

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1025-2019

固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定 柱后衍生-高效液相色谱法

**Solid waste— Determination of carbamate pesticides— Post-column
derivatization- high performance liquid chromatography**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2019-05-18 发布

2019-09-01 实施

生态 环 境 部 发布

目 次

前 言.....	.ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	4
8 分析步骤.....	6
9 结果计算与表示.....	7
10 精密度和准确度.....	8
11 质量保证和质量控制.....	9
12 废物处理.....	10
附录 A (规范性附录) 方法检出限和测定下限	11
附录 B (资料性附录) 方法精密度和准确度	13

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范固体废物及其浸出液中氨基甲酸酯类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中10种氨基甲酸酯类农药的柱后衍生-高效液相色谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心。

本标准验证单位：广东省环境监测中心、杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心站、绍兴市环境监测中心站、浙江环境监测工程有限公司和中检集团理化检测有限公司。

本标准生态环境部2019年5月18日批准。

本标准自2019年9月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定

柱后衍生-高效液相色谱法

警告：实验中使用的溶剂和标准溶液对人体健康有害，溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中氨基甲酸酯类农药的柱后衍生-高效液相色谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中涕灭威亚砜、涕灭威砜、灭多威、3-羟基克百威、涕灭威、残杀威、克百威、甲萘威、异丙威、甲硫威等10种氨基甲酸酯类农药的测定。

当固体废物取样量为10g，定容体积为1.0ml，进样体积为15μl时，10种氨基甲酸酯类农药的方法检出限为0.001mg/kg，测定下限为0.004mg/kg。当固体废物浸出液取样体积为100ml，定容体积为1.0ml，进样体积为15μl时，10种氨基甲酸酯类农药的方法检出限为0.1μg/L，测定下限为0.4μg/L。详见附录A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ 782 固体废物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

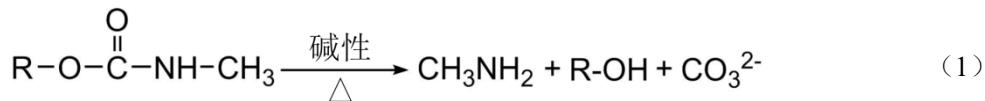
HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范

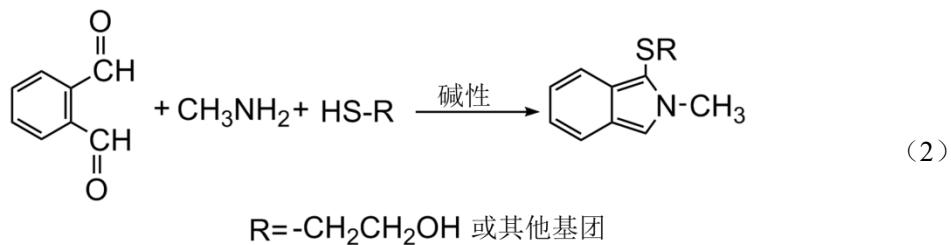
HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

HJ/T 300 固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法

3 方法原理

固体废物中的氨基甲酸酯类农药经有机溶剂提取、固相萃取柱净化、浓缩，浸出液样品经固相萃取柱富集、净化、浓缩，用液相色谱柱分离后，在碱性条件下水解生成甲胺（式（1）），与衍生化试剂反应生成具有强荧光物质（式（2）），用荧光检测器检测。根据保留时间定性，外标法定量。





4 干扰和消除

氨基甲酸酯其他水解产物、本身有荧光的物质或具有相近保留时间的物质对测定产生干扰，可通过改变流动相梯度洗脱程序、选用特征波长消除干扰，也可通过标准添加法、不同发射波长下的荧光强度比、质谱等辅助定性。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

5.1 甲酸 (HCOOH): 质谱级或纯度≥98%。

5.2 氢氧化钠 (NaOH)。

5.3 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

马弗炉中 450℃灼烧 4 h，稍冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封，于洁净干燥器中保存。

5.4 甲醇 (CH_3OH): 液相色谱级。

5.5 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 液相色谱级。

5.6 乙腈 (CH_3CN): 液相色谱级。

5.7 四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)。

5.8 2-巯基乙醇 ($\text{HSC}_2\text{H}_4\text{OH}$) 或 2-二甲胺基乙硫醇盐酸盐 ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NS} \cdot \text{HCl}$)。

5.9 邻苯二甲醛 ($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_2$)。

5.10 氢氧化钠溶液: $\rho=4.0 \text{ g/L}$ 。

称取 4.0 g 氢氧化钠 (5.2) 溶于水中，定容至 1.0 L。

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

称取 2.0 g 氢氧化钠 (5.2)，用水溶解并稀释至 1 L，经滤膜 I (5.23) 过滤。也可直接购买市售商品。

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

称取 19.1 g 四硼酸钠 (5.7)，用水溶解并稀释至 1 L，经滤膜 I (5.23) 过滤。也可直接购买市售商品。

5.13 衍生化试剂。

称取 0.10 g 邻苯二甲醛(5.9)，溶于 10 ml 甲醇(5.4)，加入 1000 ml 四硼酸钠溶液(5.12)，再加入 1.0 ml 2-巯基乙醇 (5.8) 或 2.0 g 2-二甲胺基乙硫醇盐酸盐 (5.8)，溶解后用滤膜 I

(5.23) 过滤。也可直接购买市售商品。

5.14 甲醇-二氯甲烷混合溶剂: 1+2。

用甲醇(5.4)和二氯甲烷(5.5)按1:2体积比混合。

5.15 二氯甲烷-甲醇混合溶剂: 1+2。

用二氯甲烷(5.5)和甲醇(5.4)按1:2体积比混合。

5.16 甲醇-二氯甲烷混合溶剂: 1+9。

用甲醇(5.4)和二氯甲烷(5.5)按1:9体积比混合。

5.17 氨基甲酸酯类农药标准贮备液: $\rho=100 \text{ mg/L}$ 。

直接购买市售有证标准溶液, 按标准溶液证书要求保存。

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

取500 μl 氨基甲酸酯类农药标准贮备液(5.17)于5 ml容量瓶中, 用甲醇(5.4)定容, 混匀, 置于-18°C冰箱, 密封、避光、冷冻保存, 保存期为3个月。

5.19 固相萃取柱I: 乙烯苯/N-乙烯基吡咯烷酮萃取柱(500 mg/6 ml)或其他性能相近的固相萃取柱。

5.20 固相萃取柱II: 石墨化碳黑萃取柱(500 mg/6 ml)。

5.21 硅藻土: 0.6 mm~0.9 mm(30目~20目)。

马弗炉中450°C灼烧4 h, 稍冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封, 于洁净干燥器中保存。

5.22 石英砂: 150 μm ~830 μm (100目~20目)。

马弗炉中450°C灼烧4 h, 稍冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封, 于洁净干燥器中保存。

5.23 滤膜I: 0.45 μm 聚醚砜或其它等效材质。

5.24 滤膜II: 0.45 μm 聚四氟乙烯或其它等效材质。

5.25 高纯氮气: 纯度≥99.999%。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪: 具有荧光检测器、梯度洗脱功能及柱后衍生系统。

6.2 色谱柱: 填料粒径为5 μm , 柱长为25.0 cm, 内径为4.0 mm的C₈色谱柱或其它性能相近的色谱柱。

6.3 提取装置: 加压流体萃取仪(配有50 ml以下萃取池)、索氏提取装置、自动索氏提取仪。

6.4 固相萃取装置: 自动或手动。

6.5 浓缩装置: 氮吹浓缩仪、旋转蒸发仪或其他性能相当的设备。

6.6 分析天平: 感量为0.01 g。

6.7 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关要求采集和保存固体废物样品。样品采集后应在 4℃以下冷藏、避光、密封保存，保存时间不超过 7 d。如-30℃冷冻保存，保存时间不超过 30 d。

7.2 样品的制备

7.2.1 固体废物

称取 10 g（准确至 0.01g）样品，加入适量无水硫酸钠（5.3），将样品干燥拌匀呈流沙状，备用。如使用加压流体萃取，则用硅藻土（5.21）脱水。

7.2.2 固体废物浸出液

按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的相关规定进行固体废物浸出液的制备。浸出液样品用甲酸（5.1）或氢氧化钠溶液（5.10）调节 pH 后密封、4℃以下冷藏避光保存，其中羟基克百威、甲萘威、甲硫威样品于 pH 至 3~4 时可保存 30 d，其余目标物样品于 pH 至 3~8 时可保存 30 d。

7.3 试样的制备

7.3.1 提取

7.3.1.1 固态和半固态废物

a) 加压流体萃取法

采用甲醇-二氯甲烷混合溶剂（5.14）提取样品中氨基甲酸酯类农药，参考条件：压力 10.34 MPa，萃取温度 80℃，加热时间 5 min，静态萃取时间 5 min，冲洗量 80%，萃取后氮气吹扫 60 s，循环萃取 3 次。或按照 HJ 782 进行萃取条件的设置和优化。提取完毕，取出提取液接收瓶，待浓缩。

b) 索氏提取法

将滤筒置于索氏提取器回流管中，在圆底溶剂瓶中加入 200 ml 甲醇-二氯甲烷混合溶剂（5.14），回流速度控制在 4~6 次/h，提取 8 h，待浓缩。

7.3.1.2 水性液态废物

a) 称取 10 g（准确至 0.01g）样品，用水定容至 100 ml，用甲酸（5.1）或氢氧化钠溶液（5.10）调节水样 pH 至 6~7。

b) 依次用 10 ml 甲醇（5.4）、10 ml 水以约 4 ml/min 的速度活化固相萃取柱 I（5.19），在活化过程中应确保萃取柱填料表面不露出液面。调节流量使水样以约 4 ml/min 的速度通过萃取柱，在柱填料刚要暴露于空气之前，用 5 ml 水淋洗，弃去流出液。氮气吹干 25 min，然后用 8 ml 二氯甲烷-甲醇混合溶剂（5.15）以约 4 ml/min 的速度洗脱固相萃取柱，收集洗

脱液于洗脱液接收管中，待浓缩。

7.3.1.3 油性液态废物

称取 10 g (准确至 0.01g) 样品，转移至分液漏斗中，加入 30 ml 的乙腈 (5.6)，充分振荡、静置，收集乙腈相，再重复萃取 2 次，合并乙腈相，待浓缩。

7.3.1.4 固体废物浸出液

取 100 ml 浸出液样品，用甲酸 (5.1) 或氢氧化钠溶液 (5.10) 调节水样 pH 至 6~7，按与 7.3.1.2 b) 相同步骤进行。

7.3.2 浓缩

用浓缩装置 (6.5) 将提取液 (7.3.1.1、7.3.1.3) 浓缩、用甲醇 (5.4) 定容至 5.0 ml~10 ml、经滤膜 II (5.24) 过滤后上机测定。如需净化，将提取液浓缩至 5.0 ml~10.0 ml，按照 7.3.3 a) 步骤进行。

用浓缩装置 (6.5) 将洗脱液 (7.3.1.2、7.3.1.4) 在 40°C 浓缩、用甲醇 (5.4) 定容至 1.0 ml，经滤膜 II (5.24) 过滤后上机测定。如需去除色素，按照 7.3.3 b) 步骤进行。

注：定容体积可根据样品含水率情况适当调整。

7.3.3 净化

a) 将 7.3.2 中待净化的浓缩液用水稀释至 100 ml，用甲酸 (5.1) 或氢氧化钠溶液 (5.10) 调节水样 pH 至 6~7。依次用 10 ml 甲醇 (5.4)、10 ml 水以约 4 ml/min 的速度活化固相萃取柱 I (5.19)，在活化过程中应确保萃取柱填料表面不露出液面。调节流量使水样以约 4 ml/min 的速度通过萃取柱，在柱填料刚要暴露于空气之前，用 5 ml 水淋洗，弃去流出液。氮气吹干 25 min，然后用 8 ml 二氯甲烷-甲醇混合溶剂 (5.15) 以约 4 ml/min 的速度洗脱固相萃取柱，收集洗脱液于洗脱液接收管中。用浓缩装置 (6.5) 将洗脱液在 40°C 浓缩至 1.0 ml，经滤膜 II (5.24) 过滤后上机测定。如需去除色素，按照 7.3.3 b) 步骤进行。

b) 用 5 ml 甲醇-二氯甲烷混合溶剂 (5.16) 以约 4 ml/min 的速度活化固相萃取柱 II (5.20)，在活化过程中应确保萃取柱填料表面不露出液面。将浓缩液 (7.3.2) 转移至萃取柱头，用溶剂润洗后一并转入柱头，在柱填料刚要暴露于空气之前，用 5 ml 甲醇-二氯甲烷混合溶剂 (5.16) 以约 4 ml/min 的速度洗脱固相萃取柱，收集洗脱液于洗脱液接收管中。用浓缩装置 (6.5) 将洗脱液在 40°C 浓缩、甲醇定容至 1.0 ml，经滤膜 II (5.24) 过滤后上机测定。

处理好的试样如放置于 -18°C 冰箱密封，可保存 40 d。

7.4 空白试样的制备

7.4.1 固体废物空白试样

用石英砂 (5.22) 代替实际样品，按照与固体废物样品制备 (7.2)、试样制备 (7.3) 相同的步骤进行固体废物空白试样的制备。

7.4.2 固体废物浸出液空白试样

用石英砂(5.22)代替实际样品,按照与固体废物浸出液样品制备(7.2)、试样制备(7.3)相同的步骤进行固体废物浸出液空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 柱后衍生条件

水解液(5.11)流速: 0.3 ml/min; 衍生化试剂(5.13)流速: 0.3 ml/min; 反应器温度: 100°C。

8.1.2 色谱条件

流动相: 流动相A乙腈(5.6),流动相B水,流速0.8 ml/min,参考梯度洗脱程序见表1。进样量: 15 μl; 柱温: 37°C; 检测器: 荧光检测器; 激发波长330 nm,定量发射波长460 nm,定性发射波长435 nm。

表1 梯度洗脱程序

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	12	88
2	12	88
42	66	34
45	95	5
48	95	5
50	12	88

8.2 校准曲线的建立

移取适量的氨基甲酸酯类农药标准使用液(5.18)至5 ml容量瓶,用甲醇(5.4)稀释至标线,配制不少于5个浓度点的标准系列,标准系列浓度分别为0.05 μg/ml、0.50 μg/ml、1.00 μg/ml、2.50 μg/ml、5.00 μg/ml(此为参考浓度)。由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样,按照仪器参考条件(8.1)进行分析,以标准系列溶液中各氨基甲酸酯类农药的浓度为横坐标,以其对应的峰面积(或峰高)为纵坐标,建立校准曲线。

8.3 试样测定

按照与校准曲线的建立(8.2)相同的步骤进行试样(7.3)的测定。

8.4 空白试验

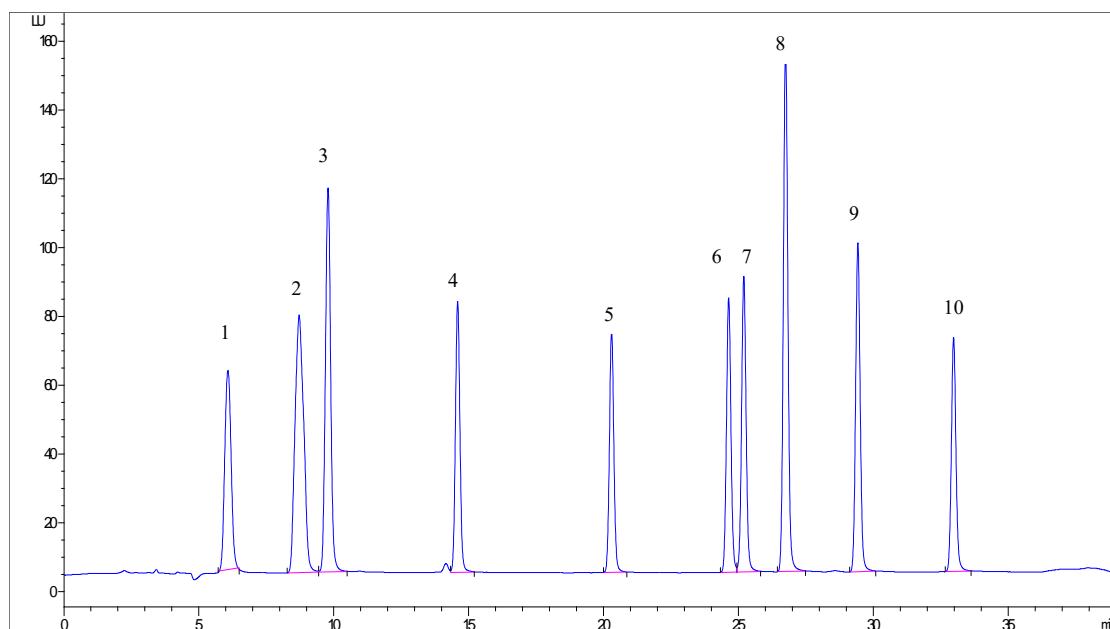
按照与试样测定（8.3）相同的步骤进行空白试样（7.4）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据试样中目标物和标准溶液中目标物的保留时间进行定性。必要时还可采用标准添加法、不同发射波长下荧光强度比辅助定性，或用质谱法确认。

在本标准规定的仪器参考条件（8.1）下，标准溶液色谱图见图 1。



1-涕灭威亚砜；2-涕灭威砜；3-灭多威；4-3-羟基克百威；5-涕灭威；
6-残杀威；7-克百威；8-甲萘威；9-异丙威；10-甲硫威。

图 1 氨基甲酸酯类农药参考色谱图 ($\rho=1.0 \text{ mg/L}$)

9.2 结果计算

固体废物样品中目标物的质量浓度按照公式（3）进行计算：

$$w = \frac{\rho_1 \times V_1}{m} \quad (3)$$

式中： w —固体废物样品中目标物的浓度， mg/kg ；

ρ_1 —固体废物试样中目标物的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V_1 —固体废物试样定容体积， ml ；

m —固体废物样品湿重， g ；

固体废物浸出液样品中目标物的质量浓度按照公式（4）进行计算：

$$\rho = \frac{\rho_2 \times V_2 \times 1000}{V_3} \quad (4)$$

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

ρ_2 —浸出液试样中目标物的浓度, $\mu\text{g/ml}$;

V_2 —浸出液试样定容体积, ml ;

V_3 —浸出液的体积, ml 。

9.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限保持一致, 最多保留 3 位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室分别对含氨基甲酸酯类农药加标浓度为 0.500 mg/kg 、0.200 mg/kg 和 0.005 mg/kg 的统一空白固体废物样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 1.4%~17%、1.5%~31% 和 2.2%~19%; 实验室间相对标准偏差分别为 5.5%~12%、5.7%~12% 和 10%~23%; 重复性限分别为 0.133 mg/kg ~0.156 mg/kg 、0.038 mg/kg ~0.101 mg/kg 和 0.001 mg/kg ~0.002 mg/kg ; 再现性限分别为 0.145 mg/kg ~0.209 mg/kg 、0.050 mg/kg ~0.119 mg/kg 和 0.002 mg/kg ~0.003 mg/kg 。

六家实验室分别对含氨基甲酸酯类农药加标浓度为 0.500 mg/kg 、0.200 mg/kg 和 0.005 mg/kg 的统一农药厂残渣样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 1.8%~21%、2.7%~17% 和 5.4%~22%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.9%~19%、2.2%~9.3% 和 7.9%~17%; 重复性限分别为 0.124 mg/kg ~0.175 mg/kg 、0.035 mg/kg ~0.048 mg/kg 和 0.001 mg/kg ~0.002 mg/kg ; 再现性限分别为 0.151 mg/kg ~0.288 mg/kg 、0.040 mg/kg ~0.063 mg/kg 和 0.002 mg/kg ~0.003 mg/kg 。

六家实验室分别对含氨基甲酸酯类农药的统一农药厂污泥样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差为 8.3%~30%; 实验室间相对标准偏差为 32%; 重复性限为 0.009 mg/kg ; 再现性限为 0.014 mg/kg 。

六家实验室分别对含氨基甲酸酯类农药加标浓度为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 和 0.500 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白固体废物浸出液样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 0.72%~25%、0.94%~24% 和 1.4%~19%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.3%~19%、6.9%~14% 和 5.5%~13%; 重复性限分别为 11.2 $\mu\text{g/L}$ ~18.4 $\mu\text{g/L}$ 、4.3 $\mu\text{g/L}$ ~8.7 $\mu\text{g/L}$ 和 0.2 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 14.3 $\mu\text{g/L}$ ~24.6 $\mu\text{g/L}$ 、6.4 $\mu\text{g/L}$ ~11.1 $\mu\text{g/L}$ 和 0.2 $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室分别对含氨基甲酸酯类农药加标浓度为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 和 0.500 $\mu\text{g/L}$ 的统一农药厂残渣浸出液样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 2.6%~21%、1.3%~19% 和 1.6%~22%; 实验室间相对标准偏差分别为 4.7%~11%、8.3%~12% 和 7.9%~21%; 重复性限分别为 14.2 $\mu\text{g/L}$ ~18.0 $\mu\text{g/L}$ 、3.5 $\mu\text{g/L}$ ~7.9 $\mu\text{g/L}$ 和 0.2 $\mu\text{g/L}$; 再现性

限分别为 $15.6 \mu\text{g/L} \sim 22.2 \mu\text{g/L}$ 、 $5.0 \mu\text{g/L} \sim 9.0 \mu\text{g/L}$ 和 $0.2 \sim 0.4 \mu\text{g/L}$ 。

精密度结果参见附录 B。

10.2 准确度

六家实验室分别对加标浓度为 0.500 mg/kg 、 0.200 mg/kg 和 0.005 mg/kg 的空白固体废物样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 $74.4\% \sim 124\%$ 、 $77.7\% \sim 112\%$ 和 $55.7\% \sim 126\%$ ；加标回收率最终值分别为 $(88.1 \pm 13)\% \sim (103 \pm 22)\%$ 、 $(94.2 \pm 24)\% \sim (103 \pm 24)\%$ 和 $(89.2 \pm 32)\% \sim (103 \pm 30)\%$ 。

六家实验室分别对加标浓度为 0.500 mg/kg 、 0.200 mg/kg 和 0.005 mg/kg 的含氨基甲酸酯类农药浓度为未检出的统一农药厂残渣样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 $66.1\% \sim 123\%$ 、 $83.1\% \sim 111\%$ 和 $64.3\% \sim 125\%$ ；加标回收率最终值分别为 $(85.0 \pm 30)\% \sim (101 \pm 24)\%$ 、 $(88.6 \pm 4.0)\% \sim (96.4 \pm 17)\%$ 和 $(88.1 \pm 16)\% \sim (97.5 \pm 32)\%$ 。

六家实验室对加标浓度为 0.080 mg/kg 的含氨基甲酸酯类农药浓度有检出的统一农药厂污泥样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围为 $38.3\% \sim 138\%$ ；加标回收率最终值为 $(64.7 \pm 30)\% \sim (83.4 \pm 44)\%$ 。

六家实验室分别对加标浓度为 $50.0 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 和 $0.500 \mu\text{g/L}$ 的空白固体废物浸出液样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 $59.1\% \sim 118\%$ 、 $77.7\% \sim 112\%$ 和 $55.7\% \sim 126\%$ ；加标回收率最终值分别为 $(84.5 \pm 32)\% \sim (99.5 \pm 17)\%$ 、 $(94.2 \pm 24)\% \sim (103 \pm 24)\%$ 和 $(89.2 \pm 32)\% \sim (103 \pm 30)\%$ 。

六家实验室分别对加标浓度为 $50.0 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 和 $0.500 \mu\text{g/L}$ 的含氨基甲酸酯类农药浓度为未检出的统一农药厂残渣样品浸出液进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 $81.0\% \sim 123\%$ 、 $70.2\% \sim 117\%$ 和 $64.3\% \sim 125\%$ ；加标回收率最终值分别为 $(95.1 \pm 18)\% \sim (104 \pm 20)\%$ 、 $(82.2 \pm 12)\% \sim (106 \pm 19)\%$ 和 $(96.2 \pm 20)\% \sim (103 \pm 22)\%$ 。

准确度结果参见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个实验室空白或全程序空白，空白测试结果应低于方法检出限。

11.2 校准

校准曲线的相关系数 $r \geq 0.995$ 。

选择校准曲线的中间浓度点进行连续校准，每分析 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）进行 1 次连续校准，测定结果相对误差应在 $\pm 20\%$ 之内，否则需重新建立校准曲线。

11.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个平行样，平行样相对偏差 $\leq 40\%$ 。

11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个基体加标样，加标回收率应在 30%~150%之间。

12 废物处理

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

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

当固体废物取样量为 10 g, 固体废物浸出液取样体积为 100 ml, 定容体积为 1.0 ml, 进样体积为 15 μ l 时, 固体废物中 10 种氨基甲酸酯类农药的方法检出限和测定下限见表 A.1。固体废物浸出液中 10 种氨基甲酸酯类农药的方法检出限和测定下限见表 A.2。

表 A.1 固体废物方法检出限和测定下限

序号	化合物	英文名称	CAS No.	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	涕灭威亚砜	Aldicarb Sulfoxide	1646-87-3	0.001	0.004
2	涕灭威砜	Aldicarb Sulfone	1646-88-4	0.001	0.004
3	灭多威	Methomyl	16752-77-5	0.001	0.004
4	3-羟基克百威	3-Hydroxycarbofuran	16655-82-6	0.001	0.004
5	涕灭威	Aldicarb	116-06-3	0.001	0.004
6	残杀威	Propoxur	114-26-1	0.001	0.004
7	克百威	Carbofuran	1563-66-2	0.001	0.004
8	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	0.001	0.004
9	异丙威	Isoprocarb	2631-40-5	0.001	0.004
10	甲硫威	Mercaptodimethur	2032-65-7	0.001	0.004

表 A.2 固体废物浸出液方法检出限和测定下限

序号	化合物	英文名称	CAS No.	检出限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	测定下限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
1	涕灭威亚砜	Aldicarb Sulfoxide	1646-87-3	0.1	0.4
2	涕灭威砜	Aldicarb Sulfone	1646-88-4	0.1	0.4
3	灭多威	Methomyl	16752-77-5	0.1	0.4
4	3-羟基克百威	3-Hydroxycarbofuran	16655-82-6	0.1	0.4
5	涕灭威	Aldicarb	116-06-3	0.1	0.4
6	残杀威	Propoxur	114-26-1	0.1	0.4
7	克百威	Carbofuran	1563-66-2	0.1	0.4
8	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	0.1	0.4
9	异丙威	Isoprocarb	2631-40-5	0.1	0.4
10	甲硫威	Mercaptodimethyl	2032-65-7	0.1	0.4

附录 B
(资料性附录)
方法精密度和准确度

采用加压流体萃取、固相萃取净化，测定空白、农药厂残渣及污泥加标样品的精密度和准确度。表 B.1 给出固体废物方法精密度指标，表 B.2 给出固体废物浸出液方法精密度指标。

表 B.3 给出固体废物方法准确度指标，表 B.4 给出固体废物浸出液方法准确度指标。

表 B.1 固体废物方法的精密度

样品类型	序号	化合物	平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重现性限r (mg/kg)	再现性限R (mg/kg)
空白	加标浓度：0.500 mg/kg						
	1	涕灭威亚砜	0.503	1.9~13	12	0.134	0.209
	2	涕灭威砜	0.516	1.4~17	10	0.153	0.203
	3	灭多威	0.496	1.8~16	7.9	0.151	0.176
	4	3-羟基克百威	0.469	2.2~13	8.1	0.133	0.161
	5	涕灭威	0.441	2.7~17	7.1	0.150	0.163
	6	残杀威	0.464	2.7~14	5.5	0.140	0.146
	7	克百威	0.501	2.7~13	8.6	0.147	0.181
	8	甲萘威	0.507	1.9~13	11	0.153	0.207
	9	异丙威	0.443	2.8~17	9.4	0.156	0.184
	10	甲硫威	0.478	1.4~13	5.9	0.134	0.145
加标浓度：0.200 mg/kg							
	1	涕灭威亚砜	0.194	2.2~11	12	0.038	0.072
	2	涕灭威砜	0.206	1.5~14	12	0.051	0.084
	3	灭多威	0.200	2.6~12	5.8	0.042	0.050
	4	3-羟基克百威	0.191	4.3~12	10	0.049	0.070
	5	涕灭威	0.190	6.4~11	6.3	0.049	0.056
	6	残杀威	0.193	4.7~12	6.1	0.049	0.056
	7	克百威	0.200	5.5~10	8.1	0.043	0.060
	8	甲萘威	0.192	6.2~31	14	0.101	0.119
	9	异丙威	0.195	5.0~15	5.7	0.054	0.058
	10	甲硫威	0.188	4.9~23	12	0.068	0.090

续表

样品类型	序号	化合物	平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重现性限r (mg/kg)	再现性限R (mg/kg)
空白	加标浓度: 0.005 mg/kg						
	1	涕灭威亚砜	0.005	2.2~19	15	0.002	0.003
	2	涕灭威砜	0.005	3.7~13	15	0.001	0.002
	3	灭多威	0.005	4.3~14	12	0.001	0.002
	4	3-羟基克百威	0.005	4.0~14	10	0.001	0.002
	5	涕灭威	0.005	5.4~17	14	0.001	0.002
	6	残杀威	0.005	5.7~11	15	0.001	0.002
	7	克百威	0.005	5.3~15	17	0.001	0.003
	8	甲萘威	0.004	4.7~18	18	0.001	0.003
	9	异丙威	0.005	8.0~14	16	0.001	0.002
	10	甲硫威	0.005	3.6~16	23	0.001	0.003
残渣	加标浓度: 0.500 mg/kg						
	1	涕灭威亚砜	0.506	3.8~13	6.9	0.128	0.153
	2	涕灭威砜	0.486	5.4~16	9.8	0.142	0.186
	3	灭多威	0.503	6.4~18	12	0.165	0.227
	4	3-羟基克百威	0.458	4.3~17	19	0.164	0.288
	5	涕灭威	0.457	5.0~19	9.2	0.162	0.189
	6	残杀威	0.458	4.4~12	8.6	0.127	0.160
	7	克百威	0.472	6.3~12	7.6	0.124	0.151
	8	甲萘威	0.425	1.8~19	18	0.175	0.263
	9	异丙威	0.456	4.2~14	13	0.134	0.202
	10	甲硫威	0.427	2.6~21	18	0.138	0.252
	加标浓度: 0.200 mg/kg						
	1	涕灭威亚砜	0.193	2.9~12	8.6	0.047	0.063
	2	涕灭威砜	0.184	2.7~9.8	9.3	0.041	0.061
	3	灭多威	0.189	3.6~10	7.8	0.042	0.056
	4	3-羟基克百威	0.179	3.5~14	2.2	0.042	0.043
	5	涕灭威	0.180	3.3~13	3.9	0.039	0.041
	6	残杀威	0.182	3.4~10	4.4	0.036	0.040
	7	克百威	0.184	4.1~8.7	8.1	0.043	0.060
	8	甲萘威	0.179	3.6~11	5.9	0.040	0.047
	9	异丙威	0.182	3.2~17	5.1	0.048	0.051
	10	甲硫威	0.178	3.2~9.0	5.3	0.035	0.041

续表

样品类型	序号	化合物	平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重现性限r (mg/kg)	再现性限R (mg/kg)
残渣	加标浓度: 0.005 mg/kg						
	1	涕灭威亚砜	0.005	8.0~18	17	0.002	0.003
	2	涕灭威砜	0.004	6.4~22	9.0	0.002	0.002
	3	灭多威	0.005	8.4~16	10	0.002	0.002
	4	3-羟基克百威	0.005	8.1~17	16	0.002	0.003
	5	涕灭威	0.005	7.8~17	16	0.002	0.003
	6	残杀威	0.004	8.5~19	12	0.002	0.002
	7	克百威	0.005	8.3~18	7.9	0.002	0.002
	8	甲萘威	0.004	6.7~16	9.2	0.002	0.002
	9	异丙威	0.005	5.4~15	8.9	0.001	0.002
污泥	1	涕灭威亚砜	ND	/	/	/	/
	2	涕灭威砜	ND	/	/	/	/
	3	灭多威	0.013	8.3~30	32	0.009	0.014
	4	3-羟基克百威	ND	/	/	/	/
	5	涕灭威	ND	/	/	/	/
	6	残杀威	ND	/	/	/	/
	7	克百威	ND	/	/	/	/
	8	甲萘威	ND	/	/	/	/
	9	异丙威	ND	/	/	/	/
	10	甲硫威	ND	/	/	/	/

表 B. 2 固体废物浸出液方法的精密度

样品类型	序号	化合物	平均值 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重现性限r ($\mu\text{g}/\text{L}$)	再现性限R ($\mu\text{g}/\text{L}$)
加标浓度: 50.0 $\mu\text{g}/\text{L}$							
	1	涕灭威亚砜	47.5	0.78~20	6.1	12.8	14.3
	2	涕灭威砜	48.1	2.6~23	8.5	13.1	16.5
	3	灭多威	49.8	2.9~24	8.5	18.4	20.6
	4	3-羟基克百威	43.0	1.2~21	15	11.2	20.8
	5	涕灭威	43.4	2.7~25	4.3	15.9	16.7
	6	残杀威	45.1	2.7~24	7.7	14.9	16.7
	7	克百威	47.6	2.7~23	13	14.7	22.0
	8	甲萘威	45.7	0.72~17	16	11.9	23.4
	9	异丙威	43.1	2.8~25	8.7	17.2	18.8
	10	甲硫威	42.2	2.0~19	19	11.8	24.6
加标浓度: 20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$							
空白 浸出 液	1	涕灭威亚砜	19.4	0.94~13	10	4.3	6.9
	2	涕灭威砜	21.4	6.8~13	12	5.6	8.7
	3	灭多威	20.0	2.8~20	11	5.9	8.0
	4	3-羟基克百威	19.7	7.6~14	6.9	5.6	6.4
	5	涕灭威	19.2	7.8~16	10	5.7	7.6
	6	残杀威	20.1	8.0~13	13	5.9	9.2
	7	克百威	20.3	7.9~12	8.7	5.6	7.1
	8	甲萘威	19.6	7.8~26	14	8.7	11.1
	9	异丙威	19.4	7.9~14	7.0	5.9	6.6
	10	甲硫威	19.5	5.1~24	12	7.2	9.4
加标浓度: 0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$							
	1	涕灭威亚砜	0.5	2.3~12	5.5	0.2	0.2
	2	涕灭威砜	0.5	3.5~17	7.1	0.2	0.2
	3	灭多威	0.5	2.1~15	9.9	0.2	0.2
	4	3-羟基克百威	0.5	1.8~13	7.4	0.2	0.2
	5	涕灭威	0.5	2.3~12	5.9	0.2	0.2
	6	残杀威	0.5	3.5~14	8.0	0.2	0.2
	7	克百威	0.5	1.4~17	8.9	0.2	0.2
	8	甲萘威	0.4	1.6~16	13	0.2	0.2
	9	异丙威	0.4	3.0~16	10	0.2	0.2
	10	甲硫威	0.4	3.7~19	11	0.2	0.2

续表

样品类型	序号	化合物	平均值 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重现性限r ($\mu\text{g}/\text{L}$)	再现性限R ($\mu\text{g}/\text{L}$)
加标浓度: 50.0 $\mu\text{g}/\text{L}$							
	1	涕灭威亚砜	52.2	2.6~14	9.1	15.6	19.5
	2	涕灭威砜	51.5	6.4~16	10	17.5	21.7
	3	灭多威	51.8	5.7~18	9.5	18.0	21.4
	4	3-羟基克百威	49.6	6.0~17	11	16.9	22.2
	5	涕灭威	48.3	5.9~19	4.7	16.9	18.0
	6	残杀威	47.9	4.6~13	6.9	14.2	15.9
	7	克百威	48.8	5.1~13	7.7	14.3	16.8
	8	甲萘威	47.5	6.6~21	9.3	17.0	19.8
	9	异丙威	49.3	2.8~14	6.1	14.4	15.6
	10	甲硫威	48.7	7.9~13	6.9	15.0	16.6
加标浓度: 20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$							
残渣 浸出 液	1	涕灭威亚砜	19.9	2.6~15	10	5.3	7.6
	2	涕灭威砜	19.9	5.6~16	11	5.1	7.7
	3	灭多威	21.1	1.4~8.4	8.9	4.2	6.5
	4	3-羟基克百威	16.6	4.3~11	8.3	3.5	5.0
	5	涕灭威	19.2	4.2~10	11	4.3	7.2
	6	残杀威	19.6	2.1~9.2	11	4.1	6.9
	7	克百威	19.9	2.4~8.8	11	3.8	7.3
	8	甲萘威	18.7	6.7~19	10	7.9	9.0
	9	异丙威	19.8	1.3~10	12	3.7	7.5
	10	甲硫威	19.3	4.3~12	12	4.2	7.5
加标浓度: 0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$							
	1	涕灭威亚砜	0.5	1.6~17	7.9	0.2	0.2
	2	涕灭威砜	0.5	5.7~22	11	0.2	0.2
	3	灭多威	0.5	3.9~14	10	0.2	0.3
	4	3-羟基克百威	0.5	2.1~17	21	0.2	0.4
	5	涕灭威	0.5	3.5~16	11	0.2	0.3
	6	残杀威	0.5	6.1~17	8.5	0.2	0.2
	7	克百威	0.5	2.9~19	9.0	0.2	0.2
	8	甲萘威	0.5	2.4~13	11	0.2	0.2
	9	异丙威	0.5	4.8~16	11	0.2	0.2
	10	甲硫威	0.5	2.4~17	10	0.2	0.2

表 B.3 固体废物方法的准确度

样品类型	序号	化合物	样品浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 P (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
加标浓度: 0.500 mg/kg							
	1	涕灭威亚砜	ND	91.2~124	101	12	101±24
	2	涕灭威砜	ND	96.1~124	103	11	103±22
	3	灭多威	ND	95.9~111	99.1	7.8	99.1±16
	4	3-羟基克百威	ND	89.7~103	95.3	5.3	95.3±11
	5	涕灭威	ND	80.3~96.3	88.1	6.3	88.1±13
	6	残杀威	ND	86.7~101	92.9	5.1	92.9±10
	7	克百威	ND	92.7~116	100	8.6	100±17
	8	甲萘威	ND	87.5~118	101	11	101±22
	9	异丙威	ND	74.4~96.5	88.6	8.3	88.6±17
	10	甲硫威	ND	89.6~103	95.5	5.6	95.5±11
加标浓度: 0.200 mg/kg							
空白	1	涕灭威亚砜	ND	81.3~110	97.1	11	97.1±22
	2	涕灭威砜	ND	86.7~111	103	12	103±24
	3	灭多威	ND	90.8~108	99.8	5.8	99.8±12
	4	3-羟基克百威	ND	81.3~109	94.5	11	94.5±22
	5	涕灭威	ND	86.0~101	94.8	6.0	94.8±12
	6	残杀威	ND	88.9~107	96.4	5.9	96.4±12
	7	克百威	ND	88.9~110	100	8.1	100±16
	8	甲萘威	ND	80.3~112	95.8	13	95.8±26
	9	异丙威	ND	89.9~107	97.6	5.6	97.6±11
	10	甲硫威	ND	77.7~111	94.2	12	94.2±24
加标浓度: 0.005 mg/kg							
	1	涕灭威亚砜	ND	86.6~124	103	15	103±30
	2	涕灭威砜	ND	85.6~126	101	15	101±30
	3	灭多威	ND	84.1~116	101	12	101±24
	4	3-羟基克百威	ND	78.8~106	92.7	9.4	92.7±19
	5	涕灭威	ND	82.3~120	96.0	14	96.0±28
	6	残杀威	ND	77.7~114	95.0	14	95.0±28
	7	克百威	ND	78.5~123	98.8	17	98.8±34
	8	甲萘威	ND	69.7~110	89.2	16	89.2±32
	9	异丙威	ND	73.7~111	90.0	14	90.0±28
	10	甲硫威	ND	55.7~107	90.4	21	90.4±42

续表

样品类型	序号	化合物	样品浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 P (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
加标浓度: 0.500 mg/kg							
残渣	1	涕灭威亚砜	ND	90.4~110	101	7.0	101±14
	2	涕灭威砜	ND	82.0~108	97.2	9.5	97.2±19
	3	灭多威	ND	90.6~123	101	12	101±24
	4	3-羟基克百威	ND	72.6~110	89.7	15	89.7±30
	5	涕灭威	ND	80.4~102	91.3	8.4	91.3±17
	6	残杀威	ND	79.3~102	91.6	7.9	91.6±16
	7	克百威	ND	82.8~102	94.4	7.1	94.4±14
	8	甲萘威	ND	66.1~103	85.0	15	85.0±30
	9	异丙威	ND	76.4~101	91.1	11	91.1±22
	10	甲硫威	ND	67.5~105	85.4	16	85.4±32
加标浓度: 0.200 mg/kg							
	1	涕灭威亚砜	ND	86.6~111	96.4	8.3	96.4±17
	2	涕灭威砜	ND	85.8~106	91.8	8.6	91.8±17
	3	灭多威	ND	89.3~107	94.7	7.4	94.7±15
	4	3-羟基克百威	ND	86.6~92.0	88.6	2.0	88.6±4.0
	5	涕灭威	ND	86.6~96.4	90.1	3.5	90.1±7.0
	6	残杀威	ND	87.8~98.7	91.2	4.0	91.2±8.0
	7	克百威	ND	88.4~101	92.1	4.5	92.1±9.0
	8	甲萘威	ND	83.5~98.2	89.3	5.3	89.3±11
	9	异丙威	ND	88.1~100	90.8	4.6	90.8±9.2
	10	甲硫威	ND	83.1~95.6	89.1	4.7	89.1±9.4
加标浓度: 0.005 mg/kg							
	1	涕灭威亚砜	ND	75.3~123	92.7	16	92.7±32
	2	涕灭威砜	ND	81.2~101	88.9	8.0	88.9±16
	3	灭多威	ND	88.7~113	96.0	9.6	96.0±19
	4	3-羟基克百威	ND	80.7~121	97.5	16	97.5±32
	5	涕灭威	ND	78.5~117	93.0	15	93.0±30
	6	残杀威	ND	74.3~104	89.2	10	89.2±20
	7	克百威	ND	85.3~103	95.9	7.5	95.9±15
	8	甲萘威	ND	79.0~102	88.1	8.1	88.1±16
	9	异丙威	ND	86.7~109	95.2	8.5	95.2±17
	10	甲硫威	ND	81.6~107	93.0	9.5	93.0±19

续表

样品类型	序号	化合物	样品浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 P (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
污泥	加标浓度: 0.080 mg/kg						
	1	涕灭威亚砜	ND	45.9~107	68.7	15	68.7±30
	2	涕灭威砜	ND	39.7~115	75.5	16	75.5±32
	3	灭多威	0.013	38.3~101	64.7	15	64.7±30
	4	3-羟基克百威	ND	49.7~129	80.7	13	80.7±26
	5	涕灭威	ND	46.9~108	75.8	9.1	75.8±18
	6	残杀威	ND	49.4~117	76.9	10	76.9±20
	7	克百威	ND	43.1~104	74.6	10	74.6±20
	8	甲萘威	ND	38.6~135	83.4	22	83.4±44
	9	异丙威	ND	45.4~138	78.6	20	78.6±40
	10	甲硫威	ND	56.7~127	81.3	15	81.3±30

表 B. 4 固体废物浸出液方法的准确度

样品类型	序号	化合物	样品浓度(μg/L)	加标回收率范围 P (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
加标浓度: 50.0 μg/L							
1	涕灭威亚砜	ND	84.8~101	95.1	5.8	95.1±12	
2	涕灭威砜	ND	85.2~104	96.2	8.1	96.2±16	
3	灭多威	ND	90.7~112	99.5	8.5	99.5±17	
4	3-羟基克百威	ND	63.3~100	88.1	14	88.1±28	
5	涕灭威	ND	81.8~91.4	86.7	3.7	86.7±7.4	
6	残杀威	ND	80.5~101	90.2	6.9	90.2±14	
7	克百威	ND	83.5~118	95.3	12	95.3±24	
8	甲萘威	ND	69.1~114	91.3	15	91.3±30	
9	异丙威	ND	77.1~94.0	86.1	7.5	86.1±15	
10	甲硫威	ND	59.1~99.4	84.5	16	84.5±32	
加标浓度: 20.0 μg/L							
1	涕灭威亚砜	ND	81.3~110	97.1	11	97.1±22	
2	涕灭威砜	ND	86.7~111	103	12	103±24	
3	灭多威	ND	90.8~108	99.8	5.8	99.8±12	
4	3-羟基克百威	ND	81.3~109	94.5	11	94.5±22	
5	涕灭威	ND	86.0~101	94.8	6.0	94.8±12	
6	残杀威	ND	88.9~107	96.4	5.9	96.4±12	
7	克百威	ND	88.9~110	100	8.1	100±16	
8	甲萘威	ND	80.3~112	95.8	13	95.8±26	
9	异丙威	ND	89.9~107	97.6	5.6	97.6±11	
10	甲硫威	ND	77.7~111	94.2	12	94.2±24	
加标浓度: 0.5 μg/L							
1	涕灭威亚砜	ND	86.6~124	103	15	103±30	
2	涕灭威砜	ND	85.6~126	101	15	101±30	
3	灭多威	ND	84.1~116	101	12	101±24	
4	3-羟基克百威	ND	78.8~106	92.7	9.4	92.7±19	
5	涕灭威	ND	82.3~120	96.0	14	96.0±28	
6	残杀威	ND	77.7~114	95.0	14	95.0±28	
7	克百威	ND	78.5~123	98.8	17	98.8±34	
8	甲萘威	ND	69.7~110	89.2	16	89.2±32	
9	异丙威	ND	73.7~111	90.0	14	90.0±28	
10	甲硫威	ND	55.7~107	90.4	21	90.4±42	

续表

样品类型	序号	化合物	样品浓度(μg/L)	加标回收率范围 P (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
加标浓度: 50.0 μg/L							
	1	涕灭威亚砜	ND	93.5~122	104	9.5	104±19
	2	涕灭威砜	ND	89.8~121	103	11	103±22
	3	灭多威	ND	96.2~123	104	9.8	104±20
	4	3-羟基克百威	ND	81.0~104	97.2	8.6	97.2±17
	5	涕灭威	ND	92.4~102	96.6	4.5	96.6±9.0
	6	残杀威	ND	83.2~103	95.8	6.6	95.8±13
	7	克百威	ND	83.0~103	97.6	7.5	97.6±15
	8	甲萘威	ND	83.2~104	95.1	8.8	95.1±18
	9	异丙威	ND	92.3~107	98.5	6.0	98.5±12
	10	甲硫威	ND	88.2~104	97.4	6.7	97.4±13
加标浓度: 20.0 μg/L							
	1	涕灭威亚砜	ND	86.6~113	99.3	10	99.3±20
	2	涕灭威砜	ND	86.4~112	99.4	11	99.4±22
	3	灭多威	ND	95.7~117	106	9.4	106±19
残渣 浸出 液	4	3-羟基克百威	ND	70.2~86.6	82.2	6.0	82.2±12
	5	涕灭威	ND	83.7~109	96.2	11	96.2±22
	6	残杀威	ND	87.3~110	98.2	10	98.2±20
	7	克百威	ND	86.2~113	99.3	11	99.3±22
	8	甲萘威	ND	80.8~105	93.7	9.6	93.7±19
	9	异丙威	ND	85.4~114	99.2	12	99.2±24
	10	甲硫威	ND	79.3~109	96.3	11	96.3±22
加标浓度: 0.5 μg/L							
	1	涕灭威亚砜	ND	88.2~108	97.0	7.7	97.0±15
	2	涕灭威砜	ND	86.7~110	97.1	11	97.1±22
	3	灭多威	ND	86.8~116	103	11	103±22
	4	3-羟基克百威	ND	64.3~125	96.3	20	96.3±40
	5	涕灭威	ND	87.7~118	102	11	102±22
	6	残杀威	ND	92.9~114	101	8.6	101±17
	7	克百威	ND	92.0~115	101	9.2	101±18
	8	甲萘威	ND	78.3~107	96.2	10	96.2±20
	9	异丙威	ND	89.3~115	100	11	100±22
	10	甲硫威	ND	86.4~110	97.4	10	97.4±20