

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 963-2018

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

Solid waste—Determination of 47 organophosphorous and pyrethroid
pesticides—Gas chromatography mass spectrometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2018-07-29 发布

2019-01-01 实施

生态 环境 部发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	5
8 结果计算与表示.....	8
9 精密度和准确度.....	10
10 质量保证和质量控制.....	10
11 废物处理.....	11
附录 A (规范性附录) 方法检出限和测定下限.....	12
附录 B (资料性附录) 目标化合物的特征离子.....	16
附录 C (资料性附录) 方法精密度和准确度.....	18

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》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物及其浸出液中有机磷类、拟除虫菊酯类等47种农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中有机磷类、拟除虫菊酯类等47种农药的气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B~附录C为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心。

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

本标准生态环境部2018年7月29日批准。

本标准自2019年1月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

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

警告：实验中使用的有机溶剂和标准物质为有毒有害物质，标准溶液配制及样品前处理过程应在通风橱中进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免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有机磷类、拟除虫菊酯类等 47 种农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中有机磷类、拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定。其他有机磷类和拟除虫菊酯类农药经验证也可用本方法测定。

在选择离子（SIM）条件下，当固体废物取样量为 10.0 g，定容体积为 1.0 ml 时，目标物的方法检出限为 0.2~0.9 mg/kg，测定下限为 0.8~3.6 mg/kg。当固体废物浸出液取样体积为 500 ml，定容体积为 1.0 ml 时，目标物的方法检出限为 0.006~0.02 mg/L，测定下限为 0.024~0.08 mg/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

固体废物及其浸出液中的有机磷类和拟除虫菊酯类农药，经提取、净化、浓缩、定容后，用气相色谱分离、质谱检测。根据质谱图、保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性，内标法定量。

4 试剂和材料

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

4.1 丙酮 (C_3H_6O)：农残级。

4.2 正己烷 (C_6H_{14}) : 农残级。

4.3 二氯甲烷 (CH_2Cl_2) : 农残级。

4.4 乙腈 (C_2H_3N) : 农残级。

4.5 正己烷-丙酮混合液: 1+1。

4.6 乙腈-甲苯混合液: 3+1。

4.7 标准贮备液: 拟除虫菊酯类、有机磷类及杂环类农药, $\rho=500\text{ mg/L}$ 。

可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。按标准溶液证书要求保存。

4.8 内标贮备液: $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

选择四氯间二甲苯 (TCMX) 作为内标溶液, 可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。在满足方法要求且不干扰目标化合物测定的前提下, 也可使用苊-d₁₀、菲-d₁₀、蒽-d₁₂ 和芘-d₁₂ 等其他内标。

4.9 质谱调谐溶液: 十氟三苯基膦 (DFTPP), $\rho=5\text{ mg/L}$ 。

可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制, 用二氯甲烷 (4.3) 稀释。

4.10 无水硫酸钠 (Na_2SO_4): 优级纯。

在马弗炉中 450℃烘烤 4 h, 冷却后, 于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.11 硅藻土: 0.6~0.9 mm (30~20 目)。

在马弗炉中 450℃烘烤 4 h, 冷却后, 于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.12 石英砂: 150~830 μm (200~100 目)。

在马弗炉中 450℃烘烤 4 h, 冷却后, 于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.13 石墨化炭黑填料小柱: 500 mg/6 ml。

4.14 氨丙基键合硅胶填料小柱: 500 mg/3 ml。

4.15 高纯氮气: 纯度≥99.999 %。

4.16 高纯氦气: 纯度≥99.999 %。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪: 气相色谱部分具有分流/不分流进样口, 可程序升温。质谱部分具有电子轰击电离 (EI) 源。

5.2 色谱柱: 石英毛细管柱, 30 m×0.32 mm×0.25 μm , 固定相为 14% 氯丙基苯基-86% 二甲基聚硅氧烷, 或其他等效的色谱柱。

5.3 提取装置: 索氏提取器、加压流体萃取装置或其他性能相当的提取装置。

5.4 浓缩装置: 旋转蒸发仪、氮吹浓缩仪或其他性能相当的浓缩装置。

5.5 净化装置

5.5.1 凝胶色谱仪: 具紫外检测器, 净化柱填料为中性、多孔聚苯乙烯二乙烯基苯凝胶, 或同等规格的填料。

5.5.2 固相萃取设备: 手动或自动。

5.6 棕色玻璃瓶: 500 ml、1000 ml。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。样品采集后于洁净的棕色磨口玻璃瓶中保存。运输过程中应冷藏、避光、密封。如不能及时分析，应在 4℃ 下冷藏、避光、密封保存，保存时间不超过 7 d。

6.2 样品制备

6.2.1 固态和半固态固体废物

称取约 10 g（精确到 0.01 g）样品，加入适量的无水硫酸钠（4.10），使样品干燥，拌匀呈流沙状，备用。如使用加压流体萃取，则用硅藻土（4.11）脱水。

6.2.2 水性液态固体废物

称取约 10 g（精确到 0.01 g）样品，加入 90 ml 水，混匀后全部转入分液漏斗中。

6.2.3 油状液态固体废物

称取约 10 g（精确到 0.01 g）样品，加入 30 ml 二氯甲烷（4.3），混匀后全部转入分液漏斗中，加入 100 ml 水。

6.2.4 固体废物浸出液

根据 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的相关要求进行固体废物浸出液的制备。浸出液在 4℃ 下冷藏、避光、密封保存，分析浸出液中有机磷类农药需在 2 d 内完成萃取，分析浸出液中拟除虫菊酯类及杂环类农药需在 7 d 内完成萃取。

6.3 试样的制备

6.3.1 固态和半固态废物试样的制备

6.3.1.1 萃取

选择索氏提取或加压流体萃取进行目标物的提取。

a) 索氏提取

将脱水后的样品（6.2.1）全部转移至自动索氏提取器的提取杯中，用 200~300 ml 的正己烷-丙酮混合液（4.5）提取 8 h 以上，回流速度控制在 4~6 次/h，待冷却后，将提取液浓缩定容至 5 ml，待净化分析。

b) 加压流体萃取

将脱水后的样品（6.2.1）全部转移至萃取池中，采用加压流体萃取装置提取，待提取液冷却后，将提取液浓缩定容至 5 ml，待净化分析。推荐的萃取条件：压力 1500 psi，温度 120℃，提取溶剂正己烷-丙酮混合液（4.5），100% 充满萃取池模式，高温高压静置 5 min，循环三次。或按照 HJ 782 进行萃取条件的设置和优化。

样品提取液在 4℃下冷藏、避光、密封保存，30 d 内完成分析。

注 1：在满足本方法质量控制要求的情况下，亦可使用其他等效提取方式。

注 2：要根据净化时的溶剂进行溶剂转化。

6.3.1.2 提取液的净化

根据实际情况，选择以下一种净化方式进行净化。

a) 凝胶渗透色谱净化

按仪器使用条件进行仪器校正。净化处理前应确保提取液无悬浊物。将提取液溶剂转化为二氯甲烷（4.3）相，将 5.0 ml 的提取液装载于凝胶渗透色谱上，按照设定程序用二氯甲烷（4.3）进行淋洗，也可以用其他适合的溶剂进行淋洗，注意溶剂的转化。

收集的淋洗液用浓缩装置（5.4）浓缩到 1 ml 以下，加入内标，定容至 1.0 ml，待分析。

b) 固相萃取柱净化

将提取液继续浓缩至 1.0 ml 用于固相萃取柱净化。在石墨化炭黑填料小柱（4.13）中加入 1 g 无水硫酸钠（4.10），下面串接氨丙基键合硅胶填料小柱（4.14）。使用前用 4 ml 乙腈-甲苯混合液（4.6）预淋洗串联柱。转移样品至净化柱上，用 25 ml 乙腈-甲苯混合液（4.6）淋洗。收集的淋洗液浓缩至 1 ml 以下，加入内标，定容至 1.0 ml，待分析。

注：在满足本方法质量控制要求的情况下，亦可使用其他等效净化方法。

6.3.2 固体废物浸出液试样的制备

分取 500 ml 的浸出液于分液漏斗中，每次用 30 ml 的二氯甲烷（4.3）萃取，共萃取三次，萃取液经无水硫酸钠（4.10）脱水后收集于浓缩瓶中，浓缩定容至 1.0 ml，必要时可按 6.3.1.2 步骤进行净化。提取液在 4℃下冷藏、避光、密封保存，30 d 内完成分析。

6.3.3 水性液态固体废物试样的制备

按 6.3.2 步骤进行水性液态固体废物试样的制备。

6.3.4 油状液态固体废物试样的制备

按 6.3.2 步骤进行油状液态固体废物试样的制备。

6.4 空白试样的制备

6.4.1 固体废物空白试样

用石英砂代替样品，按照与固体废物试样的制备（6.3.1）相同的步骤进行固体废物空白试样的制备。

6.4.2 固体废物浸出液空白试样

用石英砂代替样品，按照与固体废物浸出液试样的制备（6.3.2）相同的步骤进行固体废物浸出液空白试样的制备。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

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

7.1.2 质谱参考条件

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

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

样品分析前，取1 μl质谱调谐溶液(4.9)直接进样，对气相色谱-质谱系统进行仪器性能检查，所得质量离子的丰度应满足表1的要求，否则需要重新校准。

表1 十氟三苯基膦(DFTPP)离子丰度评价表

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

7.2.2 标准系列的配制与测定

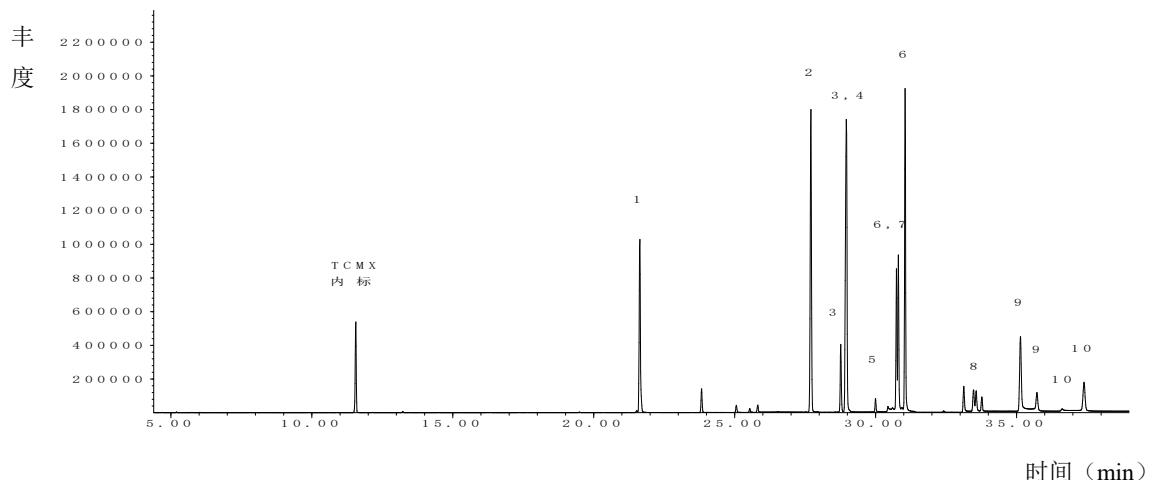
取6个2 ml进样瓶，分别加入976、970、960、940、880和780 μl正己烷(4.2)或二氯甲烷(4.3)，再分别加入4.0、10.0、20.0、40.0、100、200 μl标准贮备液A组或B组(4.7)，最后分别加入20.0 μl内标贮备液(4.8)混匀。配制成6个不同浓度的标准系列，见表2。也可以根据保留时间就近原则，使用其他合适的内标物质。

按照农药及相关化学品的保留时间以及农药的类别性质，将农药分成2组，其中A组包括10种拟除虫菊酯类农药，B组包括37种有机磷类和杂环类农药。具体化合物名称见附录B。

表 2 拟除虫菊酯类、有机磷类和杂环类农药标准系列溶液的配制

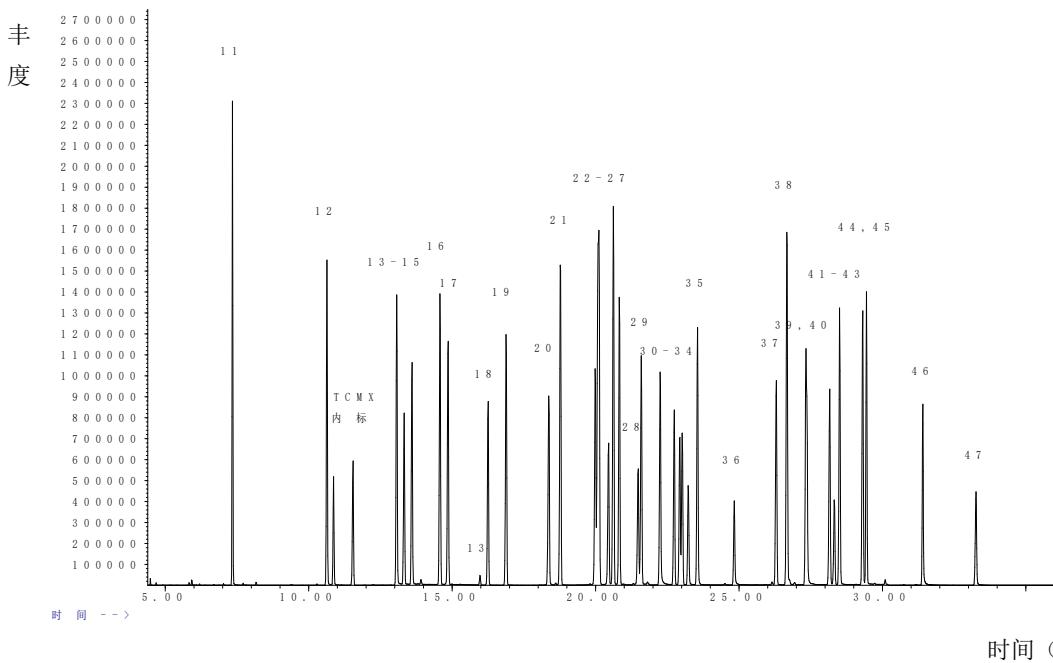
标准系列	CS-1	CS-2	CS-3	CS-4	CS-5	CS-6
拟除虫菊酯类农药标准贮备液体积 (μl) (A 组)	4.0	10.0	20.0	40.0	100	200
有机磷类和杂环类农药标准贮备液体积 (μl) (B 组)	4.0	10.0	20.0	40.0	100	200
内标使用液体积 (μl)	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
定容体积 (ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
内标 (TCMX) 浓度 (mg/L)	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
标准系列浓度 (mg/L)	2.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100

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



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

图 1 10 种拟除虫菊酯类农药总离子流图



出峰顺序：11-敌敌畏; 12-速灭磷; 13-内吸磷（O+S）; 14-虫线磷; 15-灭克磷; 16-甲拌磷; 17-治螟磷; 18-二嗪农; 19-乙拌磷; 20-乐果; 21-皮蝇磷; 22-毒死蜱; 23-甲基对硫磷; 24-毒壤磷; 25-安硫磷; 26-倍硫磷; 27-马拉硫磷; 28-粉锈宁; 29-对硫磷; 30-育畜磷; 31-甲拌磷砜; 32-灭蚜磷; 33-丙硫磷; 34-脱叶亚磷; 35-杀虫畏; 36-地胺磷; 37-三硫磷; 38-增效醚; 39-氟虫腈; 40-丰索磷; 41-倍硫磷砜; 42-硫丹硫酸酯; 43-溴螨酯; 44-溴苯磷; 45-苯硫磷; 46-吡唑硫磷; 47-蝇毒磷。

图 2 37 种有机磷类农药及杂环类农药总离子流图

7.2.3 平均相对响应因子计算

标准系列第 i 点目标物的相对响应因子 (RRF_i)，按照公式 (1) 计算。

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

式中： RRF_i —— 标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子；

A_i —— 标准系列中第 i 点目标物的峰面积；

A_{IS} —— 内标物的峰面积；

C_{IS} —— 内标物的浓度，mg/L；

C_i —— 标准系列中第 i 点目标物的浓度，mg/L。

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

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

式中： \overline{RRF} —— 目标物的平均相对响应因子；

RRF_i —— 标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子；

n —— 标准系列点数。

RRF 的标准偏差 (*SD*)，按照公式 (3) 计算。

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n - 1}} \quad (3)$$

RRF 的相对标准偏差 (*RSD*)，按照公式 (4) 计算。

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \times 100\% \quad (4)$$

标准系列目标物的相对响应因子的相对标准偏差 (*RSD*) 应≤20%。

7.2.4 标准曲线的建立

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

7.3 试样测定

按照与标准曲线建立相同的仪器参考条件进行试样 (6.3) 的测定。若试样中待测物质浓度超出标准曲线范围，应稀释后重新测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定 (7.3) 相同的步骤进行空白试样 (6.4) 的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

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

样品中目标化合物的保留时间与标准溶液中的保留时间的相对偏差应控制在±3%以内；样品中目标化合物的辅助定性离子与定量离子丰度比与标准溶液中辅助定性离子与定量离子丰度比相对偏差应在±30%以内。

8.2 定量分析

8.2.1 固体废物样品中目标物的结果计算

利用平均相对响应因子计算固体废物样品中目标物的浓度按照公式 (5) 计算；利用标准曲线计算固体废物样品中目标物的浓度按照公式 (6) 计算。

$$w_i = \frac{A_i}{A_{IS}} \times \frac{\rho_{IS}}{RRF_i} \times \frac{V_1}{m} \times f \quad (5)$$

式中：

w_i——样品中目标物的浓度，mg/kg；

A_i——试样中目标物定量离子的峰面积；

A_{IS} ——试样中内标物定量离子的峰面积;

ρ_x ——试样中内标物的浓度, mg/L;

RRF_i ——目标物平均相对响应因子;

V_1 ——试样定容体积, ml;

m ——取样量, g;

f ——稀释倍数。

$$w_i = \rho_x \times \frac{V_1}{m} \times f \quad (6)$$

式中:

w_i ——样品中目标物的浓度, mg/kg;

ρ_x ——由标准曲线所得试样中目标物的浓度, mg/L;

V_1 ——试样定容体积, ml;

m ——取样量, g;

f ——稀释倍数。

8.2.2 浸出液中目标物的结果计算

利用平均相对响应因子计算固体废物浸出液中目标物的浓度按照公式(7)计算; 利用标准曲线计算固体废物浸出液中目标物的浓度按照公式(8)计算。

$$\rho_i = \frac{A_i}{A_{IS}} \times \frac{\rho_{IS}}{RRF_i} \times \frac{V_1}{V} \times f \quad (7)$$

式中:

ρ_i ——样品中目标物的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$;

A_i ——试样中目标物定量离子的峰面积;

A_{IS} ——试样中内标物定量离子的峰面积;

ρ_{IS} ——试样中内标物的浓度, mg/L;

RRF_i ——目标物平均相对响应因子;

V_1 ——试样定容体积, ml;

V ——取样体积, L;

f ——稀释倍数。

$$\rho_i = \rho_x \times \frac{V_1}{V} \times f \quad (8)$$

式中:

ρ_i ——样品中目标物的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$;

ρ_x ——由标准曲线所得试样中目标物的浓度, mg/L;

V_1 ——试样定容体积, ml;

V ——取样体积, L;

f ——稀释倍数。

8.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对污泥固体废物样品中农药含量为 1.0 mg/kg 和 5.0 mg/kg 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.8%~32%，0.068%~13%；实验室间相对标准偏差分别为 4.4%~30%，3.9%~24%；重复性限分别为 0.1~0.6 mg/kg，0.3~0.8 mg/kg；再现性限分别为 0.2~0.9 mg/kg，0.6~3.0 mg/kg。一家实验室对污泥固体废物样品中农药含量为 10.0 mg/kg 的样品进行了 6 次测定，相对标准偏差范围为 3.6%~8.2%。

六家实验室分别对污泥固体废物浸出液样品中农药含量为 0.020 mg/L 和 0.100 mg/L 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~31%，0.76%~15%；实验室间相对标准偏差分别为 6.0%~34%，4.3%~27%；重复性限分别为 0.004~0.01 mg/L，0.001~0.02 mg/L；再现性限分别为 0.005~0.02 mg/L，0.02~0.06 mg/L。一家实验室对污泥固体废物浸出液样品中农药含量为 0.200 mg/L 的样品进行了 6 次测定，相对标准偏差范围为 3.9%~9.1%。

方法精密度数据参见表 C.1 和 C.2。

9.2 准确度

六家实验室对污泥固体废物基体加标样品进行了测定，样品加标量分别为 1.0 mg/kg 和 5.0 mg/kg，加标回收率范围分别为 52.0%~157%，43.9%~137%，加标回收率最终值分别为 $71.0\% \pm 36.2\%$ ~ $141\% \pm 39.8\%$ ， $71.9\% \pm 11.6\%$ ~ $103\% \pm 7.6\%$ 。一家实验室对污泥固体废物基体加标样品进行了 6 次重复测定，样品加标量为 10.0 mg/kg，加标回收率范围为 77.2%~132%。

六家实验室对污泥固体废物浸出液基体加标样品进行了测定，样品加标量分别为 0.020 mg/L 和 0.100 mg/L，加标回收率范围分别为 48.7%~154%，46.2%~114%，加标回收率最终值分别为 $78.6\% \pm 17.8\%$ ~ $119\% \pm 71.8\%$ ， $72.0\% \pm 6.0\%$ ~ $105\% \pm 10.0\%$ 。一家实验室对污泥固体废物浸出液基体加标样品进行了 6 次重复测定，样品加标量为 0.200 mg/L，加标回收率范围为 78.8%~131%。

方法准确度数据参见表 C.3 和 C.4。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

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

10.2 校准

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

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

10.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个平行样，平行样分析结果相对偏差应≤35%。

10.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个基体加标样品，固体废物中除安硫磷和丰索磷外其他目标物的基体加标回收率应在 60%~160%之间，安硫磷和丰索磷的基体加标回收率应在 40%~160%之间；浸出液中除丰索磷外其他目标物的基体加标回收率应在 60%~160%之间，丰索磷的基体加标回收率应在 40%~160%之间。

11 废物处理

实验中产生的废液和废物应集中收集，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 10.0 g, 定容体积为 1.0 ml; 固体废物浸出液取样体积为 500 ml, 定容体积为 1.0 ml 时, 目标化合物的方法检出限和测定下限见表 A.1 和 A.2。

表 A.1 固体废物方法检出限和测定下限

序号	化合物	检出限/ (mg/kg)	测定下限/ (mg/kg)
1	反式丙烯菊酯	0.4	1.6
2	联苯菊酯	0.2	0.8
3	胺菊酯	0.4	1.6
4	甲氰菊酯	0.2	0.8
5	除虫菊酯	0.4	1.6
6	氯菊酯	0.2	0.8
7	顺式氯氟氰菊酯	0.6	2.4
8	氯氰菊酯	0.5	2.0
9	氰戊菊酯	0.4	1.6
10	溴氰菊酯	0.4	1.6
11	敌敌畏	0.3	1.2
12	速灭磷	0.4	1.6
13	内吸磷 (O+S)	0.6	2.4
14	虫线磷	0.3	1.2
15	灭克磷	0.3	1.2
16	甲拌磷	0.4	1.6
17	治螟磷	0.4	1.6
18	二嗪农	0.3	1.2
19	乙拌磷	0.3	1.2
20	乐果	0.4	1.6
21	皮蝇磷	0.5	2.0
22	毒死蜱	0.3	1.2
23	甲基对硫磷	0.4	1.6
24	毒壤磷	0.6	2.4
25	安硫磷	0.6	2.4
26	倍硫磷	0.3	1.2
27	马拉硫磷	0.5	2.0

序号	化合物	检出限/ (mg/kg)	测定下限/ (mg/kg)
28	粉锈宁	0.3	1.2
29	对硫磷	0.4	1.6
30	育畜磷	0.6	2.4
31	甲拌磷砜	0.4	1.6
32	灭蚜磷	0.4	1.6
33	丙硫磷	0.3	1.2
34	脱叶亚磷	0.4	1.6
35	杀虫畏	0.5	2.0
36	地胺磷	0.9	3.6
37	三硫磷	0.4	1.6
38	增效醚	0.6	2.4
39	氟虫腈	0.5	2.0
40	丰索磷	0.5	2.0
41	倍硫磷砜	0.5	2.0
42	硫丹硫酸酯	0.3	1.2
43	溴螨酯	0.3	1.2
44	溴苯磷	0.6	2.4
45	苯硫磷	0.7	2.8
46	吡唑硫磷	0.8	3.2
47	蝇毒磷	0.7	2.8

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	检出限/ (mg/L)	测定下限/ (mg/L)
1	反式丙烯菊酯	0.007	0.028
2	联苯菊酯	0.008	0.032
3	胺菊酯	0.008	0.032
4	甲氰菊酯	0.006	0.024
5	除虫菊酯	0.02	0.08
6	氯菊酯	0.01	0.04
7	顺式氯氟氰菊酯	0.008	0.032
8	氯氰菊酯	0.009	0.036
9	氰戊菊酯	0.01	0.04
10	溴氰菊酯	0.009	0.036
11	敌敌畏	0.01	0.04
12	速灭磷	0.02	0.08
13	内吸磷 (O+S)	0.02	0.08
14	虫线磷	0.008	0.032
15	灭克磷	0.008	0.032
16	甲拌磷	0.008	0.032
17	治螟磷	0.008	0.032
18	二嗪农	0.007	0.028
19	乙拌磷	0.008	0.032
20	乐果	0.02	0.08
21	皮蝇磷	0.007	0.028
22	毒死蜱	0.007	0.028
23	甲基对硫磷	0.009	0.036
24	毒壤磷	0.008	0.032
25	安硫磷	0.02	0.08
26	倍硫磷	0.007	0.028
27	马拉硫磷	0.01	0.04
28	粉锈宁	0.007	0.028
29	对硫磷	0.009	0.036
30	育畜磷	0.02	0.08
31	甲拌磷砜	0.009	0.036
32	灭蚜磷	0.008	0.032
33	丙硫磷	0.007	0.028
34	脱叶亚磷	0.008	0.032

序号	化合物	检出限/ (mg/L)	测定下限/ (mg/L)
35	杀虫畏	0.02	0.08
36	地胺磷	0.02	0.08
37	三硫磷	0.008	0.032
38	增效醚	0.01	0.04
39	氟虫腈	0.01	0.04
40	丰索磷	0.02	0.08
41	倍硫磷砜	0.02	0.08
42	硫丹硫酸酯	0.009	0.036
43	溴螨酯	0.008	0.032
44	溴苯磷	0.008	0.032
45	苯硫磷	0.02	0.08
46	吡唑硫磷	0.02	0.08
47	蝇毒磷	0.02	0.08

附录 B
(资料性附录)
目标化合物的特征离子

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

表 B.1 拟除虫菊酯类、有机磷类和杂环类农药的特征离子

序号	化合物	英文名称	CAS No.	出峰时间 (min)	定量 离子	定性离子
A 组 (拟除虫菊酯类农药)						
1	反式丙烯菊酯	s-bioallethrin	28434-00-6	22.04	123	136,79
2	联苯菊酯	bifenthrin	82657-04-3	28.11	181	165,166
3	胺菊酯	tetramethrin	7696-12-0	29.14;29.33	164	123,107
4	甲氰菊酯	fenpropathrin	39515-41-8	29.29	97	125,55
5	除虫菊酯	pyrethrins	8003-34-7	30.31	107	121,167,93
6	氯菊酯	permethrin	52645-53-1	31.05;31.36	183	163
7	顺式氯氟氰菊酯	l-cyhalothrin	91465-08-6	31.09	181	197,208
8	氯氰菊酯	cypermethrin	52315-07-8	33.59;33.96; 34.06;34.27	165	163,181,209
9	氰戊菊酯	fenvalerate	51630-58-1	35.74;36.38	125	167,152,225
10	溴氰菊酯	deltamethrin	52918-63-5	38.18	253	209,255
B 组 (有机磷类及杂环类农药)						
11	敌敌畏	dichlorvos	62-73-7	7.61	109	185,220
12	速灭磷	mevinphos	7786-34-7	10.98	127	109,193,192
13	内吸磷 (O+S)	demeton(O+S)	8065-48-3	13.41;16.42	88	89,171
14	虫线磷	thionazin	297-97-2	13.69	97	96,107,192
15	灭克磷	ethoprop	13194-48-4	13.97	158	200,139,126
16	甲拌磷	phorate	298-02-2	14.94	75	121,97,260
17	治螟磷	sulfotep	3689-24-5	15.21	322	266,238,202
18	二嗪农	diazinon	333-41-5	16.60	137	152,179,199
19	乙拌磷	disulfoton	298-04-4	17.25	88	89,97,153
20	乐果	dimethoate	60-51-5	18.77	87	93,125,143
21	皮蝇磷	ronnel	299-84-3	19.16	285	287,125,167
22	毒死蜱	chlorpyrifos	2921-88-2	20.35	197	199,314,258
23	甲基对硫磷	methyl parathion	298-00-0	20.48	125	109,263

序号	化合物	英文名称	CAS No.	出峰时间 (min)	定量 离子	定性离子
24	毒壤磷	trichloronate	327-98-0	20.50	297	299,269,109
25	安硫磷	formothion	2540-82-1	20.99	125	126,93,170
26	倍硫磷	fenthion	55-38-9	21.00	278	169,153,125
27	马拉硫磷	malathion	121-75-5	21.19	173	125,127,158
28	粉锈宁	triadimefon	43121-43-3	21.84	208	181,128,210
29	对硫磷	parathion	56-38-2	21.98	291	139,155
30	育畜磷	crufomate	299-86-5	22.63	256	276,291
31	甲拌磷砜	phorate sulfone	2588-04-7	23.13	199	153,125,97
32	灭蚜磷	mecarbam	2595-54-2	23.28	131	159,97
33	丙硫磷	tokuthion	34643-46-4	23.39	309	267,311,162
34	脱叶亚磷	merphos	150-50-5	23.59	169	202,170,226
35	杀虫畏	tetrachlorvinphos	22248-79-9	23.93	329	331,109
36	地胺磷	mephosfolan	950-10-7	25.24	196	140,168,227
37	三硫磷	carbophenothion	786-19-6	26.67	157	199,342
38	增效醚	piperonyl butoxide	51-03-6	27.00	176	177,149
39	氟虫腈	fipronil	120068-37-3	27.68	367	369,213,255
40	丰索磷	fensulfothion	115-90-2	27.75	293	292,156,140
41	倍硫磷砜	fenthione sulfone	3761-42-0	28.52	125	310,109
42	硫丹硫酸酯	endosulfan sulfate	1031-07-8	28.71	272	422,387,342,157
43	溴螨酯	bromopropylate	18181-80-1	28.84	341	343,339,183
44	溴苯磷	leptophos	21609-90-5	29.64	377	375,171
45	苯硫磷	EPN	2104-64-5	29.76	157	169,185,141
46	吡唑硫磷	pyraclofos	77458-01-6	31.69	360	194,139
47	蝇毒磷	coumaphos	56-72-4	33.67	362	226,210,109
48	内标 (TCMX)	tetrachloro- m-xylene	877-09-8	11.70	244	242, 207
49	苊-d ₁₀ (内标, 可选)	acenaphthene-d ₁₀	15067-26-2	9.95	164	162,160
50	菲-d ₁₀ (内标, 可选)	phenanthrene-d ₁₀	1517-22-2	15.91	188	189,160,94
51	䓛-d ₁₂ (内标, 可选)	chrysene-d ₁₂	1719-03-5	27.71	240	236,229,114,113
52	芘-d ₁₂ (内标, 可选)	perylene-d ₁₂	1520-96-3	33.63	264	260,265,263

附录 C
(资料性附录)
方法精密度和准确度

采用加压流体萃取、凝胶渗透色谱净化，测定实际加标样品的精密度和准确度。污泥固体废物和污泥固体废物浸出液的方法精密度见表 C.1 和 C.2。污泥固体废物和污泥固体废物浸出液的方法准确度见表 C.3 和 C.4。

表 C.1 固体废物方法的精密度

序号	化合物	平均值/ (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/kg)	再现性R/ (mg/kg)
1	反式丙烯菊酯	1.1	2.0~12	8.3	0.2	0.3
		4.9	0.80~4.5	3.9	0.3	0.6
		10.7	4.7	/	/	/
2	联苯菊酯	1.0	2.1~6.3	6.2	0.1	0.2
		4.7	1.3~4.1	5.4	0.3	0.8
		10.0	4.4	/	/	/
3	胺菊酯	1.2	1.9~9.1	20	0.2	0.7
		5.1	1.3~6.9	17	0.6	3.0
		9.8	5.0	/	/	/
4	甲氰菊酯	1.0	2.1~7.3	9.9	0.1	0.3
		4.7	1.1~4.4	4.6	0.3	0.7
		9.9	5.2	/	/	/
5	除虫菊酯	1.4	3.5~32	14	0.6	0.8
		5.5	1.2~4.2	14	0.4	2.0
		10.3	5.7	/	/	/
6	氯菊酯	1.0	3.3~5.1	15	0.1	0.4
		4.7	0.89~5.9	6.6	0.4	0.9
		10.0	4.9	/	/	/
7	顺式氯氟氰菊酯	1.0	1.8~20	8.0	0.2	0.3
		4.7	1.0~4.6	5.0	0.4	0.7
		10.2	4.9	/	/	/
8	氯氰菊酯	1.2	3.7~11	13	0.2	0.5
		4.8	1.3~8.5	5.1	0.6	0.9
		10.4	5.9	/	/	/
9	氰戊菊酯	1.0	2.9~8.8	6.4	0.2	0.2
		4.6	1.1~6.7	6.9	0.5	1.0

序号	化合物	平均值/ (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/kg)	再现性R/ (mg/kg)
		10.2	6.0	/	/	/
10	溴氰菊酯	1.1	3.5~9.6	13	0.2	0.4
		4.8	1.4~13	6.1	0.8	1.0
		10.2	6.3	/	/	/
		0.7	4.5~9.6	9.7	0.1	0.2
11	敌敌畏	3.6	4.3~6.6	8.0	0.6	1.0
		8.5	7.8	/	/	/
		0.9	3.6~12	11	0.2	0.3
12	速灭磷	4.4	1.6~4.2	5.8	0.3	0.8
		9.8	4.9	/	/	/
		0.8	6.0~21	18	0.2	0.5
13	内吸磷 (O+S)	4.2	1.9~7.0	9.8	0.5	1.0
		9.2	6.4	/	/	/
		0.9	4.6~9.2	7.6	0.2	0.2
14	虫线磷	4.6	1.3~3.8	6.5	0.4	0.9
		9.7	4.8	/	/	/
		0.9	4.5~10	8.8	0.2	0.3
15	灭克磷	4.6	1.3~3.7	6.0	0.3	0.8
		9.7	4.5	/	/	/
		0.9	4.3~11	8.8	0.2	0.3
16	甲拌磷	4.4	0.85~3.7	5.5	0.3	0.7
		9.5	4.4	/	/	/
		0.9	4.3~10	7.8	0.2	0.3
17	治螟磷	4.6	1.2~4.6	6.0	0.3	0.8
		9.8	4.2	/	/	/
		0.9	4.0~8.8	7.8	0.2	0.3
18	二嗪农	4.5	0.79~4.2	6.1	0.3	0.8
		9.7	3.9	/	/	/
		0.9	3.6~10	12	0.1	0.3
19	乙拌磷	4.1	1.8~4.4	6.6	0.4	0.8
		8.8	6.1	/	/	/
		1.1	6.3~9.8	19	0.2	0.6
20	乐果	5.0	1.4~5.0	7.0	0.4	1.0
		9.5	3.6	/	/	/

序号	化合物	平均值/ (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/kg)	再现性R/ (mg/kg)
21	皮蝇磷	0.9	3.9~9.2	7.0	0.1	0.2
		4.5	2.4~5.3	5.1	0.4	0.8
		9.7	4.3	/	/	/
22	毒死蜱	1.0	3.8~9.0	5.6	0.2	0.2
		4.6	0.80~4.4	7.5	0.3	1.0
		9.6	3.8	/	/	/
23	甲基对硫磷	1.0	4.4~11	11	0.2	0.3
		4.6	1.3~3.6	5.8	0.3	0.8
		9.5	4.2	/	/	/
24	毒壤磷	0.9	3.6~11	4.4	0.2	0.2
		4.6	1.6~4.6	6.1	0.4	0.9
		9.3	4.2	/	/	/
25	安硫磷	0.7	10~29	25	0.4	0.6
		3.8	3.4~9.0	12	0.7	1.0
		9.2	8.2	/	/	/
26	倍硫磷	0.9	3.3~8.6	7.4	0.1	0.2
		4.5	1.0~3.6	7.2	0.3	1.0
		9.4	4.1	/	/	/
27	马拉硫磷	1.0	4.3~13	12	0.2	0.4
		4.6	0.78~4.6	5.4	0.3	0.8
		9.8	4.0	/	/	/
28	粉锈宁	1.0	2.8~8.8	8.0	0.1	0.3
		4.6	0.82~3.8	6.4	0.3	0.9
		9.5	4.4	/	/	/
29	对硫磷	1.0	4.0~11	10	0.2	0.3
		4.6	0.79~4.1	4.9	0.3	0.7
		9.8	4.2	/	/	/
30	育畜磷	1.1	4.0~22	21	0.3	0.7
		4.5	1.3~4.1	11	0.4	1.0
		10.5	4.7	/	/	/
31	甲拌磷砜	1.0	3.9~10	12	0.2	0.4
		4.4	0.068~4.7	12	0.3	1.0
		9.9	4.5	/	/	/
32	灭蚜磷	1.0	4.2~10	12	0.2	0.4

序号	化合物	平均值/ (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/kg)	再现性R/ (mg/kg)
		4.7	1.3~3.3	6.1	0.3	0.9
		9.9	4.3	/	/	/
33	丙硫磷	0.9	3.1~8.7	6.2	0.1	0.2
		4.5	1.0~4.1	4.6	0.3	0.7
		9.5	4.1	/	/	/
34	脱叶亚磷	0.9	5.0~11	16	0.2	0.4
		4.7	1.7~4.0	10	0.4	1.0
		12.2	7.5	/	/	/
35	杀虫畏	1.0	3.0~16	13	0.2	0.4
		4.4	1.0~3.9	10	0.3	1.0
		9.9	5.0	/	/	/
36	地胺磷	0.9	6.9~30	7.6	0.4	0.4
		3.9	1.4~9.6	13	0.7	2.0
		10.9	5.1	/	/	/
37	三硫磷	1.0	3.7~10	10	0.2	0.3
		4.6	1.3~4.7	4.9	0.4	0.7
		10.4	4.0	/	/	/
38	增效醚	1.0	3.2~17	12	0.2	0.4
		4.6	1.4~4.8	6.3	0.4	0.9
		10.0	5.4	/	/	/
39	氟虫腈	1.1	4.4~14	16	0.3	0.5
		4.7	1.4~4.7	6.5	0.5	1.0
		10.5	4.7	/	/	/
40	丰索磷	1.1	5.1~16	30	0.3	0.9
		4.3	1.0~7.3	24	0.5	3.0
		11.8	4.1	/	/	/
41	倍硫磷砜	1.0	4.1~12	10	0.2	0.3
		4.8	1.3~4.9	5.5	0.4	0.8
		10.9	3.8	/	/	/
42	硫丹硫酸酯	1.0	3.5~8.0	7.6	0.1	0.2
		4.5	0.85~4.4	4.3	0.3	0.6
		9.9	5.3	/	/	/
43	溴螨酯	1.0	3.2~9.3	10	0.2	0.3
		4.6	1.0~4.3	8.2	0.3	1.0

序号	化合物	平均值/ (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/kg)	再现性R/ (mg/kg)
		10.1	5.9	/	/	/
44	溴苯磷	1.0	3.0~9.2	6.0	0.2	0.2
		4.6	4.2~7.3	6.2	0.7	1.0
		10.2	5.3	/	/	/
		1.0	4.9~12	14	0.2	0.4
45	苯硫磷	4.8	1.3~3.9	5.8	0.4	0.9
		10.6	4.7	/	/	/
		1.1	3.9~28	20	0.3	0.7
46	吡唑硫磷	4.9	0.83~9.1	5.7	0.6	1.0
		10.9	5.7	/	/	/
		1.1	5.0~18	9.6	0.3	0.4
47	蝇毒磷	5.1	0.48~3.6	9.5	0.3	1.0
		11.2	5.6	/	/	/

表 C.2 固体废物浸出液方法的精密度

序号	化合物	平均值/ (mg/L)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/L)	再现性R/ (mg/L)
1	反式丙烯菊酯	0.020	3.3~10	14	0.004	0.009
		0.097	1.7~4.3	11	0.009	0.03
		0.216	6.9	/	/	/
2	联苯菊酯	0.018	7.8~11	8.1	0.005	0.006
		0.092	3.0~3.7	13	0.009	0.03
		0.200	7.1	/	/	/
3	胺菊酯	0.021	8.2~11	13	0.006	0.009
		0.098	1.2~3.9	12	0.009	0.03
		0.193	7.5	/	/	/
4	甲氰菊酯	0.018	7.7~11	6.0	0.004	0.005
		0.092	2.5~3.8	11	0.008	0.03
		0.196	7.9	/	/	/
5	除虫菊酯	0.024	10~19	30	0.009	0.02
		0.104	1.7~4.7	6.3	0.001	0.02
		0.203	8.2	/	/	/
6	氯菊酯	0.018	7.6~22	9.9	0.006	0.007
		0.092	2.0~4.1	11	0.008	0.03

序号	化合物	平均值/ (mg/L)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/L)	再现性R/ (mg/L)
		0.197	7.7	/	/	/
7	顺式氯氟氰菊酯	0.018	7.9~15	8.2	0.005	0.006
		0.094	2.8~3.6	13	0.009	0.03
		0.201	7.6	/	/	/
		0.019	3.0~14	18	0.006	0.01
8	氯氰菊酯	0.093	1.7~4.7	8.1	0.009	0.02
		0.204	8.6	/	/	/
		0.018	8.9~22	12	0.006	0.008
9	氰戊菊酯	0.089	0.76~7.2	7.6	0.01	0.02
		0.200	8.8	/	/	/
		0.018	7.3~14	12	0.005	0.008
10	溴氰菊酯	0.088	1.5~6.0	11	0.01	0.03
		0.198	9.1	/	/	/
		0.016	11~18	12	0.007	0.008
11	敌敌畏	0.087	1.7~3.2	10	0.007	0.02
		0.178	7.5	/	/	/
		0.019	10~20	13	0.007	0.01
12	速灭磷	0.094	2.2~4.0	7.3	0.009	0.02
		0.201	5.7	/	/	/
		0.016	11~22	15	0.007	0.009
13	内吸磷 (O+S)	0.073	4.5~14	9.1	0.02	0.03
		0.191	5.5	/	/	/
		0.018	9.5~15	9.3	0.006	0.007
14	虫线磷	0.093	0.8~4.8	7.4	0.009	0.02
		0.199	5.3	/	/	/
		0.018	9.5~14	11	0.006	0.008
15	灭克磷	0.093	0.8~3.9	7.3	0.008	0.02
		0.199	5.2	/	/	/
		0.018	9.6~12	10	0.006	0.007
16	甲拌磷	0.089	1.5~3.7	6.0	0.008	0.02
		0.195	5.0	/	/	/
		0.018	9.2~15	12	0.005	0.008
17	治螟磷	0.093	2.0~3.9	7.8	0.009	0.02
		0.201	5.0	/	/	/

序号	化合物	平均值/ (mg/L)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/L)	再现性R/ (mg/L)
18	二嗪农	0.019	8.7~14	11	0.005	0.007
		0.093	2.0~3.1	7.6	0.007	0.02
		0.197	4.8	/	/	/
19	乙拌磷	0.016	1.5~15	11	0.005	0.007
		0.072	4.3~15	4.3	0.02	0.02
		0.183	5.5	/	/	/
20	乐果	0.020	8.4~16	14	0.006	0.01
		0.092	1.5~4.6	5.8	0.009	0.02
		0.193	4.1	/	/	/
21	皮蝇磷	0.018	8.6~13	10	0.005	0.007
		0.093	1.1~4.0	6.8	0.009	0.02
		0.198	5.1	/	/	/
22	毒死蜱	0.019	7.9~13	9.7	0.005	0.007
		0.094	1.6~4.1	7.8	0.009	0.02
		0.194	4.8	/	/	/
23	甲基对硫磷	0.019	8.7~17	14	0.006	0.009
		0.094	2.0~4.3	7.4	0.008	0.02
		0.193	5.1	/	/	/
24	毒壤磷	0.019	7.7~12	8.9	0.005	0.006
		0.094	1.1~4.7	8.0	0.009	0.02
		0.190	5.2	/	/	/
25	安硫磷	0.020	8.6~17	18	0.007	0.01
		0.096	1.6~5.8	9.4	0.01	0.03
		0.190	7.7	/	/	/
26	倍硫磷	0.018	8.3~13	11	0.005	0.007
		0.091	1.9~4.5	7.3	0.008	0.02
		0.191	4.8	/	/	/
27	马拉硫磷	0.020	8.4~19	17	0.006	0.01
		0.095	2.2~4.2	7.8	0.007	0.02
		0.198	4.6	/	/	/
28	粉锈宁	0.019	8.0~13	12	0.005	0.008
		0.097	1.4~4.7	9.9	0.009	0.03
		0.193	4.8	/	/	/
29	对硫磷	0.020	8.9~15	15	0.006	0.01

序号	化合物	平均值/ (mg/L)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/L)	再现性R/ (mg/L)
		0.094	2.1~4.7	6.3	0.008	0.02
		0.198	4.9	/	/	/
30	育畜磷	0.020	8.8~27	21	0.01	0.02
		0.101	2.6~4.1	7.1	0.01	0.02
		0.212	5.2	/	/	/
31	甲拌磷砜	0.019	8.0~15	14	0.006	0.009
		0.095	2.0~8.0	8.5	0.01	0.02
		0.200	5.1	/	/	/
32	灭蚜磷	0.019	8.1~14	14	0.005	0.009
		0.096	0.89~4.8	8.4	0.009	0.02
		0.200	4.2	/	/	/
33	丙硫磷	0.019	8.2~13	10	0.005	0.007
		0.095	1.5~4.8	7.1	0.008	0.02
		0.192	4.9	/	/	/
34	脱叶亚磷	0.018	9.3~15	15	0.006	0.009
		0.093	1.5~5.8	12	0.009	0.03
		0.248	6.4	/	/	/
35	杀虫畏	0.020	8.7~26	15	0.009	0.01
		0.096	3.6~6.8	8.7	0.01	0.03
		0.201	5.5	/	/	/
36	地胺磷	0.020	9.1~24	21	0.008	0.01
		0.102	2.5~4.6	5.5	0.01	0.02
		0.217	5.4	/	/	/
37	三硫磷	0.019	6.3~14	12	0.005	0.008
		0.096	1.3~4.7	8.3	0.009	0.02
		0.210	4.2	/	/	/
38	增效醚	0.020	8.4~20	17	0.006	0.01
		0.095	2.5~4.7	8.5	0.01	0.02
		0.201	5.2	/	/	/
39	氟虫腈	0.020	9.2~18	20	0.007	0.01
		0.098	3.8~4.5	9.0	0.01	0.03
		0.210	3.9	/	/	/
40	丰索磷	0.019	6.4~17	34	0.007	0.02
		0.086	1.8~5.3	27	0.007	0.06

序号	化合物	平均值/ (mg/L)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重现性r/ (mg/L)	再现性R/ (mg/L)
		0.234	4.9	/	/	/
41	倍硫磷砜	0.020	8.2~16	13	0.006	0.009
		0.098	2.0~8.1	8.4	0.01	0.03
		0.220	4.7	/	/	/
		0.019	8.0~14	9.9	0.005	0.007
42	硫丹硫酸酯	0.093	1.4~4.1	12	0.007	0.03
		0.197	4.9	/	/	/
		0.020	8.3~14	13	0.006	0.009
43	溴螨酯	0.097	1.7~4.0	8.4	0.007	0.02
		0.203	5.7	/	/	/
		0.019	8.5~14	11	0.005	0.008
44	溴苯磷	0.096	2.2~4.9	6.8	0.01	0.02
		0.205	6.0	/	/	/
		0.019	6.2~17	14	0.006	0.01
45	苯硫磷	0.096	1.1~4.4	7.1	0.008	0.02
		0.211	4.4	/	/	/
		0.023	9.7~31	21	0.01	0.02
46	吡唑硫磷	0.104	2.0~5.4	6.7	0.01	0.02
		0.218	6.5	/	/	/
		0.022	9.3~18	13	0.008	0.01
47	蝇毒磷	0.105	1.6~4.1	4.7	0.009	0.02
		0.221	5.9	/	/	/

表 C.3 固体废物方法的准确度

序号	化合物	加标浓度/ (mg/kg)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
1	反式丙烯菊酯	1.0	99.0~119	110	9.1	110±18.3
		5.0	96.0~104	98.3	3.9	98.3±7.7
		10.0	99.1~115	/	/	/
2	联苯菊酯	1.0	83.7~105	97.5	6.0	97.5±12.0
		5.0	81.3~100	94.1	5.1	94.1±10.3
		10.0	92.2~105	/	/	/
3	胺菊酯	1.0	88.4~156	115	22.7	115±45.4
		5.0	88.4~137	102	17.7	102±35.4

序号	化合物	加标浓度/ (mg/kg)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
		10.0	88.6~103	/	/	/
4	甲氰菊酯	1.0	82.8~114	96.5	9.5	96.5±19.0
		5.0	81.4~100	94.1	3.8	94.1±7.6
		10.0	89.2~104	/	/	/
5	除虫菊酯	1.0	105~157	141	19.9	141±39.8
		5.0	89.2~110	103	3.8	103±7.6
		10.0	92.1~107	/	/	/
6	氯菊酯	1.0	90.6~131	101	15.1	101±30.2
		5.0	86.0~104	93.8	6.3	93.8±12.6
		10.0	92.2~106	/	/	/
7	顺式氯氟氰菊 酯	1.0	89.1~109	100	8.0	100±16.0
		5.0	88.6~99.0	94.0	4.7	94.0±9.4
		10.0	90.4~104	/	/	/
8	氯氰菊酯	1.0	90.1~132	116	15.2	116±30.4
		5.0	90.4~105	95.9	5.0	95.9±10.0
		10.0	92.2~108	/	/	/
9	氰戊菊酯	1.0	96.1~115	105	6.8	105±13.6
		5.0	83.3~102	92.1	6.3	92.1±12.6
		10.0	90.3~106	/	/	/
10	溴氰菊酯	1.0	97.7~135	112	14.3	112±28.6
		5.0	91.2~107	95.6	6.0	95.6±12.0
		10.0	89.2~106	/	/	/
11	敌敌畏	1.0	65.8~85.5	74.1	7.2	74.1±14.4
		5.0	63.6~78.2	71.9	5.8	71.9±11.6
		10.0	77.2~95.4	/	/	/
12	速灭磷	1.0	80.7~109	92.9	10.1	92.9±20.2
		5.0	80.6~93.8	88.5	5.1	88.5±10.2
		10.0	92.4~107	/	/	/
13	内吸磷 (O+S)	1.0	68.3~107	79.6	14.2	79.6±28.4
		5.0	76.1~93.8	83.1	6.8	83.1±13.6
		10.0	83.6~101	/	/	/
14	虫线磷	1.0	80.6~101	90.7	6.9	90.7±13.8
		5.0	81.4~96.3	91.5	6.0	91.5±12.0
		10.0	92.0~106	/	/	/

序号	化合物	加标浓度/ (mg/kg)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
15	灭克磷	1.0	80.6~103	92.3	8.1	92.3±16.2
		5.0	82.2~96.0	90.6	6.5	90.6±13.0
		10.0	92.6~105	/	/	/
16	甲拌磷	1.0	77.7~100	87.7	7.7	87.7±15.4
		5.0	81.8~94.4	87.7	4.8	87.7±9.6
		10.0	91.4~103	/	/	/
17	治螟磷	1.0	81.6~102	92.1	7.2	92.1±14.4
		5.0	82.2~95.4	91.0	5.4	91.0±10.8
		10.0	93.9~106	/	/	/
18	二嗪农	1.0	85.0~104	94.9	7.4	94.9±14.8
		5.0	82.0~95.2	90.3	5.5	90.3±11.0
		10.0	92.7~104	/	/	/
19	乙拌磷	1.0	65.8~91.9	81.8	9.5	81.8±19.0
		5.0	72.6~86.6	82.3	5.4	82.3±10.8
		10.0	81.3~97.1	/	/	/
20	乐果	1.0	85.3~137	111	20.9	111±41.8
		5.0	91.8~106	98.9	6.9	98.9±13.8
		10.0	90.0~100	/	/	/
21	皮蝇磷	1.0	83.0~100	92.4	6.5	92.4±13.0
		5.0	82.0~93.1	89.1	4.6	89.1±9.2
		10.0	92.5~105	/	/	/
22	毒死蜱	1.0	90.4~104	95.6	5.3	95.6±10.6
		5.0	83.6~101	91.5	6.4	91.5±12.8
		10.0	91.4~102	/	/	/
23	甲基对硫磷	1.0	82.6~111	96.7	10.6	96.7±21.2
		5.0	83.8~97.5	91.6	5.3	91.6±10.6
		10.0	90.9~102	/	/	/
24	毒壤磷	1.0	87.6~97.4	91.8	4.0	91.8±8.0
		5.0	83.6~98.4	91.7	5.6	91.7±11.2
		10.0	89.5~101	/	/	/
25	安硫磷	1.0	52.0~96.1	71.0	18.1	71.0±36.2
		5.0	66.2~91.2	76.3	9.2	76.3±18.4
		10.0	83.4~103	/	/	/
26	倍硫磷	1.0	81.7~102	92.6	6.9	92.6±13.6

序号	化合物	加标浓度/ (mg/kg)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
		5.0	81.0~99.0	90.5	6.5	90.5±13.0
		10.0	90.7~101	/	/	/
		1.0	86.8~123	102	12.4	102±24.8
27	马拉硫磷	5.0	84.0~95.6	91.2	5.0	91.2±10.0
		10.0	93.2~104	/	/	/
		1.0	85.3~107	95.5	7.7	95.5±15.4
28	粉锈宁	5.0	83.2~99.2	93.0	6.0	93.0±12.0
		10.0	91.2~102	/	/	/
		1.0	84.1~114	98.0	10.1	98.0±20.2
29	对硫磷	5.0	86.4~99.0	91.2	4.5	91.2±9.0
		10.0	93.8~105	/	/	/
		1.0	84.4~143	108	22.4	108±44.8
30	育畜磷	5.0	73.2~100	90.4	10.1	90.4±20.2
		10.0	99.2~112	/	/	/
		1.0	84.2~115	96.8	11.5	96.8±23.0
31	甲拌磷砜	5.0	69.2~95.7	87.7	9.8	87.7±19.6
		10.0	94.2~107	/	/	/
		1.0	85.1~116	101	12.1	101±24.2
32	灭蚜磷	5.0	86.0~100	94.7	5.8	94.7±11.6
		10.0	94.6~106	/	/	/
		1.0	85.4~100	93.8	5.9	93.8±11.6
33	丙硫磷	5.0	84.7~93.1	90.1	4.1	90.1±8.2
		10.0	90.7~101	/	/	/
		1.0	73.4~118	91.5	14.6	91.5±29.2
34	脱叶亚磷	5.0	86.0~112	93.8	9.4	93.8±18.8
		10.0	111~132	/	/	/
		1.0	85.1~119	98.7	13.2	98.7±26.4
35	杀虫畏	5.0	85.4~94.6	87.4	9.0	87.4±18.0
		10.0	93.7~107	/	/	/
		1.0	84.4~103	89.5	6.8	89.5±13.6
36	地胺磷	5.0	69.3~96.6	77.9	9.8	77.9±19.6
		10.0	101~116	/	/	/
		1.0	88.5~114	96.2	10.1	96.2±20.2
37	三硫磷	5.0	86.4~96.8	92.9	4.6	92.9±9.2

序号	化合物	加标浓度/ (mg/kg)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
		10.0	100~111	/	/	/
38	增效醚	1.0	86.7~119	101	11.6	101±23.2
		5.0	86.0~101	92.6	5.7	92.6±11.4
		10.0	94.8~108	/	/	/
39	氟虫腈	1.0	90.0~139	106	17.2	106±34.4
		5.0	85.2~102	94.2	6.2	94.2±12.4
		10.0	100~112	/	/	/
40	丰索磷	1.0	55.7~151	106	32.3	106±64.6
		5.0	43.9~98.1	85.5	20.6	85.5±41.2
		10.0	110~124	/	/	/
41	倍硫磷砜	1.0	89.7~116	101	10.1	101±20.2
		5.0	87.0~101	95.7	5.2	95.7±10.4
		10.0	104~116	/	/	/
42	硫丹硫酸酯	1.0	86.4~105	95.5	7.3	95.5±14.6
		5.0	84.1~93.5	89.3	3.9	89.3±7.8
		10.0	92.4~105	/	/	/
43	溴螨酯	1.0	89.9~117	101	10.6	101±21.2
		5.0	81.4~99.4	90.9	7.4	90.9±14.8
		10.0	95.1~109	/	/	/
44	溴苯磷	1.0	87.6~103	94.7	5.7	94.7±11.4
		5.0	85.6~103	93.0	5.8	93.0±11.6
		10.0	95.4~109	/	/	/
45	苯硫磷	1.0	84.4~123	97.9	14.2	97.9±28.4
		5.0	89.2~105	95.1	5.6	95.1±11.2
		10.0	101~113	/	/	/
46	吡唑硫磷	1.0	86.5~147	112	22.1	112±44.2
		5.0	90.5~102	98.9	5.8	98.9±11.6
		10.0	101~117	/	/	/
47	蝇毒磷	1.0	98.8~129	111	10.7	111±21.4
		5.0	90.6~119	101	9.7	101±19.4
		10.0	103~118	/	/	/

表 C.4 固体废物浸出液方法的准确度

序号	化合物	加标浓度/ (mg/L)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
1	反式丙烯菊酯	0.020	81.0~119	101	14.0	101±28.0
		0.100	83.8~110	96.7	10.7	96.7±21.4
		0.200	99.0~116	/	/	/
2	联苯菊酯	0.020	80.0~101	91.9	7.4	91.9±14.8
		0.100	71.8~104	91.5	11.5	91.5±23.0
		0.200	91.8~108	/	/	/
3	胺菊酯	0.020	84.0~115	104	13.2	104±26.4
		0.100	84.0~111	99.3	9.8	99.3±19.6
		0.200	88.4~105	/	/	/
4	甲氰菊酯	0.020	80.5~96.5	89.1	5.3	89.1±10.6
		0.100	85.2~101	93.6	6.4	93.6±12.8
		0.200	88.9~107	/	/	/
5	除虫菊酯	0.020	74.0~136	119	35.9	119±71.8
		0.100	91.8~111	104	6.5	104±13.0
		0.200	91.7~110	/	/	/
6	氯菊酯	0.020	77.5~104	92.2	9.2	92.2±18.4
		0.100	75.0~103	91.5	9.9	91.5±19.8
		0.200	91.4~109	/	/	/
7	顺式氯氟氰菊酯	0.020	80.0~103	91.9	7.7	91.9±15.4
		0.100	76.1~108	93.9	12.0	93.9±24.0
		0.200	89.2~107	/	/	/
8	氯氰菊酯	0.020	79.5~120	95.5	17.6	95.5±35.2
		0.100	81.2~99.1	92.8	7.5	92.8±15.0
		0.200	91.0~111	/	/	/
9	氰戊菊酯	0.020	77.5~107	90.3	11.1	90.3±22.2
		0.100	78.3~97.2	89.1	6.7	89.1±13.4
		0.200	88.8~109	/	/	/
10	溴氰菊酯	0.020	74.5~110	91.9	11.3	91.9±22.6
		0.100	73.0~97.0	87.9	9.8	87.9±19.6
		0.200	87.7~108	/	/	/
11	敌敌畏	0.020	67.5~86.5	78.8	8.5	78.8±17.0
		0.100	72.3~96.2	87.2	8.8	87.2±17.6
		0.200	78.8~96.5	/	/	/

序号	化合物	加标浓度/ (mg/L)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
12	速灭磷	0.020	81.0~110	93.2	12.4	93.2±24.8
		0.100	85.4~101	94.0	6.9	94.0±13.8
		0.200	92.2~107	/	/	/
13	内吸磷 (O+S)	0.020	67.0~101	81.3	12.5	81.3±25.0
		0.100	65.7~84.2	72.8	6.7	72.8±13.4
		0.200	88.0~101	/	/	/
14	虫线磷	0.020	80.5~99.0	89.3	8.3	89.3±16.6
		0.100	83.4~99.7	92.7	6.9	92.7±13.8
		0.200	92.0~105	/	/	/
15	灭克磷	0.020	80.5~103	91.8	10.0	91.8±20.0
		0.100	84.8~100	93.3	6.8	93.3±13.6
		0.200	92.3~105	/	/	/
16	甲拌磷	0.020	78.0~101	88.8	9.4	88.8±18.8
		0.100	80.3~95.7	88.6	5.3	88.6±10.6
		0.200	90.5~103	/	/	/
17	治螟磷	0.020	81.5~107	92.5	10.8	92.5±21.6
		0.100	83.6~101	93.3	7.3	93.3±14.6
		0.200	93.3~106	/	/	/
18	二嗪农	0.020	84.0~105	94.4	10.3	94.4±20.6
		0.100	83.2~100	92.0	6.2	92.0±12.4
		0.200	91.8~104	/	/	/
19	乙拌磷	0.020	66.0~87.5	78.6	8.9	78.6±17.8
		0.100	69.2~77.0	72.0	3.0	72.0±6.0
		0.200	85.2~97.0	/	/	/
20	乐果	0.020	84.0~108	97.4	14.1	97.4±28.2
		0.100	85.2~97.9	92.2	5.4	92.2±10.8
		0.200	89.8~100	/	/	/
21	皮蝇磷	0.020	83.0~103	92.4	9.5	92.4±19.0
		0.100	85.3~98.0	93.4	6.4	93.4±12.8
		0.200	92.0~105	/	/	/
22	毒死蜱	0.020	84.5~106	95.6	9.5	95.6±19.0
		0.100	86.1~105	94.5	7.3	94.5±14.6
		0.200	89.9~102	/	/	/
23	甲基对硫磷	0.020	82.5~115	95.2	13.6	95.2±27.2

序号	化合物	加标浓度/ (mg/L)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
24	毒壤磷	0.100	86.2~101	93.5	6.9	93.5±13.8
		0.200	89.7~102	/	/	/
		0.020	84.0~102	92.8	8.4	92.8±16.8
25	安硫磷	0.100	84.1~102	93.8	7.5	93.8±15.0
		0.200	88.0~101	/	/	/
		0.020	83.5~130	99.8	18.1	99.8±36.2
26	倍硫磷	0.100	85.2~106	96.3	9.0	96.3±18.0
		0.200	82.8~103	/	/	/
		0.020	82.0~104	92.7	10.5	92.7±21.0
27	马拉硫磷	0.100	80.3~97.7	90.7	6.6	90.7±13.2
		0.200	89.2~101	/	/	/
		0.020	92.3~104	99.1	16.6	99.1±33.2
28	粉锈宁	0.100	85.5~103	94.8	7.4	94.8±14.8
		0.200	89.8~101	/	/	/
		0.020	85.0~110	96.4	11.6	96.4±23.2
29	对硫磷	0.100	85.3~109	96.8	9.6	96.8±19.2
		0.200	89.8~101	/	/	/
		0.020	84.0~118	98.3	14.7	98.3±29.4
30	育畜磷	0.100	86.1~102	94.3	6.0	94.3±12.0
		0.200	92.4~105	/	/	/
		0.020	84.5~145	110	22.7	110±45.4
31	甲拌磷砜	0.100	87.2~108	101	7.1	101±14.2
		0.200	97.9~112	/	/	/
		0.020	83.0~117	96.0	13.5	96.0±27.0
32	灭蚜磷	0.100	82.2~102	94.6	8.0	94.6±16.0
		0.200	92.9~106	/	/	/
		0.020	84.0~105	96.7	13.7	96.7±27.4
33	丙硫磷	0.100	85.3~105	96.0	8.0	96.0±16.0
		0.200	96.0~106	/	/	/
		0.020	84.5~105	94.6	10.1	94.6±20.2
34	脱叶亚磷	0.100	86.0~102	94.7	6.8	94.7±13.6
		0.200	89.0~101	/	/	/
		0.020	73.5~114	92.1	14.0	92.1±28.0
		0.100	81.3~112	92.6	10.7	92.6±21.4

序号	化合物	加标浓度/ (mg/L)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
		0.200	110~131	/	/	/
35	杀虫畏	0.020	85.0~126	103	15.8	103±31.6
		0.100	85.2~104	94.4	9.2	94.4±18.4
		0.200	92.1~106	/	/	/
36	地胺磷	0.020	81.5~134	96.4	19.4	96.4±38.8
		0.100	91.3~106	102	5.6	102±11.2
		0.200	98.8~115	/	/	/
37	三硫磷	0.020	83.5~116	95.3	11.9	95.3±23.8
		0.100	85.4~106	96.2	8.0	96.2±16.0
		0.200	100~110	/	/	/
38	增效醚	0.020	81.5~121	99.6	16.7	99.6±33.4
		0.100	85.2~105	94.6	8.1	94.6±16.2
		0.200	93.1~106	/	/	/
39	氟虫腈	0.020	82.5~113	103	21.1	103±42.2
		0.100	85.8~106	98.0	8.8	98.0±17.6
		0.200	101~110	/	/	/
40	丰索磷	0.020	48.7~149	95.2	32.8	95.2±65.6
		0.100	46.2~106	86.2	23.2	86.2±46.4
		0.200	108~123	/	/	/
41	倍硫磷砜	0.020	83.5~118	97.7	13.2	97.7±26.4
		0.100	85.4~109	97.8	8.2	97.8±16.4
		0.200	102~115	/	/	/
42	硫丹硫酸酯	0.020	84.0~107	94.4	9.4	94.4±18.8
		0.100	72.1~103	92.7	11.5	92.7±23.0
		0.200	90.8~103	/	/	/
43	溴螨酯	0.020	83.5~118	99.2	12.7	99.2±25.4
		0.100	85.9~106	96.6	8.1	96.6±16.2
		0.200	93.1~107	/	/	/
44	溴苯磷	0.020	84.0~108	95.1	10.4	95.1±20.8
		0.100	85.3~102	95.5	6.5	95.5±13.0
		0.200	92.7~109	/	/	/
45	苯硫磷	0.020	83.5~121	96.2	13.9	96.2±27.8
		0.100	85.3~103	96.4	6.9	96.4±13.8
		0.200	101~112	/	/	/

序号	化合物	加标浓度/ (mg/L)	加标回收率 范围/%	\bar{P} /%	$S_{\bar{P}}/%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/%$
46	吡唑硫磷	0.020	87.5~154	114	24.3	114±48.6
		0.100	95.0~113	104	7.0	104±14.0
		0.200	98.5~118	/	/	/
47	蝇毒磷	0.020	93.0~131	113	14.3	113±28.6
		0.100	101~114	105	5.0	105±10.0
		0.200	101~119	/	/	/