
		加标样品 3	94.62	79.13	88.57	82.31	70.15	71.01	80.97			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.8	
		加标样品 1	0.91	0.80	0.96	1.02	0.84	0.91	0.91			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.8
		加标样品	10.59	8.55	10.00	8.63	7.70	7.82	8.88			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.5
		加标样品 3	100.78	85.22	94.99	87.10	76.21	76.90	86.87			
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.7	
		加标样品 1	1.00	0.82	1.04	0.84	0.74	0.95	0.90			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.0
		加标样品	10.01	8.03	9.44	8.30	7.23	7.38	8.40			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.5
		加标样品 3	95.56	80.48	89.97	84.00	71.51	72.40	82.32			
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.9	
		加标样品 1	0.97	0.75	0.87	0.99	0.81	0.82	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.6
		加标样品	10.77	8.67	10.13	9.00	7.84	7.95	9.06			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.8
		加标样品 3	102.76	86.87	96.90	91.49	77.66	77.68	88.89			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.3	
		加标样品 1	0.98	0.81	0.97	0.84	0.73	0.92	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.5
		加标样品	9.94	7.98	9.38	8.27	7.20	7.33	8.35			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.8
		加标样品 3	94.51	79.80	89.25	83.70	71.35	71.78	81.73			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.1	
		加标样品 1	0.90	0.79	0.93	0.95	0.77	0.88	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.0
		加标样品	9.43	7.58	9.08	8.08	6.86	6.99	8.00			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.0
		加标样品 3	89.70	75.83	86.44	81.70	67.93	68.42	78.34			
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.4	
		加标样品 1	0.89	0.80	0.94	0.99	0.70	0.93	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.2
		加标样品	10.63	8.21	9.96	8.59	7.71	7.80	8.82			

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.8
		加标样品 3	100.78	81.94	94.99	87.10	76.21	76.20	86.20		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.0
		加标样品 1	0.87	0.82	0.86	0.96	0.76	0.88	0.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.4
		加标样品	10.84	8.63	10.07	9.04	7.75	7.93	9.04		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.3
		加标样品 3	102.76	86.01	95.90	91.49	76.95	77.68	88.46		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	81.4
		加标样品 1	0.91	0.76	0.78	0.84	0.72	0.88	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.3
		加标样品	10.64	8.32	9.61	8.57	7.60	7.63	8.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.0
		加标样品 3	101.71	83.57	91.37	86.21	75.50	74.73	85.52		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	94.4
		加标样品 1	1.12	0.95	0.83	0.96	0.82	0.98	0.94		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.4
		加标样品	10.45	8.70	9.95	8.83	7.85	7.87	8.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.4
		加标样品 3	99.84	86.87	94.99	89.69	77.66	76.90	87.66		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.3
		加标样品 1	0.87	0.82	0.81	0.79	0.72	0.81	0.80		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.1
		加标样品	9.21	7.65	8.80	7.73	7.01	7.07	7.91		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.0
		加标样品 3	87.60	76.41	83.73	78.21	69.35	69.29	77.43		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.3
		加标样品 1	0.76	0.71	0.83	0.85	0.72	0.84	0.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.7
		加标样品	9.41	6.83	8.78	7.70	6.26	6.43	7.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	82.3
		加标样品 3	89.51	68.35	83.67	77.91	62.02	62.83	74.05		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.2
		加标样品 1	0.75	0.71	0.87	0.77	0.67	0.81	0.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.9
		加标样品	10.46	8.33	9.77	8.77	7.60	7.79	8.79		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.7
		加标样品 3	99.75	83.50	93.12	88.77	75.45	76.12	86.12		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	36.7
		加标样品 1	0.45	0.41	0.36	0.36	0.29	0.32	0.37		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.3
		加标样品	6.30	5.10	5.98	5.24	4.62	4.72	5.33		

	样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	58.0
	加标样品 3	60.01	51.19	57.11	53.03	45.82	46.19	52.22		

表 A. 1-57 生活污水加标测试数据

验证单位: 淄博市环境监测站

测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 8

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	51.3
		加标样品 1	5.17	4.18	5.81	6.43	4.25	4.96	5.13		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	67.7
		加标样品	64.23	63.58	78.63	79.57	55.39	64.83	67.71		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	68.0
		加标样品 3	527.25	577.40	725.65	701.15	543.65	596.03	611.85		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.2
		加标样品 1	6.36	5.48	7.13	7.85	5.53	6.14	6.42		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	70.5
		加标样品	66.82	66.07	81.88	83.91	57.60	66.75	70.50		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	70.8
		加标样品 3	548.91	600.93	755.18	738.60	564.84	613.31	636.96		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	57.3
		加标样品 1	5.73	4.66	6.57	7.17	4.71	5.53	5.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	65.2
		加标样品	61.93	60.99	77.44	74.69	52.99	63.10	65.19		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	74.6
		加标样品 3	580.05	631.94	811.84	754.94	592.22	659.31	671.72		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.9
		加标样品 1	8.66	7.49	9.63	11.14	7.47	8.36	8.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.8
		加标样品	91.24	90.56	111.73	117.44	78.34	91.34	96.77		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.1
		加标样品 3	749.72	822.78	1030.55	1034.70	767.23	839.77	874.12		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.5
		加标样品 1	9.68	8.16	10.71	11.35	8.20	9.22	9.55		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	105.1
		加标样品	101.93	99.40	123.30	120.10	85.80	100.17	105.12		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	105.5
		加标样品 3	836.26	902.78	1136.87	1058.14	841.52	920.35	949.32		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4
		加标样品 1	8.94	7.59	9.84	11.03	7.37	8.26	8.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.5
		加标样品	93.36	91.72	113.89	117.12	77.69	91.14	97.49		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.8
		加标样品 3	93.36	91.72	113.89	117.12	77.69	91.14	97.49		

		加标样品 3	766.13	833.15	1050.56	1032.36	761.98	838.81	880.50		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.3
		加标样品 1	8.94	7.20	9.41	10.51	7.28	8.45	8.63		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.1
		加标样品	93.82	87.49	107.94	111.71	76.95	92.78	95.12		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	95.5
		加标样品 3	769.63	796.46	996.26	983.24	754.89	854.18	859.11		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.7
		加标样品 1	9.68	8.26	10.71	11.99	7.65	8.55	9.47		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	104.7
		加标样品	101.38	100.26	123.52	127.95	81.10	93.92	104.69		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	104.9
		加标样品 3	831.93	911.22	1139.25	1126.04	794.70	863.78	944.49		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.4
		加标样品 1	8.29	7.01	9.09	10.19	7.01	7.88	8.24		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.0
		加标样品	87.27	85.00	104.92	108.75	73.91	86.24	91.01		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.3
		加标样品 3	715.99	772.93	967.93	957.47	724.84	792.71	821.98		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.1
		加标样品 1	9.31	7.78	10.17	11.14	7.93	8.93	9.21		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.5
		加标样品	97.87	94.88	117.89	118.50	82.76	97.20	101.52		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.9
		加标样品 3	804.28	863.20	1088.41	1042.97	811.47	893.55	917.31		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4
		加标样品 1	8.94	7.49	9.73	11.03	7.47	8.36	8.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.3
		加标样品	93.36	90.56	112.27	117.12	78.80	91.62	97.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.6
		加标样品 3	766.13	822.78	1035.20	1032.36	772.58	842.65	878.62		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.0
		加标样品 1	8.85	7.40	9.73	10.93	7.56	8.36	8.80		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.8
		加标样品	92.26	90.18	112.27	115.42	78.80	92.00	96.82		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.2
		加标样品 3	757.46	819.99	1035.20	1016.02	772.58	846.49	874.62		
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.8
		加标样品 1	8.02	6.82	8.87	9.97	7.01	7.78	8.08		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.2
		加标样品	84.79	83.65	102.97	106.31	72.81	84.90	89.24		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.6

		加标样品 3	695.99	760.73	950.19	937.62	714.24	781.19	806.66		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.1
		加标样品 1	8.02	6.82	8.87	10.93	6.91	7.68	8.21		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.7
		加标样品	84.97	82.98	102.75	116.28	72.62	84.42	90.67		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.9
		加标样品 3	697.75	753.24	947.80	1023.03	711.57	776.39	818.30		
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.3
		加标样品 1	8.29	7.01	9.19	9.97	7.01	7.88	8.23		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.6
		加标样品	87.65	84.90	105.46	106.63	73.36	85.86	90.64		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.0
		加标样品 3	719.40	772.06	973.76	939.96	719.49	790.79	819.25		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.6
		加标样品 1	8.94	7.59	9.84	10.71	7.65	8.45	8.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.4
		加标样品	93.36	91.72	113.46	113.20	79.72	92.78	97.37		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.8
		加标样品 3	766.13	833.15	1047.09	997.25	781.42	854.18	879.87		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.6
		加标样品 1	8.39	7.11	9.30	10.19	7.09	8.07	8.36		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.1
		加标样品	88.29	86.24	107.08	108.85	74.75	87.68	92.15		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.5
		加标样品 3	724.56	784.26	987.94	958.63	733.69	806.16	832.54		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.2
		加标样品 1	9.03	7.68	9.95	11.14	7.65	8.64	9.02		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.4
		加标样品	94.92	93.06	114.87	118.08	81.10	94.32	99.39		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.8
		加标样品 3	779.12	845.35	1061.27	1040.64	794.70	867.62	898.12		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9
		加标样品 1	8.29	7.01	9.19	10.19	7.09	7.97	8.29		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.6
		加标样品	87.55	85.67	106.32	108.53	74.55	86.92	91.59		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.0
		加标样品 3	718.57	778.60	982.09	956.29	731.01	799.44	827.67		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.7
		加标样品 1	7.93	6.72	8.87	9.97	6.73	7.59	7.97		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	87.8
		加标样品	83.04	81.35	102.86	105.99	71.06	82.79	87.85		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.1

		加标样品 3	681.34	739.13	949.00	932.95	696.55	761.02	793.33			
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.0	
		加标样品 1	8.94	7.30	9.84	10.61	7.65	8.45	8.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.6
		加标样品	93.54	88.07	113.13	112.46	79.81	92.30	96.55			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.0
		加标样品 3	768.80	801.17	1043.53	991.42	782.26	849.38	872.76			
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.8	
		加标样品 1	9.03	7.68	9.84	11.14	7.65	8.55	8.98			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.2
		加标样品	95.39	92.68	114.11	118.72	80.36	94.12	99.23			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.6
		加标样品 3	783.46	842.56	1052.94	1045.31	787.60	865.70	896.26			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5	
		加标样品 1	8.94	7.30	9.41	10.61	7.47	8.16	8.65			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.5
		加标样品	93.82	89.32	109.02	112.24	78.52	90.38	95.55			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	95.9
		加标样品 3	769.63	812.50	1006.87	989.08	769.90	831.13	863.18			
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.1	
		加标样品 1	8.85	7.78	9.73	10.93	7.74	8.45	8.91			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.1
		加标样品	92.26	93.35	113.03	115.85	81.10	93.26	98.14			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.6
		加标样品 3	756.63	849.09	1042.34	1020.69	795.52	858.02	887.05			
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.8	
		加标样品 1	7.74	6.72	8.65	9.55	6.91	7.68	7.88			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.8
		加标样品	81.00	81.92	99.83	101.42	72.62	83.75	86.76			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	87.2
		加标样品 3	664.84	745.65	920.66	893.06	711.57	770.62	784.40			
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.5	
		加标样品 1	8.20	8.16	11.14	10.39	8.02	7.78	8.95			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	104.2
		加标样品	96.86	95.84	125.79	125.29	85.07	96.52	104.23			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.1
		加标样品 3	803.36	801.17	1088.41	1059.31	764.65	835.93	892.14			
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.3	
		加标样品 1	8.94	7.40	9.63	11.03	7.56	8.45	8.83			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.4
		加标样品	81.10	90.38	111.95	116.38	79.54	93.26	95.43			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.8

		加标样品 3	764.47	821.82	1032.82	1024.19	779.67	858.02	880.17		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	43.6
		加标样品 1	4.35	3.52	4.95	5.58	3.61	4.18	4.36		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	59.1
		加标样品	56.04	55.51	68.79	69.38	48.48	56.57	59.13		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	59.3
		加标样品 3	460.52	504.01	633.38	612.14	474.72	519.19	533.99		

表 A. 1-58 工业废水加标测试数据

验证单位：淄博市环境监测站
测试日期：2017.8.1~2018.8.8

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	46.5
		加标样品 1	4.64	3.81	5.26	5.86	3.88	4.47	4.65		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	62.3
		加标样品	59.10	58.49	72.30	73.23	50.99	59.60	62.28		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	62.5
		加标样品 3	485.05	531.19	667.58	645.05	500.13	548.32	562.89		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	59.0
		加标样品 1	5.87	5.03	6.52	7.27	5.07	5.63	5.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	64.9
		加标样品	61.49	60.82	75.35	77.21	53.03	61.37	64.88		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	65.1
		加标样品 3	504.95	552.81	694.75	679.53	519.66	564.21	585.98		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	51.9
		加标样品 1	5.17	4.24	5.96	6.48	4.27	5.03	5.19		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.0
		加标样品	56.96	56.15	71.21	68.70	48.72	58.10	59.97		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	68.7
		加标样品 3	533.63	581.37	746.93	694.59	544.86	606.59	617.99		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.9
		加标样品 1	7.96	6.89	8.87	10.24	6.86	7.72	8.09		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.0
		加标样品	83.95	83.31	102.74	108.02	72.05	84.06	89.02		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.4
		加标样品 3	689.73	756.98	948.07	951.98	705.88	772.58	804.20		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.8
		加标样品 1	8.88	7.54	9.83	10.44	7.55	8.44	8.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.7
		加标样品	93.73	91.45	113.40	110.49	78.96	92.18	96.70		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.0
		加标样品 3	769.38	830.51	1045.92	973.51	774.20	846.76	873.38		

6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.3	
		加标样品 1	8.18	6.97	9.04	10.14	6.80	7.64	8.13			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.7
		加标样品	85.85	84.36	104.82	107.79	71.49	83.88	89.70			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.0
加标样品 3	704.87	766.49	966.57	949.81	701.00	771.70	810.07					
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.2	
		加标样品 1	8.18	6.61	8.62	9.61	6.74	7.79	7.92			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	87.5
		加标样品	86.33	80.54	99.27	102.74	70.83	85.38	87.51			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	87.8
加标样品 3	708.06	732.76	916.55	904.58	694.49	785.83	790.38					
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.2	
		加标样品 1	8.88	7.61	9.83	11.04	7.06	7.88	8.72			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	96.3
		加标样品	93.25	92.23	113.62	117.70	74.65	86.44	96.31			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	96.5
加标样品 3	765.40	838.29	1048.10	1035.95	731.09	794.65	868.91					
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.0	
		加标样品 1	7.65	6.46	8.36	9.41	6.46	7.23	7.60			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.7
		加标样品	80.28	78.20	96.53	100.04	67.99	79.38	83.74			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.0
加标样品 3	658.68	711.13	890.44	880.90	666.84	729.32	756.22					
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8	
		加标样品 1	8.57	7.18	9.39	10.24	7.27	8.20	8.48			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.4
		加标样品	90.08	87.30	108.50	108.98	76.13	89.44	93.41			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.8
加标样品 3	739.91	794.17	1001.34	959.50	746.54	822.03	843.92					
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.3	
		加标样品 1	8.18	6.89	8.96	10.14	6.86	7.72	8.13			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.5
		加标样品	85.85	83.31	103.28	107.79	72.46	84.33	89.50			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.8
加标样品 3	704.87	756.98	952.42	949.81	710.76	775.24	808.35					
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.0	
		加标样品 1	8.12	6.83	8.96	10.02	6.95	7.72	8.10			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.1
		加标样品	84.90	82.97	103.28	106.19	72.46	84.68	89.08			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.4
加标样品 3	696.89	754.38	952.42	934.74	710.76	778.76	804.66					

13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	74.4	
		加标样品 1	7.41	6.32	8.17	9.21	6.40	7.14	7.44			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	82.1
		加标样品	77.97	77.00	94.69	97.77	67.01	78.15	82.10			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.5
		加标样品 3	640.36	699.89	874.14	862.58	657.08	718.73	742.13			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.4	
		加标样品 1	7.41	6.24	8.17	10.02	6.34	7.07	7.54			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.4
		加标样品	78.22	76.30	94.48	106.93	66.85	77.70	83.42			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	83.6
		加标样品 3	641.95	692.96	871.98	941.20	654.65	714.30	752.84			
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.6	
		加标样品 1	7.65	6.46	8.43	9.21	6.40	7.23	7.56			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.4
		加标样品	80.61	78.12	96.99	98.09	67.50	79.02	83.39			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	83.7
		加标样品 3	661.86	710.26	895.89	864.74	661.97	727.55	753.71			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.3	
		加标样品 1	8.18	6.97	9.04	9.83	7.01	7.79	8.13			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.6
		加标样品	85.85	84.36	104.37	104.13	73.36	85.38	89.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.9
		加标样品 3	704.87	766.49	963.28	917.51	718.90	785.83	809.48			
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.9	
		加标样品 1	7.72	6.54	8.53	9.41	6.54	7.39	7.69			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.8
		加标样品	81.24	79.32	98.50	100.16	68.79	80.70	84.79			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.1
		加标样品 3	666.63	721.51	908.92	881.96	674.97	741.67	765.94			
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9	
		加标样品 1	8.34	7.03	9.13	10.24	7.06	7.95	8.29			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.5
		加标样品	87.37	85.65	105.68	108.65	74.65	86.80	91.47			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.8
		加标样品 3	716.81	777.73	976.34	957.35	731.09	798.19	826.25			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.3	
		加标样品 1	7.65	6.46	8.43	9.41	6.54	7.31	7.63			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.3
		加标样品	80.52	78.81	97.85	99.82	68.64	79.99	84.27			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.6
		加标样品 3	661.06	716.31	903.50	879.82	672.54	735.50	761.45			

20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	73.3	
		加标样品 1	7.26	6.17	8.17	9.21	6.20	6.99	7.33			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	80.8
		加标样品	76.39	74.83	94.59	97.47	65.38	76.20	80.81			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	81.1
加标样品 3	626.80	679.98	873.06	858.28	640.83	700.19	729.86					
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.7	
		加标样品 1	8.18	6.67	9.04	9.73	7.01	7.79	8.07			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.8
		加标样品	86.09	81.07	104.04	103.48	73.43	84.95	88.84			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.2
加标样品 3	707.25	737.09	960.02	912.12	719.70	781.42	802.93					
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.6	
		加标样品 1	8.34	7.03	9.04	10.24	7.01	7.88	8.26			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.3
		加标样品	87.77	85.22	105.02	109.19	73.93	86.62	91.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.6
加标样品 3	720.80	775.15	968.74	961.66	724.58	796.43	824.56					
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.6	
		加标样品 1	8.18	6.75	8.69	9.73	6.86	7.56	7.96			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	87.9
		加标样品	86.33	82.18	100.35	103.29	72.22	83.18	87.93			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.2
加标样品 3	708.06	747.47	926.34	909.96	708.33	764.64	794.13					
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.9	
		加标样品 1	8.12	7.11	8.96	10.02	7.13	7.79	8.19			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.3
		加标样品	84.83	85.91	103.94	106.61	74.65	85.83	90.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.7
加标样品 3	696.11	781.20	958.94	939.04	731.89	789.36	816.09					
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	72.3	
		加标样品 1	7.10	6.17	7.91	8.81	6.34	7.07	7.23			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	79.8
		加标样品	74.55	75.34	91.88	93.26	66.85	77.08	79.83			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	80.2
加标样品 3	611.68	686.04	846.96	821.67	654.65	709.01	721.67					
26	三唑磷	样品 1	37.7	37.2	42.1	34	37.5	37.3	37.6	10.0	67.1	
		加标样品 1	43.27	42.19	49.44	44.32	43.58	43.26	44.3			
		样品 2	37.7	37.2	42.1	34	37.5	37.3	37.6	0.00	100	98.8
		加标样品	136.18	135.2	140.56	133.7	136.78	136.29	136.5			
		样品 3	37.7	37.2	42.1	34	37.5	37.3	37.6	0.00	900	102.6
加标样品 3	903.84	966.61	1023.45	1004.02	962.46	906.99	961.2					

27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.9
		加标样品 1	9.17	7.64	9.92	11.34	7.77	8.72	9.09		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.3
		加标样品	83.55	93.07	115.27	119.84	81.95	96.09	98.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.7
		加标样品 3	787.35	846.51	1063.86	1054.94	803.02	883.74	906.57		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	45.3
		加标样品 1	4.54	5.66	5.15	5.77	3.77	4.31	4.53		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.9
		加标样品	57.70	57.14	70.86	71.49	49.88	58.23	60.88		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	61.1
		加标样品 3	474.37	519.15	652.43	630.55	488.92	534.80	550.04		

表 A.1-59 地表水加标测试数据

验证单位：辽阳市环境监测站
测试日期：2017.8.1~2018.8.10

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	41.7
		加标样品 1	0.48	0.46	0.41	0.41	0.37	0.39	0.42		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	60.1
		加标样品	6.74	5.69	6.54	5.97	5.69	5.46	6.01		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	65.5
		加标样品 3	64.25	57.00	62.40	60.28	56.39	53.53	58.98		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	58.0
		加标样品 1	0.70	0.60	0.58	0.61	0.48	0.50	0.58		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	62.6
		加标样品	7.01	5.92	6.80	6.28	5.91	5.63	6.26		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	68.1
		加标样品 3	66.86	59.15	64.86	63.51	58.51	55.09	61.33		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	40.5
		加标样品 1	0.45	0.37	0.47	0.44	0.35	0.36	0.40		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	66.0
		加标样品	7.41	6.24	7.31	6.41	6.19	6.04	6.60		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	71.8
		加标样品 3	70.63	62.31	69.61	64.78	61.39	59.25	64.66		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.7
		加标样品 1	0.71	0.69	0.88	0.76	0.69	0.69	0.74		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.9
		加标样品	9.59	8.11	9.29	8.80	8.05	7.70	8.59		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.5
		加标样品 3	91.53	81.14	88.75	88.85	79.36	75.45	84.18		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.9

		加标样品 1	0.70	0.69	0.73	0.66	0.73	0.68	0.70	10.0	93.5
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	10.69	8.89	10.24	8.99	8.81	8.45	9.35		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	102.0
		加标样品 3	102.66	89.33	97.68	90.52	87.34	83.07	91.77		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	61.9
		加标样品 1	0.70	0.54	0.60	0.72	0.59	0.55	0.62		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5
		加标样品	9.81	8.22	9.47	8.78	7.97	7.68	8.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.2
		加标样品 3	93.27	81.97	90.47	88.85	78.61	75.45	84.77		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.6
		加标样品 1	0.70	0.60	0.70	0.84	0.68	0.65	0.70		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.6
		加标样品	9.85	7.85	8.99	8.34	7.90	7.82	8.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.0
		加标样品 3	93.75	78.43	85.53	84.34	78.26	76.67	82.83		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.8
		加标样品 1	0.79	0.82	0.79	1.06	0.86	0.83	0.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品	10.65	8.97	10.28	9.57	8.32	7.93	9.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.2
		加标样品 3	101.69	90.17	97.68	96.78	82.50	77.70	91.09		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	68.7
		加标样品 1	0.79	0.61	0.69	0.72	0.65	0.67	0.69		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.8
		加标样品	9.17	7.60	8.72	8.13	7.59	7.28	8.08		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.0
		加标样品 3	87.28	76.20	83.17	82.29	75.12	71.29	79.23		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.7
		加标样品 1	0.80	0.66	0.77	0.90	0.78	0.81	0.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.2
		加标样品	10.28	8.50	9.81	8.86	8.50	8.20	9.02		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.2
		加标样品 3	97.72	85.14	93.12	89.73	84.04	80.64	88.40		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.1
		加标样品 1	0.82	0.65	0.77	0.96	0.75	0.79	0.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.4
		加标样品	9.81	8.11	9.33	8.77	8.07	7.73	8.64		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.0
		加标样品 3	93.27	81.14	88.75	88.85	80.22	75.45	84.62		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.0

		加标样品 1	0.88	0.67	0.78	0.94	0.75	0.77	0.80	10.0	86.0
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	9.69	8.08	9.33	8.64	8.08	7.76	8.60	90.0	93.7
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品 3	92.41	81.14	88.75	87.09	80.22	76.22	84.31		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.7
		加标样品 1	0.85	0.80	0.80	1.01	0.81	0.93	0.87		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.3
		加标样品	8.89	7.50	8.56	7.96	7.47	7.16	7.93		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.3
		加标样品 3	84.86	75.07	81.55	80.53	73.94	70.16	77.69		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.5
		加标样品 1	0.82	0.80	0.86	1.04	0.82	0.97	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.2
		加标样品	8.91	7.43	8.55	8.68	7.44	7.13	8.02		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.5
		加标样品 3	85.05	74.34	81.45	87.97	73.69	69.81	78.72		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.8
		加标样品 1	0.78	0.73	0.64	0.73	0.66	0.77	0.72		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.6
		加标样品	9.20	7.60	8.77	7.99	7.53	7.25	8.06		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.7
		加标样品 3	87.57	76.10	83.54	80.73	74.53	71.03	78.92		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.0
		加标样品 1	0.85	0.78	0.89	1.00	0.90	0.91	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5
		加标样品	9.81	8.22	9.43	8.47	8.18	7.82	8.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.1
		加标样品 3	93.27	81.97	89.62	85.43	80.99	76.92	84.70		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.6
		加标样品 1	0.92	0.80	0.98	0.81	0.79	0.95	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.9
		加标样品	9.27	7.73	8.90	8.14	7.68	7.39	8.19		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.2
		加标样品 3	88.44	77.41	84.87	82.39	75.98	72.42	80.25		
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.0
		加标样品 1	0.90	0.72	0.83	0.97	0.86	0.81	0.85		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.3
		加标样品	9.96	8.34	9.56	8.84	8.32	7.95	8.83		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.3
		加标样品 3	95.11	83.56	91.42	89.73	82.50	77.70	86.67		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.3

		加标样品 1	0.90	0.79	0.90	0.81	0.78	0.92	0.85	10.0	81.4	
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00			0.00
		加标样品	9.20	7.67	8.85	8.11	7.66	7.33	8.14			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.5
		加标样品 3	87.48	76.75	84.21	82.10	75.81	71.81	79.69			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.6	
		加标样品 1	0.84	0.77	0.88	0.93	0.83	0.88	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.9
		加标样品	8.72	7.29	8.56	7.92	7.29	6.99	7.79			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.9
		加标样品 3	83.02	72.93	81.55	80.14	72.16	68.43	76.37			
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.8	
		加标样品 1	0.83	0.78	0.89	0.97	0.74	0.93	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.9
		加标样品	9.84	7.89	9.40	8.42	8.19	7.79	8.59			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.4
		加标样品 3	93.27	78.80	89.62	85.43	80.99	76.22	84.06			
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.3	
		加标样品 1	0.81	0.80	0.82	0.94	0.81	0.87	0.84			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.1
		加标样品	10.03	8.30	9.50	8.88	8.24	7.94	8.81			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.8
		加标样品 3	95.11	82.72	90.47	89.73	81.74	77.70	86.25			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.7	
		加标样品 1	0.85	0.74	0.73	0.81	0.76	0.88	0.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.0
		加标样品	9.85	8.00	9.07	8.40	8.06	7.63	8.50			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.6
		加标样品 3	94.14	80.39	86.20	84.55	80.22	74.75	83.37			
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.4	
		加标样品 1	1.04	0.91	0.79	0.94	0.88	0.98	0.92			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.1
		加标样品	9.68	8.37	9.38	8.65	8.33	7.87	8.71			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.0
		加标样品 3	92.41	83.56	89.62	87.97	82.50	76.92	85.50			
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.4	
		加标样品 1	0.81	0.80	0.77	0.76	0.76	0.81	0.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.1
		加标样品	8.52	7.35	8.30	7.59	7.44	7.07	7.71			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	83.9
		加标样品 3	81.09	73.49	78.99	76.72	73.69	69.30	75.54			
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.1	

		加标样品 1	0.70	0.69	0.79	0.82	0.77	0.85	0.77	10.0	74.4
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	8.79	6.63	8.38	7.63	6.72	6.50	7.44		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	81.0
		加标样品 3	83.70	66.42	79.76	77.20	66.57	63.50	72.86		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.1
		加标样品 1	0.70	0.69	0.84	0.76	0.71	0.81	0.75		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5
		加标样品	9.79	8.10	9.31	8.69	8.17	7.87	8.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.3
		加标样品 3	93.27	81.14	88.75	87.97	80.99	76.92	84.84		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	36.1
		加标样品 1	0.42	0.40	0.35	0.35	0.32	0.33	0.36		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	52.5
		加标样品	5.89	4.96	5.71	5.20	4.95	4.77	5.25		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	57.2
		加标样品 3	56.12	49.75	54.43	52.54	49.18	46.69	51.45		

表 A. 1-60 地下水加标测试数据

验证单位：辽阳市环境监测站
测试日期：2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	40.7
		加标样品 1	0.47	0.45	0.40	0.40	0.36	0.38	0.41		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	59.0
		加标样品	6.60	5.58	6.42	5.84	5.57	5.36	5.90		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	64.2
		加标样品 3	62.96	55.86	61.15	59.07	55.26	52.46	57.79		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	57.2
		加标样品 1	0.70	0.59	0.57	0.60	0.47	0.49	0.57		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	61.3
		加标样品	6.88	5.80	6.67	6.15	5.79	5.52	6.13		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	66.8
		加标样品 3	65.53	57.97	63.56	62.24	57.34	53.99	60.11		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	39.5
		加标样品 1	0.44	0.36	0.46	0.43	0.34	0.35	0.39		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.7
		加标样品	7.27	6.11	7.17	6.29	6.07	5.92	6.47		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	70.4
		加标样品 3	69.22	61.06	68.21	63.49	60.17	58.06	63.37		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.2
		加标样品 1	0.70	0.68	0.86	0.75	0.67	0.67	0.72		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.2
		加标样品	9.40	7.94	9.10	8.62	7.89	7.55	8.42		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.7
		加标样品 3	89.69	79.52	86.98	87.08	77.78	73.94	82.50		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	68.8
		加标样品 1	0.70	0.68	0.72	0.65	0.71	0.66	0.69		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.6
		加标样品	10.48	8.71	10.04	8.81	8.63	8.28	9.16		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.9
		加标样品 3	100.61	87.55	95.72	88.72	85.60	81.40	89.93		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	61.1
		加标样品 1	0.70	0.53	0.59	0.71	0.58	0.55	0.61		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8
		加标样品	9.61	8.06	9.29	8.60	7.81	7.53	8.48		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.3
		加标样品 3	91.41	80.33	88.66	87.08	77.03	73.94	83.08		
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	68.3
		加标样品 1	0.69	0.59	0.69	0.82	0.66	0.64	0.68		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9
		加标样品	9.65	7.70	8.81	8.17	7.74	7.66	8.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.2
		加标样品 3	91.88	76.86	83.82	82.66	76.70	75.12	81.18		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.8
		加标样品 1	0.77	0.80	0.77	1.04	0.85	0.81	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.0
		加标样品	10.44	8.79	10.07	9.38	8.16	7.77	9.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.2
		加标样品 3	99.66	88.37	95.72	94.84	80.86	76.15	89.26		
9	地虫硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	67.5
		加标样品 1	0.77	0.60	0.68	0.71	0.64	0.66	0.68		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.2
		加标样品	8.99	7.45	8.55	7.97	7.44	7.13	7.92		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.3
		加标样品 3	85.52	74.68	81.50	80.66	73.62	69.86	77.64		
10	异稻瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.9
		加标样品 1	0.78	0.65	0.75	0.87	0.76	0.80	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.4
		加标样品	10.08	8.34	9.61	8.67	8.33	8.04	8.84		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.3
		加标样品 3	95.77	83.44	91.26	87.94	82.36	79.04	86.63		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.3
		加标样品 1	0.80	0.64	0.75	0.94	0.73	0.77	0.77		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.6
		加标样品	9.61	7.94	9.14	8.59	7.92	7.58	8.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.1
		加标样品 3	91.41	79.52	86.98	87.08	78.61	73.94	82.92		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.2
		加标样品 1	0.86	0.66	0.76	0.92	0.73	0.75	0.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.3
		加标样品	9.50	7.91	9.14	8.48	7.93	7.60	8.43		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.8
		加标样品 3	90.56	79.52	86.98	85.34	78.61	74.70	82.62		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.0
		加标样品 1	0.83	0.79	0.78	0.99	0.80	0.91	0.85		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.7
		加标样品	8.72	7.35	8.39	7.80	7.32	7.02	7.77		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.6
		加标样品 3	83.16	73.58	79.92	78.92	72.46	68.76	76.13		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.6
		加标样品 1	0.80	0.78	0.84	1.02	0.81	0.95	0.87		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.7
		加标样品	8.74	7.28	8.38	8.52	7.30	6.98	7.87		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	85.7
		加标样品 3	83.34	72.84	79.82	86.21	72.21	68.42	77.14		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.4
		加标样品 1	0.76	0.71	0.63	0.72	0.65	0.75	0.70		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.0
		加标样品	9.02	7.45	8.59	7.83	7.38	7.11	7.90		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	85.9
		加标样品 3	85.82	74.59	81.88	79.12	73.04	69.61	77.34		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.2
		加标样品 1	0.83	0.76	0.88	0.98	0.88	0.89	0.87		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8
		加标样品	9.61	8.06	9.25	8.29	8.02	7.66	8.48		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.2
		加标样品 3	91.41	80.33	87.83	83.72	79.36	75.39	83.01		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.6
		加标样品 1	0.90	0.78	0.96	0.80	0.77	0.93	0.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.2
		加标样品	9.08	7.57	8.73	7.98	7.53	7.24	8.02		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.4
		加标样品 3	86.68	75.86	83.18	80.74	74.46	70.97	78.65		
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.4
		加标样品 1	0.88	0.71	0.81	0.95	0.85	0.80	0.83		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5
		加标样品	9.77	8.17	9.37	8.65	8.16	7.79	8.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.4
		加标样品 3	93.21	81.88	89.59	87.94	80.86	76.15	84.94		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.6
		加标样品 1	0.89	0.77	0.89	0.80	0.76	0.90	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.8
		加标样品	9.02	7.52	8.67	7.95	7.50	7.19	7.98		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.8
		加标样品 3	85.72	75.22	82.52	80.45	74.30	70.37	78.10		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.7
		加标样品 1	0.82	0.75	0.86	0.91	0.81	0.86	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.4
		加标样品	8.55	7.15	8.39	7.76	7.14	6.85	7.64		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	83.2
		加标样品 3	81.36	71.48	79.92	78.53	70.73	67.07	74.85		
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.8
		加标样品 1	0.81	0.76	0.87	0.95	0.72	0.91	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.2
		加标样品	9.64	7.74	9.21	8.25	8.03	7.64	8.42		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.5
		加标样品 3	91.41	77.23	87.83	83.72	79.36	74.70	82.38		
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.4
		加标样品 1	0.79	0.78	0.80	0.92	0.80	0.86	0.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.4
		加标样品	9.83	8.14	9.31	8.69	8.07	7.77	8.64		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.9
		加标样品 3	93.21	81.07	88.66	87.94	80.12	76.15	84.52		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.9
		加标样品 1	0.83	0.72	0.72	0.80	0.74	0.86	0.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.3
		加标样品	9.65	7.84	8.88	8.24	7.91	7.48	8.33		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.8
		加标样品 3	92.26	78.78	84.48	82.86	78.61	73.26	81.71		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.4
		加标样品 1	1.02	0.89	0.77	0.92	0.86	0.96	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.4
		加标样品	9.48	8.20	9.20	8.49	8.17	7.71	8.54		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.1
		加标样品 3	90.56	81.88	87.83	86.21	80.86	75.39	83.79		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.6
		加标样品 1	0.79	0.78	0.75	0.75	0.74	0.79	0.77		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.6
		加标样品	8.35	7.21	8.13	7.43	7.30	6.93	7.56		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	82.3
		加标样品 3	79.46	72.02	77.41	75.18	72.21	67.92	74.03		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.0
		加标样品 1	0.69	0.67	0.77	0.81	0.74	0.82	0.75		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	72.2
		加标样品	8.53	6.44	8.12	7.40	6.52	6.31	7.22		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	78.5
		加标样品 3	81.19	64.43	77.36	74.88	64.58	61.59	70.67		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.0
		加标样品 1	0.68	0.67	0.81	0.74	0.69	0.79	0.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.9
		加标样品	9.49	7.85	9.03	8.43	7.92	7.63	8.39		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.4
		加标样品 3	90.48	78.71	86.10	85.32	78.56	74.62	82.30		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	35.1
		加标样品 1	0.41	0.39	0.34	0.34	0.31	0.32	0.35		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	50.9
		加标样品	5.71	4.81	5.53	5.04	4.81	4.62	5.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	55.5
		加标样品 3	54.43	48.25	52.80	50.97	47.71	45.28	49.91		

表 A. 1-61 生活污水加标测试数据

验证单位：辽阳市环境监测站
测试日期：2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	62.3
		加标样品 1	6.7	5.4	6.3	7.0	5.7	6.2	6.23		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	68.5
		加标样品	69.7	66.2	72.7	75.0	60.1	67.5	68.53		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	68.8
		加标样品 3	572.1	601.2	670.9	660.9	589.9	620.6	619.24		
2	速灭磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	64.9
		加标样品 1	6.9	5.7	6.6	7.4	6.0	6.4	6.49		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	71.4
		加标样品	72.5	68.8	75.7	79.1	62.5	69.5	71.36		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	71.6
		加标样品 3	595.6	625.7	698.2	696.2	612.9	638.6	644.51		
3	内吸磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	68.2
		加标样品 1	7.3	5.9	7.0	7.7	6.2	6.8	6.82		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	66.0

		加标样品	67.2	63.5	71.6	70.4	57.5	65.7	65.98		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	75.5
		加标样品 3	629.4	658.0	750.6	711.6	642.6	686.5	679.79		
4	灭线磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	89.0
		加标样品 1	9.4	7.8	8.9	10.5	8.1	8.7	8.90		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	97.9
		加标样品	99.0	94.3	103.3	110.7	85.0	95.1	97.89		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	98.2
		加标样品 3	813.5	856.7	952.8	975.3	832.5	874.4	884.21		
5	治螟磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	96.7
		加标样品 1	10.5	8.5	9.9	10.7	8.9	9.6	9.67		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	106.4
		加标样品	110.6	103.5	114.0	113.2	93.1	104.3	106.45		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	106.8
		加标样品 3	907.4	940.0	1051.1	997.4	913.1	958.3	961.22		
6	甲拌磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	89.4
		加标样品 1	9.7	7.9	9.1	10.4	8.0	8.6	8.94		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	98.6
		加标样品	101.3	95.5	105.3	110.4	84.3	94.9	98.62		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	99.0
		加标样品 3	831.3	867.5	971.3	973.1	826.8	873.4	890.58		
7	特丁硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	87.3
		加标样品 1	9.7	7.5	8.7	9.9	7.9	8.8	8.73		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	96.4
		加标样品	101.8	91.1	99.8	105.3	83.5	96.6	96.36		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	96.7
		加标样品 3	835.1	829.3	921.1	926.8	819.1	889.4	870.13		
8	二嗪磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	95.9
		加标样品 1	10.5	8.6	9.9	11.3	8.3	8.9	9.59		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	105.8
		加标样品	110.0	104.4	114.2	120.6	88.0	97.8	105.84		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	106.1
		加标样品 3	902.7	948.8	1053.3	1061.4	862.3	899.4	954.64		
9	地虫硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	83.6
		加标样品 1	9.0	7.3	8.4	9.6	7.6	8.2	8.36		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	92.1
		加标样品	94.7	88.5	97.0	102.5	80.2	89.8	92.13		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	92.4
		加标样品 3	776.9	804.8	894.9	902.5	786.5	825.4	831.83		
10	异稻瘟净	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	93.4
		加标样品 1	10.1	8.1	9.4	10.5	8.6	9.3	9.34		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	102.8

		加标样品	106.2	98.8	109.0	111.7	89.8	101.2	102.79			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	103.2	
		加标样品 3	872.7	898.8	1006.3	983.1	880.5	930.4	928.62			
11	乐果	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	89.5	
		加标样品 1	9.7	7.8	9.0	10.4	8.1	8.7	8.95			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	98.4
		加标样品	101.3	94.3	103.8	110.4	85.5	95.4	98.45			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	98.8
		加标样品 3	831.3	856.7	957.1	973.1	838.3	877.4	889.00			
12	氯唑磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	89.2	
		加标样品 1	9.6	7.7	9.0	10.3	8.2	8.7	8.92			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	98.0
		加标样品	100.1	93.9	103.8	108.8	85.5	95.8	97.99			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	98.3
		加标样品 3	821.9	853.8	957.1	957.7	838.3	881.4	885.04			
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	82.0	
		加标样品 1	8.7	7.1	8.2	9.4	7.6	8.1	8.20			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	90.3
		加标样品	92.0	87.1	95.2	100.2	79.0	88.4	90.32			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	90.7
		加标样品 3	755.2	792.1	878.5	883.8	775.0	813.4	816.33			
14	磷胺	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	83.0	
		加标样品 1	8.7	7.1	8.2	10.3	7.5	8.0	8.30			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	91.6
		加标样品	92.2	86.4	95.0	109.6	78.8	87.9	91.65			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	91.9
		加标样品 3	757.1	784.3	876.3	964.3	772.1	808.4	827.09			
15	甲基对硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	83.3	
		加标样品 1	9.0	7.3	8.5	9.4	7.6	8.2	8.33			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	91.8
		加标样品	95.1	88.4	97.5	100.5	79.6	89.4	91.75			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	92.1
		加标样品 3	780.6	803.9	900.3	886.0	780.7	823.4	829.15			
16	毒死蜱	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	89.6	
		加标样品 1	9.7	7.9	9.1	10.1	8.3	8.8	8.96			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	98.6
		加标样品	101.3	95.5	104.9	106.7	86.5	96.6	98.58			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	99.0
		加标样品 3	831.3	867.5	968.1	940.0	847.9	889.4	890.70			
17	杀螟硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	84.6	
		加标样品 1	9.1	7.4	8.6	9.6	7.7	8.4	8.46			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	93.3	

		加标样品	95.8	89.8	99.0	102.6	81.1	91.3	93.28			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	93.6	
		加标样品 3	786.2	816.6	913.4	903.6	796.1	839.4	842.56			
18	马拉 硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	91.3	
		加标样品 1	9.8	8.0	9.2	10.5	8.3	9.0	9.13			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	100.6
		加标样品	103.0	96.9	106.2	111.3	88.0	98.2	100.63			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	101.0
		加标样品 3	845.4	880.2	981.2	980.9	862.3	903.4	908.89			
19	对硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	84.1	
		加标样品 1	9.0	7.3	8.5	9.6	7.7	8.3	8.41			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	92.7
		加标样品	95.0	89.2	98.3	102.3	80.9	90.5	92.71			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	93.1
		加标样品 3	779.7	810.7	908.0	901.4	793.2	832.4	837.57			
20	溴硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	80.7	
		加标样品 1	8.6	7.0	8.2	9.4	7.3	7.9	8.07			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	88.8
		加标样品	90.1	84.7	95.1	99.9	77.1	86.2	88.84			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	89.1
		加标样品 3	739.3	769.6	877.4	879.4	755.8	792.4	802.31			
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	88.9	
		加标样品 1	9.7	7.6	9.1	10.0	8.3	8.8	8.89			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	97.8
		加标样品	101.5	91.7	104.6	106.0	86.6	96.1	97.77			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	98.2
		加标样品 3	834.2	834.2	964.8	934.5	848.8	884.4	883.48			
22	水胺 硫磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	90.9	
		加标样品 1	9.8	8.0	9.1	10.5	8.3	8.9	9.09			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	100.4
		加标样品	103.5	96.5	105.5	111.9	87.2	98.0	100.44			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	100.8
		加标样品 3	850.1	877.3	973.5	985.3	854.6	901.4	907.03			
23	稻丰散	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	87.7	
		加标样品 1	9.7	7.6	8.7	10.0	8.1	8.5	8.77			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	96.8
		加标样品	101.8	93.0	100.8	105.8	85.2	94.1	96.80			
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	97.1
		加标样品 3	835.1	846.0	930.9	932.3	835.4	865.4	874.18			
24	丙溴磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	90.2	
		加标样品 1	9.6	8.1	9.0	10.3	8.4	8.8	9.02			
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	99.4	

		加标样品	100.1	97.2	104.5	109.2	88.0	97.1	99.36		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	99.8
		加标样品 3	821.0	884.1	963.7	962.1	863.2	893.4	897.93		
25	苯线磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	79.7
		加标样品 1	8.4	7.0	8.0	9.0	7.5	8.0	7.97		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	87.9
		加标样品	87.9	85.3	92.3	95.6	78.8	87.2	87.86		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	88.2
		加标样品 3	721.4	776.4	851.2	841.8	772.1	802.4	794.24		
26	三唑磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	90.7
		加标样品 1	8.9	8.5	10.3	9.8	8.7	8.1	9.07		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	105.3
		加标样品	105.1	99.8	116.3	118.1	92.3	100.5	105.33		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	100.2
		加标样品 3	871.7	834.2	1006.3	998.5	829.7	870.4	901.80		
27	蝇毒磷	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	89.5
		加标样品 1	9.7	7.7	8.9	10.4	8.2	8.8	8.95		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	96.5
		加标样品	88.0	94.1	103.5	109.7	86.3	97.1	96.45		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	99.0
		加标样品 3	829.5	855.7	954.9	965.4	846.0	893.4	890.82		
28	敌百虫	样品 1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	10.0	54.4
		加标样品 1	5.8	4.7	5.5	6.2	5.0	5.4	5.44		
		样品 2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	100	59.8
		加标样品	60.8	57.8	63.6	65.4	52.6	58.9	59.83		
		样品 3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	900	60.1
		加标样品 3	499.7	524.8	585.6	577.0	515.1	540.6	540.49		

表 A. 1-62 工业废水加标测试数据

验证单位：辽阳市环境监测站

测试日期：2017. 8. 1~2018. 8. 10

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	57.3
		加标样品 1	6.12	5.01	5.79	6.47	5.29	5.69	5.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	63.0
		加标样品	64.13	60.90	66.85	69.03	55.32	62.06	63.05		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	63.3
		加标样品 3	526.31	553.09	617.21	608.02	542.68	570.93	569.71		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	59.7
		加标样品 1	6.36	5.23	6.03	6.85	5.50	5.86	5.97		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	65.7
		加标样品	66.72	63.33	69.66	72.78	57.54	63.90	65.65		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	65.9
		加标样品 3	547.91	575.60	642.34	640.52	563.86	587.47	592.95		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	62.7
		加标样品 1	6.70	5.46	6.43	7.05	5.72	6.28	6.27		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.7
		加标样品	61.80	58.47	65.84	64.76	52.86	60.50	60.70		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	69.5
		加标样品 3	579.02	605.34	690.58	654.72	591.21	631.60	625.41		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.9
		加标样品 1	8.64	7.17	8.20	9.65	7.45	8.04	8.19		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.1
		加标样品	91.09	86.74	94.99	101.82	78.18	87.53	90.06		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.4
		加标样品 3	748.41	788.19	876.55	897.33	765.93	804.44	813.47		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.0
		加标样品 1	9.64	7.85	9.09	9.84	8.19	8.79	8.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.9
		加标样品	101.71	95.22	104.85	104.15	85.68	95.98	97.93		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.3
		加标样品 3	834.83	864.76	967.01	917.63	840.06	881.67	884.33		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.3
		加标样品 1	8.88	7.25	8.36	9.55	7.37	7.96	8.23		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.7
		加标样品	93.16	87.84	96.91	101.60	77.57	87.34	90.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.0
		加标样品 3	764.83	798.09	893.64	895.29	760.64	803.52	819.33		
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.4
		加标样品 1	8.88	6.88	7.97	9.06	7.31	8.11	8.04		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.6
		加标样品	93.68	83.86	91.78	96.84	76.85	88.90	88.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.9
		加标样品 3	768.29	762.97	847.40	852.65	753.57	818.23	800.52		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.2
		加标样品 1	9.64	7.93	9.09	10.41	7.66	8.20	8.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.4
		加标样品	101.19	96.03	105.05	110.94	81.00	90.00	97.37		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.6
		加标样品 3	830.51	872.86	969.03	976.49	793.28	827.42	878.26		
9	地虫硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.9
		加标样品 1	8.30	6.72	7.73	8.87	7.01	7.53	7.69		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.7
		加标样品	87.10	81.43	89.25	94.30	73.77	82.65	84.75		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.0
		加标样品 3	714.71	740.45	823.26	830.33	723.57	759.39	765.29		
10	异稻瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.9
		加标样品 1	9.30	7.48	8.68	9.65	7.89	8.54	8.59		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	94.6
		加标样品	97.74	90.90	100.32	102.73	82.60	93.13	94.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.9
		加标样品 3	802.85	826.92	925.80	904.42	810.05	855.93	854.33		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.3
		加标样品 1	8.88	7.17	8.29	9.55	7.45	8.04	8.23		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.6
		加标样品	93.16	86.74	95.49	101.60	78.62	87.81	90.57		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.9
		加标样品 3	764.83	788.19	880.57	895.29	771.22	807.20	817.88		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.1
		加标样品 1	8.81	7.11	8.29	9.45	7.54	8.04	8.21		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.2
		加标样品	92.13	86.39	95.49	100.10	78.62	88.17	90.15		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.5
		加标样品 3	756.18	785.49	880.57	881.08	771.22	810.87	814.24		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.4
		加标样品 1	8.04	6.58	7.56	8.68	6.95	7.44	7.54		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.1
		加标样品	84.60	80.17	87.55	92.16	72.71	81.37	83.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	83.4
		加标样品 3	694.83	728.74	808.19	813.07	712.98	748.37	751.03		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.3
		加标样品 1	8.04	6.50	7.56	9.45	6.87	7.36	7.63		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.3
		加标样品	84.87	79.45	87.36	100.80	72.54	80.91	84.32		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.5
		加标样品 3	696.56	721.53	806.19	887.17	710.34	743.76	760.93		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.6
		加标样品 1	8.30	6.72	7.80	8.68	6.95	7.53	7.66		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.4
		加标样品	87.47	81.34	89.67	92.46	73.24	82.28	84.41		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.8
		加标样品 3	718.17	739.55	828.30	815.10	718.28	757.55	762.82		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.5
		加标样品 1	8.88	7.25	8.36	9.26	7.60	8.11	8.25		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.7
		加标样品	93.16	87.84	96.50	98.16	79.60	88.90	90.69		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.0	
		加标样品 3	764.83	798.09	890.61	864.84	780.05	818.23	819.44			
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.9	
		加标样品 1	8.38	6.81	7.88	8.87	7.09	7.69	7.79			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.8
		加标样品	88.16	82.59	91.07	94.41	74.65	84.03	85.82			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.1
		加标样品 3	723.34	751.26	840.35	831.33	732.39	772.26	775.16			
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.0	
		加标样品 1	9.05	7.32	8.44	9.65	7.66	8.28	8.40			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.6
		加标样品	94.80	89.18	97.71	102.42	81.00	90.38	92.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.9
		加标样品 3	777.79	809.80	902.68	902.40	793.28	831.10	836.18			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.3	
		加标样品 1	8.30	6.72	7.80	8.87	7.09	7.61	7.73			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.3
		加标样品	87.37	82.06	90.47	94.09	74.48	83.29	85.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.6
		加标样品 3	717.29	745.85	835.34	829.31	729.75	765.83	770.56			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	74.3	
		加标样品 1	7.88	6.43	7.56	8.68	6.73	7.28	7.43			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	81.7
		加标样品	82.89	77.92	87.45	91.87	70.94	79.34	81.74			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.0
		加标样品 3	680.13	708.02	807.19	809.01	695.34	729.06	738.12			
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.8	
		加标样品 1	8.88	6.95	8.36	9.17	7.60	8.11	8.18			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.9
		加标样品	93.42	84.41	96.19	97.54	79.68	88.45	89.95			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.3
		加标样品 3	767.42	767.48	887.60	859.76	780.93	813.64	812.80			
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.7	
		加标样品 1	9.05	7.32	8.36	9.65	7.60	8.20	8.37			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.4
		加标样品	95.24	88.73	97.10	102.92	80.22	90.19	92.40			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.7
		加标样品 3	782.11	807.11	895.65	906.46	786.22	829.27	834.47			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.7	
		加标样品 1	8.88	7.03	8.04	9.17	7.45	7.87	8.07			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.1
		加标样品	93.68	85.57	92.78	97.36	78.36	86.61	89.06			

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.4
		加标样品 3	768.29	778.29	856.45	857.73	768.58	796.16	804.25		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.0
		加标样品 1	8.81	7.41	8.29	9.45	7.74	8.11	8.30		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.4
		加标样品	92.04	89.45	96.10	100.49	81.00	89.37	91.41		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.8
		加标样品 3	755.32	813.41	886.60	885.14	794.16	821.91	826.09		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	73.3
		加标样品 1	7.71	6.43	7.32	8.30	6.87	7.36	7.33		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	80.8
		加标样品	80.90	78.45	84.95	87.90	72.54	80.26	80.83		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	81.2
		加标样品 3	663.72	714.33	783.06	774.50	710.34	738.24	730.70		
26	三唑磷	样品 1	36.6	34.4	40.5	32.4	36.7	35.5	36.0	10.0	79.8
		加标样品 1	41.09	40.96	50.44	45.32	41.47	44.69	44.0		
		样品 2	36.6	34.4	40.5	32.4	36.7	35.5	36.0	100	104.2
		加标样品	137.18	132.20	156.31	153.47	125.09	137.10	140.2		
		样品 3	36.6	34.4	40.5	32.4	36.7	35.5	36.0	900	100.1
		加标样品 3	903.84	866.61	1046.45	1034.02	862.46	906.99	936.7		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.1
		加标样品 1	9.95	7.96	9.17	10.69	8.43	9.08	9.21		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.3
		加标样品	90.66	96.91	106.58	112.96	88.92	100.05	99.35		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.9
		加标样品 3	854.33	881.42	983.60	994.38	871.33	920.18	917.54		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	56.0
		加标样品 1	6.01	4.85	5.68	6.38	5.18	5.53	5.60		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	61.6
		加标样品	62.60	59.50	65.51	67.39	54.13	60.63	61.63		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	61.9
		加标样品 3	514.73	540.55	603.21	594.35	530.51	556.85	556.70		

表 A. 1-63 地表水加标测试数据

验证单位：抚顺市环境监测中心站

测试日期：2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	41.9
		加标样品 1	0.46	0.46	0.39	0.42	0.39	0.41	0.42		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	60.8
		加标样品	6.42	5.75	6.29	6.15	6.05	5.81	6.08		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	66.3

		加标样品 3	61.19	57.58	60.00	62.14	59.99	56.95	59.64			
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	58.8	
		加标样品 1	0.67	0.61	0.56	0.63	0.51	0.53	0.59			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	63.2
		加标样品	6.68	5.98	6.54	6.47	6.29	5.99	6.32			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	68.9
		加标样品 3	63.68	59.75	62.37	65.47	62.24	58.61	62.02			
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	40.8	
		加标样品 1	0.43	0.37	0.45	0.45	0.37	0.38	0.41			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	66.7
		加标样品	7.06	6.30	7.03	6.61	6.59	6.43	6.67			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	72.6
		加标样品 3	67.27	62.94	66.93	66.78	65.31	63.03	65.38			
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	74.4	
		加标样品 1	0.68	0.70	0.85	0.78	0.73	0.73	0.74			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.8
		加标样品	9.13	8.19	8.93	9.07	8.56	8.19	8.68			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.6
		加标样品 3	87.17	81.96	85.34	91.60	84.43	80.27	85.13			
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.8	
		加标样品 1	0.67	0.70	0.70	0.68	0.78	0.72	0.71			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.4
		加标样品	10.18	8.98	9.85	9.27	9.37	8.99	9.44			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	103.1
		加标样品 3	97.77	90.23	93.92	93.32	92.92	88.37	92.75			
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	62.8	
		加标样品 1	0.67	0.55	0.58	0.74	0.63	0.59	0.63			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.4
		加标样品	9.34	8.30	9.11	9.05	8.48	8.17	8.74			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.2
		加标样品 3	88.83	82.80	86.99	91.60	83.63	80.27	85.69			
7	特丁硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	70.4	
		加标样品 1	0.67	0.61	0.67	0.87	0.72	0.69	0.70			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.5
		加标样品	9.38	7.93	8.64	8.60	8.40	8.32	8.55			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.1
		加标样品 3	89.29	79.22	82.24	86.95	83.26	81.56	83.75			
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.4	
		加标样品 1	0.75	0.83	0.76	1.09	0.92	0.88	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.7
		加标样品	10.14	9.06	9.88	9.87	8.85	8.44	9.37			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	102.2

		加标样品 3	96.85	91.08	93.92	99.77	87.77	82.66	92.01			
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.5	
		加标样品 1	0.75	0.62	0.66	0.74	0.69	0.71	0.69			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.7
		加标样品	8.73	7.68	8.38	8.38	8.07	7.74	8.17			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.0
		加标样品 3	83.12	76.97	79.97	84.84	79.92	75.84	80.11			
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.8	
		加标样品 1	0.76	0.67	0.74	0.93	0.83	0.86	0.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.2
		加标样品	9.79	8.59	9.43	9.13	9.04	8.72	9.12			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.3
		加标样品 3	93.07	86.00	89.54	92.51	89.40	85.79	89.39			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.1	
		加标样品 1	0.78	0.66	0.74	0.99	0.80	0.84	0.80			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.2
		加标样品	9.34	8.19	8.97	9.04	8.59	8.22	8.72			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.1
		加标样品 3	88.83	81.96	85.34	91.60	85.34	80.27	85.56			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.9	
		加标样品 1	0.84	0.68	0.75	0.97	0.80	0.82	0.81			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.9
		加标样品	9.23	8.16	8.97	8.91	8.60	8.26	8.69			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.7
		加标样品 3	88.01	81.96	85.34	89.78	85.34	81.09	85.25			
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.1	
		加标样品 1	0.81	0.81	0.77	1.04	0.86	0.99	0.88			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.1
		加标样品	8.47	7.58	8.23	8.21	7.95	7.62	8.01			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.3
		加标样品 3	80.82	75.83	78.41	83.02	78.66	74.64	78.57			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.7	
		加标样品 1	0.78	0.81	0.83	1.07	0.87	1.03	0.90			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.1
		加标样品	8.49	7.50	8.22	8.95	7.92	7.58	8.11			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.5
		加标样品 3	81.00	75.09	78.32	90.69	78.39	74.27	79.63			
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.7	
		加标样品 1	0.74	0.74	0.62	0.75	0.70	0.82	0.73			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.4
		加标样品	8.76	7.68	8.43	8.24	8.01	7.71	8.14			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.6

		加标样品 3	83.40	76.87	80.33	83.23	79.29	75.56	79.78			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.2	
		加标样品 1	0.81	0.79	0.86	1.03	0.96	0.97	0.90			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.4
		加标样品	9.34	8.30	9.07	8.73	8.70	8.32	8.74			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.2
		加标样品 3	88.83	82.80	86.17	88.07	86.16	81.83	85.64			
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.6	
		加标样品 1	0.88	0.81	0.94	0.84	0.84	1.01	0.89			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7
		加标样品	8.83	7.81	8.56	8.39	8.17	7.86	8.27			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.2
		加标样品 3	84.23	78.19	81.61	84.94	80.83	77.04	81.14			
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.1	
		加标样品 1	0.86	0.73	0.80	1.00	0.92	0.86	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.2
		加标样品	9.49	8.42	9.19	9.11	8.85	8.46	8.92			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.4
		加标样品 3	90.58	84.40	87.90	92.51	87.77	82.66	87.64			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.4	
		加标样品 1	0.86	0.80	0.87	0.84	0.83	0.98	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.2
		加标样品	8.76	7.75	8.51	8.36	8.15	7.80	8.22			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.5
		加标样品 3	83.31	77.53	80.97	84.64	80.65	76.39	80.58			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.7	
		加标样品 1	0.80	0.78	0.85	0.96	0.88	0.94	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.7
		加标样品	8.30	7.36	8.23	8.16	7.76	7.44	7.87			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	85.8
		加标样品 3	79.07	73.67	78.41	82.62	76.77	72.80	77.22			
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.8	
		加标样品 1	0.79	0.79	0.86	1.00	0.79	0.99	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.8
		加标样品	9.37	7.97	9.04	8.68	8.71	8.29	8.68			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.4
		加标样品 3	88.83	79.60	86.17	88.07	86.16	81.09	84.99			
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.5	
		加标样品 1	0.77	0.81	0.79	0.97	0.86	0.93	0.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.0
		加标样品	9.55	8.38	9.13	9.15	8.77	8.45	8.90			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.9

		加标样品 3	90.58	83.56	86.99	92.51	86.96	82.66	87.21		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.7
		加标样品 1	0.81	0.75	0.70	0.84	0.81	0.94	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.9
		加标样品	9.38	8.08	8.72	8.66	8.57	8.12	8.59		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.7
		加标样品 3	89.66	81.20	82.88	87.16	85.34	79.52	84.29		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	93.5
		加标样品 1	0.99	0.92	0.76	0.97	0.94	1.04	0.94		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.1
		加标样品	9.22	8.45	9.02	8.92	8.86	8.37	8.81		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.1
		加标样品 3	88.01	84.40	86.17	90.69	87.77	81.83	86.48		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.4
		加标样品 1	0.77	0.81	0.74	0.78	0.81	0.86	0.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.0
		加标样品	8.11	7.42	7.98	7.82	7.92	7.52	7.80		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.9
		加标样品 3	77.23	74.23	75.95	79.09	78.39	73.72	76.44		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.5
		加标样品 1	0.67	0.70	0.76	0.85	0.82	0.90	0.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.1
		加标样品	8.37	6.70	8.06	7.87	7.15	6.92	7.51		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	81.7
		加标样品 3	79.71	67.09	76.69	79.59	70.82	67.55	73.57		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.2
		加标样品 1	0.67	0.70	0.81	0.78	0.75	0.86	0.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.4
		加标样品	9.32	8.18	8.95	8.96	8.69	8.37	8.74		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.3
		加标样品 3	88.83	81.96	85.34	90.69	86.16	81.83	85.80		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	36.6
		加标样品 1	0.40	0.40	0.34	0.36	0.34	0.35	0.37		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.0
		加标样品	5.61	5.01	5.49	5.36	5.27	5.07	5.30		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	57.8
		加标样品 3	53.45	50.25	52.34	54.17	52.32	49.67	52.03		

表 A. 1-64 地下水加标测试数据

验证单位：抚顺市环境监测中心站

测试日期：2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			

1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	40.9	
		加标样品 1	0.45	0.45	0.38	0.41	0.38	0.40	0.41			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	59.6
		加标样品	6.29	5.64	6.17	6.02	5.93	5.70	5.96			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	64.9
		加标样品 3	59.96	56.42	58.80	60.90	58.79	55.81	58.45			
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	57.8	
		加标样品 1	0.67	0.60	0.55	0.62	0.50	0.52	0.58			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	62.0
		加标样品	6.55	5.86	6.41	6.34	6.16	5.87	6.20			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	67.5
		加标样品 3	62.41	58.56	61.12	64.16	61.00	57.44	60.78			
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	39.8	
		加标样品 1	0.42	0.36	0.44	0.44	0.36	0.37	0.40			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	65.4
		加标样品	6.92	6.17	6.89	6.48	6.46	6.30	6.54			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	71.2
		加标样品 3	65.92	61.68	65.59	65.45	64.01	61.77	64.07			
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.0	
		加标样品 1	0.67	0.69	0.83	0.77	0.71	0.71	0.73			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.1
		加标样品	8.95	8.02	8.75	8.89	8.39	8.03	8.51			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.7
		加标样品 3	85.42	80.32	83.63	89.77	82.74	78.66	83.42			
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.5	
		加标样品 1	0.67	0.69	0.69	0.67	0.76	0.70	0.70			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.5
		加标样品	9.98	8.80	9.65	9.08	9.18	8.81	9.25			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.0
		加标样品 3	95.82	88.43	92.04	91.46	91.06	86.60	90.90			
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	61.9	
		加标样品 1	0.67	0.54	0.57	0.73	0.62	0.58	0.62			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.7
		加标样品	9.15	8.14	8.93	8.87	8.31	8.01	8.57			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.3
		加标样品 3	87.06	81.14	85.25	89.77	81.95	78.66	83.97			
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	69.2	
		加标样品 1	0.66	0.60	0.66	0.85	0.70	0.68	0.69			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.7
		加标样品	9.19	7.78	8.47	8.42	8.23	8.15	8.37			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.2
		加标样品 3	87.50	77.64	80.60	85.22	81.60	79.92	82.08			

8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.4	
		加标样品 1	0.73	0.81	0.74	1.07	0.90	0.86	0.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.8
		加标样品	9.94	8.88	9.68	9.67	8.68	8.27	9.18			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.2
加标样品 3	94.91	89.26	92.04	97.77	86.02	81.01	90.17					
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	68.4	
		加标样品 1	0.73	0.61	0.65	0.73	0.68	0.70	0.68			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.0
		加标样品	8.56	7.53	8.22	8.22	7.91	7.59	8.00			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.2
加标样品 3	81.45	75.43	78.37	83.15	78.32	74.32	78.51					
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.1	
		加标样品 1	0.74	0.66	0.72	0.90	0.81	0.85	0.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.4
		加标样品	9.60	8.42	9.24	8.94	8.86	8.55	8.94			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.3
加标样品 3	91.21	84.28	87.75	90.66	87.62	84.08	87.60					
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.3	
		加标样品 1	0.76	0.65	0.72	0.97	0.78	0.82	0.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.5
		加标样品	9.15	8.02	8.79	8.86	8.43	8.06	8.55			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.2
加标样品 3	87.06	80.32	83.63	89.77	83.63	78.66	83.84					
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.1	
		加标样品 1	0.82	0.67	0.73	0.95	0.78	0.80	0.79			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.2
		加标样品	9.05	7.99	8.79	8.74	8.44	8.09	8.52			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.8
加标样品 3	86.25	80.32	83.63	87.98	83.63	79.47	83.55					
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.2	
		加标样品 1	0.79	0.80	0.75	1.02	0.85	0.97	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.5
		加标样品	8.30	7.42	8.07	8.04	7.79	7.47	7.85			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	85.5
加标样品 3	79.20	74.32	76.85	81.36	77.09	73.15	76.99					
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	87.8	
		加标样品 1	0.76	0.79	0.81	1.05	0.86	1.01	0.88			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.5
		加标样品	8.32	7.35	8.06	8.78	7.77	7.43	7.95			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.7
加标样品 3	79.37	73.58	76.75	88.88	76.82	72.79	78.03					

15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	71.3	
		加标样品 1	0.72	0.72	0.61	0.74	0.69	0.80	0.71			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.8
		加标样品	8.59	7.53	8.26	8.07	7.85	7.56	7.98			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.9
		加标样品 3	81.73	75.34	78.73	81.57	77.70	74.05	78.19			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.3	
		加标样品 1	0.79	0.77	0.85	1.01	0.94	0.95	0.88			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.7
		加标样品	9.15	8.14	8.89	8.55	8.53	8.15	8.57			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.3
		加标样品 3	87.06	81.14	84.45	86.31	84.43	80.20	83.93			
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	86.7	
		加标样品 1	0.86	0.79	0.92	0.82	0.82	0.99	0.87			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.0
		加标样品	8.65	7.65	8.39	8.23	8.01	7.70	8.10			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.4
		加标样品 3	82.55	76.63	79.98	83.24	79.21	75.50	79.52			
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.3	
		加标样品 1	0.84	0.72	0.78	0.98	0.90	0.85	0.84			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.4
		加标样品	9.30	8.25	9.01	8.92	8.68	8.29	8.74			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.4
		加标样品 3	88.77	82.71	86.14	90.66	86.02	81.01	85.88			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.5	
		加标样品 1	0.85	0.78	0.86	0.82	0.81	0.96	0.84			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.6
		加标样品	8.59	7.60	8.34	8.20	7.98	7.65	8.06			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	87.7
		加标样品 3	81.64	75.98	79.35	82.94	79.04	74.86	78.97			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.8	
		加标样品 1	0.78	0.76	0.83	0.94	0.86	0.92	0.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.2
		加标样品	8.14	7.22	8.07	8.00	7.60	7.29	7.72			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.1
		加标样品 3	77.49	72.20	76.85	80.96	75.24	71.35	75.68			
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.8	
		加标样品 1	0.77	0.77	0.84	0.98	0.77	0.97	0.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.1
		加标样品	9.18	7.82	8.86	8.51	8.54	8.13	8.51			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.5
		加标样品 3	87.06	78.01	84.45	86.31	84.43	79.47	83.29			

22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.5	
		加标样品 1	0.75	0.79	0.77	0.95	0.85	0.91	0.84			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.3
		加标样品	9.36	8.22	8.95	8.96	8.59	8.27	8.73			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.0
加标样品 3	88.77	81.89	85.25	90.66	85.23	81.01	85.47					
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.9	
		加标样品 1	0.79	0.73	0.69	0.82	0.79	0.92	0.79			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.2
		加标样品	9.19	7.92	8.54	8.49	8.41	7.96	8.42			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.8
加标样品 3	87.87	79.58	81.23	85.42	83.63	77.94	82.61					
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.6	
		加标样品 1	0.97	0.90	0.74	0.95	0.92	1.02	0.92			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.3
		加标样品	9.03	8.28	8.85	8.75	8.69	8.20	8.63			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.2
加标样品 3	86.25	82.71	84.45	88.88	86.02	80.20	84.75					
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.6	
		加标样品 1	0.75	0.79	0.72	0.77	0.79	0.84	0.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.4
		加标样品	7.95	7.28	7.82	7.66	7.77	7.37	7.64			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	83.2
加标样品 3	75.68	72.75	74.43	77.51	76.82	72.25	74.91					
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	76.2	
		加标样品 1	0.66	0.68	0.74	0.83	0.79	0.87	0.76			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	72.9
		加标样品	8.12	6.50	7.81	7.63	6.94	6.71	7.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	79.3
加标样品 3	77.32	65.08	74.38	77.20	68.70	65.52	71.37					
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.9	
		加标样品 1	0.65	0.68	0.78	0.76	0.73	0.84	0.74			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8
		加标样品	9.04	7.93	8.68	8.69	8.43	8.12	8.48			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.5
加标样品 3	86.17	79.50	82.79	87.96	83.57	79.38	83.23					
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	35.6	
		加标样品 1	0.39	0.39	0.33	0.35	0.33	0.34	0.36			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	51.4
		加标样品	5.44	4.86	5.32	5.20	5.12	4.92	5.14			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	56.1
加标样品 3	51.84	48.74	50.77	52.55	50.75	48.17	50.47					

表 A. 1-65 生活污水加标测试数据

验证单位: 抚顺市环境监测中心站

测试日期: 2017.8.8~2018.8.18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 μ (μg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	62.8
		加标样品 1	6.93	5.56	6.05	6.82	5.98	6.32	6.28		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	69.1
		加标样品	72.61	67.54	69.87	72.84	62.64	68.83	69.06		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	69.3
		加标样品 3	595.91	613.45	645.07	641.65	614.45	633.23	623.96		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	65.4
		加标样品 1	7.21	5.80	6.30	7.23	6.23	6.49	6.54		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	71.9
		加标样品	75.54	70.24	72.81	76.80	65.15	70.87	71.90		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	72.1
		加标样品 3	620.37	638.42	671.33	675.93	638.42	651.59	649.34		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	68.7
		加标样品 1	7.59	6.05	6.72	7.44	6.47	6.96	6.87		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	66.5
		加标样品	69.97	64.84	68.82	68.34	59.85	67.09	66.49		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	76.1
		加标样品 3	655.60	671.40	721.76	690.92	669.40	700.53	684.93		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.7
		加标样品 1	9.78	7.96	8.57	10.18	8.44	8.91	8.97		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.6
		加标样品	103.13	96.21	99.29	107.44	88.52	97.08	98.61		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.0
		加标样品 3	847.38	874.21	916.12	946.94	867.22	892.24	890.69		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.5
		加标样品 1	10.92	8.71	9.50	10.38	9.26	9.75	9.75		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	107.3
		加标样品	115.17	105.60	109.58	109.91	97.01	106.45	107.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	107.6
		加标样品 3	945.23	959.14	1010.68	968.36	951.14	977.89	968.74		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.2
		加标样品 1	10.06	8.04	8.74	10.08	8.35	8.82	9.02		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.3
		加标样品	105.48	97.42	101.28	107.22	87.82	96.87	99.35		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.7
		加标样品 3	865.97	885.20	933.98	944.80	861.22	891.22	897.07		
7	特丁	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.1

	硫磷	加标样品 1	10.06	7.63	8.32	9.57	8.27	9.00	8.81	100	97.1	
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00			0.00
		加标样品	106.07	93.01	95.92	102.19	87.02	98.60	97.14			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.5	
		加标样品 3	869.89	846.24	885.66	899.81	853.23	907.53	877.06			
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	96.6	
		加标样品 1	10.92	8.79	9.50	10.99	8.68	9.10	9.66			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	106.6	
		加标样品	114.58	106.51	109.79	117.08	91.71	99.83	106.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	106.8	
		加标样品 3	940.34	968.13	1012.78	1030.49	898.19	917.73	961.28			
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.3	
		加标样品 1	9.40	7.46	8.07	9.36	7.94	8.36	8.43			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.8	
		加标样品	98.63	90.32	93.29	99.52	83.53	91.67	92.83			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.1	
		加标样品 3	809.22	821.26	860.44	876.24	819.26	842.27	838.12			
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.1	
		加标样品 1	10.54	8.29	9.08	10.18	8.93	9.46	9.41			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	103.6	
		加标样品	110.67	100.81	104.85	108.41	93.52	103.30	103.59			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	104.0	
		加标样品 3	909.03	917.17	967.60	954.44	917.17	949.34	935.79			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.2	
		加标样品 1	10.06	7.96	8.66	10.08	8.44	8.91	9.02			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.2	
		加标样品	105.48	96.21	99.81	107.22	89.02	97.39	99.19			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.5	
		加标样品 3	865.97	874.21	920.33	944.80	873.21	895.30	895.64			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.9	
		加标样品 1	9.98	7.89	8.66	9.97	8.53	8.91	8.99			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.7	
		加标样品	104.31	95.82	99.81	105.62	89.02	97.79	98.73			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.1	
		加标样品 3	856.19	871.22	920.33	929.80	873.21	899.38	891.69			
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7	
		加标样品 1	9.11	7.29	7.91	9.16	7.87	8.26	8.27			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.0	
		加标样品	95.80	88.92	91.50	97.26	82.32	90.25	91.01			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.4	
		加标样品 3	786.71	808.27	844.68	858.03	807.27	830.04	822.50			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.6	

		加标样品 1	9.11	7.22	7.91	9.97	7.78	8.17	8.36	100	92.3
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	96.09	88.12	91.30	106.37	82.13	89.73	92.29	900	92.5
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品 3	788.67	800.28	842.58	936.23	804.28	824.94	832.83		
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.0
		加标样品 1	9.40	7.46	8.15	9.16	7.87	8.36	8.40		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.5
		加标样品	99.03	90.22	93.72	97.58	82.93	91.27	92.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.8
		加标样品 3	813.13	820.26	865.69	860.17	813.27	840.23	835.46		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.4
		加标样品 1	10.06	8.04	8.74	9.77	8.60	9.00	9.04		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.3
		加标样品	105.48	97.42	100.86	103.58	90.12	98.60	99.34		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.7
		加标样品 3	865.97	885.20	930.83	912.66	883.20	907.53	897.57		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.3
		加标样品 1	9.49	7.55	8.24	9.36	8.03	8.53	8.53		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	94.0
		加标样品	99.81	91.62	95.19	99.62	84.53	93.20	93.99		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.3
		加标样品 3	819.00	833.25	878.30	877.31	829.25	856.55	848.94		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.1
		加标样品 1	10.25	8.12	8.82	10.18	8.68	9.19	9.21		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.4
		加标样品	107.34	98.91	102.12	108.09	91.71	100.24	101.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.8
		加标样品 3	880.65	898.19	943.44	952.30	898.19	921.81	915.76		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.7
		加标样品 1	9.40	7.46	8.15	9.36	8.03	8.44	8.47		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.4
		加标样品	98.92	91.02	94.55	99.30	84.32	92.39	93.42		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.8
		加标样品 3	812.16	827.25	873.05	875.17	826.26	849.41	843.88		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.4
		加标样品 1	8.92	7.13	7.91	9.16	7.62	8.08	8.14		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.5
		加标样品	93.84	86.43	91.40	96.95	80.33	88.00	89.49		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.8
		加标样品 3	770.08	785.29	843.63	853.75	787.29	808.62	808.11		
21	甲基异	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.6

	柳磷	加标样品 1	10.06	7.71	8.74	9.67	8.60	9.00	8.96	100	98.5
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
		加标样品	105.77	93.61	100.54	102.94	90.22	98.10	98.53		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.9
		加标样品 3	868.91	851.23	927.68	907.31	884.20	902.43	890.29		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.7
		加标样品 1	10.25	8.12	8.74	10.18	8.60	9.10	9.17		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.2
		加标样品	107.83	98.42	101.49	108.62	90.82	100.03	101.20		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.5
		加标样品 3	885.54	895.19	936.08	956.58	890.20	919.77	913.89		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.5
		加标样品 1	10.06	7.79	8.40	9.67	8.44	8.72	8.85		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.6
		加标样品	106.07	94.91	96.97	102.73	88.72	96.06	97.58		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.9
		加标样品 3	869.89	863.22	895.11	905.16	870.22	883.06	881.11		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.0
		加标样品 1	9.98	8.22	8.66	9.97	8.76	9.00	9.10		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.1
		加标样品	104.22	99.21	100.44	106.05	91.71	99.12	100.12		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.5
		加标样品 3	855.21	902.19	926.63	934.09	899.19	911.61	904.82		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.4
		加标样品 1	8.73	7.13	7.65	8.76	7.78	8.17	8.04		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.6
		加标样品	91.59	87.02	88.78	92.77	82.13	89.02	88.55		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	88.9
		加标样品 3	751.49	792.29	818.42	817.33	804.28	818.82	800.44		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.4
		加标样品 1	9.32	8.68	9.91	9.54	9.10	8.29	9.14		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	106.1
		加标样品	109.50	101.81	111.78	114.62	96.12	102.58	106.07		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.9
		加标样品 3	908.05	851.23	967.60	969.44	864.22	888.16	908.12		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.2
		加标样品 1	10.06	7.89	8.57	10.08	8.53	9.00	9.02		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.1
		加标样品	91.68	96.01	99.49	106.48	89.92	99.12	97.12		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.7
		加标样品 3	864.02	873.21	918.22	937.30	881.21	911.61	897.60		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	54.8

	加标样品 1	6.08	4.80	5.29	6.01	5.25	5.47	5.48		
	样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.3
	加标样品	63.31	58.95	61.15	63.52	54.75	60.06	60.29		
	样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	60.5
	加标样品 3	520.56	535.52	563.12	560.24	536.52	551.66	544.60		

表 A. 1-66 工业废水加标测试数据

验证单位：抚顺市环境监测中心站

测试日期：2017. 8. 8~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)	
			1	2	3	4	5	6				
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	57.8	
		加标样品 1	6.37	5.11	5.57	6.28	5.51	5.81	5.78			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	63.5
		加标样品	66.80	62.14	64.28	67.02	57.63	63.33	63.53			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	63.8
		加标样品 3	548.24	564.38	593.47	590.31	565.29	582.58	574.04			
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	60.2	
		加标样品 1	6.63	5.34	5.80	6.65	5.73	5.98	6.02			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	66.2
		加标样品	69.50	64.62	66.98	70.66	59.94	65.20	66.15			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	66.4
		加标样品 3	570.74	587.35	617.63	621.86	587.35	599.46	597.40			
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	63.2	
		加标样品 1	6.98	5.57	6.18	6.84	5.96	6.41	6.32			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	61.2
		加标样品	64.37	59.66	63.31	62.87	55.06	61.73	61.17			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	70.0
		加标样品 3	603.15	617.69	664.02	635.65	615.84	644.49	630.14			
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.6	
		加标样品 1	9.00	7.32	7.88	9.37	7.76	8.20	8.26			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.7
		加标样品	94.89	88.51	91.34	98.85	81.44	89.32	90.73			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.0
		加标样品 3	779.59	804.28	842.84	871.19	797.84	820.86	819.43			
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.7	
		加标样品 1	10.04	8.01	8.74	9.55	8.53	8.97	8.97			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.7
		加标样品	105.95	97.16	100.82	101.12	89.25	97.94	98.71			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.0
		加标样品 3	869.61	882.41	929.82	890.90	875.06	899.66	891.24			
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9	
		加标样品 1	9.25	7.40	8.04	9.27	7.68	8.12	8.29			

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.4
		加标样品	97.04	89.63	93.18	98.64	80.80	89.12	91.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.7
		加标样品 3	796.70	814.38	859.27	869.21	792.33	819.92	825.30		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.0
		加标样品 1	9.25	7.02	7.66	8.80	7.61	8.28	8.10		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.4
		加标样品	97.58	85.57	88.25	94.02	80.05	90.71	89.37		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.7
		加标样品 3	800.30	778.54	814.81	827.82	784.97	834.93	806.89		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.9
		加标样品 1	10.04	8.09	8.74	10.11	7.98	8.37	8.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.1
		加标样品	105.41	97.99	101.01	107.71	84.38	91.84	98.06		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.3
		加标样品 3	865.11	890.67	931.76	948.05	826.33	844.31	884.37		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.5
		加标样品 1	8.65	6.86	7.43	8.61	7.30	7.68	7.75		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.4
		加标样品	90.73	83.09	85.82	91.55	76.84	84.34	85.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.7
		加标样品 3	744.49	755.56	791.60	806.15	753.72	774.89	771.07		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.6
		加标样品 1	9.69	7.63	8.35	9.37	8.22	8.71	8.66		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.3
		加标样品	101.81	92.75	96.46	99.74	86.04	95.03	95.30		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	95.7
		加标样品 3	836.30	843.80	890.19	878.08	843.80	873.40	860.93		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.9
		加标样品 1	9.25	7.32	7.97	9.27	7.76	8.20	8.29		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.3
		加标样品	97.04	88.51	91.82	98.64	81.90	89.60	91.25		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.6
		加标样品 3	796.70	804.28	846.70	869.21	803.35	823.67	823.99		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7
		加标样品 1	9.18	7.26	7.97	9.17	7.85	8.20	8.27		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.8
		加标样品	95.97	88.15	91.82	97.18	81.90	89.97	90.83		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.2
		加标样品 3	787.69	801.52	846.70	855.42	803.35	827.42	820.35		
13	甲基毒 死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.0
		加标样品 1	8.38	6.71	7.27	8.43	7.24	7.59	7.60		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.7
		加标样品	88.13	81.81	84.18	89.48	75.74	83.03	83.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.1
		加标样品 3	723.78	743.61	777.11	789.39	742.69	763.64	756.70		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.9
		加标样品 1	8.38	6.63	7.27	9.17	7.16	7.51	7.69		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	84.9
		加标样品	88.41	81.07	84.00	97.86	75.56	82.56	84.91		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.1
		加标样品 3	725.58	736.26	775.18	861.33	739.94	758.94	766.20		
15	甲基对 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.3
		加标样品 1	8.65	6.86	7.50	8.43	7.24	7.68	7.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.1
		加标样品	91.11	83.00	86.22	89.77	76.29	83.96	85.06		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.4
		加标样品 3	748.09	754.64	796.44	791.36	748.21	773.01	768.62		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.1
		加标样品 1	9.25	7.40	8.04	8.99	7.92	8.28	8.31		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.4
		加标样品	97.04	89.63	92.79	95.30	82.92	90.71	91.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.8
		加标样品 3	796.70	814.38	856.36	839.65	812.55	834.93	825.76		
17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.5
		加标样品 1	8.73	6.95	7.58	8.61	7.39	7.85	7.85		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.5
		加标样品	91.83	84.28	87.57	91.66	77.76	85.74	86.47		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.8
		加标样品 3	753.48	766.59	808.03	807.12	762.91	788.02	781.03		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.7
		加标样品 1	9.43	7.47	8.12	9.37	7.98	8.45	8.47		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.3
		加标样品	98.75	91.00	93.95	99.44	84.38	92.22	93.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.6
		加标样品 3	810.20	826.33	867.96	876.12	826.33	848.06	842.50		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.0
		加标样品 1	8.65	6.86	7.50	8.61	7.39	7.77	7.80		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.9
		加标样品	91.01	83.73	86.99	91.35	77.58	84.99	85.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.3
		加标样品 3	747.18	761.07	803.21	805.16	760.16	781.46	776.37		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	74.9
		加标样品 1	8.21	6.56	7.27	8.43	7.01	7.43	7.49		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	82.3
		加标样品	86.34	79.51	84.09	89.19	73.90	80.96	82.33		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.6
		加标样品 3	708.47	722.47	776.14	785.45	724.31	743.94	743.46		
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.5
		加标样品 1	9.25	7.09	8.04	8.90	7.92	8.28	8.25		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.6
		加标样品	97.31	86.13	92.49	94.70	83.00	90.25	90.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.0
		加标样品 3	799.40	783.14	853.46	834.72	813.47	830.24	819.07		
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.3
		加标样品 1	9.43	7.47	8.04	9.37	7.92	8.37	8.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.1
		加标样品	99.21	90.54	93.37	99.92	83.56	92.03	93.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.4
		加标样品 3	814.70	823.58	861.20	880.06	818.98	846.19	840.78		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.4
		加标样品 1	9.25	7.17	7.73	8.90	7.76	8.03	8.14		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.8
		加标样品	97.58	87.32	89.21	94.52	81.62	88.38	89.77		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.1
		加标样品 3	800.30	794.17	823.51	832.75	800.60	812.41	810.62		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.7
		加标样品 1	9.18	7.56	7.97	9.17	8.06	8.28	8.37		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.1
		加标样品	95.87	91.28	92.40	97.56	84.38	91.19	92.11		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.5
		加标样品 3	786.79	830.01	852.50	859.36	827.25	838.68	832.43		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	73.9
		加标样品 1	8.03	6.56	7.04	8.06	7.16	7.51	7.39		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	81.5
		加标样品	84.27	80.05	81.68	85.34	75.56	81.90	81.47		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	81.8
		加标样品 3	691.37	728.91	752.94	751.94	739.94	753.31	736.40		
26	三唑磷	样品 1	35.9	33.4	39.3	33.4	36.3	36.2	35.8	10.0	85.5
		加标样品 1	42.8	41.8	48.5	44.0	43.2	45.6	44.3		
		样品 2	35.9	33.4	39.3	33.4	36.3	36.2	35.8	100	105.5
		加标样品	142.9	134.9	150.3	149.0	130.3	139.9	141.2		
		样品 3	35.9	33.4	39.3	33.4	36.3	36.2	35.8	900	100.8
		加标样品 3	941.5	884.3	1006.2	1003.9	898.4	925.5	943.3		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品 1	10.36	8.12	8.82	10.38	8.78	9.27	9.29		

		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.0
		加标样品	94.44	98.89	102.48	109.67	92.62	102.09	100.03		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	102.7
		加标样品 3	889.93	899.41	945.77	965.42	907.64	938.96	924.52		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	56.5
		加标样品 1	6.26	4.95	5.46	6.19	5.40	5.64	5.65		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	62.1
		加标样品	65.21	60.71	62.99	65.43	56.39	61.87	62.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	62.3
		加标样品 3	536.18	551.58	580.01	577.04	552.61	568.21	560.94		

表 A. 1-67 地表水加标测试数据

验证单位：天津市环境监测中心站

测试日期：2017.7.10~2018.8.18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	44.5
		加标样品 1	0.50	0.48	0.43	0.41	0.41	0.43	0.44		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	64.6
		加标样品	7.10	6.11	6.96	6.03	6.38	6.18	6.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	70.3
		加标样品 3	67.63	61.14	66.38	60.95	63.22	60.55	63.31		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	52.2
		加标样品 1	0.64	0.55	0.52	0.52	0.44	0.46	0.52		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	67.2
		加标样品	7.38	6.34	7.24	6.34	6.62	6.37	6.72		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	73.1
		加标样品 3	70.38	63.45	69.00	64.21	65.59	62.31	65.82		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	43.3
		加标样品 1	0.47	0.39	0.50	0.44	0.39	0.40	0.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	70.9
		加标样品	7.80	6.68	7.78	6.49	6.95	6.84	7.09		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	77.1
		加标样品 3	74.35	66.84	74.05	65.49	68.83	67.01	69.43		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	79.0
		加标样品 1	0.76	0.74	0.94	0.77	0.76	0.78	0.79		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.1
		加标样品	10.09	8.69	9.88	8.89	9.02	8.71	9.21		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.4
		加标样品 3	96.35	87.02	94.42	89.84	88.97	85.33	90.32		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.2
		加标样品 1	0.75	0.74	0.77	0.66	0.82	0.77	0.75		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	100.3

		加标样品	11.26	9.54	10.90	9.09	9.87	9.55	10.03			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	109.5	
		加标样品 3	108.07	95.81	103.91	91.52	97.91	93.95	98.53			
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	66.6	
		加标样品 1	0.75	0.59	0.64	0.72	0.67	0.63	0.67			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品	10.32	8.82	10.08	8.87	8.94	8.69	9.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.0
		加标样品 3	98.19	87.92	96.24	89.84	88.12	85.33	90.94			
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	74.5	
		加标样品 1	0.74	0.65	0.74	0.86	0.75	0.74	0.75			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.8
		加标样品	10.36	8.43	9.56	8.44	8.85	8.85	9.08			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.8
		加标样品 3	98.69	84.12	90.99	85.28	87.74	86.71	88.92			
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.3	
		加标样品 1	0.83	0.89	0.84	1.07	0.97	0.94	0.92			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	99.6
		加标样品	11.20	9.62	10.93	9.68	9.33	8.97	9.96			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	108.5
		加标样品 3	107.05	96.72	103.91	97.85	92.49	87.88	97.65			
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.7	
		加标样品 1	0.83	0.66	0.73	0.72	0.73	0.76	0.74			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.7
		加标样品	9.65	8.16	9.28	8.22	8.51	8.23	8.67			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.5
		加标样品 3	91.86	81.73	88.47	83.21	84.22	80.63	85.02			
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.5	
		加标样品 1	0.84	0.71	0.82	0.91	0.87	0.92	0.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	96.9
		加标样品	10.83	9.13	10.43	8.96	9.53	9.27	9.69			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	105.4
		加标样品 3	102.87	91.32	99.06	90.73	94.21	91.21	94.90			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.7	
		加标样品 1	0.86	0.70	0.82	0.97	0.84	0.89	0.85			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.7
		加标样品	10.32	8.69	9.92	8.86	9.06	8.74	9.27			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.9
		加标样品 3	98.19	87.02	94.42	89.84	89.92	85.33	90.79			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.6	
		加标样品 1	0.92	0.72	0.83	0.95	0.84	0.87	0.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.3

		加标样品	10.21	8.66	9.92	8.74	9.07	8.78	9.23		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.5
		加标样品 3	97.27	87.02	94.42	88.06	89.92	86.21	90.49		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	93.2
		加标样品 1	0.89	0.87	0.85	1.02	0.91	1.05	0.93		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.1
		加标样品	9.37	8.04	9.11	8.05	8.38	8.10	8.51		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.6
		加标样品 3	89.32	80.53	86.76	81.43	82.89	79.36	83.38		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	94.9
		加标样品 1	0.86	0.85	0.92	1.05	0.92	1.09	0.95		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.1
		加标样品	9.39	7.96	9.09	8.78	8.35	8.06	8.61		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.8
		加标样品 3	89.52	79.73	86.65	88.94	82.60	78.96	84.40		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.1
		加标样品 1	0.82	0.78	0.69	0.73	0.74	0.87	0.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.5
		加标样品	9.68	8.16	9.33	8.08	8.44	8.20	8.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	94.1
		加标样品 3	92.18	81.63	88.88	81.63	83.55	80.34	84.70		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	95.6
		加标样品 1	0.89	0.83	0.96	1.01	1.01	1.03	0.96		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品	10.32	8.82	10.04	8.56	9.17	8.85	9.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.0
		加标样品 3	98.19	87.92	95.34	86.37	90.79	87.00	90.93		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	94.2
		加标样品 1	0.98	0.85	1.04	0.83	0.88	1.07	0.94		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.9
		加标样品	9.75	8.29	9.47	8.23	8.61	8.35	8.79		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.7
		加标样品 3	93.09	83.03	90.29	83.30	85.17	81.90	86.13		
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.2
		加标样品 1	0.95	0.77	0.88	0.98	0.97	0.92	0.91		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.8
		加标样品	10.49	8.94	10.17	8.94	9.33	9.00	9.48		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	103.3
		加标样品 3	100.12	89.62	97.25	90.73	92.49	87.88	93.01		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.8
		加标样品 1	0.96	0.84	0.97	0.83	0.87	1.04	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	87.3

		加标样品	9.68	8.23	9.41	8.20	8.58	8.29	8.73		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	95.0
		加标样品 3	92.07	82.33	89.59	83.01	84.99	81.21	85.53		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.9
		加标样品 1	0.88	0.82	0.94	0.94	0.93	1.00	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.6
		加标样品	9.18	7.82	9.10	8.01	8.17	7.91	8.36		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.1
		加标样品 3	87.39	78.23	86.76	81.03	80.90	77.40	81.95		
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.9
		加标样品 1	0.87	0.83	0.95	0.98	0.83	1.05	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.2
		加标样品	10.35	8.47	10.00	8.52	9.18	8.82	9.22		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.3
		加标样品 3	98.19	84.52	95.34	86.37	90.79	86.21	90.24		
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.5
		加标样品 1	0.85	0.85	0.87	0.95	0.91	0.99	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.6
		加标样品	10.55	8.90	10.10	8.98	9.24	8.98	9.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	102.8
		加标样品 3	100.12	88.72	96.24	90.73	91.64	87.88	92.56		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	85.6
		加标样品 1	0.89	0.79	0.77	0.83	0.85	1.00	0.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.3
		加标样品	10.36	8.58	9.65	8.50	9.04	8.64	9.13		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.4
		加标样品 3	99.10	86.22	91.70	85.49	89.92	84.55	89.50		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	99.2
		加标样品 1	1.09	0.98	0.84	0.95	0.99	1.10	0.99		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.5
		加标样品	10.19	8.97	9.98	8.75	9.34	8.90	9.35		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	102.0
		加标样品 3	97.27	89.62	95.34	88.94	92.49	87.00	91.78		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	84.2
		加标样品 1	0.85	0.85	0.82	0.77	0.85	0.91	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.8
		加标样品	8.97	7.88	8.83	7.67	8.35	8.00	8.28		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.1
		加标样品 3	85.35	78.83	84.03	77.57	82.60	78.38	81.13		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.1
		加标样品 1	0.75	0.74	0.84	0.84	0.86	0.96	0.83		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	79.8

		加标样品	9.25	7.12	8.91	7.72	7.54	7.35	7.98		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	86.8
		加标样品 3	88.11	71.23	84.84	78.06	74.63	71.81	78.11		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.8
		加标样品 1	0.74	0.74	0.89	0.77	0.79	0.92	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品	10.30	8.68	9.90	8.79	9.15	8.90	9.29		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.2
		加标样品 3	98.19	87.02	94.42	88.94	90.79	87.00	91.06		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	38.9
		加标样品 1	0.44	0.42	0.37	0.36	0.36	0.37	0.39		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	56.3
		加标样品	6.21	5.33	6.07	5.25	5.56	5.39	5.63		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	61.4
		加标样品 3	59.07	53.35	57.91	53.13	55.13	52.80	55.23		

表 A. 1-68 地下水加标测试数据

验证单位: 天津市环境监测中心站
测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	43.5
		加标样品 1	0.49	0.47	0.42	0.40	0.40	0.42			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	63.3
		加标样品	6.95	5.98	6.82	5.91	6.25	6.06	6.95		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	68.9
		加标样品 3	66.28	59.92	65.05	59.73	61.96	59.34	66.28		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	51.2
		加标样品 1	0.63	0.54	0.51	0.51	0.43	0.45			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	65.8
		加标样品	7.23	6.22	7.09	6.22	6.49	6.24	7.23		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	71.7
		加标样品 3	68.97	62.18	67.62	62.92	64.28	61.06	68.97		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	42.3
		加标样品 1	0.46	0.38	0.49	0.43	0.38	0.39			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	69.5
		加标样品	7.64	6.55	7.62	6.35	6.81	6.70	7.64		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	75.6
		加标样品 3	72.86	65.50	72.57	64.19	67.45	65.67	72.86		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	77.5
		加标样品 1	0.75	0.73	0.92	0.75	0.74	0.76			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样品	9.89	8.52	9.68	8.72	8.84	8.53	9.89		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.4
		加标样品 3	94.42	85.28	92.53	88.05	87.19	83.63	94.42		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.8
		加标样品 1	0.74	0.73	0.76	0.65	0.80	0.75	0.74		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	98.3
		加标样品	11.04	9.34	10.68	8.90	9.67	9.36	11.04		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	107.3
		加标样品 3	105.90	93.89	101.83	89.70	95.95	92.07	105.90		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	65.5
		加标样品 1	0.74	0.58	0.63	0.71	0.66	0.62	0.66		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.0
		加标样品	10.11	8.64	9.88	8.70	8.76	8.51	9.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.0
		加标样品 3	96.22	86.16	94.32	88.05	86.36	83.63	89.12		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	73.2
		加标样品 1	0.72	0.64	0.73	0.84	0.74	0.73	0.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.0
		加标样品	10.15	8.26	9.37	8.26	8.67	8.67	8.90		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	96.8
		加标样品 3	96.72	82.44	89.17	83.58	85.99	84.97	87.14		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	90.3
		加标样品 1	0.81	0.87	0.82	1.05	0.95	0.92	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.6
		加标样品	10.98	9.42	10.71	9.49	9.14	8.79	9.76		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	106.3
		加标样品 3	104.91	94.78	101.83	95.89	90.64	86.12	95.69		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	72.5
		加标样品 1	0.81	0.65	0.72	0.71	0.72	0.75	0.73		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.0
		加标样品	9.46	7.99	9.09	8.06	8.34	8.07	8.50		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.6
		加标样品 3	90.03	80.09	86.70	81.55	82.54	79.01	83.32		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.7
		加标样品 1	0.82	0.70	0.80	0.89	0.85	0.90	0.83		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	95.0
		加标样品	10.61	8.94	10.22	8.77	9.34	9.09	9.50		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	103.3
		加标样品 3	100.81	89.50	97.08	88.91	92.33	89.39	93.00		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.9
		加标样品 1	0.84	0.69	0.80	0.95	0.82	0.87	0.83		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.8
		加标样品	10.11	8.52	9.72	8.69	8.88	8.56	9.08		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.9
		加标样品 3	96.22	85.28	92.53	88.05	88.12	83.63	88.97		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.7
		加标样品 1	0.90	0.71	0.81	0.93	0.82	0.85	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.5
		加标样品	10.01	8.49	9.72	8.57	8.89	8.61	9.05		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.5
		加标样品 3	95.33	85.28	92.53	86.29	88.12	84.49	88.67		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	91.2
		加标样品 1	0.87	0.84	0.83	1.00	0.89	1.03	0.91		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.4
		加标样品	9.18	7.88	8.92	7.88	8.21	7.94	8.34		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	90.8
		加标样品 3	87.54	78.92	85.02	79.79	81.23	77.77	81.71		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.9
		加标样品 1	0.84	0.83	0.89	1.03	0.90	1.07	0.93		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.3
		加标样品	9.20	7.81	8.91	8.61	8.18	7.90	8.43		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	91.9
		加标样品 3	87.73	78.14	84.92	87.17	80.95	77.39	82.71		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	75.6
		加标样品 1	0.80	0.76	0.68	0.72	0.73	0.85	0.76		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8
		加标样品	9.49	7.99	9.14	7.92	8.27	8.04	8.48		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	92.2
		加标样品 3	90.33	80.00	87.10	80.00	81.88	78.73	83.01		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	93.5
		加标样品 1	0.87	0.81	0.94	0.99	0.99	1.01	0.94		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.0
		加标样品	10.11	8.64	9.84	8.38	8.99	8.67	9.10		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.0
		加标样品 3	96.22	86.16	93.43	84.65	88.97	85.26	89.12		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	92.1
		加标样品 1	0.96	0.83	1.02	0.81	0.86	1.05	0.92		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.1
		加标样品	9.56	8.13	9.29	8.07	8.44	8.18	8.61		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.8
		加标样品 3	91.23	81.37	88.48	81.64	83.47	80.26	84.41		
18	马拉硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.3
		加标样品 1	0.92	0.76	0.86	0.96	0.95	0.90	0.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.9
		加标样品	10.28	8.77	9.96	8.75	9.14	8.82	9.29		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	101.3
		加标样品 3	98.11	87.83	95.31	88.91	90.64	86.12	91.15		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.7
		加标样品 1	0.93	0.82	0.95	0.81	0.85	1.02	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.6
		加标样品	9.49	8.06	9.22	8.04	8.41	8.13	8.56		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	93.1
		加标样品 3	90.24	80.68	87.80	81.35	83.29	79.59	83.82		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.8
		加标样品 1	0.86	0.80	0.92	0.92	0.91	0.98	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.0
		加标样品	9.00	7.66	8.92	7.84	8.01	7.75	8.20		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	89.2
		加标样品 3	85.65	76.66	85.02	79.41	79.28	75.85	80.31		
21	甲基异柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	89.9
		加标样品 1	0.85	0.81	0.93	0.96	0.81	1.03	0.90		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.4
		加标样品	10.14	8.30	9.81	8.34	9.00	8.65	9.04		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.3
		加标样品 3	96.22	82.83	93.43	84.65	88.97	84.49	88.43		
22	水胺硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	88.4
		加标样品 1	0.83	0.83	0.85	0.93	0.89	0.97	0.88		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.7
		加标样品	10.34	8.72	9.90	8.79	9.06	8.80	9.27		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	100.8
		加标样品 3	98.11	86.95	94.32	88.91	89.81	86.12	90.70		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	83.7
		加标样品 1	0.87	0.77	0.76	0.81	0.83	0.98	0.84		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.4
		加标样品	10.15	8.40	9.45	8.32	8.86	8.46	8.94		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	97.5
		加标样品 3	97.11	84.50	89.87	83.77	88.12	82.86	87.71		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	97.2
		加标样品 1	1.07	0.96	0.82	0.93	0.97	1.08	0.97		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.7
		加标样品	9.99	8.80	9.79	8.58	9.15	8.72	9.17		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	99.9
		加标样品 3	95.33	87.83	93.43	87.17	90.64	85.26	89.94		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	82.4
		加标样品 1	0.83	0.83	0.80	0.75	0.83	0.89	0.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.2
		加标样品	8.79	7.73	8.65	7.52	8.18	7.84	8.12		

		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	88.3
		加标样品 3	83.64	77.25	82.35	76.02	80.95	76.81	79.50		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	80.8
		加标样品 1	0.72	0.72	0.82	0.82	0.83	0.93	0.81		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.4
		加标样品	8.98	6.90	8.64	7.49	7.31	7.13	7.74		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	84.2
		加标样品 3	85.46	69.10	82.30	75.71	72.39	69.66	75.77		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	78.4
		加标样品 1	0.71	0.72	0.86	0.74	0.77	0.89	0.78		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.1
		加标样品	10.00	8.43	9.60	8.53	8.88	8.64	9.01		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	98.1
		加标样品 3	95.24	84.42	91.59	86.27	88.06	84.40	88.33		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	37.8
		加标样品 1	0.43	0.41	0.36	0.35	0.35	0.36	0.38		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	54.6
		加标样品	6.02	5.16	5.89	5.10	5.39	5.23	5.46		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	90.0	59.5
		加标样品 3	57.30	51.76	56.17	51.54	53.48	51.22	53.58		

表 A. 1-69 生活污水加标测试数据

验证单位：天津市环境监测中心站
测试日期：2017.7.10~2018.8.18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	52.9
		加标样品 1	6.04	4.64	5.13	5.73	4.96	5.27	5.29		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	69.2
		加标样品	73.37	68.24	71.24	72.14	62.00	68.14	69.19		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	69.4
		加标样品 3	602.18	619.77	657.72	635.48	608.11	626.84	625.02		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	55.6
		加标样品 1	6.33	4.88	5.39	6.13	5.20	5.45	5.56		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	72.0
		加标样品	76.34	70.96	74.24	76.07	64.47	70.16	72.04		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	72.3
		加标样品 3	626.90	645.01	684.50	669.43	631.84	645.01	650.45		
3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	58.9
		加标样品 1	6.71	5.14	5.81	6.33	5.44	5.91	5.89		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	66.6
		加标样品	70.70	65.51	70.17	67.68	59.23	66.41	66.62		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	76.2

		加标样品 3	662.50	678.32	735.91	684.28	662.50	693.46	686.16		
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.9
		加标样品 1	9.88	8.05	8.74	10.08	8.35	8.82	8.99		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.8
		加标样品	104.22	97.21	101.23	106.41	87.61	96.10	98.80		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.1
		加标样品 3	856.30	883.23	934.09	937.84	858.28	883.23	892.16		
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	97.7
		加标样品 1	11.03	8.80	9.68	10.28	9.17	9.65	9.77		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	107.5
		加标样品	116.38	106.69	111.73	108.85	96.01	105.38	107.51		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	107.8
		加标样品 3	955.18	969.02	1030.49	959.05	941.34	968.01	970.52		
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样品 1	10.17	8.12	8.91	9.98	8.27	8.73	9.03		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.5
		加标样品	106.59	98.42	103.26	106.19	86.92	95.89	99.55		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.9
		加标样品 3	875.09	894.33	952.30	935.71	852.35	882.22	898.66		
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.2
		加标样品 1	10.17	7.71	8.49	9.48	8.19	8.91	8.82		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.3
		加标样品	107.18	93.97	97.80	101.21	86.12	97.61	97.32		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	97.6
		加标样品 3	879.04	854.96	903.02	891.16	844.44	898.37	878.50		
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	96.8
		加标样品 1	11.03	8.88	9.68	10.89	8.59	9.01	9.68		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	106.8
		加标样品	115.79	107.60	111.95	115.96	90.77	98.82	106.81		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	107.0
		加标样品 3	950.24	978.11	1032.64	1020.59	888.93	908.46	963.16		
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.4
		加标样品 1	9.49	7.54	8.23	9.27	7.86	8.27	8.44		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.0
		加标样品	99.67	91.25	95.12	98.56	82.67	90.75	93.00		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.3
		加标样品 3	817.74	829.73	877.31	867.82	810.82	833.76	839.53		
10	异稻 瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	94.3
		加标样品 1	10.65	8.38	9.26	10.08	8.84	9.37	9.43		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	103.8
		加标样品	111.83	101.85	106.90	107.37	92.55	102.25	103.79		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	104.2

		加标样品 3	918.60	926.63	986.58	945.26	907.72	939.75	937.42		
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样品 1	10.17	8.05	8.83	9.98	8.35	8.82	9.03		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.4
		加标样品	106.59	97.21	101.76	106.19	88.10	96.40	99.38		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.7
		加标样品 3	875.09	883.23	938.37	935.71	864.21	886.25	897.14		
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.0
		加标样品 1	10.08	7.97	8.83	9.88	8.44	8.82	9.00		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.9
		加标样品	105.41	96.80	101.76	104.61	88.10	96.80	98.91		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.2
		加标样品 3	865.20	880.20	938.37	920.86	864.21	890.29	893.19		
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.8
		加标样品 1	9.21	7.37	8.06	9.07	7.79	8.17	8.28		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.2
		加标样品	96.81	89.84	93.30	96.33	81.48	89.34	91.18		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.5
		加标样品 3	795.00	816.60	861.24	849.78	798.95	821.65	823.87		
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.7
		加标样品 1	9.21	7.29	8.06	9.88	7.70	8.09	8.37		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.4
		加标样品	97.10	89.03	93.09	105.35	81.28	88.83	92.45		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.7
		加标样品 3	796.97	808.53	859.10	927.23	795.98	816.60	834.07		
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.1
		加标样品 1	9.49	7.54	8.31	9.07	7.79	8.27	8.41		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.6
		加标样品	100.07	91.15	95.56	96.64	82.07	90.35	92.64		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.0
		加标样品 3	821.69	828.72	882.67	851.90	804.88	831.75	836.94		
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.5
		加标样品 1	10.17	8.12	8.91	9.67	8.52	8.91	9.05		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	99.5
		加标样品	106.59	98.42	102.84	102.59	89.19	97.61	99.54		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.9
		加标样品 3	875.09	894.33	949.08	903.89	874.10	898.37	899.14		
17	杀螟硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	85.5
		加标样品 1	9.59	7.62	8.40	9.27	7.95	8.45	8.55		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	94.2
		加标样品	100.86	92.56	97.05	98.66	83.65	92.26	94.17		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	94.5

		加标样品 3	827.63	841.84	895.52	868.88	820.70	847.90	850.41		
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	92.2
		加标样品 1	10.36	8.20	9.00	10.08	8.59	9.09	9.22		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.6
		加标样品	108.47	99.93	104.12	107.05	90.77	99.23	101.59		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.9
		加标样品 3	889.92	907.45	961.94	943.14	888.93	912.50	917.31		
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.9
		加标样品 1	9.49	7.54	8.31	9.27	7.95	8.36	8.49		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.6
		加标样品	99.96	91.95	96.41	98.34	83.45	91.45	93.60		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.9
		加标样品 3	820.70	835.78	890.17	866.76	817.74	840.83	845.33		
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.5
		加标样品 1	9.01	7.20	8.06	9.07	7.55	8.00	8.15		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.7
		加标样品	94.83	87.32	93.19	96.02	79.50	87.11	89.66		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.9
		加标样品 3	778.19	793.39	860.17	845.54	779.17	800.45	809.49		
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.8
		加标样品 1	10.17	7.79	8.91	9.58	8.52	8.91	8.98		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.7
		加标样品	106.89	94.58	102.51	101.95	89.29	97.11	98.72		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.1
		加标样品 3	878.05	860.01	945.87	898.58	875.09	893.32	891.82		
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.8
		加标样品 1	10.36	8.20	8.91	10.08	8.52	9.01	9.18		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	101.4
		加标样品	108.97	99.43	103.48	107.57	89.88	99.02	101.39		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.7
		加标样品 3	894.86	904.42	954.44	947.38	881.02	910.48	915.43		
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	88.6
		加标样品 1	10.17	7.87	8.57	9.58	8.35	8.63	8.86		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.8
		加标样品	107.18	95.89	98.87	101.74	87.80	95.09	97.76		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.1
		加标样品 3	879.04	872.12	912.66	896.46	861.24	874.14	882.61		
24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.1
		加标样品 1	10.08	8.30	8.83	9.88	8.67	8.91	9.11		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.3
		加标样品	105.31	100.23	102.41	105.03	90.77	98.12	100.31		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	100.7

		加标样品 3	864.21	911.49	944.80	925.10	889.92	902.40	906.32		
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	80.5
		加标样品 1	8.82	7.20	7.80	8.67	7.70	8.09	8.05		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	88.7
		加标样品	92.55	87.92	90.52	91.88	81.28	88.12	88.71		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.1
		加标样品 3	759.40	800.45	834.46	809.47	795.98	810.55	801.72		
26	三唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	91.6
		加标样品 1	9.42	8.77	10.11	9.45	9.00	8.20	9.16		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	106.3
		加标样品	110.65	102.86	113.97	113.52	95.13	101.55	106.28		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	101.1
		加标样品 3	917.61	860.01	986.58	960.11	855.31	879.19	909.80		
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	90.3
		加标样品 1	10.17	7.97	8.74	9.98	8.44	8.91	9.03		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	97.3
		加标样品	92.65	97.00	101.44	105.45	88.99	98.12	97.28		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.9
		加标样品 3	873.11	882.22	936.23	928.29	872.12	902.40	899.06		
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	45.0
		加标样品 1	5.18	3.87	4.36	4.92	4.23	4.44	4.50		
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	60.4
		加标样品	63.97	59.55	62.35	62.91	54.18	59.46	60.40		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	60.6
		加标样品 3	526.04	541.04	574.16	554.85	530.99	546.09	545.53		

表 A. 1-70 工业废水加标测试数据

验证单位: 天津市环境监测中心站
测试日期: 2017. 7. 10~2018. 8. 18

序号	化合物名称	样品	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 µ (µg/L)	加标回收率 P (%)
			1	2	3	4	5	6			
1	敌敌畏	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	57.9
		加标样品 1	6.44	5.16	5.68	6.22	5.45	5.75			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	63.7
		加标样品	67.51	62.78	65.54	66.37	57.03	62.69	63.65		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	63.9
		加标样品 3	554.01	570.19	605.10	584.64	559.46	576.69	575.02		
2	速灭磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	50.4
		加标样品 1	5.74	4.41	4.88	5.55	4.71	4.94			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	66.3
		加标样品	70.23	65.29	68.30	69.98	59.32	64.54	66.28		
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	66.5
		加标样品 3	576.75	593.41	629.74	615.88	581.30	593.41	598.41		

3	内吸磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	53.4	
		加标样品 1	6.10	4.65	5.26	5.75	4.93	5.36	5.34			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	61.3
		加标样品	65.05	60.27	64.55	62.26	54.49	61.10	61.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	70.1
加标样品 3	609.49	624.05	677.04	629.54	609.49	637.98	631.27					
4	灭线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.7	
		加标样品 1	9.09	7.40	8.04	9.28	7.68	8.11	8.27			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.9
		加标样品	95.88	89.43	93.13	97.90	80.60	88.42	90.89			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.2
加标样品 3	787.80	812.57	859.36	862.81	789.62	812.57	820.79					
5	治螟磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.9	
		加标样品 1	10.15	8.09	8.91	9.46	8.44	8.88	8.99			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.9
		加标样品	107.07	98.16	102.79	100.15	88.33	96.95	98.91			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	99.2
加标样品 3	878.76	891.51	948.05	882.33	866.04	890.58	892.88					
6	甲拌磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.1	
		加标样品 1	9.35	7.48	8.20	9.18	7.60	8.04	8.31			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.6
		加标样品	98.06	90.55	95.00	97.70	79.97	88.22	91.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.9
加标样品 3	805.08	822.78	876.12	860.85	784.16	811.64	826.77					
7	特丁 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.2	
		加标样品 1	9.35	7.10	7.81	8.71	7.54	8.19	8.12			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.5
		加标样品	98.61	86.46	89.98	93.11	79.23	89.80	89.53			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	89.8
加标样品 3	808.72	786.57	830.78	819.86	776.88	826.49	808.22					
8	二嗪磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	89.0	
		加标样品 1	10.15	8.17	8.91	10.01	7.90	8.28	8.90			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	98.3
		加标样品	106.52	99.00	102.99	106.68	83.51	90.91	98.27			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	98.5
加标样品 3	874.21	899.86	950.03	938.94	817.81	835.78	886.11					
9	地虫 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.7	
		加标样品 1	8.74	6.93	7.57	8.53	7.23	7.60	7.77			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.6
		加标样品	91.69	83.95	87.51	90.67	76.05	83.49	85.56			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.8
加标样品 3	752.32	763.35	807.12	798.39	745.95	767.07	772.37					

10	异稻瘟净	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	86.8	
		加标样品 1	9.79	7.71	8.52	9.28	8.13	8.62	8.68			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	95.5
		加标样品	102.88	93.71	98.35	98.78	85.15	94.07	95.49			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	95.8
		加标样品 3	845.11	852.50	907.65	869.64	835.10	864.58	862.43			
11	乐果	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.1	
		加标样品 1	9.35	7.40	8.12	9.18	7.68	8.11	8.31			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.4
		加标样品	98.06	89.43	93.62	97.70	81.05	88.69	91.42			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.7
		加标样品 3	805.08	812.57	863.30	860.85	795.07	815.35	825.37			
12	氯唑磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.8	
		加标样品 1	9.27	7.33	8.12	9.08	7.77	8.11	8.28			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.0
		加标样品	96.98	89.06	93.62	96.24	81.05	89.06	91.00			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.3
		加标样品 3	795.98	809.78	863.30	847.20	795.07	819.06	821.73			
13	甲基毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	76.2	
		加标样品 1	8.47	6.78	7.42	8.35	7.16	7.52	7.62			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	83.9
		加标样品	89.06	82.65	85.83	88.62	74.96	82.19	83.89			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	84.2
		加标样品 3	731.40	751.28	792.34	781.80	735.03	755.92	757.96			
14	磷胺	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.0	
		加标样品 1	8.47	6.70	7.42	9.08	7.08	7.44	7.70			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.1
		加标样品	89.34	81.91	85.64	96.92	74.78	81.72	85.05			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.3
		加标样品 3	733.22	743.85	790.38	853.05	732.31	751.28	767.35			
15	甲基对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	77.4	
		加标样品 1	8.74	6.93	7.64	8.35	7.16	7.60	7.74			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	85.2
		加标样品	92.06	83.86	87.91	88.91	75.50	83.11	85.23			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	85.6
		加标样品 3	755.96	762.42	812.05	783.75	740.50	765.20	769.98			
16	毒死蜱	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.2	
		加标样品 1	9.35	7.48	8.20	8.90	7.83	8.19	8.32			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	91.6
		加标样品	98.06	90.55	94.61	94.38	82.06	89.80	91.58			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.9
		加标样品 3	805.08	822.78	873.15	831.58	804.17	826.49	827.21			

17	杀螟 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.6	
		加标样品 1	8.82	7.02	7.73	8.53	7.32	7.77	7.86			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.6
		加标样品	92.79	85.15	89.28	90.77	76.96	84.88	86.64			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.9
		加标样品 3	761.41	774.49	823.88	799.36	755.05	780.06	782.38			
18	马拉 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.8	
		加标样品 1	9.53	7.55	8.28	9.28	7.90	8.37	8.48			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.5
		加标样品	99.79	91.93	95.79	98.49	83.51	91.29	93.47			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.8
		加标样品 3	818.73	834.85	884.98	867.69	817.81	839.50	843.93			
19	对硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	78.1	
		加标样品 1	8.74	6.93	7.64	8.53	7.32	7.69	7.81			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	86.1
		加标样品	91.97	84.59	88.69	90.48	76.78	84.13	86.11			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	86.4
		加标样品 3	755.05	768.92	818.96	797.42	752.32	773.56	777.70			
20	溴硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	75.0	
		加标样品 1	8.29	6.62	7.42	8.35	6.94	7.36	7.50			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	82.5
		加标样品	87.24	80.33	85.74	88.33	73.14	80.14	82.49			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.7
		加标样品 3	715.93	729.91	791.36	777.90	716.84	736.42	744.73			
21	甲基异 柳磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	82.6	
		加标样品 1	9.35	7.16	8.20	8.82	7.83	8.19	8.26			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	90.8
		加标样品	98.33	87.01	94.31	93.79	82.15	89.34	90.82			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	91.2
		加标样品 3	807.81	791.21	870.20	826.70	805.08	821.86	820.48			
22	水胺 硫磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	84.4	
		加标样品 1	9.53	7.55	8.20	9.28	7.83	8.28	8.44			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	93.3
		加标样品	100.25	91.47	95.20	98.96	82.69	91.10	93.28			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	93.6
		加标样品 3	823.28	832.07	878.08	871.60	810.54	837.65	842.20			
23	稻丰散	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	81.5	
		加标样品 1	9.35	7.24	7.88	8.82	7.68	7.95	8.15			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	89.9
		加标样品	98.61	88.22	90.96	93.61	80.77	87.48	89.94			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	90.2
		加标样品 3	808.72	802.36	839.65	824.74	792.35	804.21	812.00			

24	丙溴磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	83.8	
		加标样品 1	9.27	7.63	8.12	9.08	7.98	8.19	8.38			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	92.3
		加标样品	96.88	92.22	94.21	96.62	83.51	90.27	92.29			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	92.6
加标样品 3	795.07	838.57	869.21	851.10	818.73	830.21	833.81					
25	苯线磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	74.0	
		加标样品 1	8.11	6.62	7.18	7.98	7.08	7.44	7.40			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	81.6
		加标样品	85.15	80.88	83.28	84.52	74.78	81.08	81.62			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	82.0
加标样品 3	698.65	736.42	767.71	744.71	732.31	745.70	737.58					
26	三唑磷	样品 1	35.6	35.5	38.2	34.4	35.6	38.5	36.3	10.0	80.8	
		加标样品 1	45.01	43.05	47.52	42.27	44.58	46.07	44.4			
		样品 2	35.6	35.5	38.2	34.4	35.6	38.5	36.3	0.00	100	105.2
		加标样品	150.46	139.06	147.39	143.31	134.29	141.32	141.5			
		样品 3	35.6	35.5	38.2	34.4	35.6	38.5	36.3	0.00	900	101.0
加标样品 3	991.04	911.66	986.43	965.25	926.15	934.83	945.0					
27	蝇毒磷	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	93.0	
		加标样品 1	10.47	8.20	9.00	10.28	8.69	9.17	9.30			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	100.2
		加标样品	95.43	99.91	104.49	108.61	91.66	101.06	100.19			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	102.9
加标样品 3	899.30	908.69	964.32	956.14	898.28	929.47	926.03					
28	敌百虫	样品 1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.0	46.7	
		加标样品 1	5.37	4.02	4.52	5.10	4.39	4.61	4.67			
		样品 2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100	62.2
		加标样品	65.89	61.34	64.22	64.80	55.80	61.24	62.22			
		样品 3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	900	62.4
加标样品 3	541.82	557.27	591.39	571.50	546.91	562.47	561.89					

A. 1.5 替代物测试数据

表 A. 1-71 替代物测试数据

验证单位：鞍山市环境监测中心站
测试日期：2017.7.10~2018.7.18

样品种类	目标化合物浓度值 (µg/L)	替代物测定浓度值 (µg/L)						替代物回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
地表水	1.00	10.37	10.20	9.15	7.64	8.60	7.88	103.7	102.0	91.5	76.4	86.0	78.8
	10.0	9.92	11.11	8.97	7.91	8.60	8.51	99.2	111.1	89.7	79.1	86.0	85.1
	90.0	9.29	10.12	7.23	7.94	7.77	6.97	92.9	101.2	72.3	79.4	77.7	69.7
地下水	1.00	10.67	11.55	9.58	8.80	9.55	8.63	106.7	115.5	95.8	88.0	95.5	86.3
	10.0	10.58	10.60	9.42	7.71	8.68	8.12	105.8	106.0	94.2	77.1	86.8	81.2
	90.0	10.27	10.43	9.26	8.48	8.54	8.96	102.7	104.3	92.6	84.8	85.4	89.6
生活污水	10.0	9.80	9.38	7.40	8.61	7.77	8.27	98.0	93.8	74.0	86.1	77.7	82.7
	100	9.90	9.17	7.49	8.22	7.47	7.94	99.0	91.7	74.9	82.2	74.7	79.4
	900	9.70	8.82	7.12	7.80	7.26	7.54	97.0	88.2	71.2	78.0	72.6	75.4
工业废水	10.0	10.56	9.76	8.01	8.54	8.00	8.52	105.6	97.6	80.1	85.4	80.0	85.2
	100	9.13	8.58	6.97	7.67	7.05	7.43	91.3	85.8	69.7	76.7	70.5	74.3
	900	9.52	8.88	7.27	7.84	7.19	7.67	95.2	88.8	72.7	78.4	71.9	76.7
替代物浓度值 (µg/L)							10.0						

表 A. 1-72 替代物测试数据

验证单位：沈阳市环境监测中心站
测试日期：2017.7.14~2018.7.24

样品种类	目标化合物浓度值 (µg/L)	替代物测定浓度值 (µg/L)						替代物回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
地表水	1.00	9.33	11.22	8.69	7.11	8.08	7.56	93.3	112.2	86.9	71.1	80.8	75.6
	10.0	8.93	11.12	8.52	7.36	8.08	8.17	89.3	111.2	85.2	73.6	80.8	81.7
	90.0	8.36	11.13	7.09	7.38	7.30	7.08	83.6	111.3	70.9	73.8	73.0	70.8
地下水	1.00	9.60	11.61	9.10	8.18	8.98	8.28	96.0	116.1	91.0	81.8	89.8	82.8
	10.0	9.52	11.66	8.95	7.17	8.16	7.80	95.2	116.6	89.5	71.7	81.6	78.0
	90.0	9.24	11.47	8.80	7.89	8.03	8.60	92.4	114.7	88.0	78.9	80.3	86.0
生活污水	10.0	8.82	10.32	7.03	8.01	7.30	7.94	88.2	103.2	70.3	80.1	73.0	79.4
	100	8.91	10.09	7.12	7.64	7.02	7.62	89.1	100.9	71.2	76.4	70.2	76.2
	900	8.73	9.70	7.05	7.25	7.20	7.24	87.3	97.0	70.5	72.5	72.0	72.4
工业废水	10.0	9.50	10.74	7.61	7.94	7.52	8.18	95.0	107.4	76.1	79.4	75.2	81.8
	100	8.22	9.44	7.57	7.13	7.57	7.13	82.2	94.4	75.7	71.3	75.7	71.3
	900	8.57	9.77	7.48	7.29	7.70	7.36	85.7	97.7	74.8	72.9	77.0	73.6
替代物浓度值 (µg/L)							10.0						

表 A. 1-73 替代物测试数据

验证单位：淄博市环境监测站
测试日期：2017.8.1~2018.8.8

样品种类	目标化合物浓度值 (µg/L)	替代物测定浓度值 (µg/L)						替代物回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
地表水	1.00	9.24	11.56	9.12	7.32	9.21	8.09	92.4	115.6	91.2	73.2	92.1	80.9
	10.0	8.84	11.45	8.95	7.58	9.21	8.74	88.4	114.5	89.5	75.8	92.1	87.4
	90.0	8.28	11.46	7.44	7.60	8.32	7.58	82.8	114.6	74.4	76.0	83.2	75.8

地下水	1.00	9.50	11.96	9.56	8.43	10.24	8.86	95.0	119.6	95.6	84.3	102.4	88.6
	10.0	9.42	12.01	9.40	7.39	9.30	8.35	94.2	120.1	94.0	73.9	93.0	83.5
	90.0	9.15	11.81	9.24	8.13	9.15	9.20	91.5	118.1	92.4	81.3	91.5	92.0
生活污水	10.0	8.73	10.63	7.38	8.25	8.32	8.50	87.3	106.3	73.8	82.5	83.2	85.0
	100	8.82	10.39	7.48	7.87	8.00	8.15	88.2	103.9	74.8	78.7	80.0	81.5
	900	8.64	9.99	7.40	7.47	8.21	7.75	86.4	99.9	74.0	74.7	82.1	77.5
工业废水	10.0	9.41	11.06	7.99	8.18	8.57	8.75	94.1	110.6	79.9	81.8	85.7	87.5
	100	8.14	9.72	7.95	7.34	8.63	7.63	81.4	97.2	79.5	73.4	86.3	76.3
	900	8.48	10.06	7.85	7.51	8.78	7.88	84.8	100.6	78.5	75.1	87.8	78.8
替代物浓度值 (µg/L)							10.0						

表 A. 1-74 替代物测试数据

验证单位: 辽阳市环境监测中心站
测试日期: 2017. 8. 1~2018. 8. 10

样品种类	目标化合物浓度值 (µg/L)	替代物测定浓度值 (µg/L)						替代物回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
地表水	1.00	9.89	10.75	8.94	7.69	9.95	8.66	98.9	107.5	89.4	76.9	99.5	86.6
	10.0	9.46	10.65	8.77	7.96	9.95	9.35	94.6	106.5	87.7	79.6	99.5	93.5
	90.0	8.86	10.66	7.29	7.98	8.99	8.11	88.6	106.6	72.9	79.8	89.9	81.1
地下水	1.00	10.17	11.12	9.37	8.85	11.06	9.48	101.7	111.2	93.7	88.5	110.6	94.8
	10.0	10.08	11.17	9.21	7.76	10.04	8.93	100.8	111.7	92.1	77.6	100.4	89.3
	90.0	9.79	10.98	9.06	8.54	9.88	9.84	97.9	109.8	90.6	85.4	98.8	98.4
生活污水	10.0	9.34	9.89	7.23	8.66	8.99	9.10	93.4	98.9	72.3	86.6	89.9	91.0
	100	9.44	9.66	7.33	8.26	8.64	8.72	94.4	96.6	73.3	82.6	86.4	87.2
	900	9.24	9.29	7.25	7.84	8.87	8.29	92.4	92.9	72.5	78.4	88.7	82.9
工业废水	10.0	10.07	10.29	7.83	8.59	9.26	9.36	100.7	102.9	78.3	85.9	92.6	93.6
	100	8.71	9.04	7.79	7.71	9.32	8.16	87.1	90.4	77.9	77.1	93.2	81.6
	900	9.07	9.36	7.69	7.89	9.48	8.43	90.7	93.6	76.9	78.9	94.8	84.3
替代物浓度值 (µg/L)							10.0						

表 A. 1-75 替代物测试数据

验证单位: 抚顺市环境监测中心站
测试日期: 2017. 8. 8~2018. 8. 18

样品种类	目标化合物浓度值 (µg/L)	替代物测定浓度值 (µg/L)						替代物回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
地表水	1.00	9.79	10.43	10.01	7.23	10.15	8.14	97.9	104.3	100.1	72.3	101.5	81.4
	10.0	9.37	10.33	9.82	7.48	10.15	8.79	93.7	103.3	98.2	74.8	101.5	87.9
	90.0	8.77	10.34	8.16	7.50	9.17	7.62	87.7	103.4	81.6	75.0	91.7	76.2
地下水	1.00	10.07	10.79	10.49	8.32	11.28	8.91	100.7	107.9	104.9	83.2	112.8	89.1
	10.0	9.98	10.83	10.32	7.29	10.24	8.39	99.8	108.3	103.2	72.9	102.4	83.9
	90.0	9.69	10.65	10.15	8.03	10.08	9.25	96.9	106.5	101.5	80.3	100.8	92.5
生活污水	10.0	9.25	9.59	8.10	8.14	9.17	8.55	92.5	95.9	81.0	81.4	91.7	85.5
	100	9.35	9.37	8.21	7.76	8.81	8.20	93.5	93.7	82.1	77.6	88.1	82.0
	900	9.15	9.01	8.12	7.37	9.05	7.79	91.5	90.1	81.2	73.7	90.5	77.9
工业废水	10.0	9.97	9.98	8.77	8.07	9.45	8.80	99.7	99.8	87.7	80.7	94.5	88.0
	100	8.62	8.77	8.72	7.25	9.51	7.67	86.2	87.7	87.2	72.5	95.1	76.7
	900	8.98	9.08	8.61	7.42	9.67	7.92	89.8	90.8	86.1	74.2	96.7	79.2
替代物浓度值 (µg/L)							10.0						

表 A. 1-76 替代物测试数据

验证单位: 天津市环境监测中心站

测试日期：2017.7.10~2018.8.18

样品种类	目标化合物浓度值 (µg/L)	替代物测定浓度值 (µg/L)						替代物回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
地表水	1.00	8.71	9.07	8.21	7.16	8.32	7.49	87.1	90.7	82.1	71.6	83.2	74.9
	10.0	8.34	8.99	8.05	7.41	8.32	8.09	83.4	89.9	80.5	74.1	83.2	80.9
	90.0	7.81	9.00	6.69	7.43	7.52	7.01	78.1	90.0	66.9	74.3	75.2	70.1
地下水	1.00	8.96	9.39	8.60	8.24	9.25	8.20	89.6	93.9	86.0	82.4	92.5	82.0
	10.0	8.88	9.42	8.46	7.22	8.40	7.72	88.8	94.2	84.6	72.2	84.0	77.2
	90.0	8.62	9.27	8.32	7.95	8.27	8.51	86.2	92.7	83.2	79.5	82.7	85.1
生活污水	10.0	8.23	8.34	7.46	8.06	7.52	7.87	82.3	83.4	74.6	80.6	75.2	78.7
	100	8.32	8.15	7.55	7.68	7.22	7.54	83.2	81.5	75.5	76.8	72.2	75.4
	900	8.14	7.84	7.48	7.30	7.42	7.17	81.4	78.4	74.8	73.0	74.2	71.7
工业废水	10.0	8.87	8.68	7.19	7.99	7.75	8.10	88.7	86.8	71.9	79.9	77.5	81.0
	100	7.67	7.63	7.15	7.18	7.80	7.06	76.7	76.3	71.5	71.8	78.0	70.6
	900	7.99	7.90	7.06	7.35	7.93	7.29	79.9	79.0	70.6	73.5	79.3	72.9
替代物浓度值 (µg/L)							10.0						

A.2 方法验证数据汇总

A.2.1 方法检出限、测定下限汇总

表 A.2-1 检出限和测定下限汇总

序号	目标物 中文名称	地表水和地下水		生活污水和工业废水	
		检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
1	敌敌畏	0.4	1.6	5	20
2	速灭磷	0.4	1.6	5	20
3	内吸磷	0.3	1.2	4	16
4	灭线磷	0.3	1.2	4	16
5	治螟磷	0.4	1.6	4	16
6	甲拌磷	0.4	1.6	4	16
7	特丁硫磷	0.3	1.2	4	16
8	二嗪磷	0.4	1.6	4	16
9	地虫硫磷	0.4	1.6	5	20
10	异稻瘟净	0.4	1.6	5	20
11	乐果	0.4	1.6	5	20
12	氯唑磷	0.5	2	5	20
13	甲基毒死蜱	0.4	1.6	4	16
14	磷胺	0.4	1.6	4	16
15	甲基对硫磷	0.4	1.6	5	20
16	毒死蜱	0.4	1.6	5	20
17	杀螟硫磷	0.5	2	5	20
18	马拉硫磷	0.5	2	6	24
19	对硫磷	0.5	2	5	20
20	溴硫磷	0.4	1.6	5	20
21	甲基异柳磷	0.4	1.6	4	16
22	水胺硫磷	0.4	1.6	4	16
23	稻丰散	0.4	1.6	5	20
24	丙溴磷	0.6	2.4	7	28
25	苯线磷	0.4	1.6	5	20
26	三唑磷	0.3	1.2	4	16
27	蝇毒磷	0.3	1.2	4	16
28	敌百虫	0.4	1.6	5	20

A. 2. 2 方法精密度数据汇总

表 A. 2-2 精密度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
1	敌敌畏	1.00	11.5~16.4	11.9~16.9	1.81	1.78	0.2	0.2	0.2	0.2
		10.0	7.1~13.5	7.1~13.7	2.58	2.59	1.7	1.8	2.0	2.1
		90.0	6.5~10.5	6.3~10.4	1.46	1.49	12.7	12.8	16.6	16.9
2	速灭磷	1.00	9.0~18.7	9.4~18.6	4.28	3.98	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.9~11.0	8.2~11.2	1.49	1.36	1.7	1.8	2.0	2.0
		90.0	6.3~7.8	7.1~8.4	0.52	0.50	12.6	13.3	16.5	17.2
3	内吸磷	1.00	8.3~18.8	9~19.2	4.30	4.15	0.2	0.2	0.2	0.2
		10.0	6.6~13.3	6.6~13.7	3.20	3.41	1.9	2.0	2.2	2.2
		90.0	5.3~11.5	5.5~11.8	2.25	2.24	14.2	14.9	18.2	18.9
4	灭线磷	1.00	8.9~16.4	9.1~17.6	3.30	3.55	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	5.2~12.4	5.2~13.8	3.25	3.58	2.7	2.8	3.1	3.5
		90.0	3.2~9.7	3.2~11.1	2.82	3.15	20.0	20.8	26.4	30.5
5	治螟磷	1.00	8.7~15.4	8.8~16.3	2.97	3.09	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.3~14.5	7.3~15.9	3.30	3.64	3.5	3.6	3.8	4.2
		90.0	5.3~11.4	5.3~12.9	2.77	3.15	26.6	27.5	32.0	36.3
6	甲拌磷	1.00	7.2~16.5	6.9~17.1	4.00	4.14	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.1~13.4	6.1~14.8	3.32	3.65	3.0	3.0	3.3	3.7
		90.0	3.9~10.3	3.9~11.8	2.86	3.23	21.7	22.5	27.6	31.7
7	特丁硫磷	1.00	9~12.3	9.1~12.2	1.34	1.20	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	6.9~14	6.9~15.2	3.19	3.47	3.1	3.1	3.4	3.7
		90.0	4.7~10.4	4.7~11.7	2.47	2.79	21.8	22.3	27.3	31.1
8	二嗪磷	1.00	8.6~11.8	8.2~11.6	1.36	1.22	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	7.2~14.4	7.2~15.8	2.99	3.34	3.1	3.2	3.5	3.7
		90.0	5.1~11.6	5.4~13	2.74	3.12	23.6	24.4	29.5	33.4
9	地虫硫磷	1.00	6.2~15.4	6.2~16	4.13	4.20	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.9~13.2	5.9~14.5	3.29	3.59	2.7	2.8	3.1	3.4
		90.0	3.7~10.1	3.7~11.5	2.81	3.12	19.8	20.5	25.5	29.3
10	异稻瘟净	1.00	10~12.8	10~12.9	1.05	1.08	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.7~13.9	6.7~15.2	2.92	3.32	2.9	3.0	3.3	3.6
		90.0	4.1~10.3	4.1~11.8	2.37	2.83	20.7	21.5	26.9	30.4
11	乐果	1.00	10.5~13.7	10.6~13.9	1.33	1.30	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.9~13.2	5.9~14.5	2.91	3.31	2.6	2.7	3.0	3.4
		90.0	3.8~10.2	3.8~11.6	2.46	2.87	20.1	20.8	27.1	31.6

续表 A. 2-2 精密度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
12	氯唑磷	1.00	9~14.8	9~14.8	2.51	2.43	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	5.9~13.1	5.9~14.5	3.24	3.58	2.9	2.9	3.3	3.6
		90.0	3.6~10	3.6~11.4	2.81	3.14	20.9	21.6	27.0	31.0
13	甲基毒死蜱	1.00	7.2~11.4	7.2~11.8	1.49	1.52	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.6~10.9	5.6~11	2.08	2.21	2.2	2.2	2.8	3.3
		90.0	3.4~8	3.4~8.6	1.95	2.20	16.1	16.7	23.8	28.3
14	磷胺	1.00	9.1~11.1	7.1~10.8	0.69	1.44	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	4.9~8.9	4.9~10.4	1.71	2.34	2.0	2.2	3.1	3.8
		90.0	3.8~7.3	3.8~8	1.26	1.61	14.9	16.3	25.4	31.0
15	甲基对硫磷	1.00	8.5~12.3	9.1~13.1	1.65	1.66	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	6.6~11.1	6.6~12.5	2.11	2.61	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	4.2~7.4	4.2~9	1.42	2.08	16.5	18.7	27.8	34.2
16	毒死蜱	1.00	8.5~12.2	8.8~12.3	1.59	1.34	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	6.6~10.2	6.6~11.9	1.58	2.24	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	4.3~7.3	4.3~8.7	1.40	1.94	17.2	18.9	24.5	29.1
17	杀螟硫磷	1.00	10.4~17.9	10.4~18.8	3.47	3.57	0.4	0.4	0.4	0.5
		10.0	6.2~15.4	6.2~16.8	4.24	4.48	2.9	3.2	3.3	3.8
		90.0	3.9~12.2	3.9~13.7	3.73	4.06	22.1	24.0	27.7	32.5
18	马拉硫磷	1.00	8.7~15.5	8.4~16.5	3.31	3.31	0.3	0.3	0.4	0.4
		10.0	5.9~9.7	5.9~11.2	1.83	2.40	2.4	2.6	2.9	3.4
		90.0	3.8~7	3.8~8.5	1.36	1.96	16.3	18.2	24.4	29.2
19	对硫磷	1.00	8.7~15.9	8.8~16.1	3.21	2.87	0.3	0.4	0.4	0.4
		10.0	6.1~9.8	6.1~11.5	1.48	2.15	2.1	2.3	2.8	3.3
		90.0	3.8~7.7	3.8~8.7	1.66	2.09	16.4	17.9	26.4	32.1
20	溴硫磷	1.00	7.4~12.3	7.5~12.9	2.29	2.08	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6~9.6	6~11.2	1.49	2.17	1.8	2.0	3.1	3.8
		90.0	3.7~7.1	3.7~8.3	1.35	1.75	12.4	14.6	27.1	33.7
21	甲基异柳磷	1.00	8.4~10.3	8.8~10.7	0.70	0.65	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	6.4~11.2	6.4~12.6	1.85	2.47	2.3	2.4	2.8	3.2
		90.0	5.1~8.1	4.6~9.3	1.24	1.84	16.8	17.7	25.1	29.7
22	水胺硫磷	1.00	6.5~9.1	6.1~9.7	0.90	1.16	0.2	0.2	0.3	0.3
		10.0	5.9~9.7	5.9~11.3	1.39	2.17	2.1	2.3	2.6	3.0
		90.0	3.7~6.8	3.7~8.3	1.13	1.76	14.5	16.7	22.5	26.9
23	稻丰散	1.00	10.4~14.2	11~14.6	1.68	1.43	0.3	0.3	0.3	0.4
		10.0	6.8~10.6	6.8~12.4	1.41	2.20	2.2	2.5	2.9	3.4
		90.0	4.9~7.7	4.9~9.4	1.07	1.67	16.7	18.4	24.9	30.0

续表 A. 2-2 精密度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水	地表水	地下水
24	丙溴磷	1.00	9.9~15.3	10.1~15.9	2.48	2.40	0.4	0.4	0.4	0.4
		10.0	5.4~9	5.4~10.7	1.68	2.31	2.1	2.4	2.7	3.2
		90.0	3.5~6.6	3.5~8.1	1.15	1.77	13.8	16.1	22.1	26.5
25	苯线磷	1.00	6.9~14.1	7.1~15	3.28	3.23	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.6~9.1	5.6~10.6	1.64	2.31	2.0	2.2	2.9	3.5
		90.0	3.7~6.5	3.7~8	1.19	1.83	13.9	15.9	25.9	32.1
26	三唑磷	1.00	10.9~12.4	10.3~12.7	0.58	0.80	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	9.3~12.9	9.3~14.4	1.30	2.04	2.5	2.7	2.8	3.2
		90.0	7.1~10	7.1~11.3	1.22	1.79	21.2	22.7	26.9	31.5
27	蝇毒磷	1.00	10.7~15	11~14.7	1.80	1.37	0.3	0.3	0.3	0.3
		10.0	5.8~11.1	5.8~12.4	2.13	2.67	2.4	2.5	2.9	3.2
		90.0	3.7~8.2	3.7~9.4	2.00	2.31	18.7	19.0	26.2	29.2
28	敌百虫	1.00	7.6~18.1	9~18.5	4.21	3.78	0.1	0.1	0.2	0.2
		10.0	7.3~16.9	7.4~16.8	3.53	3.44	1.6	1.6	1.8	1.8
		90.0	4.6~13.5	4.6~13.7	3.25	3.27	10.9	11.2	14.3	14.6

表 A. 2-3 精密度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标 准偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水
1	敌敌畏	10.0	10.8~13.5	10.4~14	0.96	1.26	2	2	2	2
		100	6.2~8.7	6.4~9.1	0.82	0.90	12	13	19	20
		900	1.6~4.6	2.5~5.5	1.43	1.41	45	61	218	225
2	速灭磷	10.0	9.7~13.6	9.2~13.7	1.66	1.76	2	2	2	2
		100	5.8~9.8	5.7~10.1	1.42	1.61	12	12	16	16
		900	1.6~8.6	2.5~9.0	2.62	2.46	101	115	172	181
3	内吸磷	10.0	9.8~14.3	9.6~14.3	2.08	2.16	2	2	2	2
		100	5.5~7.4	4.8~7.8	0.73	1.26	10	10	16	17
		900	1.9~6.4	2.5~5.2	1.70	1.05	68	65	176	175
4	灭线磷	10.0	9.0~10.8	9.0~10.7	0.84	0.75	2	2	3	3
		100	5.9~7.3	5.9~7.3	0.46	0.57	17	18	23	25
		900	0.7~2.8	0.7~3.3	0.69	0.92	45	59	158	172
5	治螟磷	10.0	8.5~12.1	10.4~14	1.44	1.50	3	3	3	3
		100	6.3~8.5	6.4~9.1	0.87	0.97	20	22	26	29
		900	1.5~4.9	2.5~5.5	1.24	1.30	70	100	176	199
6	甲拌磷	10.0	9.4~12	9.2~13.7	1.07	1.07	3	3	3	3
		100	6.3~8.4	5.7~10.1	0.78	0.74	19	21	24	27
		900	1.1~3.9	2.5~9.0	0.98	1.24	55	79	159	179

续表 A. 2-3 精密度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			生活污水	工业废水	生活污水	工业废水	生活污水	工业废水	生活污水	工业废水
7	特丁硫磷	10.0	10~13.4	8.4~12.1	1.45	1.15	3	3	3	3
		100	6.5~8.6	6.3~8.5	0.78	0.41	19	22	24	27
		900	2.3~3.9	2.0~4.9	0.63	0.57	65	78	160	176
8	二嗪磷	10.0	10.6~13.1	9.4~12	1.06	1.04	3	3	3	3
		100	6.5~10.3	6.7~8.4	1.51	0.83	24	28	28	33
		900	1.8~6	1.1~4.3	1.67	1.21	100	141	186	218
9	地虫硫磷	10.0	9.3~11.9	10.6~13.4	1.09	1.04	3	2	3	3
		100	6.2~7.7	7.5~8.6	0.52	0.62	18	18	31	24
		900	0.5~3.2	2.4~3.9	0.89	1.15	46	56	242	162
10	异稻瘟净	10.0	9~12.1	10.6~13.0	1.38	1.28	3	3	3	3
		100	6.2~8	8.5~10.4	0.70	0.78	19	20	25	27
		900	1.3~3.9	3.5~6.6	0.90	1.15	57	75	166	184
11	乐果	10.0	9.3~12	9.3~11.8	1.19	1.01	3	3	3	3
		100	5.4~8	6.2~7.7	1.02	0.65	17	20	26	26
		900	0.5~3.3	0.5~3.4	0.94	1.14	46	63	186	174
12	氯唑磷	10.0	9~11.7	9.0~12.1	1.23	1.13	2	3	3	3
		100	4.6~7.5	6.2~8.0	1.14	0.66	15	19	22	25
		900	0.5~3.2	1.3~3.9	0.95	1.15	40	58	161	171
13	甲基毒死蜱	10.0	7.7~11.3	9.6~12	1.53	1.03	2	2	3	3
		100	5.7~7.2	6.4~8.0	0.54	0.64	17	17	38	23
		900	0.6~4.9	0.5~3.4	1.83	1.05	77	51	256	158
14	磷胺	10.0	10.8~12.1	9.1~11.8	0.48	0.47	3	3	3	3
		100	7.5~8.1	5.9~7.5	0.23	0.24	20	20	24	25
		900	3.5~4.5	0.5~3.3	0.43	0.43	87	91	167	173
15	甲基对硫磷	10.0	8.9~12.1	8.8~11.3	1.29	1.29	2	2	3	3
		100	6.5~8.3	5.7~7.2	0.77	0.77	18	19	24	24
		900	1.2~4.1	0.6~3.2	1.31	1.31	65	68	159	165
16	毒死蜱	10.0	8.5~11.8	10.7~12.0	1.35	1.33	3	3	3	3
		100	5.8~7.8	7.5~8.1	0.88	0.88	18	19	24	25
		900	1.4~4.1	3.5~4.5	1.23	1.23	70	73	170	177
17	杀螟硫磷	10.0	8.9~11.8	8.9~12.0	1.19	1.19	2	2	3	3
		100	6.1~7.8	6.5~8.3	0.73	0.73	18	18	23	24
		900	0.9~3.7	1.2~4.1	1.22	1.22	59	61	159	165
18	马拉硫磷	10.0	9.2~11.9	8.5~11.8	1.11	1.11	3	3	3	3
		100	5.9~7.6	5.8~7.8	0.69	0.69	18	19	25	26
		900	0.6~3.4	1.4~4.1	1.18	1.18	59	61	170	177

续表 A. 2-3 精密度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准偏差 (%)		重复性限 ($\mu\text{g/L}$)		再现性限 ($\mu\text{g/L}$)	
			生活污水	工业废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水	生活 污水	工业 废水
19	对硫磷	10.0	9.0~11.6	8.9~11.8	1.08	1.11	2	2	3	3
		100	5.9~7.7	6.1~7.8	0.76	0.76	17	18	23	24
		900	0.7~3.6	0.9~3.7	1.21	1.21	57	59	157	163
20	溴硫磷	10.0	9.0~11.2	9.2~11.9	0.91	0.95	2	2	2	3
		100	5.9~7.6	5.9~7.6	0.71	0.71	16	17	22	23
		900	0.8~3.5	0.6~3.4	1.06	1.06	56	58	151	157
21	甲基异柳磷	10.0	9.3~12.7	8.9~11.6	1.40	1.37	3	3	3	3
		100	6.0~8.3	5.9~7.7	0.90	0.90	19	20	25	26
		900	0.9~4.3	0.7~3.6	1.22	1.22	73	76	170	177
22	水胺硫磷	10.0	9.6~12.1	9.0~11.2	1.06	1.04	3	3	3	3
		100	6.4~7.9	5.9~7.6	0.60	0.60	19	20	25	26
		900	0.7~3.4	0.8~3.5	1.09	1.09	61	63	170	177
23	稻丰散	10.0	10.0~13.1	9.3~12.7	1.27	1.27	3	3	3	3
		100	6.9~8.7	6.0~8.3	0.74	0.74	20	21	25	26
		900	1.6~4.2	0.9~4.3	1.12	1.12	73	76	169	175
24	丙溴磷	10.0	8.1~10.8	9.6~12.1	1.11	1.11	2	2	3	3
		100	5.0~6.7	6.4~7.9	0.74	0.74	16	17	23	24
		900	0.7~3.6	0.7~3.4	1.09	1.09	62	64	169	176
25	苯线磷	10.0	7.9~10.4	10.0~13.1	1.03	1.05	2	2	2	2
		100	4.4~6.1	6.9~8.7	0.72	0.72	13	13	20	20
		900	1.2~3.3	1.6~4.2	0.74	0.74	55	57	149	155
26	三唑磷	10.0	5.2~10.5	8.1~10.8	2.21	2.22	2	2	2	3
		100	5.4~7.9	5.0~6.7	1.10	1.10	19	20	26	27
		900	3.3~6.0	0.7~3.6	1.11	1.11	120	124	193	201
27	蝇毒磷	10.0	9.8~12.1	7.9~10.5	0.98	0.98	3	3	3	3
		100	6.0~7.4	4.4~6.1	0.55	0.55	18	19	24	25
		900	0.9~2.9	1.2~3.3	0.82	0.82	51	53	164	171
28	敌百虫	10.0	12.0~13.7	5.2~10.5	0.63	0.69	2	2	2	2
		100	6.8~8.3	5.4~7.9	0.59	0.59	10	11	14	14
		900	1.6~4.8	3.3~6.0	1.42	1.06	48	55	140	146

表 A. 2-4 精密度汇总表（工业废水实际样品）

序号	化合物名称	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	三唑磷	4.5~7.5	1.09	6	9

A. 2. 3 方法准确度数据汇总

表 A. 2-5 准确度汇总表（地表水和地下水）

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范 围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	敌敌畏	1.00	41.7~44.5	1.1	43.0±2.2	40.7~43.5	1.1	42.1±2.2
		10.0	60.1~64.6	1.7	62.2±3.4	59.0~63.3	1.6	61.0±3.2
		90.0	65.5~70.3	1.8	67.8±3.6	64.2~68.9	1.8	66.4±3.5
2	速灭磷	1.00	51.1~60.8	4.0	56.7±8.0	49.8~59.8	4.1	55.7±8.3
		10.0	62.6~67.2	1.7	64.7±3.5	61.3~65.8	1.7	63.4±3.4
		90.0	68.1~73.1	1.9	70.5±3.7	66.8~71.7	1.8	69.1±3.7
3	内吸磷	1.00	40.5~43.3	1.0	41.8±2.1	39.5~42.3	1.1	40.9±2.2
		10.0	66.0~70.9	1.8	68.3±3.7	64.7~69.5	1.8	66.9±3.6
		90.0	71.8~77.1	2.0	74.3±4.0	70.4~75.6	2.0	72.8±3.9
4	灭线磷	1.00	73.7~79.0	2.0	76.2±4.0	72.2~77.5	2.0	74.7±4.0
		10.0	85.9~92.1	2.3	88.8±4.7	84.2~90.3	2.3	87.0±4.6
		90.0	93.5~100	2.6	96.7±5.1	91.7~98.4	2.5	94.8±5.0
5	治螟磷	1.00	69.9~75.2	2.0	72.3±4.0	68.8~73.8	1.9	71.1±3.8
		10.0	93.5~100	2.6	96.7±5.2	91.6~98.3	2.5	94.7±5.1
		90.0	102~110	2.8	105.5±5.6	99.9~107	2.8	103±5.6
6	甲拌磷	1.00	61.9~66.6	1.7	64.0±3.5	61.1~65.5	1.6	63.1±3.2
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8	84.8~91.0	2.3	87.7±4.7
		90.0	94.2~101	2.6	97.4±5.1	92.3~99.0	2.5	95.4±5.0
7	特丁硫磷	1.00	69.6~74.5	1.8	71.9±3.7	68.3~73.2	1.8	70.6±3.6
		10.0	84.6~90.8	2.3	87.5±4.7	82.9~89.0	2.3	85.7±4.6
		90.0	92.0~98.8	2.5	95.2±5.1	90.2~96.8	2.5	93.3±5.0
8	二嗪磷	1.00	85.8~92.3	2.3	88.8±4.7	83.8~90.3	2.4	86.9±4.8
		10.0	92.9~99.6	2.5	96.0±5.1	91.0~97.6	2.5	94.1±5.0
		90.0	101~109	2.7	105±5.5	99.2~106	2.7	102±5.4
9	地虫硫磷	1.00	68.7~73.7	1.9	71.1±3.7	67.5~72.5	1.8	69.9±3.7
		10.0	80.8~86.7	2.2	83.6±4.4	79.2~85.0	2.2	81.9±4.4
		90.0	88.0~94.5	2.4	91.0±4.9	86.3~92.6	2.4	89.2±4.7
10	异稻瘟净	1.00	78.7~84.5	2.1	81.4±4.3	76.9~82.7	2.2	79.6±4.3
		10.0	90.2~96.9	2.5	93.3±5.0	88.4~95.0	2.5	91.5±4.9
		90.0	98.2~105	2.7	102±5.4	96.3~103	2.6	99.5±5.3
11	乐果	1.0	79.1~84.7	2.1	81.7±4.2	77.3~82.9	2.1	79.9±4.2
		10.0	86.4~92.7	2.4	89.3±4.8	84.6~90.8	2.3	87.5±4.6
		90.0	94.0~101	2.6	97.2±5.1	92.1~98.9	2.5	95.3±5.1
12	氯唑磷	1.00	80.0~85.6	2.1	82.6±4.2	78.2~83.7	2.1	80.8±4.2
		10.0	86.0~92.3	2.4	88.9±4.7	84.3~90.5	2.3	87.2±4.7
		90.0	93.7~100	2.6	96.9±5.1	91.8~98.5	2.5	94.9±5.0

续表 A. 2-5 准确度汇总表 (地表水和地下水)

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
13	甲基毒死蜱	1.00	86.7~93.2	2.4	89.7±4.8	85.0~91.2	2.3	87.9±4.6
		10.0	79.3~85.1	2.2	82.0±4.4	77.7~83.4	2.1	80.3±4.3
		90.0	86.3~92.6	2.4	89.3±4.7	84.6~90.8	2.3	87.5±4.7
14	磷胺	1.00	88.5~94.9	2.4	91.5±4.7	86.6~92.9	2.3	89.5±4.7
		10.0	80.2~86.1	2.2	83.0±4.4	78.7~84.3	2.1	81.3±4.2
		90.0	87.5~93.8	2.3	90.4±4.7	85.7~91.9	2.3	88.6±4.6
15	甲基对硫磷	1.00	71.8~77.1	2.0	74.3±3.9	70.4~75.6	1.9	72.8±3.9
		10.0	80.6~86.5	2.2	83.3±4.5	79.0~84.8	2.2	81.7±4.4
		90.0	87.7~94.1	2.4	90.7±4.8	85.9~92.2	2.4	88.9±4.7
16	毒死蜱	1.00	89.0~95.6	2.5	92.0±4.9	87.2~93.5	2.4	90.1±4.8
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8	84.8~91.0	2.3	87.7±4.7
		90.0	94.1~101	2.6	97.3±5.2	92.2~99.0	2.5	95.4±5.1
17	杀螟硫磷	1.00	87.6~94.2	2.5	90.6±5.0	85.6~92.1	2.4	88.7±4.9
		10.0	81.9~87.9	2.3	84.7±4.5	80.2~86.1	2.2	82.9±4.4
		90.0	89.2~95.7	2.4	92.2±4.9	87.4~93.8	2.4	90.4±4.8
18	马拉硫磷	1.00	85.0~91.2	2.3	87.8±4.6	83.4~89.3	2.2	86.1±4.4
		10.0	88.3~94.8	2.4	91.3±4.9	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8
		90.0	96.3~103	2.6	99.6±5.2	94.4~101.3	2.6	97.6±5.2
19	对硫磷	1.00	85.3~91.8	2.5	88.2±4.9	83.6~89.7	2.3	86.4±4.6
		10.0	81.4~87.3	2.2	84.1±4.5	79.8~85.6	2.2	82.5±4.4
		90.0	88.5~95.0	2.4	91.6±4.9	86.8~93.1	2.4	89.7±4.8
20	溴硫磷	1.00	85.6~91.9	2.3	88.5±4.7	83.7~89.8	2.3	86.5±4.6
		10.0	77.9~83.6	2.2	80.6±4.3	76.4~82.0	2.1	79.0±4.2
		90.0	84.9~91.1	2.3	87.8±4.6	83.2~89.2	2.2	86.0±4.5
21	甲基异柳磷	1.00	85.8~91.9	2.3	88.6±4.6	83.8~89.9	2.3	86.6±4.6
		10.0	85.9~92.2	2.4	88.9±4.8	84.2~90.4	2.3	87.1±4.7
		90.0	93.4~100	2.6	96.6±5.2	91.5~98.3	2.6	94.7±5.1
22	水胺硫磷	1.00	84.3~90.5	2.3	87.1±4.6	82.4~88.4	2.2	85.3±4.5
		10.0	88.1~94.6	2.4	91.1±4.9	86.4~92.7	2.4	89.3±4.7
		90.0	95.8~103	2.6	99.1±5.2	93.9~100.8	2.6	97.1±5.1
23	稻丰散	1.00	79.7~85.6	2.2	82.3±4.4	77.9~83.7	2.2	80.6±4.4
		10.0	85.0~91.3	2.4	87.9±4.7	83.3~89.4	2.3	86.2±4.6
		90.0	92.6~99.4	2.5	95.8±5.1	90.8~97.5	2.5	93.9±5.0
24	丙溴磷	1.00	92.4~99.2	2.5	95.5±5.0	90.4~97.2	2.5	93.5±5.1
		10.0	87.1~93.5	2.4	90.1±4.8	85.4~91.7	2.4	88.3±4.7
		90.0	95.0~102	2.6	98.2±5.2	93.1~99.9	2.5	96.3±5.1

续表 A. 2-5 准确度汇总表 (地表水和地下水)

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	地表水			地下水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
25	苯线磷	1.00	78.4~84.2	2.2	81.1±4.4	76.6~82.4	2.2	79.4±4.4
		10.0	77.1~82.8	2.1	79.8±4.2	75.6~81.2	2.1	78.2±4.2
		90.0	83.9~90.1	2.3	86.8±4.7	82.3~88.3	2.3	85.1±4.5
26	三唑磷	1.00	77.1~83.1	2.2	79.9±4.5	75.0~80.8	2.1	77.7±4.3
		10.0	74.4~79.8	2.0	76.9±4.1	72.2~77.4	2.0	74.6±3.9
		90.0	81.0~86.8	2.2	83.7±4.4	78.5~84.2	2.1	81.2±4.3
27	蝇毒磷	1.00	75.1~80.8	2.1	77.8±4.3	73.0~78.4	2.0	75.5±4.0
		10.0	86.5~92.9	2.4	89.5±4.8	83.9~90.1	2.3	86.8±4.7
		90.0	94.3~101	2.6	97.5±5.2	91.4~98.1	2.5	94.6±5.0
28	敌百虫	1.00	36.1~38.9	1.0	37.4±2.0	35.1~37.8	1.0	36.4±2.0
		10.0	52.5~56.3	1.4	54.3±2.9	50.9~54.6	1.4	42.1±2.2
		90.0	57.2~61.4	1.6	59.1±3.2	55.5~59.5	1.5	61.0±3.2

表 A. 2-6 准确度汇总表 (生活污水和工业废水)

序号	化合物名称	加标浓度 (μg/L)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	敌敌畏	10.0	51.3~62.8	5.4	57.4±10.8	46.5~58.4	4.6	55.8±9.2
		100	67.7~69.8	0.8	68.7±1.6	62.3~64.2	0.7	63.2±1.4
		900	68.0~70.0	0.7	69.0±1.5	62.5~64.4	0.7	63.5±1.4
2	速灭磷	10.0	55.6~65.4	4.6	61.8±9.2	50.4~60.2	4.6	56.6±9.3
		100	70.5~72.6	0.8	71.6±1.5	64.9~66.8	0.7	65.9±1.4
		900	70.8~72.9	0.8	71.8±1.5	65.1~67.1	0.7	66.1±1.5
3	内吸磷	10.0	57.3~68.7	5.3	63.4±10.7	51.9~63.2	5.3	57.9±10.7
		100	65.2~67.2	0.7	66.2±1.5	60.0~61.8	0.7	60.9±1.3
		900	74.6~76.9	0.8	75.7±1.7	68.7~70.7	0.7	69.7±1.5
4	灭线磷	10.0	87.9~90.7	1.0	89.3±2.1	80.9~83.4	0.9	82.2±1.8
		100	96.8~99.6	1.0	98.2±2.1	89.0~91.7	1.0	90.3±2.0
		900	97.1~100	1.1	98.5±2.1	89.4~92.0	1.0	90.6±1.9
5	治螟磷	10.0	95.5~98.6	1.1	97.0±2.3	87.8~90.7	1.1	89.3±2.1
		100	105~108	1.3	107±2.5	96.7~99.8	1.1	98.2±2.3
		900	106~109	1.3	107±2.5	97.0~100	1.1	98.5±2.3
6	甲拌磷	10.0	88.4~91.1	1.0	89.7±2.0	81.3~83.8	0.9	82.5±1.9
		100	97.5~100	1.1	98.9±2.1	89.7~92.3	1.0	91.0±1.9
		900	97.8~101	1.2	99.3±2.3	90.0~92.6	1.0	91.3±1.9

续表 A. 2-6 准确度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	S_P	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_P$	加标回收率范 围 (%)	S_P	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_P$
7	特丁硫磷	10.0	86.3~89.1	1.0	87.7 \pm 2.0	79.2~81.9	1.0	80.6 \pm 2.0
		100	95.1~98.2	1.1	96.6 \pm 2.3	87.5~90.3	1.0	88.9 \pm 2.1
		900	95.5~98.4	1.1	97.0 \pm 2.2	87.8~90.6	1.0	89.2 \pm 2.1
8	二嗪磷	10.0	94.7~97.6	1.1	96.1 \pm 2.2	87.2~89.8	1.0	88.5 \pm 1.9
		100	105~108	1.1	106 \pm 2.2	96.3~99.1	1.0	97.7 \pm 2.1
		900	105~107	0.9	106 \pm 1.8	96.5~99.2	1.0	97.9 \pm 2.0
9	地虫硫磷	10.0	82.4~85.2	1.0	83.8 \pm 2.1	76.0~78.4	0.9	77.2 \pm 1.8
		100	91.0~93.8	1.0	92.4 \pm 2.1	83.7~86.3	1.0	85.0 \pm 1.9
		900	91.3~94.1	1.0	92.7 \pm 2.1	84.0~86.5	0.9	85.3 \pm 1.8
10	异稻瘟净	10.0	92.1~95.2	1.1	93.6 \pm 2.3	84.8~87.6	1.0	86.2 \pm 2.1
		100	102~105	1.2	103 \pm 2.4	93.4~96.3	1.1	94.8 \pm 2.2
		900	102~105	1.2	104 \pm 2.3	93.8~96.7	1.1	95.2 \pm 2.1
11	乐果	10.0	88.4~91.1	1.0	89.7 \pm 2.0	81.3~83.8	0.9	82.5 \pm 1.9
		100	97~100	1.1	98.7 \pm 2.2	89.5~92.2	1.0	90.8 \pm 2.0
		900	98~101	1.2	99.1 \pm 2.4	89.8~92.5	1.0	91.1 \pm 2.0
12	氯唑磷	10.0	88.0~90.8	1.0	89.4 \pm 2.1	81.0~83.6	0.9	82.3 \pm 1.9
		100	96.8~99.8	1.1	98.3 \pm 2.2	89.1~91.8	1.0	90.4 \pm 2.0
		900	97.2~100	1.0	98.6 \pm 2.1	89.4~92.1	1.0	90.7 \pm 2.0
13	甲基毒死蜱	10.0	80.8~83.5	1.0	82.2 \pm 2.0	74.4~76.9	0.9	75.6 \pm 1.8
		100	89.2~92.0	1.0	90.6 \pm 2.1	82.1~84.6	0.9	83.3 \pm 1.8
		900	89.6~92.3	1.0	90.9 \pm 2.0	82.5~84.9	0.9	83.7 \pm 1.8
14	磷胺	10.0	82.1~84.4	0.8	83.2 \pm 1.7	75.4~77.6	0.8	76.5 \pm 1.6
		100	90.7~93.2	0.9	91.9 \pm 1.8	83.4~85.7	0.9	84.5 \pm 1.7
		900	90.9~93.4	0.9	92.1 \pm 1.8	83.6~85.9	0.8	84.8 \pm 1.7
15	甲基对硫磷	10.0	82.3~84.9	1.0	83.6 \pm 1.9	75.6~78.1	0.9	76.9 \pm 1.8
		100	90.6~93.4	1.0	92.0 \pm 2.1	83.4~86.0	1.0	84.7 \pm 1.9
		900	91.0~93.8	1.0	92.4 \pm 2.1	83.7~86.3	1.0	85.0 \pm 1.9
16	毒死蜱	10.0	88.6~91.3	1.0	89.9 \pm 2.0	81.3~84.0	1.0	82.7 \pm 2.0
		100	97.4~100	1.1	98.9 \pm 2.2	89.6~92.4	1.0	91.0 \pm 2.1
		900	97.8~101	1.1	99.2 \pm 2.2	89.9~92.7	1.0	91.3 \pm 2.1
17	杀螟硫磷	10.0	83.6~86.2	1.0	84.9 \pm 1.9	76.9~79.4	0.9	78.1 \pm 1.8
		100	92.1~95.0	1.1	93.6 \pm 2.1	84.8~87.4	1.0	86.1 \pm 1.9
		900	92.5~95.8	1.2	94.0 \pm 2.4	85.1~87.7	1.0	86.4 \pm 1.9
18	马拉硫磷	10.0	90.2~93.1	1.1	91.6 \pm 2.1	82.9~85.6	1.0	84.2 \pm 2.0
		100	99.4~103	1.2	101 \pm 2.3	91.5~94.3	1.0	92.9 \pm 2.1
		900	99.8~103	1.0	101 \pm 2.1	91.8~94.6	1.0	93.2 \pm 2.1

续表 A. 2-6 准确度汇总表（生活污水和工业废水）

序号	化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	生活污水			工业废水		
			加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	加标回收率范 围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最 终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
19	对硫磷	10.0	82.9~85.6	1.0	84.3 \pm 2.0	76.3~78.8	0.9	77.6 \pm 1.8
		100	91.6~94.4	1.0	93.0 \pm 2.1	84.3~86.8	0.9	85.5 \pm 1.9
		900	92.0~95.2	1.1	93.4 \pm 2.3	84.6~87.1	0.9	85.9 \pm 1.8
20	溴硫磷	10.0	79.7~82.2	0.9	80.9 \pm 1.9	73.3~75.6	0.8	74.5 \pm 1.7
		100	87.8~90.4	1.0	89.1 \pm 1.9	80.8~83.2	0.9	82.0 \pm 1.8
		900	88.1~90.7	1.0	89.4 \pm 1.9	81.1~83.4	0.8	82.2 \pm 1.7
21	甲基异柳磷	10.0	88.0~90.6	0.9	89.2 \pm 1.9	80.7~83.4	1.0	82.0 \pm 2.0
		100	96.6~99.6	1.1	98.1 \pm 2.2	88.8~91.6	1.0	90.2 \pm 2.1
		900	97.0~99.9	1.1	98.4 \pm 2.2	89.2~92.0	1.0	90.6 \pm 2.1
22	水胺硫磷	10.0	89.8~92.6	1.0	91.2 \pm 2.1	82.6~85.2	1.0	83.9 \pm 1.9
		100	99.2~102	1.1	101 \pm 2.3	91.3~94.1	1.0	92.7 \pm 2.1
		900	99.6~103	1.1	101 \pm 2.2	91.6~94.4	1.0	93.0 \pm 2.1
23	稻丰散	10.0	86.5~89.5	1.1	88.0 \pm 2.2	79.6~82.3	1.0	80.9 \pm 2.0
		100	95.5~98.6	1.2	97.1 \pm 2.3	87.9~90.7	1.0	89.3 \pm 2.1
		900	95.9~98.9	1.1	97.4 \pm 2.2	88.2~91.0	1.0	89.6 \pm 2.0
24	丙溴磷	10.0	89.1~91.9	1.0	90.5 \pm 2.1	81.9~84.6	1.0	83.2 \pm 2.0
		100	98.1~101	1.1	99.6 \pm 2.3	90.3~93.1	1.0	91.7 \pm 2.1
		900	98.6~102	1.1	100 \pm 2.2	90.7~93.4	1.0	92.0 \pm 2.0
25	苯线磷	10.0	78.8~81.2	0.9	80.0 \pm 1.8	72.3~74.7	0.9	73.5 \pm 1.7
		100	86.8~89.5	1.0	88.1 \pm 2.0	79.8~82.3	0.9	81.1 \pm 1.8
		900	87.2~89.9	1.0	88.5 \pm 2.0	80.2~82.7	0.9	81.4 \pm 1.9
26	三唑磷	10.0	89.5~92.3	1.0	90.9 \pm 2.1	67.1~92.3	8.3	81.0 \pm 16.6
		100	104~107	1.1	106 \pm 2.2	98.8~107	3.2	104 \pm 6.5
		900	99.1~102	1.0	100 \pm 2.1	100~103	1.0	101 \pm 2.0
27	蝇毒磷	10.0	88.3~91.2	1.0	89.7 \pm 2.1	90.9~93.9	1.1	92.4 \pm 2.2
		100	95.4~98.0	1.0	96.7 \pm 1.9	98.3~101	1.0	99.6 \pm 2.0
		900	97.8~101	1.1	99.2 \pm 2.2	101~104	1.1	102 \pm 2.3
28	敌百虫	10.0	43.6~54.8	5.4	49.5 \pm 10.7	45.3~56.5	5.4	51.2 \pm 10.7
		100	59.1~60.9	0.7	60.0 \pm 1.3	60.9~62.8	0.7	61.8 \pm 1.4
		900	59.3~61.1	0.7	60.2 \pm 1.3	61.1~63.0	0.7	62.0 \pm 1.4

A. 2. 4 替代物回收率数据汇总

表 A. 2-7 替代物回收率汇总表

样品种类	替代物浓度值 ($\mu\text{g/L}$)	替代物回收率范围 (%)
地表水	10.0	69.7~116
地下水		71.7~120
生活污水		70.2~106
工业废水		69.7~111