

ICS 01.040.13

CCS Z 16

备案号：

DB63

青海省地方标准

DB63/T 1870—2020

水质 涕灭威的测定 液相色谱串联质谱法

Water quality-determination of aldicarb by liquid chromatography mass spectrometry

2020 - 12 - 09 发布

2020 - 01 - 01 实施

青海省市场监督管理局

发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 2

7 样品 2

8 分析步骤 3

9 结果计算与表示 4

10 精密度和准确度 6

11 质量保证和质量控制 7

12 废物处理 7

附录 A（资料性） 方法精密度和准确度 8

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由青海省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：青海省生态环境监测中心。

本文件主要起草人：窦筱艳、李红红、柳春辉、乔生仲、姜虹、高海鹏、钟丹丹、刘维明、周明星、保善磊、刘海燕、陈珂、孙文、李正科、王雅雯、白鸽、赵威、刘雅倩、吕晨瑶、任文婧。

本文件由青海省生态环境厅监督实施。

水质 涕灭威的测定 液相色谱串联质谱法

警告：涕灭威属于有毒有机物，实验操作时应避免接触皮肤和衣物。溶液配制和样品预处理过程应在通风橱内进行操作。

1 范围

本文件规定了采用液相色谱串联质谱法测定水中涕灭威的方法原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算与表示、质量保证和质量控制等技术内容。

本文件适用于地表水、地下水中涕灭威的测定。

当进样体积为5.0 μL 时，直接进样法的检出限为0.05 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为0.20 $\mu\text{g/L}$ 。
当取样量为100 ml，浓缩定容体积为1.0 ml，进样体积为5.0 μL 时，固相萃取法检出限为 8×10^{-4} $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 3.2×10^{-3} $\mu\text{g/L}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

本文件中没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

水中的涕灭威经直接进样或固相萃取法富集，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定性，内标法定量。

5 试剂和材料

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

5.1 硫酸。 $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84\text{ g/ml}$ 。

5.2 氢氧化钠（NaOH）。

5.3 甲醇（CH₃OH），农残级。

5.4 硫酸溶液，1+1。量取50 ml浓硫酸（5.1），缓慢加入到50 ml水中。

5.5 氢氧化钠溶液。 $\rho(\text{NaOH})=0.4\text{ g/ml}$ 。称取40 g氢氧化钠溶于水，定容至100 ml。

5.6 标准溶液。以下所有标准溶液应恢复至室温并摇匀后使用：

- a) 涕灭威（CAS 号：116-06-3）标准贮备液。 $\rho=100\ \mu\text{g/ml}$ 。可购买市售涕灭威有证标准溶液，溶剂为甲醇。贮备液于 $4\ ^\circ\text{C}$ 以下冷藏密封避光保存或参照制造商的产品说明；
- b) 涕灭威标准使用液。取适量涕灭威标准贮备液（5.6 中 a）用甲醇（5.3）稀释，使得涕灭威浓度为 $1.0\ \mu\text{g/ml}$ （参考浓度）。涕灭威标准使用液于 $4\ ^\circ\text{C}$ 以下冷藏密封避光保存，保质期为两个月；
- c) 内标贮备液。 $\rho=100\ \mu\text{g/mL}$ 。内标物为克百威- D_3 （CAS 号：1007459-98-4），可购买市售有证标准溶液，溶剂为甲醇。 $4\ ^\circ\text{C}$ 以下冷藏密封避光保存或参照制造商的产品说明；
- d) 内标使用液。取适量内标贮备液（5.6 中 c）用甲醇（5.3）稀释，使得克百威- D_3 浓度为 $2.0\ \mu\text{g/ml}$ （参考浓度）。内标使用液于 $4\ ^\circ\text{C}$ 以下冷藏密封避光保存。

5.7 氮气。纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.8 滤膜：

- a) 直接进样法使用材质为 $0.22\ \mu\text{m}$ 亲水聚四氟乙烯或其它等效材质的滤膜；
- b) 固相萃取法使用材质为 $0.22\ \mu\text{m}$ 聚四氟乙烯或其它等效材质的滤膜。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱/串联质谱仪。配有电喷雾离子化源（ESI），可使用 MRM（多离子反应监测）模式。

6.2 色谱柱。C18（ $1.7\ \mu\text{m}$ $2.1\times 50\ \text{mm}$ ）反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。

6.3 固相萃取装置。自动或手动，流速可调节。

6.4 固相萃取柱。填料为二乙烯苯和 N-乙烯基吡咯烷酮共聚物，规格为 $6\ \text{mL}/500\ \text{mg}$ 或其他等效固相萃取柱。

6.5 浓缩装置。氮吹浓缩仪或其他类型的等性能相当的设备。

6.6 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行水样的采集与保存。

用预先洗涤干净并干燥的磨口棕色玻璃瓶（250 mL）采集水样，采样瓶要完全注满不留气泡。用硫酸溶液（5.4）或氢氧化钠溶液（5.5）调节 pH 为 7~8，水样 $4\ ^\circ\text{C}$ 以下冷藏避光保存。

7.2 试样制备

7.2.1 直接进样法

水样恢复至室温，经 $0.22\ \mu\text{m}$ 滤膜（5.8）过滤后，弃去收滤液，准确移取 $1.0\ \text{mL}$ 样品至玻璃样品瓶中，加入内标使用液 $10.0\ \mu\text{L}$ （5.6 中 d），混匀待测。

7.2.2 固相萃取法

依次用 $10\ \text{mL}$ 甲醇（5.3）和 $10\ \text{mL}$ 水活化固相萃取柱（6.4），在活化过程中应确保小柱中填料表面不露出液面。量取 $100\ \text{mL}$ 水样，以小于 $5\ \text{mL}/\text{min}$ 的流速（约每秒 1 滴~每秒 2 滴）通过固相萃取柱。再用 $10\ \text{mL}$ 实验用水淋洗小柱，去除小柱上保留较弱的杂质，之后用氮气（5.7）吹干小柱。用 $10\ \text{mL}$ 甲醇（5.3）以约 $3\ \text{mL}/\text{min}$ （约每秒 1 滴）的流速洗脱富集后的小柱，收集洗脱液。将上述洗脱液浓缩（6.5）

至近干（注意保持液面微微波动），转换溶剂为水并定容到1.0 ml，最后加入内标使用液（5.6中d）10.0 μL，后经滤膜（5.8）过滤，置于玻璃样品瓶（2 ml）中，待测。

注：含有大量不挥发性盐的水样应采用固相萃取法对样品进行净化。

7.3 空白试样制备

以水代替样品，按照试样制备（7.2）相同操作步骤，制备直接进样法空白试样或固相萃取法空白试样。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 液相色谱仪参考条件

液相色谱仪参考条件如下：

- a) 流动相：流动相 A 水，流动相 B 甲醇（5.3），梯度洗脱程序见表 1；
- b) 流速：0.4 ml/min；
- c) 柱温：40 ℃；
- d) 进样体积：5.0 μL

表1 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间（min）	A（%）	B（%）
0	95	5
3	5	95
3.5	5	95
4	95	5
5	95	5

8.1.2 质谱仪参考条件

正离子模式，毛细管电压2.00 kV，离子源温度120 ℃，雾化温度350 ℃。检测方式为多离子反应监测（MRM），具体条件见表2。

注：对于不同质谱仪器，参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。

表2 目标化合物的多离子反应监测条件

化合物	监测离子对 (m/z)	驻留时间/ms	锥孔电压/V	碰撞电压/V
涕灭威	213→89*	20	25	15
	213→116	20	25	12
克百威-D3	225→165*	40	22	12
注：带*的为定量离子对				

8.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书在规定时间和频次内对液相色谱串联质谱仪进行仪器质量数和分辨率校正。

8.2 标准曲线的建立

取一定量涕灭威标准使用液(5.6中b)，用水配制至少5个浓度点的标准系列(参考质量浓度见表3)，混匀后贮存在棕色玻璃样品瓶(2 ml)中，加入内标使用液(5.6中d) 10.0 μl待测。

由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，以标准系列溶液中目标组分的浓度与内标物浓度的比值为横坐标，以其对应的峰面积(或峰高)与内标物峰面积(或峰高)为纵坐标，建立标准曲线。

表3 涕灭威标准曲线参考浓度点

单位：μg/L

目标化合物	校准曲线浓度点						
	浓度点 1	浓度点 2	浓度点 3	浓度点 4	浓度点 5	浓度点 6	浓度点 7
涕灭威	0.2	0.5	1	2	5	10	25

8.3 试样测定

取待测试样(7.2)，按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。当水样浓度超出标准曲线线性范围时，应重新取水样、适当稀释，按照(7.2)重新制备样品并测定。

8.4 空白试验

按与试样测定相同的条件(8.1)进行空白试样(7.3)的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

按照表 2 中确定的母离子与子离子进行监测，根据保留时间定性(见图1)，试样中目标组分的保留时间与标准样品中该组分的保留时间的相对偏差的绝对值应小于2.5 %；且对待测样品中各组分定性子离子的相对丰度(K_{sam} ，见式1)与浓度接近的标准溶液中对应的定性子离子相对丰度(K_{std} ，见式2)进行比较，所得偏差在表 4 规定的最大允许偏差范围内，则可判定为样品中存在对应的待测物。

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 K_{sam} ——样品中某组分定性子离子的相对丰度，%；
 A_2 ——样品中某组分二级质谱定性子离子的峰面积（或峰高）；
 A_1 ——样品中某组分二级质谱定性子离子的峰面积（或峰高）；

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

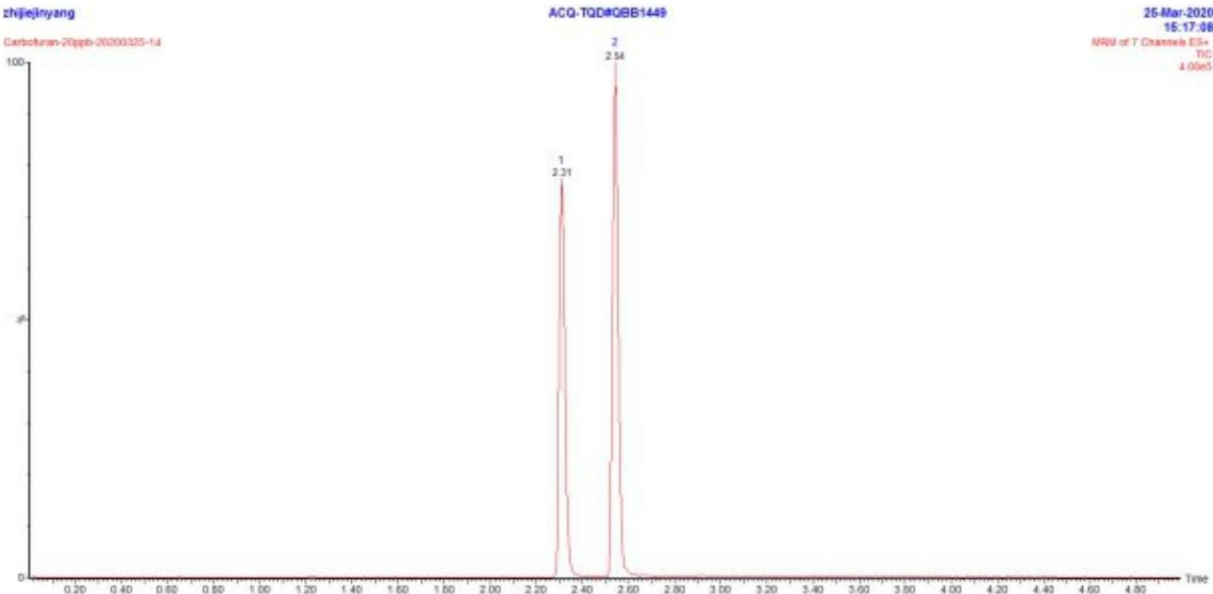
K_{std} ——标准样品中某组分定性离子的相对丰度，%；

A_{std2} ——标准样品中某组分二级质谱定性离子的峰面积（或峰高）；

A_{std1} ——标准样品中某组分二级质谱定量离子的峰面积（或峰高）。

表4 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

$K_{std}/\%$	K_{sam} 最大允许偏差/ %
$K_{std}>50$	20
$20<K_{std}\leq50$	25
$10<K_{std}\leq20$	30
$K_{std}\leq10$	50



标引序号说明：

1—涕灭威；

2—克百威-D₃。

图1 涕灭威和克百威-D₃总离子流色谱图

9.2 定量分析

目标化合物经定性鉴别后，根据目标化合物定量离子的峰面积和内标化合物定量离子的峰面积，用内标法定量。

9.3 结果计算

9.3.1 固相萃取法样品中的目标物的质量浓度按公式（3）：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times V_1}{V} \times f \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 ρ ——样品中目标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 ρ_1 ——从标准曲线上计算得到的试样中目标物的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 V_1 ——试样的体积， ml；
 V ——水样体积， ml；
 f ——稀释倍数

9.3.2 直接进样法样品中的目标物的质量浓度按公式（4）：

$$\rho = \rho_1 \times f \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 ρ ——样品中目标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 ρ_1 ——从标准曲线上计算得到的试样中目标物的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 f ——稀释倍数

9.4 结果表示

测定结果小数点后位数与方法检出限保持一致，最多保留3位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

10.1.1 直接进样法

10.1.1.1 六家实验室对涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白加标水样进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为：1.6 %~6.7 %、1.5 %~8.8 %、0.7 %~4.7 %；实验室内间相对标准偏差分别为：7.1 %、6.6 %、8.8 %；重复性限分别为：0.03 $\mu\text{g/L}$ 、0.30 $\mu\text{g/L}$ 、1.58 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.04 $\mu\text{g/L}$ 、0.46 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总表见附录 A 中表 A.1。

10.1.1.2 六家实验室对含涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水实际样品加标样进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：2.3%~6.6%、1.6%~6.0%、1.0%~4.8%；实验室内间相对标准偏差分别为：3.3%、8.6%、7.7%；重复性限分别为：0.02 $\mu\text{g/L}$ 、0.21 $\mu\text{g/L}$ 、1.42 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.03 $\mu\text{g/L}$ 、0.49 $\mu\text{g/L}$ 、4.20 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总表见附录 A 中表 A.2。

10.1.1.3 六家实验室对含涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的地下水实际样品加标样进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：3.1 %~6.6 %、1.7 %~6.0 %、1.9 %~5.5 %；实验室内间相对标准偏差分别为：4.9 %、7.5 %、6.2 %；重复性限分别为：0.07 $\mu\text{g/L}$ 、0.25 $\mu\text{g/L}$ 、1.88 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.07 $\mu\text{g/L}$ 、0.46 $\mu\text{g/L}$ 、3.67 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总表见附录 A 中表 A.2。

10.1.2 固相萃取法

10.1.2.1 六家实验室对涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白加标水样进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：2.0 %~17 %、1.9 %~11 %、0.8 %~12 %；实验室

间相对标准偏差分别为：10 %、11 %、12 %；重复性限分别为：0.0004 $\mu\text{g/L}$ 、0.002 $\mu\text{g/L}$ 、0.025 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.001 $\mu\text{g/L}$ 、0.006 $\mu\text{g/L}$ 、0.064 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总表见附录 A 中表 A.3。

10.1.2.2 六家实验室对含涕灭威浓度为 0.002 $\mu\text{g/L}$ 、0.020 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的地表水实际样品加标样进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：1.8 %~17 %、1.1 %~8.3 %、1.0 %~17 %；实验室间相对标准偏差分别为：13 %、16 %、10 %；重复性限分别为：0.0004 $\mu\text{g/L}$ 、0.002 $\mu\text{g/L}$ 、0.033 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.001 $\mu\text{g/L}$ 、0.008 $\mu\text{g/L}$ 、0.058 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总表见附录 A 中表 A.4。

10.1.2.3 六家实验室对含涕灭威浓度为 0.002 $\mu\text{g/L}$ 、0.020 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的地下水实际样品加标样进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为：4.0 %~16 %、1.7 %~13 %、2.6 %~10 %；实验室间相对标准偏差分别为：14 %、12 %、7.1 %；重复性限分别为：0.0004 $\mu\text{g/L}$ 、0.004 $\mu\text{g/L}$ 、0.029 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.001 $\mu\text{g/L}$ 、0.007 $\mu\text{g/L}$ 、0.044 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总表见附录 A 中表 A.4。

10.2 准确度

10.2.1 直接进样法

10.2.1.1 六家实验室对涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围分别为：62.6 %~101.7 %、62.0 %~113.9 %、71.0 %~103.4 %。准确度汇总表见附录 A 中表 A.5。

10.2.1.2 六家实验室对涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围分别为：63.2 %~105.5 %、70.7 %~109.7 %、78.7 %~101.7 %。准确度汇总表见附录 A 中表 A.5。

10.2.2 固相萃取法

10.2.2.1 六家实验室对涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围分别为：85.2 %~96.1 %、79.6 %~109.5 %、80.3 %~106.4 %。准确度汇总表见附录 A 中表 A.6。

10.2.2.2 六家实验室对涕灭威浓度为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围分别为：82.0 %~98.1 %、82.6 %~109.1 %、83.6 %~104.8 %。准确度汇总表见附录 A 中表 A.6。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白分析

每次分析至少做一个实验室空白，实验室空白中检出每个目标化合物的浓度不得超过方法的检出限。

11.2 校准

11.2.1 每批样品应绘制标准曲线，相关系数应 ≥ 0.995 ，否则重新绘制标准曲线。

11.2.2 每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个样品）应测定一个标准曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与该点浓度的相对偏差应 $\leq 20\%$ ，否则，需重新绘制标准曲线。

11.3 平行样测定

每20个样品或每批次(少于20个样品/批)需做1个平行双样,平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

11.4 样品加标回收率测定

11.4.1 每 20 个样品或每批次(少于 20 个样品/批)需做 1 个基体加标样,加标样与原样品在完全相同的测试条件下进行分析。固相萃取法加标回收率应在 60 %~120 %之间。

11.4.2 直接进样法加标回收率范围应在 70 %~120 %之间,否则应采用固相萃取法处理水样。

12 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管,委托有资质的单位进行处理。

附 录 A
(资料性)
方法精密度和准确度

表A. 1给出了空白水样加标测定时，直接进样法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表A. 1 空白水样加标测定精密度汇总表（直接进样法）

化合物名称	精密度统计结果					
	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内 相对标准偏差(%)	实验室间 相对标准偏差(%)	重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
涕灭威	0.20	0.184	1.6~6.7	7.1	0.03	0.04
	2.00	1.97	1.5~8.8	6.6	0.30	0.46
	20.0	19.3	0.7~4.7	8.8	1.58	5.00

表A. 2给出了实际水样加标测定时，直接进样法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表A. 2 实际水样加标测定精密度汇总表（直接进样法）

化合物名称	基体类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内 相对标准偏差(%)	实验室间 相对标准偏差(%)	重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
涕灭威	地表水	0.20	0.181	2.3~6.6	3.3	0.02	0.03
		2.00	1.89	1.6~6.0	8.6	0.21	0.49
		20.0	18.7	1.0~4.8	7.7	1.42	4.20
	地下水	0.20	0.180	3.1~6.6	4.9	0.07	0.07
		2.00	1.91	1.7~6.0	7.5	0.25	0.46
		20.0	18.8	1.9~5.5	6.2	1.88	3.67

表A. 3给出了空白水样加标测定时固相萃取方法的重复性、再现性等精密度指标。

表A. 3 空白水样加标精密度汇总表（固相萃取法）

化合物名称	精密度统计结果					
	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内 相对标准偏差(%)	实验室间 相对标准偏差(%)	重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
涕灭威	0.002	0.0017	2.0~17	10	0.0004	0.001
	0.020	0.0168	1.9~11	11	0.002	0.006
	0.200	0.173	0.8~12	12	0.025	0.064

表A. 4给出了实际水样加标测定时固相萃取法方法的重复性、再现性等精密度指标。

表A. 4 实际水样加标精密度汇总表（固相萃取法）

化合物名称	基体类型	加标浓度 (μ g/L)	总均值 (μ g/L)	实验室内 相对标准偏差(%)	实验室间 相对标准偏差(%)	重复性限r (μ g/L)	再现性限R (μ g/L)
涕灭威	地表水	0. 002	0. 00164	1. 8~17	13	0. 0004	0. 001
		0. 020	0. 0176	1. 1~8. 3	16	0. 002	0. 008
		0. 200	0. 1746	1. 0~17	10	0. 033	0. 058
	地下水	0. 002	0. 0017	4. 0~16	14	0. 0004	0. 001
		0. 020	0. 0180	1. 7~13	12	0. 004	0. 007
		0. 200	0. 1804	2. 6~10	7. 1	0. 029	0. 044

表A. 5给出了直接进样法方法的准确度指标。

表A. 5 准确度汇总表（直接进样法）

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μ g/L)	回收率范围 (%)	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
涕灭威	地表水	0. 20	62. 6~101. 7	82. 1±2×9. 8
		2. 00	62. 0~113. 9	88. 0±2×13. 0
		20. 0	71. 0~103. 4	87. 2±2×8. 1
	地下水	0. 20	63. 2~105. 5	84. 3±2×10. 6
		2. 00	70. 7~109. 7	90. 2±2×9. 7
		20. 0	78. 7~101. 7	90. 2±2×5. 8

表A. 6给出了固相萃取法方法的准确度指标。

表 A. 6 准确度汇总表（固相萃取法）

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μ g/L)	回收率范围 (%)	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
涕灭威	地表水	0. 002	85. 2~96. 1	90. 7±2×2. 7
		0. 020	79. 6~109. 5	94. 5±2×7. 5
		0. 200	80. 3~106. 4	93. 3±2×6. 5
	地下水	0. 002	82. 0~98. 1	90. 1±2×4. 0
		0. 020	82. 6~109. 1	95. 8±2×6. 6
		0. 200	83. 6~104. 8	94. 2±2×5. 3