

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 961-2018

土壤和沉积物 氨基甲酸酯类农药的 测定 高效液相色谱-三重四极杆 质谱法

**Soil and sediment—Determination of carbamate pesticides—High
performance liquid chromatography-triple quadrupole mass
spectrometry**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2018-07-29 发布

2019-01-01 实施

生态环境部 发布

目 次

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

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中氨基甲酸酯类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中15种氨基甲酸酯类农药的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、浙江省舟山海洋生态环境监测站、杭州市环境监测中心站、苏州市环境监测中心、绍兴市环境监测中心站和嘉兴市环境保护监测站。

本标准生态环境部2018年7月29日批准。

本标准自2019年1月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 氨基甲酸酯类农药的测定

高效液相色谱-三重四极杆质谱法

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

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中15种氨基甲酸酯类农药的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中杀线威、灭多威、二氧威、涕灭威、恶虫威、克百威、残杀威、甲萘威、乙硫苯威、抗蚜威、异丙威、仲丁威、甲硫威、猛杀威、棉铃威等15种氨基甲酸酯类农药的测定。

当取样量为10 g，试样定容体积为1.0 ml，进样体积为1.0 μ l时，15种氨基甲酸酯类农药的方法检出限为1~2 μ g/kg，测定下限为4~8 μ g/kg。详见附录A。

2 规范性引用文件

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

GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

土壤或沉积物中的氨基甲酸酯类农药经有机溶剂提取、固相萃取柱净化、浓缩、定容后，用高效液相色谱-三重四极杆质谱法测定，根据保留时间、特征离子定性，内标法定量。

4 干扰和消除

具有相近保留时间及分子离子峰的物质对测定产生干扰，可通过改变流动相、改变定量离子对或采用高分辨质谱消除干扰。

5 试剂和材料

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

5.1 甲醇(CH₃OH):液相色谱级。

5.2 二氯甲烷(CH₂Cl₂):液相色谱级。

5.3 乙酸铵(CH₃COONH₄):优级纯。

5.4 无水硫酸钠(Na₂SO₄)。

马弗炉中450℃灼烧4h,稍冷却后置于干燥器中备用。

5.5 甲醇-二氯甲烷混合溶剂:1+2。

用甲醇(5.1)和二氯甲烷(5.2)按1:2体积比混合。

5.6 甲醇-二氯甲烷混合溶剂:1+9。

用甲醇(5.1)和二氯甲烷(5.2)按1:9体积比混合。

5.7 乙酸铵溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4)=5\text{ mmol/L}$ 。

取192.5 mg 乙酸铵(5.3),用水溶解定容至500 ml。

5.8 甲醇-乙酸铵混合溶液:2+3。

用甲醇(5.1)和乙酸铵溶液(5.7)按2:3体积比混合。

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

直接购买市售有证标准溶液,按标准溶液证书要求保存。

5.10 氨基甲酸酯类农药标准使用液: $\rho=10\text{ mg/L}$ 。

取500 μl 氨基甲酸酯类农药标准贮备液(5.9)于5 ml 容量瓶中,用甲醇(5.1)定容,混匀,置于-18℃冰箱,密封、避光保存,保存期为6个月。

5.11 内标标准贮备液: $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

直接购买市售甲萘威-D₇和灭多威-D₃有证标准溶液,按标准溶液证书要求保存。

5.12 内标标准使用液: $\rho=10\text{ mg/L}$ 。

取500 μl 内标标准贮备液(5.11)于5 ml 容量瓶中,用甲醇(5.1)定容,混匀,置于-18℃冰箱,密封、避光保存,保存期为6个月。

5.13 固相萃取柱:石墨化炭黑/N-丙基乙二胺复合填料萃取柱(500 mg/6 ml)或其它性能相近的固相萃取柱。

5.14 硅藻土:0.6~0.9 mm (30~20目)。

5.15 石英砂:150~830 μm (200~100目)。

马弗炉中450℃灼烧4h,稍冷却后置于洁净干燥器中备用。

5.16 滤膜:0.22 μm 聚四氟乙烯或其它等效材质。

5.17 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.18 氩气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱-三重四极杆质谱仪。

- 6.1.1 质谱仪：三重四极杆质谱，配有电喷雾离子源，具备多反应监测功能。
- 6.1.2 色谱仪：具备梯度洗脱功能。
- 6.1.3 色谱柱：低键合十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱，填料粒径为 1.7 μm ，柱长为 50 mm，内径为 2.1 mm。也可使用满足分析要求的其它性能相近的色谱柱。
- 6.2 冷冻干燥仪。
- 6.3 提取装置：加压流体萃取仪（配有 50 ml 以下萃取池）、索氏提取装置、自动索氏提取仪或其他性能相当的提取装置。
- 6.4 浓缩装置：氮吹浓缩仪、旋转蒸发仪或其他性能相当的设备。
- 6.5 分析天平：感量为 0.01 g。
- 6.6 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关要求采集和保存土壤样品，按照 HJ 494 的相关要求采集水体沉积物样品，按照 GB 17378.3 的相关要求采集海洋沉积物样品。样品采集后，0~4℃密封、避光保存，7 d 内完成萃取。

7.2 样品的制备

除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），将样品完全混匀。如样品水分含量较高，应先用冷冻干燥仪（6.2）干燥。称取两份约 10 g（精确至 0.01 g）的样品。

土壤样品一份用于测定干物质含量；另一份用于提取。使用加压流体萃取法提取时，加入适量硅藻土（5.14），装入萃取池中。使用索氏提取时，加入适量无水硫酸钠（5.4），装入提取管中。

沉积物样品一份用于测定含水率；另一份用于提取，提取方法参照土壤样品。

7.3 水分的测定

按照 HJ 613 测定土壤样品干物质含量，按照 GB 17378.5 测定沉积物样品含水率。

7.4 试样的制备

7.4.1 提取

7.4.1.1 加压流体萃取

采用甲醇-二氯甲烷混合溶剂（5.5）提取样品中氨基甲酸酯类农药，压力 10.34 Mpa，萃取温度 80℃，加热时间 5 min，静态萃取时间 5 min，冲洗量 80%，萃取后氮气吹扫 60 s，循环萃取 3 次。或按照 HJ 783 进行萃取条件的设置和优化。

7.4.1.2 索氏提取

将滤筒置于索氏提取器回流管中，在圆底溶剂瓶中加入 200 ml 甲醇-二氯甲烷混合溶剂

(5.5), 提取 12 h, 回流速度控制在 4~6 次/h。提取完毕, 取出圆底溶剂瓶, 待浓缩。

注: 若经过验证也可使用其它等效提取方法。

7.4.2 浓缩

用浓缩装置(6.4)将萃取液(7.4.1)浓缩至近 1.0 ml, 待净化。

7.4.3 净化

用 5.0 ml 甲醇-二氯甲烷混合溶剂(5.6)以 2 ml/min 的速度活化固相萃取柱(5.13), 在填料即将暴露于空气之前, 将浓缩液(7.4.2)转移至柱头, 在填料即将暴露于空气之前, 用 5.0 ml 甲醇-二氯甲烷混合溶剂(5.6)洗脱萃取柱, 收集洗脱液于刻度管中。

注: 使用不同批次萃取柱净化样品时, 需通过实验确定洗脱溶剂用量。

7.4.4 净化后浓缩

用氮吹浓缩仪(6.4)将洗脱液(7.4.3) 30°C 以下浓缩至近干, 加入 20 µl 内标标准使用液(5.12), 用甲醇-乙酸铵混合溶液(5.8)定容至 1.0 ml, 过滤膜(5.16), 待测。

处理好的试样应于-18°C 以下冰箱冷冻保存, 在 30 d 完成分析。

7.5 空白试样的制备

用石英砂(5.15)替代实际样品, 按照与试样制备(7.4)相同的步骤制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 参考测量条件

8.1.1 色谱条件

流动相: 流动相 A 甲醇(5.1), 流动相 B 乙酸铵溶液(5.7), 梯度洗脱程序见表 1。流速: 0.2 ml/min; 进样体积: 1.0 µl; 柱温: 45°C。

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	40	60
5.0	99	1
5.5	99	1
7.0	40	60

8.1.2 质谱条件

电喷雾源, 正离子模式, 毛细管电压: 3000 V, 脱溶剂气温度: 350°C, 源温: 110°C, 脱溶剂气流量: 500 ml/min, 锥孔气流量: 50 ml/min。检测方式为多反应监测, 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 目标物多反应监测条件

编号	化合物	监测离子对 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (V)
1	杀线威	237.1 >71.9*	12	10
		237.1 >90.1	12	12
2	灭多威	163.4 >88.4*	15	9
		163.4 >106.0	15	10
3	二氧威	224.4 >123.4*	25	15
		224.4 >167.1	25	13
4	涕灭威	208.5 >116.3*	10	10
		208.5 >88.9	10	8
5	恶虫威	224.4 >167.4*	18	9
		224.1 >109.1	18	10
6	克百威	222.4 >165.4*	25	15
		222.4 >123.0	25	14
7	残杀威	210.5 >111.3*	20	13
		210.5 >168.1	20	12
8	甲萘威	202.4 >145.2*	20	18
		202.4 >127.1	20	16
9	乙硫苯威	226.4 >107.2*	15	9
		226.4 >164.1	15	12
10	抗蚜威	239.5 >72.4*	18	19
		239.5 >182.2	18	18
11	异丙威	194.5 >95.0*	15	12
		194.5 >137.2	15	12
12	仲丁威	208.4 >95.3*	15	12
		208.4 >152.0	15	15
13	甲硫威	226.4 >169.4*	20	13
		226.4 >121.0	20	12
14	猛杀威	208.4 >109.4*	20	15
		208.4 >151.2	20	16
15	棉铃威	400.5 >238.2*	12	8
		400.5 >91.1	12	10
16	灭多威-D ₃	166.1 >88.1*	15	9
17	甲萘威-D ₇	209.0 >152.1*	20	18

注：带*为定量离子对。

8.1.3 质谱仪的校正

按照仪器说明书进行质谱仪质量数和分辨率校正，仪器性能正常后进行测试。

8.2 校准

8.2.1 标准曲线的建立

移取适量的氨基甲酸酯类农药标准使用液（5.10）于 5 ml 容量瓶，加入 100 μ l 内标标准使用液（5.12），用甲醇-乙酸铵混合溶液（5.8）稀释至标线，配制至少 5 个浓度点的标准系列，标准系列浓度分别为 0.02 μ g/ml、0.05 μ g/ml、0.10 μ g/ml、0.20 μ g/ml 和 0.50 μ g/ml（此为参考浓度）。由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，按照测量条件（8.1）分析，以目标物浓度为横坐标，目标物的峰面积和对应内标物浓度乘积与对应内标物峰面积的比值为纵坐标，建立标准曲线。

8.2.2 平均相对响应因子计算

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

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{\rho_{ISi}}{\rho_i} \quad (1)$$

式中：

RRF_i —标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子；

A_i —标准系列中第 i 点目标物的峰面积；

A_{ISi} —内标物的峰面积；

ρ_{ISi} —内标物的浓度， μ g/ml；

ρ_i —标准系列中第 i 点目标物的浓度， μ g/ml。

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

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

式中：

\overline{RRF} —目标物的平均相对响应因子；

RRF_i —标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子；

n —标准系列点数，5。

8.3 试样测定

按照与标准曲线建立（8.2.1）相同的步骤进行试样（7.4）的测定。

8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的步骤进行空白试样（7.5）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据保留时间定性分析，在相同的实验条件下，试样中目标物保留时间和标准溶液中目标物保留时间比较，偏差应小于等于 0.1 min。目标物色谱峰的 S/N（目标物在仪器中的信号/仪器噪声）大于等于 3。样品中某组分定性离子的相对丰度 K_{sam} 与浓度接近的标准溶液中定性离子相对丰度 K_{std} 进行比较，偏差符合表 3 规定，即可判定为样品中存在目标物。15 种氨基甲酸酯类农药及 2 种内标物总离子流图见图 1。

样品中某组分定性离子的相对丰度 K_{sam} 按照公式（3）计算：

$$K_{\text{sam}} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中： K_{sam} —样品中某组分定性离子的相对丰度，%；

A_2 —样品中某组分定性离子对的峰面积（或峰高）；

A_1 —样品中某组分定量离子对的峰面积（或峰高）。

标准溶液中某组分定性离子的相对丰度 K_{std} 按照公式（4）计算：

$$K_{\text{std}} = \frac{A_{\text{std}2}}{A_{\text{std}1}} \times 100\% \quad (4)$$

式中： K_{std} —标准溶液中某组分定性离子的相对丰度，%；

$A_{\text{std}2}$ —标准溶液中某组分定性离子对的峰面积（或峰高）；

$A_{\text{std}1}$ —标准溶液中某组分定量离子对的峰面积（或峰高）。

表 3 定性确认时相对离子丰度的最大允许偏差 / %

指标	评价标准			
K_{std}	$K_{\text{std}} > 50$	$20 < K_{\text{std}} \leq 50$	$10 < K_{\text{std}} \leq 20$	$K_{\text{std}} \leq 10$
K_{sam} 的最大允许偏差	±20	±25	±30	±50

9.2 定量分析

9.2.1 用平均相对响应因子计算

试样中目标物浓度按照公式（5）进行计算：

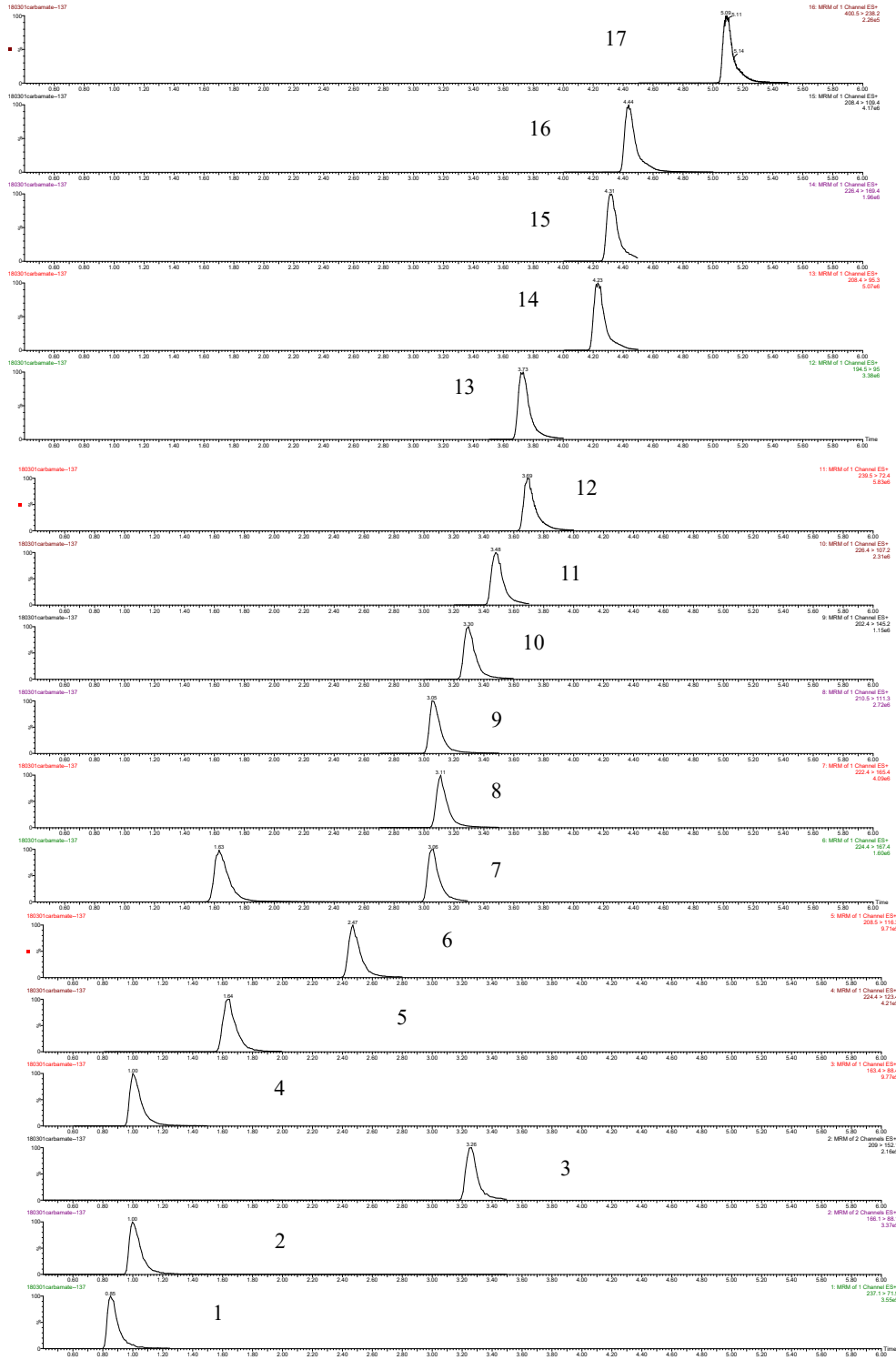
$$\rho_i = \frac{A_x \times \rho_{\text{IS}}}{A_{\text{IS}} \times \text{RRF}} \quad (5)$$

式中： ρ_i —试样中目标物的浓度，mg/L；

A_x —目标物的峰面积；

A_{IS} —内标物的峰面积；

ρ_{IS} — 内标物的浓度, 0.2 $\mu\text{g/ml}$;
 RRF — 目标物的平均相对响应因子。



9.2.2 用标准曲线计算

当目标物采用标准曲线进行校准时，试样中目标物浓度 ρ_i 通过标准曲线查询。

9.3 结果计算

土壤样品中目标物的质量浓度按照公式（6）进行计算：

$$w_{1i} = \frac{\rho_{1i} \times V_1 \times 1000}{m_1 \times w_{dm}} \quad (6)$$

式中： w_{1i} —土壤样品中第 i 种目标物浓度， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；

ρ_{1i} —土壤试样中第 i 种目标物浓度， mg/L ；

V_1 —土壤试样定容体积， ml ；

m_1 —土壤样品湿重， g ；

w_{dm} —土壤干物质含量， $\%$ 。

沉积物样品中目标物的质量浓度按照公式（7）进行计算：

$$w_{2i} = \frac{\rho_{2i} \times V_2 \times 1000}{m_2 \times (1 - w_{H_2O})} \quad (7)$$

式中： w_{2i} —沉积物样品中第 i 种目标物浓度， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；

ρ_{2i} —沉积物试样中第 i 种目标物浓度， mg/L ；

V_2 —沉积物试样定容体积， ml ；

m_2 —沉积物样品湿重， g ；

w_{H_2O} —沉积物水分含量， $\%$ 。

9.4 结果表示

测定结果小数点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

六家实验室分别对氨基甲酸酯类农药加标浓度为 $40 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $2 \mu\text{g}/\text{kg}$ 的统一沉积物样品进行了 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差范围分别为： $2.4\% \sim 17\%$ ， $2.3\% \sim 21\%$ ；实验室内相对标准偏差范围分别为： $9.8\% \sim 22\%$ ， $6.7\% \sim 21\%$ ；重复性限分别为： $8 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 11 \mu\text{g}/\text{kg}$ ， $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限分别为： $13 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 22 \mu\text{g}/\text{kg}$ ， $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

精密度结果参见附录 B。

10.2 准确度

六家实验室对氨基甲酸酯类农药浓度均小于检出限的沉积物统一样品进行加标分析测定, 加标量分别为 40 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 加标回收率范围分别为: 71.2%~135%, 72.3%~140%; 加标回收率最终值分别为: (85.4 \pm 36)%~(113 \pm 34)%, (92.6 \pm 17)%~(110 \pm 46)%。

准确度结果参见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

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

11.2 校准

标准曲线的相关系数 $r \geq 0.995$, 标准系列目标物相对响应因子的相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

选择标准曲线的中间浓度点进行连续校准, 每分析 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 进行 1 次连续校准, 测定结果相对偏差应 $\leq 20\%$, 否则需重新建立标准曲线。

11.3 平行样

每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 至少分析 1 个平行样, 平行样相对偏差 $\leq 30\%$ 。

11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 至少分析 1 个基体加标样, 加标回收率应在 45%~160%之间。

12 废物处理

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

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

当取样量为 10 g，试样定容体积为 1.0 ml，进样体积为 1.0 μ l 时，15 种氨基甲酸酯类农药的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物	英文名称	CAS No.	检出限 (μ g/kg)	测定下限 (μ g/kg)
1	杀线威	Oxamyl	23135-22-0	2	8
2	灭多威	Methomyl	16752-77-5	2	8
3	二氧威	Dioxacarb	6988-21-2	1	4
4	涕灭威	Aldicarb	116-06-3	1	4
5	恶虫威	Bendiocarb	22781-23-3	1	4
6	克百威	Carbofuran	1563-66-2	1	4
7	残杀威	Propoxur	114-26-1	1	4
8	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	1	4
9	乙硫苯威	Ethiofencarb	29973-13-5	1	4
10	抗蚜威	Pirimicarb	23103-98-2	1	4
11	异丙威	Isoprocab	2631-40-5	2	8
12	仲丁威	Fenobucarb	3766-81-2	1	4
13	甲硫威	Mercaptodimethur	2032-65-7	1	4
14	猛杀威	Promecarb	2631-37-0	1	4
15	棉铃威	Alanycarb	83130-01-2	1	4

附录 B
(资料性附录)

方法精密度和准确度

采用加压流体萃取、固相萃取净化，测定实际加标样品的精密度和准确度。表 B.1 给出方法精密度指标，表 B.2 给出方法准确度指标。

表 B.1 方法的精密度

序号	化合物	平均值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	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 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	再现性限R ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
加标浓度：40 $\mu\text{g}/\text{kg}$						
1	杀线威	38	2.6~17	18	10	22
2	灭多威	45	4.6~12	13	11	19
3	二氧威	40	3.7~11	15	8	18
4	涕灭威	41	2.5~13	12	9	16
5	恶虫威	37	2.4~14	14	9	17
6	克百威	45	3.1~11	15	9	21
7	残杀威	42	4.0~10	16	9	21
8	甲萘威	40	2.9~15	11	10	16
9	乙硫苯威	34	4.5~11	22	9	22
10	抗蚜威	41	4.5~9.5	15	8	19
11	异丙威	41	2.7~11	11	10	15
12	仲丁威	41	3.5~10	14	8	17
13	甲硫威	39	3.8~8.6	9.8	8	13
14	猛杀威	43	3.4~15	12	9	17
15	棉铃威	40	6.0~14	11	11	16
加标浓度：2 $\mu\text{g}/\text{kg}$						
1	杀线威	2	7.2~21	19	1	1
2	灭多威	2	4.4~16	10	1	1
3	二氧威	2	4.1~17	16	1	1
4	涕灭威	2	4.9~9.5	13	1	1
5	恶虫威	2	5.4~13	8.6	1	1
6	克百威	2	3.1~14	21	1	1
7	残杀威	2	4.1~9.4	11	1	1
8	甲萘威	2	3.5~7.0	15	1	1
9	乙硫苯威	2	4.8~11	15	1	1
10	抗蚜威	2	2.9~8.0	11	1	1
11	异丙威	2	3.8~16	12	1	1
12	仲丁威	2	2.3~12	11	1	1
13	甲硫威	2	3.8~8.8	9.3	1	1
14	猛杀威	2	3.4~5.6	6.7	1	1
15	棉铃威	2	5.7~15	11	1	1

表 B.2 方法的准确度

	化合物	样品浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加标回收率范围 P (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 $\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}$ (%)
加标浓度: 40 $\mu\text{g}/\text{kg}$						
1	杀线威	<2	76.6~123	95.6	18	95.6 \pm 36
2	灭多威	<2	91.1~130	113	15	113 \pm 30
3	二氧威	<1	79.2~115	101	15	101 \pm 30
4	涕灭威	<1	89.0~118	103	12	103 \pm 24
5	恶虫威	<1	74.7~112	93.2	13	93.2 \pm 26
6	克百威	<1	83.9~135	113	17	113 \pm 34
7	残杀威	<1	80.9~123	104	17	104 \pm 34
8	甲萘威	<1	86.4~110	99.1	11	99.1 \pm 22
9	乙硫苯威	<1	71.2~116	85.4	18	85.4 \pm 36
10	抗蚜威	<1	80.6~121	103	15	103 \pm 30
11	异丙威	<2	83.2~113	103	11	103 \pm 22
12	仲丁威	<1	84.5~124	102	14	102 \pm 28
13	甲硫威	<1	82.0~107	97.9	9.6	97.9 \pm 19
14	猛杀威	<1	88.2~124	108	13	108 \pm 26
15	棉铃威	<1	88.4~114	100	11	100 \pm 22
加标浓度: 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$						
1	杀线威	<2	79.3~133	101	19	101 \pm 38
2	灭多威	<2	90.5~120	105	11	105 \pm 22
3	二氧威	<1	74.6~116	98.8	16	98.8 \pm 32
4	涕灭威	<1	81.7~115	100	13	100 \pm 26
5	恶虫威	<1	83.0~107	93.1	8.0	93.1 \pm 16
6	克百威	<1	80.7~140	110	23	110 \pm 46
7	残杀威	<1	89.0~115	103	11	103 \pm 22
8	甲萘威	<1	72.3~115	95.6	14	95.6 \pm 28
9	乙硫苯威	<1	77.7~113	97.7	15	97.7 \pm 30
10	抗蚜威	<1	91.0~120	105	12	105 \pm 24
11	异丙威	<2	79.8~111	100	12	100 \pm 24
12	仲丁威	<1	87.7~116	100	11	100 \pm 22
13	甲硫威	<1	82.8~101	92.6	8.6	92.6 \pm 17
14	猛杀威	<1	95.8~116	105	7.0	105 \pm 14
15	棉铃威	<1	89.2~125	104	12	104 \pm 24