

附件 11

《水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法  
(征求意见稿)》

编制说明

《水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法》

标准编制组

二〇一八年五月

项目名称：水质 氯代除草剂测定 气相色谱法

项目统一编号：925

项目承担单位：环境保护部南京环境科学研究所

编制组主要成员：刘济宁、周林军、范德玲、汪贞、王蕾、古文、

石利利

标准所技术管理负责人：雷晶

环境监测司项目负责人：李江

# 目 录

1 项目背景.....	1
1.1 任务来源.....	1
1.2 工作过程.....	1
2 标准制定的必要性分析.....	2
2.1 氯代除草剂的环境危害.....	6
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	6
3 国内外相关分析方法研究.....	7
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	7
3.2 国内相关分析方法研究.....	10
4 标准制修订的基本原则和技术路线.....	12
4.1 标准制修订的基本原则.....	12
4.2 标准制定的技术路线.....	12
5 方法研究报告.....	13
5.1 方法研究的目标.....	13
5.2 方法原理.....	14
5.3 关于标准内容的说明.....	14
5.4 样品的采集和保存.....	21
5.5 色谱参数的设置和优化.....	22
5.6 结果的计算和表述.....	22
5.7 检出限和测定下限.....	22
5.8 精密度与准确度.....	24
5.9 质量保证和质量控制.....	31
5.10 废物处理.....	32
6 方法验证.....	32
6.1 验证单位及参加验证人员情况.....	32
6.2 方法验证方案.....	32
6.3 方法验证过程.....	33
7 征求意见稿技术审查会专家意见及修改说明.....	33
8 参考文献.....	34
附一： 方法验证报告.....	37

# 《水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法》

## 编制说明

### 1 项目背景

#### 1.1 任务来源

2008年1月，原国家环境保护总局公布了《关于下达2008年国家环境保护标准制修订项目计划的通知》（环办函〔2008〕44号），总局科技标准司下达了《水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法》的国家环保标准制修订计划，项目统一编号925，项目承担单位是环境保护部南京环境科学研究所。

#### 1.2 工作过程

##### 1.2.1 准备工作

2008年1月，任务下达后，环境保护部南京环境科学研究所组织相关人员成立了标准编制组，开展相关调研及研究工作，拟定标准方法制订的基本原则和技术路线，其工作过程主要包括文献查找及阅读（包括ISO、EPA、ASTM等），了解其背景条件及环境危害，制定试验方案，进行实验室试验研究，对试验结果分析及讨论。确定了标准方法的各项特性参数，同时编写标准开题报告和标准草案。

##### 1.2.2 开题论证

2010年6月，环保部科技标准司组织召开了标准开题论证会，并且通过了开题论证。经开题论证会专家组讨论，建议按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（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；参照EPA8151A适当增加氯代除草剂的种类；优化样品保存、样品提取、衍生和分析测试条件；细化质量保证与质量保证措施，包括全程序空白试验的频次和控制指标，全程序平行样品的频次和控制指标，空白加标和基体加标的控制指标，定性分析可靠性的要求，定量校准的控制，气相色谱性能检查等；补充干扰与消除条款；验证试验以代表性的样品基体加标为主。

##### 1.2.3 征求意见稿编制

根据开题论证会专家组的会议纪要，编制组开展了相关试验，依据试验方案，组织江苏省环境监测中心、上海市环境监测中心、南京市环境监测中心站、常州市环境监测中心站、江阴市环境监测站和张家港市环境监测站等六家实验室进行了方法验证工作，在此基础上编写完成了标准征求意见稿及编制说明。

征求意见稿编制完成后，咨询了两位专家，并给予以下主要意见：删除固相萃取方法，仅保留液液萃取方法；在工作曲线绘制部分，增加校准系列的制备方法；液液萃取时，减少二氯甲烷用量；液液萃取后，建议将无水硫酸钠直接加到萃取液中脱水；测定对象中删除灭草松。项目组已经按照函审专家意见进行了逐一修改。

2017年6月，科技司组织召开了征求意见稿技术审查会，六位专家审查了征求意见稿和编制说明，建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

1、编制说明中补充目标化合物的确定依据，进一步确认方法检出限，补充质量保证和质量控制的确定依据；

2、标准文本中增加《近岸海域环境监测技术规范》（HJ442）的规范性引用文件，样品中增加空白试样的制备，修改有效位数；

3、按 HJ168、HJ565 的要求对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

#### 1.2.4 方法验证

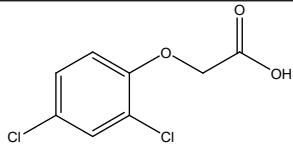
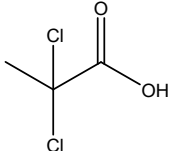
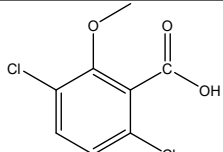
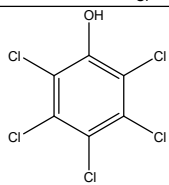
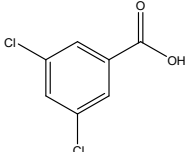
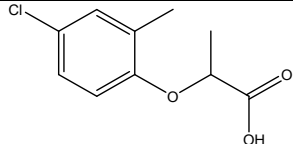
组织六家实验室进行标准的方法验证，编写方法验证报告。

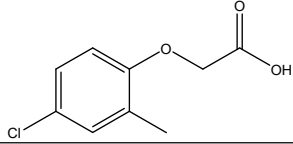
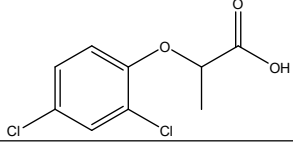
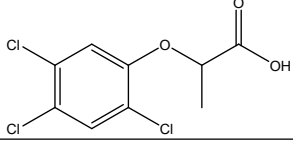
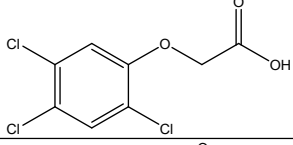
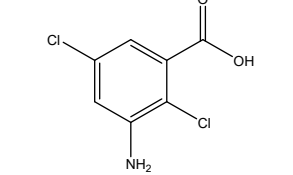
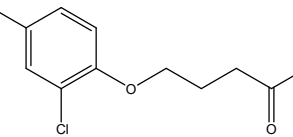
## 2 标准制定的必要性分析

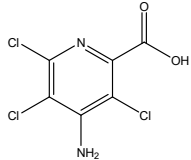
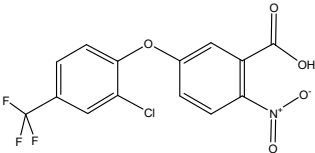
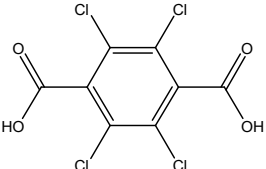
氯代除草剂多含有羟基和羧基，有一定的水溶解性，熔沸点较高，不易气化。氯代除草剂可分为苯甲酸类除草剂和苯氧羧酸类除草剂。

US EPA 515.4 和 8151A 方法共涉及 21 种化合物，其中灭草松、地乐酚和 4-硝基酚 3 种化合物不含氯，另有 3 种化合物（二氯喹啉酸、2,5-二氯-3-羟基-6-甲氧基苯甲酸及配糖酸代谢物（b））标样不易获得。因此本标准主要目标对象是其余的 15 种氯代除草剂，即 2,4-D、麦草畏、2-（3-氯-2 甲基苯氧基）丙酸、2-甲基-4-氯苯氧乙酸（简称 MCPA）、2,4-滴丙酸、2,4,5-涕丙酸、2,4,5-三氯苯氧乙酸、2,4-二氯苯氧丁酸、麦草畏、3,5-二氯苯甲酸、草灭平、毒莠定、四氯对苯二甲酸。各化合物的基本性质见表 1。

表 1 氯代除草剂类农药的基本性质

序号	中文名	英文名	结构式	CAS 号	水溶解度(mg/L)	熔点(°C)	沸点(°C)	蒸汽压 (Pa)
1	2,4-D	2,4-Dichlorophenxyacetic acid		94-75-7	890	137	160	53
2	茅草枯	2,2-Dichloropropionic acid		75-99-0	50000	166	202	20
3	麦草畏	Dicamba		1918-00-9	8310	114	329	0.5
4	五氯苯酚	Pentachlorophenol		87-86-5	20	187	309	0.436
5	3,5-二氯苯甲酸	3,5-Dichlorobenzoic acid		51-36-5	147	184	309	0.3
6	2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	MCPP		93-65-2	860	88	298	3.1×10 <sup>-4</sup>

序号	中文名	英文名	结构式	CAS 号	水溶解度(mg/L)	熔点(°C)	沸点(°C)	蒸汽压 (Pa)
7	2-甲基-4-氯苯氧乙酸	MCPA		94-74-6	825	137	160	$6.8 \times 10^{-3}$
8	2,4-滴丙酸	Dichlorprop		120-36-5	350	117	334	$5.6 \times 10^{-4}$
9	2,4,5-涕丙酸	2,4,5,-TP		93-72-1	200	175	353	$1.5 \times 10^{-2}$
10	2,4,5-三氯苯氧乙酸	2,4,5,-T		93-76-5	278	154	348	$9.2 \times 10^{-2}$
11	草灭平	Chloramben		133-90-4	700	200	312	$1.4 \times 10^{-1}$
12	2,4-二氯苯氧丁酸	2,4-DB		94-82-6	46	118	169	$7.1 \times 10^{-2}$

序号	中文名	英文名	结构式	CAS 号	水溶解度(mg/L)	熔点(°C)	沸点(°C)	蒸汽压 (Pa)
13	4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸 (毒莠定)	Picloram		1918-02-1	420	200	190°C 分解	$7.9 \times 10^{-7}$
14	三氟羧草醚	Acifluorfen		50594-66-6	120	150	235°C 分解	$1.3 \times 10^{-4}$
15	四氯对苯二甲酸	Chlorthal		2136-79-0	175	178	426	$2.6 \times 10^{-4}$



## 2.1 氯代除草剂的环境危害

我国在 50 年代中期开始这类除草剂的研究，1958 沈阳化工厂生产 2,4-D，开始了我国化学除草剂的生产历史。目前我国生产 2,4-D 原药的厂家有 7~8 家，年产超过 2 万吨，是全球产量较大的国家之一。3,5-二氯苯甲酸是一种优良的化工中间体，广泛应用于医药、农药、染料、杀菌剂等多种化学化工生产领域。近年来，随着化工技术的不断发展和进步，对该产品的需求量也逐年上升。其它氯代除草剂如五氯苯酚、毒莠定、麦草畏等在我国仍有较大的生产量。

五氯苯酚具有毒性高、持久性长、难降解等特点，在动植物体内的富集率高，能抑制生物代谢过程中氧化磷酸化作用，可导致动物肺、肝、肾脏以及神经系统的损伤。近年来，五氯苯酚还被鉴定为一种环境内分泌干扰物，在世界范围内造成土壤和水体的污染，已成为一种不可忽视的环境污染物。总体而言，氯代除草剂对环境生物具有毒性，其中五氯苯酚是剧毒物质，2,4-滴丙酸、2,4,5-涕丙酸、2,4,5-三氯苯氧乙酸是高毒物质。以 2,4-D 为代表的苯氧羧酸类除草剂具有潜在致突变性，内分泌效应，还能危害动物的肝脏和脑组织。

目前已经在所有的环境介质中检出氯代除草剂，氯代除草剂也是在水生环境及水生生物体内最常检出的化学物质。环境水体中氯代除草剂的主要来源有：（1）农药生产工厂的排放废水；（2）施用农药的植物和土壤，随雨水冲淋和渗透；（3）农药生产、加工过程的损失，如农药成品的挥发、废弃，以及烟雾、粉尘的排放等；（4）直接在水体中使用氯代除草剂，如我国曾大量将五氯酚钠用于杀灭钉螺以及在水产养殖业中杀灭杂鱼，并在长江中下游 11 个省（市）的稻田和池塘持续使用了几十年，因此五氯苯酚在环境中残留量相对较高，为所有氯代酚之首。

由于氯代除草剂对生态环境与人体健康的潜在危害极大，某些品种已被包括我国在内的许多国家列入环境优先监测污染物黑名单之中。为了更好的监测和分析氯代除草剂在水中的残留，迫切需要制定能够容易实现、方法准确率高的检测标准。

## 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

a) 中国现有环境质量和排放标准中，主要规定了挥发酚类、五氯苯酚和 2,4-D 的限值，如表 2 所示。尚未对其他氯代除草剂类化合物进行规定。目前正在征求意见的《有机氯类农药工业水污染物排放标准》未涉及氯代除草剂的排放标准。

表 2 我国相关质量标准中规定的限值

标准名称	标准限值
《农药工业水污染物排放标准》（征求意见稿）	挥发酚类 $\leq 0.5$ mg/L；2,4-D $\leq 0.3$ mg/L
《生活饮用水卫生标准》（GB5749-2006）	挥发酚类 $\leq 0.002$ mg/L；五氯酚 $\leq 0.009$ mg/L，2,4-滴 $\leq 0.03$ mg/L
《地表水环境质量标准》（GB3838-2002）	I 类水质标准：挥发酚类 $\leq 0.002$ mg/L；五氯酚 $\leq 0.009$ mg/L
《地下水质量标准》（GB/T 14848-93）	I 类水质标准：挥发酚类 $\leq 0.001$ mg/L
《城市供水水质标准》（GJ/T 206-2005）	挥发酚类 $\leq 0.002$ mg/L，氯酚 $\leq 0.010$ mg/L，五氯酚 $\leq 0.009$ mg/L；2,4-D $\leq 0.03$ mg/L

《海水水质标准》（GB3097-1997）	I 类水质标准：挥发酚类≤0.005 mg/L
《渔业水质标准》（GB11607-89）	挥发酚类≤0.005 mg/L；五氯酚钠≤0.01 mg/L
《土壤环境质量标准》（GB15618-1995）	挥发酚类≤0.005 mg/L
《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB18918-2002）	挥发酚≤0.002 mg/L，五氯酚≤0.01 mg/L，可吸附性有机卤化物≤10 μg/L
《农田灌溉水质标准》（GB5084-2005）	挥发酚≤1 mg/L
《污水综合排放标准》（GB8978-1996）	一级标准，挥发酚≤0.5 mg/L，五氯酚及五氯酚钠≤5 mg/L，可吸附性有机卤化物≤1 mg/L

#### b) 美国

饮用水一级标准：2,4-D≤0.07 mg/L，茅草枯≤0.2 mg/L，2,4,5-涕丙酸≤0.05 mg/L，五氯苯酚 0.001 mg/L。

地表水推荐标准：2,4-D≤1300 μg/L，2,4,5-涕丙酸≤100μg/L，五氯苯酚≤0.03μg/L。

#### c) 世界卫生组织饮用水标准

世界卫生组织（WHO）2011 年发布的饮用水水质标准（第四版）规定的氯代除草剂的标准限值如下：

2,4-D: 30μg/L

MCPA: 2μg/L

2,4-DB: 90μg/L

2,4-滴丙酸: 100μg/L

五氯苯酚: 9μg/L

2,4,5-T: 9μg/L

### 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

目前氯代除草剂的检测方法主要有：毛细管电泳-电喷雾负离子质谱法、高效液相色谱法、液相色谱-质谱法和气相色谱电子捕获检测器法。

氯代除草剂具有沸点高和强极性的特点，不易气化，无法直接进行气相色谱分析，部分氯代除草剂在 200℃左右还会发生分解。用气相色谱方法分析氯代除草剂时，都要对其进行柱前衍生化，常用的衍生化方法有：甲基衍生化法、乙基衍生化法、五氟卞基化法、热解乙醇化法，三甲基硅烷化。衍生化后，可将酸衍生为酯，将酚衍生为醚，使不易气化或热不稳定的物质衍生化为易气化或热稳定的适于气相色谱分析的物质。

美国 EPA 制定了氯代除草剂的检测标准，分别有 EPA 515.4、515.3 和 8151A 方法，详细介绍如下。

##### 3.1.1 EPA 8151A 方法

US EPA8151A 方法中，采用 GC-ECD 方法检测固体或者液体中的氯代除草剂。首先用乙酸乙酯为萃取剂，萃取出水中的氯代除草剂，使用重氮甲烷或五氟溴化苄（PFB）进行衍

生，最后用带有电子捕获检测器的气相色谱仪进行分离和检测。

a) 样品前处理

-将 1 L 水样加入到 2 L 分液漏斗中。加入 50  $\mu\text{L}$  浓度为 100 mg/L 的 2,4-二氯苯乙酸作为指示物质。

-加入 250 g NaCl，密闭后振荡溶解 NaCl。

-加入 17 ml 6 mol/L 的 NaOH 溶液，调节 pH=12，室温下静置 1h，期间周期性进行振摇。

-加入 60 ml 二氯甲烷萃取，重复一次，弃去二氯甲烷相。

-加入 17 ml 浓硫酸调节 pH 小于 2。

-分别用 120 ml、60 ml 乙醚，萃取 2 次。

-收集乙醚相，加入 10g 酸化无水硫酸钠，用力振荡，除去水份。

-旋转蒸发至干。用乙醚润洗后转移至试管。

-用氮气吹扫浓缩至 4 ml。

b) 衍生化过程

衍生化过程可以选择重氮甲烷衍生或五氟溴化苄衍生。

A: 重氮甲烷衍生化方法同 EPA 515.3 方法 (3.1.2 节)。

B: 五氟溴化苄衍生法:

-加入 30  $\mu\text{l}$  10%的  $\text{K}_2\text{CO}_3$  和 200  $\mu\text{l}$  浓度为 3%的五氟苄基溴的丙酮溶液。加塞后涡旋混合。60 $^\circ\text{C}$ 下衍生化反应 3h。

-氮吹浓缩反应液至 0.5 ml，用甲苯:正己烷 (1:6) 溶解至 2 ml。

-硅胶柱上加入 0.5 cm 高的无水硫酸钠，用 5 ml 正己烷润洗。将样品加入，过柱。用甲苯:正己烷 (1:6) 清洗杂质，弃去溶剂。

-用 8 ml 甲苯:正己烷 (9:1) 洗脱，用正己烷定容至 10 ml，待测。

c) 分析过程

进样口温度: 250  $^\circ\text{C}$ ，检测器温度 300 $^\circ\text{C}$ 。

柱箱升温程序: 初始温度 60 $^\circ\text{C}$ ，以 4  $^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率升至 300 $^\circ\text{C}$ 。

载气流速: 30 cm/s。

进样体积: 2  $\mu\text{l}$ ，不分流。

### 3.1.2 EPA 515.3 方法

EPA 515.3 方法中，采用 GC-ECD 方法，适用于测定饮用水、地表水、水源水及任何处于处理阶段的水中的氯代酸。该方法在碱性条件 (pH<2) 下进行水解，然后酸化后使用 4 ml 甲基叔丁基醚萃取。可选择 2 种衍生化方法，重氮甲烷甲基衍生化，或四甲基胺和碘化钾在碱性条件下酯化，衍生完成后，进入带有电子捕获检测器的气相色谱仪进行分离和检测。

a) 样品前处理

-将 40 ml 水样植入 60 ml 试管。

-加入 10  $\mu\text{l}$  指示标准物质 (100 mg/L 2,4-二氯苯基乙酸) 到水样中。

-向试管中加入 1 ml 4mol/L 的 NaOH 溶液，调节 pH=12，室温下静置 1h，期间周期性进行振摇。

-用浓硫酸调节 pH 小于 0.5。

-快速加入 2 g 五水硫酸铜，振荡至溶解。水相颜色变蓝，可与有机相进行区别。

-快速加入 16 g 硫酸钠，振摇 3~5 min 使其接近全部溶解。

-加入 4 ml MtBE，机器振摇 30 min（或人工振摇 2 min）。

-静置分层 5 min。

#### b) 衍生化过程

-产生重氮甲烷。

-移取有机萃取相至 10 ml 具塞试管，加入 0.1g 酸化硫酸钠，振摇，保证有机相干燥。

-用移液枪转移 3 ml 干燥的 MtBE 相至 15 ml 刻度离心管。

-加入 250  $\mu$ l 重氮甲烷溶液，酯化反应 30min。

-加入 0.1 g 硅胶去除未反应的重氮甲烷，继续静置 0.5 h。

-在巴斯德吸管中放置少量玻璃棉，在吸管中填装 2 英寸佛罗里硅土（准备甲基化分析物质的净化柱）。

-用填充有佛罗里硅土的巴斯德吸管吸取酯化溶液，转移至 5 ml 试管。

-取 1 ml 样品到自动进样小瓶。加入 10  $\mu$ l 内标物质（2.5 mg/L 的 4,4'-二溴八氟联苯的 MtBE 溶液）

-尽快分析样品。样品可在 4 $^{\circ}$ C 下保存 14 d。

#### c) 分析过程

DB-1701, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 $\mu$ m。进样口温度：200 $^{\circ}$ C，检测器温度 290 $^{\circ}$ C，不分流进样。

柱箱升温程序：初始温度 35 $^{\circ}$ C，保持 10 min，以 5  $^{\circ}$ C/min 的速率升至 150 $^{\circ}$ C，保持 10 min，以 4  $^{\circ}$ C/min 的速率升至 222  $^{\circ}$ C，保持 5 min，以 5  $^{\circ}$ C/min 的速率升至 260  $^{\circ}$ C，保持 6 min。

### 3.1.3 EPA 515.4 方法

EPA 515.4 方法，采用 GC-ECD 方法测定氯代除草剂残留。先在碱性条件（pH<2）下水解，使用正己烷-甲基叔丁基醚进行净化，然后在酸性条件下使用 4 ml 甲基叔丁基醚进行萃取，接着使用重氮甲烷衍生化，最后用带有电子捕获检测器的气相色谱仪分析。

#### a) 样品前处理

-将 40 ml 水样置入 60 ml 试管。

-加入 10  $\mu$ l 指示标准物质（100 mg/L 2,4-二氯苯基乙酸）到水样中。

-向试管中加入 1 ml 4 mol/L 的 NaOH 溶液，调节 pH=12，室温下静置 1 h，期间周期性进行振摇。

-加入 5 ml 正己烷: MtBE（90:10），剧烈摇晃 3 min，静置分层 5 min，除去上层正己烷/ MtBE。该步骤目的是清洗水样中的敌草索干扰。

-用浓硫酸调节 pH 小于 1。

-快速加入 2 g 五水硫酸铜，振荡至溶解。水相颜色变蓝，可与有机相进行区别。

-快速加入 16 g 硫酸钠，振摇使其接近全部溶解。

-加入 4 ml MtBE，振摇 3 min。

-静置分层 5 min。

#### b) 衍生化过程

- 产生重氮甲烷。
- 移取有机萃取相至 7 ml 具塞试管。加入 0.6 g 酸化硫酸钠，振摇，保证有机相干燥。
- 用巴斯德移液管将提取的样品转移至第 2 个 7 ml 具塞试管。
- 加入 250  $\mu$ l 重氮甲烷溶液，酯化反应 30 min。
- 加入 0.1 g 硅胶去除未反应的重氮甲烷。继续静置 0.5 h。
- 将提取的样品转移至自动进样小瓶。
- 尽快分析样品。样品可在 0 $^{\circ}$ C 下保存 21 d。

#### c) 分析过程

色谱柱：DB-5，40 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.20  $\mu$ m。进样口温度：200 $^{\circ}$ C，检测器温度 360 $^{\circ}$ C，进样体积 1  $\mu$ l，不分流进样。载气流速：50 ml/min。

柱箱升温程序：初始温度 45 $^{\circ}$ C，保持 10 min，以 4 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 80 $^{\circ}$ C，以 30  $^{\circ}$ C/min 的速率升至 280  $^{\circ}$ C，保持 2 min。

### 3.1.4 ISO 6468-1996

ISO 6468-1996 方法（水质 某些有机氯杀虫剂 多氯联苯、氯苯的测定 液液萃取气相色谱法）中，规定了有机氯杀虫剂，包括林丹、狄氏剂、环氧七氯、艾氏剂、甲氧滴滴涕、硫丹，以及氯苯、PCB 的测定。水样使用有机溶剂提取，浓缩后采用 GC-ECD 测定。

与本标准所测定的氯代除草剂不同，ISO 6468-1996 方法测定的是有机氯杀虫剂、氯苯、PCB，这些物质皆不含-OH 及-COOH，相对容易气化，无需衍生化处理即可直接进 GC-ECD 测定。因此 ISO 6468-1996 方法对氯代除草剂标准的制定参考意义不大。

## 3.2 国内相关分析方法研究

### 3.2.1 标准方法

目前国内五氯苯酚的检测标准主要有《气相色谱法测定水中氯代除草剂类化合物》（SL 495-2010）、《水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定—气相色谱法》（SC/T 3030-2006）和《水质 苯氧羧酸类除草剂的测定 液相色谱/串联质谱法》（HJ 770-2015）。

《水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定—气相色谱法》（SC/T 3030-2006）是在酸性条件下将样品中的五氯苯酚钠转化为五氯苯酚，用正己烷萃取，碳酸钾溶液反萃取，加入乙酸酐与五氯苯酚钠盐反应生成五氯苯乙酸酯，用带有电子捕获检测器的气相色谱仪进行分析测定，外标法定量。

《气相色谱法测定水中氯代除草剂类化合物》（SL 495-2010）规定了西玛津、阿特拉津、敌稗、乙草胺、2,4-D 丁酯、甲草胺、杀草丹、丙草胺、除草醚共 9 个氯代除草剂的测定方法。这 9 个除草剂与本标准中的氯代除草剂不同，因为不含羧基，容易气化，所以未衍生化，提取后直接进 ECD 检测器分析。

《水质 五氯酚的测定 气相色谱法》（HJ 591-2010）是在酸性条件下，将样品中的五氯酚盐转化为五氯酚，用正己烷萃取，再用碳酸钾溶液反萃取，使有机相中五氯酚转化为五氯酚盐进入碱性水溶液中。在碱性水溶液中加入乙酸酐与五氯酚盐进行衍生化反应，生成五

氯苯乙酸酯，经正己烷萃取后用具有电子捕获检测器的气相色谱仪进行测定。

《水质 苯氧羧酸类除草剂的测定 液相色谱/串联质谱法》(HJ 770-2015)将水中的苯氧羧酸类除草剂经直接进样或固相萃取柱富集，用液相色谱/串联质谱法分离检测。根据保留时间和特征离子峰定性，内标法定量。

### 3.2.2 文献方法

#### a) 气质方法 (李海燕, 2012)

张莉等 (2011) 将样品用二氯甲烷萃取后用 PFBBr 进行衍生，将衍生产物溶于正己烷后用极性硅胶柱进行净化，除去衍生过程中产生的副产物，然后使用气相色谱-负化学源质谱-选择离子扫描 (SIM) 测定。该方法对测定的 12 种氯代苯氧羧酸类除草剂的检出限均小于 10 ng/L，回收率在 66.0%~117.0% 之间，7 次平行测定结果的相对标准偏差不大于 9%。

左海英等 (2011) 采用乙醚萃取-甲醇衍生-气相色谱-质谱-分段选择离子扫描测定环境水体中 8 种氯代苯氧羧酸类除草剂，衍生化甲醇用量为 1 ml，衍生时间为 60 min，8 种除草剂的回收率为 82.1%~117%，相对标准偏差不大于 7.68%。

匡科等 (2008) 建立了气相色谱-负化学源质谱法 (GC-NCI MS) 测定水中 2-甲-4-氯 (MCPA) 和 2,4-D 的方法，水样经过 Oasis HLB 柱萃取后，进行 PFBBr 衍生，MCPA 和 2,4-D 的检出限分别为 0.60 ng/L 和 0.45 ng/L，回收率在 82%~135% 范围内，相对标准偏差为 1.3%~9.3%。

桂建业等 (2010) 采用固相萃取-气相色谱-负化学源质谱法检测水中酸性除草剂，同时研究表明 Merk LiChrolut EN (200 mg, 3 ml) 大容量小柱使 12 种氯代苯氧羧酸类除草剂的回收率在 88.4%~127.4% 之间。

Maloschik 等 (2010) 使用新型衍生方式，采用固相萃取-硅烷化氨基甲酸酯衍生-气相色谱质谱法测定氯代苯氧羧酸类除草剂，质谱条件为离子源-全扫描模式，方法的检出限为 5~100 ng/kg。

综上所述，文献报道的气相色谱萃取方法有二氯甲烷萃取，乙醚萃取，以及固相萃取方式；衍生方法有 PFBBr 衍生、甲醇衍生、硅烷化氨基甲酸酯衍生。

#### b) 液相方法 (李海燕, 2012)

李晋国等 (2011) 采用高效液相色谱法检测水源中 2,4-D，水样采用 C8 固相小柱萃取，其回收率在 96.4%~104% 之间。

赵伟等 (2009) 建立了以高效液相色谱法测定环境水中 2,4-D 的方法，检测波长为 282 nm，流动相的 pH 值为 4.0，以 SPE C18 分离，回收率大于 98%，最低检测限为 0.01 mg/L。

Tran 等 (2007) 采用 HPLC 测定农业用水中经常使用的极性除草剂，比较了液液萃取和固相萃取的萃取效率，使用 SDB-XC Empore<sup>TM</sup> 固相萃取膜片的萃取效率最好并且萃取时间最短，2,4-D 和 MCPA 的检出限为 0.3 μg/L，在 0.1~2.4 μg/L 添加浓度下回收率为 85%~115%。

谭丕功 (2013) 建立了测定水中 7 种氯代苯氧羧酸类除草剂的固相萃取—高效液相色谱方法。C18 固相萃取盘富集水样中待测物质，经乙腈洗脱后，氮吹浓缩，采用高效液相色谱，以甲醇和磷酸水溶液 (pH 值为 3) 为流动相，于 228 nm 处进行检测。七种除草剂在 0.04-100 mg/L 范围内，有良好的线性关系，方法检出限在 0.0035-0.0131 μg/L 之间。在 0.1 μg/L、1 μg/L

和 10 $\mu\text{g/L}$  三个浓度水平下, 样品加标回收率在 82.0%~94.4%, RSD 为 1.8%~6.5%。

#### c) 液相色谱-质谱方法 (李海燕, 2012)

与液相色谱的常规检测器 (紫外检测器、二极管阵列检测器) 相比较, 质谱检测器具有选择性好、灵敏度高、定性能力强, 并且简化了实验步骤, 减少了样品预处理过程。郑和辉等 (2009) 建立直接进样液相色谱质谱测定饮用水和水源水中的草甘膦、呋喃丹和 2,4-D 的分析方法, 将水样过滤膜后直接测定, 方法 2,4-D 的检出限为 0.4 ng/ml, 在 1 ng/ml 和 5 ng/ml 两个添加水平下回收率分别为 103%和 104%。Achille 等 (2011) 采用固相萃取-液相色谱-电喷雾电离质谱法测定河水中苯氧酸类杀虫剂, 大多数被测化合物的回收率在 83%~113% 之间, 相对标准偏差为 20%。

#### d) 其他方法

近年来国内外学者对其它检测方法也进行了研究。崔勇等 (2010) 采用离子色谱法对饮用水中 2,4-D 酸性除草剂进行同时测定, 方法使用 30 mmol/L KOH 为淋洗液、流速为 1.2 ml/min, 2,4-D 的检出限为 10  $\mu\text{g/L}$ , 在生活饮用水空白样品中添加 30、100 和 500  $\mu\text{g/L}$  3 个水平 2,4-D 标准溶液, 回收率为 95.4%~103%。

苏宇亮等 (2008) 研究了采用离子色谱法对饮用水中 2,4-D、草甘膦进行同时检测, 以 AS23 柱分离, 以 20 mmol/L NaOH 为淋洗液、流速为 1 ml/min、进样量 1 ml, 在电导检测的条件下, 方法检出限分别为 5.5  $\mu\text{g/L}$ , 5.1  $\mu\text{g/L}$ , 30.6  $\mu\text{g/L}$ , 加标回收率为 100.4%~105.7%, 相对标准偏差在 1.56%~2.23%(n=7) 之间。

余若祯等 (2006) 以 2,4-D-BSA 为包被抗原, 采用自行制备的 2,4-D 单克隆特异性抗体 6D11 建立了水中 2,4-D 的间接竞争 ELISA 检测方法, 竞争时间为 15 min, 测定 2,4-D 浓度为 0.5 mg/L、0.125 mg/L、0.03 mg/L 的加标样品, 回收率在 62%~133% 之间, 但平行样品测定结果之间的变异系数较大。

## 4 标准制修订的基本原则和技术路线

### 4.1 标准制修订的基本原则

本标准的编制原则是既参考国外最新的标准方法和检测技术, 又考虑国内现有监测机构的监测能力和实际情况。主要参考 EPA 515.4、515.3 及 8151A 方法, 重点优化或验证了萃取方法、衍生化方法、仪器和色谱条件、样品采集和保存关键过程。

### 4.2 标准制定的技术路线

通过查阅中国学术期刊网络出版总库、中国重要会议论文全文数据库, 检索了国际标准化组织、美国等标准分析方法, 确定我国水中氯代除草剂标准分析方法的总体思路。技术路线详见图 1。

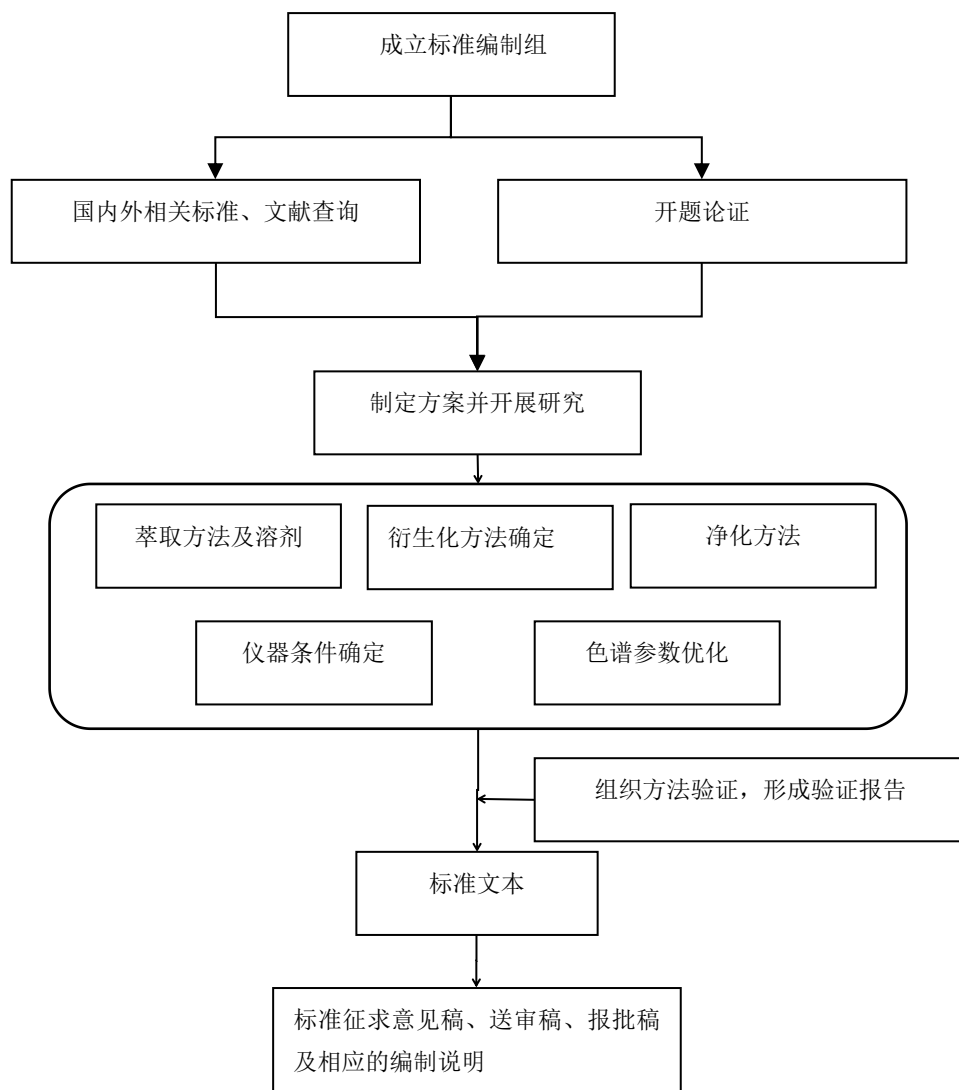


图 1 制订本标准的技术路线图

## 5 方法研究报告

### 5.1 方法研究的目标

#### 5.1.1 方法研究的目标

适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水、海水中茅草枯、3,5-二氯苯甲酸、2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸、麦草畏、2-甲基-4-氯苯氧乙酸、2,4-滴丙酸、2,4-D、2,4,5-三氯苯氧乙酸、五氯苯酚、2,4,5-涕丙酸、草灭平、2,4-二氯苯氧丁酸、4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸、三氟羧草醚、四氯对苯二甲酸共 15 种氯代除草剂的测定。

对国外已有的检测方法进行改进。EPA 515.3 等方法主要使用重氮甲烷甲基衍生化方法检测氯代除草剂。但是重氮甲烷毒性大，具有强烈的致癌性，且重氮甲烷易于爆炸，不易保存，需要实验室自行制备，制备过程中危险性也较大。因此本标准探索采用更加安全的五氟溴化苯衍生化方法。



通过本标准的制订，使检出限、测定下限、精密度、准确度等满足相关环境保护标准的规定。

### 5.1.2 拟达到的方法特性指标

方法检出限为 0.1 µg/L、测定下限为 0.4 µg/L、精密度<10%、回收率为 70%~130%。

### 5.2 方法原理

水样在 pH≤2 条件下，用二氯甲烷或固相萃取小柱萃取样品中氯代除草剂类化合物，萃取液经五氟苄基溴衍生化及硅胶柱净化后，经气相色谱分离、检测。根据保留时间定性，外标法定量。

### 5.3 关于标准内容的说明

#### 5.3.1 溶剂的选择

由于用带电子捕获检测器的气相色谱进行检测，要求溶剂不能含有电负性比较大的原子，EPA8151A 常用的溶剂为甲基叔丁基醚、乙醚和二氯甲烷，乙醚沸点较低，甲基叔丁基醚毒性大，使用不安全。甲基叔丁基醚和二氯甲烷作为提取溶剂时回收率结果见表 3。从表 3 可见，二氯甲烷作为提取溶剂时回收率可以达到 80%以上，因此提取溶剂确定为二氯甲烷。

表 3 不同提取溶剂的回收率结果

试样名称	提取溶剂 (%)	
	甲基叔丁基醚	二氯甲烷
2,4-D	90.4	89.6
茅草枯	89.5	92.4
麦草畏	93.4	87.8
五氯苯酚	86.8	86.9
3,5-二氯苯甲酸	84.9	94.2
2-(3-氯-2 甲基苯氧基)丙酸	92.6	91.5
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	85.8	85.7
2,4-滴丙酸	88.9	94.4
2,4,5-涕丙酸	87.9	92.6
2,4,5-三氯苯氧乙酸	95.6	87.8
草灭平	87.5	84.8
2,4-二氯苯氧丁酸	89.8	96.8
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	96.8	95.7
三氟羧草醚	94.3	86.9
四氯对苯二甲酸	84.2	99.1

#### 5.3.2 液液萃取方法衍生前净化

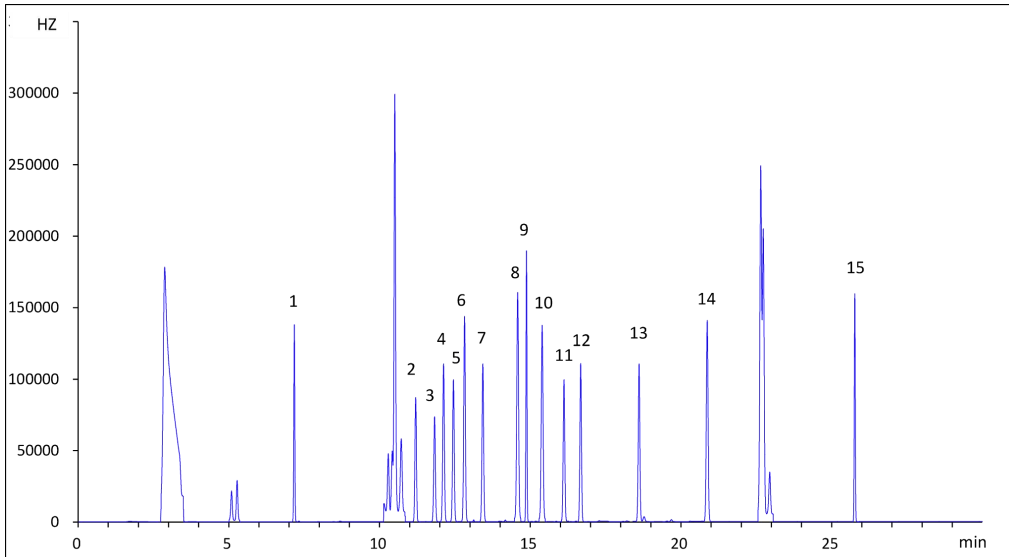
水样中可能含有有机杂质，在提取前需要对其进行净化。

选择液液萃取方法时，首先用 NaOH 溶液调节水样 pH≥12，使所有的氯代除草剂转化为相应的钠盐溶解于水中，因为钠盐不溶于有机溶剂，所以用 250 ml 二氯甲烷萃取水样中的有机杂质，之后弃去下层含杂质的有机相。注意此时萃取不应加入钠盐使其盐析，加入钠盐会降低氯代除草剂相应钠盐在水中的溶解度。

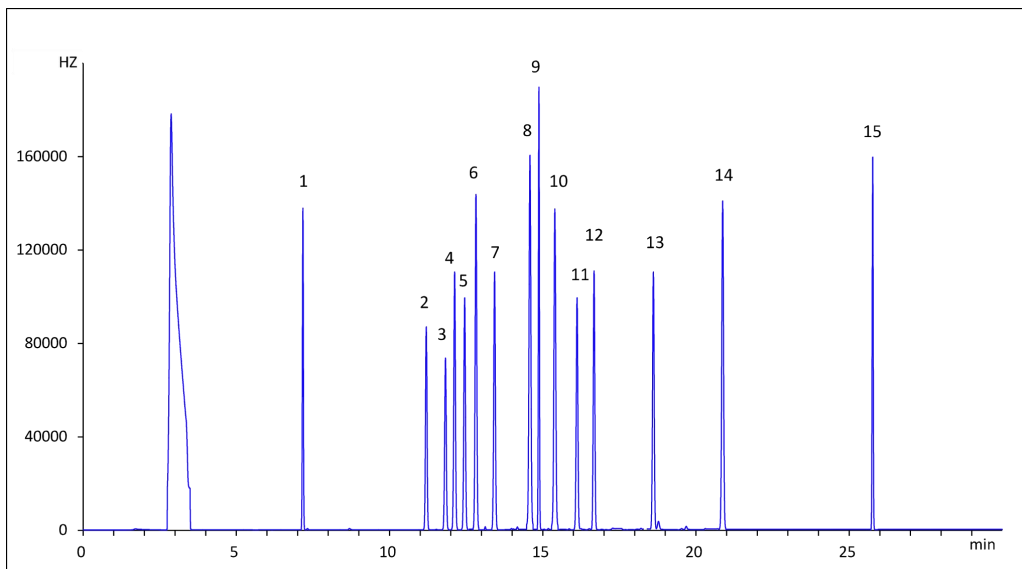
选择南京琵琶湖水样，开展衍生前净化效果实验。水样中加标浓度为 500 µg/L，1 份水样不进行衍生前净化，另 1 份水样进行衍生前净化，其它条件相同。结果见图 2，衍生前净化后，可以显著降低部分杂质的干扰（如 5 min、10.5 min、23 min 出峰杂质）。从回收率结果（见表 4）可知，衍生前净化步骤目标除草剂的回收率并无显著下降，且部分部分目标化合物回收率增加，说明此净化步骤不会使目标除草剂损失。

表 4 水样衍生前净化效果分析

试样名称	回收率 (%)	
	未净化	净化
2,4-D	85.9	95.1
茅草枯	85.0	105.0
麦草畏	88.7	96.4
五氯苯酚	82.5	89.6
3,5-二氯苯甲酸	80.7	89.5
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	88.0	96.9
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	81.5	81.4
2,4-滴丙酸	84.5	107
2,4,5-涕丙酸	76.5	88.0
2,4,5-三氯苯氧乙酸	90.8	83.4
草灭平	83.1	80.6
2,4-二氯苯氧丁酸	95.3	92.0
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	92.0	90.9
三氟羧草醚	89.6	104
四氯对苯二甲酸	80.0	94.1



未净化



净化后

- 1: 茅草枯; 2: 3,5-二氯苯甲酸; 3: 2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸; 4: 麦草畏; 5: 2-甲基-4-氯苯氧乙酸;  
6: 2,4-滴丙酸; 7: 2,4-D; 8: 2,4,5-三氯苯氧乙酸; 9: 五氯苯酚; 10: 2,4,5-涕丙酸; 11: 草灭平; 12: 2,4-二氯苯氧丁酸; 13: 4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸; 14: 三氟羧草醚; 15: 四氯对苯二甲酸

图 2 衍生前净化效果比较

### 5.3.3 衍生后净化

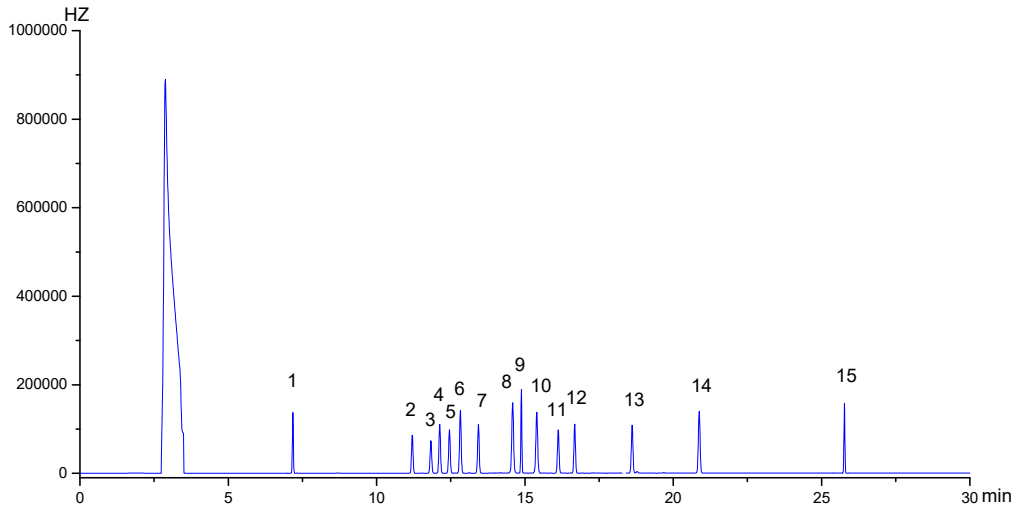
衍生完成后，由于水样存在过多的衍生化试剂五氟苄基溴，因此需要净化以除去多余的五氟苄基溴。EPA 8151A 方法中，衍生化净化方法为：

-氮吹浓缩反应液至 0.5 ml，用甲苯:正己烷（1:6）溶解至 2 ml。

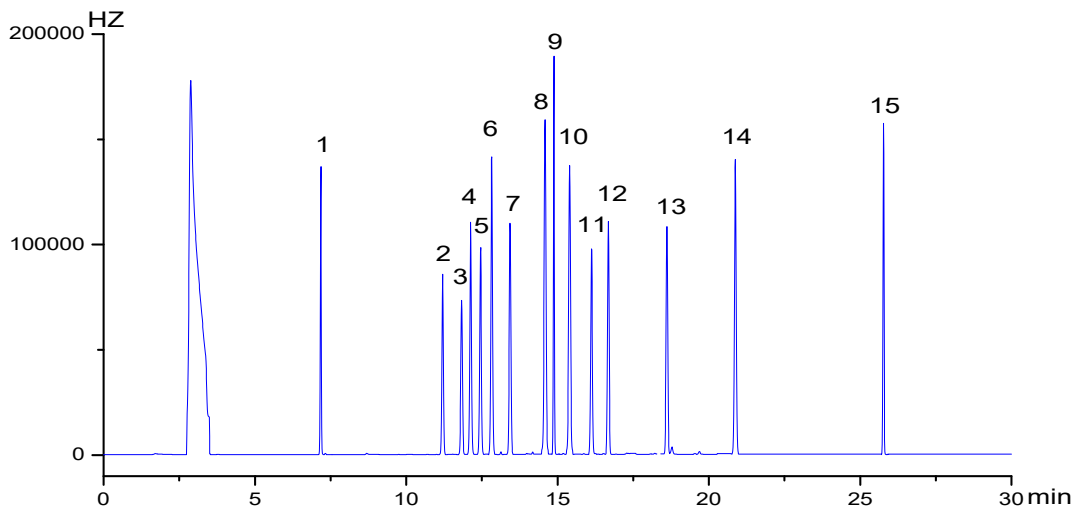
-硅胶柱上加入 0.5 cm 高的无水硫酸钠，用 5ml 正己烷润洗。将样品加入，过柱。用甲苯:正己烷（1:6）清洗杂质，弃去溶剂。

-用 8 ml 甲苯:正己烷 (9:1) 洗脱, 用正己烷定容至 10 ml, 待测。

衍生后净化效果色谱图见图 3。无衍生净化方法时, 在 3min 左右时, 会出现一个巨峰, 该峰应该为未反应完的五氟苯基溴。按照 EPA 8151A 方法所述衍生化净化方法, 对水样进行净化, 可以发现 3min 左右的峰显著减少。回收率结果见表 5, 可以看到衍生后的净化方法没有影响目标除草剂的回收率。



未净化



净化

1: 茅草枯; 2: 3,5-二氯苯甲酸; 3: 2-(3-氯-2 甲基苯氧基) 丙酸; 4: 麦草畏; 5: 2-甲基-4-氯苯氧乙酸; 6: 2,4-滴丙酸; 7: 2,4-D; 8: 2,4,5-三氯苯氧乙酸; 9: 五氯苯酚; 10: 2,4,5-涕丙酸; 11: 草灭平; 12: 2,4-二氯苯氧丁酸; 13: 4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸; 14: 三氟羧草醚; 15: 四氯对苯二甲酸

图 5 水样衍生后净化效果比较

表 5 水样衍生前净化和衍生后净化效果分析

试样名称	回收率 (%)	
	净化	未净化
2,4-D	93.7	91.0
茅草枯	90.6	91.6
麦草畏	92.9	97.9
五氯苯酚	91.0	88.1
3,5-二氯苯甲酸	98.8	92.0
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	89.6	93.3
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	92.3	90.9
2,4-滴丙酸	101	87.0
2,4,5-涕丙酸	91.0	98.8
2,4,5-三氯苯氧乙酸	88.3	90.0
草灭平	93.4	89.1
2,4-二氯苯氧丁酸	90.9	101.7
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	90.1	89.6
三氟羧草醚	97.9	93.5
四氯对苯二甲酸	94.1	89.0

#### 5.3.4 萃取方法的选择

萃取之前需要用浓硫酸调节水样的 pH<2, 使除草剂钠盐都转化为相应的酸或酚。该步骤不可缺少, 否则会使测定结果偏低。

由于氯代除草剂在水中含量一般较低, 同时在二氯甲烷中的溶解度又很高, 所以采用液液萃取的方式进行萃取。

项目同时研究了固相萃取方法。发现使用固相萃取方法处理工业废水时, 目标化合物萃取效率较低 (29.3%~85.7%), 结果如见表 6 所示。

因此, 选定液液萃取方法处理地表水、工业废水、海水和生活废水, 选定固相萃取方法处理地表水。

表 6 固相萃取和液液萃取处理工业废水效果比较

试样名称	回收率 (%)	
	固相萃取	液液萃取
2,4-D	56.2	89.2
茅草枯	84.4	89.8
麦草畏	85.7	95.9
五氯苯酚	74.6	86.3

试样名称	回收率 (%)	
	固相萃取	液液萃取
3,5-二氯苯甲酸	29.3	90.2
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	53.8	91.4
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	55.4	89.1
2,4-滴丙酸	60.6	85.3
2,4,5-涕丙酸	74.6	96.8
2,4,5-三氯苯氧乙酸	63.0	88.2
草灭平	66.0	87.3
2,4-二氯苯氧丁酸	54.5	99.7
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	64.1	87.8
三氟羧草醚	78.7	91.6
四氯对苯二甲酸	56.5	87.2

### 5.3.5 关于衍生化方法的选择

常用的衍生化方法有重氮甲烷甲基衍生化、四甲基胺酯化和五氟溴化苄衍生化。重氮甲烷衍生化方法很简便，不需要水浴加热，衍生化时间比较短，一般不生成副产物，虽然有时可观察到有聚亚甲基聚合物产生，但这种情况只要采用表面干净而平滑的反应容器就可以避免。同时重氮甲烷甲酯化反应的产率很高，几乎可以达到理论值，但是重氮甲烷毒性大，易于爆炸，安全性较差。

五氟苄基溴衍生化方法衍生效率也较高，衍生化条件易于控制。鉴于此，选择五氟苄基溴进行甲基衍生化，试验结果表明五氟苄基溴在 60℃ 水浴 3h 条件下，对氯代酸除草剂的衍生化效率可达到 90% 以上，结果见表 7。

表 7 加标水样中五氟苄基溴衍生化回收率

试样名称	提取溶剂 (%)		衍生方法 (%)	
	甲基叔丁基醚	二氯甲烷	重氮甲烷	五氟苄基溴
2,4-D	90.4	89.6	98.6	95.8
茅草枯	89.5	92.4	95.4	96.4
麦草畏	93.4	87.8	97.8	103
五氯苯酚	86.8	86.9	95.8	92.7
3,5-二氯苯甲酸	84.9	94.2	104	96.8
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	92.6	91.5	94.3	98.2
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	85.8	85.7	97.2	95.7
2,4-滴丙酸	88.9	94.4	106	91.6
2,4,5-涕丙酸	87.9	92.6	95.8	104

试样名称	提取溶剂 (%)		衍生方法 (%)	
	甲基叔丁基醚	二氯甲烷	重氮甲烷	五氟苄基溴
2,4,5-三氯苯氧乙酸	95.6	87.8	92.9	94.7
草灭平	87.5	84.8	98.3	93.8
2,4-二氯苯氧丁酸	89.8	96.8	95.7	107
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	96.8	95.7	94.8	94.3
三氟羧草醚	94.3	86.9	103	98.4
四氯对苯二甲酸	84.2	99.1	99.1	93.7

### 5.3.6 仪器条件的选择

EPA 方法 515.3、515.4、8151A 都推荐使用石英毛细管色谱柱，本标准也推荐使用石英毛细管色谱柱。所选择的色谱柱对氯代除草剂有良好的分离效果，并能判明它们的流出顺序，目前市售的适用于分离氯代除草剂的色谱柱较多，本方法为：

色谱柱：DB-5 长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ，固定相为（5%-苯基）-甲基聚硅氧烷。

进样口温度：250  $^{\circ}\text{C}$ ，不分流进样。

检测室温度：310 $^{\circ}\text{C}$ 。

柱箱温度：80 $^{\circ}\text{C}$ （2 min） $\rightarrow$ 30  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 170  $^{\circ}\text{C}$ （5 min） $\rightarrow$ 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 200  $^{\circ}\text{C}$ （2 min） $\rightarrow$ 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 230  $^{\circ}\text{C}$ （3 min） $\rightarrow$ 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 250  $^{\circ}\text{C}$ （3 min） $\rightarrow$ 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 280  $^{\circ}\text{C}$ （3 min） $\rightarrow$ 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 300  $^{\circ}\text{C}$ （2 min）。

载气流量：1.0 ml/min。

尾吹气流量：30 ml/min。

进样体积：1.0  $\mu\text{L}$ 。

在该条件下氯代除草剂均获得了较好的分离效果。

### 5.3.7 工作溶液的制备

配制的氯代除草剂标准溶液，应与样品在相同条件下衍生化处理。

线性范围：配制浓度依次为 1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、200  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、500  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1000  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、2000  $\mu\text{g}/\text{L}$  的氯代除草剂工作溶液系列，按方法的实验条件进样，以所得峰面积 A 对浓度 c（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）进行回归分析，结果表明线性范围在 10  $\mu\text{g}/\text{L}$ ~1000  $\mu\text{g}/\text{L}$  的标准溶液浓度范围内（见图 3），氯代除草剂浓度与响应值有良好的线性关系，以五氯苯酚为例，如下图（见图 4）。

当工作溶液取样量为 4ml 时，1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、200  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、500  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1000  $\mu\text{g}/\text{L}$  对应质量浓度分别为 0.004 mg、0.040 mg、0.40 mg、0.80 mg、2.00 mg。

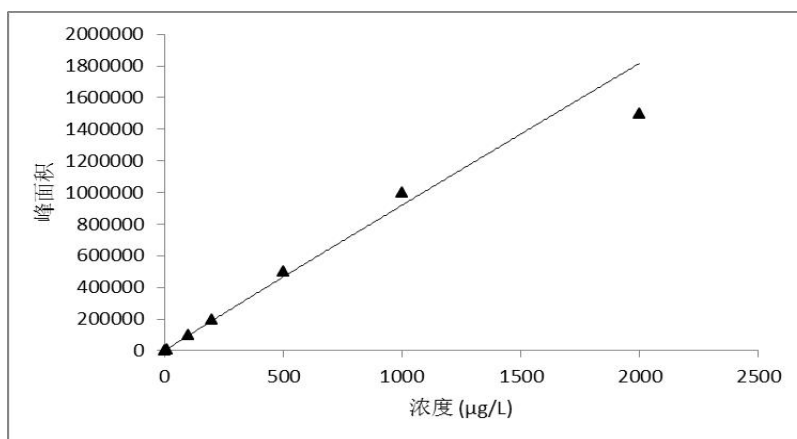


图4 五氯酚浓度与响应值关系

#### 5.4 样品的采集和保存

样品的采集和保存主要依据 ISO6468-1996 方法：用具有玻璃塞的棕色磨口瓶或具有聚四氟乙烯衬垫的棕色螺口玻璃瓶采集样品。样品采集后立即用盐酸溶液调节 pH 至 5~7.5, 4℃ 下保存, 7 d 内完成萃取。

样品的酸碱度对于有氯代除草剂类化合物的测定有至关重要的影响, 本标准编制组对比了酸性、中性、碱性条件下, 以及在各自条件下保存时间长短对加标回收率的影响, 结果见表 8, 试验结果表明: (1) 碱性条件下, 大部分目标化合物的回收率比中性和酸性条件下的回收率较大幅度降低, 并随着保存时间的延长, 回收率逐步降低; 特别是氯代酸类除草剂在碱性条件下回收率明显较低 (2) 中性条件下各目标化合物的加标回收率与酸性条件下的加标回收率大致相当。

表 8 不同 pH 对样品保存时间的影响 (回收率, %)

试样名称	pH=5			pH=7.5			pH=9		
	0 h	1d	7d	0 h	1d	7d	0 h	1d	7d
2,4-D	92.2	91.4	89.8	94.3	97.7	94.6	87.6	53.6	23.4
茅草枯	91.3	94.2	95.2	97.3	98.3	95.7	91.3	44.0	41.2
麦草畏	95.3	89.6	83.4	99.8	105	96.8	85.4	37.7	28.7
五氯苯酚	88.5	88.6	89.7	97.7	94.6	92.7	81.5	51.9	15.6
3,5-二氯苯甲酸	86.6	96.1	91.5	88.6	98.7	95.4	92.1	64.2	34.5
2-(3-氯-2 甲基苯氧基) 丙酸	94.5	93.3	87.6	96.2	100	96.7	85.4	25.0	8.67
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	87.5	87.4	89.5	99.1	97.6	101	89.3	53.6	12.3
2,4-滴丙酸	90.7	96.3	93.4	87.6	93.4	87.6	80.2	41.3	22.5
2,4,5-涕丙酸	89.7	94.5	92.5	97.7	106	94.6	78.3	58.2	8.96
2,4,5-三氯苯氧乙酸	97.5	89.6	86.8	94.8	96.6	98.2	90.2	33.0	1.45
草灭平	89.3	86.5	90.1	92.4	95.7	96.2	80.5	42.5	3.12
2,4-二氯苯氧丁酸	91.6	98.7	92.4	97.6	96.1	94.7	86.1	69.9	21.3



试样名称	pH=5			pH=7.5			pH=9		
	0 h	1d	7d	0 h	1d	7d	0 h	1d	7d
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	98.7	97.6	92.6	96.7	96.2	89.6	75.3	52.8	15.8
三氟羧草醚	96.2	88.6	92.3	94.6	102	101	80.5	25.1	2.67
四氯对苯二甲酸	85.9	101	93.5	87.6	95.6	92.3	86.9	52.5	5.89

## 5.5 色谱参数的设置和优化

本标准编制组在目标化合物确定以后，查阅了国内外已有的相关标准，并进行了色谱条件的拟定、摸索和优化试验。根据各种目标化合物自身的理化性质（主要包括：沸点、极性、溶解度等），选择合适的设备和色谱分析条件。

但由于各个实验室或分析机构的条件都不尽相同，在分析目标化合物时，不同品牌设备（例如：色谱柱、气相色谱仪、检测器等）的性能之间难免存在差异，因此，本标准中的色谱参数设置仅为推荐的条件，任何实验室或分析机构如果对色谱条件的适当修改，只要能够满足本标准的各项方法特性指标要求，应当可以被接受。

以上所述修改仅对于色谱条件的设定而言，使用本标准进行样品分析时，“样品的采集和保存、样品的制备”等其他方法内容应与本标准相一致。

## 5.6 结果的计算和表述

### 5.6.1 结果计算

水样中氯代除草剂类化合物的浓度 $\rho_i$  ( $\mu\text{g/L}$ ) 按照公式 (1) 进行计算：

$$\rho_i = \frac{m_i}{V} \quad (1)$$

式中： $\rho_i$ ——水样中组分  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$m_i$ ——从工作曲线上得到的组分  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g}$ ；

$V$ ——水样体积，1000 ml。

### 5.6.2 结果表示

当检测结果小于  $1 \mu\text{g/L}$  时，结果保留至小数点后 2 位；大于  $1 \mu\text{g/L}$  时，保留三位有效数字。

## 5.7 检出限和测定下限

实验室内对含有氯代除草剂类化合物浓度为  $0.10 \mu\text{g/L}$  的蒸馏水加标样品进行 7 次平行测定。方法检出限 (MDL) 和测定下限 (RQL) 结果见表 9 和表 10，其中 RQL 为 4 倍的 MDL。

表 9 方法检出限和测定下限（液液萃取）

试样名称	7次平行测定结果（ $\mu\text{g/L}$ ）							MDL ( $\mu\text{g/L}$ )	RQL ( $\mu\text{g/L}$ )
	1	2	3	4	5	6	7		
2,4-D	0.10	0.09	0.09	0.09	0.09	0.07	0.09	0.03	0.12
茅草枯	0.07	0.10	0.10	0.07	0.09	0.07	0.10	0.05	0.20
麦草畏	0.12	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.11	0.02	0.08
五氯苯酚	0.11	0.10	0.10	0.09	0.11	0.09	0.10	0.03	0.12
3,5-二氯苯甲酸	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.03	0.12
2-（3-氯-2 甲基苯氧基） 丙酸	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.02	0.08
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.09	0.10	0.11	0.10	0.10	0.03	0.12
2,4-滴丙酸	0.11	0.09	0.10	0.12	0.10	0.12	0.12	0.04	0.16
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.08	0.09	0.03	0.12
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.10	0.09	0.08	0.11	0.10	0.04	0.16
草灭平	0.10	0.10	0.09	0.11	0.09	0.09	0.11	0.03	0.12
2,4-二氯苯氧丁酸	0.09	0.11	0.10	0.08	0.09	0.11	0.09	0.04	0.16
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧 酸	0.11	0.10	0.11	0.10	0.09	0.11	0.10	0.03	0.12
三氟羧草醚	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.08	0.10	0.03	0.12
四氯对苯二甲酸	0.12	0.12	0.10	0.13	0.11	0.11	0.13	0.04	0.16

表 10 方法检出限和测定下限（固相萃取）

试样名称	7次平行测定结果（ $\text{ng/L}$ ）							MDL ( $\mu\text{g/L}$ )	RQL ( $\mu\text{g/L}$ )
	1	2	3	4	5	6	7		
2,4-D	0.10	0.07	0.06	0.11	0.09	0.10	0.10	0.06	0.24
茅草枯	0.10	0.08	0.07	0.09	0.09	0.07	0.10	0.04	0.16
麦草畏	0.10	0.11	0.08	0.08	0.07	0.07	0.09	0.05	0.20
五氯苯酚	0.07	0.10	0.08	0.09	0.09	0.07	0.11	0.05	0.20
3,5-二氯苯甲酸	0.09	0.08	0.09	0.06	0.06	0.10	0.11	0.06	0.24
2-（3-氯-2 甲基苯氧基） 丙酸	0.07	0.06	0.10	0.06	0.11	0.08	0.06	0.07	0.28
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.07	0.10	0.10	0.07	0.11	0.11	0.06	0.24
2,4-滴丙酸	0.08	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.11	0.05	0.20
2,4,5-涕丙酸	0.09	0.09	0.06	0.06	0.08	0.08	0.09	0.05	0.20
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.07	0.07	0.09	0.07	0.10	0.08	0.09	0.04	0.16

草灭平	0.06	0.09	0.07	0.07	0.10	0.10	0.06	0.06	0.24
2,4-二氯苯氧丁酸	0.09	0.10	0.09	0.08	0.08	0.10	0.08	0.03	0.12
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.07	0.10	0.07	0.09	0.09	0.07	0.07	0.05	0.20
三氟羧草醚	0.09	0.07	0.06	0.10	0.06	0.10	0.09	0.06	0.24
四氯对苯二甲酸	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.03	0.12

## 5.8 精密度与准确度

### 5.8.1 精密度

6家实验室对含浓度为 0.10 µg/L、0.25 µg/L 和 5.00 µg/L 的目标化合物的统一样品进行了测定，实验室内相对标准偏差( $RSD_i$ )，实验室间相对标准偏差( $RSD'$ )，重复性限( $r$ )，再现性限( $R$ )分别见表 11 和表 12。

表 11 精密度数据（液液萃取）

试样名称	浓度(µg/L)	$RSD_i$ (%)	$RSD'$ (%)	$r$ (µg/L)	$R$ (µg/L)
2,4-D	0.10	4.0~9.1	9.7	0.01	0.03
	0.25	2.1~5.9	4.2	0.01	0.03
	5.00	2.3~5.4	3.1	0.15	0.46
茅草枯	0.10	0~13	4.0	0.01	0.01
	0.25	1.6~7.7	4.1	0.02	0.03
	5.00	1.7~4.5	3.9	0.12	0.57
麦草畏	0.10	3.8~8.8	4.0	0.01	0.02
	0.25	2.2~7.2	4.1	0.01	0.03
	5.00	1.4~6.8	2.2	0.24	0.38
五氯苯酚	0.10	0~8.9	4.6	0.01	0.02
	0.25	2.3~7.5	2.1	0.01	0.02
	5.00	0.9~7.8	1.8	0.37	0.44
3,5-二氯苯甲酸	0.10	4.2~13	6.3	0.01	0.02
	0.25	2.2~8.9	3.3	0.01	0.02
	5.00	2.0~5.1	2.3	0.15	0.34
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	4.0~14	4.0	0.01	0.02
	0.25	1.6~4.2	3.9	0.01	0.03
	5.00	3.1~4.6	4.5	0.09	0.65
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	4.2~8.4	10.0	0.01	0.03
	0.25	2.0~5.0	2.1	0.00	0.01
	5.00	0.9~6.9	1.6	0.27	0.33
2,4-滴丙酸	0.10	5.3~11	8.4	0.00	0.02

试样名称	浓度( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i(\%)$	$RSD'(\%)$	$r(\mu\text{g/L})$	$R(\mu\text{g/L})$
	0.25	2.1~5.6	4.1	0.00	0.03
	5.00	2.7~5.5	4.3	0.13	0.58
2,4,5-涕丙酸	0.10	0~16	4.2	0.02	0.02
	0.25	3.0~9.5	4.8	0.01	0.03
	5.00	1.0~6.9	2.4	0.30	0.43
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0~14	4.2	0.01	0.02
	0.25	2.1~12	3.4	0.02	0.03
	5.00	1.0~4.4	1.8	0.16	0.29
草灭平	0.10	0~9.8	5.8	0.01	0.02
	0.25	1.8~6.9	4.6	0.02	0.03
	5.00	1.7~3.1	3.3	0.07	0.44
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0~8.9	4.0	0.01	0.02
	0.25	1.7~5.0	5.8	0.01	0.04
	5.00	0.9~2.8	1.9	0.07	0.27
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0~8.8	5.0	0.01	0.02
	0.25	3.0~4.1	4.7	0.00	0.03
	5.00	1.8~3.1	2.9	0.08	0.43
三氟羧草醚	0.10	3.4~8.1	6.2	0.01	0.02
	0.25	2.5~4.4	3.2	0.00	0.03
	5.00	1.0~3.7	2.1	0.13	0.37
四氯对苯二甲酸	0.10	0~5.3	3.4	0.01	0.02
	0.25	1.7~3.1	2.4	0.00	0.02
	5.00	1.3~3.9	2.5	0.16	0.45

表 12 精密度数据（固相萃取）

试样名称	浓度( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i(\%)$	$RSD'(\%)$	$r(\mu\text{g/L})$	$R(\mu\text{g/L})$
2,4-D	0.10	4.5~7.1	22	0.01	0.06
	0.25	3.5~6.7	19	0.01	0.15
	5.00	1.1~1.9	4.1	0.03	0.60
茅草枯	0.10	5.5~6.8	17	0.01	0.06
	0.25	5.7~9.2	17	0.01	0.11
	5.00	1.2~1.7	3.8	0.02	0.56
麦草畏	0.10	4.1~7.7	27	0.01	0.08
	0.25	3.1~8.4	18	0.01	0.12
	5.00	1.1~1.9	2.3	0.04	0.34

试样名称	浓度( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i(\%)$	$RSD'(\%)$	$r(\mu\text{g/L})$	$R(\mu\text{g/L})$
五氯苯酚	0.10	4.3~6.5	19	0.01	0.05
	0.25	3.5~9.0	17	0.01	0.13
	5.00	1.3~2.3	2.0	0.05	0.29
3,5-二氯苯甲酸	0.10	3.6~7.1	26	0.01	0.06
	0.25	5.9~7.4	17	0.01	0.12
	5.00	0.8~2.3	2.4	0.08	0.35
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	5.1~7.8	27	0.01	0.08
	0.25	4.5~7.1	20	0.01	0.13
	5.00	1.0~2.1	2.0	0.04	0.29
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	4.2~9.3	19	0.01	0.05
	0.25	2.5~8.7	16	0.01	0.10
	5.00	1.2~2.3	3.6	0.06	0.53
2,4-滴丙酸	0.10	2.7~8.5	23	0.01	0.06
	0.25	3.0~7.6	19	0.01	0.13
	5.00	0.9~2.1	2.2	0.05	0.33
2,4,5-涕丙酸	0.10	6.0~7.9	19	0.00	0.05
	0.25	4.3~7.5	14	0.01	0.10
	5.00	1.1~1.9	3.4	0.05	0.51
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	5.4~9.1	22	0.01	0.06
	0.25	3.9~7.0	19	0.01	0.13
	5.00	1.1~1.9	2.0	0.04	0.29
草灭平	0.10	3.5~8.5	6.7	0.01	0.02
	0.25	5.4~7.8	14	0.00	0.11
	5.00	1.0~1.5	1.8	0.03	0.26
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	4.6~8.1	30	0.01	0.08
	0.25	3.7~7.3	21	0.01	0.14
	5.00	1.1~2.0	2.9	0.04	0.43
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	4.0~9.9	24	0.01	0.07
	0.25	3.8~8.0	20	0.01	0.13
	5.00	1~2.2.0	2.3	0.05	0.35
三氟羧草醚	0.10	3.6~8.3	18	0.01	0.05
	0.25	5.3~8.5	27	0.01	0.18
	5.00	1.0~2.0	2.0	0.04	0.29
四氯对苯二甲酸	0.10	2.9~7.7	15	0.01	0.05
	0.25	3.8~8.9	14	0.02	0.10
	5.00	0.9~2.3	2.6	0.07	0.39

### 5.8.2 准确度

6家实验室分别使用液相萃取和固相萃取方法对氯代除草剂加标浓度为 0.10 μg/L、0.25 μg/L 和 5.00 μg/L 的相同地表水样品（采自南京市玄武湖）进行了 6 次平行测定。加标回收率范围和加标回收率最终值见表 13 和表 14。

6家实验室分别使用液相萃取方法对加标浓度为 0.05 μg/L、0.50 μg/L、9.00 μg/L 的生活污水（采自南京市城东污水处理厂进水口生活污水）、工业废水（采自南京红太阳集团南京第一农药厂废水处理车间入水口）和海水样品（采自江苏省连云港连岛镇海岸）进行了 6 次平行测定。加标回收率范围和加标回收率最终值见表 15。

表 13 实际样品加标回收率（玄武湖，液液萃取）

试样名称	浓度 (μg/L)	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
2,4-D	0.10	64.3~84.3	73.4±14.2
	0.25	76.0~91.8	84.7±13.3
	5.00	87.3~93.5	90.8±4.4
茅草枯	0.10	63.8~86.3	77.4±17.1
	0.25	78.3~97.6	84.8±14.1
	5.00	85.9~100	91.9±9.2
麦草畏	0.10	61.6~72.4	68.0±8.5
	0.25	77.0~88.1	82.4±8.8
	5.00	85.8~93.9	89.7±5.7
五氯苯酚	0.10	60.5~81.4	69.9±17.6
	0.25	78.8~102	87.3±16.6
	5.00	84.2~95.3	90.6±9.4
3,5-二氯苯甲酸	0.10	65.2~85.6	75.7±17.4
	0.25	81.1~94.3	88.9±9.9
	5.00	79.2~95.0	86.8±11.3
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	71.4~78.6	74.3±5.5
	0.25	77.5~86.1	81.8±7.3
	5.00	78.7~90.4	85.8±9.4
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	58.8~70.2	63.1±8.2
	0.25	76.2~91.8	85.3±12.1
	5.00	82.8~94.7	89.1±10.3
2,4-滴丙酸	0.10	59.8~86.8	71.6±19.4
	0.25	74.5~89.8	81.7±11.0
	5.00	83.4~90.1	86.6±4.9
2,4,5-涕丙酸	0.10	54.7~78.3	68.3±16.7
	0.25	75.6~99.9	86.3±17.2

	5.00	85.8~93.5	88.5±6.3
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	52.1~80.5	67.0±21.8
	0.25	72.3~93.6	86.6±16.9
	5.00	82.7~102	89.1±14.3
草灭平	0.10	60.4~75.7	69.4±13.1
	0.25	75.4~86.3	81.9±9.1
	5.00	85.1~94.7	89.4±6.7
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	57.7~79.9	70.6±14.4
	0.25	78.5~89.9	86.5±8.4
	5.00	81.8~91.4	87.8±6.5
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	60.9~88.3	73.4±21.9
	0.25	75.0~88.4	80.5±10
	5.00	85.8~98.0	91.0±9.7
三氟羧草醚	0.10	57.6~77.6	70.0±13.4
	0.25	75.2~94.6	85.5±13.4
	5.00	85.1~95.5	91.2±7.4
四氯对苯二甲酸	0.10	62.1~74.6	68.4±9.2
	0.25	77.8~89.0	83.8±8.1
	5.00	83.9~94.2	89.7±7.7

表 14 实际样品加标回收率（玄武湖，固相萃取）

试样名称	浓度 (µg/L)	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
2,4-D	0.10	70.8~85.4	77.8±12.2
	0.25	81.9~90.9	87.2±6.6
	5.00	87.6~94.5	90.8±5.7
茅草枯	0.10	73.2~83.2	79.2±8.9
	0.25	84.1~98.2	89.3±10
	5.00	83.8~89.4	86.7±4.3
麦草畏	0.10	72.8~84.2	78.2±7.3
	0.25	86.8~96.6	92.5±8.5
	5.00	83.3~91.5	87.6±6.8
五氯苯酚	0.10	76.9~91.8	82.4±10.2
	0.25	86.5~94.3	91.2±6.4
	5.00	85.6~92.5	89.3±5.4
3,5-二氯苯甲酸	0.10	70.1~85.8	79.5±10.6
	0.25	86.5~97.9	91.0±8.3
	5.00	86.1~93.8	89.4±6.1

2- (3-氯-2 甲基苯氧基) 丙酸	0.10	74.5~84.7	79.7±7.3
	0.25	87.3~93	90.5±4.4
	5.00	80.6~92.7	88.7±9.1
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	71.5~87.4	80.9±10.6
	0.25	78.6~97.7	89±14.1
	5.00	84~92.8	89.1±7.3
2,4-滴丙酸	0.10	74.5~83.9	79.6±7.3
	0.25	84.7~94.6	90.0±6.6
	5.00	86.3~92.1	89.7±4.1
2,4,5-涕丙酸	0.10	77.1~90.5	83.1±9.7
	0.25	81.0~102	90.5±15.9
	5.00	83.2~99.2	92.5±14.4
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	73.1~85.0	77.8±9.0
	0.25	84.5~95.6	89.6±9.5
	5.00	82.9~99.8	89.1±12.8
草灭平	0.10	73.2~84.9	79.9±8.8
	0.25	85.4~95.1	90.1±7.9
	5.00	85.9~102	92.5±10.6
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	75.1~83.7	78.1±6.3
	0.25	86.9~97.3	90.7±8.2
	5.00	85.0~95.7	91.4±7.8
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧 酸	0.10	74.5~83.9	79.2±6.3
	0.25	85.8~94.4	89.6±6.3
	5.00	84.5~96.5	89.2±8.1
三氟羧草醚	0.10	71.7~86.2	79.1±9.8
	0.25	86.4~102	90.4±11.7
	5.00	89.1~99.5	94.2±8.5
四氯对苯二甲酸	0.10	74.2~83.0	77.8±6.7
	0.25	85.9~92.4	89.6±4.9
	5.00	82.5~101	91.4±13.5

表 15 生活污水、工业废水和海水样品加标测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	生活污水 (%)		工业废水 (%)		海水样品 (%)	
		$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$
2,4-D	0.05	65.4~73.8	69.5±6.7	60.0~90.0	75.6±23.0	57.5~79.3	69.0±15.2
	0.50	75.4~87.9	81.9±8.5	56.0~85.3	71.7±21.9	77.9~95.5	87.9±13.8
	9.00	83.0~96.7	90.4±10.0	62.0~87.3	77.1±21.8	86.3~90.1	88.0±3.5



茅草枯	0.05	69.8~80.0	73.3±7.3	70.0~93.3	82.2±20.1	54.0~75.2	68.7±15.6
	0.50	78.6~92.1	85.1±8.8	59.0~86.3	71.0±21.5	75.6~87.5	83.3±9.0
	9.00	82.2~95.4	89.8±9.4	64.1~76.1	70.4±10.0	80.9~91.6	87.6±8.3
麦草畏	0.05	60.7~87.6	76.8±18.5	63.3~86.7	77.2±16.0	70.7~84.0	76.0±11.8
	0.50	75.3~89.4	83.2±9.7	62.3~88.7	76.1±20.8	75.2~99.4	89.9±16.1
	9.00	81.2~99.0	89.9±13.8	64.7~92.9	77.8±21.7	86.7~96.9	91.8±8.0
五氯苯酚	0.05	57.1~73.3	66.7±14	56.7~83.3	72.8±18.1	64.6~81.3	72.2±13.4
	0.50	74.9~92.3	85.7±13.8	57.3~92.0	75.3±28.7	74.8~89.8	83.3±11.1
	9.00	84.8~97.5	91.3±9.6	80.7~93.7	86.4±9.0	80.1~92.8	86.9±10.2
3,5-二氯苯甲酸	0.05	63.6~85.1	69.4±16.6	60.0~96.7	78.9±30.3	65.3~84.1	72.1±13.4
	0.50	77.0~87.8	82.5±9.2	70.3~81.3	75.4±7.4	78.5~94.1	84.1±12.6
	9.00	87.6~95.6	91.8±6.1	67.6~83.6	74.1±13.4	82.8~98.3	88.4±12.7
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	56.9~72.2	64.1±11.0	60.0~86.7	76.7±21.9	64.9~85.7	74.1±14.8
	0.50	70.2~98.5	83.1±20.3	62.3~89.3	71.2±21.9	79.5~97.4	84.6±13.6
	9.00	79.2~90.1	85.3±9.1	63.6~93.6	78.3±22.4	84.2~103	91.1±14.6
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	62.7~76.3	70.7±10.7	70.0~100	81.7±21.8	62.2~77.5	73.2±11.4
	0.50	81.1~88.9	85.0±7.9	57.3~82.0	71.1±16.7	79.0~93.0	85.2±9.4
	9.00	88.1~95.9	92.2±6.6	57.4~91.5	72.1±27.4	88.6~103	94.4±10.0
2,4-滴丙酸	0.05	61.1~74.0	67.3±10.9	60.0~80.0	67.2±17.6	46.9~68.3	59.7±14.5
	0.50	79.9~90.0	85.6±8.9	65.3~90.3	78.2±20.0	78.9~97.4	87.1±12.8
	9.00	82.9~94.7	89.8±8.0	67.9~96.0	80.0±22.4	85.1~97.1	90.6±9.9
2,4,5-涕丙酸	0.05	53.3~75.9	66.7±15.8	60.0~90.0	78.9±23.4	59.6~82.2	73.5±16.2
	0.50	86.4~93.4	90.8±4.8	65.0~95.3	77.3±21.1	68.4~85.2	78.9±12.5
	9.00	81.7~94.6	89.2±9.3	55.6~97.4	72.9±28.9	82.6~90.3	85.7±6.1
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	63.5~79.7	69.3±11.3	63.3~86.7	78.3±15.7	57.2~76.0	65.8±13.9
	0.50	72.9~90.8	83.8±14.6	59.7~83.0	70.4±22.1	79.8~91.4	84.6±8.5
	9.00	85.5~93.1	89.2±6.4	64.5~90.3	72.2±19.5	78.2~96.9	87.7±13.1
草灭平	0.05	51.0~76.2	66.5±18.0	56.7~86.7	73.9±24.7	60.3~90.1	71.8±21.1
	0.50	76.4~92.4	86.1±11.7	69.3~82.0	75.3±9.8	80.1~88.3	84.6±6.8
	9.00	84.9~99.0	90.3±11.0	58.8~79.6	70.4±15.7	84.1~96.2	89.9±10.4
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	67.6~76.9	72.1±7.3	60.0~100	80.6±26.8	59.2~84.6	69.1±21.5
	0.50	79.6~93.0	84.8±9.2	57.0~93.7	84.6±28.0	76.3~97.2	87.6±13.4
	9.00	83.1~97.5	88.6±11.1	71.1~104	82.6±25.0	87.4~97.2	89.9±7.7
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.05	53.3~74.0	64.7±17.9	60.0~90.0	76.1±23.3	69.1~77.8	72.2±7.2
	0.50	82.7~89.7	84.8±5.3	56.0~93.0	68.5±26.4	74.5~92.1	82.9±13.3
	9.00	81.9~97.0	86.7±10.9	61.2~92.1	72.9±24.3	81.6~95.5	89.7±12.6
三氟羧草醚	0.05	61.3~79.1	71.2±12.3	60.0~76.7	70.0±14.0	63.5~85.7	72.8±17.1

	0.50	77.0~89.6	83.0±8.8	57.0~89.0	72.0±25.5	77.9~100	86.3±15.7
	9.00	82.1~90.3	87.6±6.1	79.8~100	88.1±15.4	84.1~91.4	89.4±5.3
四氯对苯二甲酸	0.05	63.7~83.9	74.8±13.1	70.0~93.3	82.8±15.4	61.9~85.4	72.4±17.5
	0.50	77.0~95.5	86.8±14.3	57.3~98.0	76.3±31.0	76.0~94.9	84.0±13.0
	9.00	76.2~94.8	88.6±13.6	64.2~103	78.3±26.5	84.8~94.7	90.8±7.0

表 16 实际样品基体浓度

序号	试样名称	浓度 (µg/L)			
		地表水	生活污水	工业废水	海水
1	2,4-D	0.03	NA	NA	NA
2	茅草枯	0.07	NA	NA	NA
3	麦草畏	NA	NA	NA	NA
4	五氯苯酚	0.04	0.06	NA	NA
5	3,5-二氯苯甲酸	NA	NA	NA	NA
6	2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	NA	NA	NA	NA
7	2-甲基-4-氯苯氧乙酸	NA	NA	NA	NA
8	2,4-滴丙酸	NA	NA	NA	NA
9	2,4,5-涕丙酸	0.07	0.05	NA	NA
10	2,4,5-三氯苯氧乙酸	NA	NA	NA	NA
11	草灭平	NA	NA	NA	NA
12	2,4-二氯苯氧丁酸	NA	NA	NA	NA
13	4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸(毒莠定)	NA	NA	NA	NA
14	三氟羧草醚	NA	NA	NA	NA
15	四氯对苯二甲酸	NA	NA	NA	NA

## 5.9 质量保证和质量控制

本方法引用了 EPA8151A 方法的部分质量控制措施。

### 5.9.1 空白样品

每批样品至少分析 1 个全程序空白样，全程序空白测定值应低于检出限。

### 5.9.2 平行样品

每批样品应进行 10%的平行样品测定，平行样品相对偏差在 20%以内。

### 5.9.3 中间浓度检验

每 20 个样品加测 1 个中间浓度检验，中间浓度的测定值与曲线的值的相对偏差应小于 20%，否则应建立新的工作曲线。

20%的偏差参考自 EPA 8000 D 方法 11.7 节。

#### 5.9.4 基体加标

对目标化合物加标浓度为 0.10 µg/L、0.25 µg/L 和 5.00 µg/L 的地表水，使用液液萃取方法在 6 家实验室各进行 6 次平行测定，加标回收率为 63.1%~91.9%，使用固相萃取方法加标回收率为 77.8%~94.2%。对目标化合物加标浓度为 0.05 µg/L、0.50 µg/L 和 9.00 µg/L 的生活污水加标回收率为 64.1%~92.2%，工业废水加标回收率为 67.2%~88.1%，海水样品加标回收率为 59.7%~94.4%。

从比对结果可以看出加标回收率范围为 59.7%~94.4%。EPA 8000 D 方法 9.4.4 节规定回收率范围 70%~130%。

本标准结合两者后，规定为 60%~130%。

#### 5.9.5 定性分析

样品分析前，应建立保留时间窗口  $t \pm 3s$ 。t 为曲线各浓度级别标准物质的保留时间平均值，s 为曲线各浓度级别标准物质的保留时间的相对标准偏差。当样品分析时，待测物的保留时间应在保留时间窗口内。

保留时间窗口  $t \pm 3s$  参考自 EPA 8000 D 方法 11.6.4 节。

#### 5.9.6 工作曲线与校准

当仪器线性范围较窄时，可减少浓度点间隔，做不少于 5 个等间隔浓度点曲线；当仪器线性范围较宽时，可增加浓度点间隔，做不少于 5 个等间隔浓度点曲线。曲线的线性回归系数至少为 0.995。

回归系数取值 0.995 参考自 EPA 8000 D 方法 11.5.2.2 节。

#### 5.10 废物处理

实验过程中产生的大量废液，应放置于适当的密闭容器中保存，实验结束后，送有资质的单位处理。

### 6 方法验证

#### 6.1 验证单位及参加验证人员情况

具有实验室资质的 6 家实验室参加了方法验证：江苏省环境监测中心、上海市环境监测中心、南京市环境监测中心站、常州市环境监测中心站、江阴市环境监测站、张家港市环境监测站。

参加验证的实验室及人员基本情况、仪器使用情况及试剂使用情况，见附件一。

#### 6.2 方法验证方案

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的规定，组织六家有资质的实验室进行方法验证。根据影响方法的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，确定样品类型、含量水平、分析人员、分析设备、分析时间及重复测试次数等，验证单位按照要求完成方法验证报告。

a) 方法检出限、测定下限测试数据

六家实验室按照《水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法》中样品分析的全部步骤，对含有氯代除草剂类化合物浓度为 0.10 µg/L 的相同样品进行 7 次平行测定。方法检出限(MDL)和测定下限(RQL)的汇总见附表 4 和附表 5，其中 RQL 为 4 倍的 MDL。

#### b) 方法精密度测试数据

6 家实验室分别对氯代除草剂类化合物加标浓度为 0.10 µg/L、0.25 µg/L 和 0.50 µg/L 的相同样品进行了 6 次平行测定。实验室内相对标准偏差 ( $RSD_i$ )，实验室间相对标准偏差 ( $RSD'$ )，重复性限 ( $r$ )，再现性限 ( $R$ ) 分别见附表 6 至附表 17。

#### c) 方法准确度测试数据

6 家实验室分别使用液液萃取和固相萃取方法对氯代除草剂加标浓度为 0.10 µg/L、0.25 µg/L 和 5.00 µg/L 的相同地表水样品（采自南京市玄武湖）进行了 6 次平行测定，加标回收率范围和加标回收率最终值见附表 18 至附表 28。

6 家实验室使用液液萃取方法对加标浓度为 0.05 µg/L、0.50 µg/L、9.00 µg/L 的生活污水（采自南京市城东污水处理厂进水口生活污水）、工业废水（采自南京红太阳集团南京第一农药厂废水处理车间入水口）和海水样品（采自江苏省连云港连岛镇海岸）进行了 6 次平行测定。加标回收率范围和加标回收率最终值见附表 29 至附表 47。

方法检出限、精密度、准确度等结果均按照 HJ168-2010 的规定进行验证，验证结果符合方法特性的要求。

### 6.3 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。方法精密度和准确度统计结果能满足方法特性指标要求。具体验证结果详见附件一。

## 7 征求意见稿技术审查会专家意见及修改说明

2017 年 6 月，召开了本标准征求意见稿技术审查会，审查委员会听取了标准主编单位所作的标准方法研究报告和验证报告的内容介绍，经质询、讨论，形成如下审查意见：

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容较完整；
- 二、标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研；
- 三、标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容完善。

审查委员会通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

- 1、编制说明中补充目标化合物的确定依据，进一步确认方法检出限，补充质量保证和质量控制的确定依据；
- 2、标准文本中增加《近岸海域环境监测技术规范》(HJ442)的规范性引用文件，样品中增加空白试样的制备，修改有效位数；
- 3、按 HJ168、HJ565 的要求对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

审查会后，标准编制组对专家意见进行了认真讨论，对审查会提出的每条意见进行逐条认真修改。

## 8 参考文献

- [1] Cappiello A, Pierini E, Palma P. An SPE Method for the Concurrent Extraction of Organochlorine and Phenoxy Acidic Pesticides in River Water[J]. *Chromatographia*, 2011, 73(7-8): 691-699.
- [2] Farhadi K, Matin A A, Hashemi P. LC determination of trace amounts of phenoxyacetic acid herbicides in water after dispersive liquid-liquid microextraction [J]. *Chromatographia*, 2009, 69(1-2): 45-49.
- [3] HJ 591-2010. 水质 五氯酚的测定 气相色谱法[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2011.
- [4] Kim I S, Sasinos F I, Stephens R D, et al. Determination of Chlorinated Phenoxy Acid and Ester Herbicides in Soil and Water by Liquid Chromatography Particle Beam Mass Spectrometry and Ultraviolet Absorption Spectrophotometry[J]. *Anal. Chem.*, 1991, 63: 819-823.
- [5] Koesukwiwat U, Sanguankaew K, Leepipatpiboon N. Rapid determination of phenoxy acid residues in rice by modified QuEChERS extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2008, 626(1):10-20.
- [6] Maloschik E, Mörtl M, Székács A. Novel derivatisation technique for the determination of chlorophenoxy acid type herbicides by gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 2010, 397(2): 537-548.
- [7] Popov S A, Chumichkina Y A, Shapovalova E N, et al. Preconcentration of 2, 4-dichlorophenoxyacetic acid on molecularly imprinted polymers and its subsequent determination by high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Analytical Chemistry*, 2011, 66(1): 6-10.
- [8] SC/T3030-2006, 水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定 气相色谱法[S]. 中华人民共和国农业部, 2006.
- [9] Scheyer A, Briand O, Morville S, et al. Analysis of trace levels of pesticides in rainwater by SPME and GC-tandem mass spectrometry after derivatisation with PFFBr [J]. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 2007, 387(1): 359-368.
- [10] SL 495-2010. 气相色谱法测定水中氯代除草剂类化合物[S]. 北京: 中国水利水电出版社, 2010.
- [11] Tran A T K, Hyne R V, Doble P. Determination of commonly used polar herbicides in agricultural drainage waters in Australia by HPLC [J]. *Chemosphere*, 2007, 67(5): 944-953.
- [12] Tsai W C, Huang S D. Dispersive liquid-liquid-liquid microextraction combined with liquid chromatography for the determination of chlorophenoxy acid herbicides in aqueous samples [J]. *Journal of Chromatography A*, 2009, 1216(45): 7846-7850.
- [13] US EPA. National Primary Drinking Water Regulations[EB/OL]. <https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/table-regulated-drinking-water-contaminants>, 2016-09-07.
- [14] US EPA. National Recommended Water Quality Criteria for Surface Water[EB/OL].

<http://water.epa.gov/scitech/swguidance/standards/criteria/current/index.cfm>, 2016-09-07

- [15] USA EPA. Method 515.3. Determination of chlorinated acids in drinking water by liquid-liquid microextraction, derivatization, and fast gas chromatography with electron capture detection[S]. DIANE Publishing, 1996, 7.
- [16] USA EPA. Method 515.4. Determination of chlorinated acids in drinking water by liquid-liquid microextraction, derivatization, and fast gas chromatography with electron capture detection[S]. DIANE Publishing, 2000, 4.
- [17] USA EPA. Method 8000D. Determinative chromatographic separations [S]. USA EPA, 2014, 07.
- [18] USA EPA. Method 8151A. chlorinated herbicides by GC using methylation or pentafluorobenzoylation derivatization[S]. DIANE Publishing, 1996, 12.
- [19] World Health Organization. Guidelines for Drinking-water Quality[M]. Fourth edition. Geneva, WHO Press, 2011.
- [20] Xinbei Song and William L. Budde. Determination of chlorinated acid herbicides and related compounds in water by capillary electrophoresis–electrospray negative ion mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 1998, 829(1-2): 327-340.
- [21] 崔勇, 张冠英, 李青. 离子色谱法同时分析水中酸性除草剂灭草松和 2,4-滴[J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20(2):295-296.
- [22] 桂建业, 张莉, 刘继华,等. 固相萃取衍生气相色谱-负化学源质谱法检测水中酸性除草剂[J]. 分析化学, 2010, 38(8):1177-1181.
- [23] 胡笑彤. 从 2,4-D 的生产应用看苯氧羧酸类除草剂在我国的发展[R], 中国农药工业年鉴 2010 年卷, 2011, 48-50.
- [24] 匡华, 侯玉霞, 储晓刚, 等. 气相色谱-质谱法同时测定大豆中 14 种苯氧羧酸类除草剂 [J]. 分析化学, 2006, 34(12): 1733-1736.
- [25] 匡科, 赵建亮, 应光国, 等. 气相色谱-负化学源质谱法对水中 2-甲-4-氯和 2,4-滴的测定 [J]. 分析测试学报, 2008, 27(8):816-819.
- [26] 李海燕, 孙建华, 谭丕功. 水中氯代苯氧羧酸类除草剂测定方法的研究进展[J]. 化学分析计量, 2012, 21(4): 102-104
- [27] 李晋国, 余万青. 高效液相色谱法监测水源中 2,4-二氯苯氧乙酸的含量[J]. 光谱实验室, 2011, 28(1):348-351.
- [28] 刘娟, 朱昱, 齐宝坤, 等. 特丁二甲硅烷基衍生化气相色谱-质谱法检测尿中 4 种苯氧羧酸类除草剂[J]. 分析科学学报, 2010, 26(1): 47-50.
- [29] 农药工业水污染物排放标准 (征求意见稿) [S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2017
- [30] 苏宇亮, 吴杰, 方黎. 离子色谱法同时分析水中 2,4-滴、草甘膦和灭草松[J]. 净水技术, 2008, 27(3):51-52.
- [31] 王铭琪, 叶非. 苯氧羧酸类除草剂的研究与应用进展[J], 农药论坛, 2005, 1.
- [32] 余若祯, 何苗, 施汉昌, 等. 间接竞争 ELISA 方法测定水中 2,4-D 的研究[J]. 生态毒理学报, 2006, 1(1):88-92.

- [33] 张德明, 徐荣, 卢益新, 等. 气相色谱法同时检测水中九种卤乙酸和两种除草剂[J]. 净水技术, 2006, 25(2): 62-65.
- [34] 张莉, 桂建业, 张永涛, 等. 预衍生化-气相色谱-质谱法测定水中酸性除草剂[J]. 理化检验:化学分册, 2011(1):8-11.
- [35] 赵伟, 马玉坤. 高效液相色谱测定环境水中 2,4-二氯苯氧乙酸的方法研究[J]. 化学工程师, 2009, 23(3):27-28.
- [36] 郑和辉, 李洁, 魏建荣, 等. 液相色谱串联质谱法直接进样测定水中呋喃丹、草甘膦、灭草松和 2,4-滴[J]. 卫生研究, 2009, 38(3):302-303.
- [37] 周林军, 刘济宁, 石利利, 等. 液液微萃取-甲基衍生化/气相色谱法对水中氯代酸除草剂的测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(7): 829-833.
- [38] 周珊, 雒丽娜, 马腾蛟, 等. 气相色谱法测定饮用水及其源水中灭草松和 2,4-滴[J]. 分析实验室, 2007, 26(3):84-87.
- [39] 左海英, 张莉, 张永涛, 等. 甲醇衍生法测定环境水体中八种酸性除草剂[J]. 环境科学与技术, 2011, 34(1):105-108.

附件一：

## 方法验证报告

方法名称： 水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法

项目主编单位： 环境保护部南京环境科学研究所

验证单位： 江苏省环境监测中心、上海市环境监测中心、南京市环境监测中心站、常州市环境监测中心站、江阴市环境监测站、张家港市环境监测站

项目负责人及职称： 刘济宁 副研究员

通讯地址： 南京市蒋王庙 8 号      电话： 025-85287608

报告编写人及职称： 刘济宁 副研究员

报告日期： 2015 年 9 月 18 日



按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的规定,组织 6 家有资质的实验室进行方法验证。根据影响方法的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。

## 1 原始测试数据

### 1.1 实验室基本情况

参加验证的实验室及人员基本情况、仪器使用情况及试剂使用情况,见附表 1 至附表 3。

附表 1 参加验证人员登记表

序号	姓名	单位
1	胡冠九	江苏省环境监测中心
2	张祥志	江苏省环境监测中心
3	谢正	上海市环境监测中心
4	李冰清	上海市环境监测中心
5	杨丽莉	南京市环境监测中心站
6	母云峰	南京市环境监测中心站
7	戴玄吏	常州市环境监测中心站
8	李春玉	常州市环境监测中心站
9	李纪敏	江阴市环境监测站
10	张琦	江阴市环境监测站
11	颜惠	江阴市环境监测站
12	孙力	张家港市环境监测站
13	徐月芳	张家港市环境监测站

附表 2 使用仪器情况登记

序号	仪器名称	规格型号	性能状况
1	气相色谱仪	Agilent6890	良好
2	气相色谱仪	Agilent7890	良好
3	气相色谱仪	SHIMADZU GC-2010	良好
4	气相色谱仪	Varian CP3800	良好
5	气相色谱仪	Agilent6890	良好
6	气相色谱仪	Agilent6890	良好

附表 3 使用试剂及溶剂登记

序号	名称	生产厂家、规格	纯化处理方法
1	正己烷	农残级	无
2	二氯甲烷	农残级	无
3	丙酮	农残级	无
4	甲醇	农残级	无
5	盐酸	分析纯	无
6	浓硫酸	优级纯	无
7	碳酸钾	分析纯	无
8	五氟苯基溴	分析纯	无
9	氢氧化钠	分析纯	无
10	无水硫酸钠	分析纯	无

### 1.2 方法检出限、测定下限测试数据

六家实验室按照《水质 氯代除草剂的测定 气相色谱法》中样品分析的全部步骤，对含有氯代除草剂类化合物浓度为 0.10 µg/L 的相同样品进行 7 次平行测定。方法检出限(MDL)和测定下限(RQL)的汇总见附表 4 和附表 5，其中 RQL 为 4 倍的 MDL。

### 1.3 方法精密度测试数据

6 家实验室分别使用液液萃取和固相萃取方法对加标浓度为 0.10 µg/L、0.25 µg/L 和 5.00 µg/L 的氯代除草剂相同样品进行了 6 次平行测定。实验室内相对标准偏差( $RSD_i$ )，实验室间相对标准偏差( $RSD'$ )，重复性限( $r$ )，再现性限( $R$ )分别见附表 6 至附表 17。

### 1.4 方法准确度测试数据

6 家实验室分别使用液液萃取和固相萃取方法对氯代除草剂加标浓度为 0.10 µg/L、0.25 µg/L 和 5.00 µg/L 的相同地表水样品（采自南京市玄武湖）进行了 6 次平行测定，加标回收率范围和加标回收率最终值见附表 18 至附表 28。

对加标浓度为 0.05 µg/L、0.50 µg/L、9.00 µg/L 的生活污水（采自南京市城东污水处理厂进水口生活污水）、工业废水（采自南京红太阳集团南京第一农药厂废水处理车间入水口）和海水样品（采自江苏省连云港连岛镇海岸）进行了 6 次平行测定。加标回收率范围和加标回收率最终值见附表 29 至附表 47。

附表4 液液萃取方法检出限、测定下限 (µg/L)

试样名称	实验室	测定次数							$\bar{x}_i$	$S_i$	MDL	RQL
		1	2	3	4	5	6	7				
2,4-D	1	0.09	0.10	0.09	0.07	0.09	0.09	0.06	0.08	0.01	0.04	0.2
	2	0.12	0.11	0.13	0.08	0.10	0.12	0.07	0.11	0.02	0.07	0.3
	3	0.10	0.10	0.10	0.09	0.11	0.11	0.06	0.10	0.02	0.05	0.2
	4	0.10	0.10	0.10	0.08	0.11	0.10	0.08	0.10	0.01	0.03	0.1
	5	0.10	0.11	0.10	0.08	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	0.03	0.1
	6	0.10	0.11	0.10	0.08	0.10	0.10	0.07	0.09	0.02	0.05	0.2
茅草枯	1	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.07	0.10	0.01	0.03	0.1
	2	0.10	0.09	0.10	0.11	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	0.02	0.1
	3	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.01	0.03	0.1
	4	0.10	0.09	0.08	0.10	0.09	0.11	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
	5	0.10	0.10	0.10	0.07	0.10	0.09	0.09	0.09	0.01	0.03	0.1
	6	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.10	0.07	0.09	0.01	0.04	0.2
麦草畏	1	0.09	0.10	0.09	0.11	0.09	0.10	0.10	0.10	0.01	0.02	0.1
	2	0.10	0.09	0.10	0.07	0.10	0.10	0.08	0.09	0.01	0.04	0.2
	3	0.09	0.09	0.10	0.08	0.09	0.11	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
	4	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.09	0.11	0.01	0.02	0.1
	5	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.08	0.10	0.01	0.03	0.1
	6	0.10	0.10	0.10	0.06	0.10	0.09	0.06	0.09	0.02	0.06	0.2
五氯苯酚	1	0.11	0.11	0.11	0.07	0.11	0.11	0.10	0.10	0.02	0.05	0.2
	2	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.09	0.10	0.01	0.02	0.1
	3	0.11	0.11	0.11	0.06	0.10	0.10	0.08	0.10	0.02	0.06	0.2
	4	0.11	0.10	0.12	0.11	0.12	0.12	0.10	0.11	0.01	0.03	0.1
	5	0.12	0.12	0.11	0.07	0.12	0.12	0.07	0.10	0.02	0.07	0.3
	6	0.11	0.11	0.11	0.06	0.11	0.11	0.09	0.10	0.02	0.06	0.2
3,5-二氯苯甲酸	1	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.06	0.09	0.01	0.04	0.2
	2	0.12	0.11	0.10	0.07	0.10	0.08	0.08	0.09	0.02	0.06	0.2
	3	0.10	0.10	0.09	0.06	0.10	0.10	0.06	0.09	0.02	0.06	0.2
	4	0.10	0.09	0.10	0.08	0.10	0.09	0.09	0.09	0.01	0.02	0.1
	5	0.09	0.09	0.08	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.01	0.02	0.1
	6	0.11	0.11	0.10	0.07	0.11	0.10	0.08	0.10	0.01	0.05	0.2
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙	1	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.00	0.02	0.1
	2	0.10	0.09	0.12	0.09	0.10	0.08	0.10	0.10	0.01	0.04	0.2
	3	0.10	0.10	0.10	0.06	0.11	0.10	0.06	0.09	0.02	0.06	0.2
	4	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.11	0.10	0.10	0.01	0.02	0.1

	5	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.01	0.0
	6	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.00	0.01	0.0
2-甲基 -4-氯 苯氧乙 酸	1	0.09	0.08	0.08	0.09	0.08	0.09	0.09	0.09	0.01	0.02	0.1
	2	0.11	0.11	0.09	0.09	0.10	0.11	0.07	0.10	0.01	0.04	0.2
	3	0.09	0.10	0.09	0.07	0.10	0.09	0.06	0.09	0.01	0.05	0.2
	4	0.10	0.09	0.09	0.06	0.09	0.10	0.08	0.09	0.01	0.04	0.2
	5	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.00	0.01	0.0
	6	0.10	0.09	0.10	0.06	0.10	0.10	0.11	0.09	0.01	0.05	0.2
2,4-滴 丙酸	1	0.10	0.09	0.09	0.09	0.10	0.10	0.07	0.09	0.01	0.04	0.2
	2	0.07	0.08	0.09	0.06	0.08	0.08	0.07	0.08	0.01	0.03	0.1
	3	0.11	0.08	0.10	0.08	0.10	0.09	0.07	0.09	0.01	0.04	0.2
	4	0.10	0.08	0.10	0.09	0.10	0.09	0.07	0.09	0.01	0.04	0.2
	5	0.10	0.09	0.10	0.08	0.09	0.10	0.06	0.09	0.01	0.04	0.2
	6	0.10	0.10	0.09	0.08	0.09	0.09	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
2,4,5- 涕丙酸	1	0.09	0.08	0.10	0.07	0.10	0.12	0.09	0.09	0.02	0.05	0.2
	2	0.10	0.10	0.10	0.08	0.10	0.10	0.07	0.09	0.01	0.03	0.1
	3	0.09	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.09	0.09	0.00	0.02	0.1
	4	0.10	0.09	0.10	0.06	0.10	0.10	0.06	0.09	0.02	0.05	0.2
	5	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.00	0.01	0.0
	6	0.10	0.10	0.10	0.08	0.10	0.10	0.07	0.09	0.01	0.05	0.2
2,4,5- 三氯苯 氧乙酸	1	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.00	0.01	0.0
	2	0.10	0.10	0.09	0.08	0.10	0.10	0.09	0.09	0.01	0.02	0.1
	3	0.10	0.10	0.10	0.07	0.10	0.10	0.11	0.10	0.01	0.04	0.2
	4	0.07	0.10	0.07	0.08	0.09	0.09	0.11	0.09	0.01	0.05	0.2
	5	0.10	0.10	0.11	0.08	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	0.03	0.1
	6	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.08	0.10	0.01	0.03	0.1
草灭平	1	0.08	0.08	0.08	0.06	0.08	0.09	0.10	0.08	0.01	0.04	0.2
	2	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
	3	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.07	0.09	0.01	0.03	0.1
	4	0.09	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.08	0.09	0.01	0.02	0.1
	5	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.09	0.07	0.09	0.01	0.03	0.1
	6	0.10	0.10	0.10	0.07	0.10	0.10	0.09	0.09	0.01	0.04	0.2
2,4-二 氯苯氧 丁酸	1	0.10	0.09	0.11	0.07	0.10	0.11	0.09	0.10	0.01	0.05	0.2
	2	0.10	0.10	0.10	0.07	0.10	0.10	0.10	0.10	0.01	0.03	0.1
	3	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.07	0.09	0.01	0.03	0.1
	4	0.10	0.10	0.09	0.07	0.09	0.10	0.08	0.09	0.01	0.04	0.2
	5	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.07	0.10	0.01	0.03	0.1

	6	0.11	0.11	0.11	0.07	0.11	0.11	0.11	0.10	0.01	0.04	0.2
4-氨基 -3,5,6- 三氯吡 啶羧酸	1	0.11	0.11	0.11	0.09	0.11	0.11	0.08	0.10	0.01	0.04	0.2
	2	0.11	0.11	0.11	0.09	0.11	0.11	0.07	0.10	0.02	0.06	0.2
	3	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	0.02	0.1
	4	0.10	0.11	0.10	0.08	0.10	0.10	0.08	0.10	0.01	0.03	0.1
	5	0.09	0.11	0.09	0.06	0.09	0.10	0.07	0.09	0.02	0.05	0.2
	6	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.09	0.08	0.10	0.01	0.03	0.1
三氟羧 草醚	1	0.12	0.10	0.11	0.11	0.11	0.12	0.10	0.11	0.01	0.02	0.1
	2	0.11	0.12	0.12	0.09	0.11	0.12	0.07	0.11	0.02	0.06	0.2
	3	0.12	0.12	0.13	0.10	0.13	0.13	0.09	0.12	0.02	0.05	0.2
	4	0.12	0.12	0.12	0.06	0.13	0.12	0.09	0.11	0.02	0.07	0.3
	5	0.13	0.12	0.13	0.09	0.13	0.12	0.09	0.12	0.02	0.06	0.2
	6	0.12	0.12	0.12	0.08	0.11	0.12	0.10	0.11	0.02	0.05	0.2
四氯对 苯二甲 酸	1	0.13	0.12	0.12	0.09	0.11	0.12	0.07	0.11	0.02	0.07	0.3
	2	0.11	0.12	0.11	0.08	0.12	0.12	0.09	0.11	0.01	0.04	0.2
	3	0.12	0.12	0.12	0.08	0.12	0.12	0.10	0.11	0.01	0.04	0.2
	4	0.12	0.13	0.12	0.09	0.12	0.12	0.08	0.11	0.02	0.06	0.2
	5	0.12	0.13	0.12	0.11	0.12	0.13	0.08	0.11	0.02	0.06	0.2
	6	0.14	0.13	0.13	0.08	0.13	0.13	0.08	0.12	0.03	0.08	0.3

附表5 固相萃取方法检出限、测定下限 (μg/L)

试样名称	实验室	测定次数							$\bar{x}_i$	$S_i$	MDL	RQL
		1	2	3	4	5	6	7				
2,4-D	1	0.09	0.10	0.09	0.10	0.08	0.08	0.10	0.09	0.01	0.03	0.1
	2	0.08	0.09	0.07	0.10	0.06	0.08	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2
	3	0.08	0.07	0.09	0.07	0.08	0.09	0.06	0.08	0.01	0.03	0.1
	4	0.07	0.10	0.07	0.06	0.06	0.08	0.08	0.07	0.01	0.04	0.2
	5	0.10	0.08	0.10	0.09	0.09	0.09	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
	6	0.08	0.09	0.08	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.01	0.03	0.1
茅草枯	1	0.08	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.07	0.09	0.01	0.04	0.2
	2	0.07	0.08	0.09	0.09	0.09	0.08	0.07	0.08	0.01	0.03	0.1
	3	0.08	0.07	0.07	0.07	0.09	0.07	0.08	0.08	0.01	0.03	0.1
	4	0.07	0.07	0.10	0.07	0.09	0.10	0.10	0.09	0.02	0.05	0.2
	5	0.08	0.08	0.07	0.10	0.06	0.08	0.08	0.08	0.01	0.04	0.2
	6	0.09	0.08	0.10	0.06	0.07	0.09	0.10	0.08	0.02	0.05	0.2
麦草畏	1	0.07	0.10	0.07	0.09	0.10	0.09	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2

	2	0.07	0.07	0.09	0.08	0.10	0.08	0.08	0.08	0.01	0.03	0.1
	3	0.09	0.07	0.08	0.09	0.06	0.09	0.06	0.08	0.01	0.04	0.2
	4	0.09	0.10	0.09	0.09	0.08	0.08	0.07	0.08	0.01	0.03	0.1
	5	0.09	0.06	0.09	0.07	0.10	0.06	0.07	0.08	0.01	0.05	0.2
	6	0.09	0.10	0.09	0.07	0.07	0.07	0.09	0.08	0.01	0.04	0.2
五氯苯 酚	1	0.07	0.07	0.07	0.07	0.09	0.08	0.10	0.08	0.01	0.04	0.2
	2	0.07	0.10	0.09	0.07	0.07	0.06	0.10	0.08	0.01	0.04	0.2
	3	0.07	0.09	0.10	0.10	0.08	0.07	0.09	0.09	0.01	0.03	0.1
	4	0.09	0.07	0.10	0.10	0.06	0.10	0.10	0.09	0.02	0.06	0.2
	5	0.09	0.07	0.10	0.09	0.10	0.06	0.09	0.09	0.02	0.05	0.2
	6	0.09	0.08	0.10	0.07	0.09	0.09	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2
3,5-二 氯苯甲 酸	1	0.06	0.06	0.10	0.07	0.07	0.07	0.10	0.08	0.02	0.06	0.2
	2	0.08	0.06	0.06	0.09	0.10	0.10	0.07	0.08	0.02	0.05	0.2
	3	0.09	0.06	0.06	0.08	0.09	0.10	0.08	0.08	0.02	0.05	0.2
	4	0.07	0.10	0.07	0.09	0.10	0.09	0.06	0.08	0.02	0.05	0.2
	5	0.09	0.09	0.07	0.08	0.08	0.07	0.07	0.08	0.01	0.03	0.1
	6	0.08	0.10	0.08	0.09	0.10	0.10	0.08	0.09	0.01	0.04	0.2
2-(3- 氯-2 甲 基苯氧 基) 丙 酸	1	0.09	0.10	0.07	0.06	0.10	0.10	0.07	0.09	0.02	0.06	0.2
	2	0.10	0.07	0.07	0.06	0.09	0.10	0.07	0.08	0.02	0.05	0.2
	3	0.08	0.07	0.07	0.06	0.06	0.10	0.10	0.08	0.02	0.06	0.2
	4	0.06	0.08	0.08	0.10	0.10	0.08	0.08	0.08	0.01	0.04	0.2
	5	0.08	0.07	0.08	0.06	0.10	0.06	0.06	0.07	0.02	0.05	0.2
	6	0.09	0.09	0.10	0.09	0.08	0.09	0.06	0.09	0.01	0.04	0.2
2-甲基 -4-氯 苯氧乙 酸	1	0.09	0.08	0.09	0.08	0.10	0.08	0.10	0.09	0.01	0.04	0.2
	2	0.08	0.09	0.06	0.07	0.10	0.07	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2
	3	0.09	0.10	0.10	0.10	0.09	0.09	0.06	0.09	0.01	0.04	0.2
	4	0.10	0.08	0.09	0.08	0.09	0.08	0.06	0.08	0.01	0.04	0.2
	5	0.06	0.08	0.10	0.10	0.08	0.06	0.08	0.08	0.02	0.05	0.2
	6	0.08	0.09	0.07	0.09	0.08	0.09	0.09	0.08	0.01	0.03	0.1
2,4-滴 丙酸	1	0.10	0.09	0.07	0.10	0.08	0.10	0.10	0.09	0.01	0.04	0.2
	2	0.07	0.10	0.08	0.07	0.08	0.07	0.09	0.08	0.01	0.04	0.2
	3	0.08	0.07	0.10	0.07	0.10	0.10	0.08	0.09	0.01	0.04	0.2
	4	0.07	0.09	0.08	0.10	0.09	0.10	0.06	0.08	0.01	0.05	0.2
	5	0.06	0.06	0.09	0.09	0.09	0.10	0.07	0.08	0.02	0.05	0.2
	6	0.08	0.10	0.09	0.07	0.06	0.07	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2
2,4,5- 涕丙酸	1	0.06	0.08	0.08	0.08	0.10	0.09	0.10	0.09	0.01	0.04	0.2
	2	0.08	0.06	0.10	0.10	0.06	0.07	0.10	0.08	0.02	0.05	0.2

	3	0.09	0.10	0.08	0.08	0.10	0.10	0.06	0.09	0.01	0.04	0.2
	4	0.07	0.08	0.06	0.09	0.06	0.10	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2
	5	0.09	0.10	0.10	0.10	0.09	0.08	0.09	0.09	0.01	0.03	0.1
	6	0.10	0.08	0.08	0.06	0.09	0.08	0.10	0.08	0.01	0.04	0.2
2,4,5- 三氯苯 氧乙酸	1	0.07	0.09	0.10	0.06	0.06	0.06	0.10	0.08	0.02	0.05	0.2
	2	0.07	0.10	0.10	0.06	0.09	0.06	0.10	0.08	0.02	0.06	0.2
	3	0.10	0.07	0.09	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.01	0.04	0.2
	4	0.06	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.01	0.04	0.2
	5	0.08	0.10	0.09	0.08	0.08	0.07	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
	6	0.06	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.07	0.09	0.02	0.05	0.2
草灭平	1	0.07	0.10	0.10	0.06	0.06	0.10	0.09	0.08	0.02	0.06	0.2
	2	0.09	0.07	0.08	0.10	0.08	0.10	0.09	0.09	0.01	0.03	0.1
	3	0.08	0.09	0.10	0.09	0.10	0.09	0.08	0.09	0.01	0.03	0.1
	4	0.08	0.10	0.09	0.06	0.08	0.07	0.08	0.08	0.01	0.04	0.2
	5	0.07	0.09	0.08	0.07	0.08	0.08	0.07	0.08	0.01	0.03	0.1
	6	0.09	0.06	0.08	0.08	0.09	0.08	0.09	0.08	0.01	0.03	0.1
2,4-二 氯苯氧 丁酸	1	0.10	0.07	0.08	0.10	0.08	0.09	0.06	0.08	0.01	0.05	0.2
	2	0.08	0.07	0.07	0.09	0.07	0.07	0.08	0.08	0.01	0.03	0.1
	3	0.08	0.07	0.07	0.10	0.07	0.09	0.10	0.08	0.02	0.05	0.2
	4	0.08	0.06	0.10	0.07	0.06	0.08	0.10	0.08	0.02	0.06	0.2
	5	0.08	0.09	0.07	0.07	0.08	0.07	0.10	0.08	0.01	0.03	0.1
	6	0.07	0.07	0.09	0.09	0.10	0.07	0.08	0.08	0.01	0.03	0.1
4-氨基 -3,5,6- 三氯吡 啶羧酸	1	0.09	0.08	0.09	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.01	0.03	0.1
	2	0.10	0.07	0.10	0.09	0.10	0.08	0.08	0.09	0.01	0.04	0.2
	3	0.07	0.06	0.07	0.08	0.10	0.09	0.09	0.08	0.02	0.05	0.2
	4	0.10	0.08	0.07	0.08	0.10	0.06	0.09	0.08	0.01	0.04	0.2
	5	0.09	0.07	0.09	0.10	0.07	0.07	0.08	0.08	0.01	0.04	0.2
	6	0.08	0.08	0.08	0.09	0.07	0.09	0.10	0.08	0.01	0.04	0.2
三氟羧 草醚	1	0.07	0.08	0.06	0.08	0.10	0.08	0.08	0.08	0.01	0.03	0.1
	2	0.06	0.07	0.08	0.09	0.10	0.10	0.07	0.08	0.01	0.05	0.2
	3	0.07	0.09	0.08	0.09	0.06	0.06	0.10	0.08	0.02	0.05	0.2
	4	0.08	0.08	0.08	0.06	0.06	0.10	0.10	0.08	0.02	0.05	0.2
	5	0.07	0.08	0.09	0.10	0.07	0.07	0.06	0.08	0.01	0.05	0.2
	6	0.08	0.07	0.10	0.08	0.07	0.09	0.08	0.08	0.01	0.04	0.2
四氯对 苯二甲 酸	1	0.06	0.10	0.07	0.08	0.08	0.07	0.06	0.08	0.01	0.04	0.2
	2	0.09	0.09	0.09	0.08	0.07	0.09	0.07	0.08	0.01	0.03	0.1
	3	0.08	0.08	0.10	0.08	0.09	0.10	0.10	0.09	0.01	0.03	0.1

	4	0.07	0.10	0.07	0.07	0.06	0.10	0.08	0.08	0.01	0.04	0.2
	5	0.08	0.08	0.10	0.09	0.08	0.09	0.06	0.08	0.01	0.04	0.2
	6	0.10	0.10	0.08	0.07	0.10	0.09	0.09	0.09	0.01	0.04	0.2

附表 6 实验室一方法精密度测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.09	0.01	5.5
	0.25	0.28	0.27	0.28	0.28	0.29	0.27	0.28	0.01	2.7
	5.00	4.87	4.94	4.53	5.04	5.14	5.21	4.96	0.24	4.9
茅草枯	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.01	2.2
	5.00	5.08	5.23	5.20	5.27	5.10	4.81	5.12	0.17	3.3
麦草畏	0.10	0.09	0.10	0.09	0.11	0.09	0.10	0.10	0.01	8.4
	0.25	0.25	0.24	0.23	0.24	0.26	0.28	0.25	0.02	7.2
	5.00	4.78	5.55	4.89	5.01	4.62	5.27	5.02	0.34	6.8
五氯苯酚	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	0.0
	0.25	0.27	0.26	0.27	0.28	0.28	0.27	0.27	0.01	2.8
	5.00	5.27	5.30	5.01	5.21	5.26	5.47	5.25	0.15	2.8
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.23	0.24	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	0.01	2.2
	5.00	4.93	4.94	4.60	4.66	4.83	4.71	4.78	0.14	3.0
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.0
	0.25	0.26	0.24	0.26	0.25	0.25	0.25	0.25	0.01	3.0
	5.00	5.23	4.71	5.06	4.91	5.05	5.00	4.99	0.17	3.5
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.08	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.01	6.2
	0.25	0.23	0.24	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	0.01	2.2
	5.00	4.84	4.80	4.74	4.96	4.68	4.72	4.79	0.10	2.1
2,4-滴丙酸	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.22	0.22	0.22	0.21	0.22	0.21	0.22	0.01	2.4
	5.00	4.71	4.80	4.95	4.94	4.51	4.80	4.79	0.16	3.4
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.09	0.08	0.10	0.12	0.10	0.12	0.10	0.02	16
	0.25	0.24	0.21	0.22	0.26	0.24	0.27	0.24	0.02	9.5
	5.00	5.76	5.49	5.20	4.94	4.84	4.99	5.20	0.36	6.9
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.25	0.26	0.25	0.25	0.24	0.25	0.25	0.01	2.5



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	5.00	4.92	4.85	5.01	4.93	4.98	4.92	4.94	0.06	1.1
草灭平	0.10	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.09	0.09	0.01	9.8
	0.25	0.22	0.25	0.21	0.23	0.23	0.25	0.23	0.02	6.9
	5.00	4.80	4.85	4.72	4.93	4.77	4.72	4.80	0.08	1.7
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.10	0.09	0.11	0.09	0.10	0.11	0.10	0.01	8.9
	0.25	0.22	0.23	0.23	0.24	0.24	0.25	0.24	0.01	4.5
	5.00	4.83	4.97	5.00	4.86	4.99	5.02	4.95	0.08	1.6
4-氨基 -3,5,6-三氯 吡啶羧酸	0.10	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.00	3.7
	0.25	0.27	0.28	0.26	0.28	0.28	0.28	0.28	0.01	3.0
	5.00	5.10	5.31	5.31	5.11	5.33	5.21	5.23	0.10	2.0
三氟羧草醚	0.10	0.12	0.10	0.11	0.10	0.11	0.12	0.11	0.01	8.1
	0.25	0.29	0.31	0.31	0.30	0.30	0.29	0.30	0.01	3.0
	5.00	5.68	6.26	5.78	6.05	5.79	5.82	5.90	0.22	3.7
四氯对苯二 甲酸	0.10	0.13	0.12	0.12	0.12	0.11	0.12	0.12	0.01	5.3
	0.25	0.30	0.30	0.29	0.30	0.30	0.28	0.30	0.01	2.8
	5.00	5.90	6.14	6.01	6.11	6.19	6.15	6.08	0.11	1.8

附表 7 实验室二方法精密度测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.12	0.11	0.13	0.11	0.10	0.12	0.12	0.01	9.1
	0.25	0.25	0.26	0.25	0.24	0.24	0.24	0.25	0.01	3.3
	5.00	4.69	5.16	4.50	4.82	5.00	5.14	4.89	0.26	5.4
茅草枯	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.27	0.27	0.26	0.27	0.26	0.27	0.27	0.01	1.9
	5.00	5.15	4.83	4.82	5.40	5.00	4.89	5.02	0.23	4.5
麦草畏	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.25	0.24	0.26	0.27	0.26	0.26	0.26	0.01	4.0
	5.00	5.08	4.91	4.91	5.05	5.01	5.01	5.00	0.07	1.4
五氯苯酚	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	3.8
	0.25	0.26	0.27	0.26	0.25	0.25	0.25	0.26	0.01	3.2
	5.00	5.33	5.45	5.61	5.53	5.50	5.57	5.50	0.10	1.8
3,5-二氯苯 甲酸	0.10	0.12	0.11	0.10	0.11	0.10	0.08	0.10	0.01	13
	0.25	0.28	0.26	0.23	0.28	0.23	0.25	0.26	0.02	8.9

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	5.00	5.34	5.19	4.89	4.85	4.76	4.70	4.96	0.25	5.1
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.10	0.09	0.12	0.11	0.10	0.08	0.10	0.01	14.1
	0.25	0.25	0.24	0.24	0.24	0.23	0.26	0.24	0.01	4.2
	5.00	4.94	4.71	5.33	5.27	5.18	5.20	5.11	0.23	4.6
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.11	0.11	0.09	0.11	0.10	0.11	0.11	0.01	8.0
	0.25	0.25	0.25	0.23	0.24	0.23	0.26	0.24	0.01	5.0
	5.00	4.48	4.93	4.35	4.77	5.26	4.91	4.78	0.33	6.9
2,4-滴丙酸	0.10	0.07	0.08	0.09	0.08	0.08	0.08	0.08	0.01	7.9
	0.25	0.22	0.23	0.24	0.25	0.25	0.24	0.24	0.01	4.9
	5.00	4.45	4.26	4.49	4.51	4.23	4.43	4.40	0.12	2.7
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.00	4.0
	0.25	0.23	0.21	0.23	0.23	0.22	0.22	0.22	0.01	3.7
	5.00	5.11	4.99	5.00	5.06	5.10	5.07	5.06	0.05	1.0
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.24	0.25	0.24	0.24	0.25	0.24	0.24	0.01	2.1
	5.00	5.00	5.28	5.03	5.12	5.09	5.14	5.11	0.10	1.9
草灭平	0.10	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.23	0.23	0.23	0.23	0.24	0.23	0.23	0.00	1.8
	5.00	4.70	4.84	4.82	4.86	4.98	4.62	4.80	0.13	2.6
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.25	0.23	0.23	0.24	0.26	0.25	0.24	0.01	5.0
	5.00	4.98	4.99	4.73	4.91	4.91	4.80	4.89	0.10	2.1
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	0.0
	0.25	0.25	0.24	0.24	0.26	0.26	0.24	0.25	0.01	4.0
	5.00	5.15	5.60	5.33	5.40	5.37	5.57	5.40	0.17	3.1
三氟羧草醚	0.10	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.01	4.8
	0.25	0.32	0.31	0.32	0.33	0.33	0.33	0.32	0.01	2.5
	5.00	6.20	5.85	5.99	6.09	5.91	6.10	6.02	0.13	2.2
四氯对苯二甲酸	0.10	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	0.12	0.12	0.01	4.4
	0.25	0.31	0.30	0.31	0.31	0.30	0.31	0.31	0.01	1.7
	5.00	5.81	5.81	6.08	6.22	6.23	6.30	6.08	0.22	3.6

附表 8 实验室三方法精密度测试数据 (液液萃取)

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.10	0.01	5.0
	0.25	0.25	0.27	0.23	0.26	0.27	0.26	0.26	0.02	5.9
	5.00	4.94	5.20	5.39	5.05	4.84	5.10	5.09	0.19	3.8
茅草枯	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.00	3.8
	0.25	0.24	0.25	0.25	0.25	0.23	0.23	0.24	0.01	4.1
	5.00	5.52	5.61	5.68	5.46	5.69	5.50	5.58	0.10	1.7
麦草畏	0.10	0.09	0.09	0.10	0.09	0.09	0.11	0.10	0.01	8.8
	0.25	0.26	0.29	0.28	0.27	0.27	0.27	0.27	0.01	3.8
	5.00	4.98	5.10	5.12	5.10	4.81	5.10	5.04	0.12	2.4
五氯苯酚	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.01	4.8
	0.25	0.26	0.28	0.28	0.26	0.27	0.27	0.27	0.01	3.3
	5.00	5.47	5.40	5.43	5.45	5.33	5.38	5.41	0.05	0.9
3,5-二氯苯 甲酸	0.10	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.24	0.23	0.22	0.24	0.23	0.25	0.24	0.01	4.5
	5.00	5.10	5.30	5.33	5.05	5.05	4.71	5.09	0.22	4.4
2-(3-氯-2- 甲基苯氧 基)丙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.10	0.10	0.01	5.0
	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.26	0.25	0.00	1.6
	5.00	4.96	4.72	4.90	4.94	5.27	5.01	4.97	0.18	3.6
2-甲基-4- 氯苯氧乙 酸	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.24	0.25	0.25	0.24	0.24	0.23	0.24	0.01	3.1
	5.00	4.87	4.99	4.98	4.94	4.84	4.96	4.93	0.06	1.2
2,4-滴丙酸	0.10	0.11	0.08	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	10.7
	0.25	0.26	0.23	0.25	0.24	0.26	0.23	0.25	0.01	5.6
	5.00	4.80	4.83	5.20	4.53	5.21	5.13	4.95	0.27	5.5
2,4,5-涕丙 酸	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.00	4.5
	0.25	0.24	0.24	0.25	0.26	0.25	0.23	0.25	0.01	4.3
	5.00	4.82	4.90	4.90	4.80	4.86	4.69	4.83	0.08	1.6
2,4,5-三氯 苯氧乙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.22	0.24	0.24	0.23	0.23	0.23	0.23	0.01	3.2
	5.00	5.04	4.97	4.93	4.93	4.91	4.92	4.95	0.05	1.0
草灭平	0.10	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.25	0.22	0.24	0.23	0.23	0.24	0.24	0.01	4.5
	5.00	4.70	4.60	4.72	4.50	4.70	4.65	4.65	0.08	1.8

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.23	0.24	0.00	1.7
	5.00	5.20	5.04	4.90	5.00	4.90	4.97	5.00	0.11	2.2
4-氨基 -3,5,6-三氯 吡啶羧酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.26	0.25	0.26	0.24	0.27	0.25	0.26	0.01	4.1
	5.00	4.96	4.96	5.11	4.85	5.26	4.92	5.01	0.15	3.0
三氟羧草 醚	0.10	0.12	0.12	0.13	0.12	0.13	0.13	0.13	0.01	4.4
	0.25	0.31	0.30	0.33	0.30	0.32	0.31	0.31	0.01	3.8
	5.00	6.04	6.18	6.17	6.14	6.05	6.15	6.12	0.06	1.0
四氯对苯 二甲酸	0.10	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.00	0.0
	0.25	0.30	0.30	0.29	0.30	0.30	0.29	0.30	0.01	1.7
	5.00	6.10	6.19	6.08	6.20	6.30	6.15	6.17	0.08	1.3

附表 9 实验室四方法精密度测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.00	4.0
	0.25	0.26	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.25	0.01	3.0
	5.00	4.96	4.95	4.91	5.13	4.98	5.20	5.02	0.12	2.3
茅草枯	0.10	0.10	0.09	0.08	0.11	0.09	0.11	0.10	0.01	13
	0.25	0.24	0.27	0.29	0.25	0.25	0.24	0.26	0.02	7.7
	5.00	5.01	5.09	4.99	5.10	4.90	5.48	5.10	0.20	4.0
麦草畏	0.10	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.00	3.8
	0.25	0.25	0.24	0.25	0.23	0.23	0.24	0.24	0.01	3.7
	5.00	5.19	5.32	5.08	5.15	5.06	5.44	5.21	0.15	2.8
五氯苯酚	0.10	0.11	0.10	0.12	0.13	0.12	0.12	0.12	0.01	8.9
	0.25	0.23	0.26	0.29	0.26	0.27	0.27	0.26	0.02	7.5
	5.00	6.16	5.33	5.76	5.31	4.99	5.20	5.46	0.43	7.8
3,5-二氯苯 甲酸	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.25	0.01	2.2
	5.00	4.93	4.89	4.60	4.95	4.79	4.83	4.83	0.13	2.7
2-(3-氯-2 甲基苯氧 基)丙酸	0.10	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.01	5.0
	0.25	0.24	0.25	0.25	0.25	0.24	0.24	0.25	0.01	2.2
	5.00	4.92	5.08	5.49	4.88	5.27	5.00	5.11	0.23	4.6

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.10	0.10	0.09	0.09	0.11	0.09	0.10	0.10	0.01	8.4
	0.25	0.25	0.25	0.25	0.26	0.24	0.25	0.25	0.01	2.5
	5.00	4.88	4.99	4.90	4.88	4.88	4.94	4.91	0.04	0.9
2,4-滴丙酸	0.10	0.10	0.08	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	8.8
	0.25	0.25	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	0.01	2.1
	5.00	4.67	4.61	4.96	4.47	4.79	4.54	4.67	0.18	3.8
2,4,5-涕丙 酸	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.23	0.24	0.26	0.25	0.25	0.23	0.24	0.01	5.0
	5.00	5.01	4.97	5.08	5.01	5.00	4.91	5.00	0.06	1.1
2,4,5-三氯 苯氧乙酸	0.10	0.07	0.10	0.07	0.09	0.09	0.09	0.09	0.01	14
	0.25	0.27	0.21	0.27	0.21	0.25	0.26	0.25	0.03	12
	5.00	4.70	5.10	5.23	5.10	5.05	4.72	4.98	0.22	4.4
草灭平	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.00	4.5
	0.25	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	0.24	0.01	2.2
	5.00	4.87	4.76	4.87	4.51	4.60	4.77	4.73	0.15	3.1
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.10	0.10	0.09	0.11	0.09	0.10	0.10	0.01	7.7
	0.25	0.25	0.24	0.25	0.23	0.24	0.25	0.24	0.01	3.4
	5.00	4.88	4.90	5.04	5.00	5.04	4.96	4.97	0.07	1.4
4-氨基 -3,5,6-三氯 吡啶羧酸	0.10	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.01	6.3
	0.25	0.24	0.26	0.24	0.25	0.25	0.26	0.25	0.01	3.6
	5.00	4.91	5.10	5.17	4.94	5.22	4.92	5.04	0.14	2.7
三氟羧草醚	0.10	0.12	0.12	0.12	0.12	0.13	0.12	0.12	0.00	3.4
	0.25	0.30	0.32	0.32	0.34	0.33	0.31	0.32	0.01	4.4
	5.00	6.42	6.15	6.10	6.11	6.47	6.26	6.25	0.16	2.6
四氯对苯二 甲酸	0.10	0.12	0.13	0.12	0.13	0.12	0.12	0.12	0.01	4.2
	0.25	0.30	0.32	0.30	0.31	0.30	0.31	0.31	0.01	2.7
	5.00	6.35	6.08	6.18	6.00	6.20	5.91	6.12	0.16	2.6

附表 10 实验室五方法精密度测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.01	6.3
	0.25	0.25	0.25	0.26	0.26	0.25	0.26	0.26	0.01	2.1
	5.00	5.46	5.13	5.42	5.25	5.42	5.31	5.33	0.13	2.4
茅草枯	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.25	0.26	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.00	1.6
	5.00	5.29	4.99	4.85	5.43	5.07	5.03	5.11	0.21	4.1
麦草畏	0.10	0.09	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.25	0.25	0.24	0.27	0.25	0.24	0.25	0.01	4.4
	5.00	5.05	4.74	4.91	4.91	4.73	4.94	4.88	0.12	2.5
五氯苯酚	0.10	0.12	0.12	0.11	0.12	0.12	0.12	0.12	0.00	3.4
	0.25	0.27	0.27	0.27	0.26	0.27	0.28	0.27	0.01	2.3
	5.00	5.47	5.43	5.47	5.60	5.49	5.56	5.50	0.06	1.2
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.09	0.09	0.08	0.10	0.10	0.10	0.09	0.01	8.7
	0.25	0.25	0.24	0.25	0.26	0.26	0.26	0.25	0.01	3.2
	5.00	5.00	4.86	4.90	5.04	4.84	4.61	4.88	0.15	3.1
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.00	4.0
	0.25	0.25	0.26	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.00	1.6
	5.00	4.78	4.80	4.98	4.77	5.08	5.10	4.92	0.15	3.1
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.25	0.25	0.24	0.25	0.23	0.24	0.24	0.01	3.4
	5.00	4.70	4.72	4.74	4.82	4.63	4.81	4.74	0.07	1.5
2,4-滴丙酸	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.23	0.25	0.23	0.25	0.23	0.24	0.24	0.01	4.1
	5.00	5.13	4.62	4.79	5.05	4.80	4.76	4.86	0.19	4.0
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.25	0.23	0.26	0.24	0.27	0.25	0.25	0.01	5.7
	5.00	5.19	4.95	5.02	5.09	5.02	4.94	5.04	0.09	1.9
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.0
	0.25	0.24	0.25	0.25	0.25	0.26	0.24	0.25	0.01	3.0
	5.00	5.15	5.22	5.03	5.18	5.17	5.17	5.15	0.06	1.3
草灭平	0.10	0.10	0.09	0.09	0.09	0.10	0.09	0.09	0.01	5.5
	0.25	0.26	0.26	0.25	0.26	0.26	0.25	0.26	0.01	2.0
	5.00	5.05	5.30	5.03	5.13	4.99	4.95	5.08	0.13	2.5

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.23	0.25	0.24	0.25	0.25	0.25	0.25	0.01	3.4
	5.00	4.90	4.93	4.88	4.93	4.98	4.85	4.91	0.05	0.9
4-氨基 -3,5,6-三氯 吡啶羧酸	0.10	0.09	0.11	0.09	0.09	0.09	0.10	0.10	0.01	8.8
	0.25	0.25	0.25	0.24	0.23	0.25	0.25	0.25	0.01	3.4
	5.00	5.05	5.06	5.06	5.24	5.10	5.24	5.13	0.09	1.8
三氟羧草醚	0.10	0.13	0.12	0.13	0.13	0.13	0.12	0.13	0.01	4.1
	0.25	0.31	0.31	0.29	0.31	0.30	0.29	0.30	0.01	3.3
	5.00	5.90	6.18	6.23	5.92	6.04	5.96	6.04	0.14	2.3
四氯对苯二 甲酸	0.10	0.12	0.13	0.12	0.12	0.12	0.13	0.12	0.01	4.2
	0.25	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.30	0.31	0.01	2.6
	5.00	6.60	6.20	6.56	6.21	6.47	6.29	6.39	0.18	2.8

附表 11 实验室六方法精密度测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.10	0.11	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.01	5.0
	0.25	0.24	0.26	0.27	0.27	0.24	0.27	0.26	0.01	5.7
	5.00	4.94	5.04	4.81	4.78	5.15	4.98	4.95	0.14	2.8
茅草枯	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.26	0.25	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.00	1.6
	5.00	5.40	4.91	5.05	5.17	5.04	5.27	5.14	0.18	3.4
麦草畏	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.25	0.24	0.25	0.25	0.24	0.24	0.25	0.01	2.2
	5.00	4.87	4.94	4.86	5.19	4.83	4.92	4.94	0.13	2.7
五氯苯酚	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	0.0
	0.25	0.27	0.26	0.25	0.27	0.25	0.26	0.26	0.01	3.4
	5.00	5.41	5.32	5.33	5.41	5.24	5.36	5.35	0.06	1.2
3,5-二氯苯 甲酸	0.10	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10	0.11	0.01	5.2
	0.25	0.23	0.25	0.22	0.24	0.24	0.23	0.24	0.01	4.5
	5.00	4.93	4.93	4.79	4.72	4.96	4.83	4.86	0.10	2.0
2-(3-氯-2 甲基苯氧 基)丙酸	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.01	4.8
	0.25	0.27	0.26	0.26	0.27	0.27	0.27	0.27	0.01	1.9
	5.00	5.90	5.34	5.39	5.54	5.69	5.42	5.55	0.21	3.9

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.26	0.25	0.25	0.25	0.25	0.26	0.25	0.01	2.0
	5.00	4.64	4.80	4.89	4.88	4.87	4.75	4.81	0.10	2.0
2,4-滴丙酸	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.24	0.24	0.23	0.24	0.23	0.24	0.24	0.01	2.2
	5.00	4.82	4.84	5.20	4.77	4.93	4.92	4.91	0.15	3.1
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.24	0.25	0.26	0.24	0.25	0.25	0.25	0.01	3.0
	5.00	4.92	5.13	4.94	5.02	5.18	5.15	5.06	0.11	2.2
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.24	0.25	0.25	0.24	0.25	0.26	0.25	0.01	3.0
	5.00	4.93	5.02	4.90	5.08	5.06	4.95	4.99	0.07	1.5
草灭平	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.24	0.23	0.25	0.22	0.23	0.24	0.24	0.01	4.5
	5.00	4.70	4.75	4.79	4.45	4.72	4.62	4.67	0.12	2.6
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	0.0
	0.25	0.22	0.21	0.22	0.21	0.20	0.22	0.21	0.01	3.8
	5.00	4.78	4.57	4.69	4.89	4.62	4.88	4.74	0.13	2.8
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.09	0.10	0.01	6.3
	0.25	0.26	0.26	0.25	0.24	0.26	0.25	0.25	0.01	3.2
	5.00	5.20	4.90	4.96	5.04	5.20	4.90	5.03	0.14	2.8
三氟羧草醚	0.10	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.01	4.4
	0.25	0.31	0.30	0.30	0.29	0.29	0.31	0.30	0.01	3.0
	5.00	6.12	5.95	5.90	6.09	5.88	5.72	5.94	0.15	2.5
四氯对苯二甲酸	0.10	0.14	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.00	3.1
	0.25	0.32	0.31	0.31	0.33	0.31	0.33	0.32	0.01	3.1
	5.00	6.25	6.13	6.36	6.28	6.77	6.66	6.41	0.25	3.9

附表 12 实验室一方法精密度测试数据（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.00	4.5
	0.25	0.33	0.33	0.34	0.31	0.34	0.34	0.33	0.01	3.5
	5.00	5.02	5.16	5.13	5.21	4.96	5.02	5.08	0.10	1.9



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
茅草枯	0.10	0.12	0.12	0.14	0.14	0.13	0.12	0.13	0.01	6.8
	0.25	0.16	0.18	0.17	0.17	0.19	0.18	0.17	0.01	6.7
	5.00	5.41	5.27	5.37	5.27	5.21	5.27	5.30	0.08	1.4
麦草畏	0.10	0.09	0.08	0.09	0.09	0.08	0.09	0.09	0.00	4.1
	0.25	0.22	0.23	0.25	0.21	0.20	0.22	0.22	0.01	6.3
	5.00	5.26	5.31	5.49	5.33	5.36	5.28	5.34	0.08	1.6
五氯苯酚	0.10	0.10	0.09	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.01	5.4
	0.25	0.28	0.26	0.29	0.29	0.29	0.25	0.28	0.02	6.5
	5.00	5.24	5.47	5.18	5.22	5.35	5.19	5.28	0.11	2.1
3,5-二氯苯 甲酸	0.10	0.06	0.07	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.00	5.4
	0.25	0.31	0.28	0.29	0.30	0.30	0.33	0.30	0.02	5.9
	5.00	5.46	5.41	5.41	5.22	5.40	5.27	5.36	0.10	1.8
2-(3-氯-2 甲基苯氧 基)丙酸	0.10	0.07	0.07	0.06	0.07	0.07	0.06	0.06	0.00	6.1
	0.25	0.20	0.19	0.20	0.22	0.21	0.20	0.20	0.01	5.3
	5.00	5.41	5.19	5.37	5.27	5.41	5.30	5.33	0.09	1.6
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.10	0.13	0.11	0.13	0.12	0.12	0.12	0.12	0.01	4.2
	0.25	0.27	0.29	0.29	0.29	0.29	0.25	0.28	0.02	5.9
	5.00	5.58	5.42	5.45	5.45	5.45	5.39	5.46	0.07	1.2
2,4-滴丙酸	0.10	0.06	0.07	0.07	0.07	0.06	0.07	0.06	0.00	4.7
	0.25	0.20	0.20	0.17	0.18	0.18	0.19	0.19	0.01	5.7
	5.00	5.24	5.46	5.51	5.41	5.32	5.29	5.37	0.10	1.9
2,4,5-涕丙 酸	0.10	0.09	0.08	0.09	0.08	0.08	0.07	0.08	0.01	7.9
	0.25	0.23	0.22	0.24	0.24	0.26	0.24	0.24	0.01	5.6
	5.00	5.33	5.31	5.34	5.34	5.50	5.25	5.35	0.08	1.5
2,4,5-三氯 苯氧乙酸	0.10	0.11	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	0.01	7.8
	0.25	0.21	0.23	0.22	0.23	0.20	0.24	0.22	0.02	7.0
	5.00	5.21	5.30	5.33	5.15	5.30	5.20	5.25	0.07	1.4
草灭平	0.10	0.06	0.07	0.07	0.07	0.06	0.07	0.07	0.01	7.6
	0.25	0.25	0.24	0.21	0.21	0.24	0.23	0.23	0.02	7.1
	5.00	5.28	5.40	5.34	5.27	5.28	5.27	5.31	0.05	1.0
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.12	0.13	0.13	0.12	0.14	0.13	0.13	0.01	4.7
	0.25	0.19	0.20	0.20	0.20	0.20	0.21	0.20	0.01	3.7
	5.00	5.14	5.05	5.20	5.05	5.21	5.09	5.12	0.07	1.4
4-氨基	0.10	0.06	0.07	0.07	0.06	0.07	0.06	0.07	0.01	9.9

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.25	0.23	0.24	0.24	0.20	0.21	0.21	0.22	0.02	8.0
	5.00	5.17	5.40	5.15	5.23	5.18	5.33	5.24	0.10	1.9
三氟羧草醚	0.10	0.09	0.09	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.00	4.1
	0.25	0.17	0.18	0.19	0.16	0.20	0.20	0.18	0.02	8.5
	5.00	5.41	5.35	5.37	5.27	5.31	5.15	5.31	0.09	1.7
四氯对苯二甲酸	0.10	0.11	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	2.9
	0.25	0.28	0.29	0.26	0.31	0.27	0.30	0.29	0.02	6.5
	5.00	5.37	5.40	5.46	5.51	5.44	5.39	5.43	0.05	0.9

附表 13 实验室二方法精密度测试数据（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.14	0.12	0.14	0.14	0.13	0.13	0.13	0.01	6.5
	0.25	0.30	0.28	0.31	0.30	0.27	0.28	0.29	0.02	5.6
	5.00	5.41	5.44	5.45	5.23	5.38	5.31	5.37	0.08	1.5
茅草枯	0.10	0.13	0.13	0.12	0.13	0.11	0.12	0.12	0.01	6.4
	0.25	0.27	0.29	0.25	0.29	0.28	0.28	0.28	0.02	6.2
	5.00	5.07	5.20	5.16	5.27	5.10	5.18	5.16	0.07	1.4
麦草畏	0.10	0.06	0.06	0.07	0.06	0.07	0.06	0.06	0.00	5.4
	0.25	0.26	0.25	0.28	0.27	0.29	0.29	0.27	0.01	5.3
	5.00	5.33	5.55	5.52	5.57	5.49	5.46	5.49	0.09	1.6
五氯苯酚	0.10	0.12	0.11	0.13	0.13	0.12	0.12	0.12	0.01	6.3
	0.25	0.28	0.28	0.29	0.30	0.26	0.26	0.28	0.02	5.5
	5.00	5.01	5.07	5.21	5.05	4.98	5.03	5.06	0.08	1.6
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.00	3.6
	0.25	0.25	0.23	0.21	0.25	0.23	0.23	0.23	0.02	6.7
	5.00	5.11	5.13	5.34	5.07	5.30	5.06	5.17	0.12	2.3
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.09	0.07	0.08	0.08	0.07	0.07	0.08	0.01	7.8
	0.25	0.24	0.25	0.25	0.24	0.21	0.22	0.23	0.02	6.7
	5.00	5.29	5.24	5.38	5.26	5.36	5.31	5.31	0.06	1.0
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.06	0.07	0.07	0.06	0.07	0.06	0.07	0.00	6.4
	0.25	0.25	0.24	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	0.01	2.5
	5.00	4.94	5.01	5.15	5.15	5.01	5.22	5.08	0.11	2.1
2,4-滴丙酸	0.10	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.00	6.3

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	0.25	0.19	0.23	0.22	0.22	0.21	0.23	0.22	0.01	6.9
	5.00	5.18	5.22	5.20	5.18	5.21	5.09	5.18	0.05	0.9
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.13	0.13	0.13	0.12	0.13	0.11	0.12	0.01	6.0
	0.25	0.24	0.23	0.25	0.28	0.26	0.24	0.25	0.02	7.3
	5.00	5.11	4.97	5.13	5.15	4.96	5.16	5.08	0.09	1.8
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.13	0.12	0.14	0.12	0.12	0.12	0.12	0.01	6.5
	0.25	0.22	0.22	0.23	0.21	0.24	0.23	0.22	0.01	4.6
	5.00	5.37	5.25	5.39	5.23	5.28	5.50	5.34	0.10	1.9
草灭平	0.10	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.07	0.00	6.7
	0.25	0.24	0.28	0.24	0.25	0.28	0.24	0.25	0.02	7.8
	5.00	4.98	5.16	5.06	5.10	5.12	5.08	5.08	0.06	1.2
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.09	0.09	0.09	0.08	0.08	0.08	0.08	0.01	6.1
	0.25	0.27	0.27	0.27	0.30	0.26	0.31	0.28	0.02	6.9
	5.00	5.18	5.10	5.04	4.94	5.09	5.22	5.10	0.10	2.0
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.12	0.13	0.13	0.13	0.13	0.12	0.13	0.01	5.0
	0.25	0.21	0.21	0.23	0.21	0.19	0.20	0.21	0.01	6.8
	5.00	5.13	4.92	5.12	4.90	4.91	5.05	5.00	0.11	2.2
三氟羧草醚	0.10	0.11	0.12	0.10	0.11	0.10	0.10	0.11	0.01	6.9
	0.25	0.17	0.18	0.17	0.18	0.20	0.20	0.18	0.01	6.2
	5.00	5.10	5.21	5.17	5.09	4.98	5.13	5.11	0.08	1.6
四氯对苯二甲酸	0.10	0.15	0.13	0.15	0.14	0.14	0.13	0.14	0.01	5.5
	0.25	0.22	0.20	0.22	0.21	0.21	0.22	0.21	0.01	3.9
	5.00	5.39	5.41	5.48	5.46	5.51	5.33	5.43	0.06	1.2

附表 14 实验室三方法精密度测试数据 (固相萃取)

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.09	0.10	0.09	0.11	0.09	0.09	0.10	0.01	6.9
	0.25	0.29	0.33	0.34	0.30	0.33	0.31	0.32	0.02	6.3
	5.00	5.08	5.11	5.17	5.28	5.03	5.04	5.12	0.09	1.8
茅草枯	0.10	0.11	0.12	0.11	0.13	0.11	0.12	0.12	0.01	6.7
	0.25	0.28	0.27	0.24	0.28	0.27	0.28	0.27	0.02	5.7
	5.00	5.53	5.44	5.51	5.57	5.34	5.47	5.48	0.08	1.5
麦草畏	0.10	0.12	0.12	0.10	0.10	0.10	0.12	0.11	0.01	7.7

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	0.25	0.27	0.26	0.28	0.27	0.30	0.31	0.28	0.02	7.4
	5.00	5.15	5.15	5.23	5.16	5.32	5.37	5.23	0.10	1.9
五氯苯酚	0.10	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.00	4.3
	0.25	0.20	0.20	0.20	0.17	0.17	0.18	0.19	0.02	9.0
	5.00	5.19	5.00	5.01	4.98	5.26	5.16	5.10	0.12	2.3
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.00	4.4
	0.25	0.21	0.18	0.17	0.18	0.19	0.18	0.19	0.01	6.7
	5.00	5.27	5.27	5.36	5.36	5.50	5.47	5.37	0.10	1.8
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.14	0.13	0.13	0.13	0.13	0.12	0.13	0.01	5.1
	0.25	0.30	0.35	0.34	0.29	0.34	0.31	0.32	0.02	7.1
	5.00	5.23	5.25	5.03	5.11	5.21	5.07	5.15	0.09	1.8
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.11	0.11	0.10	0.10	0.09	0.10	0.01	6.7
	0.25	0.17	0.18	0.20	0.18	0.19	0.18	0.18	0.01	4.8
	5.00	5.10	5.02	5.06	4.92	4.94	5.01	5.01	0.07	1.4
2,4-滴丙酸	0.10	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.00	2.7
	0.25	0.24	0.27	0.28	0.25	0.24	0.24	0.25	0.02	7.6
	5.00	5.20	4.96	5.03	5.06	5.17	4.98	5.07	0.10	1.9
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.09	0.08	0.09	0.08	0.09	0.08	0.01	7.6
	0.25	0.21	0.20	0.23	0.23	0.22	0.21	0.22	0.01	4.8
	5.00	5.11	4.93	4.96	4.99	5.15	5.12	5.04	0.09	1.9
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.11	0.10	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.01	5.7
	0.25	0.30	0.26	0.27	0.29	0.26	0.29	0.28	0.02	6.0
	5.00	5.52	5.39	5.48	5.58	5.37	5.50	5.47	0.08	1.5
草灭平	0.10	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.00	3.5
	0.25	0.30	0.35	0.34	0.32	0.31	0.33	0.32	0.02	6.2
	5.00	5.21	5.35	5.31	5.38	5.31	5.22	5.30	0.07	1.3
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.10	0.11	0.01	6.1
	0.25	0.22	0.23	0.20	0.21	0.23	0.23	0.22	0.01	5.8
	5.00	5.48	5.30	5.40	5.41	5.47	5.33	5.40	0.07	1.4
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.08	0.07	0.08	0.08	0.07	0.07	0.07	0.00	5.7
	0.25	0.21	0.23	0.20	0.23	0.21	0.20	0.21	0.01	6.1
	5.00	5.25	5.24	5.14	5.37	5.14	5.19	5.22	0.09	1.7
三氟羧草醚	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.12	0.10	0.01	5.7
	0.25	0.31	0.34	0.30	0.33	0.31	0.33	0.32	0.02	5.3

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	5.00	5.12	5.32	5.12	5.29	5.21	5.16	5.20	0.08	1.6
四氯对苯二甲酸	0.10	0.11	0.13	0.12	0.12	0.13	0.13	0.13	0.01	5.8
	0.25	0.22	0.24	0.22	0.24	0.24	0.25	0.23	0.01	5.1
	5.00	5.11	5.10	5.23	5.29	5.12	5.16	5.17	0.08	1.5

附表 15 实验室四方法精密度测试数据（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.09	0.08	0.08	0.07	0.09	0.08	0.08	0.01	7.1
	0.25	0.21	0.19	0.18	0.20	0.19	0.19	0.19	0.01	5.5
	5.00	5.64	5.52	5.56	5.58	5.43	5.63	5.56	0.08	1.4
茅草枯	0.10	0.08	0.07	0.07	0.08	0.08	0.07	0.08	0.00	5.9
	0.25	0.25	0.22	0.24	0.27	0.22	0.26	0.24	0.02	8.5
	5.00	5.49	5.47	5.48	5.40	5.51	5.33	5.45	0.07	1.2
麦草畏	0.10	0.10	0.08	0.09	0.09	0.10	0.10	0.09	0.01	6.6
	0.25	0.29	0.28	0.29	0.27	0.28	0.28	0.28	0.01	3.1
	5.00	5.11	5.16	5.22	5.24	5.14	5.26	5.19	0.06	1.1
五氯苯酚	0.10	0.12	0.11	0.13	0.13	0.13	0.13	0.12	0.01	6.5
	0.25	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.24	0.26	0.01	3.5
	5.00	5.03	4.97	5.15	4.95	4.97	5.03	5.02	0.07	1.5
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.07	0.06	0.07	0.06	0.07	0.07	0.07	0.00	6.2
	0.25	0.26	0.28	0.25	0.24	0.26	0.28	0.26	0.02	6.4
	5.00	5.23	5.11	5.16	5.28	5.25	5.35	5.23	0.08	1.6
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.12	0.10	0.11	0.12	0.10	0.12	0.11	0.01	7.8
	0.25	0.23	0.21	0.20	0.24	0.24	0.22	0.22	0.01	6.6
	5.00	4.99	5.24	5.13	5.07	5.24	5.10	5.13	0.10	1.9
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.11	0.11	0.09	0.11	0.09	0.09	0.10	0.01	9.3
	0.25	0.23	0.26	0.23	0.24	0.22	0.25	0.24	0.02	6.8
	5.00	5.35	5.26	5.15	5.09	5.06	5.07	5.17	0.12	2.3
2,4-滴丙酸	0.10	0.13	0.11	0.14	0.11	0.13	0.12	0.12	0.01	7.5
	0.25	0.21	0.19	0.22	0.21	0.19	0.20	0.20	0.01	6.4
	5.00	5.12	5.25	5.27	5.13	5.32	5.10	5.20	0.09	1.8
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.09	0.09	0.01	6.2
	0.25	0.29	0.33	0.29	0.32	0.31	0.31	0.31	0.02	5.7

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	5.00	5.35	5.34	5.34	5.30	5.44	5.25	5.34	0.06	1.2
2,4,5-三氯 苯氧乙酸	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.01	5.4
	0.25	0.29	0.30	0.32	0.30	0.29	0.32	0.31	0.01	4.8
	5.00	5.40	5.23	5.23	5.37	5.35	5.47	5.34	0.09	1.8
草灭平	0.10	0.08	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.01	7.8
	0.25	0.31	0.33	0.33	0.28	0.31	0.31	0.31	0.02	5.4
	5.00	5.18	5.27	5.22	5.10	5.07	5.10	5.16	0.08	1.5
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.12	0.12	0.12	0.12	0.13	0.11	0.12	0.01	4.6
	0.25	0.34	0.32	0.30	0.30	0.32	0.34	0.32	0.02	4.9
	5.00	5.02	5.22	5.28	5.17	5.26	5.19	5.19	0.09	1.8
4-氨基 -3,5,6-三氯 吡啶羧酸	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	4.0
	0.25	0.22	0.21	0.21	0.18	0.21	0.21	0.21	0.01	5.9
	5.00	5.08	5.28	5.22	5.23	5.12	5.13	5.18	0.08	1.5
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.08	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.00	6.3
	0.25	0.31	0.27	0.29	0.30	0.31	0.31	0.30	0.02	5.7
	5.00	5.08	5.16	5.16	5.14	4.95	4.96	5.08	0.10	2.0
四氯对苯二 甲酸	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.10	0.11	0.10	0.01	5.7
	0.25	0.33	0.33	0.28	0.27	0.31	0.28	0.30	0.03	8.9
	5.00	5.35	5.16	5.19	5.25	5.35	5.27	5.26	0.08	1.5

附表 16 实验室五方法精密度测试数据（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.06	0.06	0.07	0.06	0.07	0.06	0.07	0.00	6.8
	0.25	0.24	0.28	0.26	0.25	0.25	0.26	0.26	0.01	5.1
	5.00	5.13	5.04	5.17	5.25	5.29	5.19	5.18	0.09	1.7
茅草枯	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.11	0.09	0.10	0.01	5.5
	0.25	0.24	0.27	0.22	0.25	0.26	0.23	0.25	0.02	7.3
	5.00	5.07	5.06	4.95	4.87	4.91	5.05	4.98	0.09	1.7
麦草畏	0.10	0.13	0.13	0.14	0.15	0.14	0.15	0.14	0.01	6.1
	0.25	0.24	0.28	0.28	0.23	0.27	0.27	0.26	0.02	8.4
	5.00	5.41	5.50	5.31	5.33	5.42	5.44	5.40	0.07	1.3
五氯苯酚	0.10	0.09	0.09	0.09	0.10	0.10	0.09	0.09	0.01	6.1
	0.25	0.30	0.34	0.31	0.31	0.33	0.35	0.32	0.02	6.3

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	5.00	5.32	5.28	5.23	5.32	5.15	5.10	5.23	0.09	1.8
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.12	0.13	0.12	0.13	0.13	0.11	0.12	0.01	7.1
	0.25	0.28	0.28	0.32	0.29	0.32	0.30	0.30	0.02	6.7
	5.00	5.08	5.09	5.01	5.07	5.14	5.11	5.08	0.04	0.8
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.12	0.10	0.12	0.11	0.10	0.12	0.11	0.01	6.8
	0.25	0.20	0.19	0.18	0.19	0.18	0.19	0.19	0.01	4.9
	5.00	5.43	5.29	5.22	5.34	5.46	5.19	5.32	0.11	2.1
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.08	0.09	0.09	0.09	0.09	0.08	0.08	0.01	6.1
	0.25	0.19	0.22	0.20	0.21	0.22	0.19	0.21	0.02	7.4
	5.00	5.07	5.08	4.95	4.98	5.03	5.13	5.04	0.07	1.3
2,4-滴丙酸	0.10	0.09	0.10	0.08	0.09	0.10	0.09	0.09	0.01	8.5
	0.25	0.29	0.33	0.27	0.32	0.30	0.31	0.30	0.02	7.0
	5.00	5.13	5.06	5.16	5.20	5.03	4.91	5.08	0.11	2.1
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.13	0.11	0.12	0.11	0.12	0.13	0.12	0.01	6.0
	0.25	0.26	0.30	0.27	0.26	0.29	0.31	0.28	0.02	7.5
	5.00	5.36	5.49	5.34	5.46	5.48	5.63	5.46	0.11	1.9
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.08	0.08	0.07	0.07	0.08	0.07	0.07	0.00	6.2
	0.25	0.20	0.21	0.20	0.19	0.20	0.21	0.20	0.01	3.9
	5.00	5.20	5.06	5.25	5.05	5.10	5.28	5.16	0.10	1.9
草灭平	0.10	0.07	0.07	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	0.00	6.4
	0.25	0.31	0.27	0.28	0.29	0.26	0.27	0.28	0.02	6.3
	5.00	5.33	5.26	5.25	5.24	5.32	5.36	5.29	0.05	1.0
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.07	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.00	7.5
	0.25	0.23	0.27	0.25	0.22	0.25	0.26	0.25	0.02	7.3
	5.00	5.52	5.49	5.42	5.42	5.46	5.57	5.48	0.06	1.1
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.09	0.09	0.10	0.11	0.09	0.10	0.10	0.01	8.6
	0.25	0.33	0.35	0.32	0.34	0.31	0.34	0.33	0.01	4.3
	5.00	5.31	5.31	5.33	5.42	5.19	5.41	5.33	0.08	1.6
三氟羧草醚	0.10	0.11	0.10	0.12	0.11	0.10	0.12	0.11	0.01	8.3
	0.25	0.20	0.22	0.20	0.20	0.24	0.22	0.21	0.02	7.8
	5.00	5.23	5.14	5.18	5.21	5.11	5.24	5.18	0.05	1.0
四氯对苯二甲酸	0.10	0.11	0.11	0.13	0.11	0.12	0.12	0.12	0.01	7.7
	0.25	0.27	0.28	0.26	0.23	0.27	0.28	0.27	0.02	6.6
	5.00	5.09	5.36	5.19	5.32	5.12	5.08	5.19	0.12	2.3

附表 17 实验室六方法精密度测试数据（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
2,4-D	0.10	0.09	0.09	0.09	0.10	0.11	0.11	0.10	0.01	6.3
	0.25	0.25	0.23	0.25	0.22	0.23	0.26	0.24	0.02	6.7
	5.00	4.92	5.08	4.99	4.95	4.98	4.93	4.98	0.06	1.1
茅草枯	0.10	0.13	0.13	0.14	0.14	0.13	0.12	0.13	0.01	5.7
	0.25	0.24	0.20	0.20	0.20	0.23	0.23	0.22	0.02	9.2
	5.00	5.53	5.45	5.42	5.35	5.40	5.55	5.45	0.08	1.4
麦草畏	0.10	0.09	0.10	0.10	0.10	0.09	0.09	0.09	0.00	4.6
	0.25	0.16	0.17	0.17	0.16	0.17	0.19	0.17	0.01	6.3
	5.00	5.46	5.51	5.51	5.43	5.36	5.50	5.46	0.06	1.1
五氯苯酚	0.10	0.08	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.08	0.00	5.6
	0.25	0.30	0.30	0.29	0.33	0.32	0.32	0.31	0.02	5.0
	5.00	5.17	5.21	5.26	5.09	5.09	5.12	5.16	0.07	1.3
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.08	0.08	0.07	0.07	0.08	0.07	0.08	0.00	6.4
	0.25	0.27	0.29	0.30	0.30	0.25	0.28	0.28	0.02	7.4
	5.00	5.19	5.07	5.12	5.17	5.08	5.02	5.11	0.06	1.2
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.13	0.14	0.13	0.14	0.13	0.13	0.13	0.01	5.4
	0.25	0.25	0.27	0.25	0.28	0.26	0.26	0.26	0.01	4.5
	5.00	5.01	5.14	5.18	5.20	5.01	5.20	5.12	0.09	1.8
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.09	0.08	0.09	0.08	0.10	0.09	0.01	8.2
	0.25	0.18	0.20	0.18	0.21	0.19	0.22	0.20	0.02	8.7
	5.00	5.42	5.30	5.49	5.38	5.34	5.38	5.38	0.07	1.2
2,4-滴丙酸	0.10	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.08	0.09	0.01	6.0
	0.25	0.29	0.29	0.28	0.30	0.29	0.30	0.29	0.01	3.0
	5.00	5.32	5.19	5.18	5.32	5.43	5.21	5.28	0.10	1.8
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.09	0.08	0.09	0.08	0.09	0.09	0.01	7.4
	0.25	0.23	0.20	0.22	0.22	0.21	0.22	0.22	0.01	4.3
	5.00	5.52	5.47	5.45	5.37	5.38	5.48	5.44	0.06	1.1
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.08	0.07	0.06	0.08	0.08	0.06	0.07	0.01	9.1
	0.25	0.31	0.30	0.29	0.29	0.29	0.32	0.30	0.01	4.1
	5.00	5.35	5.32	5.35	5.37	5.22	5.39	5.33	0.06	1.1
草灭平	0.10	0.09	0.08	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.01	8.5
	0.25	0.33	0.33	0.31	0.30	0.35	0.35	0.33	0.02	6.7



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定值( $\mu\text{g/L}$ )						$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$RSD_i$ (%)
		1	2	3	4	5	6			
	5.00	5.13	5.18	5.11	5.30	5.27	5.20	5.20	0.07	1.4
2,4-二氯苯 氧丁酸	0.10	0.08	0.08	0.07	0.07	0.07	0.08	0.07	0.01	8.1
	0.25	0.19	0.18	0.18	0.20	0.18	0.20	0.19	0.01	6.8
	5.00	5.20	5.34	5.32	5.14	5.22	5.16	5.23	0.08	1.6
4-氨基 -3,5,6-三氯 吡啶羧酸	0.10	0.11	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.01	4.9
	0.25	0.24	0.24	0.23	0.22	0.24	0.23	0.23	0.01	3.8
	5.00	5.35	5.28	5.29	5.30	5.42	5.32	5.33	0.05	1.0
三氟羧草醚	0.10	0.11	0.10	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.00	3.6
	0.25	0.20	0.18	0.20	0.18	0.18	0.21	0.19	0.02	8.3
	5.00	4.98	4.88	5.02	5.09	5.03	5.12	5.02	0.08	1.7
四氯对苯二 甲酸	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.10	0.00	4.5
	0.25	0.30	0.30	0.28	0.28	0.31	0.29	0.29	0.01	3.8
	5.00	5.53	5.35	5.35	5.55	5.56	5.56	5.49	0.11	1.9

附表 18 实验室一地表水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.10	0.04	0.06	0.09	0.08	0.10	77.6	29
	0.25	0.21	0.18	0.17	0.19	0.19	0.21	76.0	8
	5.00	3.64	3.93	4.94	5.28	4.62	4.55	89.9	14
茅草枯	0.10	0.08	0.08	0.10	0.08	0.10	0.08	86.3	11
	0.25	0.18	0.22	0.21	0.19	0.24	0.22	84.4	11
	5.00	5.45	5.06	4.31	5.27	4.57	5.44	100	9
麦草畏	0.10	0.08	0.09	0.07	0.08	0.05	0.06	72.4	24
	0.25	0.24	0.23	0.24	0.16	0.22	0.23	88.1	14
	5.00	4.21	4.90	4.05	4.46	5.26	5.28	93.9	11
五氯苯酚	0.10	0.08	0.05	0.05	0.10	0.04	0.09	68.3	33
	0.25	0.16	0.21	0.15	0.24	0.26	0.17	78.8	22
	5.00	3.71	3.80	4.66	5.21	4.71	3.53	85.4	16
3,5-二氯苯甲 酸	0.10	0.07	0.04	0.08	0.06	0.05	0.10	66.6	32
	0.25	0.23	0.26	0.23	0.24	0.22	0.18	91.4	12
	5.00	5.27	5.29	4.87	4.18	4.54	4.36	95.0	10
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙	0.10	0.09	0.04	0.07	0.06	0.08	0.09	71.4	25
	0.25	0.23	0.24	0.19	0.21	0.27	0.15	86.1	19

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
酸	5.00	4.06	3.82	4.44	3.67	3.85	3.79	78.7	7
2-甲基-4-氯苯 氧乙酸	0.10	0.09	0.05	0.08	0.07	0.04	0.05	62.4	31
	0.25	0.22	0.16	0.22	0.15	0.20	0.19	76.2	15
	5.00	4.96	4.66	4.99	4.38	4.58	4.85	94.7	5
2,4-滴丙酸	0.10	0.08	0.08	0.10	0.09	0.10	0.07	86.8	12
	0.25	0.19	0.20	0.19	0.17	0.23	0.21	78.8	12
	5.00	4.86	4.77	4.01	4.04	3.97	3.75	84.7	11
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.04	0.08	0.05	0.05	0.06	0.05	54.7	23
	0.25	0.22	0.17	0.23	0.20	0.23	0.20	83.5	10
	5.00	3.91	5.15	5.49	3.61	4.80	5.08	93.5	16
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	0.07	0.04	0.05	0.05	0.06	0.04	52.1	20
	0.25	0.21	0.21	0.23	0.26	0.23	0.26	93.6	8
	5.00	3.74	3.93	5.19	4.24	3.74	3.96	82.7	13
草灭平	0.10	0.10	0.04	0.08	0.10	0.08	0.06	75.7	30
	0.25	0.16	0.24	0.18	0.19	0.22	0.24	81.9	17
	5.00	5.47	4.46	4.08	3.89	3.96	4.33	87.3	13
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.10	0.06	0.07	0.09	0.05	0.05	70.2	30
	0.25	0.20	0.21	0.21	0.25	0.21	0.27	89.6	13
	5.00	3.68	3.94	3.92	5.22	4.82	5.14	89.1	15
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.05	0.06	0.07	0.05	0.06	0.10	62.4	28
	0.25	0.16	0.21	0.16	0.23	0.18	0.18	75.3	15
	5.00	4.90	5.32	4.25	5.17	3.98	4.60	94.1	11
三氟羧草醚	0.10	0.08	0.08	0.06	0.05	0.06	0.10	71.3	29
	0.25	0.21	0.22	0.21	0.24	0.15	0.21	81.9	14
	5.00	4.06	3.77	4.32	5.19	4.28	5.09	89.0	13
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.05	0.06	0.08	0.05	0.07	0.07	62.1	18
	0.25	0.15	0.17	0.17	0.26	0.23	0.22	80.7	22
	5.00	3.96	4.37	3.79	4.69	5.36	4.56	89.1	13

附表 19 实验室二地表水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.06	64.3	12
	0.25	0.26	0.26	0.24	0.15	0.17	0.27	90.1	23

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
	5.00	4.60	4.68	5.02	4.72	4.24	3.68	89.8	10
茅草枯	0.10	0.06	0.05	0.07	0.08	0.10	0.06	71.1	24
	0.25	0.19	0.25	0.17	0.22	0.16	0.19	78.3	17
	5.00	4.05	4.30	5.23	4.76	3.96	4.90	90.7	11
麦草畏	0.10	0.05	0.04	0.10	0.10	0.04	0.09	71.0	40
	0.25	0.24	0.20	0.16	0.23	0.22	0.21	84.2	13
	5.00	4.32	4.00	4.87	5.41	4.50	3.74	89.5	14
五氯苯酚	0.10	0.09	0.09	0.07	0.06	0.09	0.08	81.4	16
	0.25	0.20	0.16	0.22	0.17	0.27	0.21	82.4	19
	5.00	5.16	5.13	3.95	3.93	4.88	4.47	91.8	12
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.06	0.09	0.08	0.09	0.10	0.08	82.9	16
	0.25	0.26	0.24	0.21	0.27	0.25	0.18	94.3	14
	5.00	5.30	4.06	3.59	5.06	3.91	3.58	85.0	18
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.06	0.08	0.09	0.07	0.07	0.08	76.8	15
	0.25	0.24	0.17	0.16	0.23	0.20	0.24	82.4	18
	5.00	4.04	4.04	5.43	3.76	4.45	5.41	90.4	16
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.07	0.09	0.04	0.05	0.05	0.07	62.4	28
	0.25	0.25	0.26	0.16	0.23	0.19	0.27	91.8	19
	5.00	4.97	4.91	4.51	3.99	4.47	4.99	92.8	8
2,4-滴丙酸	0.10	0.05	0.04	0.05	0.09	0.08	0.05	63.4	31
	0.25	0.16	0.18	0.19	0.21	0.20	0.24	78.6	14
	5.00	4.88	3.74	4.12	4.64	4.48	5.18	90.1	12
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.04	0.08	0.05	0.10	0.08	72.6	30
	0.25	0.16	0.22	0.19	0.21	0.19	0.16	75.6	12
	5.00	4.88	3.91	4.70	4.55	3.52	4.19	85.8	12
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.08	0.07	0.08	0.08	0.04	0.07	69.2	21
	0.25	0.21	0.21	0.19	0.27	0.19	0.27	89.9	17
	5.00	4.38	5.30	3.66	5.25	4.89	4.49	93.3	13
草灭平	0.10	0.07	0.08	0.07	0.04	0.06	0.04	62.3	24
	0.25	0.24	0.25	0.20	0.16	0.16	0.15	77.5	22
	5.00	3.70	4.33	3.73	3.50	5.05	5.21	85.1	17
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.04	0.09	0.08	0.07	0.09	0.05	71.0	30
	0.25	0.24	0.17	0.21	0.17	0.21	0.18	78.5	13
	5.00	5.02	3.58	3.81	3.56	5.01	5.18	87.2	18

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.05	0.07	0.05	0.09	0.06	0.05	60.9	29
	0.25	0.19	0.17	0.23	0.25	0.22	0.18	82.6	14
	5.00	4.52	5.27	5.34	4.96	4.55	4.75	98.0	7
三氟羧草醚	0.10	0.10	0.07	0.09	0.06	0.06	0.09	77.6	24
	0.25	0.25	0.18	0.24	0.26	0.20	0.18	87.0	17
	5.00	4.73	5.07	3.56	4.10	3.56	4.50	85.1	15
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.08	0.04	0.09	0.09	0.05	0.08	71.8	32
	0.25	0.18	0.20	0.18	0.16	0.26	0.19	77.8	17
	5.00	5.08	4.05	5.18	4.30	3.62	5.31	91.8	15

附表 20 实验室三地表水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.08	0.07	0.05	0.08	0.06	0.10	71.7	25
	0.25	0.20	0.25	0.27	0.25	0.20	0.20	91.8	13
	5.00	4.18	5.03	4.63	5.43	4.04	4.34	92.1	12
茅草枯	0.10	0.08	0.07	0.09	0.06	0.09	0.08	77.7	16
	0.25	0.17	0.24	0.18	0.16	0.23	0.21	79.0	17
	5.00	4.55	4.28	4.42	3.81	4.70	5.46	90.7	12
麦草畏	0.10	0.07	0.07	0.08	0.05	0.06	0.05	61.6	18
	0.25	0.16	0.16	0.22	0.17	0.18	0.26	77.2	22
	5.00	4.73	5.33	4.49	3.64	4.27	5.04	91.7	13
五氯苯酚	0.10	0.04	0.06	0.04	0.05	0.08	0.09	62.0	34
	0.25	0.26	0.20	0.19	0.22	0.22	0.20	86.2	12
	5.00	5.38	5.27	4.41	4.30	4.99	3.96	94.4	12
3,5-二氯苯甲 酸	0.10	0.08	0.07	0.09	0.09	0.08	0.10	85.6	11
	0.25	0.15	0.17	0.23	0.26	0.20	0.27	84.8	22
	5.00	4.43	3.50	5.42	3.50	3.92	4.60	84.6	18
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙 酸	0.10	0.09	0.04	0.09	0.10	0.06	0.06	73.3	30
	0.25	0.20	0.20	0.19	0.27	0.15	0.18	78.8	19
	5.00	4.25	4.70	4.22	3.65	4.68	5.05	88.5	11
2-甲基-4-氯苯 氧乙酸	0.10	0.08	0.05	0.04	0.05	0.05	0.08	59.8	30
	0.25	0.24	0.16	0.17	0.24	0.26	0.24	86.7	20
	5.00	4.86	3.91	4.19	4.93	4.74	5.45	93.6	12

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-滴丙酸	0.10	0.06	0.09	0.08	0.06	0.08	0.10	77.4	23
	0.25	0.24	0.18	0.19	0.24	0.27	0.15	85.1	22
	5.00	3.84	3.66	4.46	3.76	5.13	4.92	85.9	15
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.07	0.09	0.07	0.08	0.08	0.06	73.4	16
	0.25	0.18	0.23	0.15	0.23	0.26	0.17	81.4	21
	5.00	5.10	3.84	3.56	4.54	4.27	4.76	86.9	13
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	0.08	0.07	0.07	0.08	0.09	0.09	80.5	12
	0.25	0.22	0.26	0.20	0.19	0.22	0.27	90.3	14
	5.00	4.01	4.80	3.82	5.17	3.75	4.18	85.8	13
草灭平	0.10	0.08	0.08	0.04	0.08	0.07	0.09	74.4	21
	0.25	0.22	0.16	0.26	0.21	0.18	0.26	85.6	20
	5.00	5.01	5.30	3.70	4.15	4.50	4.79	91.5	13
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.04	0.07	0.10	0.07	0.08	0.07	71.4	26
	0.25	0.22	0.27	0.25	0.22	0.16	0.19	87.3	19
	5.00	4.16	5.49	5.44	4.07	4.21	4.06	91.4	15
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.06	0.04	0.10	0.09	0.06	0.06	69.3	30
	0.25	0.26	0.27	0.21	0.18	0.24	0.16	88.4	20
	5.00	4.18	4.19	4.49	4.42	5.33	5.34	93.2	12
三氟羧草醚	0.10	0.08	0.09	0.07	0.06	0.06	0.08	73.3	16
	0.25	0.21	0.19	0.17	0.25	0.27	0.26	90.0	17
	5.00	5.42	3.82	5.29	4.85	3.78	5.49	95.5	16
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.07	0.06	0.05	0.05	0.10	0.10	69.9	33
	0.25	0.23	0.17	0.20	0.21	0.26	0.22	86.5	14
	5.00	3.80	4.52	4.22	3.83	5.21	4.48	86.8	12

附表 21 实验室四地表水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.09	0.09	0.06	0.09	0.07	0.05	74.5	20
	0.25	0.19	0.15	0.24	0.22	0.25	0.26	87.7	18
	5.00	3.94	4.49	3.69	4.26	4.62	5.21	87.3	12
茅草枯	0.10	0.04	0.08	0.09	0.06	0.05	0.06	63.8	28
	0.25	0.25	0.24	0.16	0.18	0.20	0.26	86.5	19
	5.00	3.68	5.18	3.86	4.30	3.73	5.01	85.9	15

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
麦草畏	0.10	0.10	0.06	0.08	0.06	0.08	0.05	71.3	24
	0.25	0.21	0.18	0.17	0.18	0.18	0.24	77.0	14
	5.00	4.15	3.75	4.53	3.64	5.03	4.65	85.8	13
五氯苯酚	0.10	0.07	0.10	0.09	0.06	0.08	0.08	79.7	19
	0.25	0.21	0.15	0.22	0.21	0.27	0.18	83.4	19
	5.00	4.55	5.46	5.15	4.39	3.91	5.13	95.3	12
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.10	0.07	0.05	0.09	0.06	0.07	73.0	22
	0.25	0.19	0.21	0.18	0.27	0.25	0.26	90.3	17
	5.00	4.32	4.78	3.70	4.41	4.32	4.07	85.3	8
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.05	0.08	0.09	0.08	0.08	0.09	78.6	20
	0.25	0.20	0.23	0.22	0.20	0.16	0.19	80.2	12
	5.00	4.70	4.19	5.24	5.09	3.99	3.59	89.3	15
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.04	0.07	0.08	0.07	0.05	0.04	58.8	28
	0.25	0.23	0.17	0.17	0.18	0.25	0.26	84.6	21
	5.00	3.79	4.89	3.63	4.06	3.66	4.81	82.8	14
2,4-滴丙酸	0.10	0.04	0.05	0.08	0.09	0.04	0.05	59.8	34
	0.25	0.16	0.18	0.20	0.16	0.15	0.27	74.5	22
	5.00	4.95	3.79	3.63	4.80	5.21	4.08	88.2	15
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.07	0.04	0.10	0.10	0.08	78.3	25
	0.25	0.22	0.27	0.24	0.23	0.27	0.26	99.9	8
	5.00	4.68	4.79	4.41	4.73	4.85	3.93	91.3	8
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.05	0.10	0.09	0.06	0.05	0.07	71.3	30
	0.25	0.19	0.25	0.16	0.17	0.15	0.16	72.3	20
	5.00	4.33	4.71	3.89	4.25	4.53	3.62	84.4	10
草灭平	0.10	0.08	0.06	0.07	0.09	0.04	0.09	73.5	24
	0.25	0.20	0.19	0.15	0.25	0.17	0.16	75.4	20
	5.00	4.06	5.39	4.63	3.74	3.52	5.43	89.2	18
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.08	0.08	0.10	0.09	0.05	0.08	79.9	21
	0.25	0.22	0.20	0.20	0.26	0.20	0.24	87.8	11
	5.00	3.69	4.26	3.55	4.51	4.95	3.58	81.8	14
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.10	0.09	0.07	0.09	0.09	0.09	88.3	10
	0.25	0.18	0.21	0.24	0.18	0.17	0.15	75.0	16
	5.00	4.71	4.23	3.91	4.03	4.12	4.76	85.8	8
三氟羧草醚	0.10	0.05	0.05	0.05	0.08	0.07	0.05	57.6	21

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.25	0.17	0.16	0.22	0.19	0.27	0.26	84.2	22
	5.00	4.10	5.01	4.62	4.25	4.83	4.93	92.5	8
四氯对苯二甲酸	0.10	0.07	0.08	0.07	0.08	0.04	0.04	65.7	30
	0.25	0.25	0.27	0.16	0.25	0.21	0.19	89.0	18
	5.00	5.24	5.10	4.18	4.93	3.64	5.17	94.2	14

附表 22 实验室五地表水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.10	0.08	0.06	0.07	0.04	0.05	67.9	28
	0.25	0.18	0.17	0.18	0.19	0.21	0.21	77.3	9
	5.00	4.15	4.83	4.16	5.19	5.29	4.43	93.5	11
茅草枯	0.10	0.05	0.10	0.08	0.08	0.09	0.10	84.2	21
	0.25	0.24	0.27	0.23	0.26	0.26	0.20	97.6	11
	5.00	4.50	5.32	5.45	3.86	4.70	3.53	91.2	17
麦草畏	0.10	0.10	0.08	0.04	0.05	0.06	0.06	64.9	30
	0.25	0.24	0.21	0.22	0.26	0.15	0.18	84.0	20
	5.00	5.16	3.56	4.32	4.34	3.84	5.23	88.1	15
五氯苯酚	0.10	0.06	0.04	0.05	0.07	0.08	0.05	60.5	23
	0.25	0.27	0.23	0.24	0.27	0.25	0.27	102.0	7
	5.00	4.16	4.73	4.52	3.90	4.44	3.50	84.2	11
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.07	0.07	0.06	0.05	0.10	0.05	65.2	27
	0.25	0.27	0.15	0.19	0.17	0.24	0.20	81.1	21
	5.00	3.69	4.07	3.53	4.41	3.90	4.17	79.2	8
2-(3-氯-2 甲基苯氧基) 丙酸	0.10	0.09	0.09	0.05	0.06	0.07	0.09	72.8	25
	0.25	0.23	0.24	0.18	0.19	0.25	0.21	86.0	13
	5.00	3.96	4.03	3.86	3.97	3.53	5.06	81.4	13
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.06	0.04	0.07	0.06	0.06	64.7	27
	0.25	0.16	0.26	0.24	0.22	0.23	0.26	91.5	17
	5.00	4.47	4.56	4.49	4.55	3.88	3.74	85.7	9
2,4-滴丙酸	0.10	0.07	0.06	0.08	0.08	0.09	0.05	71.8	21
	0.25	0.24	0.24	0.26	0.18	0.17	0.27	89.8	19
	5.00	4.21	3.85	5.50	3.93	3.52	4.03	83.4	17
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.06	0.04	0.06	0.08	0.08	0.08	65.8	25

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.25	0.24	0.18	0.17	0.21	0.22	0.26	85.3	17
	5.00	5.12	4.18	4.56	3.52	4.81	4.15	87.8	13
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	0.04	0.05	0.08	0.07	0.05	0.05	55.7	29
	0.25	0.16	0.25	0.27	0.16	0.19	0.17	80.3	25
	5.00	3.62	4.90	5.38	4.44	4.08	3.60	86.7	16
草灭平	0.10	0.07	0.04	0.07	0.09	0.04	0.04	60.4	32
	0.25	0.22	0.16	0.19	0.22	0.23	0.25	84.9	15
	5.00	3.73	5.00	4.55	4.65	4.69	4.04	88.8	11
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.04	0.08	0.06	0.04	0.06	0.06	57.7	23
	0.25	0.27	0.16	0.25	0.22	0.21	0.17	86.0	20
	5.00	4.80	3.62	4.82	4.20	5.02	4.33	89.3	12
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.07	0.10	0.08	0.08	0.08	0.08	81.5	12
	0.25	0.26	0.19	0.27	0.16	0.17	0.18	81.6	23
	5.00	5.11	4.06	3.62	4.15	4.94	4.44	87.7	13
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.06	0.04	0.09	0.09	0.07	69.1	26
	0.25	0.16	0.16	0.18	0.23	0.20	0.20	75.2	15
	5.00	4.94	3.71	5.21	5.08	5.41	3.73	93.6	16
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.06	0.08	0.08	0.05	0.08	0.05	66.0	22
	0.25	0.20	0.16	0.21	0.23	0.22	0.23	84.0	12
	5.00	3.78	4.04	4.62	3.62	5.04	4.07	83.9	13

附表 23 实验室六地表水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.08	0.08	0.07	0.10	0.09	0.09	84.3	11
	0.25	0.16	0.19	0.27	0.27	0.15	0.24	85.4	25
	5.00	4.86	4.49	3.85	5.25	3.75	5.36	91.9	15
茅草枯	0.10	0.09	0.08	0.05	0.08	0.08	0.10	81.1	19
	0.25	0.16	0.20	0.19	0.21	0.22	0.26	82.7	17
	5.00	3.54	4.62	5.05	4.07	5.30	5.35	93.1	16
麦草畏	0.10	0.05	0.08	0.10	0.08	0.04	0.06	66.8	31
	0.25	0.19	0.24	0.17	0.23	0.17	0.24	83.7	15
	5.00	3.56	3.56	4.47	4.91	4.89	5.29	88.9	16
五氯苯酚	0.10	0.05	0.05	0.09	0.08	0.08	0.05	67.3	28



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.25	0.20	0.27	0.22	0.17	0.24	0.27	91.0	18
	5.00	5.03	3.54	4.87	5.43	4.88	4.06	92.7	15
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.09	0.04	0.10	0.09	0.06	0.10	80.9	28
	0.25	0.19	0.27	0.21	0.27	0.22	0.21	91.5	15
	5.00	3.50	5.00	5.44	3.86	4.25	5.40	91.6	18
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.08	0.08	0.04	0.04	0.10	0.09	73.0	33
	0.25	0.20	0.18	0.15	0.27	0.15	0.21	77.5	23
	5.00	4.23	3.89	4.49	4.21	5.40	3.77	86.6	13
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.05	0.06	0.09	0.05	0.09	70.2	30
	0.25	0.20	0.17	0.18	0.22	0.25	0.20	81.0	14
	5.00	3.73	3.69	5.32	3.86	4.73	4.17	85.0	15
2,4-滴丙酸	0.10	0.06	0.10	0.07	0.07	0.07	0.05	70.4	22
	0.25	0.27	0.24	0.18	0.20	0.19	0.17	83.4	19
	5.00	4.74	4.10	3.75	4.11	4.99	4.57	87.5	11
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.07	0.09	0.05	0.06	0.06	0.06	64.9	23
	0.25	0.27	0.27	0.20	0.21	0.18	0.25	92.3	17
	5.00	4.83	3.97	4.71	3.90	4.38	3.99	85.9	9
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.06	0.09	0.08	0.06	0.07	0.08	73.1	17
	0.25	0.27	0.24	0.17	0.23	0.25	0.24	93.0	14
	5.00	4.55	4.87	5.41	5.38	5.13	5.18	102	6
草灭平	0.10	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.06	69.8	10
	0.25	0.22	0.26	0.16	0.18	0.26	0.21	86.3	19
	5.00	4.70	5.31	5.06	4.99	3.91	4.44	94.7	11
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.08	0.05	0.08	0.10	0.08	0.05	73.1	26
	0.25	0.16	0.23	0.18	0.25	0.26	0.27	89.9	20
	5.00	4.51	4.73	4.46	3.68	5.29	3.69	87.9	14
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.10	0.05	0.07	0.08	0.08	0.09	0.09	77.9	19
	0.25	0.17	0.19	0.16	0.18	0.25	0.26	79.9	22
	5.00	4.57	4.21	5.20	4.77	3.78	3.62	87.1	14
三氟羧草醚	0.10	0.09	0.07	0.07	0.10	0.05	0.06	71.1	30
	0.25	0.23	0.23	0.26	0.26	0.25	0.19	94.6	12
	5.00	3.92	4.41	4.41	5.19	5.02	4.54	91.6	10
四氯对苯二甲酸	0.10	0.06	0.07	0.09	0.10	0.08	0.04	74.6	27
	0.25	0.18	0.16	0.26	0.18	0.22	0.27	85.0	22

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	5.00	3.52	4.96	4.80	4.53	4.68	5.18	92.2	13

附表 24 实验室一地表水样品加标回收率 (固相萃取)

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.09	0.10	0.08	0.08	0.07	0.10	85.4	11
	0.25	0.18	0.21	0.23	0.25	0.27	0.20	89.6	14
	5.00	3.86	4.13	3.57	4.91	5.23	4.57	87.6	15
茅草枯	0.10	0.08	0.10	0.10	0.08	0.08	0.06	82.8	15
	0.25	0.25	0.27	0.19	0.19	0.24	0.23	91.2	14
	5.00	4.14	3.72	5.15	3.68	4.02	4.43	83.8	13
麦草畏	0.10	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.10	78.7	12
	0.25	0.18	0.24	0.20	0.25	0.26	0.19	88.2	15
	5.00	3.95	4.19	4.73	3.91	3.75	4.87	84.6	11
五氯苯酚	0.10	0.08	0.09	0.08	0.08	0.08	0.07	80.8	9.4
	0.25	0.19	0.25	0.18	0.18	0.25	0.25	86.5	17
	5.00	3.77	5.36	4.21	3.95	5.46	3.72	88.2	18
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.08	0.08	0.09	0.06	0.08	0.09	80.5	12
	0.25	0.27	0.26	0.22	0.26	0.19	0.27	97.9	15
	5.00	4.72	4.73	3.67	5.02	4.61	4.92	92.2	11
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.08	0.06	0.08	0.06	0.06	0.10	74.5	20
	0.25	0.21	0.26	0.25	0.20	0.19	0.27	91.5	16
	5.00	3.90	4.26	3.56	4.78	5.27	4.11	86.3	14
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.08	0.09	0.10	0.10	0.07	87.4	14
	0.25	0.24	0.23	0.21	0.23	0.22	0.21	88.4	6.5
	5.00	4.32	5.19	3.72	4.27	3.52	4.54	85.2	14
2,4-滴丙酸	0.10	0.09	0.07	0.07	0.06	0.09	0.10	81.0	19
	0.25	0.24	0.25	0.26	0.21	0.22	0.20	91.8	10
	5.00	4.43	3.97	5.33	4.45	5.41	3.85	91.5	15
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.08	0.09	0.08	0.10	0.08	85.4	9.1
	0.25	0.20	0.26	0.24	0.26	0.20	0.22	92.0	13
	5.00	3.73	5.12	3.57	4.31	4.34	3.89	83.2	14
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.09	0.07	0.08	0.07	0.08	0.09	79.4	12
	0.25	0.26	0.25	0.21	0.26	0.22	0.24	95.6	9.3

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	5.00	3.73	4.26	4.64	4.43	4.03	3.79	82.9	8.7
草灭平	0.10	0.10	0.07	0.09	0.10	0.06	0.09	84.9	18
	0.25	0.23	0.26	0.24	0.20	0.26	0.19	91.9	13
	5.00	5.12	5.23	3.89	3.90	5.36	4.02	91.8	16
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.09	0.09	0.07	0.08	0.08	0.08	83.7	8.9
	0.25	0.26	0.18	0.27	0.26	0.27	0.22	97.3	15
	5.00	4.58	5.27	4.76	4.49	3.98	4.51	92.0	9.2
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.06	0.08	0.10	0.08	0.07	0.06	74.5	17
	0.25	0.18	0.25	0.25	0.23	0.24	0.20	90.2	13
	5.00	5.03	3.60	4.24	5.03	4.85	4.24	90.0	13
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.06	0.10	0.07	0.09	0.09	81.2	17
	0.25	0.24	0.27	0.25	0.26	0.27	0.22	102	7.7
	5.00	5.02	4.46	4.21	3.90	4.75	5.49	92.7	12
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.09	0.09	0.08	0.07	0.08	0.09	83.0	10
	0.25	0.26	0.24	0.22	0.24	0.19	0.24	91.8	10
	5.00	4.61	4.20	4.55	3.98	4.58	4.43	87.8	5.7

附表 25 实验室二地表水样品加标回收率（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.06	0.10	0.10	0.08	0.10	0.08	85.2	15
	0.25	0.19	0.21	0.19	0.24	0.21	0.19	81.9	10
	5.00	5.11	4.91	4.39	4.87	3.88	3.97	90.4	12
茅草枯	0.10	0.09	0.10	0.07	0.08	0.08	0.08	82.1	12
	0.25	0.18	0.23	0.21	0.25	0.18	0.23	86.0	13
	5.00	4.52	4.46	4.57	4.06	4.46	3.99	86.9	5.8
麦草畏	0.10	0.10	0.08	0.07	0.07	0.08	0.07	77.4	14
	0.25	0.27	0.27	0.19	0.27	0.19	0.25	96.2	17
	5.00	4.04	4.51	4.60	4.19	4.69	4.31	87.8	5.8
五氯苯酚	0.10	0.08	0.10	0.09	0.08	0.07	0.08	80.7	13
	0.25	0.19	0.18	0.22	0.26	0.25	0.22	88.1	15
	5.00	4.45	3.81	4.54	3.52	4.18	5.18	85.6	14
3,5-二氯苯甲 酸	0.10	0.09	0.10	0.09	0.09	0.07	0.07	85.8	12
	0.25	0.19	0.26	0.26	0.20	0.21	0.27	92.8	16

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
	5.00	4.42	4.72	4.03	3.92	5.43	3.50	86.7	16
2-(3-氯-2-甲 基苯氧基)丙 酸	0.10	0.10	0.09	0.08	0.07	0.09	0.08	84.7	13
	0.25	0.24	0.18	0.24	0.19	0.20	0.26	87.3	15
	5.00	4.69	4.51	4.75	4.37	4.12	4.89	91.1	6.1
2-甲基-4-氯苯 氧乙酸	0.10	0.09	0.07	0.06	0.08	0.10	0.08	81.6	16
	0.25	0.27	0.26	0.18	0.23	0.22	0.25	93.4	14
	5.00	4.31	5.26	4.61	3.96	3.77	5.05	89.9	13
2,4-滴丙酸	0.10	0.09	0.09	0.08	0.08	0.09	0.07	83.9	8.4
	0.25	0.20	0.22	0.19	0.25	0.22	0.25	89.8	11
	5.00	4.18	5.05	3.80	4.91	4.18	4.74	89.5	11
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.07	0.09	0.08	0.09	0.08	0.10	84.4	14
	0.25	0.27	0.20	0.24	0.21	0.21	0.22	89.4	11
	5.00	5.03	5.24	4.39	3.71	5.40	5.39	97.2	14
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	0.06	0.08	0.08	0.07	0.07	0.09	76.7	12
	0.25	0.21	0.19	0.25	0.21	0.20	0.20	84.5	10
	5.00	3.69	4.31	3.55	5.43	4.51	4.00	85.0	16
草灭平	0.10	0.06	0.07	0.08	0.09	0.06	0.07	73.2	18
	0.25	0.23	0.23	0.27	0.25	0.26	0.18	95.1	13
	5.00	5.16	5.01	4.97	5.32	5.25	4.81	101.7	3.8
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.10	0.07	0.08	0.06	0.10	0.06	77.5	21
	0.25	0.25	0.21	0.21	0.27	0.26	0.19	92.6	15
	5.00	5.26	5.46	3.60	3.94	5.18	4.94	94.6	16
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.08	0.10	0.07	0.08	0.08	0.09	79.3	13
	0.25	0.19	0.27	0.26	0.20	0.26	0.21	91.7	16
	5.00	3.68	5.18	5.14	4.34	5.34	5.29	96.5	14
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.09	0.07	0.07	0.06	0.10	77.1	18
	0.25	0.25	0.18	0.21	0.25	0.23	0.19	87.4	14
	5.00	5.14	4.45	5.12	4.07	3.60	5.18	91.9	14
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.07	0.10	0.07	0.07	0.07	0.08	76.3	16
	0.25	0.23	0.24	0.22	0.18	0.25	0.24	90.4	11
	5.00	5.45	3.91	5.47	5.27	4.74	4.38	97.4	13

附表 26 实验室三地表水样品加标回收率（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.06	0.09	0.06	0.06	0.07	0.08	70.8	13
	0.25	0.27	0.24	0.21	0.19	0.20	0.22	89.2	12
	5.00	3.79	5.13	4.06	5.45	5.43	4.48	94.5	15
茅草枯	0.10	0.08	0.06	0.06	0.07	0.07	0.09	73.2	15
	0.25	0.19	0.27	0.24	0.21	0.23	0.18	88.4	16
	5.00	4.52	4.18	3.61	4.95	4.35	5.21	89.4	13
麦草畏	0.10	0.06	0.07	0.08	0.07	0.08	0.07	72.8	10
	0.25	0.19	0.24	0.24	0.21	0.23	0.26	91.7	11
	5.00	5.04	3.57	4.70	3.51	4.88	4.41	87.0	15
五氯苯酚	0.10	0.09	0.09	0.10	0.08	0.10	0.09	91.8	6.8
	0.25	0.26	0.26	0.22	0.27	0.18	0.23	94.3	14
	5.00	4.05	4.14	5.08	4.81	5.45	4.14	92.2	13
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.09	0.08	0.06	0.06	0.06	0.07	70.1	17
	0.25	0.26	0.23	0.18	0.19	0.24	0.23	89.1	15
	5.00	5.47	4.09	4.55	5.27	4.59	4.18	93.8	12
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.09	0.08	0.08	0.07	0.06	0.10	81.2	16
	0.25	0.26	0.23	0.18	0.24	0.27	0.19	90.8	15
	5.00	5.20	5.39	4.48	3.83	4.66	4.25	92.7	13
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.06	0.10	0.09	0.07	0.10	0.07	82.6	21
	0.25	0.27	0.27	0.24	0.24	0.19	0.26	97.7	12
	5.00	5.14	3.98	3.82	5.06	5.19	4.18	91.2	14
2,4-滴丙酸	0.10	0.06	0.09	0.09	0.07	0.07	0.06	74.5	19
	0.25	0.21	0.26	0.19	0.23	0.19	0.19	84.7	14
	5.00	4.35	3.83	4.48	4.35	5.35	4.40	89.2	11
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.09	0.07	0.06	0.10	0.06	77.1	20
	0.25	0.25	0.24	0.27	0.25	0.27	0.25	102	4.6
	5.00	5.38	4.97	4.27	4.19	4.67	5.34	96.1	11
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.08	0.07	0.09	0.10	0.10	0.08	85.0	14
	0.25	0.26	0.22	0.22	0.27	0.20	0.26	95.5	12
	5.00	5.05	5.38	3.59	4.02	5.15	4.30	91.6	16
草灭平	0.10	0.10	0.09	0.07	0.07	0.07	0.10	82.8	16
	0.25	0.20	0.22	0.19	0.26	0.24	0.23	89.6	11
	5.00	3.96	4.23	4.33	5.46	5.42	4.70	93.6	14

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.07	0.07	0.07	0.06	0.08	0.09	75.4	14
	0.25	0.22	0.21	0.21	0.26	0.19	0.23	87.9	10
	5.00	3.67	4.09	3.72	4.52	4.06	5.45	85.0	16
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.10	0.08	0.07	0.07	0.08	0.08	78.5	15
	0.25	0.20	0.18	0.26	0.24	0.24	0.18	85.8	15
	5.00	4.08	4.59	4.11	3.69	5.17	4.71	87.8	12
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.07	0.09	0.07	0.07	0.06	71.7	15
	0.25	0.24	0.18	0.18	0.18	0.26	0.25	86.4	19
	5.00	5.38	4.49	5.02	5.11	5.36	4.49	99.5	8.1
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.09	0.06	0.09	0.09	0.06	0.06	77.8	21
	0.25	0.25	0.20	0.21	0.19	0.26	0.18	85.9	15
	5.00	4.76	4.06	5.42	4.19	4.97	3.92	91.1	13

附表 27 实验室四地表水样品加标回收率（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.06	0.09	0.06	0.06	0.07	0.09	73.8	20
	0.25	0.19	0.24	0.24	0.20	0.20	0.22	86.0	10
	5.00	3.55	3.62	4.19	5.10	5.39	5.31	90.5	19
茅草枯	0.10	0.07	0.07	0.09	0.09	0.09	0.10	83.2	14
	0.25	0.18	0.20	0.19	0.23	0.25	0.21	84.1	13
	5.00	3.61	4.55	5.00	3.77	5.18	4.32	88.1	14
麦草畏	0.10	0.07	0.10	0.09	0.07	0.09	0.09	84.2	14
	0.25	0.21	0.25	0.24	0.21	0.25	0.27	95.2	11
	5.00	5.42	3.79	4.95	5.06	3.94	4.29	91.5	14
五氯苯酚	0.10	0.09	0.08	0.06	0.07	0.08	0.07	76.9	12
	0.25	0.23	0.22	0.26	0.24	0.20	0.25	94.1	10
	5.00	4.05	4.11	3.73	4.51	4.48	5.45	87.8	14
3,5-二氯苯甲 酸	0.10	0.08	0.07	0.08	0.08	0.09	0.08	79.4	11
	0.25	0.19	0.23	0.27	0.23	0.20	0.19	87.8	13
	5.00	4.66	4.57	4.30	3.78	4.28	4.24	86.1	7.2
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙 酸	0.10	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.06	81.3	14
	0.25	0.22	0.27	0.25	0.18	0.24	0.18	88.5	16
	5.00	4.20	4.34	5.25	5.26	4.59	3.82	91.6	13

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2-甲基-4-氯苯 氧乙酸	0.10	0.09	0.07	0.07	0.09	0.09	0.08	82.8	13
	0.25	0.24	0.22	0.23	0.22	0.24	0.23	92.4	4.4
	5.00	4.65	5.32	5.04	4.25	4.12	4.07	91.5	11
2,4-滴丙酸	0.10	0.08	0.09	0.07	0.07	0.10	0.07	80.4	14
	0.25	0.27	0.24	0.21	0.20	0.26	0.24	94.6	12
	5.00	5.14	4.45	4.30	4.93	3.58	3.51	86.3	16
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.10	0.10	0.08	0.08	0.10	90.5	8.1
	0.25	0.24	0.20	0.19	0.19	0.22	0.20	82.8	9.7
	5.00	5.04	3.83	4.33	4.29	3.82	3.74	83.5	12
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	0.08	0.07	0.07	0.07	0.09	0.10	79.4	15
	0.25	0.19	0.26	0.19	0.27	0.22	0.19	88.5	17
	5.00	4.22	3.71	4.87	3.93	4.08	4.44	84.2	10
草灭平	0.10	0.07	0.10	0.07	0.08	0.08	0.08	79.8	12
	0.25	0.18	0.23	0.20	0.20	0.24	0.24	85.8	12
	5.00	3.91	5.30	4.96	4.64	4.58	4.42	92.7	10
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.07	0.08	0.09	0.07	0.07	0.10	79.1	17
	0.25	0.23	0.24	0.18	0.19	0.23	0.24	87.1	12
	5.00	4.51	5.41	4.46	3.91	4.58	4.76	92.1	11
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.06	0.09	0.08	0.07	0.07	0.09	77.9	17
	0.25	0.22	0.21	0.20	0.18	0.26	0.22	87.2	13
	5.00	3.84	4.14	3.78	4.70	3.59	5.29	84.5	15
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.09	0.07	0.08	0.09	0.07	77.5	12
	0.25	0.19	0.24	0.25	0.25	0.18	0.25	90.5	14
	5.00	3.87	4.87	4.08	3.77	5.24	4.90	89.1	14
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.06	0.08	0.08	0.07	0.07	0.09	75.1	14
	0.25	0.24	0.22	0.23	0.20	0.19	0.26	88.7	12
	5.00	4.98	4.63	4.42	4.76	4.23	3.61	88.7	11

附表 28 实验室五地表水样品加标回收率（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.07	0.06	0.10	0.07	0.08	0.08	75.8	17
	0.25	0.21	0.18	0.18	0.25	0.19	0.26	85.8	17
	5.00	5.15	5.30	5.40	3.70	4.41	4.17	93.8	15

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
茅草枯	0.10	0.08	0.10	0.07	0.09	0.08	0.07	79.9	14
	0.25	0.21	0.20	0.27	0.18	0.23	0.23	87.7	14
	5.00	4.76	4.67	4.45	4.46	4.26	3.67	87.6	8.9
麦草畏	0.10	0.08	0.06	0.09	0.07	0.06	0.09	77.9	16
	0.25	0.26	0.25	0.27	0.27	0.22	0.19	96.6	14
	5.00	4.00	4.35	4.01	5.00	3.64	3.99	83.3	11
五氯苯酚	0.10	0.07	0.09	0.10	0.07	0.10	0.07	83.6	16
	0.25	0.23	0.20	0.25	0.24	0.27	0.18	91.7	15
	5.00	3.55	3.97	4.68	4.15	5.29	5.13	89.2	15
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.06	0.09	0.10	0.08	0.08	0.07	78.8	15
	0.25	0.18	0.18	0.24	0.21	0.24	0.25	86.5	15
	5.00	4.95	4.74	3.87	4.48	5.14	3.50	88.9	14
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.08	0.08	0.07	0.09	0.07	0.07	76.7	14
	0.25	0.23	0.21	0.23	0.19	0.26	0.26	92.0	12
	5.00	4.87	3.74	4.18	3.82	4.06	3.50	80.6	12
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.07	0.07	0.09	0.09	0.07	0.10	79.6	16
	0.25	0.22	0.18	0.18	0.19	0.18	0.24	78.6	13
	5.00	3.90	4.97	3.50	4.36	4.01	4.45	84.0	12
2,4-滴丙酸	0.10	0.09	0.06	0.09	0.09	0.06	0.10	81.8	18
	0.25	0.27	0.19	0.21	0.19	0.27	0.23	90.6	16
	5.00	4.87	4.42	4.32	4.83	3.73	5.47	92.1	13
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.08	82.5	9.3
	0.25	0.18	0.20	0.18	0.20	0.21	0.24	81.0	11
	5.00	4.09	5.40	4.79	5.22	4.85	5.42	99.2	10
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.06	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	73.1	10
	0.25	0.19	0.24	0.24	0.25	0.18	0.20	87.1	14
	5.00	4.29	4.88	4.78	4.98	4.86	3.56	91.2	12
草灭平	0.10	0.10	0.09	0.07	0.07	0.07	0.06	76.3	19
	0.25	0.20	0.23	0.24	0.24	0.26	0.23	93.0	8.8
	5.00	3.98	4.85	3.79	4.07	3.79	5.30	85.9	15
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	0.08	0.09	0.07	0.08	0.06	0.07	75.1	12
	0.25	0.22	0.25	0.23	0.22	0.26	0.21	92.1	8.3
	5.00	4.90	3.91	4.66	4.46	5.32	3.50	89.2	15
4-氨基-3,5,6-	0.10	0.09	0.08	0.10	0.10	0.07	0.07	83.9	17



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
三氯吡啶羧酸	0.25	0.25	0.19	0.26	0.25	0.21	0.27	94.4	14
	5.00	3.61	4.11	5.31	3.66	4.70	4.88	87.5	16
三氟羧草醚	0.10	0.07	0.09	0.09	0.10	0.08	0.08	86.2	10
	0.25	0.20	0.22	0.26	0.19	0.25	0.20	87.9	13
	5.00	3.72	4.83	4.51	5.21	4.19	5.32	92.6	13
四氯对苯二甲酸	0.10	0.10	0.07	0.07	0.08	0.09	0.09	80.5	13
	0.25	0.19	0.27	0.23	0.25	0.19	0.19	88.1	15
	5.00	4.17	4.07	3.73	5.08	3.62	4.07	82.5	13

附表 29 实验室六地表水样品加标回收率（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	0.07	0.08	0.09	0.07	0.07	0.07	75.8	12
	0.25	0.21	0.22	0.18	0.27	0.24	0.23	90.9	13
	5.00	3.92	4.89	4.77	5.08	3.71	4.11	88.2	13
茅草枯	0.10	0.08	0.08	0.06	0.07	0.08	0.06	74.1	14
	0.25	0.24	0.26	0.20	0.25	0.25	0.27	98.2	11
	5.00	3.83	4.74	4.96	3.73	4.21	3.86	84.5	12
麦草畏	0.10	0.06	0.09	0.07	0.06	0.10	0.08	78.4	18
	0.25	0.18	0.19	0.24	0.27	0.21	0.22	86.8	16
	5.00	4.93	4.66	4.45	3.74	5.08	4.55	91.4	10
五氯苯酚	0.10	0.08	0.08	0.09	0.08	0.07	0.09	80.4	8.8
	0.25	0.23	0.27	0.18	0.27	0.20	0.24	92.5	17
	5.00	5.29	5.28	4.48	3.95	4.77	3.98	92.5	13
3,5-二氯苯甲酸	0.10	0.08	0.07	0.07	0.10	0.08	0.09	82.6	12
	0.25	0.19	0.25	0.26	0.21	0.24	0.22	91.6	11
	5.00	4.66	5.35	4.32	4.60	3.89	3.86	88.9	13
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	0.07	0.10	0.08	0.10	0.07	0.06	79.5	19
	0.25	0.26	0.23	0.21	0.23	0.25	0.23	93.0	7.2
	5.00	3.69	5.24	3.99	5.21	5.26	3.56	89.8	18
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.06	0.06	0.07	0.07	0.10	0.07	71.5	17
	0.25	0.18	0.21	0.24	0.22	0.22	0.18	83.3	13
	5.00	5.36	3.81	4.00	5.47	4.83	4.38	92.8	15
2,4-滴丙酸	0.10	0.07	0.08	0.08	0.07	0.07	0.08	75.7	10

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.25	0.25	0.23	0.25	0.18	0.24	0.18	88.5	15
	5.00	4.84	4.86	4.42	4.18	3.88	4.61	89.3	9
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.06	0.09	0.08	0.07	0.07	78.8	16
	0.25	0.22	0.26	0.21	0.27	0.21	0.26	95.9	12
	5.00	5.18	4.22	4.45	5.15	4.68	5.01	95.7	8
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	0.06	0.08	0.06	0.07	0.09	0.08	73.2	16
	0.25	0.23	0.18	0.19	0.27	0.20	0.23	86.6	16
	5.00	5.06	5.36	3.82	4.86	5.35	5.49	99.8	12
草灭平	0.10	0.09	0.10	0.08	0.08	0.07	0.08	82.4	11
	0.25	0.20	0.27	0.19	0.23	0.21	0.18	85.4	16
	5.00	4.01	5.04	4.33	4.30	4.88	4.27	89.4	9
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	0.06	0.08	0.07	0.08	0.09	0.08	77.7	13
	0.25	0.23	0.19	0.18	0.18	0.26	0.27	86.9	19
	5.00	5.40	5.20	4.10	5.05	3.92	5.02	95.7	13
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	0.10	0.09	0.09	0.07	0.08	0.06	80.9	17
	0.25	0.27	0.24	0.18	0.25	0.18	0.19	88.4	18
	5.00	3.69	3.67	4.81	5.14	5.03	4.24	88.6	15
三氟羧草醚	0.10	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.08	81.1	7.2
	0.25	0.20	0.25	0.18	0.19	0.27	0.23	87.9	16
	5.00	5.43	5.46	3.76	5.03	4.69	5.45	99.4	13
四氯对苯二甲 酸	0.10	0.09	0.07	0.06	0.06	0.09	0.06	74.2	18
	0.25	0.25	0.27	0.20	0.24	0.23	0.20	92.4	12
	5.00	4.27	5.36	5.37	5.27	4.57	5.40	101	10

附表 30 实验室一生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.03	0.03	0.02	0.05	0.03	0.04	66.6	26
	0.50	0.40	0.36	0.55	0.50	0.39	0.31	83.9	21
	9.00	7.44	9.29	6.45	6.31	8.96	6.35	83.0	18
茅草枯	0.05	0.03	0.03	0.02	0.04	0.05	0.04	74.2	24
	0.50	0.55	0.35	0.33	0.51	0.46	0.35	85.0	22
	9.00	9.63	6.63	7.69	7.83	9.67	8.02	91.6	14
麦草畏	0.05	0.05	0.03	0.04	0.03	0.05	0.04	82.2	22

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.50	0.36	0.53	0.31	0.39	0.41	0.42	80.8	19
	9.00	7.09	6.52	7.59	7.26	7.58	7.83	81.2	6
五氯苯酚	0.05	0.02	0.03	0.03	0.04	0.02	0.03	58.9	22
	0.50	0.37	0.53	0.43	0.38	0.39	0.32	80.6	18
	9.00	6.39	9.47	6.77	7.79	8.15	8.13	86.5	14
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.03	0.05	0.05	0.04	0.04	85.1	15
	0.50	0.46	0.54	0.44	0.35	0.41	0.42	87.4	14
	9.00	9.29	8.21	8.13	8.98	9.75	7.25	95.6	11
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.03	0.02	0.03	0.03	0.04	63.9	28
	0.50	0.54	0.46	0.44	0.30	0.37	0.53	88.0	21
	9.00	6.60	7.97	9.16	8.71	8.60	6.93	88.8	13
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.02	0.05	0.04	76.3	22
	0.50	0.41	0.55	0.47	0.33	0.30	0.40	81.9	22
	9.00	9.62	9.16	9.74	6.30	8.06	8.63	95.4	15
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.04	0.04	0.05	0.02	0.03	68.0	30
	0.50	0.34	0.31	0.39	0.53	0.42	0.51	83.5	21
	9.00	9.54	8.07	8.50	7.31	6.61	8.95	90.7	13
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.02	0.04	0.03	0.03	0.04	0.03	67.9	24
	0.50	0.51	0.48	0.42	0.50	0.54	0.32	92.2	17
	9.00	9.81	6.40	7.93	6.41	8.25	9.30	89.1	18
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.04	0.02	0.04	0.05	0.02	65.2	32
	0.50	0.48	0.51	0.33	0.48	0.35	0.52	89.3	19
	9.00	8.91	8.88	8.70	6.42	6.85	8.19	88.8	14
草灭平	0.05	0.03	0.04	0.02	0.05	0.02	0.03	64.6	32
	0.50	0.35	0.43	0.33	0.54	0.40	0.43	82.6	19
	9.00	7.24	9.08	9.04	8.79	7.02	7.56	90.2	12
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.03	0.05	76.9	19
	0.50	0.52	0.35	0.31	0.49	0.38	0.51	85.2	21
	9.00	8.01	8.76	9.69	6.67	6.90	8.26	89.5	14
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.05	0.05	0.04	0.04	0.03	0.03	0.04	74.0	21
	0.50	0.40	0.35	0.47	0.50	0.36	0.40	82.7	15
	9.00	7.42	6.47	7.37	8.50	6.80	7.67	81.9	10
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.03	0.02	0.03	0.04	0.02	61.3	23
	0.50	0.31	0.38	0.35	0.38	0.40	0.49	77.0	16

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	7.27	9.20	9.05	6.67	9.25	6.58	88.9	16
四氯对苯二甲酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	83.9	8
	0.50	0.45	0.36	0.54	0.51	0.52	0.49	95.5	13
	9.00	6.58	8.64	7.99	7.83	9.17	6.94	87.3	12

附表 31 实验室二生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.03	0.02	0.05	0.04	0.03	0.05	72.8	31
	0.50	0.53	0.53	0.36	0.33	0.44	0.31	83.5	24
	9.00	9.74	6.54	6.34	8.73	8.92	7.37	88.2	18
茅草枯	0.05	0.04	0.04	0.03	0.03	0.04	0.05	80.0	20
	0.50	0.48	0.44	0.46	0.49	0.48	0.41	92.1	6.4
	9.00	6.70	8.25	6.79	7.40	8.33	9.20	86.4	13
麦草畏	0.05	0.03	0.04	0.05	0.05	0.03	0.04	78.9	18
	0.50	0.42	0.41	0.41	0.42	0.33	0.53	83.8	15
	9.00	9.80	8.62	7.09	9.47	8.57	7.57	94.7	12
五氯苯酚	0.05	0.05	0.03	0.02	0.04	0.04	0.04	72.9	24
	0.50	0.39	0.36	0.50	0.34	0.35	0.31	74.9	18
	9.00	8.97	9.62	8.78	7.42	7.93	8.10	94.1	9.4
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.03	0.03	0.04	63.8	28
	0.50	0.30	0.34	0.44	0.42	0.52	0.48	83.8	20
	9.00	8.95	9.35	7.89	8.58	6.89	7.76	91.5	11
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.05	0.05	0.03	72.2	34
	0.50	0.34	0.44	0.46	0.41	0.45	0.45	85.2	10
	9.00	8.57	7.98	6.54	6.30	6.63	7.29	80.2	12
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.03	0.05	0.02	65.4	36
	0.50	0.46	0.46	0.40	0.36	0.49	0.49	88.9	12
	9.00	8.74	7.37	8.55	8.85	7.78	6.73	88.9	11
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.02	0.05	0.05	73.0	30
	0.50	0.32	0.55	0.38	0.47	0.49	0.46	89.0	18
	9.00	8.64	9.78	9.45	8.26	7.84	7.15	94.7	12
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.05	0.04	0.04	0.04	0.03	0.03	73.2	26
	0.50	0.34	0.52	0.48	0.30	0.47	0.48	86.4	21

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	7.21	8.31	8.57	7.79	9.74	9.48	94.6	11
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.05	0.05	0.02	0.04	0.04	0.04	79.7	23
	0.50	0.33	0.31	0.36	0.46	0.42	0.32	72.9	17
	9.00	8.08	9.27	6.33	9.86	7.54	6.54	88.2	18
草灭平	0.05	0.04	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	76.2	18
	0.50	0.53	0.44	0.43	0.52	0.36	0.45	90.7	14
	9.00	6.56	7.80	6.85	8.43	9.78	7.47	86.8	15
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.05	0.05	0.04	0.02	0.02	0.04	75.6	32
	0.50	0.44	0.36	0.40	0.41	0.52	0.36	83.1	15
	9.00	6.35	6.38	9.36	8.69	7.54	6.58	83.1	17
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.02	0.02	0.03	0.02	0.05	0.02	56.1	35
	0.50	0.43	0.50	0.42	0.33	0.46	0.38	84.0	14
	9.00	6.30	8.67	7.48	7.94	7.10	7.60	83.5	11
三氟羧草醚	0.05	0.05	0.05	0.04	0.02	0.02	0.03	69.5	40
	0.50	0.39	0.34	0.44	0.43	0.42	0.37	79.7	10
	9.00	9.76	6.96	9.77	6.85	6.93	7.88	89.2	17
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.05	0.04	0.04	0.02	0.04	0.03	73.7	27
	0.50	0.53	0.35	0.44	0.48	0.38	0.50	89.5	16
	9.00	8.13	9.89	9.70	6.48	7.92	8.43	93.6	15

附表 32 实验室三生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.04	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	70.2	10
	0.50	0.43	0.35	0.53	0.40	0.38	0.54	87.9	18
	9.00	9.19	6.97	9.70	8.03	7.43	6.80	89.1	15
茅草枯	0.05	0.02	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	73.0	23
	0.50	0.36	0.48	0.32	0.32	0.35	0.53	78.6	23
	9.00	6.31	6.54	7.25	6.50	8.93	8.88	82.2	16
麦草畏	0.05	0.04	0.03	0.02	0.03	0.04	0.04	73.0	25
	0.50	0.45	0.37	0.45	0.42	0.47	0.34	83.5	13
	9.00	9.07	7.71	9.00	9.35	6.56	7.68	91.4	13
五氯苯酚	0.05	0.02	0.05	0.02	0.02	0.02	0.04	57.1	36
	0.50	0.54	0.41	0.45	0.40	0.54	0.44	92.3	14

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	9.43	7.09	9.58	8.81	9.32	8.44	97.5	11
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.05	0.04	0.02	68.6	29
	0.50	0.44	0.49	0.52	0.36	0.50	0.32	87.8	19
	9.00	8.44	6.44	9.12	9.90	7.06	9.84	94.0	17
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.03	0.02	0.04	0.03	0.02	59.6	31
	0.50	0.31	0.34	0.30	0.38	0.50	0.39	74.0	20
	9.00	9.35	6.75	8.27	6.76	6.57	9.27	87.0	17
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.03	72.6	21
	0.50	0.35	0.41	0.33	0.54	0.39	0.41	81.1	18
	9.00	8.77	6.82	8.64	9.15	7.32	6.85	88.1	13
2,4-滴丙酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03	74.0	22
	0.50	0.46	0.38	0.34	0.49	0.41	0.31	79.9	17
	9.00	6.90	6.93	7.04	7.53	8.37	7.99	82.9	8.2
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.04	0.03	0.03	65.2	15
	0.50	0.46	0.34	0.45	0.45	0.49	0.55	91.3	15
	9.00	9.36	8.30	9.46	8.19	7.48	7.76	93.6	10
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03	63.5	19
	0.50	0.49	0.36	0.44	0.31	0.42	0.31	77.2	19
	9.00	7.88	8.54	6.83	8.78	9.30	8.90	93.0	11
草灭平	0.05	0.03	0.02	0.02	0.03	0.05	0.04	65.2	29
	0.50	0.53	0.53	0.42	0.37	0.36	0.44	88.3	17
	9.00	9.83	9.73	8.59	8.34	7.87	9.11	99.0	8.8
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.02	72.7	20
	0.50	0.40	0.38	0.34	0.40	0.53	0.34	79.6	18
	9.00	7.04	9.49	7.95	8.15	6.37	6.74	84.7	15
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	70.0	13
	0.50	0.54	0.33	0.44	0.53	0.30	0.55	89.7	24
	9.00	7.83	6.89	6.64	6.87	8.88	8.38	84.3	12
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.04	0.04	0.03	0.03	0.05	75.0	24
	0.50	0.31	0.40	0.49	0.42	0.43	0.50	85.3	16
	9.00	6.88	7.95	6.91	6.85	8.11	7.65	82.1	7.9
四氯对苯二甲酸	0.05	0.04	0.02	0.03	0.05	0.02	0.03	63.7	29
	0.50	0.41	0.54	0.45	0.48	0.35	0.53	92.0	16
	9.00	8.79	8.48	7.24	7.69	7.47	7.76	87.8	7.6

附表 33 实验室四生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.02	0.04	0.03	0.04	0.04	0.05	73.8	27
	0.50	0.39	0.31	0.42	0.39	0.37	0.52	80.4	18
	9.00	6.33	6.76	9.37	7.55	9.35	9.29	90.1	17
茅草枯	0.05	0.03	0.04	0.03	0.05	0.04	0.03	70.9	18
	0.50	0.42	0.40	0.35	0.46	0.33	0.55	83.2	19
	9.00	6.93	8.39	8.77	8.51	8.89	7.90	91.4	8.8
麦草畏	0.05	0.04	0.05	0.05	0.04	0.03	0.03	78.5	20
	0.50	0.50	0.34	0.32	0.31	0.47	0.32	75.3	23
	9.00	9.11	7.09	8.73	6.43	9.25	8.37	90.7	14
五氯苯酚	0.05	0.05	0.03	0.05	0.02	0.03	0.03	68.9	33
	0.50	0.53	0.40	0.31	0.46	0.52	0.47	90.0	19
	9.00	7.13	8.07	9.16	9.00	8.23	8.53	92.8	8.8
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.04	0.02	0.05	0.03	0.04	71.3	24
	0.50	0.44	0.37	0.49	0.38	0.32	0.41	80.8	15
	9.00	8.78	6.75	9.04	9.32	6.35	7.08	87.6	17
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.03	0.04	0.02	0.05	0.03	0.03	67.8	28
	0.50	0.45	0.31	0.43	0.44	0.44	0.43	82.9	13
	9.00	9.43	6.85	6.87	9.34	6.35	9.82	90.1	19
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.05	0.03	0.03	0.04	0.04	74.4	21
	0.50	0.39	0.41	0.50	0.52	0.43	0.39	88.1	12
	9.00	7.98	8.61	9.18	9.27	8.21	7.30	93.6	8.9
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.05	0.03	66.0	24
	0.50	0.41	0.51	0.49	0.33	0.42	0.53	90.0	17
	9.00	7.29	9.69	7.82	6.92	9.68	6.45	88.6	18
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.03	0.05	0.02	0.04	0.05	0.04	75.9	24
	0.50	0.52	0.49	0.45	0.46	0.44	0.44	93.4	6.8
	9.00	9.78	6.69	6.84	7.72	8.91	7.24	87.4	16
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.02	0.04	0.03	0.05	0.02	0.04	69.8	31
	0.50	0.40	0.48	0.41	0.46	0.44	0.48	88.9	7.8
	9.00	9.68	7.31	7.95	8.08	9.28	7.99	93.1	11
草灭平	0.05	0.04	0.02	0.03	0.04	0.04	0.04	67.5	21
	0.50	0.48	0.39	0.49	0.53	0.44	0.44	92.4	11
	9.00	9.01	9.70	7.50	9.86	8.55	6.43	94.5	16

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.05	0.05	0.02	0.04	0.03	0.02	70.5	34
	0.50	0.36	0.41	0.34	0.54	0.37	0.44	82.1	17
	9.00	7.77	6.96	6.98	9.17	6.55	8.30	84.7	13
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.05	0.05	0.02	0.04	0.03	0.03	73.2	26
	0.50	0.36	0.35	0.33	0.54	0.43	0.50	83.8	21
	9.00	8.83	9.73	9.28	9.43	8.75	6.34	97.0	14
三氟羧草醚	0.05	0.05	0.04	0.03	0.03	0.02	0.03	68.9	26
	0.50	0.46	0.33	0.53	0.31	0.54	0.50	89.6	23
	9.00	7.87	6.68	8.09	9.84	7.91	8.36	90.3	13
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.02	0.05	0.04	0.03	0.05	0.05	76.2	29
	0.50	0.44	0.38	0.38	0.47	0.32	0.40	79.7	13
	9.00	7.47	8.13	9.17	8.47	8.26	8.20	92.0	6.7

附表 34 实验室五生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.05	0.03	0.02	0.02	0.04	0.04	68.3	26
	0.50	0.34	0.39	0.55	0.35	0.33	0.31	75.4	23
	9.00	9.42	9.75	9.28	9.68	6.53	6.77	95.2	18
茅草枯	0.05	0.05	0.03	0.03	0.02	0.03	0.05	69.8	30
	0.50	0.47	0.36	0.31	0.50	0.47	0.49	86.7	18
	9.00	7.65	8.15	6.90	9.13	9.01	8.65	91.6	10
麦草畏	0.05	0.03	0.03	0.04	0.04	0.02	0.02	60.7	25
	0.50	0.46	0.43	0.52	0.43	0.31	0.44	86.5	16
	9.00	9.74	8.30	9.71	9.17	7.35	9.21	99.0	10
五氯苯酚	0.05	0.02	0.04	0.03	0.04	0.03	0.04	68.8	16
	0.50	0.39	0.51	0.43	0.34	0.42	0.45	84.7	13
	9.00	9.66	8.16	6.50	9.56	7.17	8.63	92.0	15
3,5-二氯苯甲 酸	0.05	0.05	0.03	0.03	0.02	0.03	0.03	64.0	26
	0.50	0.30	0.40	0.40	0.35	0.44	0.44	78.2	14
	9.00	6.88	9.06	9.12	6.45	8.93	9.70	92.9	16
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙 酸	0.05	0.05	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	56.9	33
	0.50	0.50	0.47	0.40	0.53	0.54	0.52	98.5	10
	9.00	8.16	6.72	8.00	7.34	9.89	6.62	86.5	16



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.03	0.04	0.05	72.6	20
	0.50	0.45	0.52	0.54	0.47	0.34	0.33	88.6	20
	9.00	8.67	8.52	7.43	9.20	8.39	9.56	95.9	8.5
2,4-滴丙酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.02	0.04	0.03	61.1	19
	0.50	0.31	0.38	0.40	0.47	0.39	0.50	81.6	17
	9.00	7.06	9.54	8.92	6.93	9.79	7.49	92.1	15
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.02	0.03	0.02	0.02	0.03	0.04	53.3	28
	0.50	0.52	0.47	0.44	0.37	0.46	0.46	90.8	11
	9.00	6.95	7.31	8.95	8.76	9.26	6.56	88.5	15
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.02	0.04	0.03	68.9	26
	0.50	0.51	0.37	0.37	0.54	0.53	0.41	90.8	18
	9.00	8.57	6.32	7.30	7.72	8.90	7.96	86.6	12
草灭平	0.05	0.04	0.04	0.02	0.05	0.04	0.03	74.6	23
	0.50	0.37	0.34	0.34	0.53	0.48	0.53	86.4	21
	9.00	7.47	7.06	6.32	8.13	7.44	9.41	84.9	14
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.03	0.04	0.03	69.4	17
	0.50	0.55	0.53	0.38	0.44	0.34	0.33	85.6	22
	9.00	8.64	8.44	6.31	9.41	7.43	9.61	92.3	15
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.02	0.03	0.03	0.04	0.05	0.02	61.7	35
	0.50	0.30	0.49	0.41	0.54	0.52	0.31	85.8	24
	9.00	7.98	6.58	9.87	7.46	7.41	8.10	87.8	14
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.04	0.05	0.03	0.02	0.05	73.6	31
	0.50	0.42	0.38	0.40	0.48	0.40	0.43	83.8	8.3
	9.00	7.41	8.32	8.09	9.10	8.36	6.78	89.0	10
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.02	77.1	21
	0.50	0.41	0.47	0.33	0.31	0.45	0.34	77.0	18
	9.00	6.34	6.32	6.81	7.15	8.12	6.40	76.2	10

附表 35 实验室六生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.02	0.04	0.03	0.04	0.03	0.04	65.4	22
	0.50	0.36	0.34	0.43	0.42	0.53	0.33	80.0	19
	9.00	7.69	9.25	7.02	9.66	9.52	9.07	96.7	12

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
茅草枯	0.05	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.05	71.8	26
	0.50	0.39	0.43	0.40	0.52	0.33	0.48	85.1	16
	9.00	9.74	8.61	9.11	7.01	8.41	8.61	95.4	11
麦草畏	0.05	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.05	87.6	9.3
	0.50	0.53	0.50	0.32	0.46	0.44	0.44	89.4	16
	9.00	7.19	8.95	6.66	6.48	6.67	8.67	82.6	15
五氯苯酚	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.02	0.04	73.3	24
	0.50	0.50	0.39	0.55	0.51	0.40	0.39	91.4	16
	9.00	7.58	7.38	9.06	6.96	7.14	7.66	84.8	10
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.02	0.03	0.05	0.03	0.03	0.04	63.6	29
	0.50	0.45	0.42	0.41	0.36	0.34	0.33	77.0	12
	9.00	6.87	8.19	7.54	8.55	9.40	7.48	89.0	11
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.02	0.04	0.03	64.2	24
	0.50	0.31	0.36	0.31	0.33	0.41	0.40	70.2	13
	9.00	7.17	6.53	6.67	7.06	7.91	7.43	79.2	7.1
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.02	0.04	0.03	0.02	0.04	62.7	22
	0.50	0.35	0.48	0.46	0.31	0.33	0.50	81.1	21
	9.00	8.86	7.24	9.67	6.76	6.99	9.90	91.5	17
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.02	0.03	0.04	0.03	0.03	61.7	20
	0.50	0.41	0.50	0.49	0.38	0.39	0.50	89.4	13
	9.00	8.28	7.21	6.34	9.04	8.59	8.88	89.5	13
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.03	0.02	0.04	64.8	21
	0.50	0.48	0.54	0.47	0.46	0.47	0.32	90.8	16
	9.00	7.72	7.39	7.38	7.99	7.05	6.61	81.7	6.6
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.02	0.05	0.04	0.03	0.04	68.5	27
	0.50	0.52	0.45	0.34	0.31	0.35	0.53	83.4	24
	9.00	6.92	6.91	8.88	8.22	6.60	8.62	85.5	13
草灭平	0.05	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.03	51.0	19
	0.50	0.31	0.47	0.39	0.43	0.31	0.38	76.4	16
	9.00	8.33	8.75	7.42	6.45	6.97	8.61	86.2	12
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.03	0.02	0.03	67.6	22
	0.50	0.55	0.35	0.53	0.52	0.50	0.35	93.0	20
	9.00	9.59	9.52	9.17	6.99	9.50	7.85	97.5	12
4-氨基-3,5,6-	0.05	0.02	0.03	0.03	0.02	0.03	0.03	53.3	16

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
三氯吡啶羧酸	0.50	0.37	0.41	0.54	0.39	0.36	0.41	82.8	16
	9.00	7.32	7.14	7.91	8.37	8.00	7.53	85.7	6.0
三氟羧草醚	0.05	0.05	0.05	0.03	0.03	0.05	0.04	79.1	23
	0.50	0.51	0.49	0.32	0.43	0.41	0.33	82.8	19
	9.00	7.39	7.62	8.20	7.08	8.31	7.78	85.9	6.1
四氯对苯二甲酸	0.05	0.03	0.03	0.05	0.03	0.04	0.04	74.2	18
	0.50	0.52	0.38	0.48	0.45	0.43	0.35	87.2	14
	9.00	8.14	7.13	8.77	9.79	9.36	8.01	94.8	11

附表 36 实验室一工业废水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0
	0.50	0.37	0.39	0.39	0.38	0.38	0.37	76.0	2.4
	9.00	8.17	8.20	7.59	7.38	8.51	6.80	86.4	8.2
茅草枯	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	83.3	9.8
	0.50	0.30	0.28	0.28	0.30	0.32	0.29	59.0	5.1
	9.00	6.02	5.75	5.26	6.28	5.92	5.41	64.1	6.6
麦草畏	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	83.3	9.8
	0.50	0.34	0.35	0.33	0.24	0.22	0.39	62.3	21
	9.00	8.61	8.11	8.47	8.33	8.36	8.29	92.9	2.0
五氯苯酚	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.04	0.03	70.0	16
	0.50	0.27	0.27	0.28	0.28	0.33	0.29	57.3	7.9
	9.00	6.23	8.21	6.70	7.34	8.01	7.07	80.7	10
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	83.3	9.8
	0.50	0.39	0.36	0.36	0.38	0.35	0.35	73.0	4.5
	9.00	7.02	7.34	7.75	7.10	7.46	7.25	81.3	3.6
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.04	0.05	86.7	12
	0.50	0.46	0.40	0.39	0.41	0.36	0.37	79.7	8.9
	9.00	6.00	9.04	9.25	8.41	7.67	6.99	87.7	16
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.05	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04	86.7	12
	0.50	0.38	0.28	0.38	0.45	0.38	0.37	74.7	15
	9.00	9.16	9.14	7.55	8.48	7.29	7.78	91.5	9.9
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	16

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.50	0.27	0.41	0.36	0.50	0.36	0.32	74.0	21
	9.00	6.19	7.45	7.26	6.06	6.77	8.06	77.4	11
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.34	0.39	0.36	0.38	0.35	0.33	71.7	6.5
	9.00	6.34	7.20	7.49	5.73	6.09	6.84	73.5	10
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0.0
	0.50	0.31	0.33	0.31	0.30	0.31	0.32	62.7	3.3
	9.00	6.44	4.94	5.88	5.93	5.56	6.06	64.5	8.8
草灭平	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0.0
	0.50	0.27	0.42	0.48	0.34	0.53	0.36	80.0	24
	9.00	6.67	6.63	6.88	6.35	6.83	6.67	74.1	2.8
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0.0
	0.50	0.47	0.47	0.47	0.46	0.44	0.46	92.3	2.5
	9.00	7.71	8.27	10.6	12.1	8.50	8.72	104	18
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	73.3	14
	0.50	0.32	0.39	0.18	0.26	0.22	0.37	58.0	29
	9.00	6.69	7.20	6.31	11.9	9.60	8.02	92.1	26
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.04	0.03	0.03	0.04	0.05	76.7	20
	0.50	0.24	0.37	0.45	0.33	0.31	0.34	68.0	20
	9.00	9.70	8.30	9.20	9.15	7.17	10.5	100	13
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03	0.04	70.0	16
	0.50	0.37	0.37	0.38	0.37	0.38	0.37	74.7	1.4
	9.00	8.40	7.30	6.45	8.31	5.42	7.18	79.7	16

附表 37 实验室二工业废水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.45	0.46	0.37	0.37	0.42	0.49	85.3	12
	9.00	7.00	3.91	4.31	6.20	8.56	5.41	65.5	29
茅草枯	0.05	0.04	0.03	0.02	0.04	0.04	0.04	70.0	24
	0.50	0.44	0.49	0.39	0.46	0.44	0.37	86.3	10
	9.00	6.36	4.50	6.09	6.85	7.20	7.96	72.1	18
麦草畏	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	76.7	11

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	0.50	0.33	0.33	0.36	0.31	0.33	0.33	66.3	4.8
	9.00	7.60	6.60	8.28	8.15	9.90	7.36	88.7	14
五氯苯酚	0.05	0.03	0.05	0.04	0.03	0.04	0.04	76.7	20
	0.50	0.25	0.34	0.41	0.38	0.34	0.43	71.7	18
	9.00	7.38	9.03	7.34	7.55	7.58	7.43	85.8	8.4
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	76.7	20
	0.50	0.38	0.35	0.41	0.39	0.39	0.36	76.0	5.8
	9.00	6.30	6.12	6.47	5.64	6.47	6.20	68.9	5.0
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04	0.05	86.7	12
	0.50	0.31	0.37	0.35	0.35	0.29	0.36	67.7	9.2
	9.00	8.40	8.13	8.55	8.44	8.65	8.38	93.6	2.1
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.03	0.03	0.04	73.3	14
	0.50	0.37	0.37	0.36	0.36	0.37	0.39	74.0	3.0
	9.00	5.62	5.20	4.93	4.86	4.68	6.73	59.3	14
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.04	0.02	0.04	0.03	0.03	63.3	24
	0.50	0.46	0.47	0.26	0.41	0.53	0.56	89.7	24
	9.00	7.02	7.32	6.81	6.91	7.21	7.09	78.4	2.7
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.03	0.04	0.04	70.0	16
	0.50	0.39	0.41	0.45	0.46	0.35	0.38	81.3	10
	9.00	6.50	5.89	6.00	5.69	5.32	5.79	65.2	6.6
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0.0
	0.50	0.44	0.33	0.40	0.31	0.46	0.27	73.7	21
	9.00	5.70	7.52	7.02	7.13	5.77	6.36	73.1	11
草灭平	0.05	0.03	0.02	0.04	0.05	0.04	0.06	80.0	35
	0.50	0.42	0.28	0.44	0.42	0.42	0.48	82.0	17
	9.00	4.41	4.60	6.90	8.42	6.30	6.50	68.8	24
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	0.04	0.05	0.03	0.04	0.05	0.05	86.7	19
	0.50	0.43	0.54	0.46	0.40	0.40	0.47	90.0	12
	9.00	8.30	6.45	5.61	5.79	7.18	7.19	75.0	15
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.05	0.04	86.7	12
	0.50	0.33	0.30	0.32	0.37	0.33	0.39	68.0	9.8
	9.00	5.14	6.13	5.57	5.79	5.53	4.88	61.2	8.1
三氟羧草醚	0.05	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	0.04	70.0	16
	0.50	0.48	0.40	0.44	0.41	0.54	0.40	89.0	13

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	8.80	7.71	7.85	7.37	8.61	8.27	90.0	6.8
四氯对苯二甲酸	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	83.3	9.8
	0.50	0.29	0.37	0.29	0.25	0.31	0.31	60.7	13
	9.00	6.54	6.01	8.56	9.60	7.38	3.77	77.5	29

附表 38 实验室三工业废水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03	0.03	63.3	13
	0.50	0.30	0.32	0.31	0.29	0.31	0.30	61.0	3.4
	9.00	7.41	7.51	7.74	7.59	7.29	7.50	83.4	2.0
茅草枯	0.05	0.04	0.04	0.06	0.06	0.04	0.04	93.3	22
	0.50	0.41	0.39	0.42	0.43	0.41	0.40	82.0	3.4
	9.00	5.10	6.30	7.10	5.46	5.51	6.77	67.1	13
麦草畏	0.05	0.04	0.05	0.04	0.03	0.03	0.04	76.7	20
	0.50	0.45	0.37	0.49	0.26	0.36	0.45	79.3	21
	9.00	7.91	6.67	6.01	5.87	6.86	7.13	74.9	11
五氯苯酚	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.03	0.04	76.7	11
	0.50	0.44	0.48	0.48	0.44	0.51	0.41	92.0	7.9
	9.00	7.97	7.30	9.00	6.76	7.05	6.79	83.1	12
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.03	0.04	0.03	0.03	0.03	0.03	63.3	13
	0.50	0.45	0.38	0.42	0.41	0.39	0.39	81.3	6.3
	9.00	5.78	6.36	7.23	5.72	6.09	5.33	67.6	11
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0.0
	0.50	0.30	0.37	0.35	0.29	0.28	0.29	62.7	12
	9.00	7.30	6.83	7.35	7.69	6.63	6.58	78.5	6.4
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	100	0.0
	0.50	0.36	0.33	0.33	0.40	0.34	0.39	71.7	8.5
	9.00	6.83	6.40	8.29	7.90	7.62	6.73	81.1	10
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0.0
	0.50	0.48	0.43	0.48	0.44	0.44	0.44	90.3	4.9
	9.00	6.89	6.80	6.25	8.18	4.39	5.19	69.8	21
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	0.05	90.0	12
	0.50	0.45	0.25	0.31	0.35	0.27	0.32	65.0	22

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	8.88	9.29	8.67	8.84	8.69	8.25	97.4	3.9
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0.0
	0.50	0.43	0.36	0.36	0.51	0.35	0.48	83.0	17
	9.00	5.21	5.92	6.02	5.70	5.99	5.99	64.5	5.4
草灭平	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0.0
	0.50	0.36	0.34	0.43	0.43	0.33	0.37	75.3	12
	9.00	6.50	6.25	3.87	6.00	5.39	6.81	64.5	18
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	100	0
	0.50	0.42	0.45	0.48	0.53	0.51	0.42	93.7	9.9
	9.00	8.28	6.54	6.62	8.44	7.80	6.47	81.8	12
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.34	0.36	0.34	0.35	0.35	0.35	69.7	2.2
	9.00	5.70	5.29	7.15	6.85	4.70	5.95	66.0	16
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.04	0.04	0.03	0.05	0.03	76.7	20
	0.50	0.44	0.42	0.43	0.41	0.38	0.41	83.0	5.0
	9.00	6.85	6.94	6.95	9.03	5.88	7.66	80.2	15
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.44	0.43	0.43	0.43	0.43	0.44	86.7	1.2
	9.00	7.90	10.23	9.20	8.68	8.41	11.4	103	14

附表 39 实验室四工业废水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.44	0.38	0.42	0.34	0.35	0.33	75.3	12
	9.00	9.55	6.20	8.35	8.16	7.56	7.33	87.3	14
茅草枯	0.05	0.05	0.03	0.04	0.06	0.04	0.04	86.7	24
	0.50	0.36	0.34	0.32	0.33	0.33	0.34	67.3	4.1
	9.00	7.07	5.90	7.21	7.24	6.86	6.80	76.1	7.3
麦草畏	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	63.3	13
	0.50	0.42	0.43	0.42	0.43	0.43	0.43	85.3	1.2
	9.00	8.20	6.13	6.64	7.23	6.01	3.70	70.2	24
五氯苯酚	0.05	0.06	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	83.3	24
	0.50	0.32	0.40	0.29	0.33	0.26	0.25	61.7	18

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	7.20	7.30	8.49	8.04	8.16	7.50	86.5	6.7
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.03	0.02	0.03	0.04	0.03	0.03	60.0	21
	0.50	0.39	0.41	0.35	0.36	0.38	0.39	76.0	5.8
	9.00	7.13	6.20	5.18	5.56	6.64	7.86	71.4	15
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.04	0.02	0.03	0.03	0.04	66.7	24
	0.50	0.34	0.32	0.29	0.21	0.41	0.30	62.3	21
	9.00	6.16	6.05	6.12	6.60	6.12	6.12	68.8	3.3
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	76.7	20
	0.50	0.38	0.43	0.32	0.45	0.48	0.40	82.0	14
	9.00	7.44	4.97	5.01	5.82	2.80	4.95	57.4	29
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.04	0.02	0.04	0.03	0.03	63.3	24
	0.50	0.32	0.33	0.33	0.34	0.33	0.31	65.3	3.2
	9.00	5.33	6.29	6.20	7.05	5.91	5.89	67.9	9.3
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.04	0.03	0.05	0.05	0.05	86.7	19
	0.50	0.41	0.40	0.43	0.34	0.41	0.37	78.7	8.3
	9.00	6.41	5.93	6.24	5.50	5.79	5.88	66.2	5.5
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.05	0.05	0.03	0.04	0.05	86.7	19
	0.50	0.34	0.39	0.41	0.47	0.44	0.44	83.0	11
	9.00	7.36	6.00	7.65	6.62	6.08	5.90	73.4	11
草灭平	0.05	0.03	0.03	0.01	0.03	0.03	0.04	56.7	35
	0.50	0.31	0.38	0.38	0.41	0.33	0.34	71.7	11
	9.00	7.07	7.16	7.39	7.18	7.01	7.18	79.6	1.8
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04	83.3	9.8
	0.50	0.35	0.45	0.37	0.22	0.13	0.19	57.0	43
	9.00	6.92	6.51	6.53	6.78	6.35	6.76	73.8	3.2
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.05	0.04	0.05	0.04	0.05	0.04	0.05	90.0	12
	0.50	0.45	0.47	0.41	0.54	0.45	0.47	93.0	9.2
	9.00	6.17	6.42	4.73	6.69	4.96	4.47	61.9	17
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.04	0.03	0.04	0.03	0.04	73.3	14
	0.50	0.31	0.29	0.48	0.39	0.45	0.33	75.0	21
	9.00	7.05	7.00	7.15	7.39	7.00	7.49	79.8	2.9
四氯对苯二甲酸	0.05	0.04	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	86.7	12
	0.50	0.19	0.27	0.18	0.42	0.33	0.33	57.3	32
	9.00	7.90	5.36	7.04	7.23	6.21	6.10	74.0	14



附表 40 实验室五工业废水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.36	0.15	0.30	0.25	0.33	0.29	56.0	26
	9.00	4.61	6.20	6.49	6.88	4.39	4.90	62.0	19
茅草枯	0.05	0.02	0.02	0.04	0.04	0.05	0.04	70.0	35
	0.50	0.23	0.33	0.30	0.40	0.38	0.38	67.3	19
	9.00	5.17	6.85	6.11	6.14	4.67	7.30	67.1	16
麦草畏	0.05	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	86.7	12
	0.50	0.44	0.43	0.45	0.46	0.45	0.43	88.7	2.7
	9.00	3.62	7.47	7.20	6.34	4.33	6.00	64.7	27
五氯苯酚	0.05	0.03	0.03	0.02	0.03	0.04	0.02	56.7	27
	0.50	0.38	0.41	0.38	0.43	0.46	0.31	79.0	13
	9.00	5.94	8.36	10.84	8.75	7.40	9.30	93.7	20
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.05	0.06	0.05	0.04	0.04	0.05	96.7	16
	0.50	0.36	0.40	0.31	0.34	0.35	0.35	70.3	8.3
	9.00	7.50	7.20	7.50	7.95	7.57	7.45	83.6	3.2
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.33	0.33	0.32	0.32	0.32	0.34	65.3	2.5
	9.00	6.93	7.66	7.43	7.80	6.07	6.11	77.8	11
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	83.3	10
	0.50	0.45	0.25	0.45	0.36	0.21	0.28	66.7	31
	9.00	5.72	5.85	5.77	5.84	5.72	5.86	64.4	1.1
2,4-滴丙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.03	0.04	76.7	11
	0.50	0.29	0.46	0.35	0.47	0.44	0.32	77.7	20
	9.00	9.15	7.62	8.30	9.55	8.20	9.01	96.0	8.3
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	86.7	12
	0.50	0.40	0.30	0.33	0.40	0.32	0.40	71.7	13
	9.00	6.93	5.87	8.39	8.14	5.23	8.27	79.3	19
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.04	0.03	0.02	0.04	0.03	63.3	24
	0.50	0.32	0.34	0.24	0.25	0.31	0.34	60.0	15
	9.00	4.89	5.97	5.67	4.66	8.89	6.17	67.1	25
草灭平	0.05	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	86.7	12
	0.50	0.35	0.39	0.43	0.34	0.36	0.33	73.3	10

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	4.48	4.24	6.32	7.78	5.38	3.56	58.8	29
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.03	0.02	0.04	0.03	0.03	0.03	60.0	21
	0.50	0.45	0.47	0.41	0.50	0.46	0.45	91.3	6.4
	9.00	5.85	6.81	6.28	7.07	6.41	5.99	71.1	7.3
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.02	0.04	0.04	0.03	0.04	0.03	66.7	24
	0.50	0.20	0.31	0.29	0.25	0.28	0.35	56.0	18
	9.00	5.40	5.87	6.26	6.43	7.43	9.31	75.4	21
三氟羧草醚	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0
	0.50	0.28	0.44	0.21	0.25	0.35	0.26	59.7	28
	9.00	7.89	5.99	8.66	8.84	7.30	7.94	86.3	13
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.05	0.04	0.05	0.03	0.04	0.04	83.3	18
	0.50	0.45	0.53	0.54	0.38	0.55	0.49	98.0	13
	9.00	6.10	5.68	5.45	5.60	5.71	6.12	64.2	4.7

附表 41 实验室六工业废水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.05	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	90.0	12
	0.50	0.48	0.35	0.40	0.33	0.39	0.34	76.3	15
	9.00	7.16	6.77	7.17	7.14	7.13	6.66	77.8	3.3
茅草枯	0.05	0.03	0.05	0.06	0.05	0.05	0.03	90.0	27
	0.50	0.34	0.32	0.20	0.24	0.48	0.34	64.0	30
	9.00	7.04	6.84	6.57	6.77	6.73	6.93	75.7	2.4
麦草畏	0.05	0.03	0.04	0.05	0.03	0.04	0.04	76.7	20
	0.50	0.37	0.38	0.37	0.37	0.38	0.37	74.7	1.4
	9.00	5.99	7.62	7.24	7.80	6.63	5.52	75.6	13
五氯苯酚	0.05	0.04	0.03	0.05	0.03	0.04	0.03	73.3	22
	0.50	0.42	0.40	0.53	0.36	0.56	0.43	90.0	17
	9.00	7.98	8.00	8.00	8.19	7.95	7.74	88.6	1.8
3,5-二氯苯甲 酸	0.05	0.05	0.04	0.05	0.05	0.05	0.04	93.3	11
	0.50	0.37	0.41	0.33	0.33	0.37	0.47	76.0	14
	9.00	7.80	5.06	6.26	6.89	7.25	5.59	71.9	16
2-(3-氯-2甲 基苯氧基)丙	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0
	0.50	0.44	0.35	0.48	0.52	0.42	0.47	89.3	13

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
酸	9.00	7.76	7.40	5.55	5.27	4.57	3.77	63.6	27
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	0.04	70.0	16
	0.50	0.28	0.33	0.29	0.39	0.27	0.16	57.3	27
	9.00	7.04	5.93	7.30	6.58	7.10	8.50	78.6	12
2,4-滴丙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0
	0.50	0.30	0.35	0.39	0.45	0.39	0.29	72.3	17
	9.00	8.84	7.88	8.06	7.68	9.09	7.30	90.5	8.5
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0
	0.50	0.32	0.45	0.59	0.67	0.50	0.33	95.3	29
	9.00	4.36	4.95	4.74	6.19	5.31	4.46	55.6	14
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.25	0.30	0.32	0.33	0.29	0.30	59.7	9.3
	9.00	8.32	8.29	7.85	8.94	8.05	7.31	90.3	6.7
草灭平	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	80.0	0
	0.50	0.32	0.34	0.37	0.37	0.35	0.33	69.3	6.0
	9.00	7.30	5.96	7.88	6.13	8.05	6.12	76.7	14
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	0.04	73.3	14
	0.50	0.42	0.42	0.41	0.42	0.41	0.42	83.3	1.2
	9.00	8.26	7.40	8.74	7.75	9.51	6.88	89.9	12
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	60.0	0
	0.50	0.43	0.38	0.24	0.43	0.24	0.27	66.3	28
	9.00	7.13	7.10	8.41	6.13	7.20	7.56	80.6	10
三氟羧草醚	0.05	0.03	0.02	0.04	0.03	0.03	0.04	63.3	24
	0.50	0.35	0.27	0.25	0.28	0.29	0.27	57.0	12
	9.00	9.25	7.29	8.04	8.35	9.35	7.61	92.4	10
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.04	0.05	0.05	0.05	0.04	0.05	93.3	11
	0.50	0.41	0.36	0.42	0.41	0.40	0.41	80.3	5.3
	9.00	7.09	6.79	5.66	5.70	8.28	5.00	71.3	19

附表 42 实验室一海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.03	0.03	0.04	0.03	0.04	0.02	63.2	25
	0.50	0.54	0.44	0.53	0.37	0.30	0.45	88.3	21
	9.00	7.61	9.55	7.50	7.96	7.08	6.89	86.3	12
茅草枯	0.05	0.02	0.03	0.05	0.04	0.03	0.04	67.1	27
	0.50	0.52	0.42	0.51	0.39	0.41	0.38	87.5	14
	9.00	9.59	7.38	6.62	9.23	7.83	8.66	91.3	14
麦草畏	0.05	0.04	0.04	0.03	0.05	0.02	0.04	71.6	27
	0.50	0.52	0.50	0.54	0.35	0.40	0.47	92.8	16
	9.00	9.05	8.78	6.38	7.31	8.52	8.40	89.7	13
五氯苯酚	0.05	0.04	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03	65.5	18
	0.50	0.34	0.35	0.30	0.49	0.37	0.39	74.8	17
	9.00	9.77	7.90	6.74	6.31	9.22	7.07	87.1	18
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.02	0.05	0.03	0.04	0.04	71.4	24
	0.50	0.44	0.38	0.44	0.40	0.37	0.33	79.0	11
	9.00	6.96	6.57	8.71	6.34	9.78	6.39	82.8	19
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.03	0.05	0.05	79.3	18
	0.50	0.42	0.54	0.38	0.55	0.54	0.49	97.4	15
	9.00	7.93	7.17	7.70	6.33	7.06	9.65	84.9	15
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	0.03	0.02	73.4	27
	0.50	0.52	0.46	0.36	0.40	0.38	0.47	86.7	14
	9.00	7.55	7.74	9.74	9.23	7.29	6.30	88.6	16
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.02	0.03	0.04	0.04	0.03	60.8	27
	0.50	0.45	0.51	0.50	0.46	0.52	0.48	97.4	6.0
	9.00	6.30	6.93	9.24	9.81	6.38	7.28	85.1	20
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.05	0.02	0.03	0.05	0.04	0.05	82.2	25
	0.50	0.49	0.33	0.41	0.40	0.54	0.38	85.2	18
	9.00	8.14	6.58	8.04	8.84	6.54	6.49	82.7	14
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	57.2	10
	0.50	0.40	0.34	0.47	0.37	0.47	0.46	83.2	13
	9.00	9.32	6.81	8.36	6.72	8.21	6.66	85.3	14
草灭平	0.05	0.05	0.04	0.04	0.03	0.02	0.02	70.1	31
	0.50	0.48	0.45	0.33	0.50	0.32	0.35	80.6	20

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	6.59	7.31	8.87	9.40	9.88	7.39	91.5	16
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.02	0.05	0.04	0.03	0.02	0.02	59.2	33
	0.50	0.44	0.50	0.35	0.50	0.48	0.43	89.5	13
	9.00	8.63	7.86	9.26	9.48	9.25	8.02	97.2	7.9
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.04	0.03	69.3	12
	0.50	0.51	0.50	0.43	0.38	0.35	0.37	84.5	16
	9.00	9.02	6.40	7.39	9.90	8.45	8.25	91.5	15
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.05	0.04	0.05	0.05	0.03	85.7	20
	0.50	0.42	0.54	0.51	0.42	0.31	0.35	85.3	20
	9.00	9.70	6.57	9.09	9.21	6.97	7.04	90.0	17
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.04	0.02	0.04	0.02	0.04	0.03	61.9	27
	0.50	0.41	0.37	0.44	0.48	0.50	0.40	86.8	11
	9.00	6.93	7.73	9.22	8.15	6.48	7.27	84.8	13

附表 43 实验室二海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.04	0.04	0.03	0.02	0.04	0.04	69.8	19
	0.50	0.45	0.31	0.31	0.41	0.41	0.55	81.4	22
	9.00	9.03	8.53	7.29	6.60	8.38	8.63	89.7	12
茅草枯	0.05	0.02	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	75.2	23
	0.50	0.45	0.33	0.54	0.52	0.37	0.40	87.4	19
	9.00	7.11	7.21	7.26	8.26	8.36	7.55	84.7	7.2
麦草畏	0.05	0.04	0.04	0.02	0.05	0.02	0.04	72.6	34
	0.50	0.52	0.39	0.51	0.51	0.50	0.55	99.4	11
	9.00	7.71	9.44	7.99	6.62	9.54	7.01	89.5	15
五氯苯酚	0.05	0.04	0.04	0.05	0.03	0.04	0.04	76.7	19
	0.50	0.38	0.39	0.38	0.54	0.47	0.32	82.3	19
	9.00	7.14	6.46	6.92	7.35	8.32	7.04	80.1	8.6
3,5-二氯苯甲 酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	66.7	14
	0.50	0.36	0.50	0.35	0.48	0.35	0.32	78.5	19
	9.00	6.63	7.79	9.50	7.08	6.89	7.14	83.4	14
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙	0.05	0.05	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	85.7	11
	0.50	0.38	0.40	0.55	0.47	0.39	0.31	83.0	19

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
酸	9.00	9.25	8.64	9.26	9.25	7.39	7.91	95.7	9.3
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.05	0.04	0.04	0.03	0.04	0.04	0.04	76.6	13
	0.50	0.32	0.44	0.48	0.39	0.34	0.52	82.9	19
	9.00	9.09	9.25	8.95	8.97	9.55	9.90	103.2	4.0
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.05	0.03	0.02	0.03	0.05	64.3	39
	0.50	0.42	0.53	0.50	0.38	0.50	0.40	90.7	14
	9.00	7.86	7.46	8.13	7.17	7.22	9.11	86.9	9.4
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.05	0.02	0.04	0.04	0.04	0.03	72.3	22
	0.50	0.33	0.34	0.36	0.35	0.36	0.31	68.4	6.4
	9.00	6.56	6.39	7.68	8.37	9.79	7.07	85.0	17
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.05	0.04	0.03	0.04	0.04	0.03	76.0	25
	0.50	0.54	0.31	0.40	0.31	0.51	0.42	83.3	24
	9.00	8.95	9.29	7.59	7.78	7.49	9.10	93.0	10
草灭平	0.05	0.03	0.05	0.03	0.04	0.03	0.02	66.6	27
	0.50	0.47	0.50	0.32	0.53	0.30	0.54	88.3	24
	9.00	7.93	8.37	7.03	8.12	7.76	6.54	84.7	9.2
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	84.6	8.0
	0.50	0.31	0.38	0.31	0.41	0.44	0.44	76.3	16
	9.00	7.86	8.46	6.61	7.49	8.77	8.31	88.0	9.9
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.04	0.02	0.05	0.04	0.03	0.03	69.1	25
	0.50	0.48	0.53	0.44	0.45	0.34	0.41	88.3	14
	9.00	7.40	8.77	8.48	7.31	9.33	8.96	93.1	10
三氟羧草醚	0.05	0.04	0.05	0.05	0.02	0.02	0.03	67.4	33
	0.50	0.43	0.54	0.52	0.54	0.50	0.49	100.2	8.3
	9.00	9.44	6.73	7.84	8.42	9.28	7.63	91.4	13
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.04	0.04	0.04	0.02	0.03	0.04	73.1	21
	0.50	0.33	0.51	0.42	0.31	0.46	0.38	80.2	19
	9.00	7.25	8.98	8.66	9.61	8.06	7.37	92.4	11

附表 44 实验室三海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.05	0.05	0.04	0.02	0.03	0.04	72.4	27
	0.50	0.36	0.48	0.41	0.54	0.55	0.53	95.5	16
	9.00	8.96	8.68	6.71	7.57	7.93	8.81	90.1	11
茅草枯	0.05	0.04	0.05	0.02	0.04	0.03	0.04	74.6	22
	0.50	0.42	0.34	0.49	0.48	0.37	0.35	81.8	16
	9.00	9.23	6.62	9.37	7.61	7.96	6.50	87.6	16
麦草畏	0.05	0.03	0.04	0.02	0.05	0.04	0.03	70.7	27
	0.50	0.54	0.48	0.43	0.52	0.51	0.30	92.4	19
	9.00	7.82	7.27	9.16	8.50	9.49	9.62	96.0	11
五氯苯酚	0.05	0.03	0.04	0.02	0.02	0.04	0.04	64.6	26
	0.50	0.39	0.48	0.42	0.51	0.34	0.55	89.8	18
	9.00	6.86	6.68	7.78	6.94	6.87	8.90	81.5	12
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	73.7	16
	0.50	0.48	0.45	0.39	0.52	0.48	0.51	94.1	10
	9.00	9.27	7.18	9.33	9.52	9.07	8.74	98.3	10
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.04	0.02	0.02	0.04	0.03	0.04	64.9	20
	0.50	0.40	0.44	0.40	0.50	0.34	0.33	80.3	16
	9.00	6.30	9.29	7.83	8.99	8.24	8.90	91.8	13
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.05	0.03	0.04	0.03	0.05	76.7	22
	0.50	0.39	0.43	0.41	0.44	0.48	0.43	86.2	7.2
	9.00	8.05	7.80	7.17	9.82	9.65	8.74	94.9	12
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.02	0.03	0.03	59.8	22
	0.50	0.50	0.48	0.36	0.30	0.45	0.53	87.5	20
	9.00	7.80	7.93	8.53	8.56	7.67	9.01	91.7	6.4
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.05	0.04	0.03	0.03	0.05	79.1	19
	0.50	0.32	0.39	0.35	0.47	0.41	0.39	77.1	14
	9.00	6.53	8.08	6.35	9.55	7.64	6.47	82.6	17
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.02	0.04	0.05	63.5	26
	0.50	0.36	0.47	0.51	0.54	0.43	0.43	91.4	14
	9.00	7.19	7.63	8.42	7.69	6.35	8.71	85.2	11
草灭平	0.05	0.03	0.03	0.05	0.03	0.04	0.02	66.5	23
	0.50	0.40	0.38	0.31	0.55	0.43	0.51	85.7	20
	9.00	8.33	9.00	7.13	7.70	9.75	9.45	95.1	12

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.02	0.04	0.03	0.03	0.04	0.02	63.0	25
	0.50	0.37	0.52	0.54	0.50	0.34	0.34	87.1	22
	9.00	8.33	7.10	7.09	9.25	9.09	6.33	87.4	15
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.05	0.05	0.03	77.8	23
	0.50	0.51	0.35	0.35	0.33	0.35	0.52	80.4	22
	9.00	9.83	8.72	6.91	7.54	9.37	8.59	94.4	13
三氟羧草醚	0.05	0.05	0.05	0.03	0.04	0.04	0.02	77.7	26
	0.50	0.32	0.35	0.46	0.45	0.45	0.31	77.9	18
	9.00	6.70	9.18	6.49	8.96	6.98	7.09	84.1	16
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.03	0.04	0.05	0.05	0.03	0.02	74.3	30
	0.50	0.39	0.52	0.32	0.40	0.42	0.41	81.8	16
	9.00	8.70	7.86	8.35	7.51	7.91	7.58	88.7	5.7

附表 45 实验室四海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.05	0.03	0.04	0.03	0.03	0.03	71.5	17
	0.50	0.55	0.44	0.37	0.31	0.55	0.51	90.7	22
	9.00	7.89	7.11	7.64	7.41	9.86	6.88	86.6	14
茅草枯	0.05	0.03	0.05	0.02	0.02	0.04	0.05	70.3	34
	0.50	0.36	0.50	0.52	0.36	0.46	0.35	85.1	18
	9.00	6.86	9.34	9.37	7.89	6.82	9.18	91.6	15
麦草畏	0.05	0.05	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04	84.0	15
	0.50	0.40	0.50	0.52	0.48	0.44	0.32	88.6	16
	9.00	9.38	8.89	9.36	6.74	8.89	9.07	96.9	11
五氯苯酚	0.05	0.05	0.03	0.03	0.03	0.05	0.05	75.5	31
	0.50	0.48	0.40	0.53	0.40	0.35	0.31	81.9	20
	9.00	6.75	9.74	8.46	8.58	7.59	7.79	90.6	13
3,5-二氯苯甲 酸	0.05	0.03	0.04	0.03	0.03	0.03	0.05	65.3	24
	0.50	0.37	0.36	0.40	0.39	0.48	0.38	79.3	11
	9.00	7.21	7.83	7.44	9.31	8.65	9.84	93.1	13
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙 酸	0.05	0.05	0.03	0.04	0.05	0.03	0.03	74.0	21
	0.50	0.37	0.50	0.33	0.42	0.44	0.53	86.7	17
	9.00	8.27	9.72	9.47	9.81	8.59	9.49	103	6.9



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.03	0.04	0.05	77.5	19
	0.50	0.35	0.50	0.47	0.53	0.48	0.46	93.0	14
	9.00	8.02	8.82	9.67	6.35	7.66	9.72	93.0	15
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.03	46.9	12
	0.50	0.38	0.47	0.42	0.32	0.33	0.46	78.9	17
	9.00	8.38	8.73	9.22	8.89	8.83	7.56	95.6	6.7
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.03	0.03	0.03	0.02	0.03	0.04	59.6	20
	0.50	0.51	0.47	0.32	0.45	0.35	0.32	81.1	20
	9.00	6.42	9.53	6.75	9.68	7.02	9.39	90.3	19
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.03	0.04	0.03	60.6	16
	0.50	0.46	0.32	0.37	0.38	0.39	0.47	79.8	15
	9.00	9.09	9.07	6.78	8.22	9.31	9.88	96.9	13
草灭平	0.05	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05	90.1	9.2
	0.50	0.43	0.44	0.32	0.44	0.52	0.44	86.9	15
	9.00	9.09	9.33	7.35	7.96	8.48	9.72	96.2	10
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.05	0.03	0.04	0.05	0.05	0.03	80.6	23
	0.50	0.35	0.55	0.40	0.48	0.37	0.50	88.5	18
	9.00	8.02	6.77	6.90	9.44	9.14	7.25	88.0	15
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.03	0.04	0.03	0.05	0.03	0.03	69.1	20
	0.50	0.48	0.50	0.39	0.47	0.48	0.44	92.1	8.3
	9.00	6.54	9.45	9.89	9.73	9.25	6.72	95.5	18
三氟羧草醚	0.05	0.02	0.02	0.03	0.05	0.03	0.04	66.0	32
	0.50	0.32	0.54	0.48	0.31	0.37	0.43	81.9	22
	9.00	8.64	8.01	9.68	6.87	6.32	9.47	90.7	17
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.05	0.05	0.03	0.04	0.05	0.05	85.4	16
	0.50	0.42	0.55	0.38	0.43	0.54	0.53	94.9	15
	9.00	6.73	9.02	9.07	9.48	7.52	9.34	94.7	13

附表 46 实验室五海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_i$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.04	0.04	0.03	0.04	0.04	0.04	79.3	10
	0.50	0.45	0.45	0.48	0.55	0.36	0.51	93.4	14
	9.00	6.51	9.65	7.15	7.21	7.04	9.11	86.4	16
茅草枯	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.03	0.05	70.8	18
	0.50	0.41	0.35	0.51	0.35	0.34	0.30	75.6	20
	9.00	8.65	7.48	9.23	6.48	7.77	8.62	89.3	12
麦草畏	0.05	0.04	0.03	0.04	0.03	0.05	0.04	74.0	24
	0.50	0.44	0.49	0.31	0.35	0.31	0.35	75.2	20
	9.00	7.09	9.52	7.41	8.08	6.94	7.79	86.7	12
五氯苯酚	0.05	0.02	0.05	0.02	0.03	0.04	0.05	69.4	31
	0.50	0.40	0.35	0.40	0.37	0.47	0.47	82.0	12
	9.00	6.87	8.22	7.70	6.71	9.48	9.28	89.4	15
3,5-二氯苯甲酸	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	0.05	0.04	84.1	13
	0.50	0.50	0.53	0.35	0.42	0.38	0.40	86.3	16
	9.00	8.75	8.95	8.39	7.07	6.91	8.08	89.2	11
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	0.05	0.02	0.02	0.04	0.04	0.03	69.6	27
	0.50	0.37	0.48	0.44	0.38	0.34	0.41	80.6	13
	9.00	8.85	7.25	7.30	7.76	7.56	6.73	84.2	9.5
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	0.02	0.03	0.03	0.05	0.03	0.04	62.2	29
	0.50	0.39	0.41	0.46	0.32	0.45	0.34	79.0	14
	9.00	9.61	8.05	6.81	9.38	9.06	8.79	95.7	12
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.04	0.04	0.05	0.03	0.03	68.3	30
	0.50	0.32	0.44	0.51	0.40	0.53	0.33	84.3	20
	9.00	8.71	9.20	9.34	9.43	8.47	7.26	97.1	9.3
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	70.3	14
	0.50	0.33	0.44	0.36	0.32	0.37	0.48	77.0	17
	9.00	7.91	7.01	7.11	7.99	7.93	9.67	88.2	12
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	0.05	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	71.2	26
	0.50	0.39	0.51	0.41	0.37	0.33	0.45	82.2	15
	9.00	8.31	8.95	7.82	7.02	8.48	6.59	87.4	12
草灭平	0.05	0.03	0.04	0.04	0.03	0.02	0.03	60.3	24
	0.50	0.38	0.45	0.40	0.52	0.41	0.42	86.0	11
	9.00	8.51	9.31	7.04	6.67	8.23	7.57	87.6	12

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.03	0.02	0.04	0.02	0.02	0.05	61.3	37
	0.50	0.42	0.47	0.48	0.53	0.53	0.49	97.2	8.4
	9.00	8.76	8.41	6.48	9.55	6.48	7.68	87.7	16
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.05	0.04	0.02	0.04	0.03	0.04	73.5	21
	0.50	0.43	0.35	0.41	0.37	0.33	0.44	77.6	11
	9.00	6.76	8.69	8.63	6.58	6.45	7.15	81.9	14
三氟羧草醚	0.05	0.03	0.03	0.03	0.02	0.04	0.03	63.5	25
	0.50	0.48	0.49	0.46	0.38	0.31	0.37	82.6	18
	9.00	7.07	9.37	7.63	8.87	8.07	7.81	90.4	10
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.02	0.04	0.05	0.03	0.04	0.05	76.5	25
	0.50	0.42	0.46	0.38	0.38	0.47	0.43	84.3	9.3
	9.00	7.61	8.92	9.62	7.81	9.04	6.90	92.4	12

附表 47 实验室六海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	0.02	0.04	0.04	0.02	0.02	0.02	57.5	33
	0.50	0.32	0.39	0.31	0.40	0.39	0.52	77.9	19
	9.00	6.42	8.87	6.54	7.72	9.63	8.71	88.7	16
茅草枯	0.05	0.02	0.03	0.02	0.03	0.02	0.04	54.0	22
	0.50	0.42	0.34	0.33	0.44	0.39	0.54	82.1	19
	9.00	6.91	7.78	6.58	7.88	7.38	7.19	80.9	6.9
麦草畏	0.05	0.04	0.03	0.04	0.05	0.05	0.04	82.8	17
	0.50	0.50	0.30	0.50	0.47	0.44	0.53	91.1	18
	9.00	7.07	7.69	8.54	8.58	8.40	9.35	91.9	10
五氯苯酚	0.05	0.05	0.05	0.03	0.05	0.04	0.03	81.3	21
	0.50	0.47	0.36	0.36	0.53	0.52	0.43	89.1	17
	9.00	8.85	7.23	7.78	6.85	9.84	9.58	92.8	15
3,5-二氯苯甲 酸	0.05	0.02	0.03	0.04	0.04	0.04	0.05	71.2	27
	0.50	0.36	0.55	0.39	0.40	0.46	0.47	87.6	16
	9.00	8.01	6.39	8.42	7.72	6.48	8.16	83.6	12
2-(3-氯-2 甲 基苯氧基) 丙 酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	71.3	18
	0.50	0.48	0.34	0.34	0.43	0.41	0.38	79.5	14
	9.00	7.33	6.50	8.05	7.45	9.13	8.43	86.8	12

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测量值( $\mu\text{g/L}$ )						$P_1$ (%)	$RSD$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	0.05	0.04	0.03	0.03	0.05	0.04	0.03	72.8	19
	0.50	0.37	0.40	0.41	0.41	0.38	0.53	83.6	13
	9.00	9.78	9.58	6.75	8.22	6.38	8.55	91.2	17
2,4-滴丙酸	0.05	0.02	0.02	0.04	0.02	0.04	0.03	58.3	28
	0.50	0.40	0.42	0.43	0.49	0.43	0.34	83.7	12
	9.00	7.05	6.45	7.40	9.58	7.44	9.27	87.4	16
2,4,5-涕丙酸	0.05	0.04	0.05	0.02	0.03	0.03	0.05	77.3	28
	0.50	0.41	0.39	0.39	0.38	0.44	0.53	84.6	13
	9.00	8.03	7.71	7.58	8.36	6.90	7.49	85.3	6.5
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	0.02	0.04	0.02	0.04	0.02	0.05	66.5	34
	0.50	0.43	0.31	0.50	0.46	0.39	0.54	87.9	19
	9.00	6.92	6.83	8.23	7.38	6.53	6.36	78.2	10
草灭平	0.05	0.04	0.04	0.05	0.05	0.03	0.03	77.3	23
	0.50	0.42	0.34	0.35	0.35	0.47	0.48	80.1	16
	9.00	9.27	8.33	6.55	8.19	6.39	6.67	84.1	16
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	0.04	0.03	0.04	0.03	0.03	0.02	65.9	23
	0.50	0.40	0.52	0.40	0.43	0.32	0.54	86.9	18
	9.00	8.46	7.21	9.25	9.14	8.47	6.71	91.2	13
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧 酸	0.05	0.03	0.03	0.04	0.05	0.04	0.03	74.2	20
	0.50	0.33	0.33	0.47	0.41	0.37	0.33	74.5	15
	9.00	6.75	6.61	7.72	7.08	7.37	8.52	81.6	10
三氟羧草醚	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.04	0.05	76.4	18
	0.50	0.44	0.49	0.48	0.36	0.47	0.46	89.6	11
	9.00	7.06	7.72	9.71	8.14	6.99	9.00	90.0	13
四氯对苯二 甲酸	0.05	0.03	0.04	0.02	0.03	0.04	0.03	63.4	23
	0.50	0.32	0.45	0.32	0.45	0.44	0.30	76.0	19
	9.00	9.46	6.99	7.97	8.51	7.38	9.10	91.5	12

## 2 方法验证数据汇总

### 2.1 方法检出限、测定下限汇总

6 家实验室对含有氯代除草剂类化合物浓度为 0.10 µg/L 的相同样品进行 7 次平行测定。方法检出限 (MDL) 和测定下限 (RQL) 的汇总结果见附表 48。

附表 48 方法检出限、测定下限汇总表

试样名称	实验室	液液萃取		固相萃取	
		MDL (µg/L)	RQL (µg/L)	MDL (µg/L)	RQL (µg/L)
2,4-D	1	0.04	0.2	0.03	0.1
	2	0.07	0.3	0.04	0.2
	3	0.05	0.2	0.03	0.1
	4	0.03	0.1	0.04	0.2
	5	0.03	0.1	0.03	0.1
	6	0.05	0.2	0.03	0.1
茅草枯	1	0.03	0.1	0.04	0.2
	2	0.02	0.1	0.03	0.1
	3	0.03	0.1	0.03	0.1
	4	0.03	0.1	0.05	0.2
	5	0.03	0.1	0.04	0.2
	6	0.04	0.2	0.05	0.2
麦草畏	1	0.02	0.1	0.04	0.2
	2	0.04	0.2	0.03	0.1
	3	0.03	0.1	0.04	0.2
	4	0.02	0.1	0.03	0.1
	5	0.03	0.1	0.05	0.2
	6	0.06	0.2	0.04	0.2
五氯苯酚	1	0.05	0.2	0.04	0.2
	2	0.02	0.1	0.04	0.2
	3	0.06	0.2	0.03	0.1
	4	0.03	0.1	0.06	0.2
	5	0.07	0.3	0.05	0.2
	6	0.06	0.2	0.04	0.2
3,5-二氯苯甲酸	1	0.04	0.2	0.06	0.2
	2	0.06	0.2	0.05	0.2
	3	0.06	0.2	0.05	0.2
	4	0.02	0.1	0.05	0.2

试样名称	实验室	液液萃取		固相萃取	
		MDL (µg/L)	RQL (µg/L)	MDL (µg/L)	RQL (µg/L)
	5	0.02	0.1	0.03	0.1
	6	0.05	0.2	0.04	0.2
2-(3-氯-2 甲基苯 氧基) 丙酸	1	0.02	0.1	0.06	0.2
	2	0.04	0.2	0.05	0.2
	3	0.06	0.2	0.06	0.2
	4	0.02	0.1	0.04	0.2
	5	0.01	0.0	0.05	0.2
	6	0.01	0.0	0.04	0.2
2-甲基-4-氯苯氧 乙酸	1	0.02	0.1	0.04	0.2
	2	0.04	0.2	0.04	0.2
	3	0.05	0.2	0.04	0.2
	4	0.04	0.2	0.04	0.2
	5	0.01	0.0	0.05	0.2
	6	0.05	0.2	0.03	0.1
2,4-滴丙酸	1	0.04	0.2	0.04	0.2
	2	0.03	0.1	0.04	0.2
	3	0.04	0.2	0.04	0.2
	4	0.04	0.2	0.05	0.2
	5	0.04	0.2	0.05	0.2
	6	0.03	0.1	0.04	0.2
2,4,5-涕丙酸	1	0.05	0.2	0.04	0.2
	2	0.03	0.1	0.05	0.2
	3	0.02	0.1	0.04	0.2
	4	0.05	0.2	0.04	0.2
	5	0.01	0.0	0.03	0.1
	6	0.05	0.2	0.04	0.2
2,4,5-三氯苯氧 乙酸	1	0.01	0.0	0.05	0.2
	2	0.02	0.1	0.06	0.2
	3	0.04	0.2	0.04	0.2
	4	0.05	0.2	0.04	0.2
	5	0.03	0.1	0.03	0.1
	6	0.03	0.1	0.05	0.2
草灭平	1	0.04	0.2	0.06	0.2
	2	0.03	0.1	0.03	0.1
	3	0.03	0.1	0.03	0.1

试样名称	实验室	液液萃取		固相萃取	
		MDL (μg/L)	RQL (μg/L)	MDL (μg/L)	RQL (μg/L)
	4	0.02	0.1	0.04	0.2
	5	0.03	0.1	0.03	0.1
	6	0.04	0.2	0.03	0.1
2,4-二氯苯氧丁酸	1	0.05	0.2	0.05	0.2
	2	0.03	0.1	0.03	0.1
	3	0.03	0.1	0.05	0.2
	4	0.04	0.2	0.06	0.2
	5	0.03	0.1	0.03	0.1
	6	0.04	0.2	0.03	0.1
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	1	0.04	0.2	0.03	0.1
	2	0.06	0.2	0.04	0.2
	3	0.02	0.1	0.05	0.2
	4	0.03	0.1	0.04	0.2
	5	0.05	0.2	0.04	0.2
	6	0.03	0.1	0.04	0.2
三氟羧草醚	1	0.02	0.1	0.03	0.1
	2	0.06	0.2	0.05	0.2
	3	0.05	0.2	0.05	0.2
	4	0.07	0.3	0.05	0.2
	5	0.06	0.2	0.05	0.2
	6	0.05	0.2	0.04	0.2
四氯对苯二甲酸	1	0.07	0.3	0.04	0.2
	2	0.04	0.2	0.03	0.1
	3	0.04	0.2	0.03	0.1
	4	0.06	0.2	0.04	0.2
	5	0.06	0.2	0.04	0.2
	6	0.08	0.3	0.04	0.2

## 2.2 方法精密度汇总

6家实验室对加标浓度为 0.10 μg/L、0.25 μg/L 和 5.00 μg/L 目标化合物的同一样品进行了测定，实验室测定的平均值  $\bar{x}_i$ 、实验室内标准偏差  $S_i$ 、实验室内相对标准偏差  $RSD_i$  分别见附表 49 和 50。

附表 49 方法精密度测试数据（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室 1			实验室 2			实验室 3			实验室 4			实验室 5			实验室 6		
		$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)
2,4-D	0.10	0.09	0.01	5.5	0.12	0.01	9.1	0.10	0.01	5.0	0.10	0.00	4.0	0.10	0.01	6.3	0.10	0.01	5.0
	0.25	0.28	0.01	2.7	0.25	0.01	3.3	0.26	0.02	5.9	0.25	0.01	3.0	0.26	0.01	2.1	0.26	0.01	5.7
	5.00	4.96	0.24	4.9	4.89	0.26	5.4	5.09	0.19	3.8	5.02	0.12	2.3	5.33	0.13	2.4	4.95	0.14	2.8
茅草枯	0.10	0.10	0.00	0.0	0.10	0.00	4.2	0.11	0.00	3.8	0.10	0.01	13	0.10	0.00	4.2	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.25	0.01	2.2	0.27	0.01	1.9	0.24	0.01	4.1	0.26	0.02	7.7	0.25	0.00	1.6	0.26	0.00	1.6
	5.00	5.12	0.17	3.3	5.02	0.23	4.5	5.58	0.10	1.7	5.10	0.20	4.0	5.11	0.21	4.1	5.14	0.18	3.4
麦草畏	0.10	0.10	0.01	8.4	0.10	0.00	4.2	0.10	0.01	8.8	0.11	0.00	3.8	0.10	0.01	5.3	0.10	0.01	5.3
	0.25	0.25	0.02	7.2	0.26	0.01	4.0	0.27	0.01	3.8	0.24	0.01	3.7	0.25	0.01	4.4	0.25	0.01	2.2
	5.00	5.02	0.34	6.8	5.00	0.07	1.4	5.04	0.12	2.4	5.21	0.15	2.8	4.88	0.12	2.5	4.94	0.13	2.7
五氯苯酚	0.10	0.11	0.00	0.0	0.11	0.00	3.8	0.11	0.01	4.8	0.12	0.01	8.9	0.12	0.00	3.4	0.11	0.00	0.0
	0.25	0.27	0.01	2.8	0.26	0.01	3.2	0.27	0.01	3.3	0.26	0.02	7.5	0.27	0.01	2.3	0.26	0.01	3.4
	5.00	5.25	0.15	2.8	5.50	0.10	1.8	5.41	0.05	0.9	5.46	0.43	7.8	5.50	0.06	1.2	5.35	0.06	1.2
3,5-二氯 苯甲酸	0.10	0.10	0.00	4.2	0.10	0.01	13	0.10	0.01	5.3	0.10	0.01	5.8	0.09	0.01	8.7	0.11	0.01	5.2
	0.25	0.24	0.01	2.2	0.26	0.02	8.9	0.24	0.01	4.5	0.25	0.01	2.2	0.25	0.01	3.2	0.24	0.01	4.5
	5.00	4.78	0.14	3.0	4.96	0.25	5.1	5.09	0.22	4.4	4.83	0.13	2.7	4.88	0.15	3.1	4.86	0.10	2.0
2-(3-氯-2	0.10	0.10	0.00	4.0	0.10	0.01	14	0.10	0.01	5.0	0.10	0.01	5.0	0.10	0.00	4.0	0.11	0.01	4.8



试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室 1			实验室 2			实验室 3			实验室 4			实验室 5			实验室 6		
		$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)
甲基苯氧基) 丙酸	0.25	0.25	0.01	3.0	0.24	0.01	4.2	0.25	0.00	1.6	0.25	0.01	2.2	0.25	0.00	1.6	0.27	0.01	1.9
	5.00	4.99	0.17	3.5	5.11	0.23	4.6	4.97	0.18	3.6	5.11	0.23	4.6	4.92	0.15	3.1	5.55	0.21	3.9
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.08	0.01	6.2	0.11	0.01	8.0	0.10	0.01	5.8	0.10	0.01	8.4	0.10	0.01	5.3	0.10	0.00	4.2
	0.25	0.24	0.01	2.2	0.24	0.01	5.0	0.24	0.01	3.1	0.25	0.01	2.5	0.24	0.01	3.4	0.25	0.01	2.0
	5.00	4.79	0.10	2.1	4.78	0.33	6.9	4.93	0.06	1.2	4.91	0.04	0.9	4.74	0.07	1.5	4.81	0.10	2.0
2,4-滴丙酸	0.10	0.10	0.01	5.3	0.08	0.01	7.9	0.10	0.01	11	0.10	0.01	8.8	0.10	0.01	5.8	0.10	0.01	5.8
	0.25	0.22	0.01	2.4	0.24	0.01	4.9	0.25	0.01	5.6	0.24	0.01	2.1	0.24	0.01	4.1	0.24	0.01	2.2
	5.00	4.79	0.16	3.4	4.40	0.12	2.7	4.95	0.27	5.5	4.67	0.18	3.8	4.86	0.19	4.0	4.91	0.15	3.1
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.10	0.02	16.0	0.10	0.00	4.0	0.09	0.00	4.5	0.10	0.00	4.2	0.10	0.00	0.0	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.24	0.02	9.5	0.22	0.01	3.7	0.25	0.01	4.3	0.24	0.01	5.0	0.25	0.01	5.7	0.25	0.01	3.0
	5.00	5.20	0.36	6.9	5.06	0.05	1.0	4.83	0.08	1.6	5.00	0.06	1.1	5.04	0.09	1.9	5.06	0.11	2.2
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.10	0.01	5.3	0.10	0.00	4.2	0.10	0.00	0.0	0.09	0.01	14	0.10	0.00	4.0	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.25	0.01	2.5	0.24	0.01	2.1	0.23	0.01	3.2	0.25	0.03	12	0.25	0.01	3.0	0.25	0.01	3.0
	5.00	4.94	0.06	1.1	5.11	0.10	1.9	4.95	0.05	1.0	4.98	0.22	4.4	5.15	0.06	1.3	4.99	0.07	1.5
草灭平	0.10	0.09	0.01	9.8	0.10	0.01	5.8	0.10	0.01	5.8	0.09	0.00	4.5	0.09	0.01	5.5	0.10	0.00	0.0
	0.25	0.23	0.02	6.9	0.23	0.00	1.8	0.24	0.01	4.5	0.24	0.01	2.2	0.26	0.01	2.0	0.24	0.01	4.5
	5.00	4.80	0.08	1.7	4.80	0.13	2.6	4.65	0.08	1.8	4.73	0.15	3.1	5.08	0.13	2.5	4.67	0.12	2.6
2,4-二氯	0.10	0.10	0.01	8.9	0.10	0.00	0.0	0.10	0.00	0.0	0.10	0.01	7.7	0.10	0.00	0.0	0.11	0.00	0.0

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室 1			实验室 2			实验室 3			实验室 4			实验室 5			实验室 6		
		$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)
苯氧丁酸	0.25	0.24	0.01	4.5	0.24	0.01	5.0	0.24	0.00	1.7	0.24	0.01	3.4	0.25	0.01	3.4	0.21	0.01	3.8
	5.00	4.95	0.08	1.6	4.89	0.10	2.1	5.00	0.11	2.2	4.97	0.07	1.4	4.91	0.05	0.9	4.74	0.13	2.8
4-氨基 -3,5,6-三 氯吡啶羧 酸	0.10	0.11	0.00	3.7	0.11	0.00	0.0	0.10	0.00	4.2	0.10	0.01	6.3	0.10	0.01	8.8	0.10	0.01	6.3
	0.25	0.28	0.01	3.0	0.25	0.01	4.0	0.26	0.01	4.1	0.25	0.01	3.6	0.25	0.01	3.4	0.25	0.01	3.2
	5.00	5.23	0.10	2.0	5.40	0.17	3.1	5.01	0.15	3.0	5.04	0.14	2.7	5.13	0.09	1.8	5.03	0.14	2.8
三氟羧草 醚	0.10	0.11	0.01	8.1	0.12	0.01	4.8	0.13	0.01	4.4	0.12	0.00	3.4	0.13	0.01	4.1	0.12	0.01	4.4
	0.25	0.30	0.01	3.0	0.32	0.01	2.5	0.31	0.01	3.8	0.32	0.01	4.4	0.30	0.01	3.3	0.30	0.01	3.0
	5.00	5.90	0.22	3.7	6.02	0.13	2.2	6.12	0.06	1.0	6.25	0.16	2.6	6.04	0.14	2.3	5.94	0.15	2.5
四氯对苯 二甲酸	0.10	0.12	0.01	5.3	0.12	0.01	4.4	0.12	0.00	0.0	0.12	0.01	4.2	0.12	0.01	4.2	0.13	0.00	3.1
	0.25	0.30	0.01	2.8	0.31	0.01	1.7	0.30	0.01	1.7	0.31	0.01	2.7	0.31	0.01	2.6	0.32	0.01	3.1
	5.00	6.08	0.11	1.8	6.08	0.22	3.6	6.17	0.08	1.3	6.12	0.16	2.6	6.39	0.18	2.8	6.41	0.25	3.9

附表 50 方法精密度测试数据（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室 1			实验室 2			实验室 3			实验室 4			实验室 5			实验室 6		
		$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)
2,4-D	0.10	0.11	0.00	4.5	0.13	0.01	6.5	0.10	0.01	6.9	0.08	0.01	7.1	0.07	0.00	6.8	0.10	0.01	6.3
	0.25	0.33	0.01	3.5	0.29	0.02	5.6	0.32	0.02	6.3	0.19	0.01	5.5	0.26	0.01	5.1	0.24	0.02	6.7
	5.00	5.08	0.10	1.9	5.37	0.08	1.5	5.12	0.09	1.8	5.56	0.08	1.4	5.18	0.09	1.7	4.98	0.06	1.1
茅草枯	0.10	0.13	0.01	6.8	0.12	0.01	6.4	0.12	0.01	6.7	0.08	0.00	5.9	0.10	0.01	5.5	0.13	0.01	5.7
	0.25	0.17	0.01	6.7	0.28	0.02	6.2	0.27	0.02	5.7	0.24	0.02	8.5	0.25	0.02	7.3	0.22	0.02	9.2
	5.00	5.30	0.08	1.4	5.16	0.07	1.4	5.48	0.08	1.5	5.45	0.07	1.2	4.98	0.09	1.7	5.45	0.08	1.4
麦草畏	0.10	0.09	0.00	4.1	0.06	0.00	5.4	0.11	0.01	7.7	0.09	0.01	6.6	0.14	0.01	6.1	0.09	0.00	4.6
	0.25	0.22	0.01	6.3	0.27	0.01	5.3	0.28	0.02	7.4	0.28	0.01	3.1	0.26	0.02	8.4	0.17	0.01	6.3
	5.00	5.34	0.08	1.6	5.49	0.09	1.6	5.23	0.10	1.9	5.19	0.06	1.1	5.40	0.07	1.3	5.46	0.06	1.1
五氯苯酚	0.10	0.10	0.01	5.4	0.12	0.01	6.3	0.08	0.00	4.3	0.12	0.01	6.5	0.09	0.01	6.1	0.08	0.00	5.6
	0.25	0.28	0.02	6.5	0.28	0.02	5.5	0.19	0.02	9.0	0.26	0.01	3.5	0.32	0.02	6.3	0.31	0.02	5.0
	5.00	5.28	0.11	2.1	5.06	0.08	1.6	5.10	0.12	2.3	5.02	0.07	1.5	5.23	0.09	1.8	5.16	0.07	1.3
3,5-二氯 苯甲酸	0.10	0.07	0.00	5.4	0.08	0.00	3.6	0.06	0.00	4.4	0.07	0.00	6.2	0.12	0.01	7.1	0.08	0.00	6.4
	0.25	0.30	0.02	5.9	0.23	0.02	6.7	0.19	0.01	6.7	0.26	0.02	6.4	0.30	0.02	6.7	0.28	0.02	7.4
	5.00	5.36	0.10	1.8	5.17	0.12	2.3	5.37	0.10	1.8	5.23	0.08	1.6	5.08	0.04	0.8	5.11	0.06	1.2
2-(3-氯-2	0.10	0.06	0.00	6.1	0.08	0.01	7.8	0.13	0.01	5.1	0.11	0.01	7.8	0.11	0.01	6.8	0.13	0.01	5.4

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室 1			实验室 2			实验室 3			实验室 4			实验室 5			实验室 6		
		$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)
甲基苯氧基) 丙酸	0.25	0.20	0.01	5.3	0.23	0.02	6.7	0.32	0.02	7.1	0.22	0.01	6.6	0.19	0.01	4.9	0.26	0.01	4.5
	5.00	5.33	0.09	1.6	5.31	0.06	1.0	5.15	0.09	1.8	5.13	0.10	1.9	5.32	0.11	2.1	5.12	0.09	1.8
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	0.12	0.01	4.2	0.07	0.00	6.4	0.10	0.01	6.7	0.10	0.01	9.3	0.08	0.01	6.1	0.09	0.01	8.2
	0.25	0.28	0.02	5.9	0.24	0.01	2.5	0.18	0.01	4.8	0.24	0.02	6.8	0.21	0.02	7.4	0.20	0.02	8.7
	5.00	5.46	0.07	1.2	5.08	0.11	2.1	5.01	0.07	1.4	5.17	0.12	2.3	5.04	0.07	1.3	5.38	0.07	1.2
2,4-滴丙酸	0.10	0.06	0.00	4.7	0.08	0.00	6.3	0.08	0.00	2.7	0.12	0.01	7.5	0.09	0.01	8.5	0.09	0.01	6.0
	0.25	0.19	0.01	5.7	0.22	0.01	6.9	0.25	0.02	7.6	0.20	0.01	6.4	0.30	0.02	7.0	0.29	0.01	3.0
	5.00	5.37	0.10	1.9	5.18	0.05	0.9	5.07	0.10	1.9	5.20	0.09	1.8	5.08	0.11	2.1	5.28	0.10	1.8
2,4,5-涕丙酸	0.10	0.08	0.01	7.9	0.12	0.01	6.0	0.08	0.01	7.6	0.09	0.01	6.2	0.12	0.01	6.0	0.09	0.01	7.4
	0.25	0.24	0.01	5.6	0.25	0.02	7.3	0.22	0.01	4.8	0.31	0.02	5.7	0.28	0.02	7.5	0.22	0.01	4.3
	5.00	5.35	0.08	1.5	5.08	0.09	1.8	5.04	0.09	1.9	5.34	0.06	1.2	5.46	0.11	1.9	5.44	0.06	1.1
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	0.11	0.01	7.8	0.12	0.01	6.5	0.11	0.01	5.7	0.10	0.01	5.4	0.07	0.00	6.2	0.07	0.01	9.1
	0.25	0.22	0.02	7.0	0.22	0.01	4.6	0.28	0.02	6.0	0.31	0.01	4.8	0.20	0.01	3.9	0.30	0.01	4.1
	5.00	5.25	0.07	1.4	5.34	0.10	1.9	5.47	0.08	1.5	5.34	0.09	1.8	5.16	0.10	1.9	5.33	0.06	1.1
草灭平	0.10	0.07	0.01	7.6	0.07	0.00	6.7	0.08	0.00	3.5	0.08	0.01	7.8	0.08	0.00	6.4	0.08	0.01	8.5
	0.25	0.23	0.02	7.1	0.25	0.02	7.8	0.32	0.02	6.2	0.31	0.02	5.4	0.28	0.02	6.3	0.33	0.02	6.7
	5.00	5.31	0.05	1.0	5.08	0.06	1.2	5.30	0.07	1.3	5.16	0.08	1.5	5.29	0.05	1.0	5.20	0.07	1.4
2,4-二氯	0.10	0.13	0.01	4.7	0.08	0.01	6.1	0.11	0.01	6.1	0.12	0.01	4.6	0.06	0.00	7.5	0.07	0.01	8.1

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室 1			实验室 2			实验室 3			实验室 4			实验室 5			实验室 6		
		$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$S_i$	$RSD_i$ (%)
苯氧丁酸	0.25	0.20	0.01	3.7	0.28	0.02	6.9	0.22	0.01	5.8	0.32	0.02	4.9	0.25	0.02	7.3	0.19	0.01	6.8
	5.00	5.12	0.07	1.4	5.10	0.10	2.0	5.40	0.07	1.4	5.19	0.09	1.8	5.48	0.06	1.1	5.23	0.08	1.6
4-氨基 -3,5,6-三 氯吡啶羧 酸	0.10	0.07	0.01	9.9	0.13	0.01	5.0	0.07	0.00	5.7	0.11	0.00	4.0	0.10	0.01	8.6	0.11	0.01	4.9
	0.25	0.22	0.02	8.0	0.21	0.01	6.8	0.21	0.01	6.1	0.21	0.01	5.9	0.33	0.01	4.3	0.23	0.01	3.8
	5.00	5.24	0.10	1.9	5.00	0.11	2.2	5.22	0.09	1.7	5.18	0.08	1.5	5.33	0.08	1.6	5.33	0.05	1.0
三氟羧草 醚	0.10	0.08	0.00	4.1	0.11	0.01	6.9	0.10	0.01	5.7	0.07	0.00	6.3	0.11	0.01	8.3	0.11	0.00	3.6
	0.25	0.18	0.02	8.5	0.18	0.01	6.2	0.32	0.02	5.3	0.30	0.02	5.7	0.21	0.02	7.8	0.19	0.02	8.3
	5.00	5.31	0.09	1.7	5.11	0.08	1.6	5.20	0.08	1.6	5.08	0.10	2.0	5.18	0.05	1.0	5.02	0.08	1.7
四氯对苯 二甲酸	0.10	0.10	0.00	2.9	0.14	0.01	5.5	0.13	0.01	5.8	0.10	0.01	5.7	0.12	0.01	7.7	0.10	0.00	4.5
	0.25	0.29	0.02	6.5	0.21	0.01	3.9	0.23	0.01	5.1	0.30	0.03	8.9	0.27	0.02	6.6	0.29	0.01	3.8
	5.00	5.43	0.05	0.9	5.43	0.06	1.2	5.17	0.08	1.5	5.26	0.08	1.5	5.19	0.12	2.3	5.49	0.11	1.9

### 2.3 方法准确度汇总

6家实验室分别对氯代除草剂类化合物加标浓度为 0.10 μg/L、0.25 μg/L 和 5.00 μg/L 的相同地表水样品进行了 6 次平行测定，对加标浓度为 0.05 μg/L、0.50 μg/L 和 9.00 μg/L 的生活污水、工业废水样品、海水样品分别进行了 6 次平行测定。实验室内平均回收率( $P_i$ )、实验室间的平均回收率( $\bar{P}$ )和实验室间加标回收率标准偏差 ( $S_{\bar{P}}$ ) 分别见附表 51 至附表 55。

附表 51 地表水样品加标测试数据汇总表（液液萃取）

试样名称	浓度 (μg/L)	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	77.6	64.3	71.7	74.5	67.9	84.3	73.4	7.1
	0.25	76.0	90.1	91.8	87.7	77.3	85.4	84.7	6.6
	5.00	89.9	89.8	92.1	87.3	93.5	91.9	90.8	2.2
茅草枯	0.10	86.3	71.1	77.7	63.8	84.2	81.1	77.4	8.5
	0.25	84.4	78.3	79.0	86.5	97.6	82.7	84.8	7.0
	5.00	100	90.7	90.7	85.9	91.2	93.1	91.9	4.6
麦草畏	0.10	72.4	71.0	61.6	71.3	64.9	66.8	68.0	4.3
	0.25	88.1	84.2	77.2	77.0	84.0	83.7	82.4	4.4
	5.00	93.9	89.5	91.7	85.8	88.1	88.9	89.7	2.8
五氯苯酚	0.10	68.3	81.4	62.0	79.7	60.5	67.3	69.9	8.8
	0.25	78.8	82.4	86.2	83.4	102.0	91.0	87.3	8.3
	5.00	85.4	91.8	94.4	95.3	84.2	92.7	90.6	4.7
3,5-二氯苯甲酸	0.10	66.6	82.9	85.6	73.0	65.2	80.9	75.7	8.7
	0.25	91.4	94.3	84.8	90.3	81.1	91.5	88.9	4.9
	5.00	95.0	85.0	84.6	85.3	79.2	91.6	86.8	5.6
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	71.4	76.8	73.3	78.6	72.8	73.0	74.3	2.8
	0.25	86.1	82.4	78.8	80.2	86.0	77.5	81.8	3.6
	5.00	78.7	90.4	88.5	89.3	81.4	86.6	85.8	4.7
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	62.4	62.4	59.8	58.8	64.7	70.2	63.1	4.1
	0.25	76.2	91.8	86.7	84.6	91.5	81.0	85.3	6.1
	5.00	94.7	92.8	93.6	82.8	85.7	85.0	89.1	5.2
2,4-滴丙酸	0.10	86.8	63.4	77.4	59.8	71.8	70.4	71.6	9.7
	0.25	78.8	78.6	85.1	74.5	89.8	83.4	81.7	5.5
	5.00	84.7	90.1	85.9	88.2	83.4	87.5	86.6	2.4
2,4,5-涕丙酸	0.10	54.7	72.6	73.4	78.3	65.8	64.9	68.3	8.3
	0.25	83.5	75.6	81.4	99.9	85.3	92.3	86.3	8.6

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	5.00	93.5	85.8	86.9	91.3	87.8	85.9	88.5	3.2
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.10	52.1	69.2	80.5	71.3	55.7	73.1	67.0	11
	0.25	93.6	89.9	90.3	72.3	80.3	93.0	86.6	8.5
	5.00	82.7	93.3	85.8	84.4	86.7	102	89.2	7.3
草灭平	0.10	75.7	62.3	74.4	73.5	60.4	69.8	69.4	6.5
	0.25	81.9	77.5	85.6	75.4	84.9	86.3	81.9	4.6
	5.00	87.3	85.1	91.5	89.2	88.8	94.7	89.4	3.3
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.10	70.2	71.0	71.4	79.9	57.7	73.1	70.6	7.2
	0.25	89.6	78.5	87.3	87.8	86.0	89.9	86.5	4.2
	5.00	89.1	87.2	91.4	81.8	89.3	87.9	87.8	3.3
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	62.4	60.9	69.3	88.3	81.5	77.9	73.4	11
	0.25	75.3	82.6	88.4	75.0	81.6	79.9	80.5	5.0
	5.00	94.1	98.0	93.2	85.8	87.7	87.1	91.0	4.8
三氟羧草醚	0.10	71.3	77.6	73.3	57.6	69.1	71.1	70.0	6.7
	0.25	81.9	87.0	90.0	84.2	75.2	94.6	85.5	6.7
	5.00	89.0	85.1	95.5	92.5	93.6	91.6	91.2	3.7
四氯对苯二甲 酸	0.10	62.1	71.8	69.9	65.7	66.0	74.6	68.4	4.6
	0.25	80.7	77.8	86.5	89.0	84.0	85.0	83.8	4.0
	5.00	89.1	91.8	86.8	94.2	83.9	92.2	89.7	3.8

附表 52 生活污水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	66.6	72.8	70.2	73.8	68.3	65.4	69.5	3.4
	0.50	83.9	83.5	87.9	80.4	75.4	80.0	81.9	4.3
	9.00	83.0	88.2	89.1	90.1	95.2	96.7	90.4	5.0
茅草枯	0.05	74.2	80.0	73.0	70.9	69.8	71.8	73.3	3.6
	0.50	85.0	92.1	78.6	83.2	86.7	85.1	85.1	4.4
	9.00	91.6	86.4	82.2	91.4	91.6	95.4	89.8	4.7
麦草畏	0.05	82.2	78.9	73.0	78.5	60.7	87.6	76.8	9.2
	0.50	80.8	83.8	83.5	75.3	86.5	89.4	83.2	4.9
	9.00	81.2	94.7	91.4	90.7	99.0	82.6	89.9	6.9
五氯苯酚	0.05	58.9	72.9	57.1	68.9	68.8	73.3	66.7	7.0
	0.50	80.6	74.9	92.3	90.0	84.7	91.4	85.7	6.9

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	86.5	94.1	97.5	92.8	92.0	84.8	91.3	4.8
3,5-二氯苯甲酸	0.05	85.1	63.8	68.6	71.3	64.0	63.6	69.4	8.3
	0.50	87.4	83.8	87.8	80.8	78.2	77.0	82.5	4.6
	9.00	95.6	91.5	94.0	87.6	92.9	89.0	91.8	3.0
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	63.9	72.2	59.6	67.8	56.9	64.2	64.1	5.5
	0.50	88.0	85.2	74.0	82.9	98.5	70.2	83.1	10
	9.00	88.8	80.2	87.0	90.1	86.5	79.2	85.3	4.5
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	76.3	65.4	72.6	74.4	72.6	62.7	70.7	5.4
	0.50	81.9	88.9	81.1	88.1	88.6	81.1	85.0	3.9
	9.00	95.4	88.9	88.1	93.6	95.9	91.5	92.2	3.3
2,4-滴丙酸	0.05	68.0	73.0	74.0	66.0	61.1	61.7	67.3	5.5
	0.50	83.5	89.0	79.9	90.0	81.6	89.4	85.6	4.4
	9.00	90.7	94.7	82.9	88.6	92.1	89.5	89.8	4.0
2,4,5-涕丙酸	0.05	67.9	73.2	65.2	75.9	53.3	64.8	66.7	7.9
	0.50	92.2	86.4	91.3	93.4	90.8	90.8	90.8	2.4
	9.00	89.1	94.6	93.6	87.4	88.5	81.7	89.2	4.7
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	65.2	79.7	63.5	69.8	68.9	68.5	69.3	5.7
	0.50	89.3	72.9	77.2	88.9	90.8	83.4	83.8	7.3
	9.00	88.8	88.2	93.0	93.1	86.6	85.5	89.2	3.2
草灭平	0.05	64.6	76.2	65.2	67.5	74.6	51.0	66.5	9.0
	0.50	82.6	90.7	88.3	92.4	86.4	76.4	86.1	5.9
	9.00	90.2	86.8	99.0	94.5	84.9	86.2	90.3	5.5
2,4-二氯苯氧丁酸	0.05	76.9	75.6	72.7	70.5	69.4	67.6	72.1	3.6
	0.50	85.2	83.1	79.6	82.1	85.6	93.0	84.8	4.6
	9.00	89.5	83.1	84.7	84.7	92.3	97.5	88.6	5.6
4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸	0.05	74.0	56.1	70.0	73.2	61.7	53.3	64.7	8.9
	0.50	82.7	84.0	89.7	83.8	85.8	82.8	84.8	2.6
	9.00	81.9	83.5	84.3	97.0	87.8	85.7	86.7	5.4
三氟羧草醚	0.05	61.3	69.5	75.0	68.9	73.6	79.1	71.2	6.1
	0.50	77.0	79.7	85.3	89.6	83.8	82.8	83.0	4.4
	9.00	88.9	89.2	82.1	90.3	89.0	85.9	87.6	3.1
四氯对苯二甲酸	0.05	83.9	73.7	63.7	76.2	77.1	74.2	74.8	6.6
	0.50	95.5	89.5	92.0	79.7	77.0	87.2	86.8	7.2
	9.00	87.3	93.6	87.8	92.0	76.2	94.8	88.6	6.8



附表 53 工业废水加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	60.0	80.0	63.3	80.0	80.0	90.0	75.6	11
	0.50	76.0	85.3	61.0	75.3	56.0	76.3	71.7	11
	9.00	86.4	65.5	83.4	87.3	62.0	77.8	77.1	11
茅草枯	0.05	83.3	70.0	93.3	86.7	70.0	90.0	82.2	10
	0.50	59.0	86.3	82.0	67.3	67.3	64.0	71.0	11
	9.00	64.1	72.1	67.1	76.1	67.1	75.7	70.4	5.0
麦草畏	0.05	83.3	76.7	76.7	63.3	86.7	76.7	77.2	8.0
	0.50	62.3	66.3	79.3	85.3	88.7	74.7	76.1	10
	9.00	92.9	88.7	74.9	70.2	64.7	75.6	77.8	11
五氯苯酚	0.05	70.0	76.7	76.7	83.3	56.7	73.3	72.8	9.0
	0.50	57.3	71.7	92.0	61.7	79.0	90.0	75.3	14
	9.00	80.7	85.8	83.1	86.5	93.7	88.6	86.4	4.5
3,5-二氯苯甲酸	0.05	83.3	76.7	63.3	60.0	96.7	93.3	78.9	15
	0.50	73.0	76.0	81.3	76.0	70.3	76.0	75.4	3.7
	9.00	81.3	68.9	67.6	71.4	83.6	71.9	74.1	6.7
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.05	86.7	86.7	80.0	66.7	80.0	60.0	76.7	11
	0.50	79.7	67.7	62.7	62.3	65.3	89.3	71.2	11
	9.00	87.7	93.6	78.5	68.8	77.8	63.6	78.3	11
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.05	86.7	73.3	100	76.7	83.3	70.0	81.7	11
	0.50	74.7	74.0	71.7	82.0	66.7	57.3	71.1	8.4
	9.00	91.5	59.3	81.1	57.4	64.4	78.6	72.1	14
2,4-滴丙酸	0.05	80.0	63.3	60.0	63.3	76.7	60.0	67.2	8.8
	0.50	74.0	89.7	90.3	65.3	77.7	72.3	78.2	10
	9.00	77.4	78.4	69.8	67.9	96.0	90.5	80.0	11
2,4,5-涕丙酸	0.05	80.0	70.0	90.0	86.7	86.7	60.0	78.9	12
	0.50	71.7	81.3	65.0	78.7	71.7	95.3	77.3	11
	9.00	73.5	65.2	97.4	66.2	79.3	55.6	72.9	14
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.05	80.0	80.0	80.0	86.7	63.3	80.0	78.3	7.8
	0.50	62.7	73.7	83.0	83.0	60.0	59.7	70.4	11
	9.00	64.5	73.1	64.5	73.4	67.1	90.3	72.2	10
草灭平	0.05	60.0	80.0	80.0	56.7	86.7	80.0	73.9	12
	0.50	80.0	82.0	75.3	71.7	73.3	69.3	75.3	4.9

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	9.00	74.1	68.8	64.5	79.6	58.8	76.7	70.4	7.9
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	80.0	86.7	100	83.3	60.0	73.3	80.6	13
	0.50	92.3	90.0	93.7	57.0	91.3	83.3	84.6	14
	9.00	104	75.0	81.8	73.8	71.1	89.9	82.6	12
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.05	73.3	86.7	80.0	90.0	66.7	60.0	76.1	12
	0.50	58.0	68.0	69.7	93.0	56.0	66.3	68.5	13
	9.00	92.1	61.2	66.0	61.9	75.4	80.6	72.9	12
三氟羧草醚	0.05	76.7	70.0	76.7	73.3	60.0	63.3	70.0	7.0
	0.50	68.0	89.0	83.0	75.0	59.7	57.0	72.0	13
	9.00	100	90.0	80.2	79.8	86.3	92.4	88.1	7.7
四氯对苯二甲 酸	0.05	70.0	83.3	80.0	86.7	83.3	93.3	82.8	7.7
	0.50	74.7	60.7	86.7	57.3	98.0	80.3	76.3	16
	9.00	79.7	77.5	103	74.0	64.2	71.3	78.3	13

附表 54 海水样品加标回收率（液液萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.05	63.2	69.8	72.4	71.5	79.3	57.5	69.0	7.6
	0.50	88.3	81.4	95.5	90.7	93.4	77.9	87.9	6.9
	9.00	86.3	89.7	90.1	86.6	86.4	88.7	88.0	1.7
茅草枯	0.05	67.1	75.2	74.6	70.3	70.8	54.0	68.7	7.8
	0.50	87.5	87.4	81.8	85.1	75.6	82.1	83.3	4.5
	9.00	91.3	84.7	87.6	91.6	89.3	80.9	87.6	4.1
麦草畏	0.05	71.6	72.6	70.7	84.0	74.0	82.8	76.0	5.9
	0.50	92.8	99.4	92.4	88.6	75.2	91.1	89.9	8.1
	9.00	89.7	89.5	96.0	96.9	86.7	91.9	91.8	4.0
五氯苯酚	0.05	65.5	76.7	64.6	75.5	69.4	81.3	72.2	6.7
	0.50	74.8	82.3	89.8	81.9	82.0	89.1	83.3	5.5
	9.00	87.1	80.1	81.5	90.6	89.4	92.8	86.9	5.1
3,5-二氯苯甲 酸	0.05	71.4	66.7	73.7	65.3	84.1	71.2	72.1	6.7
	0.50	79.0	78.5	94.1	79.3	86.3	87.6	84.1	6.3
	9.00	82.8	83.4	98.3	93.1	89.2	83.6	88.4	6.3
2-(3-氯-2-甲 基苯氧基)丙	0.05	79.3	85.7	64.9	74.0	69.6	71.3	74.1	7.4
	0.50	97.4	83.0	80.3	86.7	80.6	79.5	84.6	6.8

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
酸	9.00	84.9	95.7	91.8	103	84.2	86.8	91.1	7.3
2-甲基-4-氯苯 氧乙酸	0.05	73.4	76.6	76.7	77.5	62.2	72.8	73.2	5.7
	0.50	86.7	82.9	86.2	93.0	79.0	83.6	85.2	4.7
	9.00	88.6	103.2	94.9	93.0	95.7	91.2	94.4	5.0
2,4-滴丙酸	0.05	60.8	64.3	59.8	46.9	68.3	58.3	59.7	7.2
	0.50	97.4	90.7	87.5	78.9	84.3	83.7	87.1	6.4
	9.00	85.1	86.9	91.7	95.6	97.1	87.4	90.6	5.0
2,4,5-涕丙酸	0.05	82.2	72.3	79.1	59.6	70.3	77.3	73.5	8.1
	0.50	85.2	68.4	77.1	81.1	77.0	84.6	78.9	6.2
	9.00	82.7	85.0	82.6	90.3	88.2	85.3	85.7	3.1
2,4,5-三氯苯 氧乙酸	0.05	57.2	76.0	63.5	60.6	71.2	66.5	65.8	6.9
	0.50	83.2	83.3	91.4	79.8	82.2	87.9	84.6	4.2
	9.00	85.3	93.0	85.2	96.9	87.4	78.2	87.7	6.6
草灭平	0.05	70.1	66.6	66.5	90.1	60.3	77.3	71.8	11
	0.50	80.6	88.3	85.7	86.9	86.0	80.1	84.6	3.4
	9.00	91.5	84.7	95.1	96.2	87.6	84.1	89.9	5.2
2,4-二氯苯氧 丁酸	0.05	59.2	84.6	63.0	80.6	61.3	65.9	69.1	11
	0.50	89.5	76.3	87.1	88.5	97.2	86.9	87.6	6.7
	9.00	97.2	88.0	87.4	88.0	87.7	91.2	89.9	3.8
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.05	69.3	69.1	77.8	69.1	73.5	74.2	72.2	3.6
	0.50	84.5	88.3	80.4	92.1	77.6	74.5	82.9	6.7
	9.00	91.5	93.1	94.4	95.5	81.9	81.6	89.7	6.3
三氟羧草醚	0.05	85.7	67.4	77.7	66.0	63.5	76.4	72.8	8.5
	0.50	85.3	100.2	77.9	81.9	82.6	89.6	86.3	7.9
	9.00	90.0	91.4	84.1	90.7	90.4	90.0	89.4	2.7
四氯对苯二甲 酸	0.05	61.9	73.1	74.3	85.4	76.5	63.4	72.4	8.7
	0.50	86.8	80.2	81.8	94.9	84.3	76.0	84.0	6.5
	9.00	84.8	92.4	88.7	94.7	92.4	91.5	90.8	3.5

附表 55 地表水样品加标测试数据汇总表（固相萃取）

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
2,4-D	0.10	85.4	85.2	70.8	73.8	75.8	75.8	77.8	6.1
	0.25	89.6	81.9	89.2	86.0	85.8	90.9	87.2	3.3

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
	5.00	87.6	90.4	94.5	90.5	93.8	88.2	90.8	2.8
茅草枯	0.10	82.8	82.1	73.2	83.2	79.9	74.1	79.2	4.5
	0.25	91.2	86.0	88.4	84.1	87.7	98.2	89.3	5.0
	5.00	83.8	86.9	89.4	88.1	87.6	84.5	86.7	2.2
麦草畏	0.10	78.7	77.4	72.8	84.2	77.9	78.4	78.2	3.6
	0.25	88.2	96.2	91.7	95.2	96.6	86.8	92.5	4.2
	5.00	84.6	87.8	87.0	91.5	83.3	91.4	87.6	3.4
五氯苯酚	0.10	80.8	80.7	91.8	76.9	83.6	80.4	82.4	5.1
	0.25	86.5	88.1	94.3	94.1	91.7	92.5	91.2	3.2
	5.00	88.2	85.6	92.2	87.8	89.2	92.5	89.3	2.7
3,5-二氯苯甲酸	0.10	80.5	85.8	70.1	79.4	78.8	82.6	79.5	5.3
	0.25	97.9	92.8	89.1	87.8	86.5	91.6	91.0	4.1
	5.00	92.2	86.7	93.8	86.1	88.9	88.9	89.4	3.0
2-(3-氯-2-甲基苯氧基)丙酸	0.10	74.5	84.7	81.2	81.3	76.7	79.5	79.7	3.6
	0.25	91.5	87.3	90.8	88.5	92.0	93.0	90.5	2.2
	5.00	86.3	91.1	92.7	91.6	80.6	89.8	88.7	4.5
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	0.10	87.4	81.6	82.6	82.8	79.6	71.5	80.9	5.3
	0.25	88.4	93.4	97.7	92.4	78.6	83.3	89.0	7.0
	5.00	85.2	89.9	91.2	91.5	84.0	92.8	89.1	3.6
2,4-滴丙酸	0.10	81.0	83.9	74.5	80.4	81.8	75.7	79.6	3.7
	0.25	91.8	89.8	84.7	94.6	90.6	88.5	90.0	3.3
	5.00	91.5	89.5	89.2	86.3	92.1	89.3	89.7	2.0
2,4,5-涕丙酸	0.10	85.4	84.4	77.1	90.5	82.5	78.8	83.1	4.8
	0.25	92.0	89.4	102	82.8	81.0	95.9	90.5	7.9
	5.00	83.2	97.2	96.1	83.5	99.2	95.7	92.5	7.2
2,4,5-三氯苯氧乙酸	0.10	79.4	76.7	85.0	79.4	73.1	73.2	77.8	4.5
	0.25	95.6	84.5	95.5	88.5	87.1	86.6	89.6	4.8
	5.00	82.9	85.0	91.6	84.2	91.2	99.8	89.1	6.4
草灭平	0.10	84.9	73.2	82.8	79.8	76.3	82.4	79.9	4.4
	0.25	91.9	95.1	89.6	85.8	93.0	85.4	90.1	3.9
	5.00	91.8	101.7	93.6	92.7	85.9	89.4	92.5	5.3
2,4-二氯苯氧丁酸	0.10	83.7	77.5	75.4	79.1	75.1	77.7	78.1	3.1
	0.25	97.3	92.6	87.9	87.1	92.1	86.9	90.7	4.1
	5.00	92.0	94.6	85.0	92.1	89.2	95.7	91.4	3.9

试样名称	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
		1	2	3	4	5	6		
4-氨基-3,5,6- 三氯吡啶羧酸	0.10	74.5	79.3	78.5	77.9	83.9	80.9	79.2	3.1
	0.25	90.2	91.7	85.8	87.2	94.4	88.4	89.6	3.1
	5.00	90.0	96.5	87.8	84.5	87.5	88.6	89.2	4.0
三氟羧草醚	0.10	81.2	77.1	71.7	77.5	86.2	81.1	79.1	4.9
	0.25	102	87.4	86.4	90.5	87.9	87.9	90.4	5.9
	5.00	92.7	91.9	99.5	89.1	92.6	99.4	94.2	4.3
四氯对苯二甲 酸	0.10	83.0	76.3	77.8	75.1	80.5	74.2	77.8	3.4
	0.25	91.8	90.4	85.9	88.7	88.1	92.4	89.6	2.5
	5.00	87.8	97.4	91.1	88.7	82.5	101	91.4	6.7

### 3 方法验证结论

经过实验室内和六家实验室间的验证得到如下结论：

#### 3.1 方法指标要求

##### 3.1.1 精密度

液液萃取法：6家实验室对含浓度为 0.10  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 5.00  $\mu\text{g/L}$  的统一加标样品进行了测定，实验室内相对标准偏差( $RSD_i$ )为 0%~16%，实验室间相对标准偏差( $RSD'$ )为 1.6%~10%，重复性限 ( $r$ ) 为 0~0.37  $\mu\text{g/L}$ ，再现性限 ( $R$ ) 为 0.01~0.65  $\mu\text{g/L}$ 。

固相萃取法：6家实验室对含浓度为 0.10  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 5.00  $\mu\text{g/L}$  的统一加标样品进行了测定，实验室内相对标准偏差( $RSD_i$ )为 0.8%~9.9%，实验室间相对标准偏差( $RSD'$ )为 1.8%~30%，重复性限 ( $r$ ) 为 0~0.08  $\mu\text{g/L}$ ，再现性限 ( $R$ ) 为 0.02~0.60  $\mu\text{g/L}$ 。

##### 3.1.2 准确度

6家实验室对实际样品（包括地表水、生活污水和两种工业废水）加标分别进行 6 次平行测定。

地表水加标浓度为 0.10  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 5.00  $\mu\text{g/L}$  时，液液萃取方法和固相萃取方法加标回收率 ( $\bar{P}$ ) 分别为 63.1%~91.9%和 77.8%~94.2%，加标回收率最终值 ( $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ ) 分别为 45.0%~104%和 65.6%~107%。

生活污水、工业废水和海水加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.50  $\mu\text{g/L}$  和 9.00  $\mu\text{g/L}$ ，使用液液萃取方法测定。生活污水、工业废水和海水加标回收率分别为 64.1%~92.2%、67.2%~88.1%和 59.7%~94.4%，加标回收率最终值分别为(64.1 $\pm$ 11.0)%~(92.2 $\pm$ 6.6)%、(67.2 $\pm$ 17.6)%~(88.1 $\pm$ 15.4)%和(59.7 $\pm$ 14.5)%~(94.4 $\pm$ 10.0)%。

方法中涉及的15种氯代除草剂的测定具有较好的重复性和再现性，能够满足方法特性指标要求。

### 3.2 方法监测要求

本标准取样体积为1000 ml、定容体积为10 ml时，液液萃取方法检出限为0.02 µg/L~0.05 µg/L，测定下限为0.08 µg/L~0.20 µg/L；液液萃取方法检出限为0.03 µg/L~0.07 µg/L，测定下限为0.12 µg/L~0.28 µg/L。

方法中目标化合物的检出限能够满足相关环保标准的监测要求。